

## K-7000

### 蒸汽压力渗透仪

### 用户使用说明书

V7109 , 07/2001



# 目录

K-7000设计和检测原理 .....	4
K-7000蒸汽压力渗透仪在使用前的制备工作 .....	5
K-7000的前视图 .....	5
仪器的电器连接和后面板 .....	5
后面板的元件 .....	5
仪器的顶视图 .....	6
将仪器的检测池取出 .....	7
热敏探头的清洗 .....	7
如何插入蒸汽芯 .....	7
如何插入检测池 .....	7
K-7000蒸汽压力渗透仪的操作 .....	8
接通K-7000蒸汽压力渗透仪的电源 .....	8
K-7000蒸汽压力渗透仪键盘的操作 .....	8
K-7000蒸汽压力渗透仪显示 .....	9
显示主菜单 .....	9
如何选择合适的测量温度 .....	9
如何使用显示时间 .....	10
识别仪器的序列号 .....	10
使用校准模式 .....	10
使用实际温度模式 .....	11
如何设置桥压 .....	11
如何选择测试溶剂 .....	11
所需针式注射器的规格 .....	13
检测操作 .....	13
如何使用注射器 .....	13
如何寻找零点 .....	13
注样液滴的形成 .....	13
使用新的溶液进行测量和形成新液滴 .....	14
只更改检测样品液滴 .....	14
热敏电阻的调节 .....	15
仪器稳定所需要的时间 .....	15
三种不同的检测方法 .....	15
推断生理液中总的同渗重摩 .....	15
用400 mOsmol/kg的NaCl校准溶液进行校正 .....	17
校正数值的评价 .....	17
检测数据的评价 .....	18
当M< 500 q/mol时，分子量的计算 .....	18
当M> 500 q/mol时，分子量的计算 .....	20
校正 .....	20
测量 .....	20
如何使用EuroOsmo® 7000 Software 操作K-7000 .....	22
EuroOsmo® 7000软件的硬件需求，如何安装 .....	22
从CD ROM安装EuroOsmo® 7000 .....	22
用EuroOsmo® 7000 software的安装软盘进行安装 .....	22
硬件安装 .....	22
主界面说明 .....	23
用软件检测的设置 .....	26
检测的执行 .....	26
总同渗重摩的测量 .....	27
分子量 <500时的计算 .....	27
分子量 >500时的计算 .....	28
数据保存 .....	29
问题解答 .....	31
附件和备件 .....	32
K-7000数据表 .....	33
质量保证声明 .....	34
KNAUER软件许可条款 .....	35
符合性声明 .....	37

## K-7000的设计和检测原理

蒸汽压力渗透仪是针对测量生理液中的总同渗重摩和确定水或有机溶液的平均分子量而进行设计的。

两个热敏电阻是惠斯登电桥的一部分，由于热敏电阻上温度的不同来实现对差动电流的检测。

热敏电阻分布在检测池中，检测池充满了饱和的溶剂蒸汽。

池温由电子控制，并可以将精度保持在 $\pm 1 \times 10^{-3}^{\circ}\text{C}$ 。

让一滴纯溶剂液滴位于每一只热敏电阻上，此时系统处于零温差或系统平衡状态。

任何包含溶质的溶液其蒸汽压力低于纯溶剂的蒸汽压力。

因此，用溶液液滴替换溶剂液滴后，在两个液滴之间导致蒸汽压力的差异。

然而这种差异以下述方式得到补偿：有些纯溶剂饱和蒸汽在溶液的液滴上浓缩，这种过程一直持续到系统蒸汽压力达到平衡。

这种溶液蒸汽压力的增加导致温度的上升。

一旦系统达到平衡，将得到一个稳定的检测值。

在两个热敏电阻间温差  $\Delta T$  精确的正比于溶质溶于溶液中的颗粒数或摩尔数。

这样就可以确定溶质的浓度或分子量，在后续的情形中只限于样品浓度已知的情况。

检测池被置于包含阳极铝块的温度控制器上。

这两只热敏电阻被浓缩的蒸汽包围在玻璃烧杯中。

检测时，可选的温度范围为20 ~ 130 °C。

检测池密封于圆形罩中并用特氟隆材料的压垫紧固。

该渗透仪有6个方向的通孔，借助这些通孔，注射器可以深入并接触到热敏电阻。

当注射器深入时，轻轻的移动它们使之向下直对该通道。针头上装备有弹簧。应禁止让针头直接接触到探头。通道1-4用来注射样品。带有数字的通道1-2用来注射纯溶剂液滴。

样品口排列在左边的热敏电阻周围。渗透仪的头部也总是被温控的。为了将注射器预热，推荐头温2 °C 高于池温。这是一个经验数据，对于外部温度的扰动和冷态注射器插入检测池都有很好的防护。

## K-7000蒸汽压力渗透仪在使用前的制备工作

### K-7000的前视图

通过图1你可以了解前面板的功能及组成

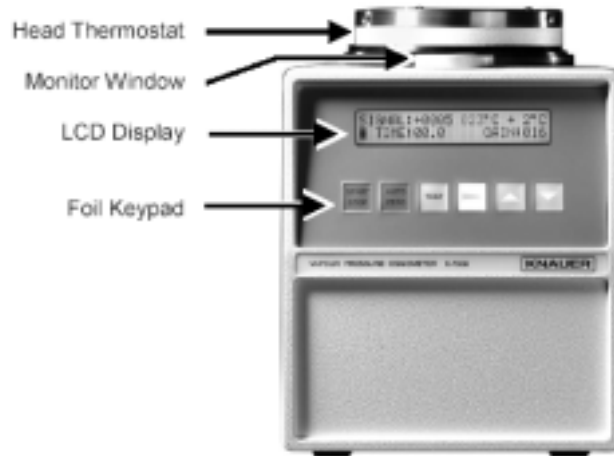


Fig. 1 Front View of the Vapor Pressure Osmometer K-7000

### 电器连接后面板组成

K-7000渗透仪可以用在很宽的输入电压范围：85~264V，47~440Hz。延时保险丝装在电源插座的后面。为免于故障的发生，一定要使用随机包装中的3头电缆线。

### Rear Panel Elements

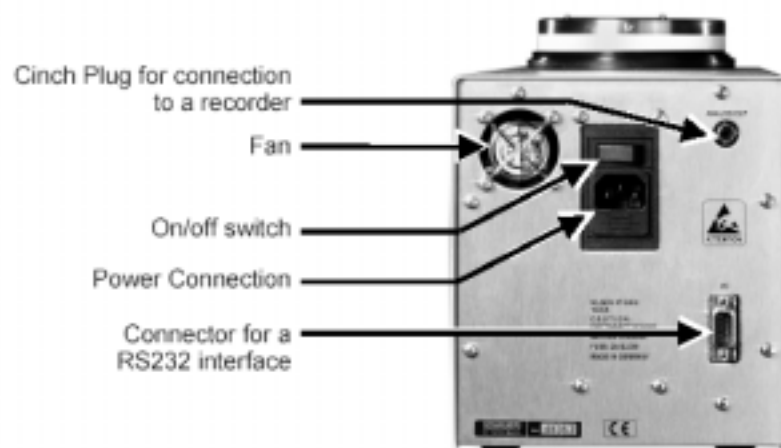


Fig. 2 Rear Panel of the Vapor Pressure Osmometer K-7000

## 仪器的顶视图

仪器顶视图的功能组件参见图 3 和表 1

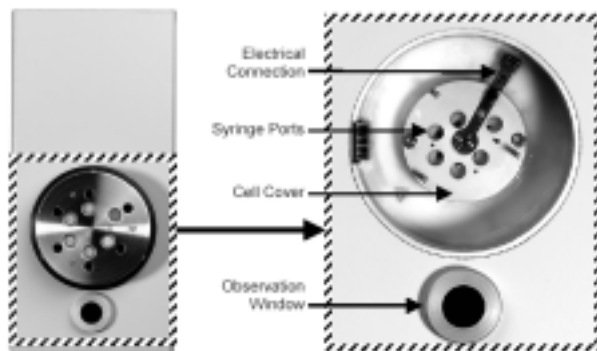


Fig. 3 Top View of the Vapor Pressure Osmometer K-7000 (left) and Top View with Head Thermostat removed (right)

Table 1 Functional Elements of the Top of the instrument

Electrical Connection	电器连接
Syringe Ports	进样口
Cell Cover	池盖
Observation Window	观察窗口

表 1 仪器顶视图的功能组件

观察窗口 Monitor Window	在渗透仪顶部的观察窗用来监视热敏电阻及控制液滴的大小。液滴的大小应一样大。检测池由一只小灯泡来照明，并由镜面反射到窗口。
进样口 Syringe Ports	
Position Red	纯溶剂漂洗右侧热敏电阻（参考）
Position Yellow	纯溶剂漂洗左侧热敏电阻（样品）
Position 1-4	供多达4种不同样品溶液使用。

图 4 了解检测池组件

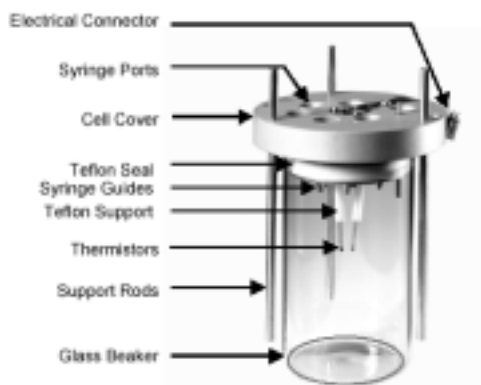


Fig. 4 Elements and Design of Measuring Cell

Electrical Connector	电器连接	Syringe Ports	进样口
Cell Cover	池盖	Teflon Seal	特氟隆密封垫
Syringe Guides	注射器导孔	Teflon Support	特氟隆支架
Thermistors	热敏探头	Support Rods	支撑杆
Glass Beaker	玻璃烧杯		

K-7000 基本设计侧视图

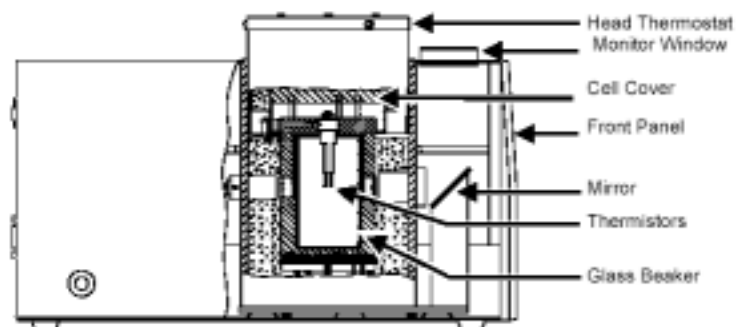


Fig. 5 Side View with basic design of K-7000

Head Thermostat	头热敏电阻
Monitor Window	观察窗口
Cell Cover	池盖
Front Panel	前面板
Mirror	反光镜
Thermistors	热敏探头
Glass Beaker	玻璃烧杯

### 将仪器的检测池取出

将注射器从进样口取出，然后将渗透仪的头提起。旋开2个螺母，断开黑色插头并包含金属盖的玻璃烧杯脱离热敏电阻。拉住玻璃杯并将盖取下。

### 清洗热敏电阻探头

请清洗位于盖中心的热敏电阻探头。先用丙酮，再用表面活性剂和水。清洗工作有助于在热敏电阻探头上附着液滴。

### 如何插入蒸汽芯

蒸汽芯（A0429）放置于烧杯中用于增大液体的表面积，以在整个检测池中得到适宜的蒸汽。

放置时应注意以下几点：

将较大的滤纸卷柱状筒并在其上部开一个小窗口然后放入玻璃烧杯中；将较小的滤纸也卷成柱状筒并用两个可滑动的纸环包柱，其中一个纸环在窗口上方，另外一个纸环在窗口的下方。这两个纸筒的窗口应调节到可以完全观察到热敏探头。

这两个窗口的方向应面对渗透仪的朝向。见下一页图6。在检测池中放入20ml的测试溶剂，放入溶剂后，汽芯应完全湿润。

### 如何插入检测池

将罩置于检测池上方，插入热敏电阻并重新插牢黑色接头。

### 一定要注意插头的确切位置！如若不然，仪器将完全不工作！

一定要注意汽芯的窗口朝向应面对仪器的前面，要不是应重新调整，确保两个热敏探头的端部应在观察窗口中完全被看到。重新安排头热敏电阻的位置，让1#口朝前。

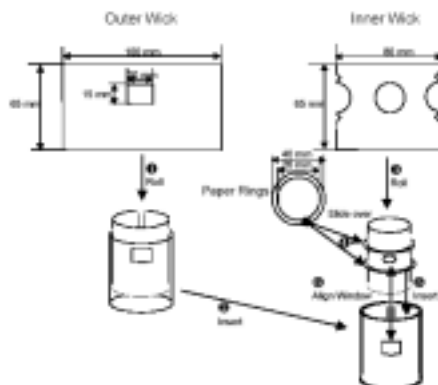


Fig. 5 Preparing the vapor wicks

图 6 汽芯的制备

## 运行你的K-7000蒸汽压力渗透仪

### 接通K-7000蒸汽压力渗透仪的电源

用仪器后面板上的开/关按钮将仪器的电源接通。接通电源后，在显示屏上显示：**Knauer Osmometer** 几秒钟后，显示仪器内部软件的发行版本号。启动过程完毕后，在显示屏上显示主菜单。此时，预置的温度将被激活。所有上次测量的参数会自动的保存，当然，如果您也可以选择新的参数，温度的设定范围为 130。按调零键，等待基线稳定。之后，按下TEST（测试）键。大约15分钟之后在屏幕显示**Test OK**（测试通过）或**maintenance required**（需要维护）。后一种提示出现的时候，热敏探头需要送回厂家作常规检查。推荐作该测试的周期为3个月，或仪器重现性差时。

### 使用K-7000渗透仪键盘

如图7所示，您可以使用仪器前面板上的键盘操作仪器。表2给出了这些键的基本功能概述。

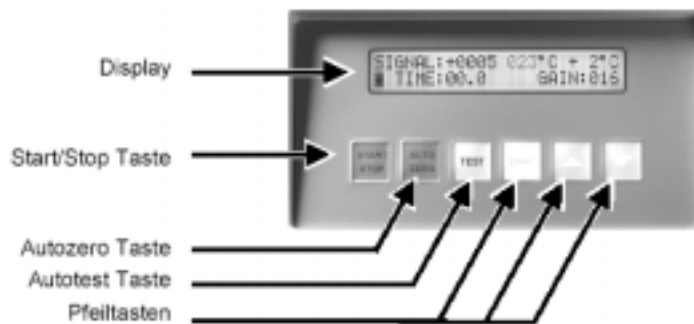


Fig. 7 Front Panel Elements of the Vapor Pressure Osmometer K-7000

Display	显示屏
Start/Stop Taste	开始/停止键
Autozero Taste	自动调零键
Autotest Taste	自动测试键
Pfeiltasten	方向键

表2 前面板键的基本功能表

START/STOP (开始/停止)	测量开始和停止
AUTOZERO (自动调零)	当 2 个热敏探头保持纯溶剂液滴时,该功能将对零点偏移进行补偿,找到零点的位置。在滴入两滴纯溶剂且基线稳定时使用该功能键。调零的过程约 20-30 秒钟。
TEST (测试)	自动测试用来检查热敏探头的性能。
Right Arrow Key (右箭头键)	在同一菜单内改变光标的位置。
Up Arrow Key (上箭头键)	选择菜单 或 增加数值
Down Arrow Key (下箭头键)	选择菜单 或 减少数值

## K-7000 蒸汽压力渗透仪的显示

## 主菜单

主菜单显示状态信息,并可由此进入其它菜单的操作。

图8 主显示菜单示范

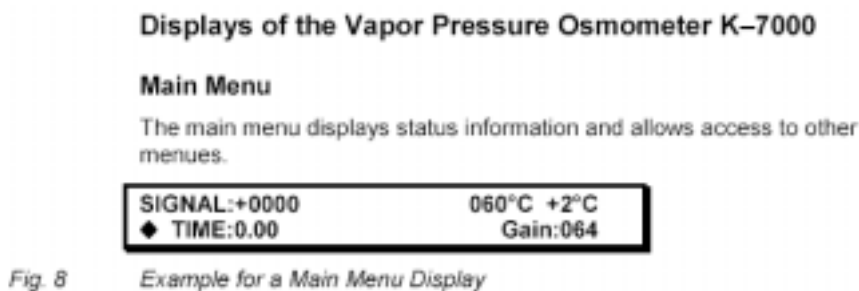


表3 K-7000 蒸汽压力渗透仪的显示特点

Singal/Measurement Value 信号/测量数值	+/-4 位
Page Selection 页面选择	黑色菱形
Time 时间	测量时间最高可达 30 分钟,以 0.1 分钟为计秒单位
Selectable Gain <sup>1)</sup> Settings 可选增益设定	1,2,4,8,16,32,64,128,256
Selectable $t$ 可选温差 $t$	最大 6

1) 增益的设定与仪器内部原始信号及仪器的输出值相应放大器有关。

2) 对蒸汽压力渗透仪而言,  $t$  是检测头和检测池之间的温差大小。  $t = T_{\text{head}} - T_{\text{cell}}$

## 如何选择合适的检测温度

在进行检测之前,你需要分别地选择整个检测池和检测头的温度。设定温度可通过选择光标的位置及编辑数值来完成,详细说明如下:检测头的温度设定总是与池温的设定保持一个增量。如果工作温度为35 时,设定检测头的温度为零。



1. 使用右方向键，将光标移动到相应的位置。
2. 按动上方向键或下方向键来选择所需的温度。

例如，如果你想将池温设定为60℃，将检测头的温度设定为62℃，你可以输入数值60℃和+2℃。当实际温度达到设定温度时，显示检测池温度的数字将闪烁。



为了能够稳定地保持池温，其设置温度至少比室温高5℃。

## 使用时间显示

时间在显示屏上显示为零时测量可以开始。测量时间的计算从分别按下开始/停止键开始。如果没有人为的改变，该时间窗是被自动存储的。利用这一特性，你可以对检测进行时间跟踪或确定测量过程的时间间隔如信号达到稳定值的时间。第二次按开始/停止键将会显示到零的时间增量。

当到零时，测量数值会保持在显示屏上（保持位置）。再次按下开始/停止键，会导致时间计数器清零。如果在任意的时刻停止检测，时间的数值将自动的复位到其原始数值（非保持位置！）

## 识别仪器的序列号

使用右箭头键将光标移动到黑色菱形处并按向上方向键。在此屏中，该设备的序列号会被显示出来。

图9 在显示屏中识别仪器的序列号

图10 显示校正方式



Fig. 9 Identifying the Serial Number on the display

### Using the Calibration Mode

Press Up Arrow Key  $\uparrow$  again. You should see a display similar to Fig. 10.

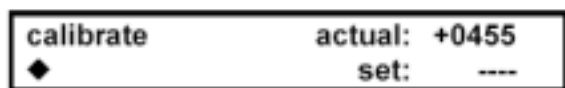


Fig. 10 Display using the mode calibration

## 如何使用校准模式

再次按上方向键，你将看到显示屏上显示如图10的信息。

### 用这种方式，可以直接确定生理中同渗重摩

对校准用途而言，你很有必要通过减小桥压来改变所检测的数值，使之较小。相对基础值来讲，我们推荐该值 50%，在同渗重摩方式下，其测量值可直接以 Osmol/Kg 的单位换算出来。

## 示范：

### 如何使用校准模式

用于进行校准的溶液是400Osmo/Kg NaCl标准溶液。仪器的增益设定为16得到的测量值为455。

在校准的显示屏上其实际值为455。再按右方向键，光标移动到第二行上。

设定：

按下箭头键直到达到400。再次按动右箭头键：现在执行校准。在显示屏上出现**calibrating**(校准)字样。10秒钟后，实际值切换为400。该变化归结与桥压的分子内还原作用。在相应的屏幕中参见图11，你可以检查一下新的桥压。校准的数值将永久保存。加在惠斯登电桥上的电压是用百分比来表示的。在屏幕中此值应进行调节，并将该值应赋予100%。在正常操作时，此值应总是给定为100%，除非执行校正及存储的时候。

### 使用实际温度方式

使用上箭头键选择到如下显示菜单。此屏中显示池压及头压。

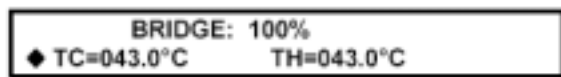


Fig. 11 Temperature Display of Measurement Cell and Cell Head

### 重新设定桥压

为将桥压设定为100%，首先将光标用右箭头键移动到桥压值设定域上，按动上箭头键一次，显示屏出现提示：Reset Bridge Voltage?

Confirm by cursor.(重设桥压？按光标确定)

再次按上箭头键，随后在屏幕上显示出100%桥压。

想返回主菜单，先按右箭头键，再按上箭头键返回主菜单。

### 如何选择测试溶剂

一种合适的溶剂其选择标准叙述如下：

1. 对样品的溶解度好;
2. 在溶剂和样品之间不存在化学作用;
3. 样品的蒸汽压约为溶剂蒸汽压的十分之一或更小。请注意下列溶剂对检测的影响；
4. 实际的蒸汽压低压与所选的溶剂有关；
5. 特别的对于大分子量物质，检测的灵敏度会降低，这是由于溶液中的摩尔数与质量相比变得太小。这是只可以检测高浓度溶液或很低颗粒浓度的物质；
6. 被检测物在所选定的温度范围内应有良好的热稳定性；
7. 所设定的检测温度与溶剂的沸点要相差至少15 。

推荐使用的检测温度见下表

表4 蒸汽压力渗透仪常用溶剂特性表

溶剂	沸点	检测温度范围	最小浓度mol/kg
丙酮	56.2	37-45	0.005
乙腈	81.6	37-60	0.001
苯	80.2	25-60	0.001
溴苯	156.2	60-130	0.005
三溴甲烷	149.5	37-90	0.003
乙酸丁脂	126.1	45-90	0.005
二硫化碳	46.3	25-37	0.001
四氯化碳	76.6	25-45	0.001
氯苯	131.7	60-90	0.005
氯仿	61.2	25-45	0.003
环己烷	80.8	37-60	0.005
Dichlorobenzene	179.5	90-130	0.005
二乙醚	34.6 <sup>*</sup>	25-30	0.005
N,N-Dimethyl Formamide	155	90-120	0.005
二甲基亚砷 (DMSO)	100	60-90	0.005
二氧六环	101	60	0.005
乙醇	78.3	45-60	0.002
乙酸乙脂	77.1	37-60	0.002
溴乙烷	38.3	25	0.005
溴乙烯	131.6	60-90	0.005
氯化乙烯	83.6	25-60	0.003
蚁酸	100.5	37-60	0.005
Furane (四氢呋喃)	32	25	0.001
正庚烷	98.3	37-60	0.005
正己烷	68.8	37-60	0.005
均三甲苯	164.6	90-130	0.005
甲醇	64.7	45	0.005
溴甲烷	96.5	37-60	0.005
甲基乙基酮	79.6	37-60	0.005
Methyl-iso-Butyl Ketone	116.9	45-60	0.005
Methylen Chloride	40.6 <sup>*</sup>	25	0.003
n-Propanol	97.2	45-60	0.002
嘧啶	115.5	60-90	0.001
叔丁醇	82.6	45-60	0.010
四氢呋喃THF	65.5	45	0.005
甲苯	110.8	37-90	0.001
三氯乙烯	87	37-60	0.001
水	100	37-60	0.005
o-Xylene	143	90	0.001

<sup>\*</sup>)低沸点的溶剂易挥发，使用时要注意使用条件

(d) 易分解溶剂

### 所需针式进样器规格

请使用符合K-7000要求的注射器，见图12（订货号A0433）

这种规格的注射器包括玻璃筒，带特氟隆头的金属活塞和金属针头。

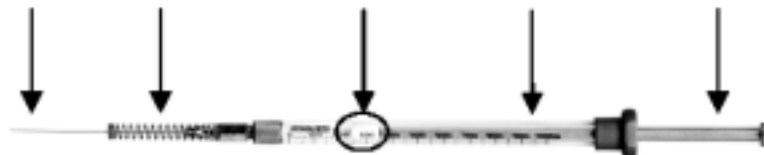


Fig. 12 Appropriate syringe for Vapor Pressure Osmometer K-7000

## 执行测量

### 如何使用注射器

将两支注射器用纯溶剂充满并将一支插入红色标记孔，另外一支插入黄色标记的孔。

在测量之前，很有必要将注射器内的气泡排除。如果活塞不慎滑出，建议您首先将注射器排空，然后用力在平面上压活塞上的特氟隆头以便使之保持密封状态。

您可以预先准备好4针样品，为减少热平衡实际，应尽快地将针头插入要注射的孔。注射器上的弹簧确定距热敏探头定义好的距离。不管分析需要与否，检测头上的孔应插满注射器。

为让液滴滴在热敏探头上，可以轻轻的向下按一下注射器从而将针头直对热敏探头。向下轻轻地推动注射器的活塞，液滴便滴落于热敏探头上。很重要一点，此步骤中产生的液滴大小一定要相同。您应在每次最后产生液滴之前，用样品将热敏探头清洗3~5次。

### 找零点位置

在开始一个新的检测之前，你必须定义仪器的零点。因此，这时候在两个热敏探头上都要滴入纯溶剂液滴。

1. 将两个热敏探头上滴入纯溶剂；
2. 等待5分钟，确信此时所建立的基线已经稳定；
3. 按下AUTOZERO（自动调零）键。

### 滴液技巧

当您想改变样品滴或样品及溶剂滴时请参照下面“检测新溶剂和新样品滴”及第14页的“只改变样品滴”章节。

您可以选择您需要的技法。确定一种技法并持续使用对分析工作是十分重要的，应在较短的时间内测量新溶剂和新样品滴。

### 检测新的溶剂和样品滴

为检测不同浓度的样品，推荐检测一系列按照浓度递增的样品。在每一次测量中，改变样品及溶剂液滴的过程如下：

1. 滴入样品液滴 - 信号指示正过载，见图13
2. 滴入溶剂液滴 - 信号指示负过载，见图13
3. 当系统达到热平衡，会得到一个稳定的测量值，此时信号停止增长，见图13

图 13 给出信号类似的形状

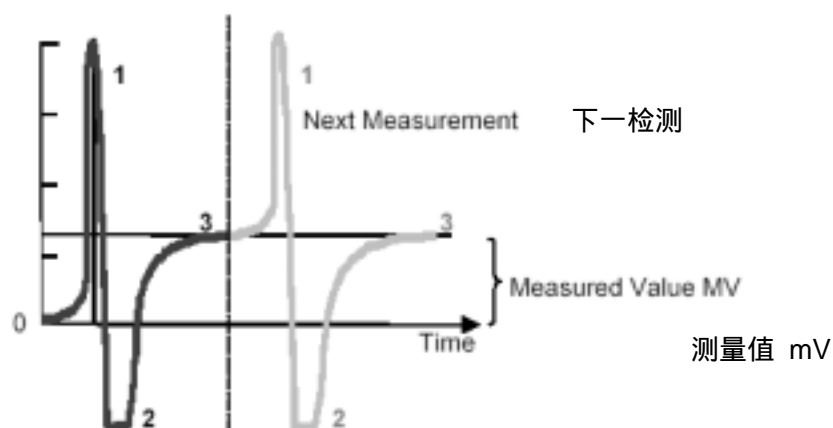


Fig. 13 Schematic Osmogram for a two droplets exchange

图 13 两个液滴变化的渗透谱图

上面出示的两个渗透谱图参考头温设定为 +2 ，参见第九页“ 选择合适检测温度 ” 章节

对于其它温度的渗透谱图与上面例子给出的谱图有所不同。

## 热敏探头的调整

如果您在测量时不能够将液滴滴在任一热敏探头上,请尝试用如下方法进行调整:

- 1.将仪器打开
- 2.用手小心的弯曲热敏探头,使它们之间的距离接近0.9mm,参见第6页图4。  
如有必要也可以弯曲注射器针头插入的小管。

## 所需的稳定时间

稳定时间定义为:在选定的池温和头温下,蒸汽压力达到平衡所需的时间间隔。

稳定时间计时从预设温度完全达到,并且各自在显示屏中显示的温度数值不闪动为止。

表5给出了大概的稳定时间。

表5 稳定时间作为检测温度的函数

Table 5 Stabilization Times as a function of the measurement temperature

Temperature [°C]	Stabilization Time [min]
25	30
40	30
60	60
100	90
130	120

Temperaure - 检测温度

Stabilization Time - 稳定时间 min

## 三种不同的检测方法

K-7000蒸汽压力渗透仪可以工作在三种不同的检测方式下。

## 确定生理液总的同渗重摩

当确定生理液的总同渗重摩时,测量值总是与所测液体中渗透的活跃颗粒数成比例。

为了校正K-7000,必须使用一种已知同渗重摩的标准溶液进行测试。校准信息总是用

回归曲线的斜率来表示,曲线的斜率由曲线的原点和  $\frac{\text{测量值}}{\text{已知同渗重摩}}$ 。Kcalib的单位为

kg/mOsmol。

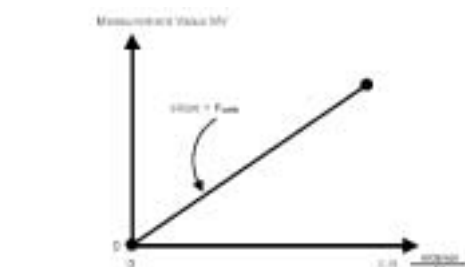


Fig 15 Calibration Graph

图15 校准曲线

Measurement Value MV 测量值 单位mV

Slope 斜率

C in  $\frac{mOsmol}{kg}$  浓度 单位  $\frac{mOsmol}{kg}$ 

Table 6 Relation between osmolality, freezing point depression and molality

实际重模 $\frac{mOsmol}{Kg}$	冰点温降 T 单位	$\frac{gNaCl}{KgH_2O}$	重量摩尔浓度 $\frac{mmol}{Kg}$	R
100	0.1858	3.09	104.2	1.04
200	0.3716	6.24	213.6	1.07
300	0.5574	9.45	323.4	1.08
400	0.7432	12.69	434.3	1.09
500	0.9290	15.94	545.6	1.09
600	1.1148	19.18	656.4	1.09
700	1.3006	22.45	768.3	1.10
750	1.395	24.10	824.8	1.10
1200	2.23	38.76	1326.4	1.11
1800	3.35	58.01	1985.3	1.10
2500	4.65	79.97	2736.8	1.09
3000	5.58	95.40	3264.9	1.09

\*)R是重量摩尔浓度与同渗重摩之比并因此表示为两者之间的偏差

说明：同渗重摩(osmolality) 于重量摩尔浓度 (molality) 之间的区别非常重要。在很稀的溶液中，这两种浓度是可比的。但随着溶液中分子数量的增加，聚集的形成是可能的。蒸汽压力渗透仪只能检测实际的自由粒子数，溶液中渗透的活跃粒子数（同渗重摩不是重量摩尔浓度）。

如何形成聚集时，同渗重摩与重量摩尔浓度相比是减小的。

### 例子：确定样品中总的同渗重摩

按照P8 “ K-7000蒸汽压力渗透议的操作 ” 节中讲述的内容，将仪器准备好，并选择合适的检测温度（见P9），输入如下数值：

Cell Temperature Tc: 60      池温：60  
Head Temperature TH: 2      头温：2  
Measurement Time: 1.5 min      测量时间：1.5分钟  
Gain: 16      增益：16

请记住，当温度达到设定值时，数字显示停止闪烁，但蒸汽压的平衡需要更长的时间(第15页表5)。

### 进行400mOsmol/kg NaCl溶液的校准

1. 打开一瓶400mOsmol/kg的NaCl校准溶液小瓶。
2. 将一支注射器吸满并插入到1口。建议您妥善保管剩余的样品。当标样瓶打开后，应尽快地使用。
3. 将样品溶液吸入一支注射器中，并插入2口。
4. 将另外两支注射器充满蒸馏水并分别插入黄口和红口。
5. 用两支空的注射器插入另外的3口和4口，以保持温度的稳定。
6. 确信在首次测量之前保证稳定时间（参看表5检测所需的稳定时间）。
7. 当基线稳定后，将热敏探头上滴入溶剂滴。  
稳定后按下Autozero（自动调零）键。测量值将在屏幕上显示20-30秒，随后变为0。渗透仪此时已经作好测量准备。
8. 将左手的热敏探头用标准溶液清洗3-5滴，最后一滴将留到最后。这对保证相同体积的溶液滴非常重要。
9. 当液滴附着上后，迅速按下START（开始）键开始检测。

测量信号处显示OVL意味着很灵敏的热敏探头上的稳定在改变。20-30秒钟后，信号范围接近一个恒定数值。1.5分钟后在HOLD位置出现测量的数值。

定标应至少进行3次。标准偏差不应超过0.5%。

### 例子：评估校正数据

下面的例子中，您可以看到校正数据可以进行评估：

Table 7 测量数据的例子

进样次数	浓度，单位mOsmol/kg	测量数值
1	400	43.37
2	400	43.51
3	400	43.47
4	400	43.61
5	400	43.54

标准偏差 0.09%

$K_{calib} = 0.1088 \text{ kgmOsmol}$



### 测量数据的评价

用3-5滴蒸馏水清洗左手的热敏探头，最后一滴留在热敏探头的端部。检查零电平。  
现在，按以上讲述的方法，将您的样品测量至少3次。

表 8 测量数据及基于校正的评价

进样次数	测量值
1	34.43
2	34.61
3	34.50
平均数：	34.51
标准偏差：	0.03%

总的样品同渗重摩：

$$34.51 \frac{\text{mOsmol}^*)}{0.1088 \text{ Kg}} = 317 \frac{\text{kg}}{\text{mOsmol}}$$

\*) 取自校正数据，见表7

### M<500g/mol时，分子量的确定

溶解在溶液中的物质颗粒数或摩尔数影响所测量的渗透压测定。如果样品的浓度是已知的，那么分子量可以确定。这只适用于较稀的溶液。  
分子量计算公式如下：

$$\frac{n \text{ Sample}}{m \text{ Solvent}} = \frac{m \text{ Sample}}{m \text{ Solvent} + M \text{ Sample}}$$

n = 样品分子的个数

m = 样品和溶剂的分别质量

M = 样品分子量

对于分子量小于500g/mol的物质，测量值与分子个数成正比。这与同渗重摩的计算非常相似。

一个已测样品如果浓度(单位 :mol/kg)和分子量已知，谱图的斜率即测量值/浓度  $K_{\text{calib}}$  的单位为kg/mol:

$$K_{\text{calib}} = MV/c$$

这样就可以通过给出未知物质的浓度C (g/kg) 来求出未知样品分子量。  
回归曲线经过图形的坐标轴原点，并且可以以Kg/g的方式测出其斜率。未知样品的分子量计算公式为：

$$M \left[ \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right] = \frac{K_{\text{calib}}}{K_{\text{Meas}}}$$

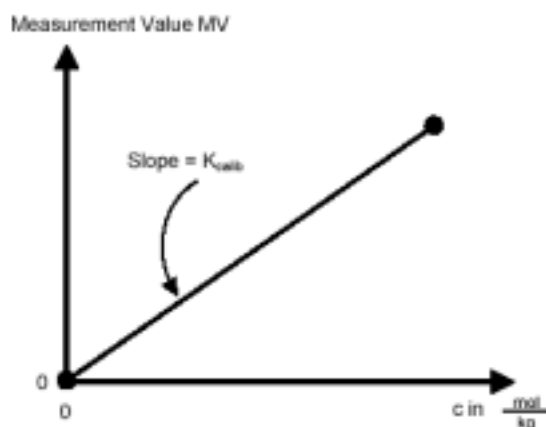


图16 校正曲线

例子：校正和确定分子量

校正就是用二苯(基)乙二酮进行的。校正数据在表9中给出。表10给出实测样品数据及校正的应用和测量值。

表9 用二苯(基)乙二酮进行校正

测量次数	浓度 ( mol/kg )	测量数值
1	0.042	22.35
2	0.042	22.19
3	0.042	22.24
	平均值：	22.26
	标准偏差：	0.04%
	$K_{calib}$	530kg/mol

表10 样品检测

测量次数	浓度 ( g/kg )	测量数值
1	18.45	31.41
2	18.45	31.52
3	18.45	31.45
	平均值：	32.46
	标准偏差：	0.02%
	$K_{meas}$	1.71kg/g

分子量：  $M = 530/1.71 = 309.9\text{g/mol}$

### M>500g/mol时，分子量的确定

当分子量 >500g/mol时，测量值和浓度之间的关系不再是线性的。因此，为确定分子量，必须按照下述方式进行：

校正：

1. 选择分子量在所测样品范围之内的标样。
2. 制备3-5种不同的浓度。
3. 对以上不同浓度进行测量。
4. 计算测量值和相对应浓度的商并绘制数据对应浓度的曲线（C的单位为mol/kg）
5. 绘制回归曲线并推断C=0时的 $K_{calib}$ 值，如下所述：

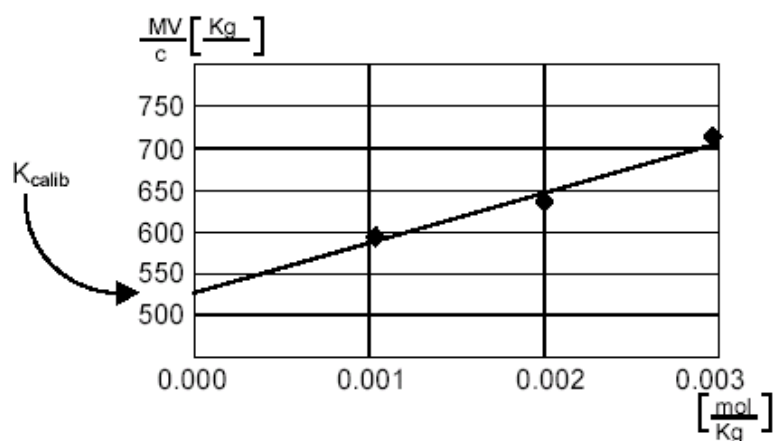


图17 M > 500g/mol时校正曲线 - 举例数据

检测：

6. 制备3-5种不同浓度的样品。
7. 对以上样品进行测试。
8. 计算测量值和相对应浓度的商并绘制数据对应浓度的曲线（C的单位为mol/kg）
9. 绘制回归曲线并推断C=0时的 $K_{calib}$ 值，如下所述：

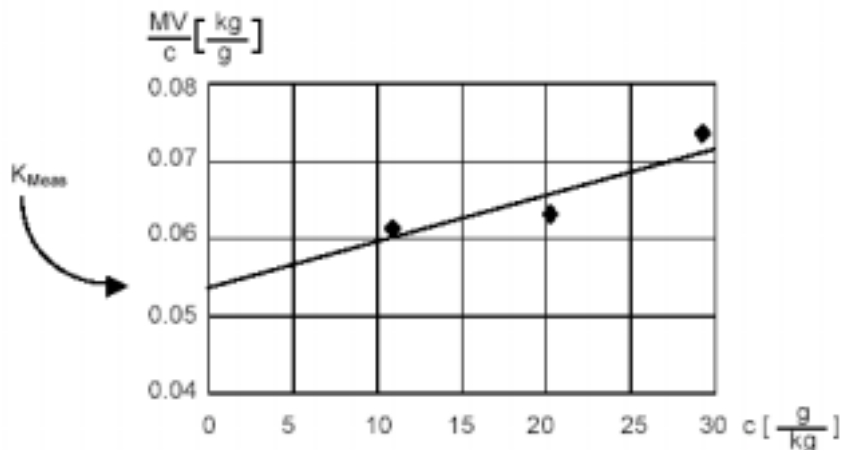


图18当分子量>500g/mol时的测量曲线 - 举例数据

分子量可由下式计算：

$$M \left[ \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right] = \frac{K_{\text{calib}}}{K_{\text{Meas}}}$$

确定聚苯乙烯的分子量

表11 用PS10100进行校正

测量次数	C ( mol/kg )	检测值 ( mV )	MV/C ( Kg/mol )
1	0.001	0.71	710
2	0.002	1.28	640
3	0.003	1.78	593
	推断C=0时：		Kcalib = 527.6kg/mol

表12 未知聚苯乙烯样品测试

测量次数	C ( g/kg )	检测值 ( mV )	MV/C ( Kg/g )
1	11.50	0.71	0.0617
2	20.12	1.25	0.0621
3	28.79	2.07	0.0719
	推断C=0时：		Kmeas = 0.054kg/g

样品分子量  $M = 527.6/0.054 = 9770\text{g/mol}$

## 如何使用 EuroOsmo® 7000 Software 操作 K-7000

K-7000渗透仪的全部功能可以通过EuroOsmo®7000软件（版本号1.2或更高版本）来实现。  
**在适用软件前首先阅读第35页上的软件许可协议！使用本软件表明您已经阅读了许可协议并接受其中的条款。**

该章节将解释在K-7000 and the EuroOsmo® 7000 软件下工作所应了解的知识。

### EuroOsmo®软件安装的硬件需求

处理器： Pentium 130 MHz或更高  
内存： 最低需求32 MB 16 MB  
操作系统： Windows NT 4.0 Windows 95  
O/S Service Pack 3 (or later) Service Pack 1  
硬盘空间： 20 MB 空余磁盘空间

在安装之前应确认您的计算机装有合适的操作系统，如果不是您要装相应的补丁包。

### 从CD ROM 安装EuroOsmo® 7000软件

1. 在光驱中插入光盘
2. 等待30秒钟，安装自动执行。
3. 如果光驱不能够自动运行请
  - 双击 *我的电脑*
  - 从鼠标右键的弹出菜单中选择 *自动运行*
  - 用鼠标的右键点击 *自动运行*
  - 如果没有自动运行选项，选择浏览器中的EuroOsmo 7000/Disk1，双击Setup.exe
4. 按照安装的提示一步步执行。

从EuroOsmo®7000的安装软盘进行安装

1. 在软驱中插入第一张软盘。
2. 在我的电脑图表上双击
3. 双击软盘A的盘符
4. 双击Setup.exe
5. 按照安装的提示一步步执行。

### 硬件安装

在启动程序之前，应将K-7000蒸汽压力渗透仪与电脑的串行口相连（例如COM2）。

## 主屏幕的说明

当您点击相应的图表或从开始/程序/Euroosomo启动程序，您将看到与图19相似的界面：

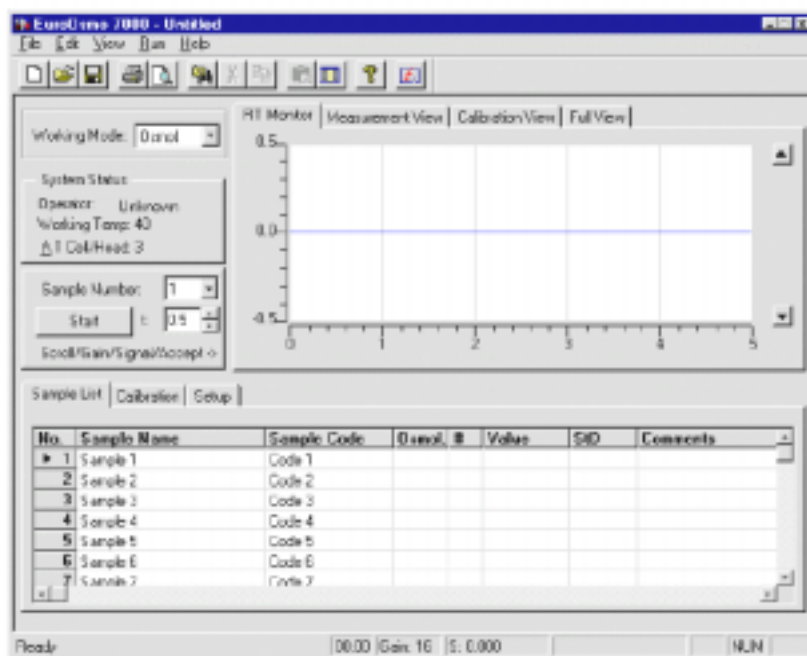


图19 EuroOsmo7000的开始界面

表13屏幕单元说明

菜单行	File Edit View Run Help
File	用于打开，存储，打印数据文件（测量或校正）
Edit	用于编辑，更改或查询文件
View	用于关闭或激活状态栏和工具条
Run	用于遥控启动，确定增益和执行自动调零
Help	显示EuroOsmo7000的软件版本
工具条	
	大多数的工具栏图表与Windows系统的图标相同，不需多说。
	粘贴数据
	自动调零
工作模式	选择测量模式
Osmo	计算总的同渗重摩
MW<500	计算小于500g/mol的分子量
MW>500	计算大于500g/mol的分子量

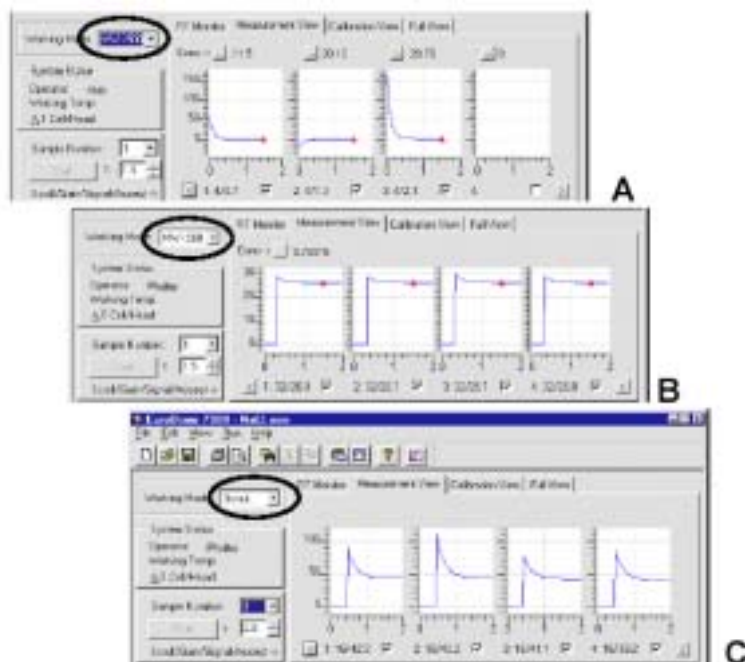




图20 上面的显示框中内容与所选模式有关

表14 状态栏说明

系统状态：	数据的改变取决于设置，当与设定稳定不同时，温度的数值闪烁
样品号：	所选的测量序列参照样品种列表（见下面），图形的窗口安装所选的样品不同而相应更改。
START（开始）	按下此按钮启动一次测量或校正
T	采集到测量结果或完成计算的时间
SCROLL/.../.../...	在测量和校正视窗中的右手部分，与<AND>键一起时滚动视窗轴。

您看到的右部视窗有4种选择：

1. 实际采集视窗
2. 测量视窗
3. 校正视窗
4. 全部视窗

实际采集视窗用于观察基线，可以用  或  来改变增益的大小。实际采集窗口可以自动放缩比例，根据最大信号的幅度自动适应。

测量视窗和校正视窗互相之间没有什么差别。两个都可以显示样品观察到的20个可能运行中的4个。

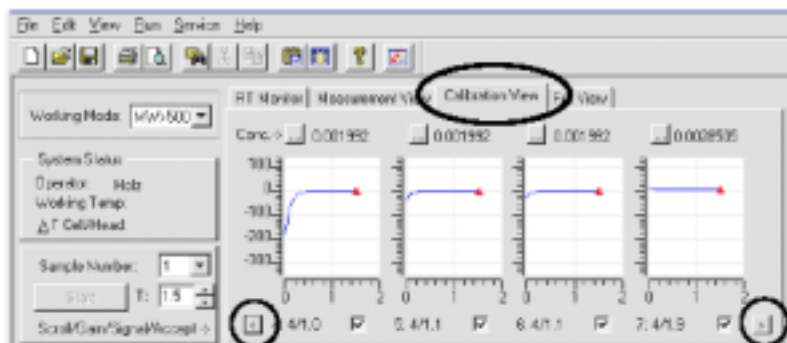


图21 执行校正过程的监视

您可以用< 和 > 键选择所要观察的运行。在每一个图下方的控制按钮用来选择或取消选择当前运行到序列中。增益、信号响应值、测量模式及浓度均此视窗中进行切换和给定（也可与24页中的图20进行比较）。只有当我们想测量分子量<500g/mol 时(B)，检测及校正窗口互不相同。其测量窗口与模式A测量同渗重模很相似。当在相应的测量或校正窗口上双击鼠标时，该窗口会放大到全视窗显示。在全视窗模式的右上部分有您所选视窗的标记。在例子中就是校正图2被标记为C。一个引导字符M标志测量曲线。

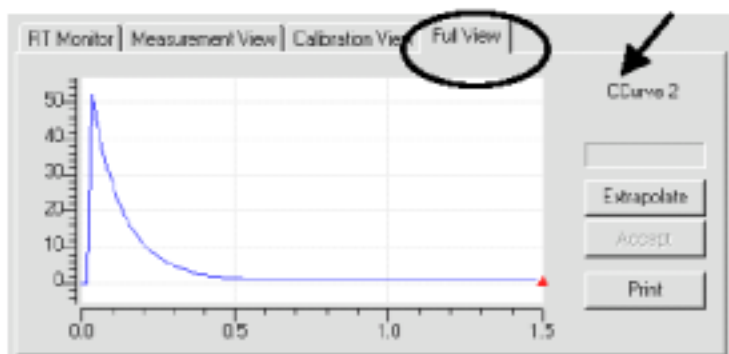


图22. 校正图的全视窗显示

如果在屏幕下部的设置（Setup）的改变会对以上四个视窗的图形设置生效。在右手部分您可以改变了背景的颜色，坐标轴的颜色以及曲线的颜色。您还可以选择以格点显示或不显示格点，见图23。



### 测量中的软件设置

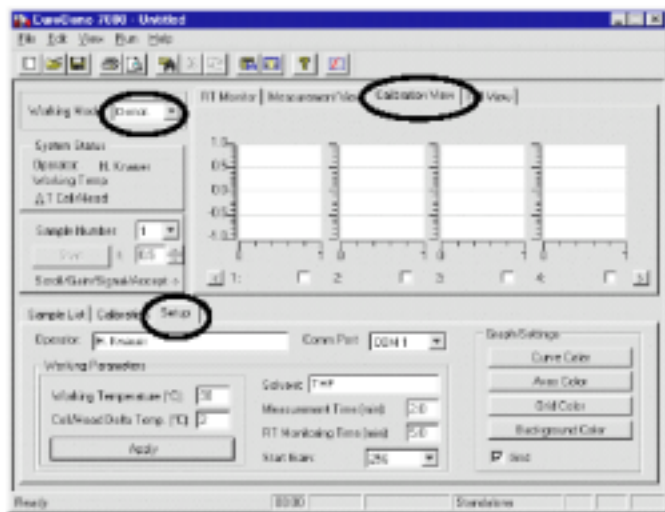


图23 设置屏幕

首先您应检查与K-7000连接的通讯口,这个过程只在第一次使用设备时是必须的。如果不管什么原因改变端口,其改变只有在重新启动EuroOsmo®软件后生效。随后您需要作的是选择工作温度(20~130 °C),池-头温差(0-6 °C),测量时间,和保留时间窗口观察时间。


测量时间是指记录图形的时间窗口,这与时间数值t是不同的。时间数值t是指从检测开始到获得测量结果值的时间间隔。测量时间应比时间数值t大一些。连续的保留时间观测时间应比测量时间更长一些。

其他的设置还有所使用的溶剂,操作者姓名和开始的增益值等。

在测量当中,软件根据信号的高度自动选择合适的增益。另外,您还可以在测量的运行菜单中选择固定的增益。增益与曲线的绘制相关。测量在执行过程中是以最大的增益执行的。当按下Apply(应用)按钮后,所有选择的设置项将生效。在下部窗口中的两个可能选项Calibration(校正)和Sample List(样品列表)的详细解释将在以下三种测量模式的说明中阐述。

### 测量的执行

以下的章节中所涉及到的内容请参考前面对应章节中不使用软件测量的描述。在这里只讲述他们之间的区别。通用的特点如 的预热时间,形成液滴的技巧将不在此处再费口舌。

在进行任一测量或校正之前,您必须通过自动调零(AutoZero)校正仪器的零点位置,这个过程与您所选择哪一类测量无关。过程的实现请参考“查找零点”章节的描述,并使用软件的  代替在仪器上AUTOZERO按钮。

## 计算总的同渗重模

### 校正

选择同渗重模 (Osmol) 工作模式，并如前所述执行相应的设置。

在屏幕的右上方选择校正视窗；在屏幕的下方选择校正。输入标准物质的名称，标准物质的同渗重模。

在样品探头上 (左) 液滴交换后，立即按下下部屏幕中右侧的 Start Calibration (开始校正) 按钮。检测在时间  $t$  达到时自动停止。测量的数值和选择的增益在下面 osmogram (同渗重模) 的下面 (即 5 : 4/1.1)。数值 Kcalib 也被计算和显示出来。我们建议为了获得可信的结果，上述检测过程至少进行 3 次。万一某一校正检测失败，可以在相应的选择框内清除 ☒ 来去除该次测量的数据。

### 测量

切换到测量视窗 Measure View 并将屏幕下部置于样品列表中 Sample List。

样品 1 被自动选择。为检验以上校正过程的正确性，建议把 NaCl 标准物质作为样品在测量一遍。当样品液滴滴到样品探头上 (左侧) 立即按下屏幕中间部分左侧的 Start (开始) 按钮。当设定的时间达到时，检测自动终止。样品的同渗重模自动的进行计算并列在样品表中。

每一样品的测量可执行多至 20 次。当前样品被测的所有数值被平均并计算平均值。

如果某一测量失败，如液滴滴落，您可以在相应的选择框内清除 ☒ 来去除该次测量的数据。在样品列表中的数值为所接受的测量序列的平均同渗重模。# 列表示所接受的测量次数。

## 分子量 < 500g/mol 的测量

选择工作模式为 MW < 500 并执行相应的设置以及自动调零等准备工作。

### 校正

在屏幕的右上方选择校正视窗；在屏幕的下方选择校正。

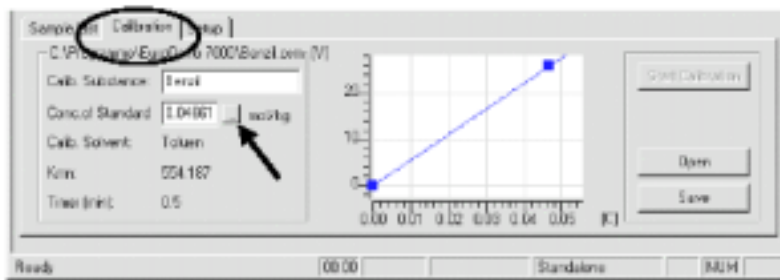


图24 分子量 < 500 时，校正区域描述

输入校正标准物质名称、浓度。浓度栏可以直接输入以 mol/kg 为单位的浓度值也可以通过弹出的辅助窗口进行浓度计算。(图24 箭头所指处)

借助第二栏选项标准物质的质量，其分子量及溶剂的质量，该标准溶剂的浓度会

被自动的计算出来。

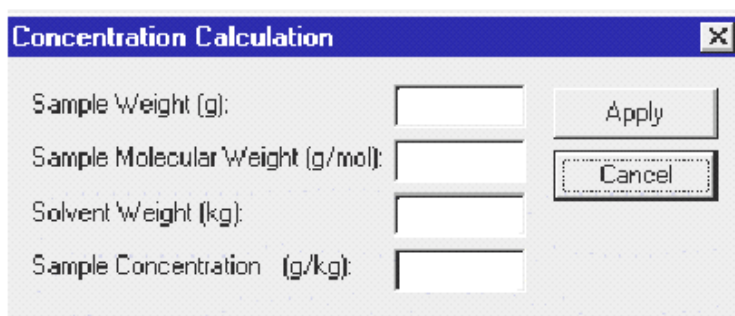


图25 浓度计算窗口

更进一步的校正过程与选择“同渗重模计算”模式类似。

为获得高可信度强的结果，强烈推荐进行至少3次的检测。并且，建议以标物作为样品作一下验证。

#### 样品的测量

样品的测量过程与同渗重模的测量相似，唯一的不同之处是需要输入样品的浓度。点击测量视窗上部的浓度计算窗口，与图25类似。在该窗口中，没有对分子量的输入。

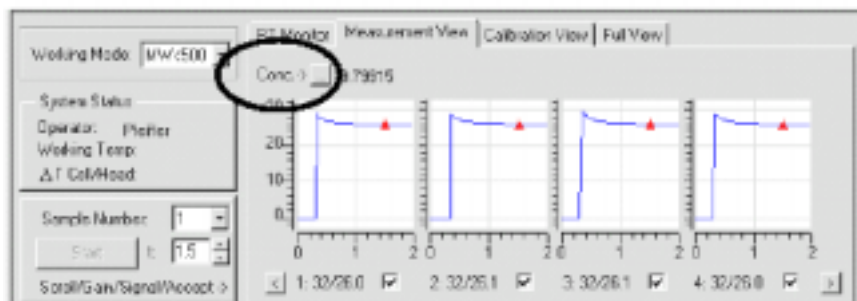


图26 分子量<500时，测量视窗描述

样品的测量结果可以在样品列表中察看。显示的数值表明分子量。#域表示所接受的测量次数。

#### 分子量>500g/mol的测量

选择工作模式为MW>500并执行相应的设置以及自动调零等准备工作。

##### 校正

在屏幕的右上方选择校正视窗；在屏幕的下方选择校正。

在屏幕下部输入校正标物的名称。其各自浓度要在每一次单独的测试过程中的osmogram窗口中输入。您可以用浓度计算窗口计算每一次单独运行过程标准物质溶液的浓度。

当执行完第二次校正过程，在底部屏幕将出现与20页图17相似的曲线。

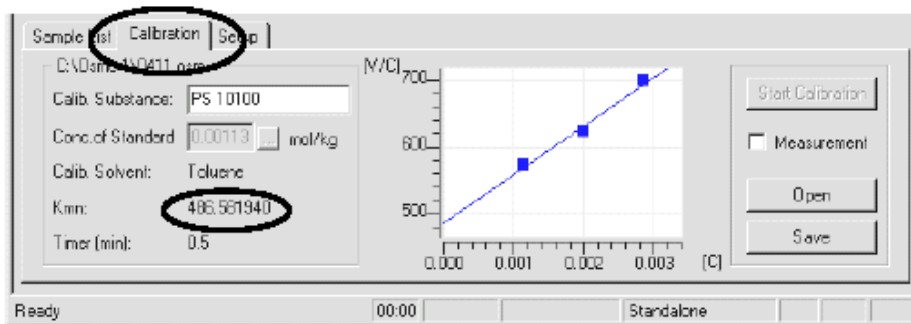


图27 所测标准物质的校正曲线

在加入新的校正检测时，该曲线会改变并得到完善。如果对一给定浓度的物质测量2次或更多次，软件会自动的计算这些结果的平均值并推断当浓度为零时Kcalib(及c=0时，M/V的值。

#### 样品的测量

对于样品的检测，其方法类似。样品的浓度必须在每一次检测中分别输入。当至少两次测量结束后，在校正视窗中会出现于21页图18相似的曲线。

通过点击校正及检测的控制域，可以在两个视窗中切换。

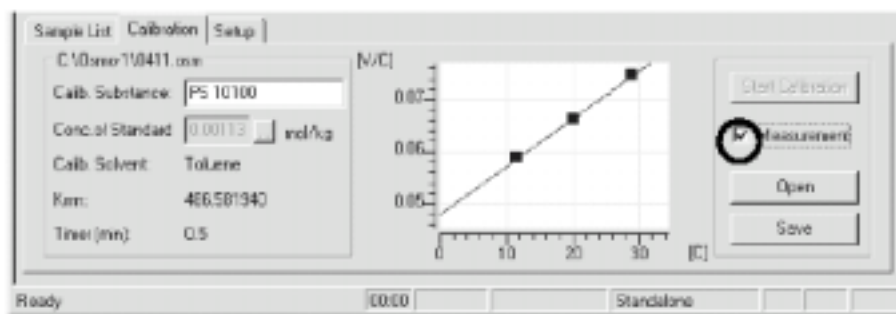


图28 样品的测量曲线

对于每一样品序列，您可以执行在最多5种不同浓度下的20次检测。软件自动计算这些结果的平均值，并与推断Kcalib方法类似推断Kmeas值。计算出的分子量数值列在样品列表中。

## 数据存储

由EuroOsmo®软件获得的所有数据可以存储为样品或方法文件。任何一种文件包括：

1. 方法建立
2. 校正
3. 检测
4. 评估

文件以.osm作为后缀名。

文件可以以点击Windows图标的方式便捷的打开和关闭。但每次只能打开一个文

件。所以，当您试图打开新文件时，您将被询问是否要对打开的文件进行保存。在您想关闭EuroOsmo软件时，系统会提示您需不需要对文件的改变进行保存。

对于多用途的校正数据，它们可以分别地保存为不同尾缀的文件：

**.cls** 同渗重模方式

**.cll** 分子量<500

**.clg** 分子量>500

每一种文件可以通过屏幕下部校正表的存储及打开按钮来保存或打开。

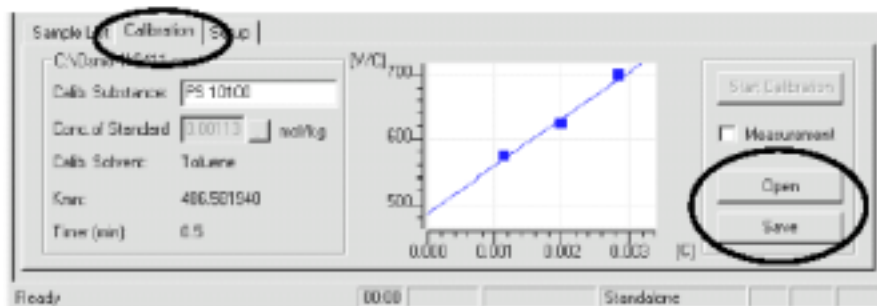


图29 保存及打开校正文件

## 故障诊断

故障	原因及解决方法
仪器不工作	检查池盖上的电器连接器的正确位置
仪器持续的溢出	设置温度太低，至少应比室温高5
注射器的针头总错过热敏探头	热敏探头的位置需要调整，两个热敏探头之间的距离应为0.9cm
液滴总是掉落，不能长久的保持在热敏探头上	用丙酮清洗热敏探头，然后用表面活性剂清洗最后用水清洗。
零线不可调	热敏探头出错，进行测试（第8页）
基线漂移	温度没有稳定，等待更长的时间
注射器渗液	将注射器的活塞取出，在桌面上用力压按有特氟龙端头的一端，然后在安装回去。
测量数值不重复	温度没有稳定，等待更长的时间 液滴大小不等，液滴越大，测量数值越小
测量数值不稳定	样品挥发，不能测量
测量数值减小然后忽然增大	溶剂分解，请更换溶剂
测量图形变化	需要改进滴液技术

**备件和附件***表15 标准供应件列表 ( 包括在包装A3701中 )*

A3703	通用热敏探头 ( 20-130 )
A0807	带玻璃柱的玻璃烧杯
A0429	10个一包的汽芯
A0433	带特氟龙/金属活塞的注射器 , 7件
Y1277	清洗溶液
Y1026	10g 苯I
	记录仪电缆
	电源线 ( 110 V or 220 V )
V7109	操作手册
	保修卡

*表16 附件列表*

A0428	玻璃活塞注射器
A0430	12个一包的针头及弹簧
Y1241	10瓶NaCl ( 400mOsmol/kg ) 校准溶液
A3702	EuroOsmo® 7000 Software Package for Windows 95 / 98 / NT, (RS232 cable included) 软件包

**蒸汽压力渗透仪K-7000参数表**

特别用于检测水性溶剂和有机溶剂中聚和物的分子量。可以确定生理液中的同渗重模。

外部数据评估使用EuroOsmo7000软件包

分子量范围	水系：	10,000g/mol	
	有机：	40-40,000g/mol	
浓度范围：		0.001-15molal	
最小检测限：		$3.3 \times 10^{-5}$ mol/kg	甲苯为溶剂
		$1.7 \times 10^{-4}$ mol/kg	水为溶剂
温度稳定度：		$\pm 1 \times 10^{-3}$	
池温范围：		20-130	
T：		最大6	

预热时间：	40	:	0.5h
	60	:	1.0h
	100	:	1.5h
	130	:	2.0h

注射器：1ml带特氟龙头的金属活塞

最小池溶剂量：	20ml
增益：	1-256
电压范围：	85-264V/47-440Hz,60VA
RS232连接PC	
记录仪输出：	1V
外形尺寸：	160x182x340mm
重量：	5.4kg

我们保留改变因升级而改变技术参数的权利。  
较小的改进将不作说明，大的改动将在附加文档中加以说明。



北京联合科力科技有限公司 技术部 编译  
该译本仅供参考。  
如本译本与说明书原文有差异,以说明书原文为准。