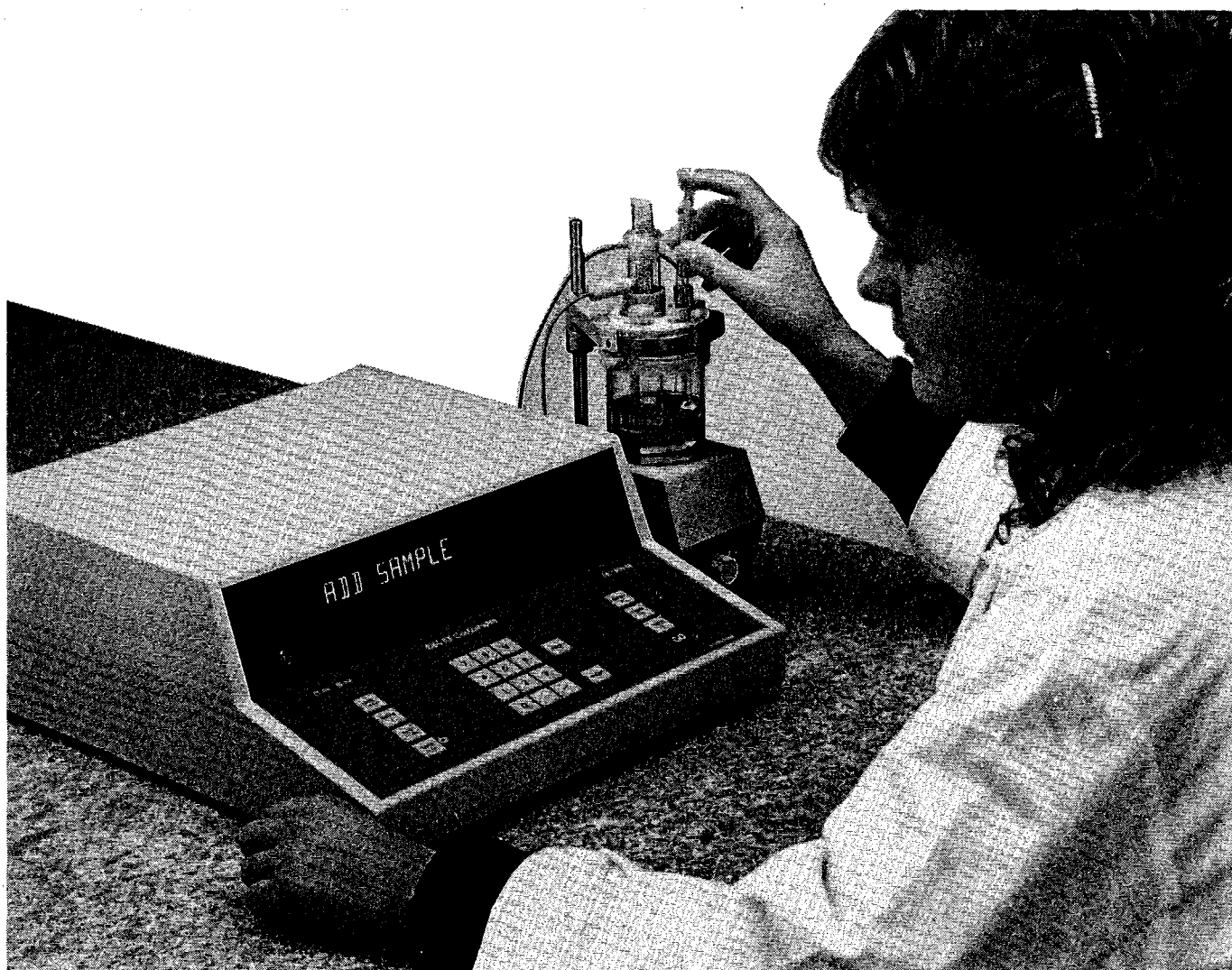


Metrohm

Mode d'emploi

Coulomètre KF 684

Série 13...



 **Metrohm**

METROHM SA
CH-9101 Herisau

Suisse
Téléphone 071/53 11 33
Téléfax 071/52 11 14
Télex 88 27 12 metr ch

8.684.1012

La mesure en chimie

METROHM SA CH-9100 Herisau (Suisse)

Coulomètre KF

684

Série 13

684 /c
90.04 Ti/mm

Coulomètre KF 684

Table des matières

	<u>Page</u>
1. Introduction	1
2. Préparatifs	
2.1. Mise en place du Coulomètre KF avec agitateur ou Poste Ti 703	2
2.2. Branchement d'une imprimante	3
2.3. Branchement d'un système de données externe	3
3. Cellule de mesure	
3.1 Préparation et branchement	4
3.1.1 Cellule avec diaphragme	4
3.1.2 Cellule sans diaphragme	6
3.2 Nettoyage et séchage	8
4. Manipulation	
4.1 Déroulement de la manipulation	9
4.2 Eléments pour la manipulation	10
5. Remarques pratiques	
5.1 Adjonction des échantillons	15
5.1.1 Echantillons liquides	15
5.1.2 Echantillons solides	16
5.2 Conditions de travail optimales	18
6. Messages d'erreur, perturbations	
6.1 Dérangements généraux	19
6.2 Messages d'état et d'erreur	19
6.3 Directives pour le diagnostic	21
7. Interface RS232 3.540.2441	
7.1 Spécifications techniques	30
7.2 Positions des commutateurs	30
7.3 Structure du programme: 684 émet une ligne	31
7.4 Exemples pour le branchement des appareils périphériques	31
7.4.1 Imprimante Citizen iDP-560 RS	31
7.4.2 Imprimante EPSON P40/P80	32
7.4.3 Imprimante Seiko DPU-411	32
7.4.4 IBM® PC/XT/PS-2/AT ou compatible	32
7.4.5 Autres appareils périphériques	32
7.4.6 Câblage pour l'opération sans handshake	32
7.5 Attribution des contacts	33
8. Annexe	
8.1 Programme de livraison et désignations de commande	36
8.2 Spécifications techniques	39
8.3 Garantie	39
8.4 Mode d'emploi pour Agitateur magnétique	40
8.5 Glossaire	41

1. Introduction

Le titrage coulométrique selon Karl Fischer est une variante de la méthode classique de dosage de l'eau de Karl Fischer. La méthode classique fait usage d'une solution méthanolique d'iode, de bioxyde de soufre et d'une base comme tampon. Les différentes réactions ayant lieu lors du titrage se résument par l'équation brute suivante:



D'après cette équation, le dosage de la teneur en eau d'un échantillon repose sur le fait que l'adjonction d'une quantité déterminée de I_2 transforme une quantité équivalente de H_2O .

La méthode classique de Karl Fischer a été constamment perfectionnée pendant ces dernières années. Ce perfectionnement ne concerne non seulement l'affinage et l'automatisation du dosage des réactifs, mais aussi l'indication du point final et la qualité des réactifs. Malgré le progrès acquis, la méthode Karl Fischer classique souffre de l'instabilité du réactif (à un seul composant) généralement utilisé, dont le titre doit constamment être contrôlé à l'aide de solutions d'étalonnage.

Dans le dosage Karl Fischer selon la méthode coulométrique, l'iode nécessaire est produit directement dans l'électrolyte par voie électrochimique. Il y a, entre la charge électrique et la quantité d'iode produite, une relation strictement quantitative qui permet de doser l'iode avec une extrême précision. Le dosage coulométrique Karl Fischer étant une méthode absolue, il évite les difficultés mentionnées ci-dessus, relatives aux solutions de titrage.

Le Coulomètre KF 684 fait usage de l'indication voltamétrique du point final. Un courant alternatif d'intensité constante est imprimé aux deux électrodes. Il produit une tension entre les électrodes indicatrices, tension qui est diminuée de façon considérable en présence d'iode libre. Ce phénomène est exploité pour l'indication du point final.

Les livres suivants donnent un résumé du titrage Karl Fischer:

- G. Wieland, Le dosage de l'eau par le titrage de Karl-Fischer, GIT Verlag, Darmstadt, 1986
- E. Scholz, Karl Fischer Titration (en anglais), Springer Verlag, Berlin, 1984

Le Coulomètre KF 684 est un appareil automatisé destiné à la détermination de traces d'eau de l'ordre de $10 \mu\text{g}$... 10mg . Normalement, aucun paramètre ne doit être placé. Ceci n'est nécessaire que dans quelques cas spéciaux bien définis.

2. Préparatifs

2.1 Mise en place du Coulomètre KF avec l'Agitateur ou Poste Ti 703

S'assurer, avant de mettre en tension l'appareil pour la première fois, que les chiffres corrects pour la tension et la fréquence du réseau soient placés au dos de l'appareil. La tension peut, au besoin, être changée, après avoir déconnecté le réseau et démonté la paroi arrière de l'appareil de commande. Ensuite, contrôler le fusible et le remplacer au besoin. Pour adapter l'appareil à une fréquence d'alimentation de 60 Hz, souder le pont 1 sur la carte circuit imprimé 3.540.2140.

Fusibles:

0,2 A (retardés) pour 220 et 240 V

0,4 A (retardés) pour 100 et 117 V

Branchement au réseau:

Les cordons livrés au choix avec l'appareil, soit

- 6.2122.010 avec fiche SEV type 12 (Suisse...)
- 6.2122.030 avec fiche CEE(7), VII (Allemagne...)
- 6.2122.060 avec fiche NEMA/ASA (Etats Unis...)

sont à trois conducteurs et munis d'une fiche avec contact terrestre. Raccorder le conducteur jaune/ vert (norme IEC) à la terre de protection, si une autre fiche est employée.

A défaut d'une prise avec contact terrestre, l'appareil doit être relié à une connexion de terre irrécusable par la borne de mise à terre (-I).

Branchement de l'Agitateur ou Poste Ti 703:

Monter la tige de support au Coulomètre KF et y fixer l'Agitateur ou le Poste Ti. Monter l'agitateur aussi bas que possible (voir mode d'emploi pour l'agitateur, page 40). Raccorder l'agitateur ou le Poste Ti avec le câble 6.2108.110 au Coulomètre KF (douille ϕ).

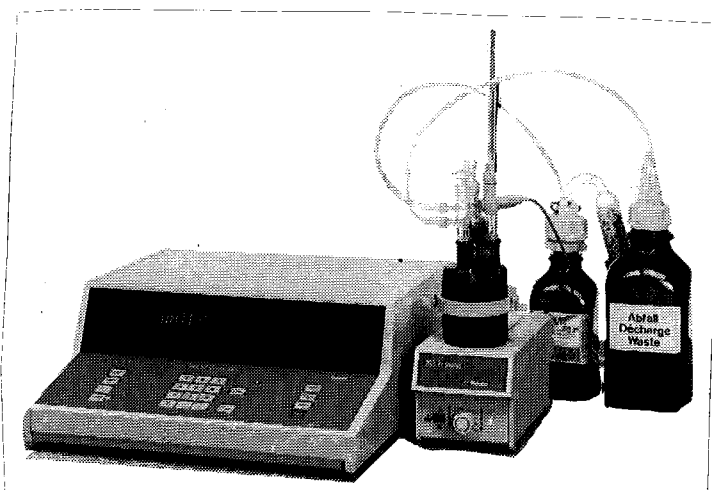
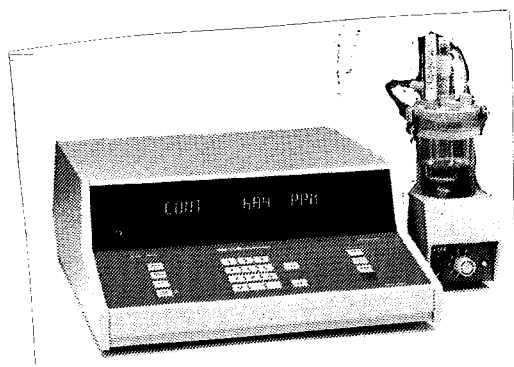


Fig. 1: Mise en place du Coulomètre KF avec agitateur magnétique ou Poste Ti 703

2.2 Branchement d'une imprimante

Pour le branchement d'une imprimante l'interface 3.540.2441 est nécessaire. Avant d'insérer cet interface il faut régler les positions des commutateurs pour les paramètres de transfert de données RS232, voir page 30. L'interface préparé selon ces instructions est inséré à la position F du Coulomètre KF 684. Brancher l'imprimante selon Fig. 2:

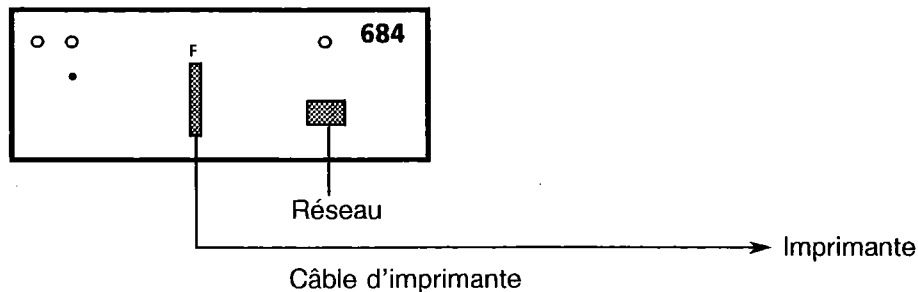


Fig. 2: Branchement d'une imprimante

Câbles d'imprimante:

Imprimante Citizen iDP-560 RS	3.980.3550
Imprimante EPSON avec interface #8148	3.980.3550
Imprimante EPSON P40/P80	3.980.3401

Pour les positions des commutateurs sur l'imprimante et pour le branchement d'autres imprimantes voir page 31ff.

Les résultats sont imprimés à la fin de chaque titrage si la fonction "send" est active (LED allumé).

2.3 Branchement d'un système de données externe

On a besoin de l'interface RS232 3.540.2441 pour le branchement d'un système de données externe. Les paramètres RS232 pour le transfert de données peuvent être réglés sur l'interface, voir page 30. L'interface est inséré à la position F du Coulomètre KF 684.

Câbles de connexion:

IBM® PC/XT/PS-2 ou compatible	3.980.3480
IBM® AT	3.980.3480 + 6.2125.010
Calculateur HP avec interface série 82939A	3.980.2810
Calculateur EPSON HX 20	3.980.2890

Exemple de programme voir page 32.

3. Cellule de mesure

3.1 Préparation et branchement

Les pièces nettoyées doivent être absolument sèches avant d'être assemblées. Les pièces rincées au préalable au méthanol, à l'éthanol ou à l'acétone doivent être séchées dans un dessiccateur ou à l'étuve (pas au-dessus de 70 °C) ou encore à l'aide d'un séchoir à air chaud. Une cellule insuffisamment séchée provoque de longues périodes de conditionnement (affichage WAIT).

3.1.1 Cellule avec diaphragme

Lors de l'assemblage, serrer fermement toutes les vis, sans pour autant user de force. La construction de la cellule permet de réaliser l'étanchéité sans graisse ou autres moyens d'étanchéisation.

Il est pratique de procéder aux travaux préparatoires dans l'ordre suivant:

1. Fixer le joint circulaire au couvercle du récipient de titrage et fixer celui-ci à la tige de support à l'aide de la vis de fixation.
2. Placer la baguette d'agitation dans le récipient de titrage, munir celui-ci de l'anneau de fixation et le relier au couvercle à l'aide de l'étrier, de façon que les deux parties soient bien serrées l'une contre l'autre.
3. Enfiler le presse-étoupe par dessus l'électrode génératrice, le pas de vis tourné vers le bas. Introduire ensuite l'électrode génératrice dans le rouleau de carton, dans lequel elle a été livrée. Enfiler, par le bas, le joint circulaire sur le rouleau de carton et le rouler contre le presse-étoupe; puis retirer le rouleau de carton. A défaut du rouleau de carton, rouler avec précaution le joint circulaire par dessus le treillis de platine (à l'extrémité inférieure de l'électrode génératrice) et le déplacer vers le haut jusqu'à ce que le presse-étoupe touche le manchon d'adduction de l'électrode génératrice.
Contrôler que le treillis de platine extérieur à l'extrémité de l'électrode génératrice soit à une distance de 1 ... 2 mm du diaphragme de céramique.
Attention: Ne toucher au treillis de platine que si c'est vraiment nécessaire. Il faut alors procéder avec une extrême prudence, afin de ne pas le casser.
4. Visser l'électrode génératrice au couvercle du récipient de titrage à l'aide du presse-étoupe, en prenant garde qu'elle plonge aussi profond que possible dans celui-ci et que le cordon soit tourné vers l'extérieur.
5. Placer l'électrode indicatrice dans l'ouverture à l'extrême droite des trois ouvertures encore libres (vu de face), après avoir contrôlé que le joint circulaire soit en place, que les deux fils de platine ne soient pas tordus et qu'ils soient à peu près parallèles.
6. Fermer l'ouverture droite des deux ouvertures restées libres avec l'un des raccords à vis, après avoir contrôlé que celui-ci soit muni d'un septum.
7. Par l'orifice resté libre du couvercle du récipient de titrage, remplir l'anolyte* jusqu'à la limite inférieure de l'inscription (numéro d'article) à l'aide de l'entonnoir de plastique.

*) Les réactifs pour la détermination de l'eau avec une cellule coulométrique avec diaphragme se composent d'une solution anodique (anolyte), destinée à l'espace anodique, et d'une solution cathodique (catholyte), destinée à l'espace cathodique (voir aussi Fig. 3).

8. Fermer cette dernière ouverture avec un raccord à vis (avec septum) ou y fixer (avec un raccord) le tube d'introduction de gaz, au cas où le four de séchage serait utilisé. Contrôler que le tube d'introduction soit muni du joint circulaire. Lorsque le tube d'adduction de gaz n'est pas employé pendant un certain temps, il y a lieu de le fermer avec le bouchon 6.1446.040.
9. Introduire le catholyte dans l'espace intérieur de l'électrode génératrice à l'aide de l'entonnoir de plastique jusqu'à ce que le niveau soit environ 2 ... 3 mm au-dessous du niveau de l'anolyte. Retirer (p.ex. avec une pipette) un excédent éventuel de catholyte.
10. Placer le tube de séchage rempli de tamis moléculaire 3 Å dans l'électrode génératrice, en ayant garde que la surface rôdée soit recouverte de la manchette de PTFE et que le tube soit muni du bouchon troué.
11. Brancher l'électrode génératrice (la plus grande des fiches) et l'électrode indicatrice (la plus petite des fiches) au dos de l'appareil. Tenir compte du verrouillage des fiches qui ne peuvent être retirées que si elles sont tenues par la manchette métallique. Tout essai de les retirer par le cordon pourrait leur être fatal. Prendre garde également que l'électrode génératrice et l'électrode indicatrice ne soient jamais reliées par un conducteur électrique.

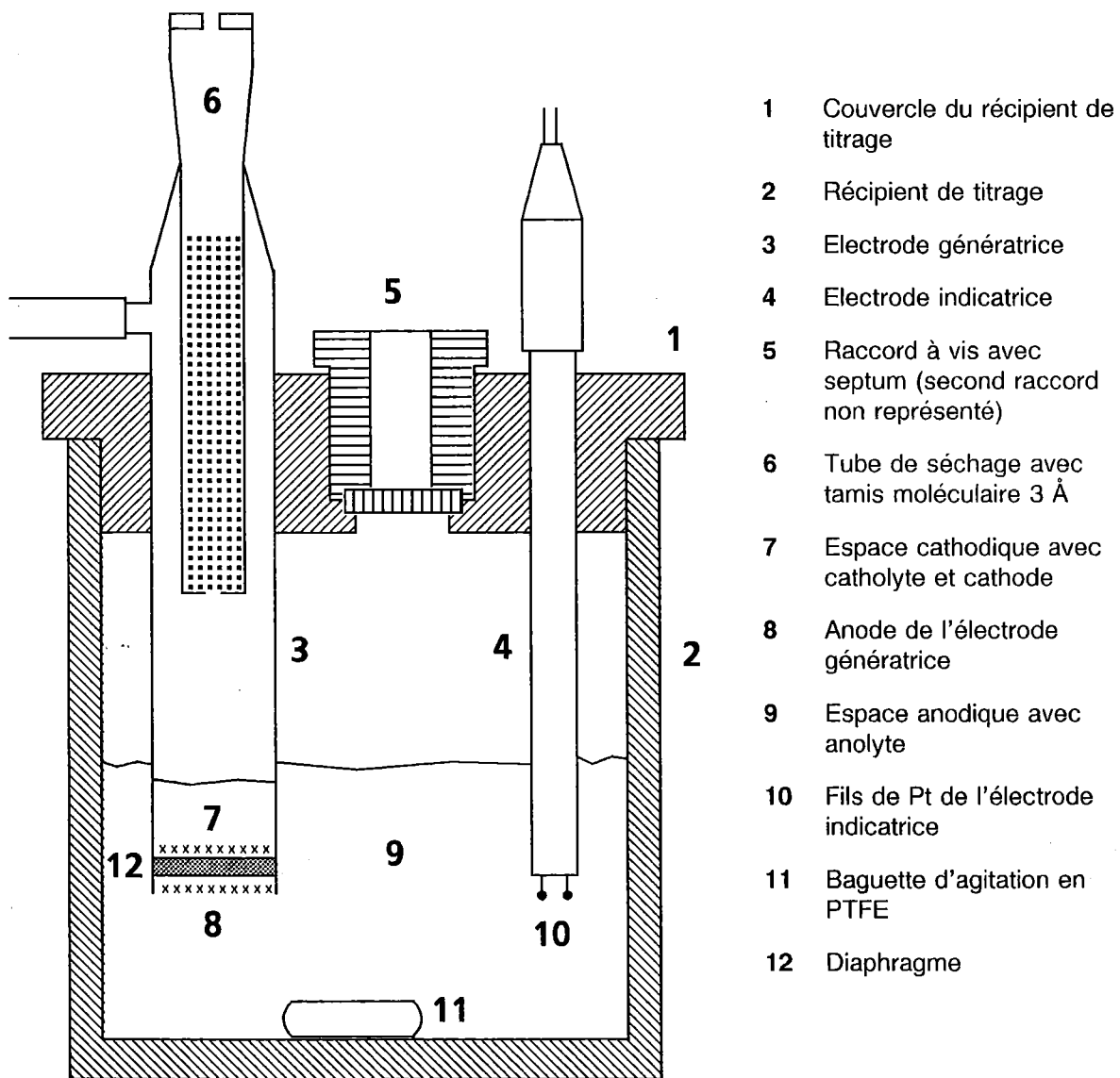


Fig. 3: Assemblage de la cellule KF avec diaphragme

3.1.2 Cellule sans diaphragme

1. Attacher le récipient de titrage au support et fixer celui-ci à l'aide de la bague d'arrêt à la potence de statif.
2. Placer la baguette d'agitation dans le récipient de titrage.
3. Couper les joints pour les raccords à rodage à la longueur juste et en munir les rodages.
4. Introduire l'électrode indicatrice (5) dans le récipient de titrage.
5. Prendre le câble d'électrode avec la petite fiche (fiche F), le visser à l'électrode indicatrice et le connecter au verso du Coulomètre KF 684 à la douille "Ind.El."
6. Introduire l'électrode génératrice (2) dans le récipient de titrage.
7. Remplir le tube de séchage (9) de tamis moléculaire et l'introduire dans l'électrode génératrice.
8. Visser le câble d'électrode avec la plus grande fiche (fiche H) à l'électrode génératrice et la connecter au verso du Coulomètre KF 684 à la douille "Gen.El."

Attention: Ne pas confondre les deux câbles d'électrodes! Le mieux est de marquer l'un des câbles et la douille d'électrode correspondante.

9. Introduire une membrane d'injection dans le bouchon à vis (8) et le visser sur la tubulure en verre.
10. Remplir la cellule de réactif jusqu'à la limite inférieure du numéro d'article (env. 80-90 ml). Utiliser seulement des réactifs qui sont désignés spécialement pour les applications avec la cellule sans diaphragme.
11. Fermer la dernière ouverture à RN avec le bouchon à RN (7).

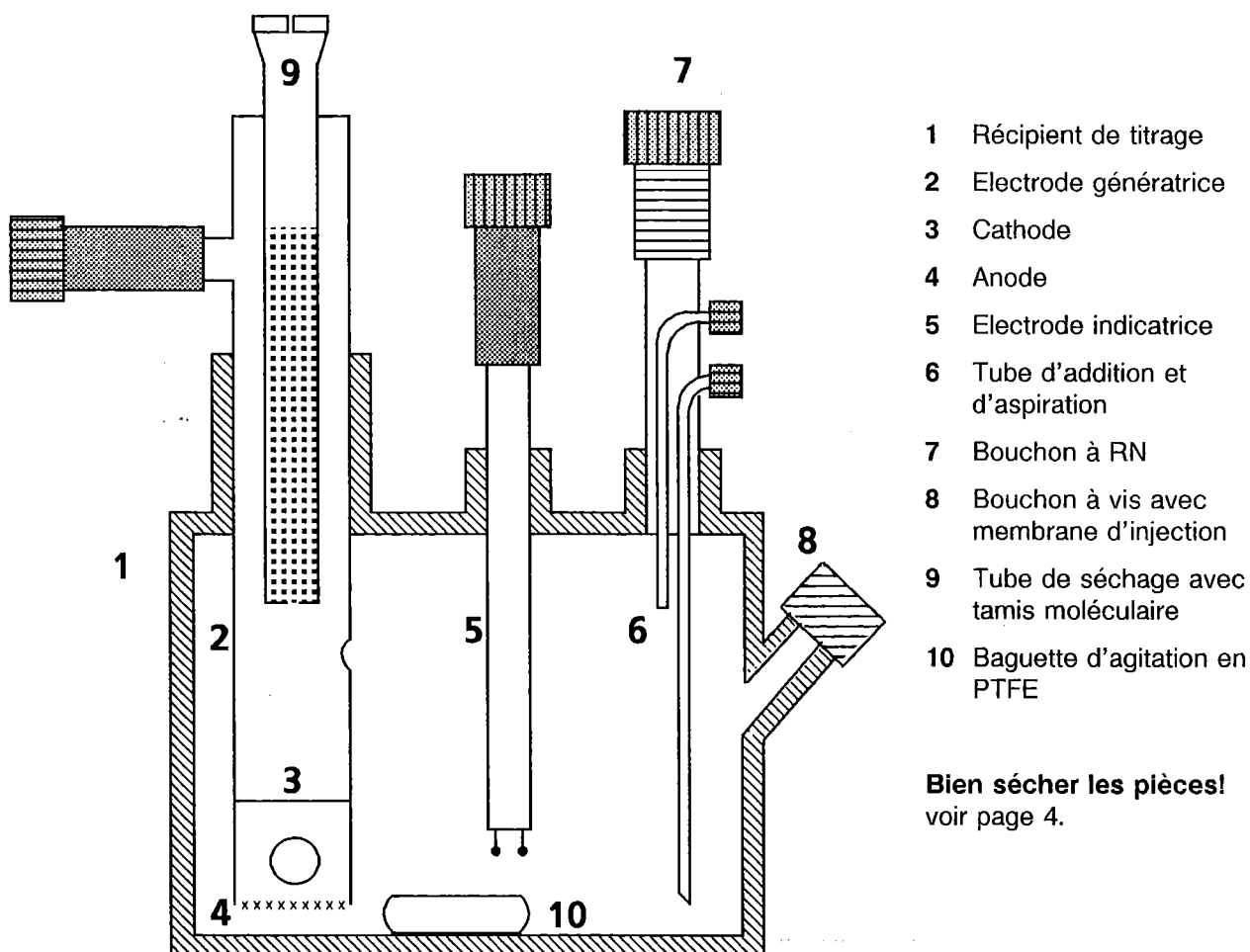


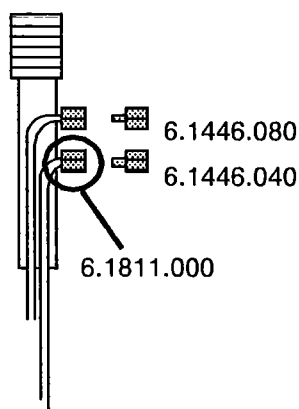
Fig. 4: Assemblage de la cellule KF sans diaphragme

Alternativement, on peut utiliser au lieu du bouchon à RN (7) le tube d'addition et d'aspiration (6) pour la connection d'une pompe, pour l'addition de solvant frais et pour l'aspiration de solution usée. Pour cela:

12. Poser sur le tube d'addition et d'aspiration (6) le bouchon à RN (7) et l'introduire dans le récipient de titrage.
13. Visser le tuyau d'aspiration et d'addition. (Le tuyau d'aspiration va au tube plus long.)
14. Si la pompe est déconnectée pendant un certain temps, on utilise les deux bouchons à vis avec filet M8 (6.1446.080) pour fermer les tuyaux du tube d'addition et d'aspiration.

Si, après l'addition de l'électrolyte, une goutte reste dans le tube, presser plusieurs fois brèvement la touche d'addition de la pompe.

Pour les travaux avec un Four KF, on transforme le tube d'addition et d'aspiration (6) comme suit:



1. Enlever le raccord avec filet M8 du tube de barbotage (tube plus long) et le remplacer par le raccord avec filet M6 (6.1811.000).
2. Visser le tuyau du Four KF au tube de barbotage.
3. Si le Four KF est déconnecté pour un certain temps, le tube est fermé avec un bouchon à vis M6 (6.1446.040) et M8 (6.1446.080).

Fig. 5: Transformation du tube d'addition et d'aspiration en tube de barbotage pour travaux avec Four KF

3.2 Nettoyage et séchage

Dans des conditions favorables, la cellule de mesure peut être employée pour un grand nombre d'analyses et pendant une période prolongée, sans que l'électrolyte doive être remplacé. Aucun entretien de la cellule n'est nécessaire pendant ce temps. Même après le renouvellement de l'électrolyte on peut, en règle générale, renoncer à un nettoyage. Pourtant, elle devra être soigneusement nettoyée si elle est très sale, ou si elle n'a pas été utilisée pendant un certain temps. Démontez alors complètement la cellule pour en nettoyer les éléments selon la nature et le degré des souillures. Traitez avec précaution le treillis de platine à l'extrémité inférieure de l'électrode génératrice, afin de ne pas le casser. Otez les souillures grasses avec un solvant approprié (chloroforme, hexane etc.); utiliser de l'eau pour les dépôts salins, puis éliminez ensuite l'eau, p.ex. par du méthanol ou de l'éthanol.

Avec des cellules KF avec diaphragme vouer un soin particulier au nettoyage du diaphragme. Celui-ci peut renfermer des dépôts salins et doit être de ce fait rincé à l'eau. La meilleure façon de procéder est de remplir l'électrode génératrice avec de l'eau et de la tenir en position verticale pendant 10 ... 30 minutes, de manière que l'eau puisse s'écouler par la face inférieure du diaphragme. Rincer ensuite de la même façon le diaphragme au méthanol ou à l'éthanol, afin d'en éliminer l'eau.

D'autres agents peuvent être utilisés pour le nettoyage du diaphragme ou pour les parties de verre de la cellule, si l'eau ne suffit pas (attention aux pièces en plastique!). Il faut alors vouer un soin particulier au rinçage du diaphragme. Ne pas oublier que son rinçage, de par la fine porosité du diaphragme, prend un certain temps.

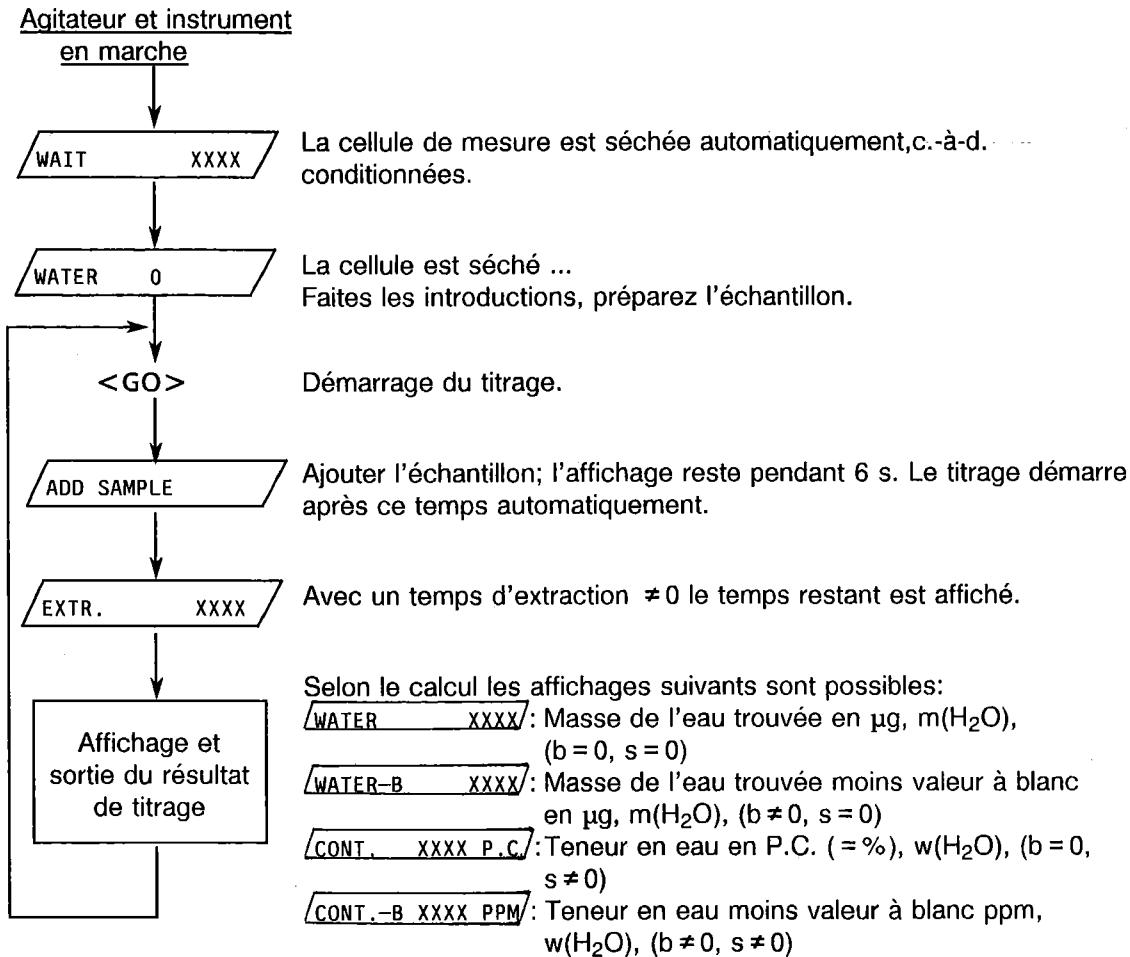
Après leur nettoyage et leur rinçage au méthanol ou à l'éthanol les éléments de la cellule peuvent être ou laissés à l'air, ou placés dans un dessiccateur pour parachever le séchage. Après le stockage à l'air, sécher les pièces avec un séchoir à l'air chaud avant de les réutiliser.

Si les éléments de la cellule sont séchés dans une étuve, la température de celle-ci ne doit en aucun cas dépasser 70 °C, afin d'éviter des dommages aux parties en plastique (surtout aux câbles).

4. Manipulation

4.1 Déroulement de la manipulation

Le déroulement général se présente comme suit:



La cellule de mesure étant conditionnée, i.e. séchée. Paramètres peuvent être changés, calculs répétés et la dérive affichée.

Les résultats de titrage sont calculés selon la formule suivante:

$$\text{CONT} - \text{B} = \frac{m(\text{H}_2\text{O}) - \text{blank}}{\text{sample}} \cdot f$$

$m(\text{H}_2\text{O})$	Masse de l'eau trouvée en μg
blank	Masse de l'eau de la valeur à blanc en μg
sample	Pesée de l'échantillon en mg
f	Facteur
	$f = 10^3$ si le résultat est calculé en ppm
	$f = 10^{-1}$ si le résultat est calculé en %.

4.2 Eléments pour la manipulation

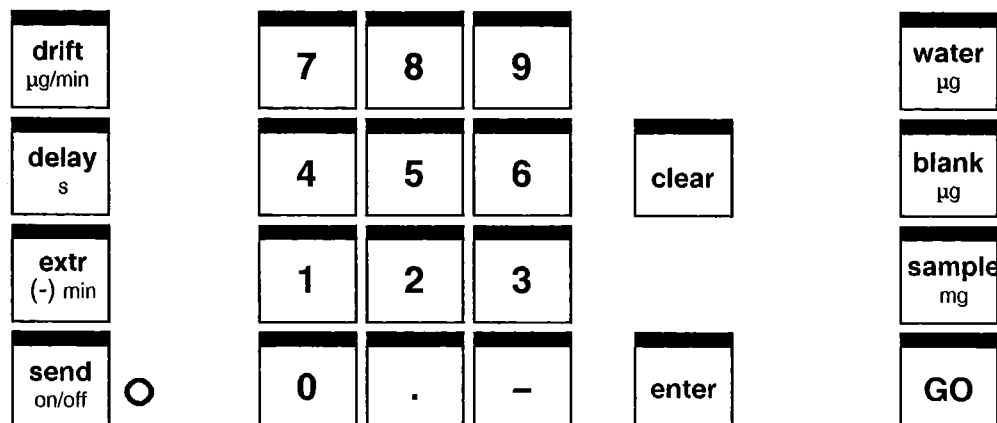


Fig. 6: Clavier du Coulomètre KF 684

L'appel de résultats de mesure et de paramètres est obtenu en appuyant sur les touches correspondantes, voir Fig. 6. Les paramètres peuvent être introduits ou changés à n'importe quel moment, sauf pendant la phase de démarrage et pendant l'adjonction de l'échantillon (ADD SAMPLE). On procède de la façon suivante:

- Appuyer sur la touche (p.ex. <blank>); la valeur mémorisée (valeur à blanc en µg) apparaît à l'affichage en même temps que la désignation du paramètre:

BLANK 25

- Introduire la nouvelle valeur, p.ex.:

BLANK 35.5

- En cas d'erreur d'introduction, effacer la valeur affichée avec la touche <clear> et réintroduire la valeur juste.
- Appuyer sur la touche <enter> pour mémoriser le paramètre affiché.

Attention: La touche <clear> n'efface que la valeur affichée; pour effacer un paramètre mémorisé, appuyer sur <enter> (introduction de zéro).

La pesée (<sample>) forme un cas spécial: Au cas où la teneur en eau doit être exprimée par sa fraction massique (CONT), l'introduction de la pesée par la touche correspondante doit être répétée après l'adjonction de l'échantillon, même si la valeur est restée inchangée. A cet effet, appeler la valeur mémorisée et la réintroduire par la touche <enter>.

Avec l'interface RS232 3.540.2441 on peut cependant la régler de façon que le calcul de la fraction massique (CONT) est toujours exécuté, avec ou sans nouvelle introduction de la pesée après <GO>, voir page 30.

Paramètres de titrage:

drift
µg/min

Affichage de la dérive en µg/min

Cette valeur correspond au courant résiduel nécessaire à maintenir les conditions d'indication du point final. La consommation à vide qui en résulte est affichée en termes de $\Delta m (H_2O)/\Delta t$ (en µg/min). La consommation à vide moyenne déterminée avant le titrage est continuellement déduite pendant le titrage.

Après avoir changé le solvant, la cellule sera bien séchée si la dérive est ≤ 12 µg/min . Une dérive négative à la fin du titrage indique que l'échantillon a été surtitré ou qu'il dégage de l'iode.

delay
s

Retardement du temps d'arrêt (0...99 s), valeur initiale 3 s

Temps pendant lequel la tension à l'électrode indicatrice doit rester près de la tension du point final avant que le titrage soit achevé. Il est indiqué de prolonger le retardement du temps d'arrêt lorsque la consommation à vide diminue de façon significative après le titrage. Eviter des temps de retardement trop longs qui pourraient accentuer l'erreur de mesure.

extr
(-)
min

Temps d'extraction (0...999.99 min et 0... - 999.99 min), valeur initiale 0 min

Après l'introduction d'un temps d'extraction positif, le titrage se déroule pendant le temps présélectionné, sans pouvoir, cependant, être achevé. La masse totale de l'eau titrée est alors continuellement affichée, en même temps que le temps d'extraction restant (compte à rebours du temps d'extraction). Au terme du temps d'extraction positif, le titrage est achevé en tenant compte du retardement du temps d'arrêt.

Exemple d'affichage pour un temps d'extraction positif:

EXTR 5.25 256

Signification: Il reste un temps d'extraction de 5 min 25 s. La masse d'eau titrée jusqu'à ce moment est de 256 µg.

Choisir des temps d'extraction positifs pour les échantillons qui ne libèrent que lentement leur eau. Travailler avec des temps d'extraction aussi courts que possible, parceque des temps de titrage trop longs pourraient accentuer l'erreur de mesure.

Après l'introduction d'un temps d'extraction négatif, le titrage n'est déclenché qu'une fois le temps présélectionné révolu. Le temps d'extraction restant est affiché. Ainsi, l'indication

EXTR-3.50 0

signifie p.ex. que le titrage commencera dans 3 min 50 s et que la quantité d'eau titrée est encore zéro.

Choisir un temps d'extraction négatif pour les échantillons qui ne libèrent que lentement leur eau et qui, en même temps, réagissent avec l'iode.

Le temps d'extraction en cours peut être modifié sans autre, le temps déjà écoulé étant pris en compte, comme le démontre l'exemple suivant:

Affichage: **EXTR-7.35 0** compte à rebours du temps d'extraction choisi

Appuyer sur <extr>

Affichage: **EXTRACT-10.00** "ancien" temps d'extraction

Nouvelle introduction: -6.00 <enter>

Affichage: **EXTR-3.25 0** compte à rebours du temps nouvellement introduit, compte tenu que 10 secondes se sont écoulées depuis l'indication

EXTR-7.35 0

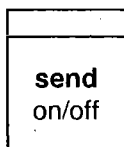
Ne pas oublier, lors de l'introduction, que les chiffres derrière le point indiquent les secondes. Les entrées contre cette règle sont converties automatiquement. Ainsi, p.ex., l'entrée -3.80 donne un temps d'extraction négatif de 4 min 20 s. Lors du rappel de la valeur mémorisée par la touche <extr>, la valeur de -3.80 introduite primitivement réapparaît.



EP Voltage (high ... low): tension du point final; réglage au dos de l'appareil

A l'aide de ce potentiomètre, la tension au point final peut être variée de façon continue entre les deux extrêmes "high" (tension haute au point final, c.-à-d. partie fortement inclinée de la courbe de titrage) et "low" (tension basse, c.-à-d. partie peu inclinée de la courbe de titrage). Le choix d'une tension trop élevée peut être suivi du message **SAMPLE UNFIT** qui apparaît lorsque le point final est dépassé, p.ex. si les réactifs réagissent vite et que l'agitation est insuffisante. Si, après un certain temps d'usage, l'électrode indicatrice devient plus active et réagit plus fortement aux changements de l'excès d'iode, une tension trop élevée au point final peut provoquer de grandes variations périodiques de la dérive. Dans ce cas on doit abaisser la tension au point final (en direction "low") jusqu'à ce que la dérive se stabilise. Une tension trop basse au point final peut prolonger la durée du titrage et aggraver l'erreur de mesure.

Paramètres pour la sortie des résultats



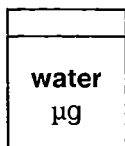
Mettre en/hors fonction le transfert des résultats du titrage sur une imprimante ou un système de données branché. Les données suivantes peuvent être transmises: un numéro courant #, la masse de l'eau trouvée $m(H_2O)$ et la teneur en eau $w(H_2O)$, corrigé éventuellement par une valeur à blanc -B.

Les données sont transmises automatiquement à la fin du titrage. En plus, le transfert est activé après avoir appuyé sur les touches suivantes (possibilité pour le re-calcul du résultat avec des paramètres changés):

- <water>
- <blank> <enter>
- <sample> <enter>

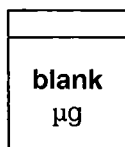
Exemple d'une impression des résultats:

```
#04 m(H2O) 26.4 ug
#05 m(H2O) 25.3 ug
#06 m(H2O) 91 ug -B
#06 m(H2O) 91 ug -B w(H2O) .3582 %
#07 m(H2O) 102 ug -B w(H2O) .4015 %
#08 m(H2O) 67.4 ug -B
#08 m(H2O) 67.4 ug -B w(H2O) .2653 %
#09 m(H2O) 87 ug -B w(H2O) 826.2 ppm
#10 m(H2O) 117 ug w(H2O) .1135 %
#11 m(H2O) 113 ug w(H2O) .1032 %
#12 m(H2O) 94.4 ug w(H2O) 862.8 ppm
```



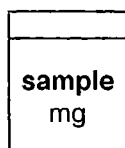
Affichage de la masse d'eau titrée; gamme: 1.0 ... 99.9 µg et 100 ... 65 535 µg

Cette touche fait apparaître à l'affichage la masse d'eau titrée lors du dernier titrage. Même si un autre paramètre est rappelé pendant le titrage, une pression sur la touche <water> fait réapparaître la masse d'eau déjà titrée. L'affichage WATER n'apparaît cependant qu'à la fin du titrage.



Valeur à blanc (1.0 ... 99.9 et 100 ... 63 999 µg), valeur initiale 0 µg

La valeur à blanc mémorisée est automatiquement déduite du résultat de titrage. Le résultat ainsi corrigé apparaît à l'affichage par les sigles "WATER - B" ou "CONT-B". Au cas où la masse d'eau titrée est inférieure à 100 µg, le chiffre après le point décimal de la valeur à blanc est mis en compte; au-dessus de 100 µg ce chiffre est ignoré.

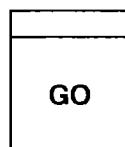


Pesée (1.0 ... 6400.0 et 6400 ... 63999 mg), valeur initiale 0 mg (avec 0 mg la teneur en eau, w(H₂O), non calculée).

Cette touche permet d'introduire la pesée (masse de l'échantillon) en mg pendant ou après le titrage. L'introduction d'un nouveau paramètre de masse ou la confirmation d'une valeur déjà mémorisée conduit au calcul et à l'affichage de la teneur en eau en % CONT 1.23 P.C. ou en ppm CONT 12.35 PPM. Le calcul en % ou en ppm est exécuté seulement si la pesée a été introduite ou confirmée après <GO>.

Avec l'interface RS232 3.540.2441 cependant, on peut la régler de façon que le calcul est toujours exécuté, voir page 30.

Démarrage du titrage



Appuyer sur la touche <GO> lorsque le titrage doit être exécuté. Si la dérive remplit les conditions de démarrage (drift ≤ 100 µg/min), l'affichage ADD SAMPLE apparaît immédiatement et reste pendant 6 s. Après ce délai le titrage démarre.

Par contre, si la dérive ne remplit pas les conditions mentionnées, l'affichage WAIT apparaît avec la dérive en cours de mesure. Dès que la dérive remplit de nouveau les conditions voulues, ceci est signalé par ADD SAMPLE. Il faut alors ajouter l'échantillon dans six secondes. Avec un temps d'extraction on peut prolonger le temps d'adjonction de l'échantillon.

Si aucun échantillon n'est ajouté après avoir actionné la touche <GO>, l'appareil, après la disparition de l'affichage ADD SAMPLE et l'écoulement du temps de retardement, affichera WATER 0 ou une valeur proche de zéro. Il sera alors immédiatement prêt pour un nouveau titrage.

Si, par contre, l'échantillon est ajouté en entier ou partiellement après l'écoulement du délai disponible (6 s + retardement), il faudra attendre un certain temps, jusqu'à ce que l'appareil ait éliminé la masse d'eau ajoutée et soit prêt pour un nouveau titrage; processus qui peut être suivi par l'affichage de la dérive.

Résumé des paramètres:

Paramètre	Gamme d'introduction	Valeur initiale
delay: Retardement du temps d'arrêt	0 99 s	3 s
extr: Temps d'extraction	0 999.99 min 0 - 999.99 min	0 min
blank: Valeur à blanc	1.0 99.9 µg 100 63 999 µg	0 µg
sample: Pesée	1 6400.0 µg 6400 63 999 µg	0 mg

5. Remarques pratiques

5.1 Adjonction des échantillons

Généralités

Sont mentionnés par la suite quelques points importants pour l'adjonction des échantillons. Une revue détaillée de tous les problèmes n'est toutefois pas possible du fait que chaque échantillon a ses particularités. Une sélection de littérature est donnée ci-dessous:

- Bulletin d'application METROHM (gratuits):

- No. 88: Indication de littérature pour des dosages Karl Fischer
- No. 109: Dosage de l'eau selon Karl Fischer avec le Four KF
- No. 137: Dosage de l'eau selon Karl Fischer avec le Coulomètre KF
- No. 142: Dosage de l'eau par la méthode Karl Fischer dans les échantillons gazeux
- No. 145: Le dosage de faibles teneurs en eau dans des matières plastiques

- Hydranal®-Guide PC, Recommandations pour le titrage selon Karl-Fischer, disquette 5¼"

5.1.1 Echantillons liquides

Eviter le contact de solvants organiques avec la pellicule de polycarbonate recouvrant le clavier, car elle en pourrait être endommagée.

Ajouter les échantillons liquides avec une seringue et des aiguilles aussi minces que possible, afin de ménager le septum.

Choisir le volume de l'échantillon aussi petit que possible, afin de pouvoir analyser le plus grand nombre possible avec la même portion de réactifs et pour limiter au minimum la durée du titrage. La quantité nécessaire d'échantillon pour amener le résultat dans le domaine voulu peut être tirée de la figure 7.

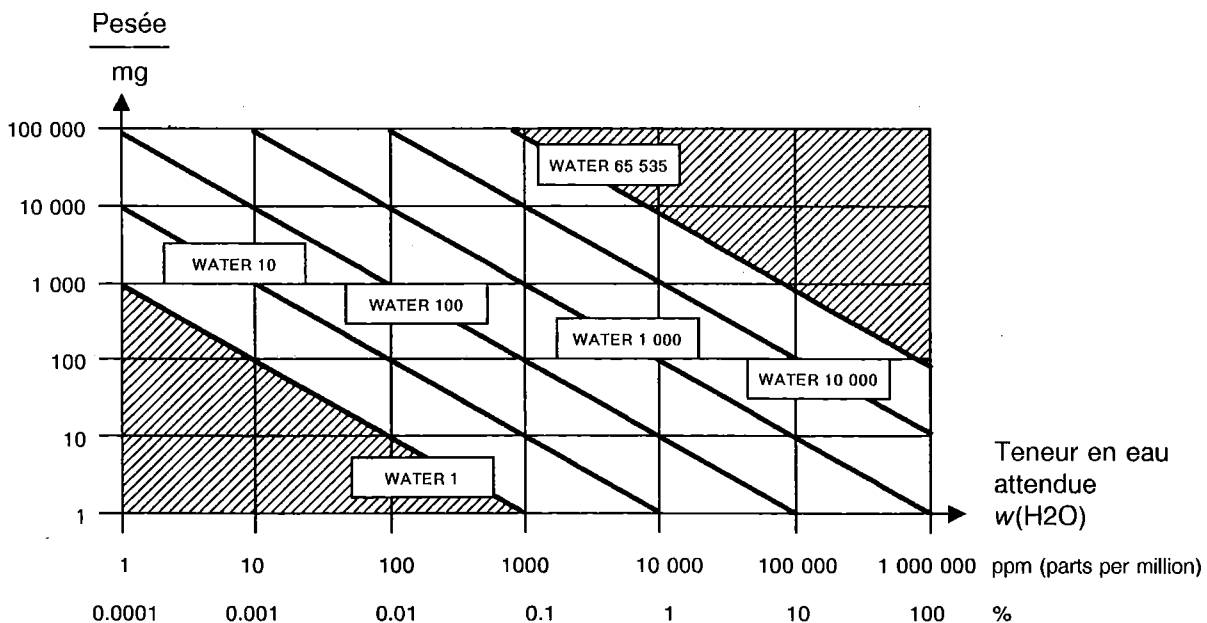


Fig. 7: Indice pour la quantité de la pesée

Exemple:

La teneur en eau $w(\text{H}_2\text{O})$ attendue de l'échantillon serait d'environ 1 %. Pour obtenir un résultat de l'ordre de 1000 μg (correspondant à l'affichage WATER 1000), la pesée de l'échantillon doit être d'environ 100 mg, ce qui correspond à 100 μl si la densité est autour de 1 g/cm^3 .

Refroidir les substances volatiles et non visqueuses avant la prise d'échantillon, afin d'éviter des pertes pendant les manipulations. La seringue, par contre, ne doit pas être refroidie, car il s'y déposerait de l'eau de condensation. Pour la même raison il faut éviter d'aspirer de l'air à travers la seringue refroidie par un échantillon refroidi.

Les substances visqueuses peuvent être fluidisées en les réchauffant. La seringue doit alors aussi être chauffée. Le même but peut être atteint en dissolvant l'échantillon dans un solvant. Dans ce cas, la teneur en eau du solvant doit également être déterminée et prise en compte en la déduisant comme valeur à blanc.

Si l'échantillon contient beaucoup d'eau, ne pas introduire l'aiguille dans la cellule à travers le septum avant d'avoir appuyé sur la touche <GO>, car cela fausserait la dérive et, partant, le résultat de l'analyse.

Si l'échantillon ne renferme que des traces d'eau, la seringue doit être séchée minutieusement (dessiccateur ou chauffe-air). Si possible rincer la seringue avec la substance analysée en la remplissant plusieurs fois de suite, le contenu étant chaque fois rejeté.

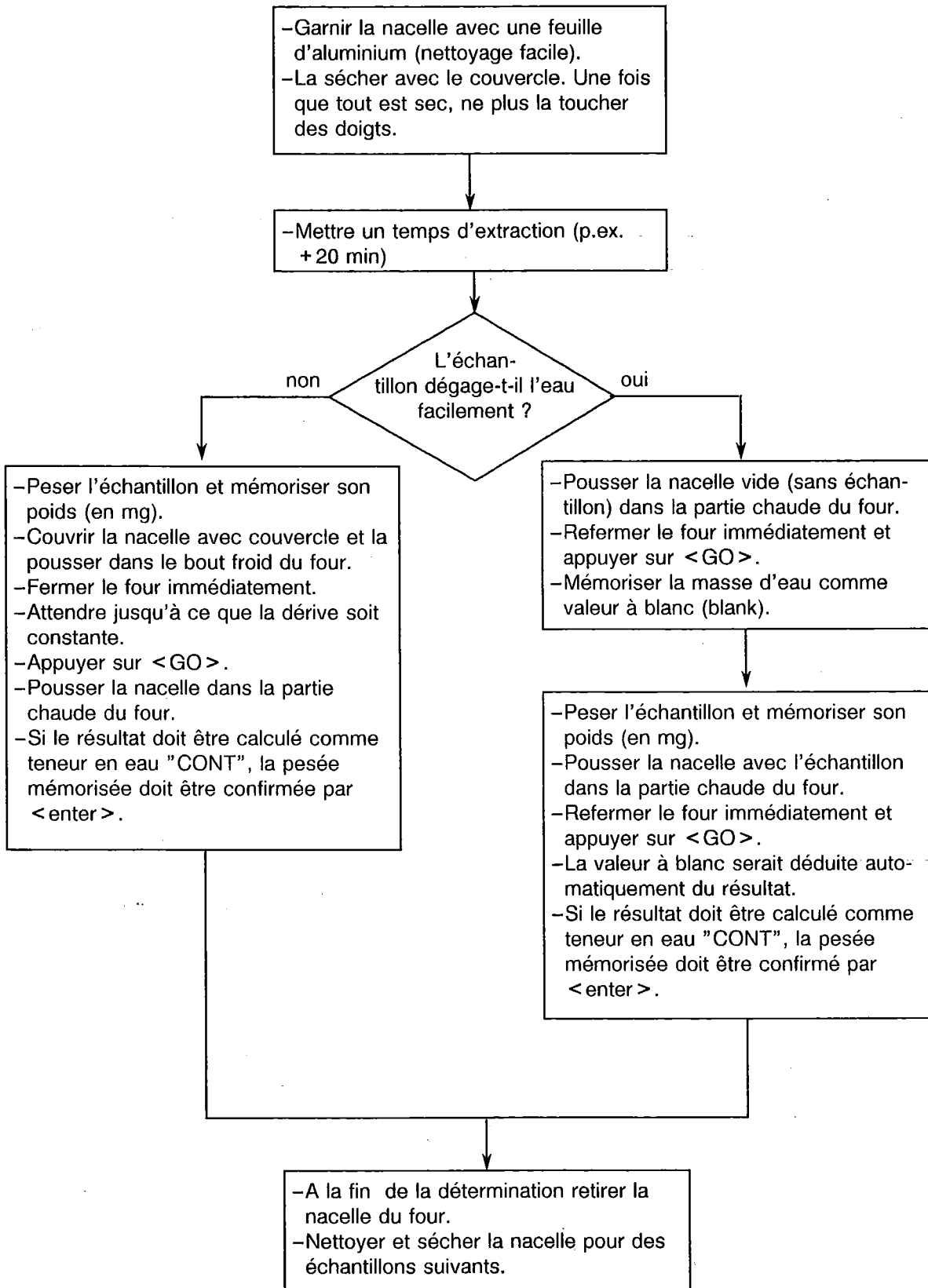
5.1.2 Echantillons solides

Extraire si possible les échantillons solides avec un solvant approprié ou les y dissoudre, puis injecter la solution obtenue. Tenir compte de la correction relative à la valeur à blanc.

Si l'on ne trouve pas de solvant approprié pour un échantillon solide, ou si l'échantillon réagit avec la solution Karl Fischer, on sera obligé d'utiliser le four de séchage. On procédera de la façon suivante:

- **Cellule avec diaphragme:** Dévisser le raccord à vis le plus proche de l'appareil de commande, en ôter le septum et fixer le tube d'adduction de gaz (avec joint circulaire) à l'aide du raccord à vis. Si le tube d'adduction de gaz n'est utilisé que temporairement, il doit être fermé, entre-temps, avec le bouchon 6.1446.040.
Cellule sans diaphragme, voir page 7.
- Placer le four de séchage sur l'appareil de commande, de telle façon que le manchon de sortie se trouve aussi près que possible de la cellule de mesure (le manchon de sortie est fixé sur le tube de verre qui sort de l'intérieur du four).
- Relier le manchon de sortie du four de séchage avec le tube d'adduction de gaz de la cellule de mesure à l'aide du raccord de PTFE 6.1805.040 (longueur 9 cm), en ayant soin de bien serrer le raccord à vis.
- Le manchon d'entrée du four de séchage est raccordé de façon étanche (à l'air) avec la pompe à air 661 ou avec un cylindre de gaz comprimé (air, azote). Le cylindre de gaz comprimé doit être équipé d'une vanne réductrice et d'un tube de séchage (utiliser comme desséchant un tamis moléculaire de 3 Å).
- Réglage du courant de gaz: un réglage grossier est déjà possible en observant la formation des bulles à l'extrémité du tube d'adduction de gaz. Pour des réglages plus précis on utilisera un débitmètre approprié.
- Placer au four la température désirée, puis l'enclencher. Attendre que l'équilibre thermique soit établi. Il est important, avant de continuer, que la dérive soit aussi constante que possible. Ajuster, au besoin, le courant de gaz.

- Exécuter les déterminations selon la méthode de travail optimale, qui dépend du type d'échantillon et aussi de l'opérateur. Il faut la considérer pour chaque cas:



5.2 Conditions de travail optimales

Après avoir été mis en tension, la cellule branchée, l'appareil parcourt la phase de démarrage et passe ensuite à la phase de conditionnement. Il est prêt à la mesure au bout de quelques minutes, pour autant que la cellule ait été assemblée avec soin. Par contre, si la cellule était humide pendant le montage, le temps d'attente peut aller jusqu'à une heure. En tous cas, il faut veiller à ce que le courant résiduel ne soit pas encore stationnaire au moment de la première disponibilité, mais qu'il diminue encore plus ou moins lentement. Ce processus peut être suivi sans autre par la marche de la dérive ("DRIFT"). Le temps d'attente jusqu'à la disponibilité effective est fonction de l'erreur de mesure acceptable et de l'état de la cellule. Pour une mesure aussi précise que possible d'une quantité d'eau inférieure à 10 µg, p.ex., il est recommandable de laisser l'appareil enclenché pendant la nuit avant l'emploi. Dans de bonnes conditions, il est possible normalement de commencer la mesure après 5 ... 30 minutes. On peut dire, à titre d'information, qu'une consommation à vide plus ou moins constante de 8 ... 12 µg/min peut être considéré comme très bonne, une moindre consommation à vide étant naturellement possible.

Les règles ci-dessus sont valables non seulement pour une cellule nouvellement mise en service, mais aussi après le renouvellement des électrolytes. Ceux-ci doivent être renouvelés dans les cas suivants:

- 1) Au cas où le récipient de titrage ne peut plus recevoir de nouveau échantillons.
- 2) Au cas où une erreur est signalée pendant le titrage par GEN ELECTRODE (voir page 19); dans ce cas il suffit souvent de ne renouveler que la solution cathodique des cellules avec diaphragme.
- 3) Au cas où la dérive est trop grande et ne peut pas être diminuée en secouant la cellule (voir ci-dessous).
- 4) Au cas où il y aurait eu séparation en deux phases dans le récipient de titrage.

La manière la plus simple de retirer l'électrolyte est de l'aspirer, afin d'éviter le démontage de la cellule (tenir compte des prescriptions de protection de l'environnement!). La cellule peut alors être rincée avec un solvant que l'on aspire à son tour. Remplir ensuite le nouvel électrolyte. Pour l'aspiration de l'électrolyte on peut utiliser un dispositif d'aspiration, livrable comme accessoire, voir page 37.

Généralement la dérive diminue pendant un certain temps après la fin d'un titrage. C'est pourquoi il est recommandé de la rappeler à l'affichage après chaque titrage en actionnant la touche <drift> et d'attendre qu'elle soit constante, si l'on veut, par la suite, obtenir des résultats aussi précis que possible. Il faut cependant tenir compte du fait que la consommation à vide est toujours sujette à des variations qui sont égalisées par l'appareil.

Une dérive restant constamment élevée peut provenir de dépôts humides dans les recoins de la cellule. Elle peut, dans ce cas, être abaissée en secouant la cellule de mesure avec précaution. Ne pas trop secouer la cellule avec diaphragme, pour éviter que le catholyte et l'anolyte ne se mélangent. Au cas où, après cette opération, la dérive resterait indûment élevée pendant trop longtemps, il y a lieu de changer l'électrolyte. Avec les cellule avec diaphragme, changer la solution cathodique et, au besoin, la solution anodique. En cas d'échec de ces mesures, vider la cellule, la nettoyer et la sécher soigneusement avant de la réassembler, voir page 8.

Si l'appareil est mis hors tension pendant un certain temps, alors que la cellule est pleine, il se passera un certain temps, après la mise en tension, jusqu'à ce qu'elle soit de nouveau sèche. Ce temps d'attente peut être abrégé, si l'on secoue la cellule deux ou trois fois. Il est recommandé de reconditionner la cellule après des interruptions de service prolongées (p.ex. pendant la nuit). Lors d'une utilisation continue, ne pas débrancher la cellule pendant la nuit.

Ne pas oublier, lors de la mise en service d'une nouvelle électrode indicatrice, que celle-ci peut avoir besoin d'une certaine période de mise en marche. Pendant ce temps, la vitesse de titrage peut être extrêmement lente et les résultats de mesure peuvent être trop élevés. Ces phénomènes disparaissent après une certaine durée de marche. Pour faciliter le conditionnement d'une nouvelle électrode indicatrice, la plonger pendant la nuit dans l'électrolyte, l'appareil restant hors tension.

6 . Messages d'erreur, perturbations

6.1 Dérangements généraux

Dérive négative Possibles causes:
- La cellule KF est placée sous lumière forte (soleil)
- L'échantillon contient des oxydants et dégage de l'iode, voir aussi sous "SAMPLE UNFIT".

6.2 Messages d'état et d'erreur

ADD WATER Il y a excédent d'iode dans l'électrolyte.
Abandon: Ajouter de l'eau

BLANK ERROR La valeur à blanc est plus grande que la masse de l'eau titrée.
Abandon: Introduire une nouvelle valeur à blanc

GEN ELECTRODE La perte de tension dans le système de l'électrode génératrice est trop forte:
- Electrolyte faux ou épuisé
- Cellules avec diaphragme: Diaphragme bouché ou bulles d'air entre le treillis de Pt et le diaphragme.
- Cellule sans diaphragme: L'électrolyte contient trop de solvant et sa conductivité est trop basse → changer la solution.
- Electrode génératrice non connectée à l'instrument ou interruption du câble de connexion.
Abandon: Corriger l'erreur

IND ELECTRODE La tension à l'électrode indicatrice est trop élevée.
Causes possibles:
- Faux électrolyte
- Electrode indicatrice non connectée à l'instrument ou interruption du câble de connexion.
Abandon: Corriger la faute

NO INTERFACE La fonction "send" a été activée sans interface de transfert de données inséré.
Abandon: <clear> et mettre "send" hors fonction

PROGRAMME Erreur dans le programme de l'instrument.
Remède: Appeler le service METROHM

RS 232 ABORTED Le transfert des données a été interrompu. Le récepteur n'est pas prêt pour le transfert de données.
Pendant le transfert de données DSR ou/et CTS ont été mis sur "OFF", voir page 31.
Abandon: <clear> et corriger la faute

RS 232 NOT READY Le récepteur ou/et la connexion n'est pas prêt pour le transfert des données. CTS et/ou DSR ne sont pas sur "ON", voir page 31.
Abandon: <clear> et corriger la faute

SAMPLE UNFIT

Dérangements possibles et remèdes:

- Agitation trop faible: augmenter la vitesse d'agitation
- Tension du point final trop élevée pour le réactif rapide utilisé: diminuer la tension du point final à l'aide du potentiomètre au dos de l'instrument (vers "low")
- Echantillon dégage de l'iode: changer le solvant; l'échantillon ne convient pas au titrage KF

SEND RS232

Affichage reste trop longtemps.

Abandon dans le message d'erreur spécifique: < clear >

WATER R

La masse de l'eau titrée dépasse 65 535 µg.

(La masse effective est la somme de la valeur affichée plus 65 535 µg)

6.3 Directives pour le diagnostic

Beinahe alle Störungen am 684 Coulometer entstehen durch Fehlbedienung und -handhabung des Gerätes, der Elektroden, der Lösungen usw. Viele dieser Störungen werden an der Anzeige des KF-Coulometers angezeigt oder sind im Resultat zu erkennen.

Wird aus triftigen Gründen eine Fehlfunktion des 684 Coulometers vermutet, dann hilft die einfach durchzuführende Diagnose mit, die Ursache einzukreisen.

Benötigte Hilfsmittel:

- betriebsbereite Generatorelektrode (oder "Gen. El."-Eingang mit Servicekabel 3.496.5080 ¹⁾ kurzschliessen)
- Kabel mit geeignetem Stecker für "Ind. El."-Eingang²⁾ (z. B. Servicekabel 3.496.5070) ¹⁾
- Widerstandsdekade für Werte 2250 Ω , 3550 Ω , 1300 Ω . Steht keine Dekade zur Verfügung, so können individuelle Widerstände verwendet werden. Siehe Seite 20.
- Bei Geräten mit RS 232-Interface: Datenempfänger (z. B. Drucker)

Vorgehen

- Die Diagnoseschritte sind der Reihe nach auszuführen und mit den Reaktionen des Coulometers (eingerrückt) zu vergleichen. Bei Übereinstimmung ist mit der nächsten Anweisung weiterzufahren.

Practically all faults occurring with the 684 KF Coulometer are due to false operation or handling of either the instrument, the electrodes, or the solutions etc.. Many of these faults are indicated on the digital display of the KF Coulometer or can be identified from the result.

However, if there is good reason to suspect a fault in the 684 KF Coulometer itself, a short check (Diagnosis) will assist in locating the fault.

Equipment required:

- Generator electrode ready for operation (or short-circuit "Gen. El." input by means of service cable 3.496.5080 ¹⁾)
- Cable with suitable plug for "Ind. El." input ²⁾ (e.g. service cable 3.496.5070) ¹⁾
- Resistor switch-box giving values 2250 Ω , 3550 Ω , 1300 Ω . Individual resistors can also be used if no resistor switch-box should be available. See page 20.
- Units with RS 232 interface: data receiver (e.g. printer)

Procedure

- Carry out the test steps one after the other and check the reaction of the Coulometer (indented lines). In case of coincidence carry out the next step.

¹⁾ Gehört nicht zum Lieferumfang des 684.
Kann evtl. aus einer defekten Elektrode angefertigt werden.

²⁾ Steht kein geeignetes Kabel zur Verfügung:
Indikatorelektrode aus der Zelle herausziehen. Dekade oder Widerstandskombination mit Laborkabel und Prüfclips vorsichtig an den Platindrähten der Indikatorelektrode anschliessen.
(Achtung: Platindrähte nicht verbiegen!)

¹⁾ Not included in the scope of delivery of 684.
Can possibly be manufactured from a defective electrode.

²⁾ If no suitable plug is available:
Remove the indicator electrode from the cell. Carefully connect the resistor switch-box or the set of 2 resistors to the platinum wires of the indicator electrode with the aid of laboratory cables and test clips.
(Please mind: Do not bend the platinum wires!)

- Zeigt das Gerät nicht die erwartete Reaktion, so empfiehlt sich vorerst eine Wiederholung der Diagnose, da auch ein Bedienungsfehler vorliegen könnte (evtl. Gerät aus- und nach einigen Sekunden wieder einschalten). Mehrmalige Falschreaktionen deuten jedoch auf eine Störung hin.
- Sind für genauere Beobachtungen Wiederholungen nötig, so muss bis zum nächsten mit \gg bezeichneten Wiedereinstiegspunkt zurückgegangen werden. Dabei haben bereits gemachte Eingaben eine entsprechend andere Reaktion des Gerätes zur Folge; bzw. es muss der vor dem Wiederholungspunkt geltende Widerstandswert gewählt werden.
- Bei Rückfragen ist immer die Seriennummer des Gerätes sowie evtl. die Nr. des fehlerhaften Diagnoseschrittes anzugeben.
- Eingriffe in das geöffnete Gerät dürfen nur vom METROHM-Service vorgenommen werden!
- If the instrument does not respond as expected repeat the diagnosis to check whether it has been carried out correctly. (Perhaps switch the unit off and some seconds later on again.) If the instrument's response differs repeatedly, the instrument is likely to be defective.
- If repetitions are necessary for more intensive observations, go back to the last re-entry point denoted by the mark \gg . However, consider that new conditions already being keyed-in may give a different reaction to the unit; and / or go back to the resistor value that was selected in the previous steps.
- For inquiries to METROHM always advise the serial number of the unit and possibly also the number of the diagnosis step giving trouble.
- METROHM specialists only are authorized to handle inside the unit!

Vorbereitungen

Die Generatorelektrode bleibt angeschlossen und in die Anolytlösung eingetaucht.

Die Indikatorelektrode wird ausgezogen und an deren Stelle eine Widerstandsdekade mit Hilfe eines Kabels mit geeignetem Stecker ²⁾ (z. B. 3.496.5070 ¹⁾) angeschlossen. Falls keine Dekade zur Verfügung steht, siehe Seite 20.

Ist im Gerät auf Platz F ein RS 232-Interface (3.540.2440) eingesetzt, so muss zu dessen Kontrolle ein Datenempfänger angeschlossen und eingeschaltet sein.

Preparations

The generator electrode remains connected and immersed into the anolyte solution.

Remove the indicator electrode and replace it with a resistor switch-box with the aid of a cable with suitable coaxial plug ²⁾ (e.g. 3.496.5070 ¹⁾). If no decade should be available see page 20.

If the instrument contains an RS 232-interface (3.540.2440) at location F, a data receiver need be connected and switched-on to check the interface.

¹⁾ Gehört nicht zum Lieferumfang des 684.
Kann evtl. aus einer defekten Elektrode angefertigt werden.

²⁾ Steht kein geeignetes Kabel zur Verfügung:
Indikatorelektrode aus der Zelle herausziehen. Dekade oder Widerstandskombination mit Laborkabel und Prüfclips vorsichtig an den Platindrähten der Indikatorelektrode anschliessen.
(Achtung: Platindrähte nicht verbiegen!)

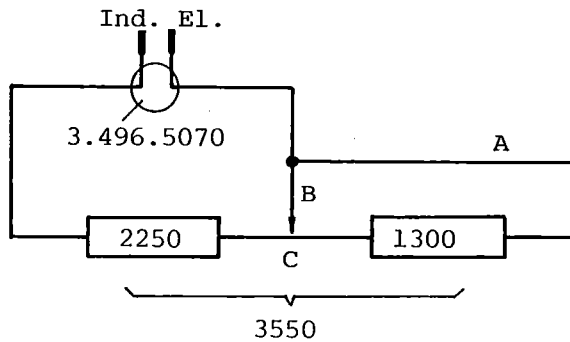
¹⁾ Not included in the scope of delivery of 684.
Can possibly be manufactured from a defective electrode.

²⁾ If no suitable plug is available:
Remove the indicator electrode from the cell. Carefully connect the resistor switch-box or the set of 2 resistors to the platinum wires of the indicator electrode with the aid of laboratory cables and test clips.
(Please mind: Do not bend the platinum wires!!)

Nur beachten, wenn keine Widerstandsdekade vorhanden:

Alle benötigten Widerstandswerte können mit 2 Einzelwiderständen von 2250 Ω und 1300 Ω (Genauigkeitsklasse 1 %) und entsprechenden Verbindungskabeln (Laborkabel und Anschlussklemmen) erstellt werden. Allerdings darf beim Umstellen auf andere Werte am Elektrodeneingang kein Unterbruch ($R \neq \infty$) entstehen, was durch Vorgehen nach Anordnungen 1 und 2 möglich ist.

Anordnung 1 (Werte 2250 Ω und 3550 Ω)



A = Laborkabel
laboratory cable

B-C verbunden = 2250 Ω
B-C unterbrochen = 3550 Ω (Ersatzwert für 3250 Ω)

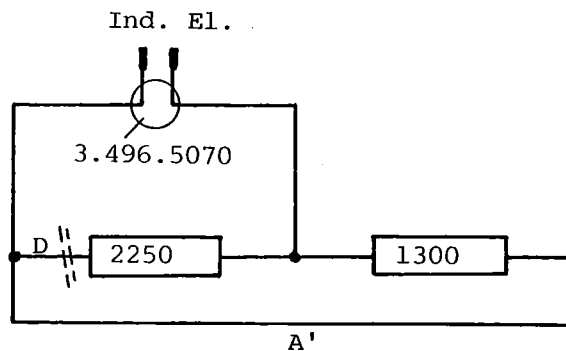
B-C connected = 2250 Ω
B-C disconnected = 3550 Ω (replacement value for 3250 Ω)

Der in der Anleitung genannte Wert 3250 Ω muss nicht unbedingt genau stimmen. Es kann daher der Wert 3550 Ω verwendet werden, der sich aus den obigen Widerständen herstellen lässt.

The value 3250 Ω, mentioned in the following instructions does not have to be absolutely true. The value 3550 Ω can therefore be used instead, which can be made with the above 2 resistors.

Anordnung 2 (Wert 1300 Ω)

Arrangement 2 (value 1300 Ω)



Verbindung A (Anordnung 1) auf A' (Anordnung 2) ändern. Dann Verbindung D zum Widerstand 2250 Ω unterbrechen: ergibt 1300 Ω.

Modify connection A (arrangement 1) to A' (arrangement 2). Then disconnect between D and resistor 2250 Ω : giving 1300 Ω.

Diagnoseschritte

- 1) Dekade auf 2250 Ω
- 2) Stellung des Potentiometers 'EP Voltage' markieren, dann auf 'High' (Rechtsanschlag) stellen

➤ 3) Gerät einschalten

Anzeige: 888... }
 XXX... } 16-stellig
 I.I... }
 ADD WATER } Falls in der Anzeige 'PROGRAMME' erscheint, Service anfordern

Überprüfen, ob alle Stellen der Anzeige richtig angezeigt werden (nötigenfalls aus- und einschalten wiederholen).

- 4) Dekade auf $\geq 3250 \Omega$

Anzeige: WAIT XXXXX³⁾ (Zahl positiv, d.h. ohne negatives Vorzeichen)

- 5) Dekade auf 2250 Ω

Anzeige: WATER 0⁴⁾
 'piep'

- 6) Nur wenn RS 232-Interface vorhanden, ausführen; sonst weiter mit Schritt 7!

Tastatur: send drücken
 LED-send leuchtet

➤ 7) Tastatur: GO drücken

Anzeige: ADD SAMPLE

sofort (d. h. innerhalb 6 s) Dekade auf 3250 Ω umschalten

Anzeige: XXXXX³⁾ (zählt fortlaufend)
Die Grösse der Inkremente ist ungefähr $6 \div 12$

Diagnosis steps

- 1) Resistor switch-box to 2250 Ω
- 2) Mark the position of Potentiometer 'EP Voltage', then set to 'High' (right stop)

➤ 3) Switch on unit

display: 888... }
 XXX... } 16 figures
 I.I... }
 ADD WATER } If 'PROGRAMME' appears in the display, request for service

Check if all the figures of the display are displayed correctly (switch off and on if necessary).

- 4) Resistor switch-box to $\geq 3250 \Omega$

display: WAIT XXXXX³⁾ (positive number, i.e. without negative sign)

- 5) Resistor switch-box to 2250 Ω

display: WATER 0⁴⁾
 'beep'

- 6) Carry out if RS 232-interface fitted only otherwise go on with step 7!

key board: depress send
 send lamp comes on

➤ 7) Key board: depress GO

display: ADD SAMPLE

change immediately (i.e. within 6 s) the resistor switch-box to 3250 Ω

display: XXXXX³⁾ (counts continuously)
The size of the increments is about $6 \div 12$

3) Die Anzahl Stellen und die Position des Dezimalpunktes ändern mit fortschreitender Titration laufend. Diese Anzeige wird daher generell mit XXXXX angegeben.

4) Falls 'WATER 0' nicht erscheint, kann die Dekade um $\pm 50 \Omega$ variiert werden.

3) The number of figures and the position of the decimal point change continuously with the progress of the titration. This reading is therefore generally indicated with XXXXX.

4) Vary the value on the resistor switch-box for $\pm 50 \Omega$ if 'WATER 0' does not appear.

8) Dekade auf 2250 Ω

'piep'

Anzeige: WATER XXXXX³⁾

Drucker schreibt: #01 m(H₂O) XXXX ³⁾ ug

Immer wenn ein Resultat gedruckt wird, muss der Wert auf dem Papier mit demjenigen in der Anzeige übereinstimmen.

➤ 9) Tastatur: **smpl** drücken

Anzeige: SAMPLE 00000

10) Tastatur: **1, 2, 3, 4, 5, enter**

Wert aus Pkt. 8

↓

Drucker: #01 m(H₂O) XXXX ug
w(H₂O) XXXX ppm oder %

Anzeige: CONT. XXXX PPM oder P.C.

➤ 11) Tastatur: **drift** drücken

Anzeige: DRIFT XXXXX (Wert zwischen 00000 und ca. 00100)

➤ 12) Tastatur: **delay** drücken

Anzeige: DELAY 0003

13) Tastatur: **0, 1, enter** drücken

Anzeige: DRIFT XXXXX

➤ 14) Tastatur: **delay** drücken

Anzeige: DELAY 01

➤ 15) Tastatur: **water** drücken

Drucker: #01 m(H₂O) XXXX ug

Anzeige: WATER XXXXX

➤ 16) Tastatur: **blank** drücken

Anzeige: BLANK 00000

8) Resistor switch-box to 2250 Ω

'beep'

display: WATER XXXXX³⁾

printer: #01 m(H₂O) XXXX ³⁾ ug

Each time a result is printed out, both the printed value and the displayed value must be identical.

➤ 9) Key board: depress **smpl**

display: SAMPLE 00000

10) Key board: depress **1, 2, 3, 4, 5, enter**

value from item 8

↓

printer: #01 m(H₂O) XXXX ug
w(H₂O) XXXX ppm or %

display: CONT. XXXX PPM or P.C.

➤ 11) Key board: depress **drift**

display: DRIFT XXXXX (value between 00000 and approx. 00100)

➤ 12) Key board: depress **delay**

display: DELAY 0003

13) Key board: depress **0, 1, enter**

display: DRIFT XXXXX

➤ 14) Key board: depress **delay**

display: DELAY 01

➤ 15) Key board: depress **water**

printer: #01 m(H₂O) XXXX ug

display: WATER XXXXX

➤ 16) Key board: depress **blank**

display: BLANK 00000

³⁾ Die Anzahl Stellen und die Position des Dezimalpunktes ändern mit fortschreitender Titration laufend. Diese Anzeige wird daher generell mit XXXXX angegeben.

³⁾ The number of figures and the position of the decimal point change continuously with the progress of the titration. This reading is therefore generally indicated with XXXXX.

17) Tastatur: **1**, **enter** drücken

Drucker: #01 m(H2O) XXXX ug -B

Anzeige: WATER-B XXXXX

17) Key board: depress **1**, **enter**

printer: #01 m(H2O) XXXX ug -B

display: WATER-B XXXXX

➤ 18) Tastatur: **smpl** drücken

Anzeige: SAMPLE 12345

➤ 18) Key board: depress **smpl**

display: SAMPLE 12345

19) Tastatur: **enter** drücken

Wert aus Pkt. 17



Drucker: #01 m(H2O) XXXX ug -B
w(H2O) XXXX ppm oder %

Anzeige: CONT.-B XXXX PPM oder P.C.

value from item 17



printer: #01 m(H2O) XXXX ug -B
w(H2O) XXXX ppm or %

display: CONT.-B XXXX PPM or P.C.

➤ 20) Tastatur: **extr** drücken

Anzeige: EXTRACT 0

➤ 20) Key board: depress **extr**

display: EXTRACT 0

21) Tastatur: **clear**, **.**, **1**, **2**, **enter** drücken

Anzeige: CONT.-B XXXX PPM oder P.C.

21) Key board: depress **clear**, **.**, **1**, **2**, **enter**

display: CONT.-B XXXX PPM or P.C.

22) Tastatur: **extr** drücken

Anzeige: EXTRACT 0.12

22) Key board: depress **extr**

display: EXTRACT 0.12

➤ 23) Tastatur: **GO** drücken

Anzeige: ADD SAMPLE und sofort
Dekade auf 3250 Ω umschalten

➤ 23) Key board: depress **GO**

display: ADD SAMPLE and switch
resistor switch-box immediately
to 3250 Ω

Anzeige: EXTRACT .	XXXXX
.065 ⁵⁾	↓
.	
0.00	
zählt im Sekunden-	Wert ändert
takt gegen 0	laufend, auch
	wenn EXTRACT-
	Zeit abgelaufen

display: EXTRACT .	XXXXX
.065 ⁵⁾	↓
.	
0.00	
counts in intervals	value changes
of 1 s towards 0	continuously,
	also when
	EXTRACT time
	is elapsed

24) Dekade auf 2250 Ω

'piep'

Drucker: #02 m(H2O) XXXX ug -B

Anzeige: WATER-B XXXXX

24) Resistor switch-box to 2250 Ω

'beep'

printer: #02 m(H2O) XXXX ug -B

display: WATER-B XXXXX

5) Die Zeit läuft auch während 'ADD SAMPLE'

5) The time runs also during 'ADD SAMPLE'

➤ 25) Tastatur: **extr** drücken

Anzeige: EXTRACT 0.12

➤ 25) Key board: depress **extr**

display: EXTRACT 0.12

26) Tastatur: **-**, **enter** drücken

Anzeige: WATER-B XXXXX
(Im Wiederholungsfalle kann auch 'DRIFT' angezeigt werden.)

26) Key board: depress **-**, **enter**

display: WATER-B XXXXX
(In case of repetition 'DRIFT' may be displayed.)

27) Tastatur: **extr** drücken

Anzeige: EXTRACT - 0.12

27) Key board: depress **extr**

display: EXTRACT - 0.12

28) Tastatur: **GO** drücken

Anzeige: ADD SAMPLE und sofort
Dekade auf 3250 Ω umschalten

28) Key board: depress **GO**

display: ADD SAMPLE and switch
resistor switch-box immediately
to 3250 Ω

Anzeige: EXTRACT .	0
	↓
-0.065 ⁵⁾	
.	
-0.00	
zählt im Sekunden-	bleibt 0 bis
takt gegen 0	EXTRACT-Zeit
	abgelaufen,
	dann laufende
	Änderung

display: EXTRACT .	0
	↓
-0.065 ⁵⁾	
.	
-0.00	
counts in intervals	remains 0 until
of 1 s towards 0	EXTRACT time
	is elapsed, then
	continuous
	change

29) Dekade auf 2250 Ω

'piep'
Drucker: #03 m(H2O) XXXX ug -B
Anzeige: WATER-B XXXXX

29) Resistor switch-box to 2250 Ω

'beep'
printer: #03 m(H2O) XXXX ug -B
display: WATER-B XXXXX

➤ 30) Tastatur: **blank** drücken

Anzeige: BLANK 1

➤ 30) Key board: depress **blank**

display: BLANK 1

31) Tastatur: **5, 6, 7, 8, 9, enter**

Drucker: #03 BLANK ERROR ug
Anzeige: BLANK ERROR
(Blindwert > Wasserwert)

31) Key board: **5, 6, 7, 8, 9, enter**

printer: #03 BLANK ERROR ug
display: BLANK ERROR
(blank value > water value)

➤ 32) Dekade auf 1300 Ω

➤ 32) Resistor switch-box to 1300 Ω

5) Die Zeit läuft auch während 'ADD SAMPLE'

5) The time runs also during 'ADD SAMPLE'

33) Tastatur: **GO** drücken

Anzeige: ADD SAMPLE
(nach 6 Sekunden)
SAMPLE UNFIT

33) Key board: depress **GO**

display: ADD SAMPLE
(after 6 seconds)
SAMPLE UNFIT

34) Indikatorelektrode ausziehen ⁶⁾

Anzeige: IND ELECTRODE
(piep)

34) Unplug indicator electrode ⁶⁾

display: IND ELECTRODE
(beep)

35) Indikatorelektrode einstecken

Anzeige: BLANK ERROR

35) Plug in indicator electrode

display: BLANK ERROR

➤ 36) Tastatur: **extr** drücken

Anzeige: EXTRACT – 0.12

Tastatur: **clear**, **enter** drücken

Anzeige: BLANK ERROR

➤ 36) Key board: depress **extr**

display: EXTRACT – 0.12

key board: depress **clear**, **enter**

display: BLANK ERROR

➤ 37) (Dekade auf 1300 Ω)

➤ 37) (Resistor switch-box to 1300 Ω)

38) Potentiometer 'EP voltage' auf 'low'
(Linksanschlag)

38) Potentiometer 'EP voltage' to 'low'
(left stop)

39) Falls keine Widerstandsdekade vorhanden, bei Punkt
39 den Wert 2250 Ω verwenden und Hinweise Seite 20
beachten!

39) If no resistor switch-box available, use value 2250 Ω in
step 39 and note hints on page 20!

Tastatur: **GO** drücken

Key board: depress **GO**

Anzeige: ADD SAMPLE und sofort
Dekade auf >2000 Ω (jedoch
<10'000 Ω)

display: ADD SAMPLE and switch
resistor switch-box immediately
to >2000 Ω (but < 10 000 Ω)

Anzeige: XXXXX

display: XXXXX

.....

Wert ändert laufend

.....

value changes continuously

40) Generatorelektrode ausziehen ⁶⁾

Anzeige: GEN ELECTRODE
(piep)

40) Unplug generator electrode ⁶⁾

display: GEN ELECTRODE
(beep)

41) Generatorelektrode wieder einstecken

Anzeige: BLANK ERROR

Netz AUS

41) Plug in generator electrode again

display: BLANK ERROR

power OFF

⁶⁾ Achtung: Stecker sind verriegelt. Bitte an der Hülse ziehen.

⁶⁾ Please mind: The plugs are locked. Please pull at the sleeve.

42) Ausdruck mit nachfolgendem Muster vergleichen

#01	m(H2O)	<u>118</u>	ug			
#01	m(H2O)	<u>118</u>	ug	w(H2O)	<u>9.5</u> ppm	
#01	m(H2O)	<u>118</u>	ug			
#01	m(H2O)	<u>117</u>	ug	-B		
#01	m(H2O)	<u>117</u>	ug	-B	w(H2O)	<u>9.4</u> ppm
#02	m(H2O)	<u>193</u>	ug	-B		
#03	m(H2O)	<u>54.7</u>	ug	-B		
#03	BLANK	ERROR	ug			

Die unterstrichenen Zeichen sind Resultate. Sie müssen nicht mit dem Muster übereinstimmen.

What is underlined are individual results that need not be identical with the actual ones.

43) Potentiometer 'EP Voltage' wieder auf die vorgefundene Position einstellen.

43) Set potentiometer 'EP Voltage' to the original position again.

Hinweis für den Fehlerfall

Sollte trotz positiver Diagnose die Funktionstüchtigkeit des Gerätes angezweifelt werden, so bestehen noch 2 Fehlermöglichkeiten, nämlich

- a) fehlerhafte Generatorelektrode oder
- b) fehlerhafter Generatorelektrodenstrom, d. h. Fehler im Gerät.

Aufschluss hierüber gibt die Wiederholung der Diagnose mit einer anderen, guten Elektrode.

Sollte keine zweite Elektrode vorhanden sein, so kann ein Elektrospezialist (Elektroniker oder Betriebselektriker) den Elektrodenstrom überprüfen.

Zusätzlich benötigte Hilfsmittel:

- Servicekabel 3.496.5080 oder 2 gewöhnliche Laborkabel mit Klemmen für den Anschluss am Sockel "Gen. El" im Innern des Gerätes nach Abheben des Deckbleches (2 Schrauben M4)
- Universalinstrument oder Ampèremeter für Messwert 357 mA dc
- Widerstandsdekade oder Einzelwiderstand 6-10 kΩ

Vorgehen:

- Messinstrument mittels Kabel (s. oben) an "Gen. El." anschliessen. dc-Strombereich wählen.
- Punkte 1 bis 4 der Diagnose ausführen
Anzeige: WAIT XXXXX (Zahlenwert positiv)
Das Ampèremeter registriert Stromimpulse
- Widerstand an "Ind. El." auf einen beliebigen Wert zwischen 6 und 10 kΩ erhöhen:
Das Ampèremeter registriert einen konstanten Strom von 357 mA (± 1 mA; Toleranz des Messinstrumentes mitberücksichtigen)
Richtiger Stromfluss (bei falschem Resultat) deutet auf einen Fehler in der Generatorelektrode hin.

Hint in case of trouble

If the instrument's correct function is called in question despite of faultless diagnosis results, two possible faults are still remaining:

- a) faulty generator electrode or
- b) incorrect current through the generator electrode i.e. fault inside the unit

Repetition of the diagnosis with another, correct electrode gives the required information.

If there is no second electrode available, an electro specialist (e.g. staff electrician) may check the analytic current.

Additional equipment required:

- Service cable 3.496.5080 or 2 ordinary laboratory cables with clamps to be connected to the "Gen. El." socket inside the unit. This is accessible after removing the cover sheet (2 screws M4)
- Multimeter or ammeter for value 357 mA dc
- Resistor switch-box or individual resistor 6 to 10 kΩ

Procedure:

- Connect measuring instrument to "Gen. El." input by means of cable (see above). Select dc current range.
- Carry out items 1 to 4 of the Diagnosis
Display: WAIT XXXXX (positive numerical value)
The ammeter shows current pulses
- Increase the resistance at "Ind. El." to any value between 6 and 10 kΩ
The ammeter shows a constant current of 357 mA (± 1 mA; note also tolerance of the measuring instrument).
Correct current (but false result) means faulty generator electrode.

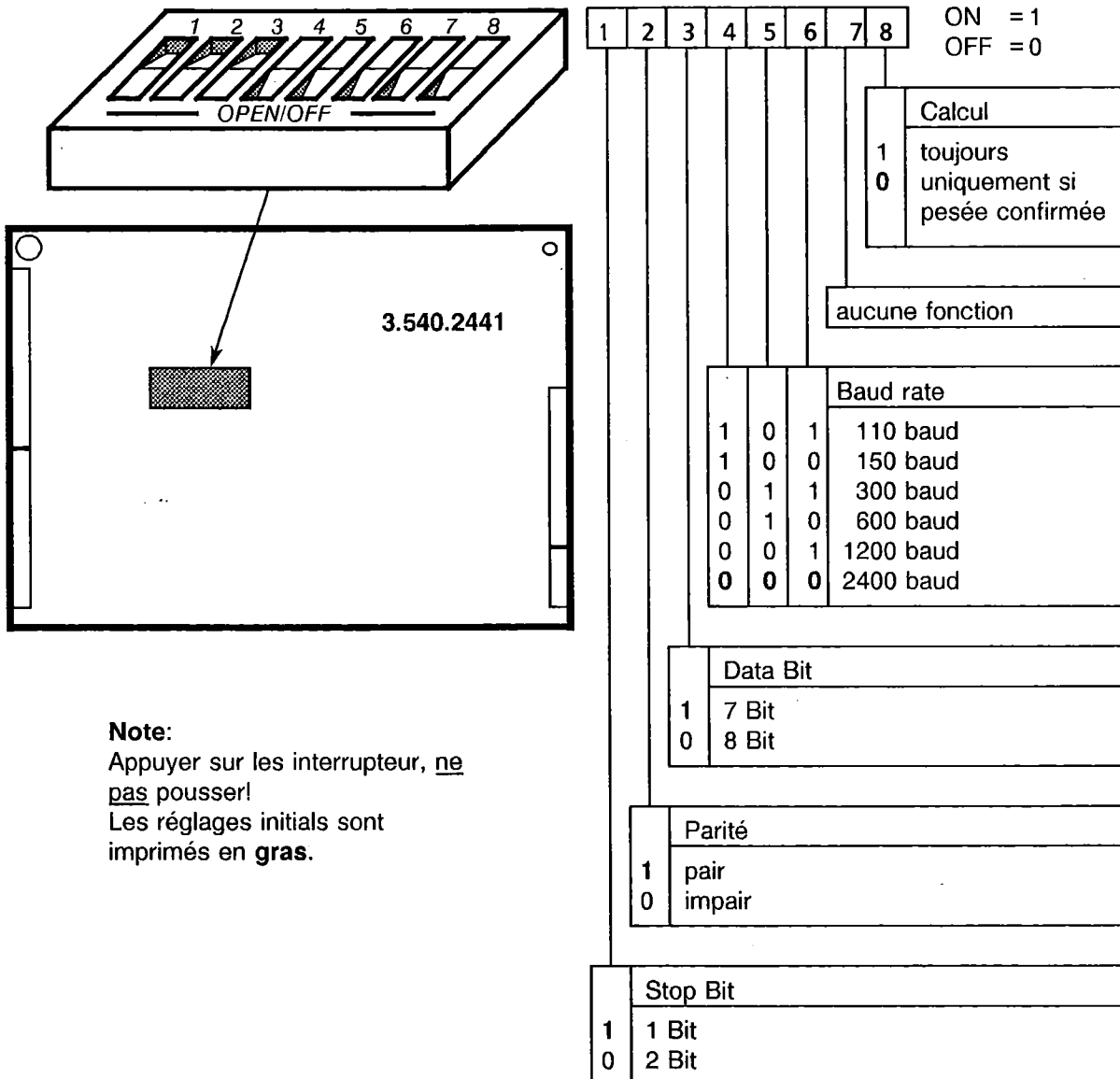
7. Interface RS232 3.540.2441

7.1 Spécifications techniques

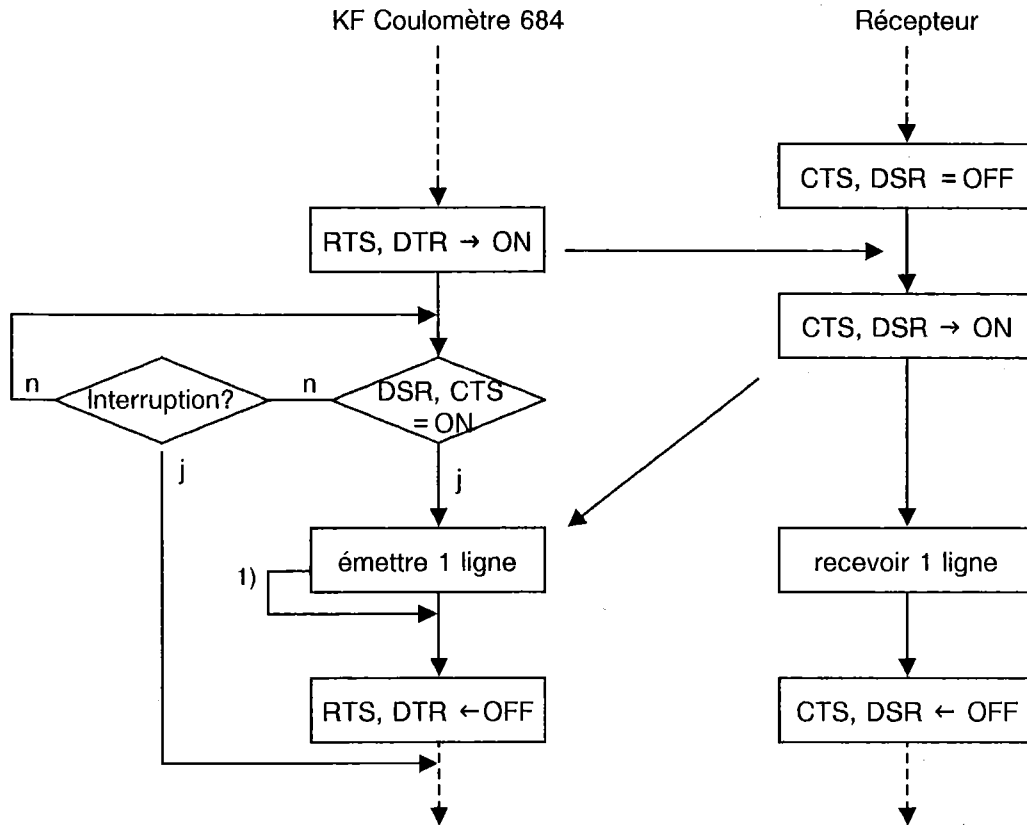
L'interface est configurée comme DTE (Data Terminal Equipment). Elle est conçue selon le standard RS 232C de EIA (DIN 66020 feuille 1).

Code:	ISO-7-Bit (ISO 646-1973)
Baud Rate:	110, 150, 300, 600, 1200, 2400 (commutable) tolérance < ± 0.9 %
Parité:	pair ou impair (commutable)
Stop Bit:	1 ou 2 (commutable)
Data Bit:	7 ou 8 bits (commutable)
Caractères de termination:	C _R et L _F
Longueur des câbles:	env. 20 m au maximum

7.2 Positions des interrupteurs



7.3 Structure du programme: 684 émet une ligne



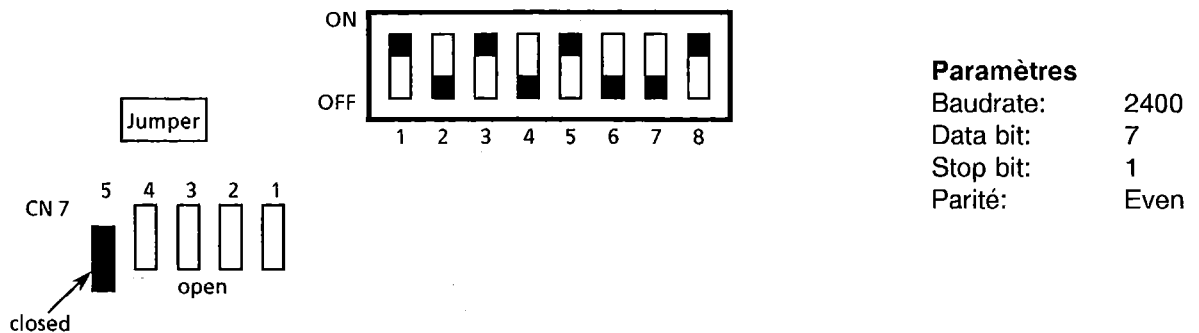
1): Sortie quand DSR = OFF
 Toutes les désignations (DSR, CTS usw.) se réfèrent à l'émetteur (KF Coulomètre).
 "Interruption?" avec <clear>, voir messages d'erreurs page 19.

7.4 Exemple pour le branchement des appareils périphériques

7.4.1 Imprimante Citizen iDP-560 RS

Câble: 3.980.3550

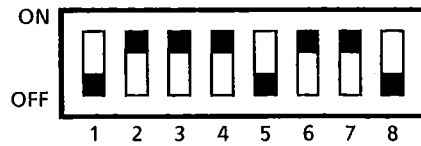
Positions des commutateurs sur l'imprimante pour le réglage initial de l'interface 3.540.2441 (voir page 30):



7.4.2 Imprimante EPSON P40/P80.

Câble: 3.980.3401

Positions des commutateurs sur l'imprimante pour le réglage initial de l'interface 3.540.2441 (voir page 30):

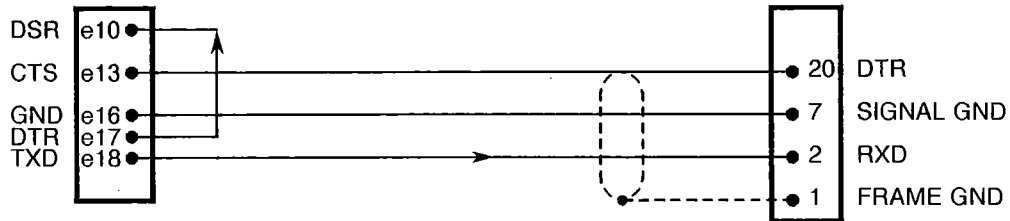


Paramètres	
Baudrate:	2400
Data bit:	7
Stop bit:	1
Parité:	Even

7.4.3 Imprimante Seiko DPU-411

Câble: 684 KF Coulomètre
Fiche Metrohm
3.540.8440

Imprimante SEIKO
Fiche DB25, mâle



7.4.4 IBM® PC/XT/PS-2/AT ou compatible

Câble: 3.980.3480; pour AT ainsi qu'un adaptateur 6.2125.010

Exemple de programme en GWBasic:

```
100 CLS
110 PRINT "Data Transfer 684 Coulometer ==> PC"
120 PRINT "Cable : 3.980.3480"
130 PRINT "Press <send> key on 684; red lamp must be on"
140 PRINT "Release data transfer by pressing <water> on 684"
150 PRINT "Press <ESC> key on computer keyboard to quit"
160 PRINT
200 OPEN "COM1:1200,E,7,1,CDO,DSO,LF" FOR INPUT AS 1
210 WHILE INKEY$<>CHR$(27)
220   IF EOF(1) THEN 260
230   INPUT #1,A$
240   PRINT A$
250   B$=INPUT$(1,1)           'Remove LF character from COM buffer..
260 WEND
270 CLOSE
280 CLS
290 END
```

7.4.5 Autres appareils périphériques

Calculateur HP avec interface série 82939A
Imprimante Epson avec interface série #8148

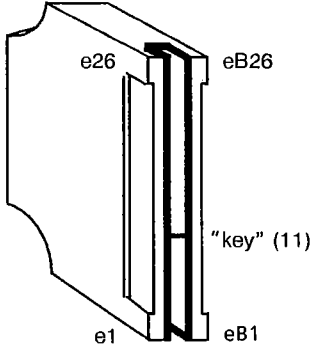
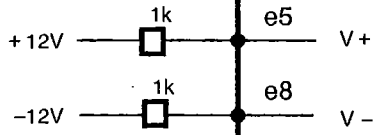
câble: 3.980.2810
câble: 3.980.3550

7.4.6 Câblage pour l'opération sans handshake

Connecter RTS avec CTS et DTR avec DSR dans la fiche Metrohm 3.540.8440.
Le programme reçoit lignes "sans fin".

7.5 Attribution des contacts

	3.540.2441	extern
<p>EIA RS-232 C Schnittstelle EIA RS-232 C Interface</p> <p>Sendedaten (TxD). Erfolgt keine Datenübertragung, wird die Leitung im Zustand EINS gehalten. Daten werden nur gesendet, wenn CTS, DSR, RTS und DTR im "EIN"-Zustand sind.</p> <p>Transmitted Data (TxD). TxD is held in marking condition if there is no data transfer. A data transfer occurs only if CTS, DSR, RTS and DTR are in ON condition.</p> <p>Sendebereitschaft (CTS) EIN-Zustand: Gegenstation ist bereit, Daten zu empfangen.</p> <p>Clear to Send (CTS) ON condition: The connected device is ready to accept data.</p> <p>Betriebsbereitschaft (DSR) EIN-Zustand: Die Übertragungsleitung ist angeschlossen.</p> <p>Data Set Ready (DSR) ON condition: Communication channel is connected.</p> <p>Sendeteil einschalten (RTS) EIN-Zustand: Interface ist bereit, Daten zu senden.</p> <p>Request to Send (RTS) ON condition: Interface is ready to send data.</p> <p>Interface bereit (DTR) EIN-Zustand, wenn Interface sendebereit (initialisiert).</p> <p>Data Terminal Ready (DTR) ON condition as soon as the Interface is ready to send.</p> <p>Betriebserde Schutzerde. Direkte Verbindung vom Kabelstecker zur Schutzerde des Gerätes.</p> <p>Signal Ground Protective Ground. Direct connection from the cable plug to the protective ground of the device.</p>	<p>The diagram shows a vertical signal line with several pins connected to logic gates. Pin 1488 is connected to an inverter (triangle with a circle) which outputs to e18, labeled 'Transmitted Data'. Pin 1489 is connected to an inverter which outputs to e13, labeled 'Clear to Send'. Pin 1489 is also connected to an AND gate (D-shaped symbol) which outputs to e10, labeled 'Data Set Ready'. Pin 1488 is connected to an AND gate which outputs to e20, labeled 'Request to Send'. Pin 1488 is also connected to another AND gate which outputs to e17, labeled 'Data Terminal Ready'. At the bottom, a horizontal line is connected to e16, labeled 'Signal Ground'.</p>	

<p>RS-232 C (Forsetzung) RS-232 C (continued from sheet 1)</p> <p>V+, V- Für festverdrahtete Kontrollsignale (CTS, DSR). For hardwired Control signals (CTS, DSR).</p> <p>$I_{IH\ 1489A}$ 3 mA ($V_{IH} = 12\text{ V}$), 0.5 mA ($V_{IH} = 3\text{ V}$)</p> <p>$I_{IL\ 1489A}$ -3 mA ($V_{IL} = -12\text{ V}$), -0.5 mA ($V_{IL} = -3\text{ V}$)</p>	<p>3.540.2441</p>	<p>extern</p>						
<p>Kontaktanordnung am GS-Direktstecker: Contact configuration at the PCB direct connector:</p>  <p style="text-align: center;">3.540.8440</p>								
<p>Nicht belegte Anschlüsse: Unused connections:</p>	<p>e1...e4, e6, e7, e11, e12, e15, e19, e21...e26 eB1...eB26</p>							
<table border="0"> <tr> <td style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Treiber Driver </td> <td style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;">1488</td> <td rowspan="2" style="font-size: 3em; vertical-align: middle; padding: 0 10px;">}</td> <td rowspan="2" style="vertical-align: middle;"> gemäß EIA RS-232 C Spezifikation in conformance with the specifications of EIA standard № RS-232 C </td> </tr> <tr> <td style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Empfänger Receiver </td> <td style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;">1489</td> </tr> </table>	Treiber Driver	1488	}	gemäß EIA RS-232 C Spezifikation in conformance with the specifications of EIA standard № RS-232 C	Empfänger Receiver	1489		
Treiber Driver	1488	}			gemäß EIA RS-232 C Spezifikation in conformance with the specifications of EIA standard № RS-232 C			
Empfänger Receiver	1489							

	3.540.2441	extern
<p>RS-232 C (Fortsetzung) RS-232 C (continued from sheet 2)</p> <p>Polaritätszuordnung der Signale</p> <ul style="list-style-type: none"> - Datenleitungen (TxD) Spannung negativ (< -3 V): Signalzustand "EINS" Spannung positiv (> +3 V): Signalzustand "NULL" - Steuer- oder Meldeleitungen (CTS, DSR, RTS, DTR) Spannung negativ (< -3 V): AUS-Zustand Spannung positiv (> +3 V): EIN-Zustand <p>Im Uebergangsbereich von +3 V bis -3 V ist der Signalzustand undefiniert.</p> <p>Definition of Signal States</p> <ul style="list-style-type: none"> - data interchange circuits (TxD) negative voltage (< -3 V): marking condition positive voltage (> +3 V): spacing condition - timing and control interchange circuits (CTS, DSR, RTS, DTR) negative voltage (< -3 V): OFF condition positive voltage (> +3 V): ON condition <p>The function is not defined for voltages in the transition region between +3 V and -3 V.</p>		
<p>5-polige Buchse 5 pin socket</p> <p>Start</p> <p>Signal muss min. 1.1 s lang anstehen und spätestens 1 s vor Titrationsende zurückgesetzt werden.</p> <p>Set signal for at least 1.1 s and reset signal at the latest 1 s before the titration ends.</p> <p>Start Ground</p> <p>Ready +, Ready -</p> <p>Aktiv wenn Konditionierung ok, keine Titration gestartet. Nicht aktiv wenn Konditionierung nicht ok oder Titration läuft.</p> <p>Active if conditioning ok, no titration in progress. Not active if conditioning not ok or titration in progress.</p>		<p>low level: $U < 0.2 \text{ V}$ $I < 0.6 \text{ mA}$</p> <p>Aktiv/active: $I_c = 12 \text{ mA}$ $U_{CE} < 1.5 \text{ V}$</p> <p>Nicht aktiv/not active: $I_c < 10 \mu\text{A}$ $U_{CE} \text{ max. } 30 \text{ V}$</p>

8. Annexe

8.1 Programme de livraison et désignations de commande

Coulomètre KF avec **cellule avec diaphragme** **2.684.0030**
avec les accessoires suivants

1	Agitateur magnétique	1.728.0010
1	Potence de statif, 25 cm	6.2016.030
1	Support pour potence de statif	6.2001.040
1	Bague d'arrêt, 10 cm	6.2013.010
1	Câble de connexion pour l'agitateur magnétique	6.2108.100
1	Récipient de titrage, 200 ml	6.1415.310
1	Couvercle pour le récipient de titrage	6.1414.040
1	Jeu de bagues d'étanchéité pour le couvercle du récipient de titrage	6.1454.000
1	Electrode double de Pt	6.0338.100
1	Câble d'électrode	6.2104.020
1	Electrode génératrice	6.0339.000
1	Tube de séchage	6.1403.030
1	Bouteille avec tamis moléculaire, 250 g	6.2811.000
3	Raccord à vis	6.2730.010
2	Jeu de membranes d'injection (à 5 pièces)	6.1448.010
1	Baguette d'agitation, 16 mm	6.1903.020
1	Baguette d'agitation, 25 mm	6.1903.030
1	Tube de barbotage	6.1617.010
1	Bouchon à vis pour fermer le tube de barbotage	6.1446.040
1	Tuyau en PTFE, 10,5 cm	6.1805.070
1	Joint en PTFE, NS 19	6.2713.020
1	Entonnoire	6.2738.000
1	Seringue, 1 ml	6.2816.000
1	Aiguille pour la seringue	6.2816.010
1	Câble d'alimentation, fiche selon les indications du client:	
	Type SEV 12 (Suisse...)	6.2122.010
	Type CEE(7), VII (Allemagne...)	6.2122.030
	Type NEMA/ASA (Etats Unis...)	6.2122.060
1	Housse anti-poussière	6.2723.250
1	Mode d'emploi	8.684.1012

Coulomètre KF avec **cellule sans diaphragme** **2.684.0140**
avec les accessoires suivants

1	Electrode double de platine avec RN 14/15	6.0341.100
1	Electrode génératrice avec RN 29/22	6.0342.100
1	Tube de séchage avec RN 19/17	6.1403.030
1	Bouchon en verre avec RN 14/15	6.1437.000
1	Tube d'addition et d'aspiration avec RN 14/15	6.1439.010
1	Bouchon à vis M6 pour les travaux au Four KF	6.1446.060
2	Bouchons à vis M8 pour les travaux à la Pompe	6.1446.080
2	Jeux de septum (à 5 pièces)	6.1448.020
1	Récipient de titrage, 200 ml, verre brun avec RN	6.1455.313
1	Tuyau M6, 10,5 cm, pour les travaux au Four KF	6.1805.070
1	Tuyau M8, 50 cm, pour les travaux à la Pompe	6.1805.200
1	Baguette d'agitation, 25 mm	6.1903.030
1	Support pour récipients de titrage	6.2047.000

1	Câble d'électrode, fiche F, 1 m, pour électrode indicatrice	6.2104.020
1	Câble d'électrode, fiche H, 1 m, pour électrode génératrice	6.2104.120
1	Bouchon à vis	6.2701.040
3	Joints pour RN 14, en PTFE	6.2713.000
1	Joint pour RN 29, en PTFE	6.2713.010
1	Joint pour RN 19, en PTFE	6.2713.020
1	Bouchon avec nipple	6.2730.030
1	Entonnoir	6.2738.000
1	Bouteille avec tamis moléculaire, 250 g	6.2811.000
1	Seringue, 1 ml	6.2816.000
1	Aiguille pour la seringue	6.2816.010
1	Câble d'alimentation, fiche selon les indications du client	
	Type SEV 12 (Suisse ...)	6.2122.010
	Type CEE(7),VII (Allemagne...)	6.2122.030
	Type NEMA/ASA (Etats Unis...)	6.2122.060
1	Housse anti-poussière	6.2723.250
1	Mode d'emploi	8.684.1012

Options

Poste Ti; poste de titrage compact avec agitateur incorporé et dispositif de pompe pour l'addition de solution nouvelle et pour l'aspiration de solution usée	2.703.0010
Four KF	
Four KF 707 avec transportation de la nacelle d'échantillon automatique et pompe d'air incorporée	2.707.0010
Câble de connexion 684 Coulomètre KF – 707 Four KF	6.2141.000
Four KF 688	
réseau avec 220...240 V	2.688.0014
réseau avec 100...120 V	2.688.0015
Pompe pour aspirer les solutions et pour générer un courant d'air sec pour les travaux avec le Four KF	2.661.0010
Cellule KF sans diaphragme, complète	6.5405.000
Pompe pour l'addition de solution nouvelle et pour l'aspiration de solution usée	
réseau avec 100...120 V, fiche US	2.681.0021
réseau avec 220...240 V, fiche Euro	2.681.0024
réseau avec 100...120 V, fiche Euro	2.681.0025
Interface RS232 pour la connexion d'une imprimante ou pour le transfert de données	3.540.2441
Câble pour imprimante Citizen iDP-560 RS	3.980.3550
Câble pour imprimante Epson P40 ou P80	3.980.3401
Câble pour imprimante Epson avec interface série #8148	3.980.3550
Câble pour ordinateur IBM® PC/XT/PS-2	3.980.3480
Câble pour ordinateur IBM® AT	3.980.3480 + 6.2125.010
Câble pour ordinateur HP avec interface série 82939A	3.980.2810
Câble pour ordinateur EPSON HX20	3.980.2890

8.2 Spécifications techniques

Indication du point final	Voltamétrique
Vitesse de titrage	jusqu'à 2 mg/min, diminuée à l'approche du point final
Gamme de mesure	10 ... 10 000 µg de l'eau
Résolution	
$m(\text{H}_2\text{O}) \leq 99,9 \mu\text{g}$	0,1 µg
$m(\text{H}_2\text{O}) \geq 100 \mu\text{g}$	1 µg
Erreur de mesure	
$m(\text{H}_2\text{O}) \leq 1000 \mu\text{g}$	≤ app. 5 µg
$m(\text{H}_2\text{O}) \geq 1 \text{ mg}$	≤ app. ± 0,5%
Branchement au réseau	
Tension	100, 117, 220, 240 V ± 10%, commutable
Fréquence	50 ou 60 Hz; pour 60 Hz souder pont 1 sur circuit 3.540.2140
Consommation	env. 40 VA
Fusibles	0,4 A (retardé) pour 100 et 117 V 0,2 A (retardé) pour 220 et 240 V
Construction générale	Selon les spécifications de sécurité de la publication 348 de la CEI, classe de sécurité I
Dimension L × H × P	570 mm × 290 mm × 520 mm
Poids	env. 8,5 kg

8.3 Garantie

Les produits METROHM jouissent d'une garantie de 12 mois à partir de la date de livraison. Est garantie la remise en état gratuite, dans nos ateliers, de tous défauts imputables avec certitude à des défauts de matériau, de construction ou de fabrication. Les frais de transport sont toutefois à la charge de l'acheteur.

Lors d'une utilisation jour et nuit la garantie ne dure que 6 mois.

Le bris de verre, soit des électrodes ou de tout autre élément en verre, est exclu de la garantie. Sont facturés pendant la période de garantie tous contrôles qui ne sont pas dus à des défauts de matériau ou de fabrication. Quant aux éléments provenant d'un autre fabricant, ils sont soumis aux dispositions du fabricant respectif s'ils constituent une partie importante de l'appareil.

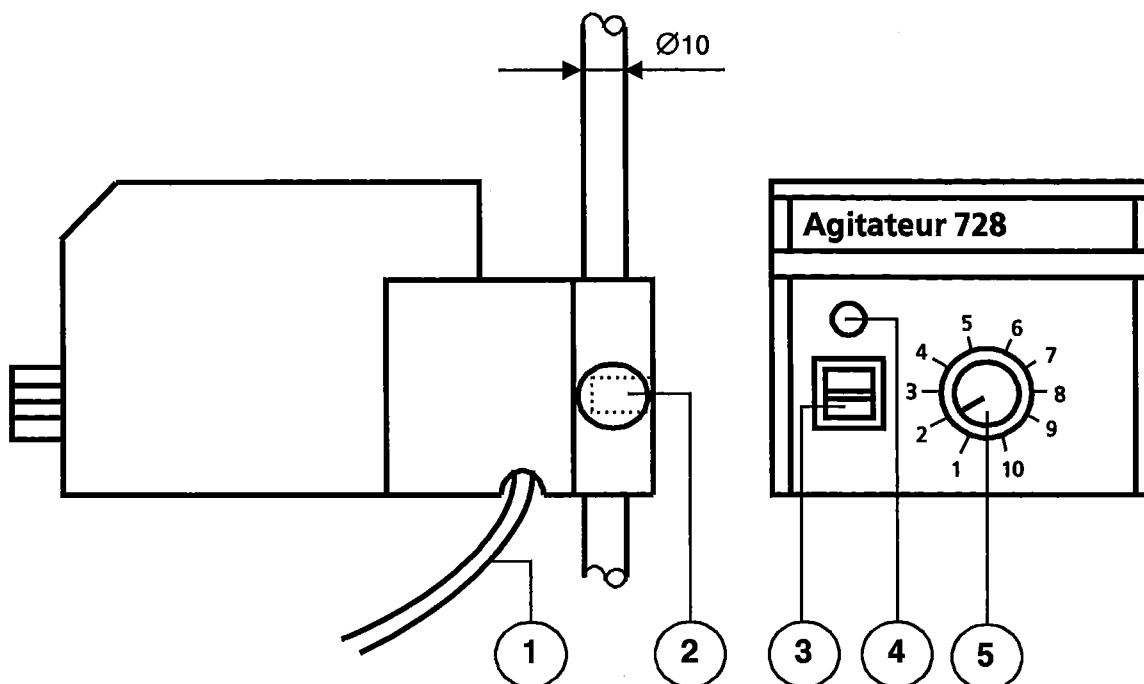
Pour les garanties de précision des appareils, sont valables les caractéristiques techniques figurant dans le présent mode d'emploi.

Au cas de défauts du matériel, de la construction ou de l'exécution, ainsi qu'au cas de l'absence de propriétés assurées par METROHM, l'acheteur n'a pas de droits en dehors de ce qui est mentionné ci-dessus.

Si l'acheteur constate, à la réception d'un colis, que l'emballage est visiblement endommagé, ou si des dommages dus au transport apparaissent au déballage, il est tenu d'avertir immédiatement l'expéditeur et d'exiger un constat officiel du dommage. A défaut d'un tel constat officiel, METROHM serait déchargé de toute obligation de dédommager l'acheteur.

Lorsque des appareils ou des accessoires sont retournés, il est recommandé d'utiliser, dans la mesure du possible, les emballages d'origine. Avant d'envelopper la marchandise dans de la laine de bois ou dans un matériau de rembourrage analogue, il faut la protéger par un emballage étanche à la poussière (les sacs de plastique étant indispensables pour les appareils). Si des groupes d'éléments sensibles aux tensions électromagnétiques (p.ex. interfaces etc.) sont inclus dans le programme de livraison, ceux-ci doivent être retournés dans l'emballage de protection original correspondant, p.ex. dans le sachet de protection conducteur. (Exception: les groupes d'éléments avec source de tension intégrée doivent être emballés dans des sachets non conducteurs). La garantie ne couvre pas les dommages dus à un emballage inadéquat.

8.4 Mode d'emploi pour l'Agitateur magnétique 728



- (1) Câble de branchement
- (2) Vis de fixation
- (3) Interrupteur principal
- (4) Lampe témoin de l'alimentation
- (5) Réglage de rotation

Fixation L'agitateur se monte sur la tige de support de laboratoire \varnothing 10 mm. Le fixer à la bonne hauteur avec la vis (2), de sorte qu'il puisse pivoter à gauche et à droite.

Alimentation $U_{DC} \approx 8 V$

Nombre de tours stabilisé, $n \approx 200 \dots 1900 \text{ min}^{-1}$ (sans charge)

Baguettes d'agitation Recouvertes de PTFE, noyau magnétique

	Longueur	Dimensions	Forme
6.1903.000	8 mm	$\varnothing = 4 \text{ mm}$	O
6.1903.010	12 mm	$\varnothing = 4 \text{ mm}$	O
6.1903.020	16 mm	$\varnothing = 4 \text{ mm}$	O
6.1903.030	25 mm	$\varnothing = 5 \text{ mm}$	O
6.1906.000	42 mm	-	Δ
6.1906.010	25 mm	-	Δ
6.1906.020	26 mm	-	ovale

8.5 Glossaire

Les textes dans l'affichage sont désignés avec , les touches avec < >.

	<u>Page</u>
Accessoires	36
ADD SAMPLE	9
ADD WATER	19
Affichage du résultat	9
Agitateur	
Branchement	2
Mode d'emploi	40
Anode	5, 6
Anolyte	4
< blank >	13
Branchement	
Agitateur	2
Calculateur	3
Exemple de programme ...	32
Imprimante	3, 31, 32
Réseau	2
système de données	3, 32
Câble	31ff, 38
Calcul du résultat	9
Calculateur	
Branchement	3
Programme	32
Cathode	5, 6
Catholyte	5
Cellule de mesure	
avec diaphragme	4
Nettoyage	8
Préparation	4, 6
sans diaphragme	6
No. de command	37
Clavier	10
Connexion	
Agitateur	2
Calculateur	3, 32
Imprimante	3, 31, 32
Réseau	2
Système de données	3, 32
CONT	7
< delay >	11
Dérangements	19
Dérive	11
négative	19
Déroulement des opérations	9
Désignations de commande	36
Diagnostic	21
DIP Switches	30
< drift >	11
Echantillons	
solides	16
liquides	15
Electrode	
génératrice	5, 6
indicatrice	5, 6
Exemple de programme	32
< extr >	11
Formule	9
Four de séchage	16
No. de commande	38
Gamme de la détermination	39
Garantie	39
GEN ELECTRODE	19
< GO >	13
Handshake	31, 32
IND ELECTRODE	19
Imprimante	
branchement	3, 31, 32
impression	12
Interface RS232	
positions des interrupteurs ...	30
attributions des contacts	33
Introduction	
de données	10
des échantillons	15
Messages d'erreur	19
m(H ₂ O)	12
NO INTERFACE	19
Numéros de commande	36
P.C.	9
Pesée	13
Poste Ti, branchement	2
PROGRAMME	19

Réaction KF	1
Re-calcul	12
Remarques pratiques	15
Résultat	
Retardement du temps d'arrêt ..	11
<u>RS 232 ABORTED</u>	19
<u>RS 232 NOT READY</u>	19
RS232-Interface	30ff
positions des interrupteurs ...	30
attributions des contacts	33

< sample >	13
<u>SAMPLE UNFIT</u>	20
<u>SEND RS 232</u>	20
Séchage de la cellule de mesure	8
< send >	12
Spécification techniques	39
Sortie	
de données	9
du résultat	9, 12
Système de données externe ..	3, 32

Temps de délai	11
Temps d'extraction	11
Tension du point final	12

Valeur à blanc	13
----------------	----

<u>WAIT</u>	9
< water >	13
<u>WATER</u>	9
<u>WATER R</u>	20
w(H ₂ O)	12