

# KF-Coulometer 684

Serie 13+



 **Metrohm**  
Ionenanalytik

**METROHM AG**  
**CH-9101 Herisau**

Schweiz  
Telefon 071/53 85 85  
Fax 071/53 89 01  
Telex 882 712 metr ch

METROHM AG CH-9101 Herisau (Schweiz)

---

**KF-Coulometer**

**684**

Serie 13 .....

---

8.684.1011

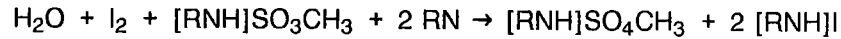
684 /c  
90.04 Ti

# Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Vorbereitungen</b>	
2.1 Aufstellen des KF-Coulometers mit Magnetrührer oder Ti-Stand	2
2.2 Druckeranschluss	3
2.3 Anschluss an ein externes Datensystem	3
<b>3. Messzelle</b>	
3.1 Vorbereitung und Anschluss	4
3.1.1 Messzelle mit Diaphragma	4
3.1.2 Diaphragmalose Messzelle	6
3.2 Reinigung und Trocknung	8
<b>4. Bedienung</b>	
4.1 Bedienungsablauf	9
4.2 Bedienungselemente	10
<b>5. Praktische Hinweise</b>	
5.1 Probezugabe	15
5.1.1 Flüssige Proben	15
5.1.2 Feste Proben	16
5.2 Optimale Arbeitsbedingungen	18
<b>6. Fehlermeldungen und Störungen</b>	
6.1 Allgemeine Störungen	19
6.2 Zustands- und Fehlermeldungen	19
6.3 Diagnoseanleitung	21
<b>7. RS232-Interface 3.540.2441</b>	
7.1 Technische Daten	30
7.2 Schaltereinstellungen	30
7.3 Programmstruktur: 684 sendet eine Zeile	31
7.4 Beispiele für den Anschluss von Peripheriegeräten	31
7.4.1 Drucker Citizen iDP-560 RS	31
7.4.2 Drucker EPSON P40/P80	32
7.4.3 Drucker Seiko DPU-411	32
7.4.4 IBM® PC/XT/PS-2/AT oder kompatible	32
7.4.5 Andere periphere Geräte	32
7.4.6 Verdrahtung für den Betrieb ohne Handshake	32
7.5 Steckerbelegung	33
<b>8. Anhang</b>	
8.1 Lieferumfang und Bestellbezeichnungen	36
8.2 Technische Daten	39
8.3 Garantie	39
8.4 Gebrauchsanweisung für Magnetrührer 728	40
8.5 Stichwortverzeichnis	41

# 1. Einleitung

Die coulometrische Karl-Fischer-Titration ist eine Variante der klassischen Wasserbestimmungsmethode nach Karl Fischer. Die herkömmliche Methode arbeitet mit einer methanolischen Lösung von Iod, Schwefeldioxid und einer Base als Puffersubstanz. Bei der Titration einer wasserhaltigen Probe laufen mehrere Reaktionen ab, die sich in der folgenden Summengleichung zusammenfassen lassen:



Die quantitative Bestimmung des Wassergehaltes einer Probe beruht gemäss der obigen Gleichung darauf, dass die Zugabe einer bestimmten Stoffmenge  $\text{I}_2$  die Umsetzung der äquivalenten Stoffmenge  $\text{H}_2\text{O}$  zur Folge hat.

Die klassische Karl-Fischer-Methode ist in den vergangenen Jahren ständig weiterentwickelt worden. Diese Weiterentwicklung umfasste nicht nur die Verfeinerung und Automatisierung der Reagensdosierung, sondern auch die Verbesserung der Endpunktindikation und der Reagenzien. Trotz der erzielten Fortschritte leidet die klassische Karl-Fischer-Methode darunter, dass das meist verwendete Einkomponenten-Reagens nicht völlig stabil ist, weshalb sein Titer periodisch unter Verwendung von Standardlösungen neu bestimmt werden muss.

Bei der coulometrischen Karl-Fischer-Titration wird das benötigte Iod direkt im vorgelegten Elektrolyten auf elektrochemischem Wege erzeugt. Zwischen der elektrischen Ladungsmenge und der Menge des erzeugten Iods besteht eine streng quantitative Beziehung, die für die hochpräzise Dosierung des Iods verwendet wird. Da es sich bei der coulometrischen Karl-Fischer-Methode um eine Absolutbestimmung handelt, entfallen die oben im Zusammenhang mit dem Titer der Masslösung erwähnten Probleme.

Die Endpunktindikation erfolgt voltametrisch, indem zwei Indikatorelektroden ein Wechselstrom konstanter Stärke aufgeprägt wird. Dadurch entsteht zwischen den Indikatorelektroden eine Spannungsdifferenz, die beim Vorhandensein geringster Mengen freien Iods drastisch abnimmt. Dieser Umstand wird zur Ermittlung des Endpunktes der Titration verwendet.

Eine sehr gute Übersicht über die KF-Titrationen bieten folgende Bücher:

- E. Scholz, Karl-Fischer-Titration, Springer-Verlag, Berlin, 1984.
- G. Wieland, Karl-Fischer-Titration, GIT Verlag, Darmstadt, 1985

Das 684 KF-Coulometer ist ein automatisiertes Gerät für die exakte Bestimmung kleiner Wassermengen im Bereich von  $10 \mu\text{g}$  ...  $10 \text{mg}$ . Im Normalfall sind keine Parameter einzustellen. Für Spezialfälle sind wenige, leicht überschaubare Parameter zu setzen.

## 2. Vorbereitungen

### 2.1 Aufstellen des KF-Coulometers mit Magnetrührer oder Ti-Stand

Bevor das Gerät zum ersten Mal eingeschaltet wird, ist zu überprüfen, ob die auf der Rückseite des Geräts ablesbaren Werte von Netzspannung und -frequenz korrekt eingestellt sind. Im Bedarfsfalle kann die Netzspannung nach dem Ausziehen des Netzkabels und Entfernen der Rückwand des Steuergerätes umgeschaltet werden. Darauf ist die Sicherung zu kontrollieren und ev. auszuwechseln. Um das Gerät auf eine Netzfrequenz von 60 Hz umzustellen, ist auf Print 3.540.2140 Brücke 1 einzulöten.

#### Sicherungen:

für 220 V und 240 V: 0,2 A (träge)

für 100 V und 117 V: 0,4 A (träge)

#### Netzanschluss:

Die wahlweise zum Gerät gelieferten Netzkabel

6.2122.010 mit Stecker SEV Typ 12 (Schweiz...)

6.2122.030 mit Stecker CEE(7), VII (Deutschland...)

6.2122.060 mit Stecker NEMA/ASA (USA)

sind dreiadrig und mit einem Stecker mit Erdungsstift versehen. Muss ein anderer Stecker montiert werden, so ist der gelb/grüne Leiter (IEC-Norm) mit der Schutzterde zu verbinden.

Ist keine Steckdose mit Erdung verfügbar, muss das Gerät über die Erdungsbuchse (-II-) mit einer einwandfreien Erdleitung verbunden werden.

#### Anschluss des Magnetrührers oder des Ti-Standes 703:

Die Stativstange am KF-Coulometer einschrauben und Rührer oder Ti-Stand auf die Stativstange aufsetzen. Rührer in der tiefstmöglichen Position an der Stativstange befestigen (siehe Gebrauchsanweisung für den Magnetrührer, Seite 40). Rührer oder Ti-Stand mit dem Kabel 6.2108.100 mit dem Steuergerät verbinden (Anschluss  $\phi$ ).

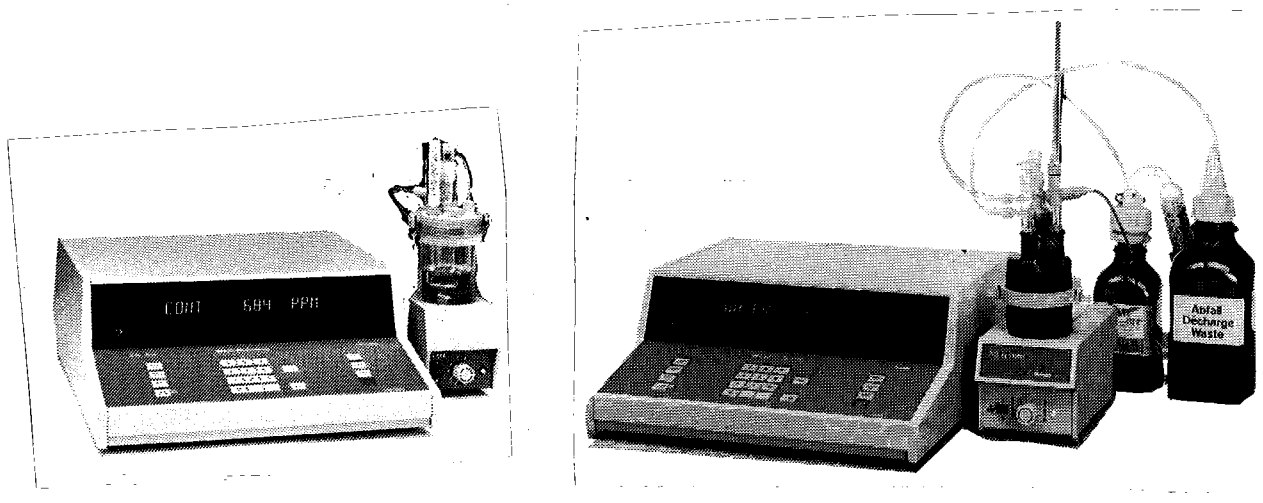


Fig. 1: Aufstellen der Geräte mit Magnetrührer oder Ti-Stand 703

## 2.2 Druckeranschluss

Für den Druckeranschluss wird das Datentransfer-Interface 3.540.2441 benötigt. Vor dem Einbau dieses Interfaces sind seine RS232-Datenübertragungsparameter (DIP Switches) so zu stellen, dass sie gleich sind wie beim Drucker, siehe Seite 30. Das entsprechend vorbereitete Interface wird auf Platz F des KF-Coulometers eingebaut und der Drucker nach Figur 2 angeschlossen:

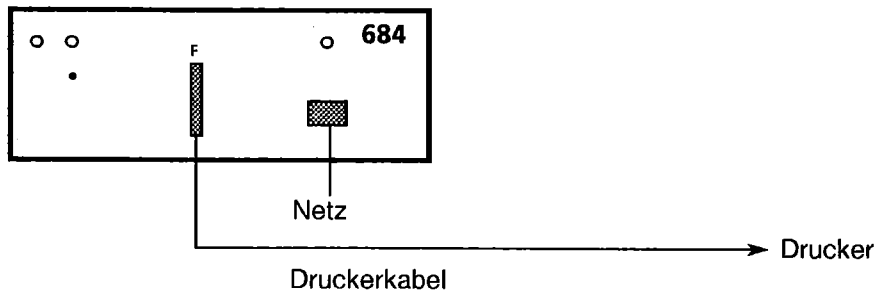


Fig. 2: Anschluss des Druckers

Druckerkabel:

Citizen-Drucker iDP-560 RS	3.980.3550
EPSON-Drucker mit seriellm Interface #8148	3.980.3550
EPSON-Drucker P40/P80	3.980.3401

Schalterstellungen am Drucker und für den Anschluss anderer Drucker siehe Seite 31ff.

Resultate werden am Ende der Titration ausgedruckt, wenn die Funktion "send" aktiviert ist (LED leuchtet).

## 2.3 Anschluss an ein externes Datensystem

Der Anschluss an ein externes Datensystem erfolgt via RS232-Interface 3.540.2441. Die Parameter für die Datenübertragung können auf dem Interface eingestellt werden, siehe Seite 30. Das entsprechend vorbereitete Interface wird auf Platz F des KF-Coulometers eingebaut.

Verbindungskabel:

IBM® PC/XT/PS-2 oder kompatibel	3.980.3480
IBM® AT	3.980.3480 + 6.2125.010
HP Rechner mit seriellm Interface 82939A	3.980.2810
EPSON HX 20	3.980.2890

Programmbeispiel siehe Seite 32.

## 3. Messzelle

### 3.1 Vorbereitung und Anschluss

Die gereinigten Bestandteile der Messzelle müssen vor dem Zusammenbau einwandfrei trocken sein. Die zuvor mit Methanol, Ethanol oder Aceton gespülten Bestandteile müssen deshalb entweder in einem Exsikkator oder Trockenschrank (nicht über 70° C) nachgetrocknet oder vor der Montage mit einem Heissluftgebläse behandelt werden. Unzureichend vorgetrocknete Zellen erfordern eine lange Wartezeit während der Startphase (Anzeige WAIT).

#### 3.1.1 Messzelle mit Diaphragma

Beim Zusammenbau der Messzelle sind alle Verschraubungen kräftig, aber ohne Gewaltanwendung anzuziehen. Die Messzelle ist so konstruiert, dass zu ihrer Abdichtung kein Fett oder sonstiges Dichtungsmittel benötigt wird.

Eine zweckmässige Reihenfolge der Vorbereitungsarbeiten ist die folgende:

1. Dichtungsring auf Unterseite des Titriergefäss-Oberteils montieren und Titriergefäss-Oberteil unter Verwendung der Stellschraube an der Stativstange befestigen.
2. Teflon-Rührstäbchen in Titriergefäss-Unterteil legen, das Gefäss mit dem Haltering versehen und mittels Spannbügel des Titriergefäss-Oberteils an diesem befestigen. Den Spannbügel soweit nach unten bewegen, dass Titriergefäss-Unter- und Oberteil kräftig gegeneinander gedrückt werden.
3. Stopfbuchse mit Gewinde nach unten auf die Generatorelektrode streifen. Anschliessend wird das Kartonrohr, in welches die Generatorelektrode bei der Lieferung verpackt ist, über die Generatorelektrode gestreift. Darauf stülpt man den zugehörigen O-Ring über das untere Ende des Kartonrohrs und rollt ihn gegen die Stopfbuchse, worauf das Kartonrohr entfernt wird. Falls dieses nicht mehr vorhanden ist, den O-Ring vorsichtig über das Platinnetz am unteren Ende der Generatorelektrode rollen und nach oben bewegen, bis die Stopfbuchse am Zuleitungsstutzen der Generatorelektrode ansteht.  
Kontrollieren, ob das äussere Platinnetz am unteren Ende der Generatorelektrode, ca. 1 ... 2 mm Abstand vom Keramikdiaphragma aufweist.  
Vorsicht: Nur wenn nötig am Platinnetz manipulieren und dabei mit äusserster Sorgfalt vorgehen, da andernfalls das Platinnetz abbrechen kann.
4. Generatorelektrode mittels Stopfbuchse in das Titriergefäss-Oberteil einschrauben. Dabei darauf achten, dass die festgeschraubte Generatorelektrode möglichst tief in den Titriergefäss-Unterteil hinabreicht und dass das Zuleitungskabel nach aussen weist.
5. Indikatorelektrode in die von vorne gesehen rechts aussen liegende der drei verbleibenden Öffnungen einsetzen, nachdem man kontrolliert hat, ob der O-Ring eingesetzt ist und ob die beiden Platindrähte nicht verbogen sind und ungefähr parallel zueinander verlaufen.
6. Die von vorne gesehen rechts liegende der verbleibenden zwei Öffnungen im Titriergefäss-Oberteil mit einem der drei Schraubnippel verschliessen, nachdem kontrolliert wurde, ob der Schraubnippel mit einem Septum versehen ist.
7. Durch die noch verbleibende Öffnung des Titriergefäss-Oberteils unter Verwendung des Kunststoff-Trichters Anolyt\*) bis zum unteren Rand der Artikelnummer ins äussere Gefäss einfüllen.

---

\*) Reagenzien für die coulometrische Wasserbestimmung mit Messzellen mit Diaphragma bestehen aus der Anodenlösung (Anolyt), die in den Anodenraum eingefüllt wird, und der Kathodenlösung (Katholyt), die in den Kathodenraum eingefüllt wird (siehe auch Figur 3).

8. Die noch verbleibende Oeffnung im Titriergefäß-Oberteil mit Schraubnippel (mit Septum) verschliessen oder Gaseinleitrohr mittels Schraubnippel darin befestigen (falls mit dem Trockenofen gearbeitet werden soll). Beim Gaseinleitrohr kontrollieren, ob O-Ring vorhanden ist. Bei vorübergehendem Nichtgebrauch wird das Gaseinleitrohr mit dem Blindstopfen 6.1446.040 verschlossen.
9. Mittels Kunststoff-Trichter soviel Katholyt in das Innere der Generatorelektrode einfüllen, dass das Niveau ca. 2 ... 3 mm unter dasjenige des im äusseren Gefäss befindlichen Anolyten zu liegen kommt. Zuviel eingefüllte Katholytlösung z.B. mit Pipette absaugen.
10. Mit Molekularsieb  $3 \text{ \AA}$  ( $0,3 \text{ nm}$ ) gefülltes Trockenrohr in Generatorelektrode einsetzen. Darauf achten, dass die Teflonmanschette auf dem Schliff des Trockenrohres sitzt und dass dieses oben mit dem Verschlussstopfen (mit Loch) versehen ist.
11. Generatorelektrode (grösserer Stecker) und Indikatorelektrode (kleinerer Stecker) an der Rückseite des Gerätes anschliessen. Bitte beachten, dass die Stecker der Generatorelektrode und der Indikatorelektrode im eingesteckten Zustand eingeklinkt sind und sich nur herausziehen lassen, wenn sie an der Metallmanschette erfasst werden. Der Versuch, die Stecker am Kabel herauszuziehen, kann zu ihrer Zerstörung führen. Ebenfalls zu beachten ist, dass Generator- und Indikatorelektrode nie elektrisch leitend miteinander verbunden sein dürfen.

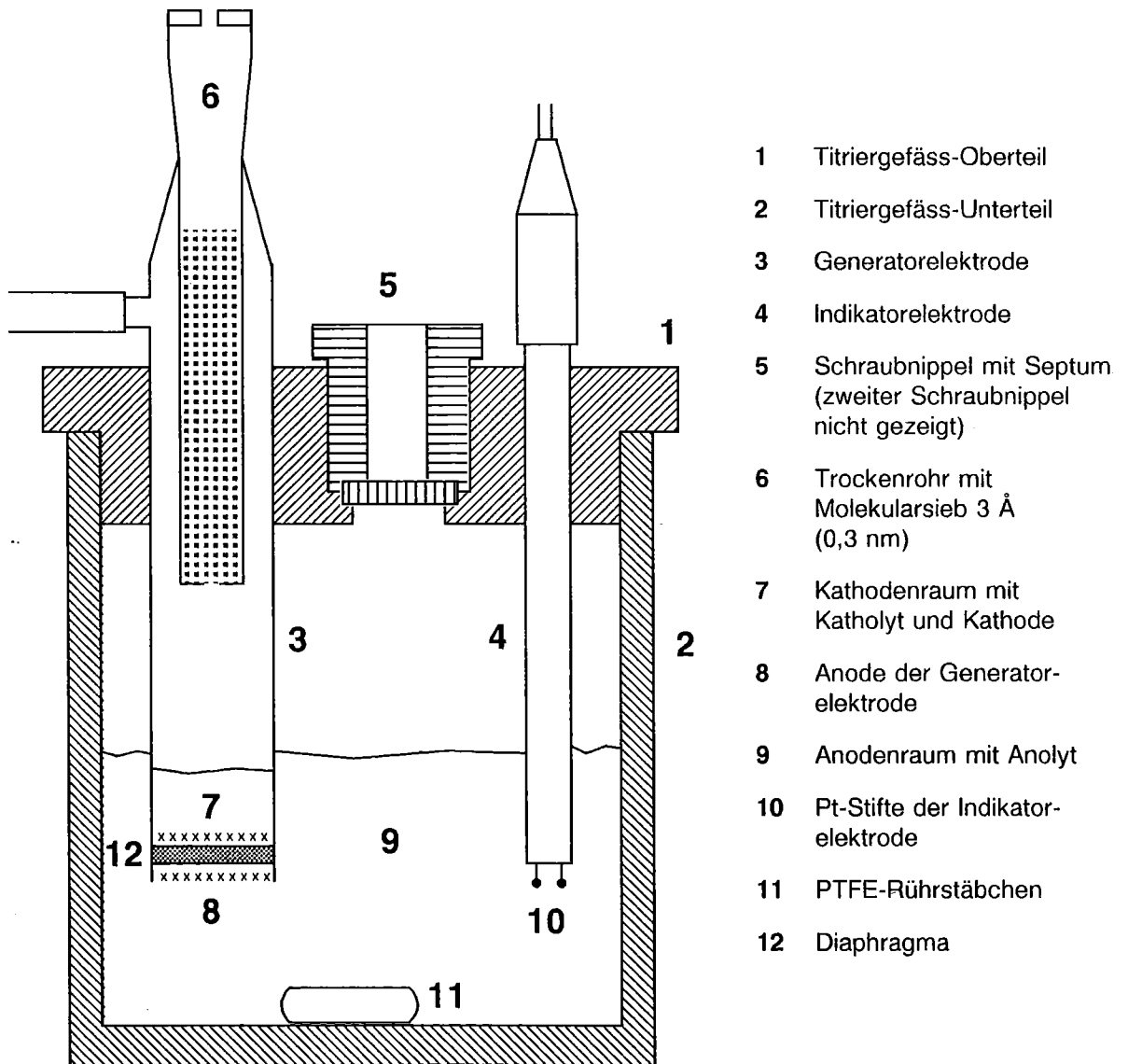


Fig. 3: Zusammenbau der Messzelle mit Diaphragma

### 3.1.2 Diaphragmalose Messzelle

1. Titriergefäß im Titriergefäßshalter mit dem Stellring an der Stativstange befestigen.
  2. Rührstäbchen ins Titriergefäß legen.
  3. Schliffmanschetten auf die richtigen Längen zuschneiden und alle Schliffe damit versehen.
  4. Indikatorelektrode (5) ins Titriergefäß stecken.
  5. Das Elektrodenkabel mit dem kleineren Stecker (Stecker F) nehmen, an der Indikatorelektrode anschrauben und an der Rückseite des KF-Coulometers 684 an der Buchse "Ind.El." anschliessen.
  6. Generatorelektrode (2) ins Titriergefäß stecken.
  7. Trockenrohr (9) mit Molekularsieb füllen und in die Generatorelektrode stecken.
  8. Elektrodenkabel mit dem grösseren Stecker (Stecker H) an der Generatorelektrode anschrauben und an der Rückseite des KF-Coulometers 684 an der Buchse "Gen.El." anschliessen.
- Achtung:** Die beiden Elektrodenkabel dürfen nicht verwechselt werden! Am besten bringt man an einem Kabel und der entsprechenden Elektrodenbuchse eine Markierung an.
9. Ein Septum in die Schraubkappe (8) einführen und diese auf den Glasstutzen aufschrauben.
  10. Zelle bis zur Unterkante der Artikelnummer mit Reagenz füllen (ca. 80–90 ml). Nur Reagenzien verwenden, welche speziell für Anwendungen mit der diaphragmalosen Zelle gekennzeichnet sind.
  11. Mit Schliffstopfen (7) die letzte Schlifföffnung schliessen.

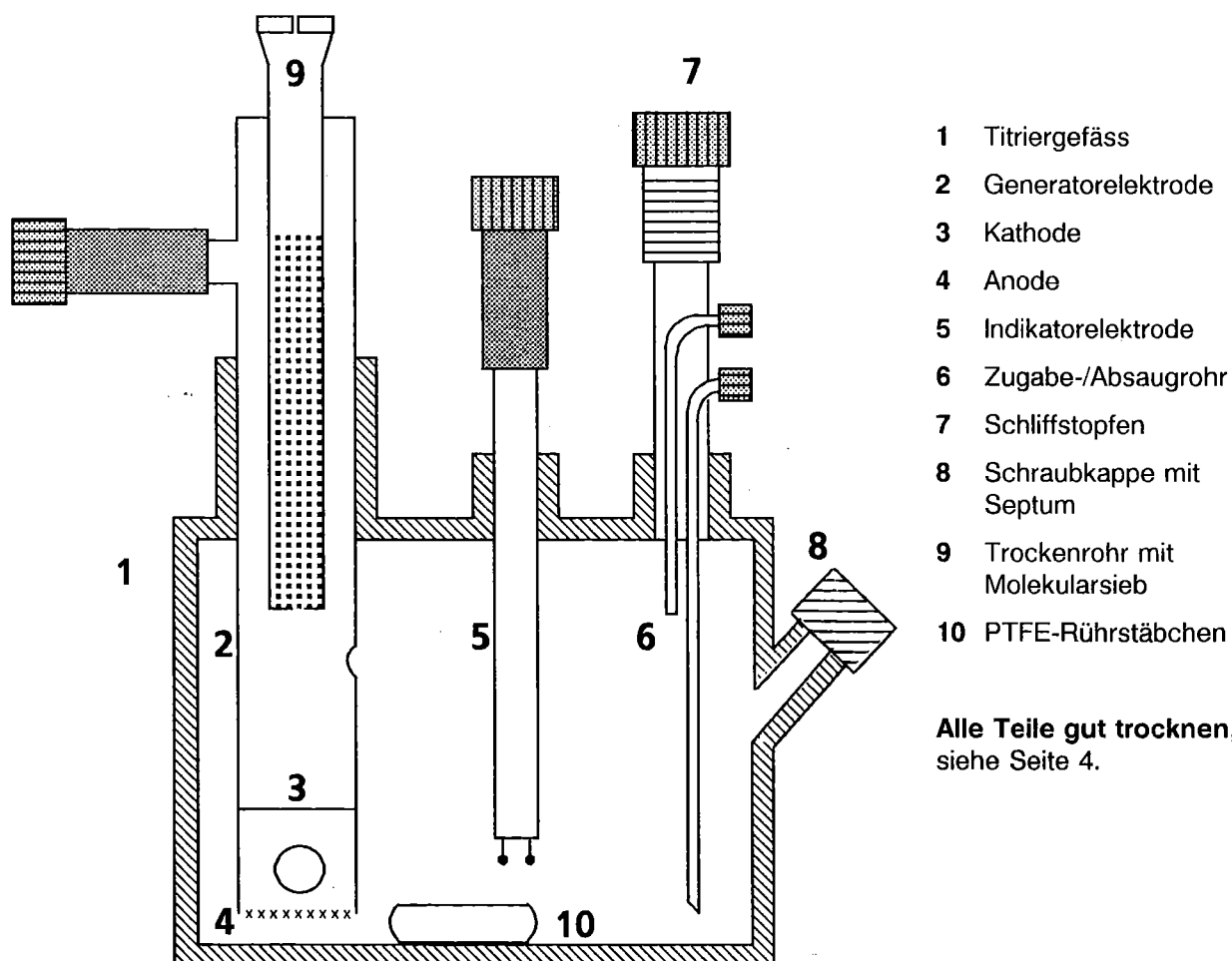


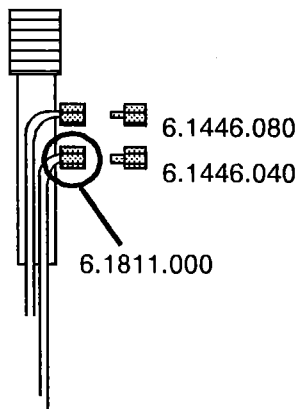
Fig. 4: Zusammenbau der diaphragmalosen Messzelle

Alternativ kann anstelle des Schliffstopfens (7) das Zugabe-/Absaugrohr (6) zum Anschliessen einer Pumpe für die Zugabe frischer Lösung und zum Absaugen verbrauchter Lösung verwendet werden. Dazu:

12. Auf Zugabe-/Absaugrohr (6) Schliffstopfen (7) setzen und dieses ins Titriergefäss stecken.
13. Absaug- und Zugabeschlauch anschrauben. (Der Absaugschlauch gehört ans lange Röhrchen.)
14. Ist die Pumpe vorübergehend nicht angeschlossen, werden die beiden Gewindestopfen mit Gewinde M8 (6.1446.080) zum Schliessen der Schlauchstutzen des Zugabe-/Absaugrohres verwendet.

Falls nach der Elektrolytlösungszugabe ein Tropfen im Röhrchen hängen bleibt, kann dieser durch mehrmaliges kurzes Drücken der Zugabetaste der Pumpe ausgetrieben werden.

Für Arbeiten mit einem KF-Ofen wird das Zugabe-/Absaugrohr (6) wie folgt umgebaut:



1. Schlauchmuffe mit Gewinde M8 am Einleitrohr (längeres Rohr) entfernen und durch Schlauchmuffe mit Gewinde M6 (6.1811.000) ersetzen.
2. Schlauch von KF-Ofen am Einleitrohr anschrauben.
3. Ist der KF-Ofen vorübergehend nicht angeschlossen, wird das Rohr mit je einem Gewindestopfen M6 (6.1446.040) und M8 (6.1446.080) verschlossen.

Fig. 5: Umbauen des Zugabe-/Absaugrohres zum Gaseinleitrohr für Arbeiten mit dem KF-Ofen

## 3.2 Reinigung und Trocknung

Die Elektrolytlösung kann unter günstigen Umständen für eine grosse Anzahl von Analysen und über eine längere Zeitdauer verwendet werden, ohne dass der Elektrolyt ausgewechselt werden muss. Während dieser Zeit ist keine besondere Wartung der Zelle notwendig. Auch beim Auswechseln der Elektrolytlösungen wird man in der Regel ohne Reinigung der Zelle auskommen. Ist jedoch die Zelle stark verschmutzt oder wird sie über längere Zeit nicht gebraucht muss die Zelle gründlich gereinigt werden. Zu diesem Zwecke wird die Zelle völlig zerlegt und die Einzelteile je nach Art und Grad der Verschmutzung gereinigt. Dabei ist das Platinnetz der Generatorelektrode besonders vorsichtig zu behandeln, da es sonst abbrechen kann. Verschmutzungen durch ölartige Substanzen müssen mit einem geeigneten Lösungsmittel (Chloroform, Hexan etc.) entfernt werden. Werden salzartige Ablagerungen festgestellt, ist für die Reinigung Wasser zu verwenden, das anschliessend z.B. mit Methanol oder Ethanol wieder entfernt wird.

Bei Messzellen mit Diaphragma sollte man der Reinigung des Diaphragmas besondere Aufmerksamkeit widmen. Dieses kann in seinem Innern nicht sichtbare Ablagerungen salzartiger Stoffe aufweisen und sollte deshalb immer mit Wasser gespült werden. Dabei geht man am besten so vor, dass man die senkrecht gehaltene Generatorelektrode mit Wasser füllt und 10 ... 30 min aufrecht stehen lässt, und zwar so, dass das Wasser unten aus dem Diaphragma austreten kann. Anschliessend wird auf analoge Weise das Diaphragma mit Methanol oder Ethanol gespült, um das Wasser zu entfernen.

Erweist sich Wasser als ungenügend für die Reinigung des keramischen Diaphragmas, so können auch andere übliche Glasreinigungsmittel verwendet werden (Vorsicht jedoch mit den Kunststoffbestandteilen!). Allerdings ist dann der Spülung des Diaphragmas grösste Aufmerksamkeit zu schenken. Dabei ist zu beachten, dass das Diaphragma recht engporig ist und seine Spülung deshalb immer eine gewisse Zeit benötigt.

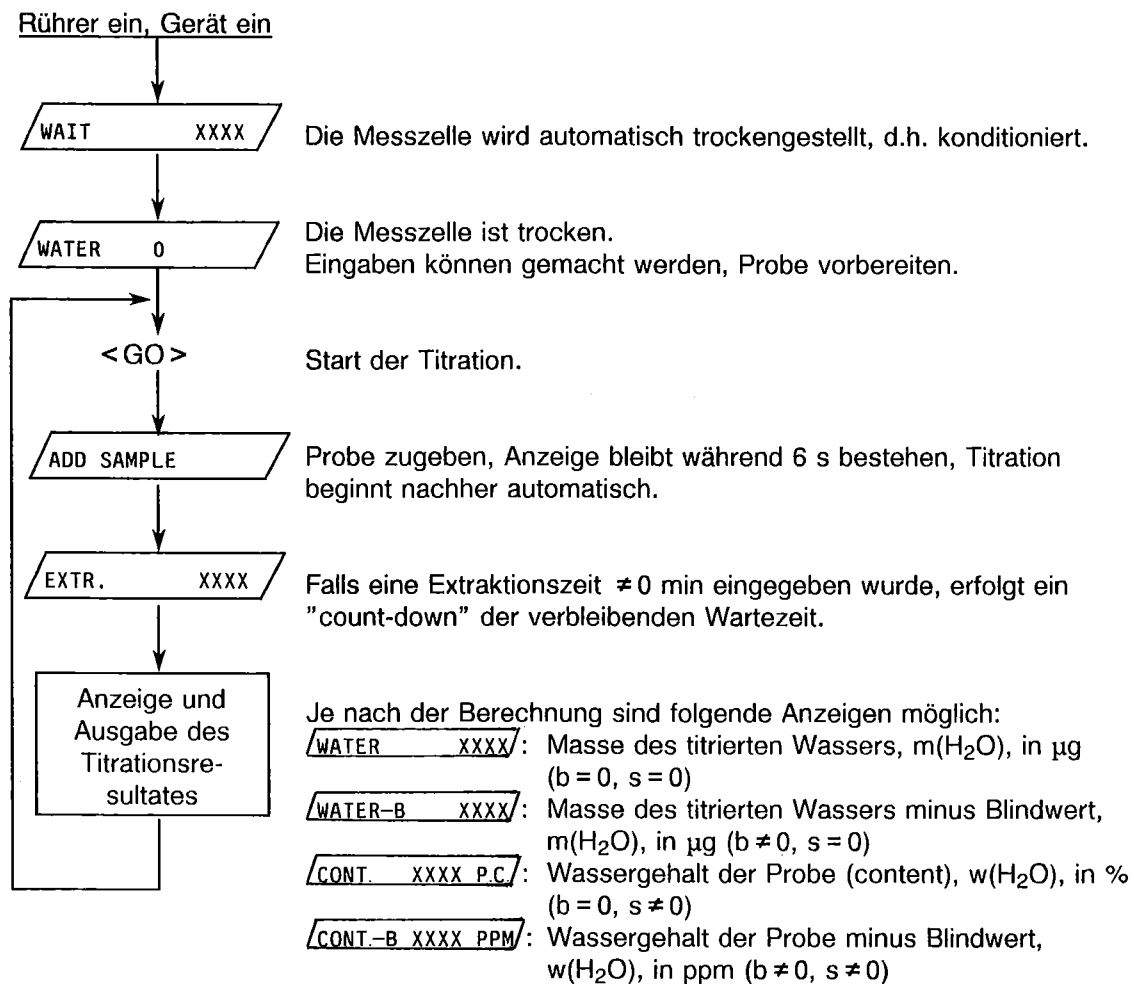
Nach erfolgter Reinigung und Spülung mit Methanol oder Ethanol können die Zellbestandteile entweder in einem Exsikkator nachgetrocknet und aufbewahrt oder an der Luft belassen werden. Im zweiten Fall ist vor dem erneuten Einsatz der Messzelle eine Behandlung der Bestandteile mit einem Heissluftgebläse unerlässlich.

Falls zur Trocknung der Zellbestandteile ein Trockenschrank verwendet wird, darf dessen Temperatur keinesfalls über 70 °C betragen, um Schäden an den Kunststoffteilen (insbesondere den Kabeln) zu vermeiden.

## 4. Bedienung

### 4.1 Bedienungsablauf

Der allgemeine Ablauf der Bedienung sieht folgendermassen aus:



Die Messzelle wird während dieser Anzeige ständig konditioniert. Parameter können eingegeben, Berechnungen wiederholt und die Drift angezeigt werden.

Die Titrationsresultate werden nach der folgenden Formel berechnet:

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

$m(\text{H}_2\text{O})$	Masse des gefundenen Wassers in $\mu\text{g}$
blank	Masse des Wassers im Blindwert in $\mu\text{g}$
sample	Probeneinwaage in mg
f	Faktor
	$f = 10^3$ falls das Resultat in ppm ausgegeben wird
	$f = 10^{-1}$ falls das Resultat in % ausgegeben wird

## 4.2 Bedienungselemente

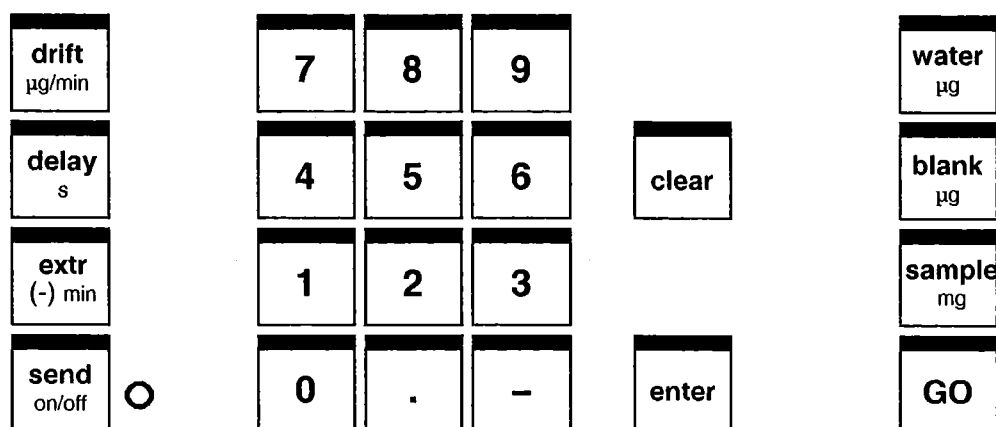


Fig. 6: Tastenfeld des KF Coulometers 684

Der Aufruf von Messwerten und Parametern geschieht durch Drücken der entsprechenden Tasten (siehe Figur 6). Ausgenommen während der Startphase und während der Probezugabe (Anzeige ADD SAMPLE) können Parameter jederzeit eingegeben oder geändert werden. Dabei wird wie folgt vorgegangen:

- Parametertaste drücken (z.B. <blank>); der gespeicherte Wert (Blindwert in µg) erscheint zusammen mit der Parameterbezeichnung in der Anzeige:

BLANK 25

- Mittels Zifferntasten und Dezimalpunkt den gewünschten Wert des Parameters in die Anzeige bringen:

BLANK 35.5

- Bei falscher Eingabe den angezeigten Wert mittels der Taste <clear> löschen und neu eintippen.
- Taste <enter> drücken, um den in der Anzeige befindlichen Parameterwert zu speichern.

Zur Beachtung: Die Taste <clear> löscht nur die Anzeige; das Löschen eines gespeicherten Parameterwertes geschieht durch anschliessendes Betätigen der Taste <enter> (Eingabe von Null).

Einen Sonderfall bildet der Parameter Einwaage (<sample>): Wird die direkte Berechnung des Wassergehalts als Massenanteil (CONT) gewünscht, muss die Einwaage nach erfolgter Probezugabe auch dann erneut eingegeben, d.h. bestätigt werden, wenn ihr Wert unverändert geblieben ist. Diese Bestätigung geschieht durch Drücken der Taste <enter>.  
Ist ein RS232-Interface 3.540.2441 vorhanden, kann dieses jedoch so eingestellt werden, dass die Berechnung immer durchgeführt wird, unabhängig ob die Einwaage nach <GO> bestätigt wurde oder nicht, siehe Seite 30.

**Titrationparameter:**

**drift**  
µg/min

Anzeige der Drift in µg/min

Dieser Wert basiert auf dem Reststrom, der zur Erhaltung der Abschaltbedingungen benötigt wird. Der daraus berechnete mittlere Leerverbrauch (Drift), ausgedrückt als  $\Delta m(H_2O)/\Delta t$  (in µg/min), gelangt zur Anzeige. Die vor der Titration gemittelte Drift wird während der Titration laufend abgezogen.

Nach einem Vorlagewechsel ist die Zelle gut konditioniert, wenn die Drift  $\leq 12$  µg/min ist. Ein negativer Driftwert am Ende einer Titration heisst, dass der EP überschritten wurde oder dass die Probe Iod freisetzt.

**delay**  
s

Abschaltverzögerung (0...99 s), Standardwert 3 s

Zeit während der sich die Indikatorspannung im vorgegebenen Endpunktsbereich befinden muss, bevor die Titration beendet wird. Eine "lange" Abschaltverzögerung ist dann angezeigt, wenn die Drift nach der Titration relativ stark absinkt. Zu lange Abschaltverzögerungen können den Messfehler ungünstig beeinflussen.

**extr**  
(-)min

Extraktionszeit (0...999.99 min und 0... - 999.99 min), Standardwert 0 min

Bei positiver Extraktionszeit wird laufend titriert. Die Masse des total titrierten Wassers wird dabei zusammen mit der noch verbleibenden Extraktionszeit laufend angezeigt (count-down der verbleibenden Extraktionszeit). Nach Ablauf der Extraktionszeit wird die Titration wie üblich abgeschlossen.

Beispiel einer Anzeige bei Verwendung einer positiven Extraktionszeit:

EXTR 5.25 256

Bedeutung: Es verbleibt noch eine Extraktionszeit von 5 min 25 s. Die Masse des bisher titrierten Wassers beträgt 256 µg.

Positive Extraktionszeiten werden für Proben verwendet, die das in ihnen enthaltene Wasser nur langsam abgeben. Positive Extraktionszeiten so kurz wie möglich halten, da eine unnötige Verlängerung der Titration den Messfehler vergrössern kann.

Bei negativer Extraktionszeit erfolgt der Start der Titration erst nach Ablauf der Extraktionszeit. Die noch verbleibende Extraktionszeit wird angezeigt. So bedeutet beispielsweise die Anzeige

EXTR-3.50 0

dass bis zum Start der Titration noch 3 min 50 s vergehen werden und dass bisher noch kein Wasser titriert worden ist.

Negative Extraktionszeiten werden für Proben gebraucht, die das Wasser nur langsam abgeben und ausserdem noch mit Iod reagieren.

Änderungen der bereits laufenden Extraktionszeit sind ohne weiteres möglich, wobei die bereits abgelaufene Extraktionszeit verrechnet wird, wie aus dem folgenden Beispiel hervorgeht:

Anzeige: EXTR-7.35 0

count-down der ursprünglich eingegebenen Extraktionszeit

<extr> drücken

Anzeige: EXTRACT-10.00

ursprünglich eingegebene Extraktionszeit

Neue Eingabe: -6.00 <enter>

Anzeige: EXTR-3.25 0

count-down der neu eingegebenen Extraktionszeit unter der Annahme, dass seit der Anzeige EXTR-7.35 0 zehn Sekunden verflossen sind

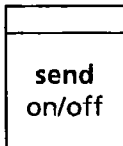
Bei der Eingabe von Extraktionszeiten ist zu beachten, dass die Nachkommastellen die Sekunden angeben. Eingaben, die dieser Regel nicht entsprechen, werden sinngemäss umgerechnet. So ergibt z.B. die Eingabe - 3.80 eine negative Extraktionszeit von 4 min 20 s. Beim Aufrufen des gespeicherten Wertes durch Drücken der Taste <extr> erscheint jedoch wieder der ursprünglich eingegebene Wert von - 3.80.



EP Voltage (high ... low): Endpunktspannung; Einstellung auf der Rückseite des Gerätes

Mittels dieses Potentiometers kann die Endpunktspannung zwischen den Extremwerten "high" (hohe Endpunktspannung, das heisst steiler Bereich der Titrationskurve) und "low" (niedrige Endpunktspannung, das heisst flacherer Bereich der Titrationskurve) stufenlos eingestellt werden. Eine zu hoch eingestellte Endpunktspannung kann die Fehlermeldung **SAMPLE UNFIT** zur Folge haben, die bei Endpunktsüberschreitungen auftritt, z.B. bei schnell reagierenden Reagenzien und ungenügender Rührung. Wenn die Indikatorelektrode nach einer gewissen Gebrauchsdauer aktiver wird und stärker auf Änderungen des Iodüberschusses reagiert, kann eine zu hoch eingestellte Endpunktspannung auch zu grossen periodischen Schwankungen der Drift führen. In diesem Fall ist die Endpunktspannung zu verringern (Richtung "low") bis die Drift stabil wird. Zu tief eingestellte Endpunktspannungen können die Titration verlängern und damit einen ungünstigen Einfluss auf den Messfehler haben.

#### Parameter für die Resultatausgabe



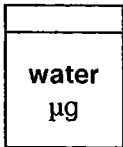
Ein/Aus-Schalter für die Übertragung des Titrationsergebnisses an einen angeschlossenen Drucker oder an ein externes Datensystem. Folgende Daten werden ausgegeben: die laufende Nummer #, die Masse des titrierten Wassers  $m(H_2O)$  und der Massenanteil des Wassers  $w(H_2O)$ , evtl. um den Blindwert korrigiert -B.

Die Datenausgabe erfolgt automatisch am Ende der Titration. Zusätzlich wird die Datenübertragung beim Betätigen folgender Tasten ausgelöst (Möglichkeit für Nachrechnungen mit geänderten Parametern):

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

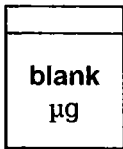
Beispiel eines Resultatausdruckes:

#04	m(H <sub>2</sub> O)	26.4	ug		
#05	m(H <sub>2</sub> O)	25.3	ug		
#06	m(H <sub>2</sub> O)	91	ug	-B	
#06	m(H <sub>2</sub> O)	91	ug	-B	w(H <sub>2</sub> O) .3582 %
#07	m(H <sub>2</sub> O)	102	ug	-B	w(H <sub>2</sub> O) .4015 %
#08	m(H <sub>2</sub> O)	67.4	ug	-B	
#08	m(H <sub>2</sub> O)	67.4	ug	-B	w(H <sub>2</sub> O) .2653 %
#09	m(H <sub>2</sub> O)	87	ug	-B	w(H <sub>2</sub> O) 826.2 ppm
#10	m(H <sub>2</sub> O)	117	ug		w(H <sub>2</sub> O) .1135 %
#11	m(H <sub>2</sub> O)	113	ug		w(H <sub>2</sub> O) .1032 %
#12	m(H <sub>2</sub> O)	94.4	ug		w(H <sub>2</sub> O) 862.8 ppm



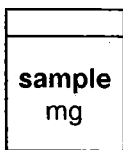
Anzeige der titrierten Wassermasse; Bereich: 1.0 ... 99.9 µg und 100 ... 65 535 µg

Beim Drücken dieser Taste wird die Masse des bei der letzten Titration gefundenen Wassers angezeigt. Wird im Laufe einer Titration ein Parameterwert live aufgerufen, so kann die Masse des bereits titrierten Wassers durch Drücken der Taste <water> wieder zur Anzeige gebracht werden. Die Anzeige WATER erscheint jedoch erst nach Abschluss der Titration.



Blindwert (1.0 ... 99.9 und 100 ... 63 999 µg), Standardwert 0 µg

Der gespeicherte Blindwert wird automatisch vom Resultat der Titration subtrahiert. Das so korrigierte Resultat erscheint mit der Bezeichnung "WATER - B" oder "CONT-B" in der Anzeige. Falls die Masse des titrierten Wassers kleiner als 100 µg ist, wird beim Blindwert auch eine eventuell eingegebene Stelle nach dem Dezimalpunkt berücksichtigt, andernfalls wird diese Stelle ignoriert.

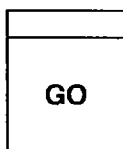


Einwaage (1.0 ... 6400.0 und 6400 ... 63999 mg), Standardwert 0 mg [keine Berechnung des Massenanteils w(H<sub>2</sub>O)].

Diese Taste erlaubt die Eingabe der Einwaage (= Masse der Probe) in mg während oder nach einer Titration. Es erfolgt die Berechnung des Wassergehalts als Massenanteil in % CONT 1.23 P.C. oder in ppm CONT 12.35 PPM. Diese Berechnung erfolgt nur, wenn die Einwaage nach <GO> neu eingegeben oder bestätigt wird.

Ist ein RS232-Interface 3.540.2441 vorhanden, kann dieses so eingestellt werden, dass die Berechnung des Massenanteils immer erfolgt, siehe Seite 30

### Titrationstart



Wenn eine Titration durchgeführt werden soll, ist diese Taste zu drücken. Falls der Leerverbrauch die Startkriterien erfüllt (drift ≤ 100 µg/min) erscheint unmittelbar nach Betätigung der Taste <GO> während sechs Sekunden die Anzeige ADD SAMPLE. Nach Ablauf dieser Frist wird die Titration gestartet.

Erfüllt dagegen der Leerverbrauch die obigen Kriterien nicht, erscheint die Anzeige WAIT zusammen mit der laufenden Driftanzeige. Sobald die Drift die gestellten Bedingungen wieder erfüllt, erscheint die Anzeige ADD SAMPLE, worauf innerhalb sechs Sekunden mit der Probezugabe begonnen werden muss. Sind längere Zugabezeiten erwünscht, kann zusätzlich eine Extraktionszeit gesetzt werden.

Erfolgt nach Betätigung der Taste <GO> keine Probezugabe, wird das Gerät nach dem Verschwinden der Anzeige ADD SAMPLE und dem Ablauf der Abschaltverzögerung WATER 0 oder einen Wert nahe Null anzeigen und ist dann sofort für eine neue Titration bereit.

Wird hingegen die Probe nach Ablauf der gestellten Frist (6 s + Abschaltverzögerung) doch noch ganz oder teilweise zugegeben, dauert es je nach der Masse des zugegebenen Wassers eine gewisse Zeit, bis das Gerät dieses Wasser eliminiert hat und wieder messbereit ist. Dieser Vorgang kann anhand der Drift verfolgt werden.

**Zusammenfassung der verschiedenen Parameter:**

Parameter	Eingabebereich	Initialwert
delay: Abschaltverzögerung	0 ..... 99 s	3 s
extr: Extraktionszeit	0 ..... 999.99 min 0 ..... - 999.99 min	0 min
blank: Blindwert	1.0 ..... 99.9 µg 100 ..... 63 999 µg	0 µg
sample: Einwaage	1 ..... 6400.0 µg 6400 ..... 63 999 µg	0 mg

## 5. Praktische Hinweise

### 5.1 Probezugabe

#### Allgemeine Bemerkungen

Im folgenden werden einige Hinweise für die Probezugabe gegeben. Eine vollständige Behandlung sämtlicher mit der Probezugabe verbundenen Probleme ist jedoch nicht möglich. Eine Auswahl von Literatur mit Angaben für die Praxis ist im folgenden erwähnt:

- METROHM Applications-Bulletins (können kostenlos bezogen werden):
  - No. 88: Literaturhinweise für Karl-Fischer-Wasserbestimmungen
  - No. 109: Karl-Fischer-Wasserbestimmungen mit dem Trockenofen
  - No. 137: Karl-Fischer-Wasserbestimmungen mit dem KF-Coulometer
  - No. 142: Karl-Fischer-Wasserbestimmungen in gasförmigen Proben
  - No. 145: Die Bestimmung kleiner Wassergehalte in Kunststoffen
- Hydranal®-Praktikum, Wasserreagenzien nach Eugen Scholz, Riedel-de Haën, Seelze 1987
- Hydranal®-Guide, Arbeitsvorschriften für die Karl-Fischer-Titration, PC-Diskette 5 $\frac{1}{4}$ "

#### 5.1.1 Flüssige Proben

Beim Hantieren mit organischen Lösungsmitteln ist darauf zu achten, dass diese nicht auf die Tastaturfolie gelangen, da diese Folie aus speziell beschichtetem Polycarbonat besteht und beim Kontakt mit Lösungsmitteln beschädigt werden kann.

Für die Zugabe flüssiger Proben werden Spritzen verwendet, wobei zwecks Schonung des Septums mit möglichst dünnen Nadeln gearbeitet werden sollte.

Das Volumen der zugegebenen Probe sollte klein gewählt werden, um eine möglichst grosse Probenzahl im gleichen Reagensansatz titrieren zu können. Die Probenmenge sollte aber auch deshalb möglichst klein gehalten werden, um die Dauer der Analyse abzukürzen. Die Einwaage, die benötigt wird, um das Resultat der Bestimmung in den gewünschten Bereich zu bringen, kann aus Figur 7 entnommen werden.

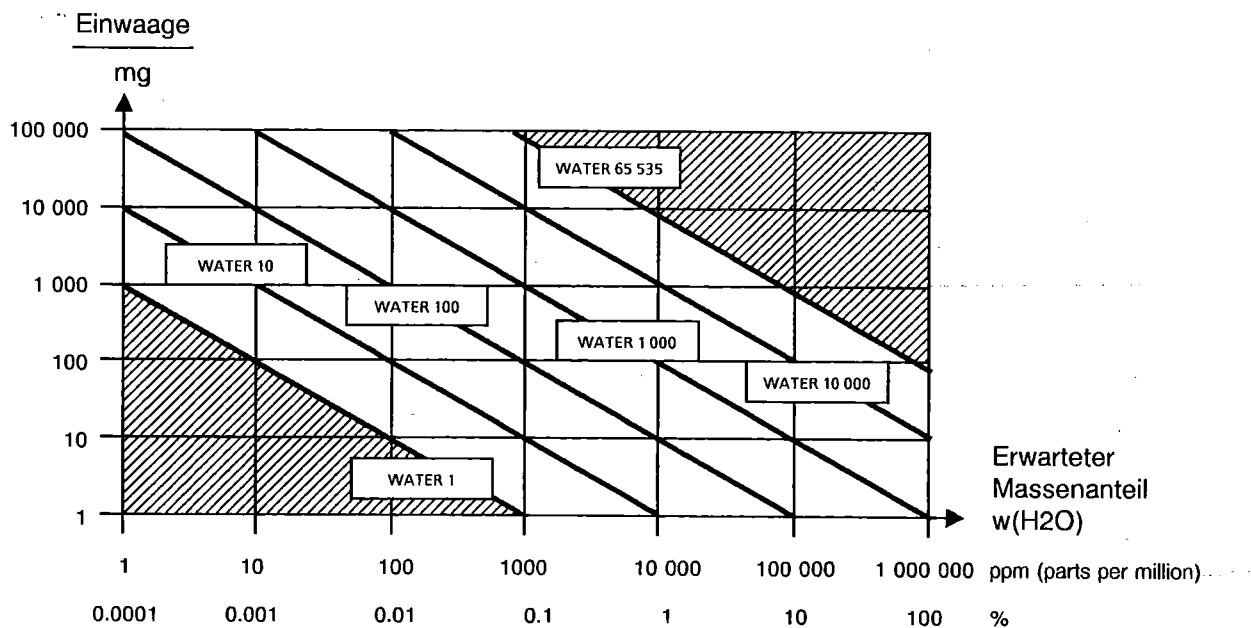


Fig. 7: Anhaltspunkt für die Grösse der Einwaage

Beispiel:

Der erwartete Massenanteil  $w(\text{H}_2\text{O})$  der zu analysierenden Probe sei etwa 1 %. Um ein Resultat im Bereich von 1000  $\mu\text{g}$  zu erhalten (entsprechend der Anzeige  $\sqrt{\frac{\text{WATER}}{1000}}$ ), muss die Einwaage rund 100 mg betragen. Falls die Dichte der Probe bei 1  $\text{g}/\text{cm}^3$  liegt, entspricht dies einem Probevolumen von etwa 100  $\mu\text{l}$ .

Leichtflüchtige oder niedrigviskose Proben sollten vor der Probenahme gekühlt werden, um Verluste während des Hantierens zu vermeiden. Dagegen darf die Spritze nicht direkt gekühlt werden, da sich sonst Kondenswasser bilden kann. Aus dem gleichen Grund ist das Aufsaugen von Luft in die durch Aufziehen einer gekühlten Probe abgekühlte Spritze zu vermeiden.

Hochviskose Proben können durch Erwärmen dünnflüssiger gemacht werden, wobei die Spritze ebenfalls erwärmt werden muss. Das gleiche Ziel kann auch durch Verdünnen mit einem geeigneten Lösungsmittel erreicht werden. In diesem Fall muss der Wassergehalt des Lösungsmittels bestimmt und unter Berücksichtigung seines Anteils als Blindwert in Abzug gebracht werden.

Bei stark wasserhaltigen Proben ist darauf zu achten, dass die Nadel nicht vor dem Drücken von <GO> durch das Septum in die Messzelle eingeführt wird, da sonst der Leerverbrauch und damit das Resultat der Analyse verfälscht werden können.

Bei Proben, die nur Spuren von Wasser enthalten, muss die Spritze gut vorgetrocknet werden (Exsikator oder Heissluftgebläse). Nach Möglichkeit soll die Spritze mit der Probelösung gespült werden, indem man mehrere Male Lösung aufzieht und verwirft.

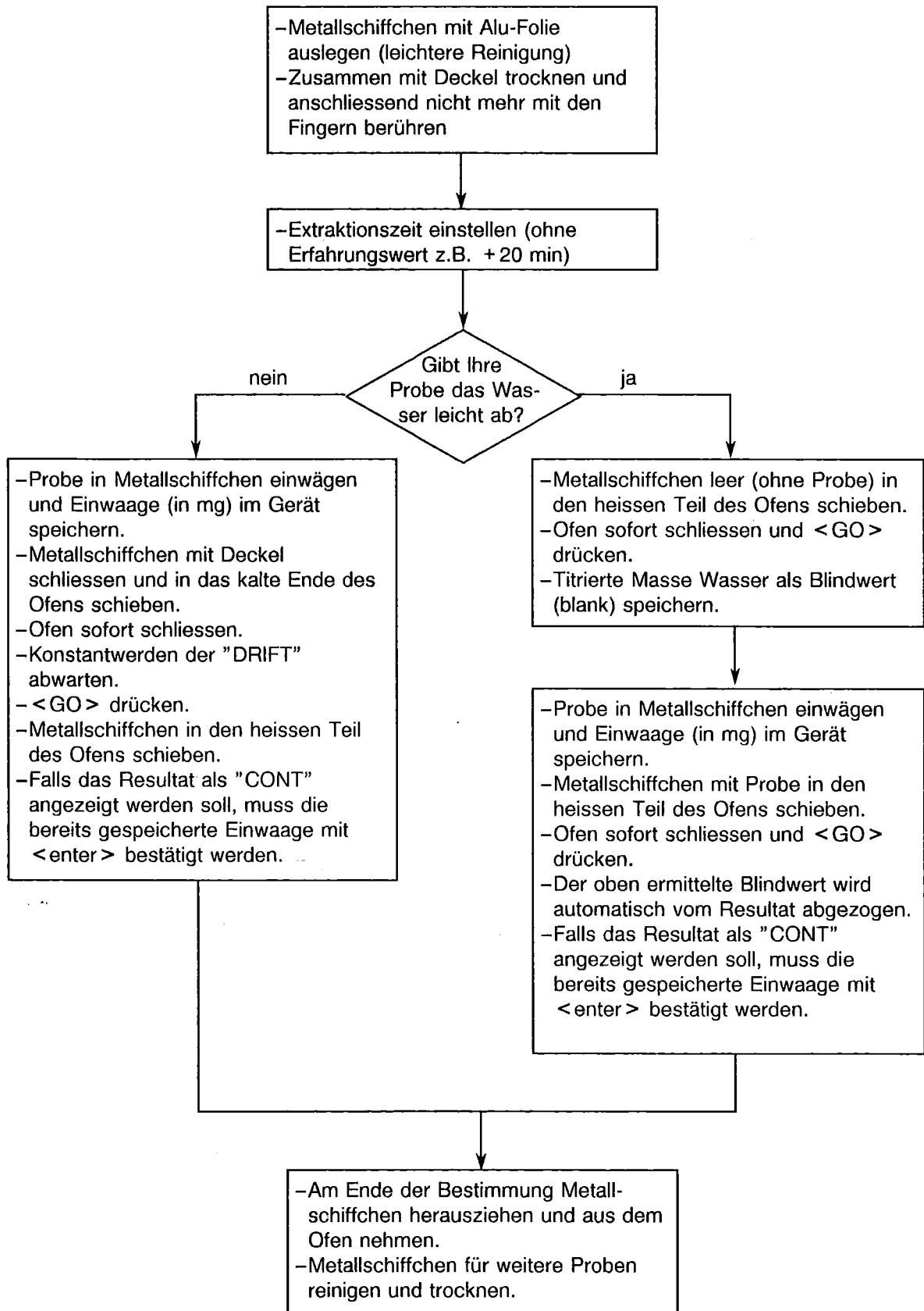
### 5.1.2 Feste Proben

Wenn möglich werden feste Proben in einem geeigneten Lösungsmittel extrahiert oder gelöst und die resultierende Lösung eingespritzt, wobei eine Blindwertkorrektur für das Lösungsmittel vorzunehmen ist.

Falls für eine feste Probe kein geeignetes Lösungsmittel gefunden werden kann oder falls die Probe mit der Karl-Fischer-Lösung reagiert, muss der Trockenofen eingesetzt werden. In diesem Fall wird wie folgt vorgegangen:

- **Messzelle mit Diaphragma:** Der am nächsten beim Steuergerät liegende Schraubnippel wird herausgeschraubt, sein Septum entfernt und darauf das Gaseinleitrohr (mit O-Ring) mit Hilfe des Schraubnippels eingesetzt. Wird das Gaseinleitrohr nur zeitweise gebraucht, muss es in den Zwischenzeiten mit dem Gewindestopfen 6.1446.040 verschlossen werden.  
**Diaphragmalose Messzelle,** siehe Seite 7.
- Der Trockenofen wird so auf dem KF-Coulometer plaziert, dass sich der Auslassstutzen möglichst nahe bei der Messzelle befindet (der Auslassstutzen ist am Glasrohr angebracht, das aus dem Innern des Ofens kommt).
- Der Auslassstutzen des Trockenofens wird mittels der Teflon-Schlauchverbindung 6.1805.040 (9 cm lang) mit dem Gaseinleitrohr der Messzelle verbunden, wobei die Schraubverbindungen kräftig anzuziehen sind.
- Der Einlassstutzen des Trockenofens wird gasdicht mit der Pumpe 661 oder mit einem Druckgaszylinder (Luft, Stickstoff) verbunden, wobei der Druckgaszylinder mit einem Reduzierventil und einer zusätzlichen Trocknungsvorrichtung versehen sein muss [Molekularsieb 3 Å als Trocknungsmittel verwenden].
- Einstellung des Gasstroms: Für grobe Einstellungen kann man die Frequenz der Blasenbildung am Gaseinleitrohr heranziehen; für die präzisere Einstellung des Gasstroms wird die Verwendung eines geeigneten Durchflussmessers empfohlen.
- Der Trockenofen wird auf die gewünschte Temperatur eingestellt und eingeschaltet. Darauf wartet man, bis der Ofen im thermischen Gleichgewicht ist. Vor dem Weiterarbeiten muss auch der Leerverbrauch ("DRIFT") möglichst konstant sein. Eventuell ist die Einstellung des Gasstroms nachzujustieren.

- Bestimmungen durchführen nach der am besten geeigneten Arbeitsweise. Diese ist abhängig von der Art der Probe und von der Arbeitstechnik des Operators. Sie ist von Fall zu Fall zu optimieren!



## 5.2 Optimale Arbeitsbedingungen

Nach dem Einschalten des Gerätes erfolgt bei angeschlossener Messzelle zuerst die Startphase, dann die Konditionierungsphase. Falls beim Montieren der Zelle sorgfältig gearbeitet wurde, ist das Gerät in- nert weniger Minuten messbereit. War jedoch die Messzelle beim Zusammenbau nicht vollständig trocken, kann die entsprechende Zeitspanne bis zu einer Stunde betragen. In jedem Falle ist zu beach- ten, dass der Reststrom zum Zeitpunkt der ersten Messbereitschaft noch nicht stationär ist, sondern mehr oder weniger langsam abnimmt. Dies lässt sich am Verlauf der Drift ohne weiteres verfolgen. Die Zeitspanne bis zur effektiven Messbereitschaft ist eine Funktion des tolerierbaren Messfehlers und des Zustandes der Zelle. Beabsichtigt man die möglichst präzise Bestimmung von Wassermengen unter 10 µg, kann es vorteilhaft sein, das Gerät vor dem Einsatz über Nacht eingeschaltet zu lassen. Eine ei- nigermaßen konstante Drift im Bereich von 8 ... 12 µg/min ist sehr gut. Tiefere Werte sind jedoch durchaus möglich.

Das oben Gesagte gilt nicht nur für die neu in Betrieb genommene Zelle, sondern auch nach dem Aus- wechseln der Elektrolytlösungen. Die Elektrolytlösungen sind in den folgenden Fällen auszuwechseln:

- 1) Falls das Titriergefäß keine weiteren Proben mehr zu fassen vermag.
- 2) Falls im Laufe der Bestimmungen die Fehlermeldung GEN ELECTRODE erscheint (siehe Sei- te 19). Bei der Messzelle mit Diaphragma genügt es oft, nur die Kathodenlösung auszuwechseln.
- 3) Falls die Drift zu hoch ist und durch Schütteln der Zelle (siehe unten) keine Verbesserung erreicht werden kann.
- 4) Falls sich im Titriergefäß ein Zweiphasengemisch bildet.

Die Entfernung der verbrauchten Elektrolytlösungen aus der Zelle geschieht am einfachsten durch Ab- saugen, damit die Zelle nicht zerlegt werden muss (Umweltschutzvorschriften beachten!). Darauf kann die Zelle – bei starker Verschmutzung – mit einem geeigneten Lösungsmittel gespült werden, das ebenfalls abgesaugt wird. Anschliessend werden die frischen Elektrolytlösungen zugefügt. Zum Absaugen der Elektrolytlösungen kann eine als Zubehör lieferbare Absaugvorrichtung verwendet werden, siehe Seite 37.

Auch nach dem Abschluss einer Titration nimmt die Drift in der Regel während einer gewissen Zeit- spanne ab. Falls Wert auf möglichst präzise Resultate gelegt wird, empfiehlt es sich, die Drift nach je- der Titration mit der Taste <drift> zu kontrollieren und einen konstanten Wert abzuwarten. Dabei ist allerdings zu beachten, dass die Drift immer gewisse Schwankungen aufweisen kann, die vom Gerät gemittelt werden.

Eine hoch bleibende Drift kann durch wasserhaltige Depots an unzugänglichen Stellen der Zelle verur- sacht werden. In diesen Fällen wird durch Schütteln der Messzelle ein Absinken des Wertes erzielt. Bei Messzellen mit Diaphragma soll nur so stark geschüttelt werden, dass sich Katholyt und Anolyt nicht miteinander vermischen. Bleibt auch nach dem Schütteln der Zelle die Drift über längere Zeit zu hoch, soll die Elektrolytlösung ausgetauscht werden. Bei der Messzelle mit Diaphragma zuerst die Kathoden- lösung und dann, falls dies keine Abhilfe schafft, die Anodenlösung wechseln. Führen diese Massnah- men nicht zum Erfolg, so muss die Zelle entleert, gereinigt und vor dem erneuten Zusammenbau sorg- fältig getrocknet werden, siehe Seite 8.

Wird das Gerät bei eingefüllter Messzelle längere Zeit ausgeschaltet, vergeht nach dem Wieder- einschalten eine gewisse Zeit, bis die Zelle wieder trocken gestellt ist. Diese Zeit kann durch ein- bis zweimaliges Schütteln der Zelle abgekürzt werden. Es wird empfohlen, die Messzelle nach längeren Betriebsunterbrüchen über Nacht vorzukonditionieren. Auch bei Dauerbetrieb sollte das Gerät über Nacht nicht abgestellt werden.

Bei der Inbetriebnahme einer neuen Indikatorelektrode ist zu beachten, dass diese unter Umständen ei- ne gewisse Einlaufzeit zur Formierung der Oberfläche benötigt. Dabei können ungewöhnlich lange Tit- rierzeiten und ev. zu hohe Messergebnisse auftreten. Diese Phänomene verschwinden in jedem Fall nach kurzer Gebrauchszeit. Um die Konditionierung einer neuen Indikatorelektrode zu fördern, kann diese z.B. über Nacht bei abgeschaltetem Gerät in der Elektrolytlösung eingetaucht belassen werden.

## 6. Fehlermeldungen und Störungen

### 6.1 Allgemeine Störungen

Negative Drift

Mögliche Ursachen:

- Die Messzelle wird von starkem Licht bestrahlt (Sonne)
- Die Probe enthält oxidierende Substanzen und setzt  $I_2$  frei, siehe auch unter "SAMPLE UNFIT".

### 6.2 Zustands- und Fehlermeldungen

ADD WATER

Die Elektrolytlösung befindet sich im Iodüberschussgebiet.  
Austritt: Wasser zugeben

BLANK ERROR

Der Blindwert ist grösser als die Masse des titrierten Wassers.  
Austritt: neuen <blank> eingeben

GEN ELECTRODE

Der Spannungsabfall über das Generatorsystem ist zu hoch.  
Mögliche Ursachen:

- Falscher oder erschöpfter Elektrolyt
- Bei Messzellen mit Diaphragma: Verstopftes Diaphragma oder Blasen zwischen Platinnetz und Diaphragma
- Bei diaphragmalosen Messzellen: Der Elektrolyt wurde mit zuviel Lösemittel versetzt, so dass die Leitfähigkeit zu niedrig ist. → Lösung wechseln.
- Generatorelektrode nicht angeschlossen oder Unterbruch im Verbindungskabel

Austritt: Fehler beheben

IND ELECTRODE

Die Spannung an der Indikatorelektrode ist zu hoch.

Mögliche Ursachen:

- Falscher Elektrolyt
- Indikatorelektrode nicht angeschlossen oder Unterbruch im Verbindungskabel

Austritt: Fehler beheben

NO INTERFACE

Die Funktion "send" wurde aktiviert ohne dass ein Datentransferinterface eingebaut ist.

Austritt: <clear> und "send" ausschalten

PROGRAMME

Fehler im Geräteprogramm.

Abhilfe: Metrohm-Service anrufen

RS 232 ABORTED

Die Datenübertragung wurde unterbrochen. Der Empfänger ist nicht mehr bereit für die Datenübertragung.

Während der Datenübertragung wurde DSR oder/und CTS auf OFF gesetzt, siehe Seite 31.

Austritt: <clear> und Fehler beheben

RS 232 NOT READY

Der Empfänger oder/und die Verbindung zum Empfänger ist nicht bereit für die Datenübertragung. CTS und/oder DSR sind nicht auf ON, siehe Seite 31.

Austritt: <clear> und Fehler beheben

SAMPLE UNFIT

Mögliche Ursachen und Abhilfe:

- zu schwache Rührung: stärker rühren
- Endpunktspannung für das verwendete schnelle Reagens zu hoch: Endpunktspannung mit Hilfe des Potentiometers auf der Rückseite des Gerätes tiefer stellen (low)
- Probe setzt Iod frei: Lösung wechseln; die Probe ist nicht geeignet für die KF-Titration

SEND RS232

Anzeige bleibt zu lange stehen weil der Empfänger nicht bereit ist.  
Austritt in die spezifische Fehlermeldung: <clear >

WATER R

Masse des titrierten Wassers übersteigt 65 535 µg.  
(Die effektiv vorhandene Masse Wasser ist daher die Summe des  
angezeigten Wertes und 65 535 µg)

## 6.3 Diagnoseanleitung 684 KF Coulometer

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 <sup>1)</sup> kurzschliessen)
- Kabel mit geeignetem Stecker für "Ind. El."-Eingang<sup>2)</sup> (z. B. Servicekabel 3.496.5070) <sup>1)</sup>
- Widerstandsdekade für Werte 2250  $\Omega$ , 3550  $\Omega$ , 1300  $\Omega$ . 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.

## Diagnosis Instructions 684 KF Coulometer

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 <sup>1)</sup>)
- Cable with suitable plug for "Ind. El." input <sup>2)</sup> (e.g. service cable 3.496.5070) <sup>1)</sup>
- Resistor switch-box giving values 2250  $\Omega$ , 3550  $\Omega$ , 1300  $\Omega$ . 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.

---

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

<sup>2)</sup> 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!)

---

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

<sup>2)</sup> 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 <sup>2)</sup> (z. B. 3.496.5070 <sup>1)</sup>) 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 <sup>2)</sup> (e.g. 3.496.5070 <sup>1)</sup>). 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.

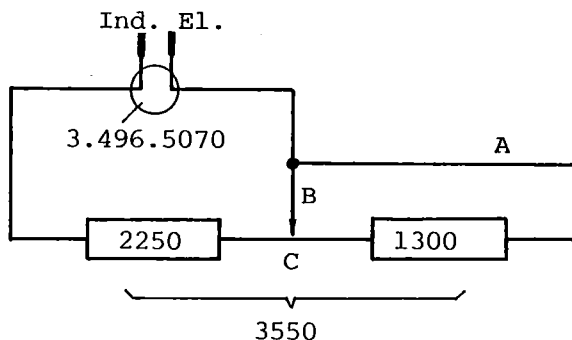
- 
- 1) Gehört nicht zum Lieferumfang des 684.  
Kann evtl. aus einer defekten Elektrode angefertigt werden.
  - 2) Steht kein geeignetes Kabel zur Verfügung:  
Indikatorelektrode aus der Zelle herausziehen. Dekade oder Widerstandskombination mit Laborkabel und Prüfclips vorsichtig an den Platindrähten 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

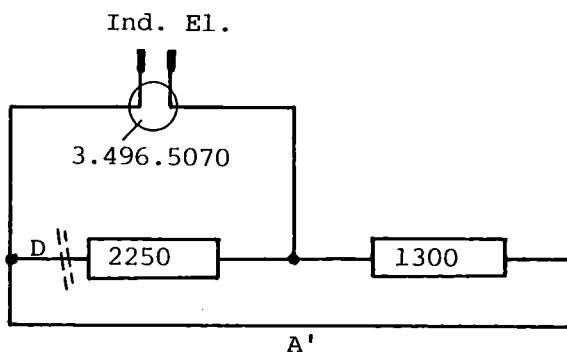
B-C verbunden = 2250 Ω  
B-C unterbrochen = 3550 Ω (Ersatzwert für 3250 Ω)

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)**



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

**Arrangement 2 (value 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  $\Omega$
- 2) Stellung des Potentiometers 'EP Voltage' markieren, dann auf 'High' (Rechtsanschlag) stellen

➤ 3) Gerät einschalten

Anzeige: 888... }  
 XXX... }  
 I.I... }  
 ADD WATER }  
 16-stellig }  
 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 XXXXX<sup>3)</sup> (Zahl positiv, d.h. ohne negatives Vorzeichen)

- 5) Dekade auf 2250  $\Omega$

Anzeige: WATER 0<sup>4)</sup>  
'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  $\Omega$  umschalten

Anzeige: XXXXX<sup>3)</sup> (zählt fortlaufend)  
*Die Grösse der Inkremente ist ungefähr  $6 \div 12$*

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

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

## Diagnosis steps

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

➤ 3) Switch on unit

display: 888... }  
 XXX... }  
 I.I... }  
 ADD WATER }  
 16 figures }  
 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 XXXXX<sup>3)</sup> (positive number, i.e. without negative sign)

- 5) Resistor switch-box to 2250  $\Omega$

display: WATER 0<sup>4)</sup>  
'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  $\Omega$

display: XXXXX<sup>3)</sup> (counts continuously)  
*The size of the increments is about  $6 \div 12$*

<sup>3)</sup> 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.

<sup>4)</sup> 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 XXXXX<sup>3)</sup>

Drucker schreibt: #01 m(H<sub>2</sub>O) XXXX <sup>3)</sup> ug

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

8) Resistor switch-box to 2250 Ω

'beep'

display: WATER XXXXX<sup>3)</sup>

printer: #01 m(H<sub>2</sub>O) XXXX <sup>3)</sup> ug

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

➤ 9) Tastatur: **smpl** drücken

Anzeige: SAMPLE 00000

➤ 9) Key board: depress **smpl**

display: SAMPLE 00000

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

Wert aus Pkt. 8

↓

Drucker: #01 m(H<sub>2</sub>O) XXXX ug  
w(H<sub>2</sub>O) XXXX ppm oder %

Anzeige: CONT. XXXX PPM oder P.C.

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

value from item 8

↓

printer: #01 m(H<sub>2</sub>O) XXXX ug  
w(H<sub>2</sub>O) XXXX ppm or %

display: CONT. XXXX PPM or P.C.

➤ 11) Tastatur: **drift** drücken

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

➤ 11) Key board: depress **drift**

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

➤ 12) Tastatur: **delay** drücken

Anzeige: DELAY 0003

➤ 12) Key board: depress **delay**

display: DELAY 0003

13) Tastatur: **0, 1, enter** drücken

Anzeige: DRIFT XXXXX

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

display: DRIFT XXXXX

➤ 14) Tastatur: **delay** drücken

Anzeige: DELAY 01

➤ 14) Key board: depress **delay**

display: DELAY 01

➤ 15) Tastatur: **water** drücken

Drucker: #01 m(H<sub>2</sub>O) XXXX ug

Anzeige: WATER XXXXX

➤ 15) Key board: depress **water**

printer: #01 m(H<sub>2</sub>O) XXXX ug

display: WATER XXXXX

➤ 16) Tastatur: **blank** drücken

Anzeige: BLANK 00000

➤ 16) Key board: depress **blank**

display: BLANK 00000

---

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

---

<sup>3)</sup> 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.

19) Key board: depress enter

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
	↓
0.065)	
.	
0.00	
zählt im Sekunden-	Wert ändert
takt gegen 0	laufend, auch
	wenn EXTRACT-
	Zeit abgelaufen

display: EXTRACT .	XXXXX
	↓
0.065)	
.	
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

<p>Anzeige: EXTRACT . 0</p> <p style="text-align: center;">-0.065)</p> <p style="text-align: center;">-0.00</p> <p>zählt im Sekunden- takt gegen 0</p>	<p>↓</p>	<p>bleibt 0 bis EXTRACT-Zeit abgelaufen, dann laufende Änderung</p>
--	----------	---

<p>display: EXTRACT . 0</p> <p style="text-align: center;">-0.065)</p> <p style="text-align: center;">-0.00</p> <p>counts in intervals of 1 s towards 0</p>	<p>↓</p>	<p>remains 0 until EXTRACT time is elapsed, then continuous change</p>
---	----------	--

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 <sup>6)</sup>

Anzeige: IND ELECTRODE  
(piep)

34) Unplug indicator electrode <sup>6)</sup>

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  $\Omega$ )

➤ 37) (Resistor switch-box to 1300  $\Omega$ )

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  $\Omega$  verwenden und Hinweise Seite 20 beachten!

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

Tastatur: **GO** drücken

Key board: depress **GO**

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

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

Anzeige: XXXXX

display: XXXXX

.....

.....

Wert ändert laufend

value changes continuously

40) Generatorelektrode ausziehen <sup>6)</sup>

Anzeige: GEN ELECTRODE  
(piep)

40) Unplug generator electrode <sup>6)</sup>

display: GEN ELECTRODE  
(beep)

41) Generatorelektrode wieder einstecken

Anzeige: BLANK ERROR

Netz AUS

41) Plug in generator electrode again

display: BLANK ERROR

power OFF

---

<sup>6)</sup> Achtung: Stecker sind verriegelt. Bitte an der Hülse ziehen.

---

<sup>6)</sup> 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 ppm</u>	
#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 ppm</u>
#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.

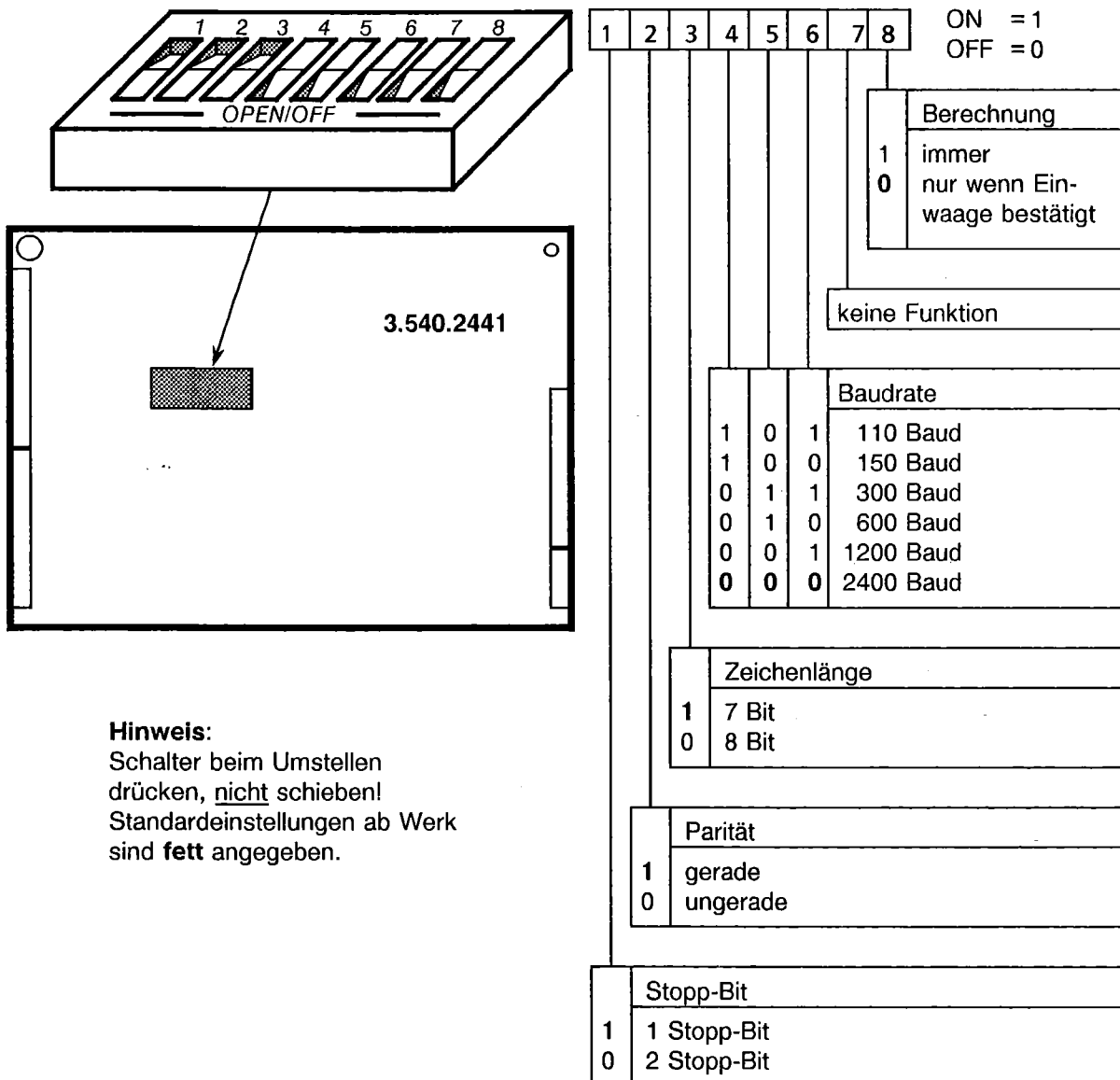
## 7. RS232-Interface 3.540.2441

### 7.1 Technische Daten

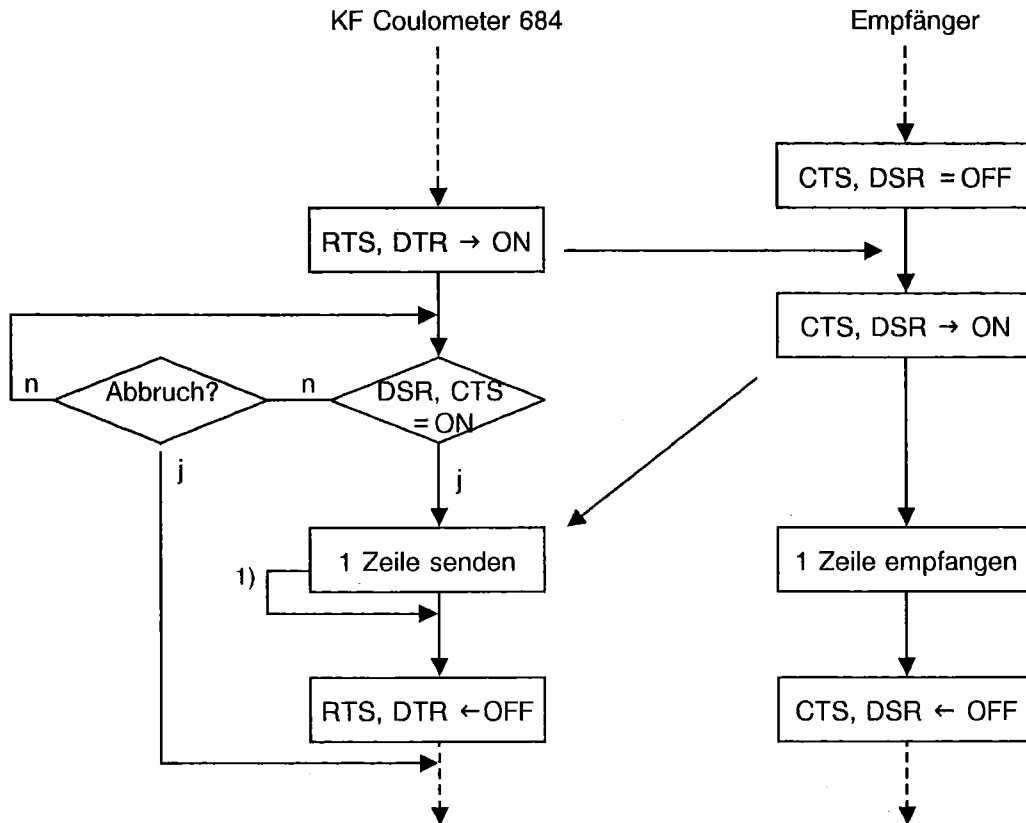
Das Interface ist als DTE (Data Terminal Equipment) geschaltet. Es ist ausgelegt gemäss EIA Standard RS 232C (DIN 66020 Blatt 1).

Code:	ISO-7-Bit (ISO 646-1973)
Baudraten:	110, 150, 300, 600, 1200, 2400 (einstellbar) Toleranz < ±0.9 %
Parität:	gerade oder ungerade (einstellbar)
Stoppsbits:	1 oder 2 (einstellbar)
Zeichenlänge:	7 oder 8 Bit (einstellbar)
Begrenzungszeichen:	C <sub>R</sub> und L <sub>F</sub>
Kabellängen:	maximal ca. 20 m

### 7.2 Schaltereinstellungen



### 7.3 Programmstruktur: 684 sendet eine Zeile



1): Austritt wenn DSR = OFF

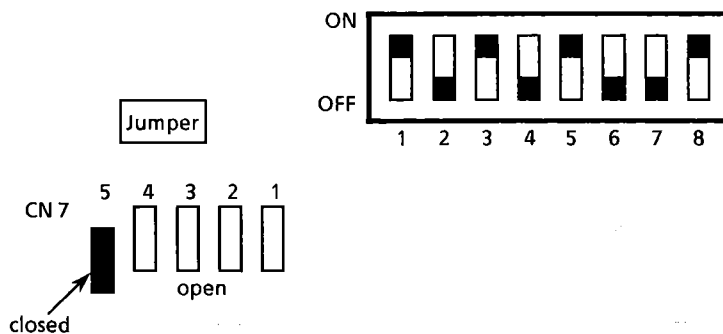
Alle Bezeichnungen (DSR, CTS usw.) sind auf den Sender (KF Coulometer) bezogen.  
 "Abbruch?" mit <clear>, siehe Fehlermeldungen Seite 19.

### 7.4 Beispiele für den Anschluss von Peripheriegeräten

#### 7.4.1 Drucker Citizen iDP-560 RS

Kabel: 3.980.3550

Schalterstellungen am Drucker für Standardeinstellungen am RS-Interface 3.540.2441 (siehe Seite 30):



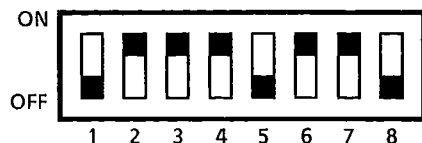
**Parameter**

Baudrate: 2400  
 Data bit: 7  
 Stop bit: 1  
 Parity: Even

### 7.4.2 Drucker EPSON P40/P80

Kabel: 3.980.3401

Schalterstellungen am Drucker für Standardeinstellungen am RS-Interface 3.540.2441 (siehe Seite 30):

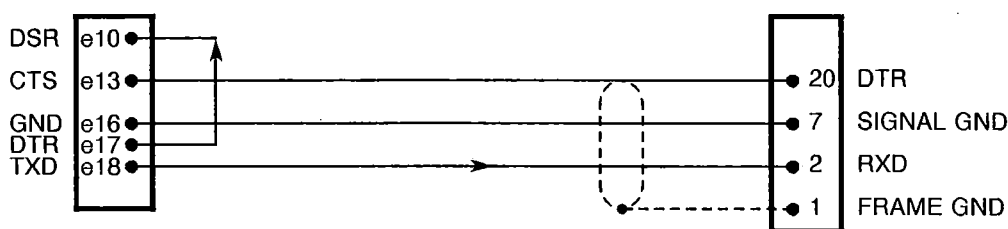


Parameter	
Baudrate:	2400
Data bit:	7
Stop bit:	1
Parity:	Even

### 7.4.3 Drucker Seiko DPU-411

Kabel: 684 KF Coulometer  
Metrohm Stecker  
3.540.8440

SEIKO Drucker  
DB25 Stecker, männlich



### 7.4.4 IBM® PC/XT/PS-2/AT oder kompatible

Kabel: 3.980.3480; für AT zusätzlich Adapter 6.2125.010

Programmbeispiel in 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,AS$
240   PRINT AS$
250   B$=INPUT$(1,1)           'Remove LF character from COM buffer
260 WEND
270 CLOSE
280 CLS
290 END
```

### 7.4.5 Andere periphere Geräte

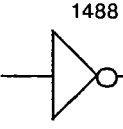
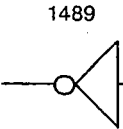
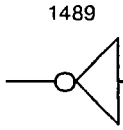
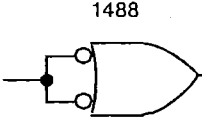
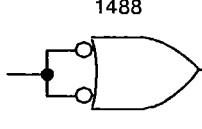
HP Rechner mit seriellm Interface 82939A  
Epson-Drucker mit seriellm Interface #8148

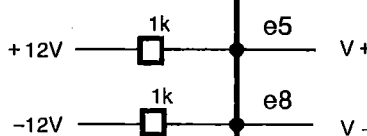
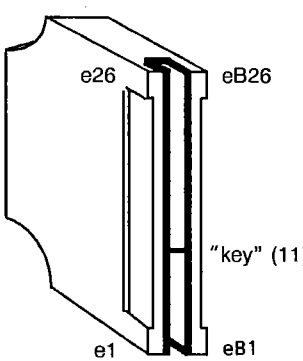
Kabel: 3.980.2810  
Kabel: 3.980.3550

### 7.4.6 Verdrahtung für den Betrieb ohne Handshake

Im Print-Direktstecker 3.540.8440 werden RTS mit CTS und DTR mit DSR verbunden.  
Programm empfängt "endlos" Zeilen.

## 7.5 Steckerbelegung

	3.540.2441	extern
<p><b>EIA RS-232 C Schnittstelle</b>  <b>EIA RS-232 C Interface</b></p> <p><b>Sendedaten (TxD).</b> 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><b>Transmitted Data (TxD).</b> 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><b>Sendebereitschaft (CTS)</b>  EIN-Zustand: Gegenstation ist bereit, Daten zu empfangen.</p> <p><b>Clear to Send (CTS)</b>  ON condition: The connected device is ready to accept data.</p> <p><b>Betriebsbereitschaft (DSR)</b>  EIN-Zustand: Die Übertragungsleitung ist angeschlossen.</p> <p><b>Data Set Ready (DSR)</b>  ON condition: Communication channel is connected.</p> <p><b>Sendeteil einschalten (RTS)</b>  EIN-Zustand: Interface ist bereit, Daten zu senden.</p> <p><b>Request to Send (RTS)</b>  ON condition: Interface is ready to send data.</p> <p><b>Interface bereit (DTR)</b>  EIN-Zustand, wenn Interface sendebereit (initialisiert).</p> <p><b>Data Terminal Ready (DTR)</b>  ON condition as soon as the Interface is ready to send.</p> <p><b>Betriebserde</b>  <b>Schutzerde.</b> Direkte Verbindung vom Kabelstecker zur Schutzerde des Gerätes.</p> <p><b>Signal Ground</b>  <b>Protective Ground.</b> Direct connection from the cable plug to the protective ground of the device.</p>	 <p>1488</p> <p>e18</p> <p>Transmitted Data</p>  <p>1489</p> <p>e13</p> <p>Clear to Send</p>  <p>1489</p> <p>e10</p> <p>Data Set Ready</p>  <p>1488</p> <p>e20</p> <p>Request to Send</p>  <p>1488</p> <p>e17</p> <p>Data Terminal Ready</p> <p>e16</p> <p>Signal Ground</p>	

	3.540.2441	extern						
<p><b>RS-232 C (Forsetzung)</b>  <b>RS-232 C (continued from sheet 1)</b></p> <p><b>V+, V-</b>            Für festverdrahtete Kontrollsignale (CTS, DSR).            For hardwired Control signals (CTS, DSR).</p> <p><math>I_{IH} 1489A</math> 3 mA (<math>V_{IH} = 12</math> V), 0.5 mA (<math>V_{IH} = 3</math> V)  <math>I_{IL} 1489A</math> -3 mA (<math>V_{IL} = -12</math> V), -0.5 mA (<math>V_{IL} = -3</math> V)</p>								
<p><b>Kontaktanordnung am GS-Direktstecker:</b>  <b>Contact configuration at the PCB direct connector:</b></p>  <p style="text-align: center;">3.540.8440</p>								
<p><b>Nicht belegte Anschlüsse:</b>  <b>Unused connections:</b></p>	<p>e1...e4, e6, e7,            e11, e12, e15,            e19, e21...e26            eB1...eB26</p>							
<table border="0" style="width: 100%;"> <tr> <td style="border: 1px solid black; padding: 5px;">           Treiber Driver         </td> <td style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">1488</td> <td rowspan="2" style="font-size: 3em; 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: 5px;">           Empfänger Receiver         </td> <td style="border: 1px solid black; padding: 5px; 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><b>RS-232 C (Fortsetzung)</b>  <b>RS-232 C (continued from sheet 2)</b></p> <p><b>Polaritätszuordnung der Signale</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Datenleitungen (TxD) <ul style="list-style-type: none"> <li>Spannung negativ (&lt; -3 V): Signalzustand "EINS"</li> <li>Spannung positiv (&gt; +3 V): Signalzustand "NULL"</li> </ul> </li> <li>- Steuer- oder Meldeleitungen (CTS, DSR, RTS, DTR) <ul style="list-style-type: none"> <li>Spannung negativ (&lt; -3 V): AUS-Zustand</li> <li>Spannung positiv (&gt; +3 V): EIN-Zustand</li> </ul> </li> </ul> <p>Im Uebergangsbereich von +3 V bis -3 V ist der Signalzustand undefiniert.</p> <p><b>Definition of Signal States</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- data interchange circuits (TxD) <ul style="list-style-type: none"> <li>negative voltage (&lt; -3 V): marking condition</li> <li>positive voltage (&gt; +3 V): spacing condition</li> </ul> </li> <li>- timing and control interchange circuits (CTS, DSR, RTS, DTR) <ul style="list-style-type: none"> <li>negative voltage (&lt; -3 V): OFF condition</li> <li>positive voltage (&gt; +3 V): ON condition</li> </ul> </li> </ul> <p>The function is not defined for voltages in the transition region between +3 V and -3 V.</p>		
<p><b>5-polige Buchse</b>  <b>5 pin socket</b></p> <p><b>Start</b></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><b>Start Ground</b></p> <p><b>Ready +, Ready -</b></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:  <math>U &lt; 0.2 \text{ V}</math>  <math>I &lt; 0.6 \text{ mA}</math></p> <p>Aktiv/active:  <math>I_c = 12 \text{ mA}</math>  <math>U_{CE} &lt; 1.5 \text{ V}</math></p> <p>Nicht aktiv/not active:  <math>I_c &lt; 10 \mu\text{A}</math>  <math>U_{CE} \text{ max. } 30 \text{ V}</math></p>

## 8. Anhang

### 8.1 Lieferumfang und Bestellbezeichnungen

KF-Coulometer mit **Messzelle mit Diaphragma** **2.684.0030**  
inklusive folgendem Zubehör:

1	Magnetrührer	1.728.0010
1	Stativstange, 25 cm	6.2016.030
1	Stativkonsole für Rührer	6.2001.040
1	Stellring, 10 cm	6.2013.010
1	Verbindungskabel zum Magnetrührer	6.2108.100
1	Titriergefäß-Unterteil, 200 ml	6.1415.310
1	Titriergefäß-Oberteil	6.1414.040
1	Satz Dichtungen zum Titriergefäß-Oberteil	6.1454.000
1	Doppel-Pt-Elektrode	6.0338.100
1	Elektrodenkabel	6.2104.020
1	Generator-Elektrode	6.0339.000
1	Trockenrohr	6.1403.030
1	Flasche Molekularsieb, 250 g	6.2811.000
3	Schraubnippel	6.2730.010
2	Sätze Septen (je 5 Stück)	6.1448.010
1	Rührstäbchen, 16 mm	6.1903.020
1	Rührstäbchen, 25 mm	6.1903.030
1	Gaseinleitrohr	6.1617.010
1	Gewindestopfen zum Verschliessen des Gaseinleitrohres	6.1446.040
1	PTFE-Schlauchverbindung, 10,5 cm	6.1805.070
1	PTFE-Manschette, NS 19	6.2713.020
1	Trichter	6.2738.000
1	Spritze, 1 ml	6.2816.000
1	Nadel zur Spritze	6.2816.010
1	Netzkabel, Kabelstecker nach Kundenangabe	
	Typ SEV 12 (Schweiz...)	6.2122.010
	Typ CEE(7), VII (Deutschland...)	6.2122.030
	Typ NEMA/ASA (USA...)	6.2122.060
1	Staubschutzhülle	6.2723.250
1	Gebrauchsanweisung	8.684.1011

KF-Coulometer mit **diaphragmaloser Messzelle** **2.684.0140**  
inklusive folgendem Zubehör:

1	Doppel-Pt-Elektrode mit NS14/15	6.0341.100
1	Generatorelektrode mit NS29/22	6.0342.100
1	Trockenrohr mit NS19/17	6.1403.030
1	Glasstopfen mit NS14/15	6.1437.000
1	Zugabe-/Absaugrohr mit NS14/15	6.1439.010
1	Gewindestopfen M6 für Arbeiten mit dem KF-Ofen	6.1446.060
2	Gewindestopfen M8 für Arbeiten mit einer Pumpe	6.1446.080
2	Sätze Septen (je 5 Stück)	6.1448.020
1	Titriergefäß, 200 ml, Braunglas mit NS	6.1455.313
1	Schlauchverbindung M6, 10,5 cm, für Arbeiten mit dem KF-Ofen	6.1805.070
1	Schlauchverbindung M8, 50 cm, für Arbeiten mit einer Pumpe	6.1805.200
1	Rührstäbchen, 25 mm	6.1903.030
1	Titriergefäßhalter	6.2047.000
1	Elektrodenkabel, Stecker F, 1 m, für Indikatorelektrode	6.2104.020
1	Elektrodenkabel, Stecker H, 1 m, für Generatorelektrode	6.2104.120
1	Schraubkappe	6.2701.040
3	PTFE-Schliffmanschetten NS14	6.2713.000
1	PTFE-Schliffmanschette NS29	6.2713.010
1	PTFE-Schliffmanschette NS19	6.2713.020

1	Stopfen mit Nippel	6.2730.030
1	Trichter	6.2738.000
1	Flasche Molekularsieb, 250 g	6.2811.000
1	Spritze, 1 ml	6.2816.000
1	Nadel zur Spritze	6.2816.010
1	Netzkabel, Kabelstecker nach Kundenangabe	
	Typ SEV 12 (Schweiz ...)	6.2122.010
	Typ CEE(7),VII (Deutschland...)	6.2122.030
	Typ NEMA/ASA (USA...)	6.2122.060
1	Staubschutzhülle	6.2723.250
1	Gebrauchsanweisung zu KF-Coulometer 684	8.684.1011

## Optionen

Ti-Stand; kompakter Titrierstand mit eingebautem Rührer und Pumpe für die Zugabe von frischer Lösung und zum Absaugen verbrauchter Lösung	2.703.0010
KF-Ofen	
707 KF-Ofen mit automatischer Steuerung des Probeschiffs und eingebauter Luftpumpe	2.707.0010
Verbindungskabel 684 Coulometer – 707 KF-Ofen	6.2141.000
688 KF-Ofen	
Netz mit 220...240 V	2.688.0014
Netz mit 100...120 V	2.688.0015
Pumpe zum Absaugen der Lösungen und zum Erzeugen eines trockenen Luftstromes für Arbeiten mit dem Trockenofen	2.661.0010
Diaphragmalose Messzelle, komplett	6.5405.000
Pumpe für die Zugabe von frischer Lösung und zum Absaugen verbrauchter Lösung	
Netz mit 100...120 V, US-Stecker	2.681.0021
Netz mit 220...240 V, Euro-Stecker	2.681.0024
Netz mit 100...120 V, Euro-Stecker	2.681.0025
RS232-Interface für den Anschluss eines Druckers oder als Datentransfer-Schnittstelle	
Verbindungskabel zu Citizen-Drucker iDP-560 RS	3.540.2441
Verbindungskabel zu Epson-Drucker P40 oder P80	3.980.3550
Verbindungskabel zu Epson-Drucker mit seriellm Interface #8148	3.980.3401
Verbindungskabel zu IBM® PC/XT/PS-2	3.980.3550
Verbindungskabel zu IBM® AT	3.980.3480
Verbindungskabel zu HP Rechner mit Interface 82939A	3.980.3480 + 6.2125.010
Verbindungskabel zu EPSON-Rechner HX20	3.980.2810
	3.980.2890

## 8.2 Technische Daten

Endpunkt-Indikation	voltammetrisch
Titriergeschwindigkeit	max. 2 mg/min in der Nähe des Endpunktes langsamer
Bestimmungsbereich	
gerätetechnisch möglich	1 ... 65 535 µg Wasser
praktisch üblich	10 ... 10 000 µg Wasser
Auflösung	
$m(\text{H}_2\text{O}) \leq 99,9 \mu\text{g}$	0,1 µg
$m(\text{H}_2\text{O}) \geq 100 \mu\text{g}$	1 µg
Messfehler	
$m(\text{H}_2\text{O}) \leq 1000 \mu\text{g}$	$\leq$ ca. 5 µg
$m(\text{H}_2\text{O}) \geq 1 \text{ mg}$	$\leq$ ca. $\pm$ 0,5%
Netzanschluss	
Spannung	100, 117, 220, 240 V $\pm$ 10%, umschaltbar
Frequenz	50 oder 60 Hz; für 60 Hz Brücke 1 auf Print 3.540.2140 einlöten
Leistungsaufnahme	ca. 40 VA
Sicherungen	0,4 A (träge) für 100 und 117 V 0,2 A (träge) für 220 und 240 V
Sicherheitsvorschriften	Konstruktion gemäss den Vorschriften der IEC-Publikation 348, Sicherheitsklasse I
Abmessungen B x H x T	570 mm x 290 mm x 520 mm
Gewicht	ca. 8,5 kg

## 8.3 Gewährleistung

Die Gewährleistung auf unseren Erzeugnissen beschränkt sich darauf, dass Defekte, die nachweisbar auf Material-, Konstruktions- oder Fabrikationsfehler zurückzuführen sind und innerhalb von 12 Monaten, vom Tage der Lieferung an gerechnet, auftreten, in unseren Werkstätten kostenlos behoben werden. Transportkosten gehen zu Lasten des Bestellers.

Bei Tag- und Nachtbetrieb beträgt die Gewährleistung 6 Monate.

Glasbruch bei Elektroden oder anderen Glasteilen ist von der Gewährleistung ausgenommen. Kontrollen, die nicht durch Material- oder Fabrikationsfehler bedingt sind, werden auch während der Gewährleistungszeit verrechnet. Für Fremdfabrikate, soweit diese einen wesentlichen Teil unseres Gerätes ausmachen, gelten die Gewährleistungsbestimmungen des Herstellers.

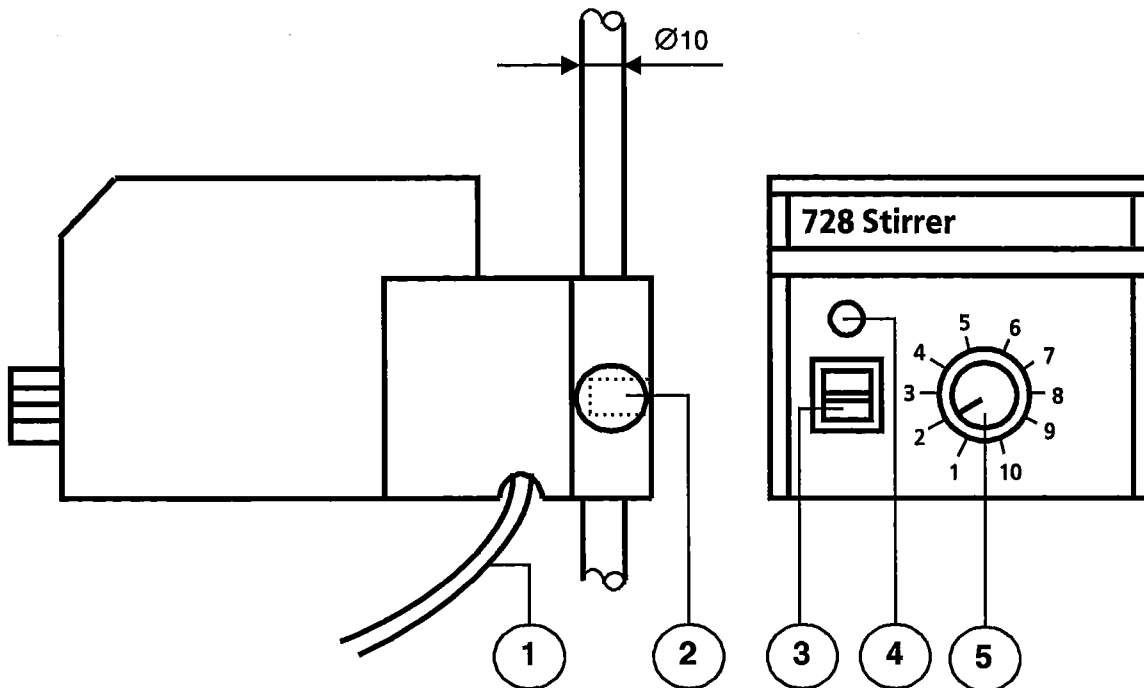
Für die Genauigkeitsgewährleistung sind die in der Gebrauchsanweisung genannten technischen Daten massgebend.

Wegen Mängeln in Material, Konstruktion oder Ausführung, sowie wegen Fehlens zugesicherter Eigenschaften hat der Besteller keine Rechte und Ansprüche ausser den oben genannten.

Sind beim Empfang einer Sendung an der Verpackung Beschädigungen sichtbar, oder zeigen sich nach dem Auspacken Transportschäden an der Ware, so ist der Frachtführer unverzüglich zu benachrichtigen und die Aufnahme eines Schadenprotokolls zu verlangen. Das Fehlen eines offiziellen Schadenprotokolls entbindet METROHM von jeder Ersatzpflicht.

Bei Rücksendungen irgendwelcher Geräte und Teile ist nach Möglichkeit die Originalverpackung zu verwenden. Dies gilt vor allem für Geräte, Elektroden, Bürettenzylinder und PTFE-Kolben. Vor dem Einbetten in Holzwolle oder ähnliches Material sind die Teile staubdicht einzupacken (für Apparate unbedingt Plastiksack verwenden). Sind im Lieferumfang offene Baugruppen beige packt, die empfindlich sind gegen elektrostatische Spannungen (z.B. Datenschnittstellen usw.), so sind diese in der zugehörigen Original-Schutzverpackung, z.B. leitende Schutzbeutel, zurückzusenden. (Ausnahme: Baugruppen mit eingebauter Spannungsquelle gehören in nichtleitende Schutzverpackung.) Für Schäden, die durch Nichtbeachtung dieser Vorschriften entstehen, lehnt METROHM eine Gewährleistungspflicht ab.

## 8.4 Gebrauchsanweisung für Magnetrührer 728



- (1) Anschlusskabel
- (2) Befestigungsschraube
- (3) Hauptschalter
- (4) Signallampe Speisung
- (5) Regulierung der Drehgeschwindigkeit

**Befestigung** Der Rührer wird auf einer Stativstange  $\varnothing = 10$  mm aufgesetzt. Mit der Schraube (2) wird er in passender Höhe fixiert und zwar so, dass er aus der Arbeitsstellung nach links oder rechts ausgeschwenkt werden kann.

**Speisung**  $U_{DC} \approx 8$  V

**Drehzahl** stabilisiert,  $n \approx 200 \dots 1900 \text{ min}^{-1}$  (ohne Last)

**Rührstäbchen** PTFE-Überzug, Kern magnetisch

	Länge	Abmessungen	Form
6.1903.000	8 mm	$\varnothing = 4$ mm	O
6.1903.010	12 mm	$\varnothing = 4$ mm	O
6.1903.020	16 mm	$\varnothing = 4$ mm	O
6.1903.030	25 mm	$\varnothing = 5$ mm	O
6.1906.000	42 mm	-	$\Delta$
6.1906.010	25 mm	-	$\Delta$
6.1906.020	26 mm	-	Oval

## 8.5 Stichwortverzeichnis

Tasten sind mit < > , Anzeigetexte mit                      bezeichnet.

	<u>Seite</u>		<u>Seite</u>
Abschaltverzögerung .....	11	Garantie .....	39
<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">ADD SAMPLE</span> .....	9	<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">GEN ELECTRODE</span> .....	19
Anschluss .....		Generatorelektrode .....	5, 6
Datensystem .....	3, 32	< GO > .....	13
Drucker .....	3, 31, 32		
Netz .....	2	Handshake .....	31, 32
Rührer .....	2	Hinweise .....	15
Anode .....	5, 6	<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">IND ELECTRODE</span> .....	19
Anolyt .....	4	Indikatorelektrode .....	5, 6
Bedienungsablauf .....	9	Kabel .....	31ff, 38
Berechnungsformel .....	9	Kathode .....	5, 6
Bestellbezeichnungen .....	36	Katholyt .....	5
Bestimmungsbereich .....	39	KF-Reaktion .....	1
< blank > .....	13	KF-Ofen .....	16
<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">BLANK ERROR</span> .....	19	Bestellnummer .....	37
Blindwert .....	13		
<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">CONT</span> .....	7	Messzelle	
		reinigen .....	8
Daten		vorbereiten .....	4, 6
-ausgabe .....	9	m(H <sub>2</sub> O) .....	12
-eingabe .....	10		
-system .....	3, 32	Nachrechnen .....	12
< delay > .....	11	Netzanschluss .....	2
Diagnose .....	21	<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">NO INTERFACE</span> .....	19
Diaphragmalose Messzelle .....	6		
Bestellnummer .....	38	P.C. .....	9
DIP Switches .....	30	Praktische Hinweise .....	15
Drift .....	11	Proben	
negativ .....	19	-einwaage .....	13
< drift > .....	11	-zugabe .....	15
Druckeranschluss .....	3, 31, 32	Programmbeispiele .....	32
		<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">PROGRAMME</span> .....	19
Endpunktspannung .....	12	Rechneranschluss .....	2
Einwaage .....	13	Programmbeispiele .....	32
Externes Datensystem .....	3, 32	Resultat	
Extraktionszeit .....	11	-anzeige .....	9
< extr > .....	11	-ausgabe .....	9, 12
		-berechnung .....	9
		<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">RS 232 ABORTED</span> .....	19
Fehlermeldungen .....	19	<span style="border: 1px solid black; padding: 2px;">RS 232 NOT READY</span> .....	19
Feste Proben .....	16		
Flüssige Proben .....	15		
Formel .....	9		

RS232-Interface .....	30ff
Schalterstellungen .....	30
Steckerbelegung .....	33
Rührer	
-anschluss .....	2
Gebrauchsanweisung .....	40
< sample > .....	13
<u>SAMPLE UNFIT</u> .....	20
<u>SEND RS 232</u> .....	20
< send > .....	12
Störungen .....	19
Tastenfeld .....	10
Technische Daten .....	39
Ti-Stand, Anschluss .....	2
Trockenofen .....	16
Trocknen der Messzelle .....	8
<u>WAIT</u> .....	9
< water > .....	13
<u>WATER</u> .....	9
<u>WATER R</u> .....	20
w(H <sub>2</sub> O) .....	12
Zubehör .....	36