

899 Coulometer



Handbuch

8.899.8001DE / 2020-02-25



Metrohm AG

CH-9100 Herisau

Schweiz

Telefon +41 71 353 85 85

Fax +41 71 353 89 01

info@metrohm.com

www.metrohm.com

899 Coulometer

Handbuch

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau
techcom@metrohm.com

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Diese Dokumentation wurde mit grösster Sorgfalt erstellt. Dennoch sind Fehler nicht vollständig auszuschliessen. Bitte richten Sie diesbezügliche Hinweise an die obenstehende Adresse.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|------------|--|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 1.1 | Gerätebeschreibung | 1 |
| 1.1.1 | Anschlüsse | 1 |
| 1.1.2 | Bestimmungsgemäße Verwendung | 2 |
| 1.2 | Angaben zur Dokumentation | 2 |
| 1.2.1 | Darstellungskonventionen | 2 |
| 1.3 | Sicherheitshinweise | 3 |
| 1.3.1 | Allgemeines zur Sicherheit | 3 |
| 1.3.2 | Elektrische Sicherheit | 3 |
| 1.3.3 | Schlauch- und Kapillarverbindungen | 4 |
| 1.3.4 | Brennbare Lösungsmittel und Chemikalien | 5 |
| 1.3.5 | Recycling und Entsorgung | 5 |
| 2 | Geräteübersicht | 6 |
| 2.1 | Vorderseite | 6 |
| 2.2 | Rückseite | 7 |
| 3 | Installation | 8 |
| 3.1 | Gerät aufstellen | 8 |
| 3.1.1 | Verpackung | 8 |
| 3.1.2 | Kontrolle | 8 |
| 3.1.3 | Aufstellungsort | 8 |
| 3.2 | Titrierzelle für Coulometrie einrichten | 9 |
| 3.2.1 | Titrierzelle einsetzen | 9 |
| 3.2.2 | Titrierzelle vorbereiten | 9 |
| 3.2.3 | Zugabe- und Absaugrohr montieren (Verwendung mit Ti Stand) | 13 |
| 3.2.4 | Titrierzelle mit Karl-Fischer-Ofen verwenden | 14 |
| 3.2.5 | Titrierzelle mit Probenwechsler verwenden | 14 |
| 3.3 | Coulometer an Stromversorgung anschliessen | 14 |
| 3.3.1 | Netzteil anschliessen | 14 |
| 3.3.2 | Power Box anschliessen | 15 |
| 3.4 | Sensoren anschliessen | 17 |
| 3.4.1 | Generatorelektrode anschliessen | 17 |
| 3.4.2 | Indikatorelektrode anschliessen | 18 |
| 3.4.3 | Temperaturfühler anschliessen | 20 |
| 3.5 | Zusätzlichen Rührer anschliessen | 21 |
| 3.6 | Waage anschliessen | 22 |
| 3.7 | Tastatur, Drucker oder andere USB-Geräte anschliessen | 24 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 5.10 | Resultate | 57 |
| 5.11 | Statistik | 59 |
| 5.12 | Report manuell drucken | 60 |
| 5.13 | Manuelle Bedienung | 62 |
| 5.13.1 | Rühren | 62 |
| 6 | Systemeinstellungen | 64 |
| 6.1 | Grundeinstellungen | 64 |
| 6.2 | Common Variablen verwalten | 67 |
| 6.2.1 | Allgemeines | 67 |
| 6.2.2 | Common Variablen bearbeiten | 67 |
| 6.3 | Dateiverwaltung | 68 |
| 6.4 | Externe Geräte konfigurieren | 70 |
| 6.5 | Gerätediagnose | 73 |
| 6.5.1 | Programmversionen und Sprachdateien laden | 73 |
| 6.5.2 | Diagnosefunktionen | 74 |
| 7 | Parameter | 75 |
| 7.1 | Coulometrische Karl-Fischer-Titrationen (KFC) | 75 |
| 7.1.1 | Konditionieren | 75 |
| 7.1.2 | Startbedingungen | 77 |
| 7.1.3 | Regelparameter | 78 |
| 7.1.4 | Titrationparameter | 81 |
| 7.1.5 | Abbruchbedingungen | 83 |
| 7.1.6 | Berechnung | 83 |
| 7.1.7 | Statistik | 88 |
| 7.1.8 | Reporte | 88 |
| 8 | Problembehandlung | 90 |
| 8.1 | Karl-Fischer-Titration | 90 |
| 8.2 | Verschiedenes | 92 |
| 9 | Anhang | 94 |
| 9.1 | Rührgeschwindigkeit | 94 |
| 9.2 | Waage | 94 |
| 9.3 | USB-Geräte | 95 |
| 9.3.1 | Numerische USB-Tastatur 6.2147.000 | 95 |
| 9.3.2 | Tastenbelegung einer USB-Tastatur | 96 |
| 9.3.3 | PC-Maus | 97 |
| 9.3.4 | Drucker | 97 |
| 9.4 | Regelparameter und Polarisationsstrom | 97 |
| 9.5 | Methodenbeispiele für das Arbeiten mit dem Karl-Fischer-Ofen | 99 |



| | | |
|-------------|--|------------|
| 9.6 | Systeminitialisierung | 100 |
| 9.7 | Remote-Schnittstelle | 101 |
| 9.7.1 | Pin-Belegung der Remote-Schnittstelle | 101 |
| 9.7.2 | Statusdiagramm der Remote-Schnittstelle | 102 |
| 9.8 | Fernsteuerung über eine RS-232-Verbindung | 103 |
| 9.8.1 | Befehle und Variablen | 104 |
| 9.9 | Rechenalgorithmen im 899 Coulometer | 105 |
| 10 | Technische Daten | 108 |
| 10.1 | Messeingänge | 108 |
| 10.1.1 | Indikatorelektrode | 108 |
| 10.1.2 | Temperatur | 108 |
| 10.2 | Generatoranschluss | 108 |
| 10.2.1 | Generatorelektrode | 108 |
| 10.3 | Interner Rührer | 109 |
| 10.4 | Schnittstellen und Anschlüsse | 109 |
| 10.5 | Stromversorgung | 109 |
| 10.6 | Umgebungstemperatur | 109 |
| 10.7 | Referenzbedingungen | 110 |
| 10.8 | Dimensionen | 110 |
| 11 | Zubehör | 111 |
| | Index | 112 |

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|--------------|--|-----|
| Abbildung 1 | Vorderseite 899 Coulometer | 6 |
| Abbildung 2 | Rückseite 899 Coulometer | 7 |
| Abbildung 3 | Titrierzelle (Coulometrie) einsetzen | 9 |
| Abbildung 4 | Adsorberrohr füllen | 10 |
| Abbildung 5 | Titrierzelle (Coulometrie) bestücken | 11 |
| Abbildung 6 | Zugabe- und Absaugrohr montieren | 13 |
| Abbildung 7 | Netzteil anschliessen | 15 |
| Abbildung 8 | Power Box anschliessen | 16 |
| Abbildung 9 | Deckel von Generatorelektrode abschrauben | 17 |
| Abbildung 10 | Elektrodenkabel an Generatorelektrode anschrauben | 18 |
| Abbildung 11 | Generatorelektrode anschliessen | 18 |
| Abbildung 12 | Deckel von Indikatorelektrode abschrauben | 19 |
| Abbildung 13 | Elektrodenkabel an Indikatorelektrode anschrauben | 19 |
| Abbildung 14 | Indikatorelektrode anschliessen | 19 |
| Abbildung 15 | Temperaturfühler anschliessen | 20 |
| Abbildung 16 | Rührer anschliessen | 21 |
| Abbildung 17 | Waage anschliessen über RS-232/USB Box | 22 |
| Abbildung 18 | USB-Geräte anschliessen | 24 |
| Abbildung 19 | USB-Stick anschliessen | 26 |
| Abbildung 20 | USB-Tastatur 6.2147.000 mit USB-Stick und Drucker anschliessen | 27 |
| Abbildung 21 | USB-Hub mit USB-Stick, Drucker und RS-232/USB Box 6.2148.030 anschliessen | 27 |
| Abbildung 22 | Remote-Kabel anschliessen | 28 |
| Abbildung 23 | Tastenfeld 899 Coulometer | 37 |
| Abbildung 24 | Verzeichnisstruktur auf dem USB-Stick | 69 |
| Abbildung 25 | Drehzahl in Abhängigkeit der Rührgeschwindigkeit | 94 |
| Abbildung 26 | Regelparameter und Polarisationsstrom | 98 |
| Abbildung 27 | Pin-Belegung von Remote-Buchse und Remote-Stecker | 101 |
| Abbildung 28 | Remote-Statusdiagramm | 102 |
| Abbildung 29 | RS-232/USB Box mit PC verbinden | 103 |

1 Einleitung

1.1 Gerätebeschreibung

Das 899 Coulometer ist ein Titrator zur coulometrischen Wassergehaltsbestimmung nach Karl Fischer. Es stehen Methodenvorlagen zur Verfügung, die bis auf wenige Parameter bereits konfiguriert sind. Die Methoden können geändert und unter einem neuen Namen abgespeichert werden. Methoden können ausserdem auf einen angeschlossenen USB-Stick exportiert werden. Diese Funktion ermöglicht es Ihnen, Methoden schnell und einfach von einem Gerät auf ein anderes zu kopieren.

Das 899 Coulometer besitzt einen integrierten Magnetrührer, der auf der Gehäuseoberseite sichtbar ist. Die Titrierzelle (Coulometrie) kann bequem auf den Magnetrührer aufgesetzt werden. Dank der kompakten Bauweise können Sie das Gerät auf kleinem Raum als Stand-alone-Titrator einsetzen. Die Remote-Schnittstelle erlaubt es Ihnen zudem, einen Probenwechsler mit Ofenmodul anzuschliessen und Bestimmungen automatisiert durchzuführen.

Alternativ zur Stromversorgung mit dem mitgelieferten Netzteil, kann das 899 Coulometer über einen Akkumulator (eine sogenannte Power Box) betrieben werden. Die Power Box ist optional erhältlich. Sie eignet sich vor allem für den Einsatz in Umgebungen mit instabiler oder fehlender Stromversorgung.

1.1.1 Anschlüsse

Das Gerät verfügt über folgende Anschlüsse:

- **Stromanschluss**
Zum Anschliessen an das Stromnetz mit Hilfe des mitgelieferten Netztes oder zum Anschliessen an die Power Box 6.2164.500.
- **MSB-Anschluss (Metrohm Serial Bus)**
Zum Anschliessen eines zusätzlichen Rührers.
- **USB (OTG)-Anschluss**
Über den Adapter 6.2151.100 kann z. B. ein Drucker, ein USB-Stick oder eine USB-Tastatur angeschlossen werden.
- **Sensoranschlüsse**
Drei Anschlüsse für folgende Sensortypen:
 - Doppel-Pt-Elektrode
 - Generatorelektrode
 - Temperaturfühler (Pt1000)
- **Erdungsbuchse**
Zum Erden des Coulometers.

**WARNUNG**

Dieses Zeichen warnt vor elektrischer Gefährdung.

**WARNUNG**

Dieses Zeichen warnt vor Hitze oder heissen Geräteteilen.

**WARNUNG**

Dieses Zeichen warnt vor biologischer Gefährdung.

**VORSICHT**

Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Beschädigung von Geräten oder Geräteteilen hin.

**HINWEIS**

Dieses Zeichen markiert zusätzliche Informationen und Ratschläge.

1.3 Sicherheitshinweise

1.3.1 Allgemeines zur Sicherheit

**WARNUNG**

Betreiben Sie dieses Gerät ausschliesslich gemäss den Angaben in dieser Dokumentation.

Dieses Gerät hat das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand verlassen. Zur Erhaltung dieses Zustandes und zum gefahrlosen Betrieb des Gerätes müssen die nachfolgenden Hinweise sorgfältig beachtet werden.

1.3.2 Elektrische Sicherheit

Die elektrische Sicherheit beim Umgang mit dem Gerät ist im Rahmen der internationalen Norm IEC 61010 gewährleistet.

**WARNUNG**

Nur von Metrohm qualifiziertes Personal ist befugt, Servicearbeiten an elektronischen Bauteilen auszuführen.

**WARNUNG**

Öffnen Sie niemals das Gehäuse des Gerätes. Das Gerät könnte dabei Schaden nehmen. Zudem besteht eine erhebliche Verletzungsgefahr, falls dabei unter Strom stehende Bauteile berührt werden.

Im Inneren des Gehäuses befinden sich keine Teile, die durch den Benutzer gewartet oder ausgetauscht werden können.

Netzspannung**WARNUNG**

Eine falsche Netzspannung kann das Gerät beschädigen.

Betreiben Sie dieses Gerät nur mit einer dafür spezifizierten Netzspannung (siehe Geräterückseite).

Schutz gegen elektrostatische Aufladungen**WARNUNG**

Elektronische Bauteile sind empfindlich gegenüber elektrostatischer Aufladung und können durch Entladungen zerstört werden.

Ziehen Sie unbedingt das Netzkabel aus der Netzanschluss-Buchse, bevor Sie elektrische Steckverbindungen an der Geräterückseite herstellen oder trennen.

1.3.3 Schlauch- und Kapillarverbindungen**VORSICHT**

Undichte Schlauch- und Kapillarverbindungen sind ein Sicherheitsrisiko. Ziehen Sie alle Verbindungen von Hand gut fest. Vermeiden Sie zu grosse Kraftanwendung bei Schlauchverbindungen. Beschädigte Schlauchenden führen zu Undichtigkeiten. Beim Lösen von Verbindungen können geeignete Werkzeuge verwendet werden.

Überprüfen Sie regelmässig die Dichtigkeit der Verbindungen. Wird das Gerät vorwiegend in unbeaufsichtigtem Betrieb eingesetzt, sind wöchentliche Kontrollen unerlässlich.

1.3.4 Brennbare Lösungsmittel und Chemikalien

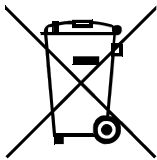


WARNUNG

Bei Arbeiten mit brennbaren Lösungsmitteln und Chemikalien sind die einschlägigen Sicherheitsmassnahmen zu beachten.

- Stellen Sie das Gerät an einem gut belüfteten Standort (z. B. Abzug) auf.
- Halten Sie jegliche Zündquellen vom Arbeitsplatz fern.
- Beseitigen Sie verschüttete Flüssigkeiten und Feststoffe unverzüglich.
- Befolgen Sie die Sicherheitshinweise des Chemikalienherstellers.

1.3.5 Recycling und Entsorgung



Dieses Produkt fällt unter die Europäische Richtlinie 2012/19/EU, WEEE – Waste Electrical and Electronic Equipment.

Die korrekte Entsorgung Ihres alten Gerätes hilft, negative Folgen auf die Umwelt und die Gesundheit zu verhindern.

Genauer zur Entsorgung Ihres alten Gerätes erfahren Sie von den lokalen Behörden, von einem Entsorgungsdienst oder von Ihrem Händler.



2 Geräteübersicht

2.1 Vorderseite

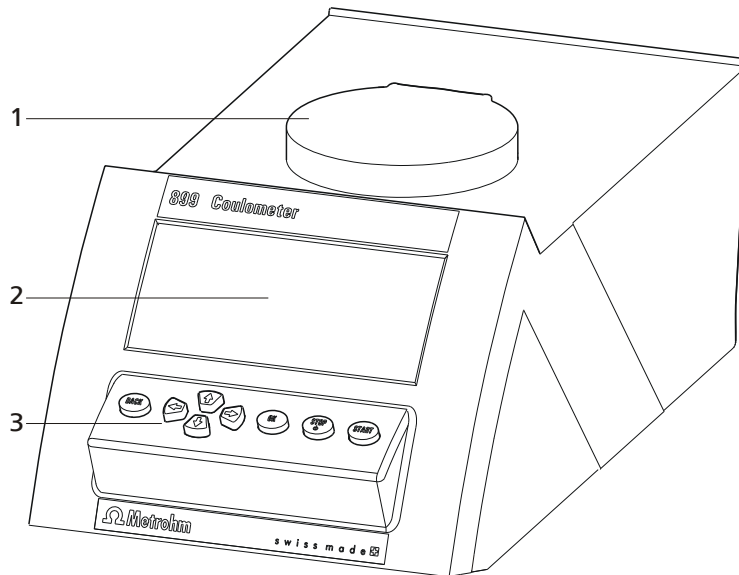


Abbildung 1 Vorderseite 899 Coulometer

1 Magnetrührer
Zum Aufstecken des Titriergefäßshalters.

2 Anzeige

3 Tastenfeld

2.2 Rückseite

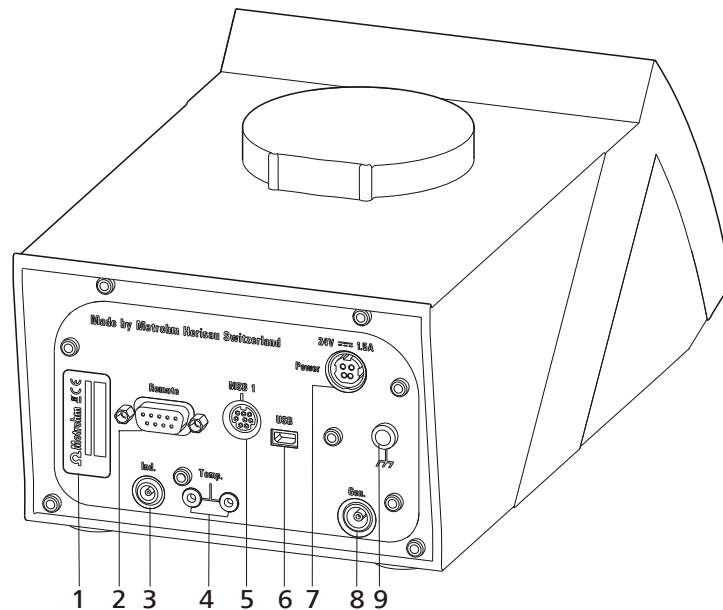


Abbildung 2 Rückseite 899 Coulometer

1 Typenschild

Enthält Seriennummer.

3 Elektrodenanschluss (Ind.)

Zum Anschliessen einer Metallelektrode (Doppel-Pt-Drahtelektrode). Buchse F.

5 MSB-Anschluss (MSB 1)

Metrohm Serial Bus. Zum Anschliessen eines externen Rührers. Mini-DIN, 8-polig.

7 Netzanschluss-Buchse (Power)

Zum Anschliessen des externen Netzteiles oder einer Power Box (6.2164.500).

9 Erdungsbuchse

Zum Erden des Coulometers. Buchse B, 4 mm.

2 Remote-Anschluss

Zum Anschliessen von Geräten mit Remote-Schnittstelle. D-Sub, 9-polig.

4 Temperaturfühleranschluss (Temp.)

Zum Anschliessen eines Temperaturfühlers des Typs Pt1000. Zweimal Buchse B, 2 mm.

6 USB (OTG)-Anschluss

Zum Anschliessen von Drucker, USB-Stick, USB-Hub etc.

8 Elektrodenanschluss (Gen.)

Zum Anschliessen einer Generatorelektrode.



3 Installation

3.1 Gerät aufstellen

3.1.1 Verpackung

Das Gerät wird zusammen mit dem gesondert verpackten Zubehör in sehr gut schützenden Spezialverpackungen geliefert. Bewahren Sie diese Verpackungen auf, denn nur sie gewähren einen sicheren Transport des Gerätes.

3.1.2 Kontrolle

Kontrollieren Sie sofort nach Erhalt anhand des Lieferscheines, ob die Sendung vollständig und ohne Schäden angekommen ist.

3.1.3 Aufstellungsort

Das Gerät wurde für den Betrieb in Innenräumen entwickelt und darf nicht in explosionsgefährdeter Umgebung verwendet werden.

Stellen Sie das Gerät an einem für die Bedienung günstigen, erschütterungsfreien Laborplatz auf, geschützt vor korrosiver Atmosphäre und Verschmutzung durch Chemikalien.

Das Gerät sollte vor übermäßigen Temperaturschwankungen und direkter Sonneneinstrahlung geschützt sein.

3.2 Titrierzelle für Coulometrie einrichten

3.2.1 Titrierzelle einsetzen

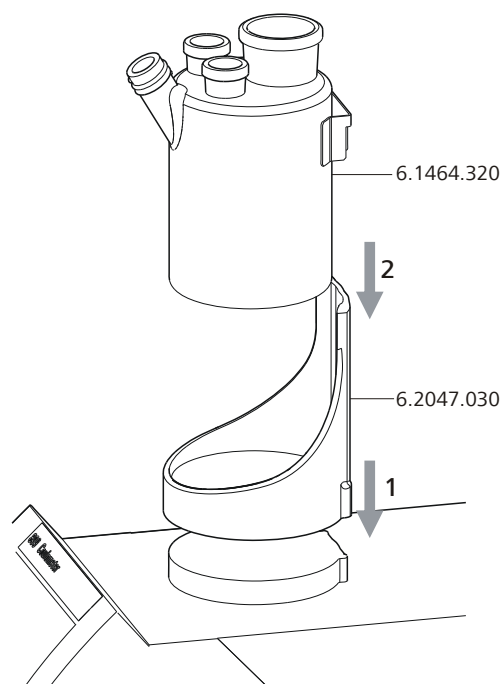


Abbildung 3 Titrierzelle (Coulometrie) einsetzen

Setzen Sie die Titrierzelle wie folgt auf den Magnetprüfer auf:

- 1** Den Titriergefäßhalter 6.2047.030 auf den Magnetprüfer aufstecken.
- 2** Die Titrierzelle 6.1464.320 in den Titriergefäßhalter einsetzen.

3.2.2 Titrierzelle vorbereiten

Adsorberrohr füllen

Vor dem Einrichten der Titrierzelle muss das Adsorberrohr 6.1403.030 mit Molekularsieb 6.2811.000 gefüllt werden. Gehen Sie folgendermassen vor:

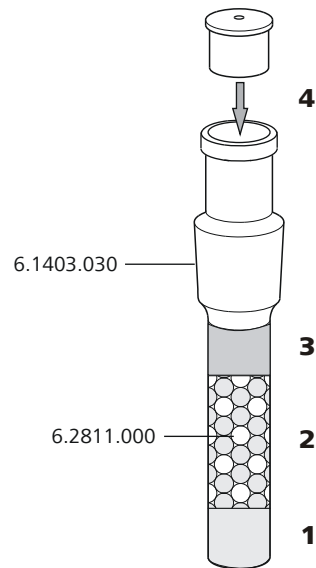


Abbildung 4 Adsorberrohr füllen

- 1** Einen kleinen Wattepfropfen unten in das Adsorberrohr einlegen. Die Watte nicht zu fest stopfen.
- 2** Bis zu $\frac{3}{4}$ der Höhe Molekularsieb einfüllen.
- 3** Einen kleinen Wattepfropfen auf das Molekularsieb legen. Die Watte nicht zu fest stopfen.
- 4** Das Adsorberrohr mit dem zugehörigen Deckel verschliessen.



HINWEIS

Beachten Sie, dass das Molekularsieb in regelmässigen Abständen ausgewechselt werden muss. Jedes Mal, wenn Sie das Adsorberrohr neu mit Molekularsieb füllen, können Sie z. B. das Datum direkt auf das Adsorberrohr schreiben.

Titrierzelle bestücken

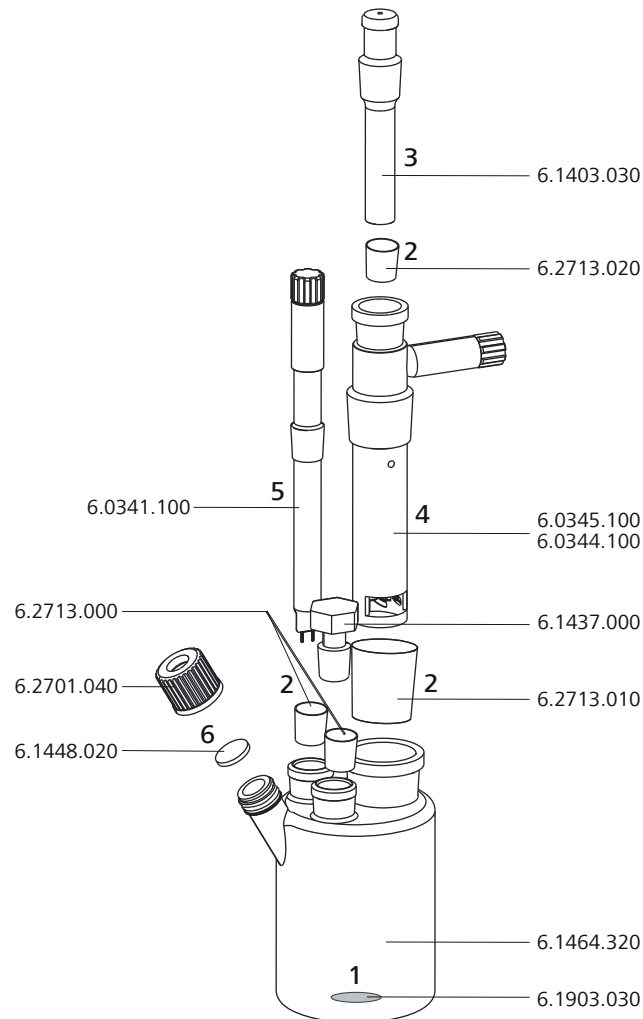


Abbildung 5 Titrierzelle (Coulometrie) bestücken

Bestücken Sie die Titrierzelle wie folgt:

- 1** Das Rührstäbchen 6.1903.030 in die Titrierzelle legen.
- 2** Die Schliffmanschetten 6.2713.0x0 auf die richtige Länge zuschneiden und auf die Schliffe der Einsätze (Elektroden, Adsorberrohr etc.) aufsetzen.
Darauf achten, dass die Kanten der Schliffmanschetten sauber zugeschnitten werden und dass keine Fransen entstehen. Die Schliffmanschetten dürfen am unteren Rand der Schlifföffnung nicht vorstehen.
- 3** Das Adsorberrohr 6.1403.030 in die Generatorelektrode einsetzen.



- 4** Die Generatorelektrode ohne Diaphragma 6.0345.100 oder Generatorelektrode mit Diaphragma 6.0344.100 zusammen mit dem Adsorberrohr in die hintere grosse Schlifföffnung einsetzen.
- 5** Die Indikatorelektrode 6.0341.100 in die linke Schlifföffnung einsetzen.
- 6** Das Septum 6.1448.020 auf die vordere Öffnung der Titrierzelle legen und mit der Schraubkappe 6.2701.040 zuschrauben.
Die Schraubkappe nur so stark anziehen, dass es dicht ist. Das Septum darf sich nicht durchbiegen.

Titrierzelle füllen (Generatorelektrode mit Diaphragma)

Wenn Sie eine Generatorelektrode mit Diaphragma verwenden, gehen Sie folgendermassen vor:

- 1** Ca. 5 mL Katholyt in die Generatorelektrode einfüllen.
- 2** Ca. 100 mL Anolyt mit Hilfe des Trichters 6.2738.000 in die Titrierzelle einfüllen. Das Niveau des Anolyten sollte etwa 1 bis 2 mm über dem Niveau des Katholyten sein.
- 3** Die letzte Schlifföffnung rechts mit dem Schliffstopfen 6.1437.000 (mit aufgesetzter Schliffmanschette) schliessen.

Titrierzelle füllen (Generatorelektrode ohne Diaphragma)

Wenn Sie eine Generatorelektrode ohne Diaphragma verwenden, gehen Sie folgendermassen vor:

- 1** Ca. 100 mL Reagenz mit Hilfe des Trichters 6.2738.000 in die Titrierzelle einfüllen.
- 2** Die letzte Schlifföffnung rechts mit dem Schliffstopfen 6.1437.000 (mit aufgesetzter Schliffmanschette) schliessen.

3.2.3 Zugabe- und Absaugrohr montieren (Verwendung mit Ti Stand)

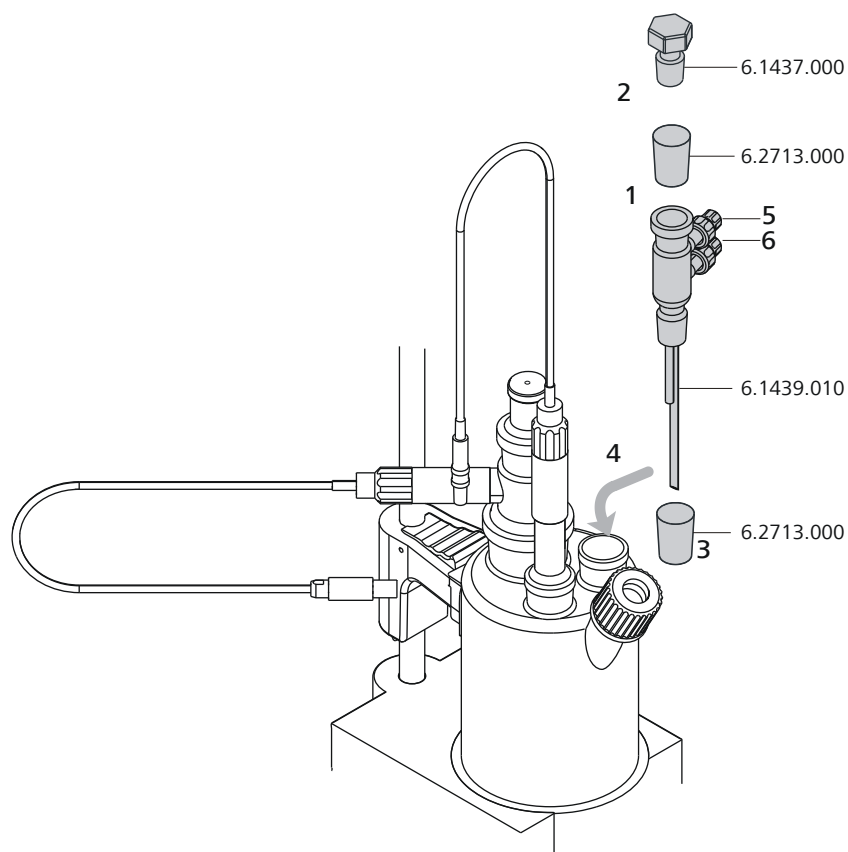


Abbildung 6 Zugabe- und Absaugrohr montieren

Setzen Sie das Zugabe- und Absaugrohr wie folgt in die Titrierzelle ein:

- 1** Die zugeschnittene Schliffmanschette 6.2713.000 auf den Schliff des Stopfens 6.1437.000 aufsetzen.
- 2** Den Stopfen in das Zugabe- und Absaugrohr 6.1439.010 einsetzen.
- 3** Die zugeschnittene Schliffmanschette 6.2713.000 auf den Schliff des Zugabe- und Absaugrohres aufsetzen.
- 4** Alles zusammen in die Schlifföffnung einsetzen.
- 5** Am oberen Anschluss des Zugabe- und Absaugrohres (5) den Schlauch für die Reagenzzugabe anschliessen.
- 6** Am unteren Anschluss des Zugabe- und Absaugrohres (6) den Schlauch für das Absaugen der Titrierzelle anschliessen.



Details dazu, wie Sie den Zugabeschlauch und den Absaugschlauch anschliessen, finden Sie im Handbuch zum *803 Ti Stand*.

3.2.4 Titrierzelle mit Karl-Fischer-Ofen verwenden

Wenn Proben ihr Wasser nur langsam oder erst bei höheren Temperaturen abgeben, wird die Ofenmethode angewandt. Die Probe wird in einem KF-Ofen (z. B. *860 KF Thermoprep*) erhitzt und das freigesetzte Wasser mit einem Trägergas in die Titrierzelle geleitet. Im Kapitel 9.5, *Seite 99* finden Sie empfohlene Parametereinstellungen für Bestimmungen mit einem Karl-Fischer-Ofen.

Eine ausführliche Beschreibung des Aufbaus der Titrierzelle mit KF-Ofen finden Sie im entsprechenden Handbuch.

3.2.5 Titrierzelle mit Probenwechsler verwenden

Bei einer grossen Probenanzahl kann die Bestimmung des Wassergehaltes mit Hilfe eines Probenwechslers mit Ofenmodul (z. B. *885 Compact Oven SC*) automatisiert werden. Im Kapitel 9.5, *Seite 99* finden Sie empfohlene Parametereinstellungen für Bestimmungen mit einem Karl-Fischer-Ofen.

Eine ausführliche Beschreibung des Aufbaus der Titrierzelle mit dem Probenwechsler finden Sie im entsprechenden Handbuch.

3.3 Coulometer an Stromversorgung anschliessen

Sie können das 899 Coulometer auf zwei Arten mit Strom versorgen:

- Coulometer mit Hilfe des mitgelieferten Netzteiles direkt an das Stromnetz anschliessen.
- Coulometer an Power Box 6.2164.500 anschliessen, wenn kein stabiles Stromnetz zur Verfügung steht.

3.3.1 Netzteil anschliessen

Das 899 Coulometer besitzt ein externes Netzteil zur 24-V-Spannungsversorgung (DC). Dieses wird mit der Netzanschluss-Buchse des Coulometers verbunden.



WARNUNG

Eine falsche Netzspannung kann das Gerät beschädigen.

Betreiben Sie das Gerät nur mit der dafür spezifizierten Netzspannung. Verwenden Sie dazu ausschliesslich das mitgelieferte Netzteil.

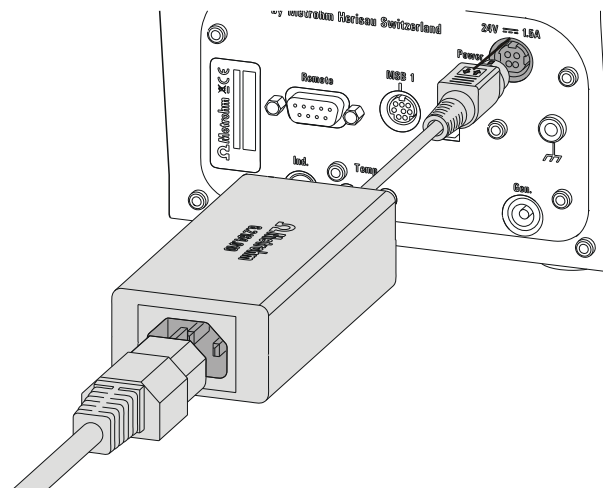


Abbildung 7 Netzteil anschliessen

Gehen Sie folgendermassen vor:

- 1 Den Stecker des externen Netzteiles mit der Netzanschluss-Buchse (2-7) des Coulometers verbinden.



HINWEIS

Der Stecker des Netzteiles ist mit einer Zugsicherung vor dem versehentlichen Ausziehen des Kabels geschützt. Wenn Sie den Stecker ausziehen, müssen Sie die äussere Steckerhülse zuerst zurückziehen.

- 2 Das Netzkabel mit dem externen Netzteil des Coulometers und dem Stromnetz verbinden.



VORSICHT

Schalten Sie das 899 Coulometer durch Drücken der roten Taste **[STOP]** ordnungsgemäss aus, bevor Sie die Stromzufuhr unterbrechen. Sonst besteht die Gefahr, dass Daten verloren gehen.

3.3.2 Power Box anschliessen

Alternativ zur Stromversorgung via Stromnetz besteht die Möglichkeit, das 899 Coulometer über die Power Box 6.2164.500 mit Strom zu versorgen. Damit können Sie das Gerät auch in Umgebungen verwenden, in welchen kein stabiles Stromnetz zur Verfügung steht. Details zur Power Box finden Sie im entsprechenden Handbuch.

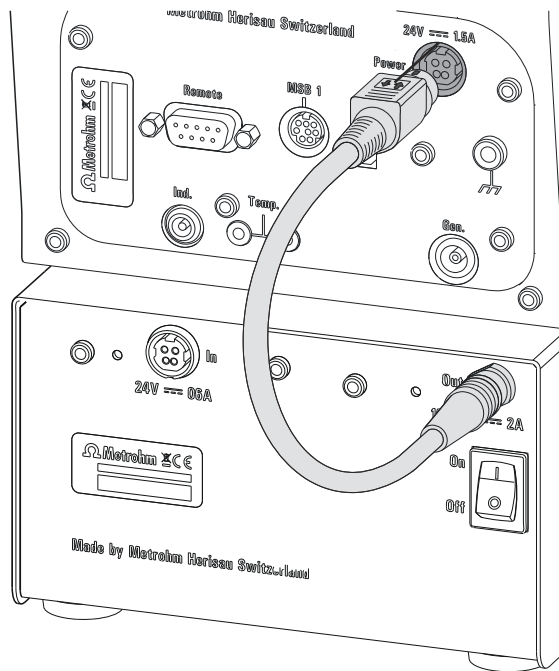


Abbildung 8 Power Box anschliessen

Gehen Sie folgendermassen vor:

- 1 Den Stecker der Power Box mit der Netzanschluss-Buchse (2-7) des Coulometers verbinden.



HINWEIS

Der Stecker der Power Box ist mit einer Zugsicherung vor dem versehentlichen Ausziehen des Kabels geschützt. Wenn Sie den Stecker ausziehen, müssen Sie die äussere Steckerhülse zuerst zurückziehen.



VORSICHT

Schalten Sie das 899 Coulometer durch Drücken der roten Taste **[STOP]** ordnungsgemäss aus, bevor Sie die Verbindung mit der Power Box unterbrechen. Sonst besteht die Gefahr, dass Daten verloren gehen.

3.4 Sensoren anschliessen

Das Messinterface umfasst folgende Messeingänge:

- **Gen.** für eine Generatorelektrode
- **Ind.** für eine Doppel-Pt-Elektrode
- **Temp.** für einen Temperaturfühler des Typs Pt1000



VORSICHT

Vermeiden Sie unbedingt eine Verwechslung der Elektrodenkabel von Indikatorelektrode und Generatorelektrode. Bringen Sie an den Schraubköpfen der Kabel entsprechende Markierungen an.

3.4.1 Generatorelektrode anschliessen

Elektrodenkabel an Generatorelektrode anschrauben

- 1 Den Deckel der Generatorelektrode abschrauben.

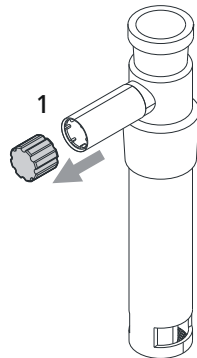


Abbildung 9 Deckel von Generatorelektrode abschrauben

- 2 Das Elektrodenkabel 6.2104.120 auf der Generatorelektrode festschrauben.

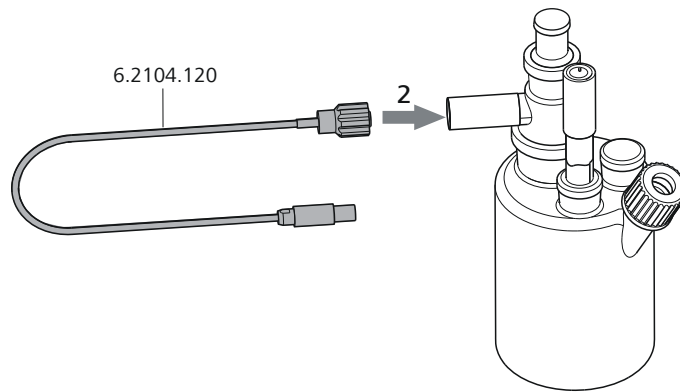


Abbildung 10 Elektrodenkabel an Generatorelektrode anschrauben

Elektrodenkabel an Coulometer anschliessen

- 1 Den Stecker der Elektrode in die Buchse **Gen.** des Coulometers stecken.

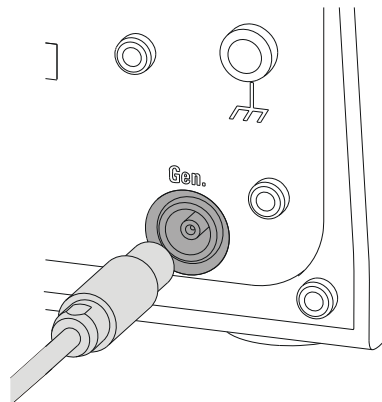


Abbildung 11 Generatorelektrode anschliessen



HINWEIS

Das Elektrodenkabel ist mit einer Zugsicherung vor dem versehentlichen Ausziehen des Kabels geschützt. Wenn Sie den Stecker wieder ausziehen, müssen Sie die äussere Steckerhülse zurückziehen.

3.4.2 Indikatorelektrode anschliessen

Elektrodenkabel an Indikatorelektrode anschrauben

- 1 Den Deckel der Indikatorelektrode abschrauben.



HINWEIS

Das Elektrodenkabel ist mit einer Zugsicherung vor dem versehentlichen Ausziehen des Kabels geschützt. Wenn Sie den Stecker wieder ausziehen, müssen Sie die äussere Steckerhülse zurückziehen.

3.4.3 Temperaturfühler anschliessen

Am Anschluss **Temp.** kann ein Temperaturfühler des Typs Pt1000 angeschlossen werden.

Schliessen Sie den Temperaturfühler wie folgt an:

- 1 Die Stecker des Temperaturfühlers in die Buchsen **Temp.** des Coulometers stecken.

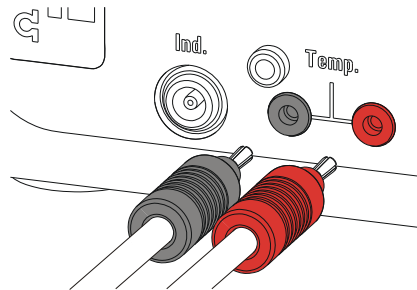


Abbildung 15 Temperaturfühler anschliessen



HINWEIS

Stecken Sie den roten Stecker immer in die rote Buchse. Nur so ist die Abschirmung gegen elektrische Störeinflüsse gewährleistet.

3.5 Zusätzlichen Rührer anschliessen

Anstelle des eingebauten Magnetrührers können Sie die Magnetrührer *801 Stirrer* oder *803 Ti Stand* verwenden.

Gehen Sie folgendermassen vor:

- 1 Das Coulometer ausschalten.
- 2 Das Anschlusskabel des Magnetrührers an MSB 1 an der Rückseite des Coulometers anschliessen.

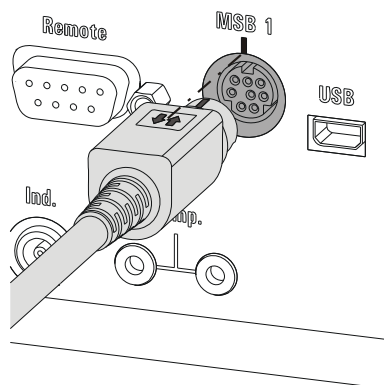


Abbildung 16 Rührer anschliessen



HINWEIS

Stellen Sie sicher, dass die flache Seite des Steckers mit der Markierung an der Buchse übereinstimmt.

- 3 Das Coulometer einschalten.



3.6 Waage anschliessen

Waagen verfügen in der Regel über eine serielle RS-232-Schnittstelle. Um eine Waage anzuschliessen, benötigen Sie eine RS-232/USB Box 6.2148.030.

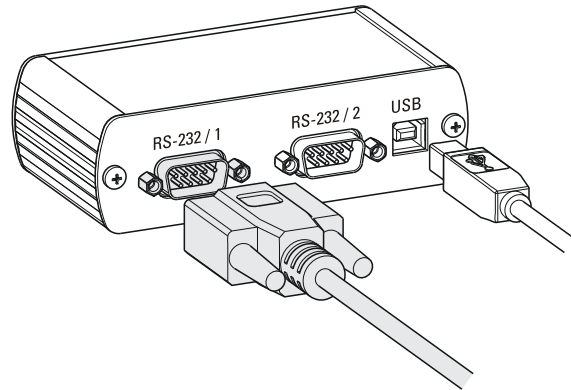


Abbildung 17 Waage anschliessen über RS-232/USB Box

Gehen Sie folgendermassen vor:

- 1 Die RS-232/USB Box mit Verbindungskabel (USB A - USB B) 6.2151.020 am USB (OTG)-Anschluss des Coulometers anschliessen. Sie können die RS-232/USB Box entweder über einen USB-Hub oder über einen Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 (siehe Kapitel 3.7, Seite 24) am Coulometer anschliessen.
- 2 Am Anschluss **RS-232/1** den 9-poligen Stecker des jeweiligen Waagenverbindungskabels anschliessen. Konsultieren Sie die nachfolgende Liste oder kontaktieren Sie den Waagenhersteller, um das richtige Waagenverbindungskabel zu finden.



HINWEIS

Die Parameter der RS-232-Schnittstellen müssen am 899 Coulometer und an der Waage übereinstimmen (siehe "COM1-Einstellungen bearbeiten", Seite 71). Konsultieren Sie zusätzlich das Handbuch der Waage.

Folgende Tabelle gibt Ihnen eine Übersicht über die Waagen, die Sie mit dem 899 Coulometer zusammen verwenden können und welche Kabel Sie für den Anschluss an die RS-232-Schnittstelle benötigen:

| Waage | Kabel |
|--|--|
| AND ER, FR, FX mit RS-232-Schnittstelle (OP-03) | 6.2125.020 + 6.2125.010 |
| Mettler AB, AG, PR (LC-RS9) | Im Lieferumfang der Waage |
| Mettler AM, PM, PE mit Schnittstelle Option 016 oder Mettler AJ, PJ mit Schnittstelle Option 018 | 6.2146.020 + 6.2125.010 zusätzlich von Mettler: ME 47473 Adapter und entweder ME 42500 Handschalter oder ME 46278 Fusschalter |
| Mettler AT | 6.2146.020 + 6.2125.010 zusätzlich von Mettler: ME 42500 Handschalter oder ME 46278 Fusschalter |
| Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S, XP, XS | 6.2134.120 |
| Mettler AE mit Schnittstelle Option 011 oder 012 | 6.2125.020 + 6.2125.010 zusätzlich von Mettler: ME 42500 Handschalter oder ME 46278 Fusschalter |
| Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus | Kabel AS017-09 von Ohaus |
| Precisa Waagen mit RS-232-C Schnittstelle | 6.2125.080 + 6.2125.010 |
| Sartorius MP8, MC, LA, Genius, Cubis | 6.2134.060 |
| Shimadzu BX, BW | 6.2125.080 + 6.2125.010 |



3.7 Tastatur, Drucker oder andere USB-Geräte anschliessen

Das 899 Coulometer verfügt über einen USB (OTG)-Anschluss. Verwenden Sie den mitgelieferten Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 zum Anschliessen von USB-Geräten.

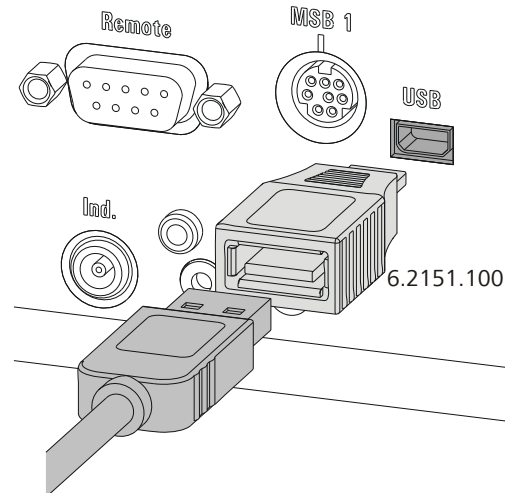


Abbildung 18 USB-Geräte anschliessen



VORSICHT

Schalten Sie das Gerät aus, bevor Sie ein USB-Gerät oder einen USB-Stick einstecken oder ausstecken.

Das 899 Coulometer kann das USB-Gerät nur unmittelbar nach dem Einschalten erkennen.



HINWEIS

Viele USB-Geräte benötigen einen sogenannten USB-Hub, damit sie einwandfrei funktionieren.

Ein USB-Hub ist ein Verteiler, an den mehrere USB-Geräte angeschlossen werden können. USB-Hubs sind im Fachhandel in verschiedenen Variationen erhältlich.

Die numerische USB-Tastatur 6.2147.000 kann neben der Funktion als Tastatur auch als USB-Hub eingesetzt werden. Sie besitzt zwei USB-Anschlüsse. An diese beiden USB-Anschlüsse können Sie jedoch keine PC-Tastatur, keinen Barcodeleser und kein weiteres Keypad mit Zahlenblock anschliessen. Diese Geräte werden als Eingabegeräte erkannt (wie die numerische USB-Tastatur) und diese können nicht in Serie geschaltet werden.

Die nachfolgende Auflistung gibt Ihnen einen Überblick über die verschiedenen USB-Geräte und wie Sie diese am Coulometer anschliessen können.

| USB-Gerät | Anschlussmöglichkeiten |
|---|---|
| USB-Sticks (für die Sicherungskopie oder zum Speichern von Methoden) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Mit USB-Hub ▪ Mit numerischer USB-Tastatur 6.2147.000 |
| Numerische USB-Tastatur 6.2147.000 (zur komfortablen Zahleneingabe und zum Navigieren im Dialog) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Mit USB-Hub |
| RS-232/USB Box 6.2148.030 (zum Anschliessen einer Waage, eines PCs oder zur RS-232-Fernbedienung) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Mit USB-Hub ▪ Mit numerischer USB-Tastatur 6.2147.000 |
| USB-Hub (mit oder ohne eigener Stromversorgung) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 |
| Drucker "Custom Neo's" mit Kabel 6.2151.120 | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Direkt am USB (OTG)-Anschluss des 899 Coulometer |



| USB-Gerät | Anschlussmöglichkeiten |
|--|---|
| Drucker "Custom Neo's" mit Kabel 6.2151.020 | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Mit USB-Hub ▪ Mit numerischer USB-Tastatur 6.2147.000 |
| USB-Drucker mit Verbindungskabel 6.2151.020 | abhängig vom Druckermodell: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit Adapter USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 oder <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit USB-Hub ▪ Mit numerischer USB-Tastatur 6.2147.000 |
| PC-Maus mit USB-Kabel (zum Navigieren im Dialog) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit USB-Hub ▪ Mit numerischer USB-Tastatur 6.2147.000 |
| PC-Tastatur mit USB-Kabel (zur komfortablen Eingabe von Buchstaben und Zahlen) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit USB-Hub |
| Barcodeleser mit USB-Kabel | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit USB-Hub |
| Keypad mit Zahlenblock mit USB-Kabel | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Mit USB-Hub |

Wenn Sie **mehrere unterschiedliche Geräte ohne eigene Stromversorgung** anschliessen wollen, müssen Sie evtl. einen USB-Hub mit eigener Stromversorgung (*self powered*) verwenden. Der USB (OTG)-Anschluss des 899 Coulometer ist nicht für die Speisung mehrerer Geräte mit erhöhtem Strombedarf ausgelegt.

Beachten Sie auch die Hinweise in *Kapitel 9.3, Seite 95*.

Beispiele:

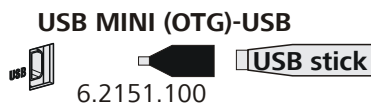


Abbildung 19 USB-Stick anschliessen

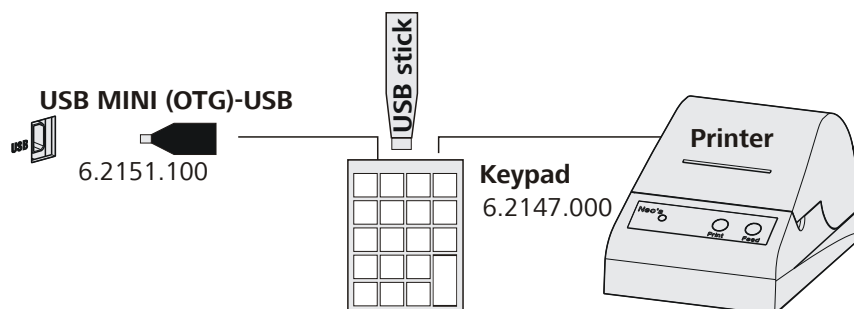


Abbildung 20 USB-Tastatur 6.2147.000 mit USB-Stick und Drucker anschliessen

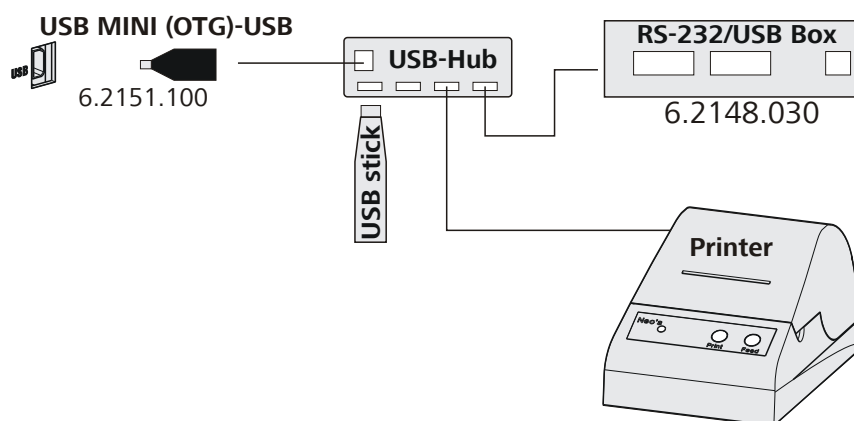


Abbildung 21 USB-Hub mit USB-Stick, Drucker und RS-232/USB Box 6.2148.030 anschliessen

3.8 Probenwechsler an Remote-Anschluss anschliessen

Das 899 Coulometer kann mit Hilfe des Remote-Kabels 6.2141.390 an einen Probenwechsler mit Ofenmodul angeschlossen werden. Damit ist es möglich, das Coulometer in ein Automationssystem zu integrieren.

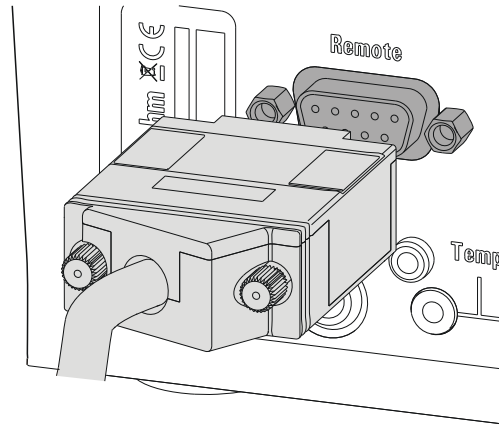


Abbildung 22 Remote-Kabel anschliessen

Details zur Verwendung des Probenwechslers (z. B. 885 Compact Oven SC) finden Sie im entsprechenden Handbuch.

4 Coulometrische Titration

4.1 Prinzip der Coulometrie nach Karl Fischer

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



I_2 reagiert nach obiger Gleichung quantitativ mit H_2O . Diese chemische Gleichung bildet die Grundlage für die Wassergehaltsbestimmung.

Bei der **coulometrischen Karl-Fischer-Titration** wird das benötigte Iod direkt im iodidhaltigen Elektrolyten auf elektrochemischem Weg erzeugt ("elektronische Bürette"). 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 die coulometrische Karl-Fischer-Methode eine **Absolutbestimmung** ist, muss kein Titer bestimmt werden. Es muss nur sichergestellt sein, dass die Reaktion, welche das Iod erzeugt, mit 100 % Stromausbeute abläuft. Alle heute erhältlichen Reagenzien stellen dies sicher.

Die Endpunktindikation erfolgt voltametrisch, indem einer Doppel-Pt-Elektrode ein Wechselstrom konstanter Stärke aufgeprägt wird. Dadurch entsteht zwischen den Pt-Drähten eine Spannungsdifferenz. Diese nimmt drastisch ab, sobald geringste Mengen freien Iods vorhanden sind. Dieser Umstand wird zur Ermittlung des Endpunktes der Titration verwendet.

- 6 Den Kolben der Spritze bis zum Ende hochziehen und die Spritze etwas schwenken.
Das Innere der Spritze wird mit dem Wasserstandard gespült und von Wasserkontamination befreit.
- 7 Den gebrauchten Wasserstandard in eine Abfallflasche werfen.
- 8 Den Rest des Wasserstandards in die Spritze aufziehen, möglichst ohne Luft anzusaugen.
- 9 Eventuell in der Spritze vorhandene Luftblasen austossen.
- 10 Die Nadel mit einem fusselfreien Papiertuch abwischen und mit der dazugehörigen Kappe abdecken.
- 11 Die Spritze auf die Waage stellen und **[TARA]** drücken.
- 12 Sobald die Drift am 899 Coulometer stabil ist, die Spritze in die Hand nehmen, **[START]** drücken und ca. 1 mL des Wasserstandards durch das Septum injizieren.
Hier bestehen zwei Möglichkeiten:
- Variante 1:
Den Wasserstandard injizieren, ohne die Nadel in die Reagenzflüssigkeit einzutauchen. Wenn noch ein kleiner Tropfen am Ende der Nadel hängt, muss er zurückgesaugt werden, bevor man die Nadel aus dem Septum herauszieht.
Der Wasserstandard sollte nicht auf die Elektrode oder an die Wand der Titrierzelle gespritzt werden.
 - Variante 2:
Den Wasserstandard direkt unter die Oberfläche der Reagenzflüssigkeit injizieren.
Achten Sie darauf, dass Sie keine Flüssigkeit ansaugen, wenn Sie die Spritze aus der Reagenzflüssigkeit zurückziehen.
- 13 Die Spritze mit der gleichen Kappe schliessen und zurück auf die Waage stellen.
- 14 Den angezeigten Wert von der Waage ablesen und am Coulometer als Probeneinmass eingeben.
Wenn Sie eine Waage am Coulometer angeschlossen haben, können Sie das Probeneinmass direkt von der Waage senden.



- 15** Sobald die Bestimmung beendet und die Titrierzelle wieder konditioniert (Drift stabil) ist, kann die nächste Bestimmung gestartet werden.

4.3 Probenzugabe

Dieses Kapitel enthält einige Hinweise für die Probenzugabe. Eine vollständige Behandlung dieses Themas ist hier nicht möglich. In der Literatur der Reagenzhersteller und in folgenden **Metrohm Application Bulletins** finden Sie weitere Hinweise:

| <i>Bulletin Nr.</i> | Titel |
|---------------------|--|
| <i>Nr. 142</i> | Wassergehaltsbestimmung nach Karl Fischer in nicht explosiven Gasen |
| <i>Nr. 145</i> | Bestimmung kleiner Wassergehalte in Kunststoffen nach der KF-Ofenmethode |
| <i>Nr. 209</i> | Coulometrische Wassergehaltsbestimmungen nach Karl Fischer in Isolierölen, Kohlenwasserstoffen und deren Produkten |

4.3.1 Grösse der Probeneinmasse

Die Probeneinwaage sollte klein sein, damit man möglichst viele Proben in der gleichen Elektrolytlösung titrieren kann und damit die Titrationszeit kurz ist. Achten Sie aber darauf, dass die Probe mindestens 50 µg H₂O enthält. Einen Anhaltspunkt für das Probeneinmass gibt die folgende Tabelle.

Tabelle 2 Empfohlene Probeneinmasse

| Wassergehalt der Probe | Probeneinmasse | Resultierender Wassergehalt |
|------------------------|----------------|-----------------------------|
| 10000 ppm = 1 % | 10 mg...100 mg | 100 µg...1000 µg |
| 1000 ppm = 0.1 % | 100 mg...1 g | 100 µg...1000 µg |
| 100 ppm = 0.01 % | 1 g | 100 µg |
| 10 ppm = 0.001 % | 5 g | 50 µg |

4.3.2 Arbeiten mit flüssigen Proben

Flüssige Proben werden mit einer Spritze zugegeben. Die Proben können auf zwei Arten eingespritzt werden:

- Man nimmt eine Spritze mit langer Nadel, die man während des Injizierens in das Reagenz eintaucht.
- Man nimmt eine Spritze mit kurzer Nadel und saugt den letzten Tropfen wieder in die Nadel zurück.

Die eingespritzte Probenmenge bestimmen Sie am besten, indem Sie die Probe rückwägen.

Für **Spurenbestimmungen und Validierungen** sollten Sie Glasspritzen verwenden. Wir empfehlen, diese von einem speziellen Spritzenhersteller zu beziehen.

Leicht flüchtige oder niedrigviskose Proben sollten vor der Probenahme gekühlt werden. Dadurch werden Verluste während des Arbeitens vermieden. Die Spritze darf jedoch nicht direkt gekühlt werden, da sich dabei Kondenswasser bilden kann. Aus dem gleichen Grund darf keine Luft in eine Spritze aufgesogen werden, in die zuvor eine gekühlte Probe aufgezogen wurde.

Hochviskose Proben können durch Erwärmen dünnflüssiger gemacht werden. Die Spritze muss dabei ebenfalls erwärmt werden. Das gleiche Ziel kann auch durch Verdünnen mit einem geeigneten Lösungsmittel erreicht werden. In diesem Fall muss der Wassergehalt des Lösungsmittels bestimmt und als Blindwert abgezogen werden.

Pasten und Fette können mit einer Spritze ohne Nadel in die Titrierzelle gebracht werden. Sie können dazu die Schlifföffnung benutzen. Wenn Sie zusätzlich noch absaugen wollen, können Sie die Öffnung mit dem Septumstopfen benutzen. Die Probenmenge bestimmen Sie am besten, indem Sie die Probe rückwägen.

Wenn Proben nur **Spuren von Wasser** enthalten, muss die Spritze gut vorgetrocknet werden. Nach Möglichkeit soll die Spritze mit der Probenlösung gespült werden, indem man mehrere Male Lösung aufzieht und verwirft.

4.3.3 Arbeiten mit festen Proben

Wenn möglich werden feste Proben in einem geeigneten Lösungsmittel extrahiert oder gelöst. Die resultierende Lösung wird eingespritzt, wobei eine Blindwertkorrektur für das Lösungsmittel vorgenommen werden muss.

Wenn für eine feste Probe kein geeignetes Lösungsmittel gefunden werden kann, oder wenn die Probe mit dem Karl-Fischer-Reagenz reagiert, sollte ein Karl-Fischer-Ofen verwendet werden.

Wenn feste Proben direkt in die Titrierzelle gegeben werden, soll die Generatorelektrode ohne Diaphragma verwendet werden. Die Proben können durch die Schlifföffnung oder durch die seitliche Öffnung zugegeben werden. Dabei sollten Sie darauf achten, dass

- die Probe ihre Feuchtigkeit komplett abgibt.
- keine Nebenreaktion mit dem Karl-Fischer-Reagenz stattfindet.
- die Oberflächen der Elektroden nicht von der Probensubstanz bedeckt werden (unvollständige KF-Reaktion).
- das Pt-Netz der Generatorelektrode nicht beschädigt wird.



- die Pt-Drähte der Indikatorelektrode nicht beschädigt werden.

4.4 Optimale Arbeitsbedingungen

4.4.1 Allgemeines

Wenn eine gut vorgetrocknete Titrierzelle mit einer Generatorelektrode ohne Diaphragma in Betrieb genommen wird, ist die Grunddrift innerhalb von ca. 30 Minuten erreicht. Es empfiehlt sich, die Titrierzelle in dieser Zeit mehrmals vorsichtig zu schütteln.

Bei Generatorelektroden mit Diaphragma sollten Sie mit einer Vorbereitungszeit von ca. 2 Stunden rechnen.

Für präzise Bestimmungen von Wassermengen unter 100 µg kann es ebenfalls vorteilhaft sein, die Titrierzelle vor dem Einsatz über Nacht zu konditionieren.

Wenn das Coulometer bei eingefüllter Titrierzelle längere Zeit ausgeschaltet wird, vergeht nach dem Wiedereinschalten einige Zeit, bis sie wieder konditioniert ist.

Bei Dauerbetrieb sollte das Coulometer über Nacht nicht abgestellt werden.

4.4.2 Drift

Eine konstante Drift im Bereich von ≤ 4 µg/min ist in Ordnung. Tiefere Werte sind jedoch durchaus möglich. Wenn höhere, stabile Werte auftreten, sind die Resultate in der Regel immer noch gut, da die Drift kompensiert werden kann.

Eine hoch bleibende Drift kann durch wasserhaltige Depots an unzugänglichen Stellen der Titrierzelle verursacht werden. In diesen Fällen wird durch Schütteln der Zelle ein Absinken des Wertes erzielt. Achten Sie darauf, dass sich in der Titrierzelle keine Tropfen oberhalb des Flüssigkeitsniveaus bilden.

Wenn Sie mit einer Generatorelektrode mit Diaphragma arbeiten, schütteln Sie die Zelle nur so stark, dass sich Katholyt und Anolyt nicht miteinander vermischen. Wenn auch nach dem Schütteln der Zelle die Drift über längere Zeit zu hoch bleibt, sollten die Elektrolytlösungen ersetzt werden. Der Katholyt sollte einmal pro Woche ersetzt werden.

Ein nasser Katholyt kann ein anderer Grund für die zu hohe Drift sein. Der nasse Katholyt kann mit einem KF-Einkomponentenreagenz getrocknet werden.

Wenn Sie mit einem Karl-Fischer-Ofen arbeiten, ist eine Drift ≤ 10 µg/min in Ordnung. Die Drift ist abhängig vom Gasfluss (je kleiner der Gasfluss, desto tiefer die Drift) und von der Luftfeuchtigkeit der Umgebung.

4.4.3 Reagenzwechsel

Die Elektrolytlösungen müssen in den folgenden Fällen ausgewechselt werden:

- Die Titrierzelle ist zu voll.
- Die Kapazität des KF-Reagenzes ist erschöpft.
- Die Drift ist zu hoch, und durch Schütteln der Titrierzelle kann keine Verbesserung erreicht werden.
- In der Titrierzelle bildet sich ein Zweiphasengemisch; in diesem Fall kann auch nur die Probenphase abgesaugt werden.

Verbrauchte Elektrolytlösung entfernen Sie am besten durch Absaugen. Dazu können Sie z. B. einen *803 Ti Stand* mit eingebauter Membranpumpe verwenden. Der Vorteil ist, dass die Titrierzelle nicht auseinandergenommen werden muss.

Bei starker Kontamination kann die Titrierzelle mit einem geeigneten Lösungsmittel gespült werden, das ebenfalls abgesaugt wird.

Bei der Generatorelektrode mit Diaphragma sollte der Katholyt einmal pro Woche ersetzt werden. Längerer Gebrauch kann Schwarzfärbungen und gelbe Niederschläge im Kathodenraum verursachen. Ein unangenehmer Geruch ist ebenfalls ein Zeichen von zu langem Gebrauch des Katholyten.

4.4.4 Indikatorelektrode

Eine neue Indikatorelektrode kann eine gewisse Einlaufzeit zur Formierung der Oberfläche benötigen. Dabei können ungewöhnlich lange Titrationszeiten und zu hohe Messergebnisse auftreten. Diese Phänomene verschwinden aber nach kurzer Gebrauchszeit. Um die Einstellung einer neuen Indikatorelektrode zu fördern, kann das 899 Coulometer z. B. über Nacht konditionieren.

Eine verschmutzte Indikatorelektrode kann mit einem Scheuermittel (Poliersatz 6.2802.000 oder Zahnpasta) sorgfältig gereinigt werden. Nach der Reinigung mit Ethanol spülen.

Die beiden Pt-Drähte der Indikatorelektrode sollten möglichst parallel zueinander verlaufen. Prüfen Sie die Pt-Drähte, bevor Sie die Elektrode einsetzen.

5.2 Grundlagen der Bedienung

5.2.1 Das Tastenfeld

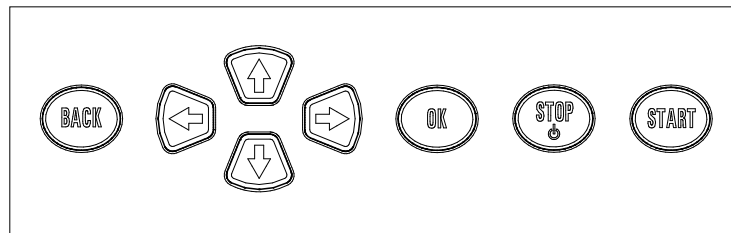
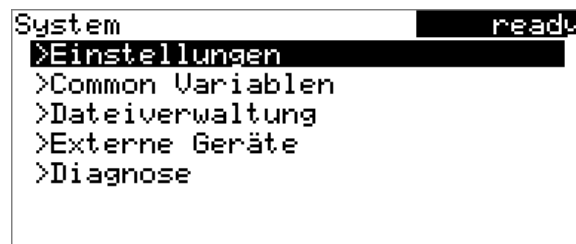


Abbildung 23 Tastenfeld 899 Coulometer

| | |
|--------------|--|
| BACK | Die Eingabe übernehmen und den Dialog verlassen. |
| ↑ ↓ | Den Auswahlbalken um eine Zeile nach oben oder nach unten bewegen. Im Texteditor das einzugebende Zeichen auswählen. |
| ← → | Im Text- und Zahleneditor das einzugebende Zeichen auswählen. In der Funktionsleiste die einzelnen Funktionen auswählen. |
| OK | Die Auswahl bestätigen. |
| STOP | Laufende Methodenabläufe und manuelle Funktionen stoppen. Gerät einschalten oder ausschalten. |
| START | Methodenabläufe oder manuelle Funktionen starten. |

5.2.2 Aufbau der Dialogfenster



In der Titelleiste wird auf der linken Seite der Titel des aktuellen Dialoges angezeigt. In der rechten oberen Ecke wird der aktuelle Status des Systems angezeigt:

| | |
|------------------|---------------------------------------|
| ready | Das Gerät ist im Grundzustand. |
| cond.busy | Das Arbeitsmedium wird konditioniert. |
| cond.ok | Das Arbeitsmedium ist konditioniert. |



busy Eine Methode wurde gestartet.

hold Eine Methode wurde angehalten.

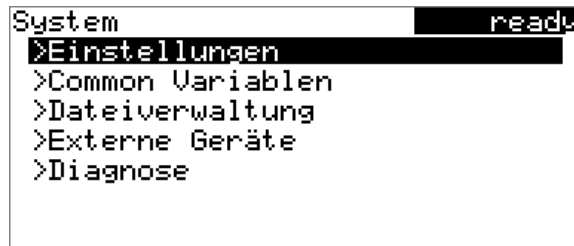
Einzelne Dialoge besitzen auf der untersten Zeile eine sogenannte Funktionsleiste. Die darin enthaltenen Funktionen können Sie mit den Pfeiltasten [←] oder [→] auswählen und mit **[OK]** ausführen.



5.2.3 Navigieren im Dialog

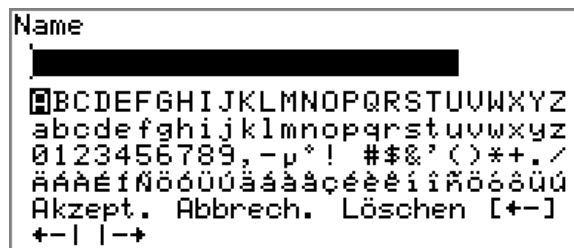
Der Auswahlbalken wird invers dargestellt. Mit den Pfeiltasten [↑] und [↓] bewegen Sie den Auswahlbalken zeilenweise nach oben oder unten. Wenn ein Dialogtext mit ">" markiert ist, sind weitere Einstellungen in einem untergeordneten Dialog vorhanden. Mit **[OK]** gelangen Sie in diesen Dialog.

Beispiel: Systemeinstellungen



Mit der Taste **[BACK]** gelangen Sie wieder auf die nächsthöhere Ebene.

5.2.4 Eingabe von Text und Zahlen



Im Editierdialog für Texteingabe oder Zahleneingabe wählen Sie die einzelnen Zeichen mit den Pfeiltasten aus. Mit **[OK]** übernehmen Sie das Zeichen in das Eingabefeld. Folgende Funktionen stehen Ihnen dabei zur Verfügung:

| Editierfunktion | Beschreibung |
|-----------------|--|
| Akzept. | Die Änderung wird übernommen und der Editierdialog wird verlassen. |
| Abbrech. | Der Editierdialog wird verlassen, ohne die Änderung zu übernehmen. |
| Löschen | Der Inhalt des Eingabefeldes wird komplett gelöscht. |
| [+-] | Das Zeichen vor dem Cursor wird gelöscht (Rücktaste). |
| +- | nur Texteditor Der Cursor innerhalb des Eingabefeldes wird durch Drücken von [OK] jeweils um ein Zeichen nach links verschoben. |
| -> | nur Texteditor Der Cursor innerhalb des Eingabefeldes wird durch Drücken von [OK] jeweils um ein Zeichen nach rechts verschoben. |
| [BACK] | Die Änderung wird übernommen und der Editierdialog wird verlassen. |

Die Taste **[BACK]** besitzt dieselbe Funktion wie **Akzept.**

Zur Erleichterung der Texteingabe und Zahleneingabe kann eine handelsübliche USB-Tastatur angeschlossen werden. Die Tastenbelegung auf der PC-Tastatur ist in *Kapitel 9.3.2, Seite 96* beschrieben.

5.2.5 Auswahl aus einer Auswahlliste

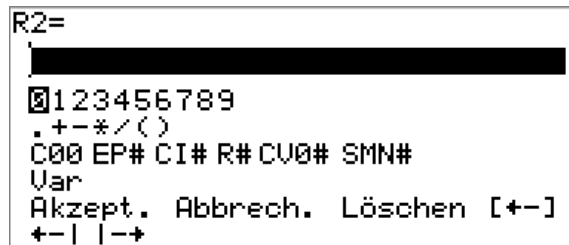


Bei Auswahllisten wählen Sie die einzelnen Einträge mit den Pfeiltasten **[↑]** und **[↓]** aus. Mit **[OK]** oder **[BACK]** übernehmen Sie den Eintrag.



5.3 Formeleditor

Mit dem Formeleditor werden die Formeln für die Berechnungen eingegeben. Der Formeleditor verfügt über einen automatischen Syntaxcheck. Dieser wird ausgelöst, sobald eine Formel übernommen wird. Für die Rechenoperationen gelten die allgemein gültigen Prioritätsregeln.



| Variable | Beschreibung |
|----------|---|
| C00 | Probeneinmass |
| EP# | Wassermenge am Endpunkt EP# (# = 1...9) |
| CI# | Probenidentifikation (# = 1...2) |
| R# | Resultat (# = 1...5) |
| CV0# | Common Variable (# = 1...5) |
| SMN# | Mittelwert von Resultat R# (# = 1...5) |
| Var | Liste mit weiteren Variablen (<i>siehe "Variablen", Seite 40</i>) |

"#" steht für eine Laufnummer, die Sie manuell eingeben müssen. Beispiel: Wenn Sie die Variable **EP#** in die Formel übernehmen, wird nur **EP** eingetragen. Die Zahl müssen Sie noch hinzufügen.

Die Bedeutungen der Editierfunktionen sind in *Kapitel 5.2.4, Seite 38* erklärt.

Variablen

Durch Drücken von **Var** wird eine Liste mit weiteren Variablen angezeigt. Diese Variablen können Sie entweder direkt in der Formel eingeben oder aus dieser Liste auswählen und mit **[OK]** übernehmen.

| Variable | Beschreibung |
|----------|---|
| MCQ | Endmenge, d. h. totale Menge an entferntem Wasser am Ende der Titration (in µg) |
| MCD | Dauer der gesamten Titration |
| MDC | Drift für Driftkorrektur |

| Variable | Beschreibung |
|----------|---|
| DDC | Zeit für Driftkorrektur |
| MIM | Initialmesswert, d. h. Messwert vor dem Abarbeiten der Startbedingungen |
| MIT | Initialtemperatur, d. h. Temperatur vor dem Abarbeiten der Startbedingungen |
| MCM | Endmesswert |
| MCT | Endtemperatur |
| DD | Dauer der gesamten Bestimmung |

5.4 Methoden

5.4.1 Methodenvorlagen

Das 899 Coulometer enthält Methodenvorlagen, die bis auf wenige Parameter bereits konfiguriert sind.

Folgende Methodenvorlagen stehen zur Auswahl:

| | |
|------------------|---|
| KFC | Coulometrische Karl-Fischer-Titration. Bei der Berechnung wird der Blindwert nicht berücksichtigt. |
| KFC-Blank | Coulometrische Karl-Fischer-Titration mit Abzug des Blindwertes. |
| Blank | Coulometrische Blindwertbestimmung. |

Die Methodenvorlagen unterscheiden sich nur in den Berechnungsformeln.

5.4.2 Methodenvorlage laden

Gehen Sie wie folgt vor, um eine Methodenvorlage zu laden:

1 Methodenvorlagen öffnen

- Im Hauptdialog **Methode** auswählen und **[OK]** drücken.

Die Methodentabelle mit den gespeicherten Methoden wird geöffnet:

2 In der Funktionsleiste **Neu** auswählen und **[OK]** drücken.

Die Liste mit den Methodenvorlagen wird geöffnet:

2 Methodenname ändern/übernehmen

- In der Funktionsleiste **Speichern** auswählen und **[OK]** drücken. Als Methodenname wird der Name der Methodenvorlage vorgeschlagen (z. B. **KFC-Blank**). Wenn die Methode schon einmal gespeichert wurde, wird der bereits verwendete Methodenname angezeigt:

| | |
|-------------------|--------|
| Methode speichern | read4 |
| Name | Me2115 |

Name übernehmen:

- **[BACK]** drücken.

Die Methode wird gespeichert und die Methodentabelle angezeigt.

Neuen Namen eingeben:

- **[OK]** drücken.
Der Texteditor wird geöffnet.
- Einen Methodennamen eingeben (max. 12 Zeichen) und mit **Akzept.** oder **[BACK]** übernehmen.
- **[BACK]** drücken.

Die Methode wird gespeichert und die Methodentabelle angezeigt.

5.4.4 Methode exportieren

Methoden können auf einen angeschlossenen USB-Stick exportiert werden.



HINWEIS

Diese Funktion ist nur möglich, wenn ein USB-Stick als externes Speichermedium angeschlossen ist.

Gehen Sie wie folgt vor, um eine Methode zu exportieren:

1 Methodentabelle öffnen

- Im Hauptdialog **Methode** auswählen und **[OK]** drücken.

Die Methodentabelle mit den gespeicherten Methoden wird geöffnet:

Anzahl Autostarts

Dieser Parameter ist nur bei **Autostart = ein** sichtbar.

Anzahl automatischer Starts.

| | |
|----------------|----------------|
| Eingabebereich | 1...50 |
| Auswahl | Tabelle |
| Standardwert | Tabelle |

Tabelle

Die Anzahl der automatischen Starts entspricht der Anzahl Proben in der Probentabelle.

5.6 Probendaten

Die Probendaten (Identifikation, Probeneinmass etc.) können Sie auf unterschiedliche Art und Weise eingeben:

- Direkt im Hauptdialog.
- Verwenden der Probentabelle. Dies ist insbesondere bei Probenserien sinnvoll. Die Probentabelle ist eine Tabelle, in der die Probendaten für bis zu 99 Proben eingegeben werden können (*siehe Kapitel 5.7, Seite 47*).
- Automatische Abfrage unmittelbar nach dem Start der Bestimmung (*siehe Kapitel 5.6.2, Seite 46*).

Das Probeneinmass und die Einheit können Sie in allen Fällen auch von einer angeschlossenen Waage aus senden. Bei einigen Waagen können zusätzlich die Probenidentifikationen und die Methode gesendet werden (*siehe Kapitel 9.2, Seite 94*).

5.6.1 Probendaten im Hauptdialog eingeben

Für eine Probe können Sie die Probendaten direkt im Hauptdialog eingeben, auch während die Bestimmung läuft (*siehe Kapitel 5.9, Seite 54*).

| | |
|---------------|-------|
| >Menü | ready |
| Methode | KFC |
| ID1 | |
| ID2 | |
| Probeneinmass | 1.0 |
| Einheit | g |

ID1

Probenidentifikation. Die Probenidentifikation kann als Variable **C11** in Berechnungen verwendet werden.



| | |
|--------------|------------------------|
| Eingabe | max. 10 Zeichen |
| Standardwert | leer |

ID2

Probenidentifikation. Die Probenidentifikation kann als Variable **CI2** in Berechnungen verwendet werden.

| | |
|--------------|------------------------|
| Eingabe | max. 10 Zeichen |
| Standardwert | leer |

Probeneinmass

Probeneinmass. Der Wert des Probeneinmasses kann als Variable **C00** in Berechnungen verwendet werden.

| | |
|----------------|--------------------------------|
| Eingabebereich | -999999999...9999999999 |
| Standardwert | 1.0 |

Einheit

Einheit des Probeneinmasses.

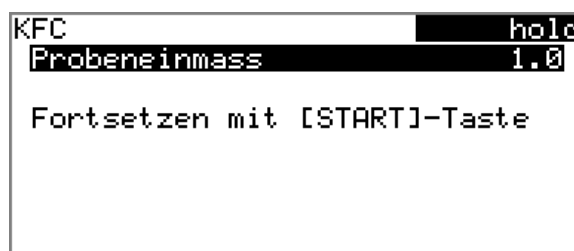
| | |
|--------------|--|
| Auswahl | g mg µg mL µL Stück Benutzerdefiniert |
| Standardwert | g |

Benutzerdefiniert

Es kann eine benutzerdefinierte Einheit erstellt werden. Diese wird in die Auswahlliste übernommen. Der bisherige Eintrag wird überschrieben, sobald eine neue Einheit definiert wird.

5.6.2 Probandaten bei Bestimmungsstart abfragen

Damit die Probandateneingabe nicht vergessen wird, können die Probandaten unmittelbar nach dem Start der Bestimmung automatisch abgefragt werden. Wenn Sie Ihre Proben rückwägen, ist diese automatische Abfrage unerlässlich.



Zu diesem Zweck müssen die entsprechenden Parameter unter **Startbedingungen** aktiviert werden. Wenn der Parameter **Pause bei Abfrage** aktiviert ist, wird der Ablauf angehalten und muss nach der Eingabe der Probandaten mit **[START]** fortgesetzt werden. Wenn **Pause bei Abfrage** deaktiviert ist, wird im Hintergrund die Titration gestartet. Dieser Dialog wird so lange angezeigt, bis die Eingabe der Probandaten mit **[START]**

bestätigt wird, selbst wenn die Titration schon beendet ist. So ist sichergestellt, dass die Probandaten für Berechnungen zur Verfügung stehen.

5.7 Probentabelle

5.7.1 Allgemeines

Die Probentabelle ist eine Tabelle, in der die Probandaten für bis zu 99 Proben eingegeben werden können. Die Probandaten können auch eingegeben werden, während eine Bestimmung läuft (*siehe Kapitel 5.9.2, Seite 55*).

Probentabelle aktivieren

Gehen Sie wie folgt vor, um die Probentabelle zu aktivieren (Parameter **Probentabelle = ein**).

1 Hauptmenü öffnen

- Im Hauptdialog **Menü** auswählen und **[OK]** drücken.

```

Menü                                ready
>Manuelle Bedienung
>Resultate
>Parameter
>System
>Steuerung
>Reporte drucken
  
```

2 Steuerungsdialog öffnen

- Den Menüpunkt **Steuerung** auswählen und **[OK]** drücken.

```

Steuerung                            ready
Probentabelle                         aus
Autostart                             aus
  
```

3 Probentabelle aktivieren

- Probentabelle** auswählen und **[OK]** drücken.
- In der Auswahlliste den Eintrag **ein** auswählen und mit **[OK]** übernehmen.
- [BACK]** drücken.

Im Hauptmenü wird der Menüpunkt **Probentabelle** angezeigt:



```

Menü ready
>Manuelle Bedienung
>Resultate
>Parameter
>Probentabelle
>System
>Steuerung
>Reporte drucken

```

Die Probentabelle enthält nummerierte Zeilen. Von jeder Probe werden die Identifikation (**ID1**) und das Probeneinmass angezeigt.

```

Probentabelle ready
1 #8805923 1.0 g
2 #8805824 1.0 g
3 #8805926 1.0 g
4 #8805927 1.0 g
5 ...
Bearbeiten Löschen Einfügen +

```

Bearbeiten

Die Daten der ausgewählten Zeile bearbeiten, siehe nachfolgendes Kapitel.

Löschen

Die ausgewählte Zeile aus der Probentabelle löschen.

Einfügen

Eine neue Zeile vor der ausgewählten Zeile einfügen.

Neu

Die Probentabelle komplett löschen. Diese Funktion ist nur sichtbar, wenn sich das Gerät im Status **ready** befindet.

Speichern

Die Probentabelle speichern. Die Probentabelle wird im internen Gerätespeicher gespeichert.



HINWEIS

Sie können nur eine Probentabelle speichern. Wenn Sie eine Probentabelle speichern, wird eine vorher gespeicherte Probentabelle automatisch überschrieben.

Laden

Die Probentabelle aus dem internen Gerätespeicher laden.

5.7.2 Probendaten bearbeiten

| Probendaten | | ready |
|---------------------|----------|-------|
| Methode | Me4155 | |
| ID1 | #8805923 | |
| ID2 | | |
| Probeneinmass | 1.0 | |
| Einheit | g | |
| ←- Zeile 1 von 4 -→ | | |

Zunächst sehen Sie die Zeilennummer der ausgewählten Zeile und die Zeilennummer der letzten datenenthaltenden Zeile. In diesem Beispiel ist die erste Zeile geöffnet und die Probentabelle enthält vier Zeilen.

Mit den Tasten [←] und [→] kann zwischen den einzelnen Datensätzen geblättert werden.

Neue Zeile einfügen

Wenn Sie sich auf der letzten Zeile befinden (in obigem Beispiel also **Zeile 4 von 4**), können Sie durch erneutes Drücken von [→] eine neue Zeile zur Probentabelle hinzufügen. Dabei werden die Probendaten der vorherigen Probe übernommen.

Methode

Methode, die für die Bearbeitung der Probe verwendet wird.

| Auswahl | Auswahl der gespeicherten Methoden leer |
|--------------|---|
| Standardwert | leer |

leer

Die momentan geladene Methode wird verwendet.

ID1

Probenidentifikation. Die Probenidentifikation kann als Variable **C11** in Berechnungen verwendet werden.

| | |
|--------------|-----------------|
| Eingabe | max. 10 Zeichen |
| Standardwert | leer |

ID2

Probenidentifikation. Die Probenidentifikation kann als Variable **C12** in Berechnungen verwendet werden.

| | |
|--------------|-----------------|
| Eingabe | max. 10 Zeichen |
| Standardwert | leer |

Probeneinmass

Probeneinmass. Der Wert des Probeneinmasses kann als Variable **C00** in Berechnungen verwendet werden.



| | |
|----------------|------------------------|
| Eingabebereich | -999999999...999999999 |
| Standardwert | 1.0 |

Einheit

Einheit des Probeneinmasses.

| | |
|--------------|--|
| Auswahl | g mg µg mL µL Stück Benutzerdefiniert |
| Standardwert | g |

Benutzerdefiniert

Es kann eine benutzerdefinierte Einheit erstellt werden. Diese wird in die Auswahlliste übernommen. Der bisherige Eintrag wird überschrieben, sobald eine neue Einheit definiert wird.

5.7.3 Probeneinmass von Waage senden

| Probentabelle | ready |
|-------------------------------|-------|
| 1 #8805923 1.0 g | |
| 2 #8805824 1.0 g | |
| 3 #8805926 1.0 g | |
| 4 #8805927 1.0 g | |
| 5 ... | |
| Bearbeiten Löschen Einfügen + | |

Wenn das Probeneinmass direkt von der Waage gesendet wird, wird es immer in eine neue Zeile am Ende der Probentabelle eingetragen. Es spielt keine Rolle, welche Zeile ausgewählt ist oder ob die Probentabelle überhaupt geöffnet ist. Im obigen Beispiel wird das Probeneinmass in Zeile 5 eingetragen.



HINWEIS

Wenn Sie das Probeneinmass in eine bestimmte Zeile eintragen möchten, müssen Sie den entsprechenden Editierdialog öffnen (d. h. der Dialog **Probendaten** wird angezeigt).

Wenn der Editierdialog für das Probeneinmass geöffnet ist, wird der gesendete Wert ignoriert.

5.8 Bestimmung durchführen

Wenn Sie eine Bestimmung durchführen, können Sie das Probeneinmass auf folgende Arten eingeben:

- Manuell am Gerät eingeben.
- Automatisch von einer angeschlossenen Waage senden. Konsultieren Sie dazu das Handbuch Ihrer Waage.

Gehen Sie wie folgt vor, um eine Bestimmung durchzuführen:

1 Methode laden

- *Siehe Kapitel "Methoden", Seite 41.*

2 Konditionieren starten

- **[START]** drücken.

Das Konditionieren beginnt. **Konditionieren nicht OK** wird so lange angezeigt, bis der Endpunkt erreicht ist. Das Arbeitsmedium wird bis zum Endpunkt titriert. Dies wird durch **Konditionieren OK** angezeigt. Dieser Zustand wird stabil gehalten.

```

KFC                                cond.ok
Konditionieren OK
++Drift          1.6 µg/min
Rühren
  
```

Mit der Funktion **Rühren** kann die Rührgeschwindigkeit geändert werden. Durch Drücken von **[OK]** wird folgender Dialog geöffnet:

```

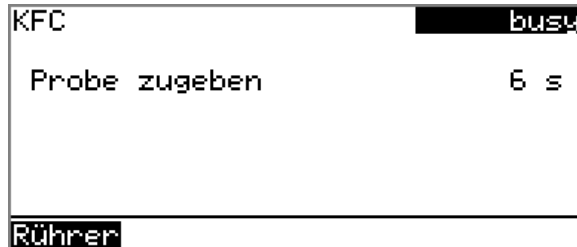
Rührer                                cond.ok
Rührer      ein      Geschw.8
Aus Rühren- Rührt+
  
```

Mit **Rühren-** kann die Rührgeschwindigkeit verringert, mit **Rühren+** erhöht werden. **Aus** schaltet den Rührer aus. Stattdessen wird nun **Ein** angezeigt. Damit kann der Rührer wieder eingeschaltet werden. Mit **[BACK]** wird dieser Dialog geschlossen.



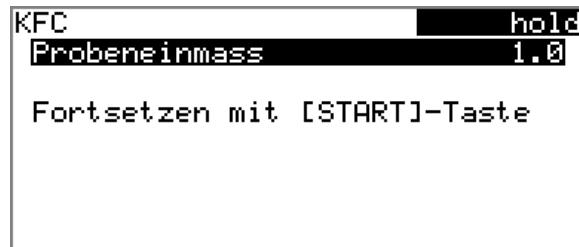
3 Probe zugeben

- Wenn **Konditionieren OK** angezeigt wird, **[START]** drücken. Das Konditionieren wird gestoppt. Die Aufforderung zur Zugabe der Probe wird während 8 s angezeigt. Während dieser Zeit muss die Probe zugefügt werden.



- Probe zugeben.

Danach erfolgt die Abfrage des Probeneinmasses:



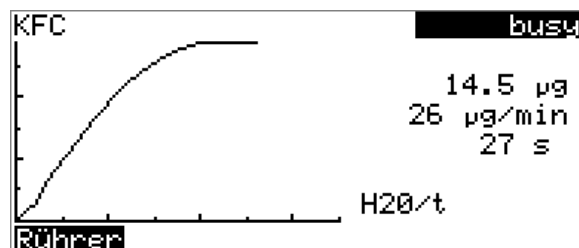
4 Probeneinmass eingeben

- **[OK]** drücken. Der Editierdialog wird geöffnet.
- Das Probeneinmass eingeben und mit **Akzept.** oder **[BACK]** übernehmen.

5 Titration starten

- **[START]** drücken.

Die Titration wird gestartet und die Kurve wird angezeigt:



Die Achsen werden automatisch skaliert.

Während der Titration kann mit der Funktion **Rührer** die Rührgeschwindigkeit geändert werden. Durch Drücken von **[OK]** wird folgender Dialog geöffnet:

```

Rührer                                     cond.busy
-----
Rührer      ein      Geschw. 8
-----
Aus Rühren- Rührt+
  
```

Mit **Rühren-** kann die Rührgeschwindigkeit verringert, mit **Rührt+** erhöht werden. **Aus** schaltet den Rührer aus. Stattdessen wird nun **Ein** angezeigt. Damit kann der Rührer wieder eingeschaltet werden. Mit **[BACK]** wird dieser Dialog geschlossen.

Nach beendeter Titration wird der Resultatdialog angezeigt:

```

Resultate                                     cond.busy
-----
Water                                           0.993 mg/g
Drift (autom.)                               2.5 µg/min
Driftkorrekturzeit                           146.9 s
EP1                                           1829.1 µg
Regulärer Abbruch
-----
Kurve Nachberechn. Statistik
  
```

Im Hintergrund wird das Konditionieren automatisch neu gestartet. Den aktuellen Status des Konditionierens sehen Sie in der Statusanzeige oben rechts im Dialogfenster (**cond.busy** oder **cond.ok**).

6 In den Dialog des Konditionierens zurückkehren

- **[BACK]** drücken.
Der Hauptdialog mit den Probandaten der vorher beendeten Titration wird angezeigt.
- **Menü** auswählen und **[OK]** drücken.
- Den Menüpunkt **Live-Dialog** auswählen und **[OK]** drücken.

```

Menü                                     cond.busy
-----
>Resultate
>Live-Dialog
>Parameter
>Reporte drucken
  
```

Der aktuelle Status des Konditionierens wird angezeigt (siehe Anweisungsschritt 2).



HINWEIS

Wenn die Bestimmung beendet wird, während ein Editierdialog geöffnet ist (z. B. vom Probeneinmass), wird dieser automatisch geschlossen und der Resultatdialog wird angezeigt. Der eingegebene Wert muss erneut eingegeben und die Bestimmung nachberechnet werden.

Stellen Sie sicher, dass die Editierdialoge geschlossen sind, bevor die Bestimmung beendet wird.

5.9.2 Probentabelle während laufender Bestimmung bearbeiten

Während eine Bestimmung läuft, können Sie neue Zeilen einfügen oder bestehende löschen sowie die Probendaten bearbeiten.



HINWEIS

Damit im Ablauf keine Probleme auftreten und für die Berechnung immer die aktuellen Daten zur Verfügung stehen, empfehlen wir, die Editierdialoge immer zu schliessen.

Probentabelle bearbeiten

Gehen Sie wie folgt vor, um die Probentabelle zu bearbeiten:

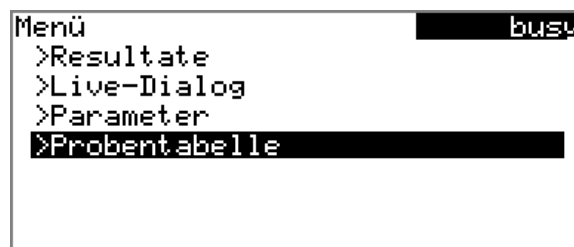
1 Hauptdialog anzeigen

- **[BACK]** drücken.

Der Hauptdialog wird angezeigt. Die Bestimmung läuft im Hintergrund weiter.

2 Hauptmenü öffnen

- **Menü** auswählen und **[OK]** drücken.



3 Probendaten auswählen

- Den Menüpunkt **Probentabelle** auswählen und **[OK]** drücken.



- Die gewünschte Zeile auswählen.
- In der Funktionsleiste **Bearbeiten** auswählen und **[OK]** drücken.

4 Probanden bearbeiten

- Die Probanden bearbeiten und mit **Akzept.** oder **[BACK]** übernehmen.



HINWEIS

Zusätzlich zu den Probanden kann auch die Methode geändert werden, ausser bei der laufenden Bestimmung.

5 Live-Dialog anzeigen

- Im Hauptmenü den Menüpunkt **Live-Dialog** auswählen und **[OK]** drücken.

oder

- Im Hauptdialog **[BACK]** drücken.

Der Live-Dialog wird wieder angezeigt.

Probanden der laufenden Bestimmung bearbeiten

Wenn Sie die Probentabelle verwenden, funktioniert das Bearbeiten der Probanden der laufenden Bestimmung wie in *Kapitel 5.9.1, Seite 54* beschrieben. Zusätzlich haben Sie die Möglichkeit, diese in der Probentabelle zu bearbeiten. Die erste Zeile enthält immer die Probanden der laufenden Bestimmung. Wählen Sie dazu im Hauptmenü einfach den Menüpunkt **Probentabelle** (*siehe "Probentabelle bearbeiten", Seite 55*).

5.9.3 Live-Parameter bearbeiten

Während eine Bestimmung läuft, können gewisse Methodenparameter geändert werden. Es können nur diejenigen Parameter geändert werden, die auswählbar sind. Sichtbar sind aber alle Parameter. Die geänderten Parameter werden sofort berücksichtigt. Wenn Sie z. B. den Parameter **Extraktionszeit** erhöhen, während die Extraktionszeit noch läuft, wird der neue Wert sofort berücksichtigt. Wenn Sie jedoch diesen Parameter ändern, nachdem die Extraktionszeit bereits abgelaufen ist, wird der geänderte Wert erst bei der nächsten Bestimmung berücksichtigt.

Gehen Sie wie folgt vor, um die Parameter zu bearbeiten:

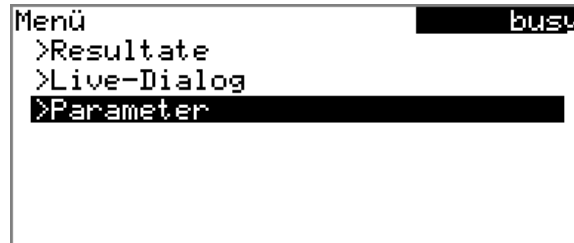
1 Hauptdialog anzeigen

- **[BACK]** drücken.

Der Hauptdialog wird angezeigt. Die Bestimmung läuft im Hintergrund weiter.

2 Hauptmenü öffnen

- Menü auswählen und **[OK]** drücken.



3 Methodenparameter bearbeiten

- Den Menüpunkt **Parameter** auswählen und **[OK]** drücken.
- Die gewünschten Parameter entsprechend ändern.

4 Live-Dialog anzeigen

- Im Hauptmenü den Menüpunkt **Live-Dialog** auswählen und **[OK]** drücken.

oder

- Im Hauptdialog **[BACK]** drücken.

Der Live-Dialog wird wieder angezeigt.

5.10 Resultate

Menü ► Resultate

Nach beendeter Titration wird der Resultatdialog angezeigt:

| Resultate | | cond.busw |
|------------------------------|--------|-----------|
| Water | 0.993 | ma/g |
| Drift (autom.) | 2.5 | µg/min |
| Driftkorrekturzeit | 146.9 | s |
| EP1 | 1829.1 | µg |
| Regulärer Abbruch | | |
| Kurve Nachberechn. Statistik | | |

In der Übersicht werden das berechnete Resultat, Details zur Drift und zum Endpunkt angegeben.

Kurve

Die Kurve der aktuellen Bestimmung anzeigen.

5.11 Statistik

Menü ► Resultate ► Statistik

Im Dialog **Resultate** können Sie mit der Funktion **Statistik** die Statistikübersicht einer Bestimmungsserie anzeigen.



HINWEIS

Diese Funktion ist nur sichtbar, wenn die Statistik aktiviert ist.

```

Statistik                               cond.ok
Water
  MW(3) 0.992 mg/g
  s abs 0.0010 mg/g
  s rel 0.10 %
Statistik 3/3
Details Zurücksetzen Erhöhen
  
```

In der Übersicht werden der Mittelwert (**MW**), die absolute und die relative Standardabweichung (**s abs** und **s rel**) angezeigt. Beim Mittelwert wird in Klammern die Anzahl der Einzelresultate angezeigt, aus denen dieser berechnet wurde. In diesem Beispiel sind es 3. Die Zeile **Statistik** zeigt, wie viele Bestimmungen bereits durchgeführt wurden und wie viele Bestimmungen insgesamt durchgeführt werden sollen. In diesem Beispiel wurden alle drei Bestimmungen durchgeführt.

Details

Weitere Daten anzeigen.

Zurücksetzen

Alle Statistikdaten löschen.

Erhöhen

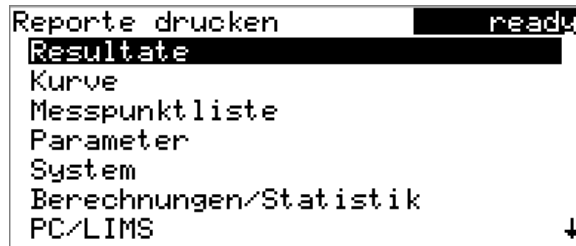
Eine weitere Bestimmung zur Bestimmungsserie hinzufügen.

Statistikdetails anzeigen

Mit der Funktion **Details** können weitere Daten der Bestimmungsserie angezeigt werden.

```

Details                               cond.ok
  Resultat      Probeneinmass
1 0.993 mg/g    1.49335 g
2 0.991 mg/g    0.77779 g
3 0.992 mg/g    1.84385 g
Ein/Aus
  
```

3 Reporte auswählen

- Den gewünschten Report auswählen und **[OK]** drücken.

Der Report wird ausgedruckt.

Folgende Reporte können manuell ausgedruckt werden:

| | |
|------------------------------------|--|
| Resultate | Resultatreport mit Bestimmungseigenschaften, Probandaten, berechneten Resultaten etc. |
| Kurve | Kurvenreport. Die Breite der Kurve wird in den Systemeinstellungen definiert (siehe "Grafikbreite", Seite 70). |
| Messpunktliste | Messpunktlistenreport. |
| Parameter | Report mit sämtlichen Methodenparametern der geladenen Methode. |
| System | Systemreport mit Systemeinstellungen, externen Geräten etc. |
| Berechnungen/ Statistik | Berechnungsreport. Bei Mehrfachbestimmungen wird zusätzlich die Statistik mit ausgedruckt. Zu jedem Resultat werden die einzelnen Bestimmungen mit dem jeweiligen Probeneinmass sowie der Mittelwert, die absolute und die relative Standardabweichung ausgedruckt. |
| PC/LIMS | Maschinenlesbarer Report mit allen Daten zu einer Bestimmung. Dieser Report kann als TXT-Datei auf einem angeschlossenen USB-Stick gespeichert oder über eine RS-232-Schnittstelle an ein Terminalprogramm oder an ein LIMS gesendet werden. Die Definition erfolgt in den Systemeinstellungen (siehe "PC/LIMS-Report", Seite 70). |
| Report aus Methode | Es werden die Reporte ausgedruckt, die in der Methode definiert sind. |

3 Rührer einschalten

- In der Funktionsleiste **Ein** auswählen und **[OK]** drücken.

Der Rührer wird gestartet und rührt mit der eingestellten Geschwindigkeit. In der Funktionsleiste wird nun **Aus** angezeigt.

4 Rührer ausschalten

- In der Funktionsleiste **Aus** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.

Der Rührer wird gestoppt.

**HINWEIS**

Damit eine zweite Sprache ausgewählt werden kann, muss diese vorgängig installiert worden sein. Die Installation muss von fachkundigem Personal vorgenommen werden. Im Kapitel *Sprachdateien*, Seite 73 finden Sie Details zur Installation einer zweiten Sprache.

Dialogtyp

Für den Routinebetrieb kann der Benutzerdialog eingeschränkt werden. Im eingeschränkten Dialog kann normal mit Methoden gearbeitet werden. Es können jedoch keine Einstellungen vorgenommen oder Methoden gelöscht werden.

Die Umstellung des Dialoges wird wirksam, sobald Sie das Hauptmenü verlassen.

Die Einschränkung des Dialoges bewirkt Folgendes:

- Im Hauptmenü werden die Menüpunkte **System**, **Parameter** und **Steuerung** ausgeblendet.
- Methoden können nur geladen, aber nicht gelöscht, exportiert oder neu erstellt werden.

**HINWEIS**

Wenn der eingeschränkte Dialog für den Routinebetrieb aktiviert ist, kann der Expertendialog nicht im laufenden Betrieb aktiviert werden. Zum Ändern des Dialogtyps muss das 899 Coulometer ausgeschaltet und wieder eingeschaltet werden. Sobald das Gerät wieder aufgestartet wird, kann der Expertendialog erzwungen werden. Dann ist es möglich, beliebige Einstellungen vorzunehmen, wie z. B. das Ändern des Dialogtyps. Wenn das Gerät ohne Änderung des Dialogtyps wieder ausgeschaltet wird, bleibt der Routinedialog aktiviert.

Expertendialog erzwingen:

- Das Gerät einschalten.
- Warten, bis das Gerätelogo mit dem Schriftzug **easy, safe, precise** angezeigt wird.
- Erneut Taste **[STOP]** drücken und gedrückt halten und zusätzlich kurz die Taste **[BACK]** drücken.
- Beide Tasten wieder loslassen.

| | |
|--------------|--------------------------|
| Auswahl | Experte Routine |
| Standardwert | Experte |

6.2 Common Variablen verwalten

6.2.1 Allgemeines

Menü ▶ System ▶ Common Variablen

Das Gerät bietet die Möglichkeit, fünf **methodenunabhängige Variablen** zu speichern, sog. Common Variablen. Diese Variablen bleiben im Gerät gespeichert und können in zukünftigen Berechnungen verwendet werden. Eine Common Variable ist z. B. für folgende Anwendung nützlich:

- Bestimmen eines Blindwertes, der bei der Gehaltsbestimmung der Probe berücksichtigt wird.

| Common Variablen | readw |
|------------------|--------|
| CV01 | 1.0472 |
| CV02 | 0.9638 |
| CV03 | 0.0 |
| CV04 | 0.0 |
| CV05 | 0.0 |

Bearbeiten Löschen

Die Common Variablen besitzen die nicht änderbare Bezeichnung **CV01...CV05**. Zu jeder Variable wird der Wert angezeigt. Den Common Variablen kann keine Einheit zugewiesen werden.

Bearbeiten

Die Daten der ausgewählten Common Variable bearbeiten, siehe nachfolgendes Kapitel.

Löschen

Die ausgewählte Common Variable auf **ungültig** setzen.

6.2.2 Common Variablen bearbeiten

Die Common Variablen können wie folgt geändert werden:

- Manuell in diesem Dialog.
- Automatische Zuweisung aus dem Bestimmungsablauf. Dazu muss ein Berechnungsergebnis entsprechend konfiguriert werden (siehe nachstehend).

Resultat automatisch einer Common Variable zuweisen

Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1 Editierdialog des Resultates öffnen

- Den Menüpunkt **Parameter ▶ Berechnung** auswählen und **[OK]** drücken.



- Das Resultat, dessen Wert einer Common Variablen zugewiesen werden soll, auswählen.
- In der Funktionsleiste **Bearbeiten** auswählen und **[OK]** drücken.

| | |
|-----------------------|-------|
| Berechnung bearbeiten | ready |
| Resultatname | Blank |
| R1= | EP1 |
| Dezimalstellen | 2 |
| Resultateinheit | µg |
| Als CV speichern | ein |

2 Resultateigenschaften anpassen

- Den Parameter **Als CV speichern** auswählen und **[OK]** drücken.
- In der Auswahlliste den Eintrag **ein** auswählen und mit **[OK]** übernehmen.

Die Zuweisung des Resultates zu einer Common Variable erfolgt automatisch gemäss folgendem Schema:

- Resultat **R1** ⇒ Common Variable **CV01**
- Resultat **R2** ⇒ Common Variable **CV02**
- usw.



HINWEIS

Wenn Sie den Parameter **Statistik** auf **ein** gesetzt haben, wird der Mittelwert der Resultate der entsprechenden Common Variable zugeordnet.

6.3 Dateiverwaltung

Menü ► System ► Dateiverwaltung



HINWEIS

Dieser Menüpunkt ist nur sichtbar, wenn ein USB-Stick als externes Speichermedium angeschlossen ist.

In diesem Dialog können Methoden von einem USB-Stick importiert und gelöscht werden. In der Liste werden nur Methoden angezeigt, die sich im Verzeichnis **Files** befinden (siehe "Verzeichnisstruktur auf dem USB-Stick", Seite 69).

Vom System (sämtliche Daten und Einstellungen) kann eine Sicherungskopie (Backup) erstellt werden. Ebenso kann eine bestehende Sicherungskopie wieder geladen werden.

Importieren

Die ausgewählte Methode importieren.

Löschen

Die ausgewählte Methode löschen.

Backup

Eine Sicherungskopie aller Daten und Einstellungen auf dem USB-Stick erstellen.



HINWEIS

Es kann nur **eine** Sicherungskopie auf demselben USB-Stick erstellt werden.

Wenn auf dem Stick bereits eine Sicherungskopie gespeichert ist, wird diese überschrieben, sobald die Funktion erneut ausgeführt wird.

Wiederherst.

Die Sicherungskopie von einem angeschlossenen USB-Stick laden.

Verzeichnisstruktur auf dem USB-Stick

Auf dem USB-Stick wird ein Verzeichnis mit der Gerätenummer erzeugt. Die Struktur innerhalb dieses Verzeichnisses sieht wie folgt aus:



Abbildung 24 Verzeichnisstruktur auf dem USB-Stick

Backup

In diesem Verzeichnis werden alle Dateien der Sicherungskopie abgelegt. Das Verzeichnis wird angelegt, sobald zum ersten Mal eine Sicherungskopie erstellt wird.

Files

Exportierte Methoden werden in diesem Verzeichnis abgelegt. Das Verzeichnis wird angelegt, sobald zum ersten Mal eine Methode exportiert wird.

Es können nur Methoden importiert werden, die sich in diesem Verzeichnis befinden.

**pc_lims_report**

In diesem Verzeichnis werden PC/LIMS-Reporte als TXT-Datei abgelegt. Das Verzeichnis wird angelegt, sobald zum ersten Mal ein PC/LIMS-Report gedruckt wird.

6.4 Externe Geräte konfigurieren

Menü ▶ System ▶ Externe Geräte

PC/LIMS-Report

Angabe des Speicherortes für den PC/LIMS-Report. Der PC/LIMS-Report ist ein maschinenlesbarer Report mit allen wichtigen Daten zu einer Bestimmung. Er kann folgendermassen gespeichert werden:

- Als TXT-Datei auf einen USB-Stick.
- Über eine RS-232-Schnittstelle an ein LIMS. Dazu benötigen Sie die RS-232/USB Box 6.2148.030.

| | |
|--------------|-------------------------|
| Auswahl | COM2 USB Stick |
| Standardwert | USB Stick |

COM2

Der Report wird über die serielle Schnittstelle COM2 gesendet. Es werden die Schnittstellenparameter verwendet, welche im Dialog **COM2-Einstellungen** eingestellt sind (*siehe "COM2-Einstellungen bearbeiten", Seite 72*).

USB Stick

Der Report wird als TXT-Datei auf dem USB-Stick im Ordner **pc_lims_report** gespeichert.

Drucker

Wenn Sie einen Drucker angeschlossen haben, müssen Sie hier den Druckertyp definieren, damit die Reporte korrekt ausgedruckt werden.

Diejenigen Drucker, die mit **ESC-POS** gekennzeichnet sind, sind sog. POS-Drucker (Point-of-sale-Drucker), d. h. sie drucken auf Endlospapier.

| | |
|--------------|--|
| Auswahl | Citizen (ESC-POS) Custom (ESC-POS) Epson Epson (ESC-POS) HP DeskJet HP LaserJet Seiko (ESC-POS) |
| Standardwert | Custom (ESC-POS) |

Grafikbreite

Passen Sie die Breite der auszudruckenden Kurve der Papierbreite Ihres Druckers an. Der Standardwert hängt vom ausgewählten Drucker ab. Die Kurvenhöhe beträgt 2/3 der Breite.

| | |
|----------------|-------------------------|
| Eingabebereich | 100...3000 Pixel |
|----------------|-------------------------|

Tastatur-Layout

Zur Erleichterung der Texteingabe und Zahleneingabe kann eine handelsübliche USB-Tastatur angeschlossen werden. Definieren Sie hier die länderspezifische Tastenbelegung.

| | |
|--------------|---|
| Auswahl | Englisch US Französisch FR Deutsch CH Deutsch DE Spanisch ES |
| Standardwert | Englisch US |

Waage

Wenn Sie eine Waage angeschlossen haben, müssen Sie hier den Waagentyp definieren.

| | |
|--------------|---|
| Auswahl | AND Mettler Mettler AT Mettler AX Ohaus Precisa Sartorius Shimadzu |
| Standardwert | Sartorius |

In der folgenden Tabelle ist angegeben, für welche Waagenmodelle welcher Waagentyp gewählt werden muss:

| Waage | Waagentyp |
|--|-------------------|
| AND | AND |
| Mettler AB, AE, AG, AM, AJ, PE, PM, PJ, PR, XP, XS | Mettler |
| Mettler AT | Mettler AT |
| Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S | Mettler AX |
| Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus | Ohaus |
| Precisa | Precisa |
| Sartorius | Sartorius |
| Shimadzu BX, BW | Shimadzu |

COM1-Einstellungen bearbeiten

Menü ▶ System ▶ Externe Geräte ▶ COM1-Einstellungen

Unter **COM1-Einstellungen** werden die Schnittstellenparameter für die angeschlossene Waage eingestellt.

Baudrate

Übertragungsrate in Zeichen pro Sekunde.

6.5 Gerätediagnose

6.5.1 Programmversionen und Sprachdateien laden

Menü ▶ System ▶ Diagnose

Neue Programmversionen oder Sprachdateien können von einem USB-Stick geladen werden. Die entsprechende Datei muss auf dem USB-Stick in einem Verzeichnis mit der Gerätenummer **899** gespeichert sein.

Am Aufbau des Dateinamens können Sie Sprachdateien und Programmdateien unterscheiden.

Programmdateien

Sie sind gerätespezifisch. Der Dateiname ist folgendermassen aufgebaut:

5XXXyyyy.bin wobei

XXX = Gerätetyp (899)

yyyy = Programmversion

Sprachdateien

Sie sind am zweistelligen Sprach-Code im Dateinamen erkennbar. Eine Sprachdatei enthält die Dialogtexte für verschiedene Gerätetypen. Sie ist nicht gerätespezifisch. Der Dateiname ist folgendermassen aufgebaut:

5848xxxxYY.bin wobei

xxxx = Versionsnummer

YY = Sprache, z. B. DE (Deutsch), FR (Französisch), ES (Spanisch)

Datei laden

Gehen Sie folgendermassen vor:

1 USB-Stick anschliessen

- Den USB-Stick mit dem Adapter (USB MINI (OTG) - USB A) 6.2151.100 am USB-Anschluss des Gerätes einstecken.
- Das Gerät einschalten.

2 Update-Dialog öffnen

- Unter **Menü ▶ System ▶ Diagnose** den Menüpunkt **Software update** auswählen.
- **[OK]** drücken.

7 Parameter

7.1 Coulometrische Karl-Fischer-Titrationen (KFC)

7.1.1 Konditionieren

Menü ▶ Parameter ▶ Konditionieren

Unter **Konditionieren** werden die Bedingungen für das Konditionieren definiert.

Konditionieren

Wenn dieser Parameter aktiviert ist, wird beim ersten Start der Methode das Arbeitsmedium mit den vorgegebenen Regelparametern zum Endpunkt titriert. Dieser Zustand wird stabil gehalten. Der eigentliche Methodenablauf beginnt erst durch erneutes Drücken von **[START]**. Nach der Titration wird automatisch wieder konditioniert.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | ein |

Startdrift

Wenn die gemessene Drift während einer bestimmten Dauer (sogenannte Stabilisierzeit) kleiner ist als dieser Wert, wird **Konditionieren OK** angezeigt und die Titration kann gestartet werden. Die Stabilisierzeit wird unter **Konditionieren ▶ Stabilisierzeit** definiert.

| | |
|----------------|-----------------------|
| Eingabebereich | 1...999 µg/min |
| Standardwert | 20 µg/min |

Driftkorrektur

Die Endpunktmenge kann driftkorrigiert werden. Dabei wird die Drift mit der Driftkorrekturzeit multipliziert und dieser Wert wird anschliessend von der Endpunktmenge abgezogen. Die Driftkorrekturzeit ist das Zeitintervall zwischen Ende des Konditioniervorganges und dem Ende der Bestimmung.

| | |
|--------------|-----------------------------|
| Auswahl | auto manuell aus |
| Standardwert | auto |

auto

Beim Start der Titration wird der Wert der aktuellen Drift automatisch übernommen.

manuell

Wenn die Drift über einen längeren Zeitraum hinweg bekannt ist, kann diese manuell eingegeben werden.

| | |
|--------------|------------|
| Auswahl | aus |
| Standardwert | aus |

Messwertanzeige

Wenn dieser Parameter aktiviert ist, wird während des Konditionierens der aktuelle Messwert angezeigt.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

7.1.2 Startbedingungen

Menü ▶ Parameter ▶ Startbedingungen

Unter **Startbedingungen** werden die Parameter definiert, die vor dem Start der Titration ausgeführt werden.

Pause

Wartezeit, z. B. zum Lösen der Probe. Während dieser Zeit wird kein Iod erzeugt.

| | |
|----------------|---------------------|
| Eingabebereich | 0...999999 s |
| Standardwert | 0 s |

Probenident. abfragen

Auswahl der Probenidentifikation, die im Ablauf abgefragt wird.

| | |
|--------------|--------------------------------------|
| Auswahl | ID1 ID2 ID1&ID2 aus |
| Standardwert | aus |

Probeneinmass abfragen

Wenn dieser Parameter aktiviert ist, wird der Wert für das Probeneinmass abgefragt.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | ein |

Probeneinheit abfragen

Wenn dieser Parameter aktiviert ist, wird die Einheit für das Probeneinmass abgefragt.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Pause bei Abfrage

Wenn dieser Parameter aktiviert ist, wird der Ablauf während der Abfrage angehalten. Wenn der Parameter deaktiviert ist, wird im Hintergrund die Titration gestartet.

Dieser Parameter definiert den Regelbereich vor dem gegebenen Endpunkt. Im Regelbereich wird das Iod in einzelnen Schritten erzeugt, die Erzeugung wird fein geregelt. Je näher der Endpunkt, desto langsamer wird das Iod erzeugt, bis die unter **Min. Rate** definierte Rate erreicht ist. Je grösser der Regelbereich, desto langsamer ist die Titration. Ausserhalb des Regelbereiches wird kontinuierlich Iod erzeugt, die Rate wird unter **Max. Rate** definiert.

| | |
|----------------|------------------------|
| Eingabebereich | 0.1...1250.0 mV |
| Standardwert | 70.0 mV |
| Auswahl | aus |

aus

Die Erzeugung von Iod wird während der gesamten Titration fein geregelt.

**HINWEIS**

Beachten Sie, dass der Parameter **Regelbereich** mit den Parametern **Endpunkt bei** und **I(pol)** verknüpft ist. Erklärungen dazu finden Sie im Kapitel 9.4 *Regelparameter und Polarisationsstrom*, Seite 97.

Max. Rate

Dieser Parameter ist nur bei **Titrationgeschw. = Benutzer** editierbar. Rate, mit der ausserhalb des Regelbereiches Iod erzeugt wird.

| | |
|----------------|----------------------------|
| Eingabebereich | 1.5...2241.0 µg/min |
| Auswahl | max. |
| Standardwert | max. |

Min. Rate

Dieser Parameter ist nur bei **Titrationgeschw. = Benutzer** editierbar. Rate, mit der ganz am Anfang der Titration und im Regelbereich am Ende der Titration Iod erzeugt wird. Dieser Parameter hat einen entscheidenden Einfluss auf die Titrationgeschwindigkeit und damit auf die Genauigkeit. Je kleiner die minimale Rate gewählt wird, desto langsamer ist die Titration.

| | |
|----------------|---------------------------|
| Eingabebereich | 0.3...999.9 µg/min |
| Standardwert | 15.0 µg/min |



Tabelle 3 Standardwerte der vordefinierten Titrationsgeschwindigkeiten für KFC

| | Titrationsgeschwindigkeit | | |
|--------------|---------------------------|-------------|-------------|
| | langsam | optimal | schnell |
| Regelbereich | 120.0 mV | 70.0 mV | 30.0 mV |
| Max. Rate | 1000.0 µg/min | maximal | maximal |
| Min. Rate | 0.3 µg/min | 15.0 µg/min | 30.0 µg/min |

Stoppkriterium

Die Titration wird abgebrochen, wenn der Endpunkt erreicht und dieses Stoppkriterium erfüllt ist. Wenn kein Stoppkriterium gewählt wurde, wird die Titration nicht abgebrochen. Die Abbruchbedingungen (*siehe Kapitel 7.1.5, Seite 83*) führen immer zum Abbruch, auch wenn das Stoppkriterium nicht erreicht wurde.

| Auswahl Standardwert | Drift Zeit rel. Drift aus rel. Drift |
|-------------------------|---|
|-------------------------|---|

Drift

Die Titration wird abgebrochen, wenn die Stopppdrift erreicht ist.

Zeit

Die Titration wird abgebrochen, wenn der Endpunkt während einer gewissen Zeit (**Abschaltzeit**) überschritten wurde.

rel. Drift

Die Titration wird abgebrochen, wenn die Summe aus der Drift beim Start der Titration und der relativen Stopppdrift erreicht wird.

aus

Die Titration wird erst abgebrochen, wenn die Abbruchbedingungen erfüllt sind.

Stopppdrift

Dieser Parameter ist nur bei **Stoppkriterium = Drift** editierbar.

Wenn der Endpunkt und die Stopppdrift erreicht sind, wird die Titration abgebrochen.

| | |
|----------------|----------------|
| Eingabebereich | 1...999 µg/min |
| Standardwert | 5 µg/min |

Abschaltzeit

Dieser Parameter ist nur bei **Stoppkriterium = Zeit** editierbar.

Die Titration wird abgebrochen, wenn die folgenden beiden Kriterien gleichzeitig erfüllt sind:

- Die Spannung an der Indikatorelektrode liegt im Bereich "Endpunkt +5 mV und Endpunkt -2 mV".

- Die hier definierte Zeit ist abgelaufen.

Wenn z. B. der Parameter **Endpunkt bei** auf 50 mV eingestellt ist und der hier definierte Parameter **Abschaltzeit** 10 s beträgt, müsste die Spannung an der Indikatorelektrode während 10 s zwischen 55 mV und 48 mV liegen, damit die Titration abgebrochen würde.

| | |
|----------------|------------------|
| Eingabebereich | 0...999 s |
| Standardwert | 10 s |

Relative Stoppdrift

Dieser Parameter ist nur bei **Stoppkriterium = rel. Drift** editierbar.

Wenn der Endpunkt und die Summe aus der Drift beim Start der Titration und der relativen Stoppdrift erreicht sind, wird die Titration abgebrochen.

| | |
|----------------|-----------------------|
| Eingabebereich | 1...999 µg/min |
| Standardwert | 5 µg/min |

7.1.4 Titrationsparameter

Menü ▶ Parameter ▶ Titrationsparameter

Unter **Titrationsparameter** werden die Parameter definiert, die den Ablauf der gesamten Titration beeinflussen.

Extraktionszeit

Mindestdauer der Titration. Während der Extraktionszeit wird die Titration nicht abgebrochen, auch wenn der Endpunkt schon erreicht ist. Die Titration wird aber abgebrochen, wenn während dieser Zeit eine Abbruchbedingung erfüllt ist (*siehe Kapitel 7.1.5, Seite 83*). Die Eingabe einer Extraktionszeit ist z. B. bei Proben sinnvoll, die das Wasser nur langsam abgeben oder wenn ein Karl-Fischer-Ofen verwendet wird.

| | |
|----------------|---------------------|
| Eingabebereich | 0...999999 s |
| Standardwert | 0 s |

Generatorelektr.

Art der Generatorelektrode.

| | |
|--------------|-----------------------------------|
| Auswahl | mit Diaphr. ohne Diaphr. |
| Standardwert | ohne Diaphr. |

mit Diaphr.

Generatorelektrode mit Diaphragma.

ohne Diaphr.

Generatorelektrode ohne Diaphragma.

Generatorstrom

Polarisationsstrom an der Generatorelektrode.

Elektrodentest

Für polarisierbare Elektroden kann ein Elektrodentest durchgeführt werden. Dabei wird überprüft, ob eine Elektrode angeschlossen ist und kein Kurzschluss vorhanden ist. Der Elektrodentest wird durchgeführt, sobald die Bestimmung gestartet wird.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Zeitintervall MP

Zeitintervall für den Eintrag eines Messpunktes in die Messpunktliste. Die Messpunktliste ist auf 1000 Messpunkte begrenzt.

| | |
|----------------|-------------------------|
| Eingabebereich | 0.1...999999.0 s |
| Standardwert | 2.0 s |

Temperatur

Manuell eingegebene Temperatur.

| | |
|----------------|-------------------------|
| Eingabebereich | -20.0...150.0 °C |
| Standardwert | 25.0 °C |

7.1.5 Abbruchbedingungen

Menü ▶ Parameter ▶ Abbruchbedingungen

Unter **Abbruchbedingungen** werden die Bedingungen für den Abbruch der Titration definiert, falls dieser nicht automatisch erfolgt. Dies könnte der Fall sein, wenn der gesetzte Endpunkt nicht erreicht wird oder das Stoppkriterium (*siehe "Stoppkriterium", Seite 80*) nicht erfüllt ist.

Stoppzeit

Die Titration wird abgebrochen, wenn seit dem Start der Titration die eingegebene Zeit abgelaufen ist.

| | |
|----------------|---------------------|
| Eingabebereich | 1...999999 s |
| Auswahl | aus |
| Standardwert | aus |

7.1.6 Berechnung

7.1.6.1 Allgemeines

Menü ▶ Parameter ▶ Berechnung

In einer Methode können maximal fünf Berechnungen definiert werden. Für die Berechnungen stehen eine Reihe von Variablen (Rohdaten aus der Bestimmung, vorher berechnete Resultate) zur Verfügung. Für jede Berechnung kann definiert werden, ob das Resultat als Common Variable abgespeichert werden soll.



| | |
|------------|---------|
| Berechnung | ready |
| R1: Water | |
| R2: | |
| R3: | |
| R4: | |
| R5: | |
| Bearbeiten | Löschen |

In der Liste wird zu jeder Berechnung der Resultatname angegeben.

Die Methodenvorlagen **KFC**, **KFC-Blank** und **Blank** enthalten bereits je ein Berechnung. Jede dieser Berechnungen trägt bereits einen passenden Resultatnamen. Diesen können Sie bei Bedarf anpassen.

Bearbeiten

Daten der ausgewählten Berechnung bearbeiten, siehe nachfolgendes Kapitel.

Löschen

Ausgewählte Berechnung löschen.

7.1.6.2 Berechnungen bearbeiten

Methode "KFC"

Resultatname

Der Resultatname ist der Text, der in der Resultatanzeige und im Report ausgegeben wird.

| | |
|--------------|--------------------------------|
| Eingabe | 12 Zeichen |
| Standardwert | R1: Water / R2-R5: leer |

Berechnungsformel "R1"

| |
|---------|
| EP1/C00 |
|---------|

R2...R5

Anzeige der Berechnungsformel. Für die Definition wird ein spezieller Editor geöffnet (*siehe Kapitel 5.3, Seite 40*).

| | |
|--------------|-------------------|
| Eingabe | 30 Zeichen |
| Standardwert | leer |

Dezimalstellen

Anzahl Dezimalstellen, mit der das Resultat angezeigt wird.

| | |
|----------------|-------------------------|
| Eingabebereich | 0...5 |
| Standardwert | R1: 1 / R2-R5: 2 |

Resultateinheit

Die Resultateinheit wird zusammen mit dem Resultat angezeigt und gespeichert.

| R1 | |
|--------------|--|
| Auswahl | % mg mg/Stück mg/g mg/mL ppm µg Benutzerdefiniert |
| Standardwert | ppm |
| R2-R5 | |
| Auswahl | % mg mg/Stück mg/g mg/mL ppm µg Benutzerdefiniert |
| Standardwert | % |

Benutzerdefiniert

Es kann eine benutzerdefinierte Einheit erstellt werden. Diese wird in die Auswahlliste übernommen. Der bisherige Eintrag wird überschrieben, sobald eine neue Einheit definiert wird. Auf diese Weise kann auch ein Leereintrag erzeugt werden.

Als CV speichern

Das berechnete Resultat kann als methodenunabhängige Variable gespeichert werden, eine sog. Common Variable. Das Resultat steht dann auch in anderen Methoden für Berechnungen zur Verfügung. Wenn die Statistik aktiviert ist, wird der aktuelle Mittelwert der Bestimmungsserie abgespeichert.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Methode "KFC-Blank"

Resultatname

Der Resultatname ist der Text, der in der Resultatanzeige und im Report ausgegeben wird.

| | |
|--------------|--------------------------------|
| Eingabe | 12 Zeichen |
| Standardwert | R1: Water / R2-R5: leer |

Berechnungsformel "R1"

$$(EP1-CV01)/C00$$

CV01 ist die Common Variable 01 und entspricht dem Resultat aus der Berechnung der Methode "Blank", Seite 86.

R2...R5

Anzeige der Berechnungsformel. Für die Definition wird ein spezieller Editor geöffnet (siehe Kapitel 5.3, Seite 40).



| | |
|--------------|-------------------|
| Eingabe | 30 Zeichen |
| Standardwert | leer |

Dezimalstellen

Anzahl Dezimalstellen, mit der das Resultat angezeigt wird.

| | |
|----------------|-------------------------|
| Eingabebereich | 0...5 |
| Standardwert | R1: 1 / R2-R5: 2 |

Resultateinheit

Die Resultateinheit wird zusammen mit dem Resultat angezeigt und gespeichert.

| | |
|--------------|--|
| R1 | |
| Auswahl | % mg mg/Stück mg/g mg/mL ppm µg Benutzerdefiniert |
| Standardwert | ppm |

| | |
|--------------|--|
| R2-R5 | |
| Auswahl | % mg mg/Stück mg/g mg/mL ppm µg Benutzerdefiniert |
| Standardwert | % |

Benutzerdefiniert

Es kann eine benutzerdefinierte Einheit erstellt werden. Diese wird in die Auswahlliste übernommen. Der bisherige Eintrag wird überschrieben, sobald eine neue Einheit definiert wird. Auf diese Weise kann auch ein Leereintrag erzeugt werden.

Als CV speichern

Das berechnete Resultat kann als methodenunabhängige Variable gespeichert werden, eine sog. Common Variable. Das Resultat steht dann auch in anderen Methoden für Berechnungen zur Verfügung. Wenn die Statistik aktiviert ist, wird der aktuelle Mittelwert der Bestimmungsserie abgespeichert.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Methode "Blank"

Resultatname

Der Resultatname ist der Text, der in der Resultatanzeige und im Report ausgegeben wird.

| | |
|--------------|--------------------------------|
| Eingabe | 12 Zeichen |
| Standardwert | R1: Blank / R2-R5: leer |

Berechnungsformel "R1"

EP1

R2...R5

Anzeige der Berechnungsformel. Für die Definition wird ein spezieller Editor geöffnet (siehe Kapitel 5.3, Seite 40).

| | |
|--------------|-------------------|
| Eingabe | 30 Zeichen |
| Standardwert | leer |

Dezimalstellen

Anzahl Dezimalstellen, mit der das Resultat angezeigt wird.

| | |
|----------------|--------------|
| Eingabebereich | 0...5 |
| Standardwert | 2 |

Resultateinheit

Die Resultateinheit wird zusammen mit dem Resultat angezeigt und gespeichert.

| | |
|--------------|--|
| R1 | |
| Auswahl | % mg mg/Stück mg/g mg/mL ppm µg Benutzerdefiniert |
| Standardwert | µg |

| | |
|--------------|--|
| R2-R5 | |
| Auswahl | % mg mg/Stück mg/g mg/mL ppm µg Benutzerdefiniert |
| Standardwert | % |

Benutzerdefiniert

Es kann eine benutzerdefinierte Einheit erstellt werden. Diese wird in die Auswahlliste übernommen. Der bisherige Eintrag wird überschrieben, sobald eine neue Einheit definiert wird. Auf diese Weise kann auch ein Leereintrag erzeugt werden.

Als CV speichern

Das berechnete Resultat kann als methodenunabhängige Variable gespeichert werden, eine sog. Common Variable. Das Resultat steht dann auch in anderen Methoden für Berechnungen zur Verfügung. Wenn die Statistik aktiviert ist, wird der aktuelle Mittelwert der Bestimmungsserie abgespeichert.

| | |
|--------------|------------------|
| R1 | |
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | ein |

R2-R5



| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

7.1.7 Statistik

Menü ▶ Parameter ▶ Statistik

Unter **Statistik** wird die Statistikberechnung einer Mehrfachbestimmung aktiviert sowie definiert, wie viele Bestimmungen die Serie enthält.

Statistik

Wenn diese Funktion aktiviert ist, werden für alle definierten Resultate Statistikberechnungen durchgeführt.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Anzahl Bestimmungen

Anzahl Bestimmungen, für die Statistikberechnungen durchgeführt werden.

Wenn Sie der Bestimmungsserie eine weitere Bestimmung hinzufügen müssen, weil z. B. eine Bestimmung fehlerhaft war, können Sie dies in der Statistikübersicht erledigen (*siehe Kapitel 5.11, Seite 59*).

| | |
|----------------|---------------|
| Eingabebereich | 2...20 |
| Standardwert | 3 |

7.1.8 Reporte

Menü ▶ Parameter ▶ Reporte

Unter **Reporte** werden die Reporte definiert, die im Anschluss an eine Bestimmung automatisch ausgedruckt werden.

Resultate

Der Resultatreport enthält die berechneten Resultate, Endpunkte, Proben-
daten etc.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Kurve

Kurvenreport. Die Breite der Kurve wird in den Systemeinstellungen definiert (*siehe "Grafikbreite", Seite 70*).

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Berechnungen/Statistik

Ausgabe der Berechnungsformeln zu den einzelnen Resultaten. Die Resultate werden mit der vollen Genauigkeit angegeben. Dies ermöglicht ein Nachrechnen mit einem externen Programm. Wenn die Statistik aktiviert ist, werden zusätzlich folgende Daten ausgedruckt:

- Resultat und Probeneinmass der einzelnen Bestimmungen
- Mittelwert sowie absolute und relative Standardabweichung

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Messpunktliste

Ausgabe der Messpunktliste.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

Parameter

Im Parameterreport werden alle Parameter der aktuellen Methode ausgedruckt.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |

PC/LIMS

Der PC/LIMS-Report ist ein maschinenlesbarer Report mit allen wichtigen Daten zu einer Bestimmung. Der PC/LIMS-Report kann als TXT-Datei auf einen USB-Datenträger gespeichert oder über eine RS-232-Schnittstelle an ein LIMS gesendet werden. Der Ausgabeort wird in den Systemeinstellungen definiert (*siehe "PC/LIMS-Report", Seite 70*).

Der Dateiname der TXT-Datei ist folgendermassen aufgebaut:
PC_LIMS_Report-ID1-JJJMMTT-hhmmss.txt.

| | |
|--------------|------------------|
| Auswahl | ein aus |
| Standardwert | aus |



8 Problembehandlung

8.1 Karl-Fischer-Titration

| Problem | Ursache | Abhilfe |
|---|---|--|
| Die Drift ist während des Konditionierens sehr hoch. | <i>Die Titrierzelle ist undicht.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Das Septum überprüfen und gegebenenfalls ersetzen. Das Molekularsieb ersetzen. Die Schliffmanschetten auf ausgefranste Kanten überprüfen. Gegebenenfalls die Kanten sauber zuschneiden oder die Schliffmanschetten ersetzen. |
| | <i>Es befinden sich wasserhaltige Depots in der Titrierzelle.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Titrierzelle schütteln. |
| | <i>Das Reagenz ist erschöpft oder verunreinigt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Das Reagenz ersetzen. |
| | <i>Der Katholyt ist alt oder feucht.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Den Katholyt mindestens einmal pro Woche ersetzen. Den Katholyt mit KF-Einkomponentenreagenz trocknen. |
| | <i>Das Diaphragma der Generatorelektrode ist verschmutzt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Das Diaphragma reinigen (gemäss Anweisungen im Merkblatt zur Generatorelektrode). |
| | <i>Es findet eine Nebenreaktion statt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Evtl. einen KF-Ofen verwenden. Siehe Fachliteratur. |
| | <i>Das Molekularsieb am KF-Ofen ist erschöpft.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Das Molekularsieb ersetzen. |
| | <i>Der Gasfluss vom KF-Ofen in die Titrierzelle ist zu hoch.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Den Gasfluss reduzieren (Wenn Sie mit der Ofenmethode mit Probenvials arbeiten, den Gasfluss zwischen 40 und 60 mL/min einstellen). |
| Die Drift wird nach jeder Titration höher. | <i>Die Probe gibt das Wasser sehr schleppend ab.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Evtl. einen KF-Ofen verwenden. Siehe Fachliteratur. |

| Problem | Ursache | Abhilfe |
|--|---|---|
| Die Drift ist schwankend. | <i>Die Probenlösung ist schlecht gerührt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Rührgeschwindigkeit so einstellen, dass die Probenlösung sehr gut durchmischt wird. |
| | <i>Die Regelparameter sind falsch eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Regelparameter auf Standardwerte zurücksetzen. |
| Die Titrationszeit ist zu lang. | <i>Die Drift beim Konditionieren ist nicht stabil.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Mit dem Start der Titration warten, bis die Drift stabil ist. |
| | <i>Der Parameter Startdrift ist zu hoch eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Startdrift tiefer einstellen. Die Stoppdrift anpassen oder die Relative Stoppdrift verwenden. |
| | <i>Der Parameter Stoppdrift ist zu tief eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Stoppdrift höher einstellen oder die Relative Stoppdrift verwenden. |
| | <i>Die Wassermenge ist zu hoch.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Probeneinmasse und Wassergehalte gemäss <i>Tabelle "Empfohlene Probeneinmasse", Seite 32</i> beachten. |
| | <i>Die Regelparameter sind falsch eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Den Parameter Regelbereich tiefer einstellen und den Parameter Max. Rate höher einstellen. |
| Das Resultat fällt zu hoch aus. | <i>Die Titrierzelle ist noch nicht richtig konditioniert.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Titrierzelle schütteln und warten, bis die Drift stabil ist. |
| | <i>Die Probe enthält oxidierbare Substanzen.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Evtl. einen KF-Ofen verwenden. Siehe Fachliteratur. |
| | <i>Der Parameter Stoppdrift ist zu tief eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Stoppdrift höher einstellen oder die Relative Stoppdrift verwenden. |
| | <i>Die Driftkorrektur ist zu klein (z. B. bei Verwendung eines KF-Ofens oder bei manueller Driftkorrektur).</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Titration starten, solange der Gasfluss zwischen dem Konditioniervial und der Titrierzelle noch besteht. Den Parameter Driftkorrektur auf auto (= automatische Driftkorrektur) einstellen. |
| Das Resultat fällt zu tief aus. | <i>Die Probe setzt Iod frei.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Evtl. einen KF-Ofen verwenden. Siehe Fachliteratur. |
| | <i>Der Parameter Stoppdrift ist zu hoch eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> Die Stoppdrift tiefer einstellen. |



| Problem | Ursache | Abhilfe |
|-------------------------------------|---|--|
| | <i>Die Driftkorrektur ist zu gross (z. B. bei zu hoher Startdrift, bei schwankender Drift oder bei manueller Driftkorrektur).</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Für stabile und tiefere Drift sorgen. ▪ Den Parameter Driftkorrektur auf auto (= automatische Driftkorrektur) einstellen. |
| | <i>Der Parameter Min. Rate ist zu tief eingestellt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Den Parameter Min. Rate höher einstellen. ▪ Die Regelparameter auf Standardwerte zurücksetzen. |
| Die Resultate streuen stark. | <i>Die Probe ist inhomogen.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Die Probe wenn möglich homogenisieren. ▪ Evtl. ein grösseres Probeneinmass verwenden. |
| | <i>Die Probenzugabe ist schlecht reproduzierbar.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Die Hinweise in <i>Kapitel 4.3, Seite 32</i> beachten. |
| | <i>Die Drift schwankt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Für stabile Drift sorgen. |

8.2 Verschiedenes

| Problem | Ursache | Abhilfe |
|---|---|---|
| Es wird kein Report gedruckt. | <i>Der Drucker wird vom Gerät nicht erkannt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Das 899 Coulometer ausschalten und wieder einschalten. ▪ Einen USB-Hub verwenden und den Drucker am USB-Hub anschliessen. |
| | <i>Das Druckermodell ist ungeeignet.</i> | Einen Drucker verwenden, der den geforderten Spezifikationen entspricht (<i>siehe Kapitel 9.3.4, Seite 97</i>). |
| Die angeschlossene USB-Tastatur oder PC-Maus funktioniert nicht. | <i>Die Tastatur oder die Maus wird vom Gerät nicht erkannt.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Das 899 Coulometer ausschalten und wieder einschalten. ▪ Einen USB-Hub verwenden und die Tastatur oder Maus am USB-Hub anschliessen. |
| | <i>Die Tastatur oder Maus ist ungeeignet.</i> | Ein Modell verwenden, das den geforderten Spezifikationen entspricht (<i>siehe Kapitel 9.3, Seite 95</i>). |
| Die Anzeige ist nicht mehr lesbar. | <i>Der Kontrast ist falsch eingestellt.</i> | Den Kontrast korrekt einstellen (<i>siehe Kapitel 6.1, Seite 64</i>). |

| Problem | Ursache | Abhilfe |
|--|--|--|
| Mettler XP-Waagen senden als ID1 "R" oder "O ----". | <i>Das automatische Kalibrieren der Waage ist aktiviert.</i> | Das automatische Kalibrieren deaktivieren. |
| Die Meldung 020-511 "Vorgang nicht möglich" wird angezeigt. | <i>Der USB-Stick ist nicht mehr angeschlossen.</i> | <ol style="list-style-type: none"> 1. Den USB-Stick anschliessen. 2. Das Gerät ausschalten und wieder einschalten. |
| | <i>Der USB-Stick ist voll.</i> | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Einen anderen USB-Stick verwenden. ▪ Dateien mithilfe eines PCs löschen. |

**HINWEIS**

Bei einigen Waagen können zusätzlich zum Probeneinmass die Probenidentifikationen und die Methode gesendet werden.

Stellen Sie sicher, dass die Waage das Probeneinmass erst am Schluss sendet.

Mettler AX

Bei der Mettler AX-Waage müssen die Felder, welche die Probenidentifikation oder die Methode enthalten, wie folgt bezeichnet sein:

- Bezeichnung für Feld mit Methodenname: **METHODE**
- Bezeichnung für Feld mit Probenidentifikation 1: **ID1**
- Bezeichnung für Feld mit Probenidentifikation 2: **ID2**

9.3 USB-Geräte**HINWEIS**

USB-Peripheriegeräte, die Sie anschliessen möchten, müssen entweder *USB 1.0/1.1 (Full-Speed)* oder *USB 2.0 (High-Speed)* unterstützen. Die maximale Datenübertragungsrate beträgt aber in jedem Fall 12 MBit/s.

PC-Tastaturen, PC-Mäuse und Barcodeleser sind sogenannte HID-Geräte (**H**uman **I**nterface **D**evice) und können nur über einen USB-Hub angeschlossen werden.

Drucker sollten ebenfalls über einen USB-Hub angeschlossen werden. Je nach Hersteller oder Druckertyp ist ein direkter Anschluss jedoch möglich.

9.3.1 Numerische USB-Tastatur 6.2147.000

Für das Navigieren im Dialog muss die Taste **[Num Lock]** gedrückt werden. Damit sind die Pfeiltasten wirksam.

Für die Zahleneingabe muss der entsprechende Editierdialog geöffnet sein.

Tabelle 4 Tastenbelegung

| Taste des 899 Coulometer oder Funktion im Editierdialog | Taste auf der numerischen USB-Tastatur |
|--|---|
| [BACK] | [Home] |
| [↑] [↓] | [↑] [↓] |



| Taste des 899 Coulometer oder Funktion im Editierdialog | Taste auf der numerischen USB-Tastatur |
|--|---|
| [⇐] [⇒] | [←] [→] |
| [OK] | [Enter] |
| [+-] | [BS] (Rücktaste) |
| Löschen | [Del] |
| Akzept. | [Home] |

9.3.2 Tastenbelegung einer USB-Tastatur

Zur Erleichterung der Texteingabe und Zahleneingabe kann eine handelsübliche USB-Tastatur angeschlossen werden.

Für die Texteingabe und Zahleneingabe muss der entsprechende Editierdialog geöffnet sein.

Table 5 Tastenbelegung

| Taste des 899 Coulometer oder Funktion im Editierdialog | Taste auf der USB-Tastatur |
|--|---|
| [BACK] | [Esc] |
| [↑] [↓] | [↑] [↓] |
| [⇐] [⇒] | [←] [→] |
| [OK] | [↵] (Eingabetaste) oder [Enter] auf dem Zahlenblock |
| [STOP] | [Ctrl/Strg] + [S] |
| [START] | [Ctrl/Strg] + [G] |
| [+-] | [←] (Rücktaste) |
| Löschen | [Delete] |
| Abbrech. | [Ctrl/Strg] + [Q] |
| Akzept. | [Esc] |



HINWEIS

Die Beschriftung der USB-Tastatur kann je nach länderspezifischer Tastatur von obiger Beschriftung abweichen.

9.3.3 PC-Maus

Zur Erleichterung der Navigation im Dialog des 899 Coulometer kann eine PC-Maus angeschlossen werden.

Tabelle 6 Mausfunktionen

| Taste des 899 Coulometer | Mausfunktion |
|--------------------------|----------------------------------|
| [OK] | Linke Maustaste |
| [BACK] | Rechte Maustaste |
| [↑] [↓] [←] [→] | Mausbewegung vertikal/horizontal |
| [↑] [↓] | Scrollrad vertikal |

9.3.4 Drucker

Das Angebot an USB-Druckern ist sehr vielfältig und ändert sich rasch. Bei der Auswahl eines Druckers müssen folgende Punkte beachtet werden:

- USB-Schnittstelle erforderlich
- Druckersprache: HP-PCL, Canon BJI Commands, Epson ESC P/2 oder ESC/POS



HINWEIS

Vor allem preisgünstige Drucker sind oft nur für den Betrieb mit einem PC ausgelegt und verfügen nicht über eine der obigen Druckersprachen. Diese Modelle sind darum nicht geeignet.

9.4 Regelparameter und Polarisationsstrom

Die Standardregelparameter sind für die meisten Bestimmungen optimal eingestellt und sollten nicht geändert werden. Wenn Sie die Regelparameter für spezielle Reagenzien und/oder Proben trotzdem ändern müssen, beachten Sie bitte, dass folgende Parameter voneinander abhängig sind:

- Der Polarisationsstrom der Indikatorelektrode (*siehe Parameter "I(pol)", Seite 82*)
- Der Endpunkt (*siehe Parameter "Endpunkt bei", Seite 78*)
- Der Regelbereich (*siehe Parameter "Regelbereich", Seite 78*)

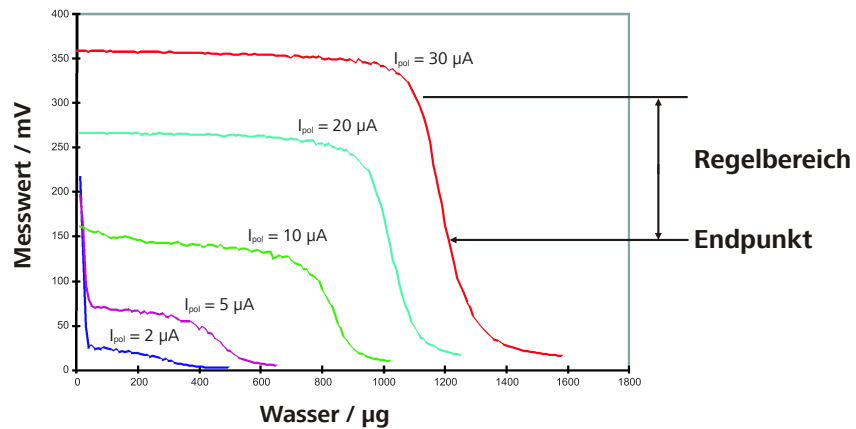


Abbildung 26 Regelparameter und Polarisationsstrom

Das Diagramm zeigt Karl-Fischer-Titrationskurven bei unterschiedlichen Polarisationsströmen (Reagenz Coulomat AD). Es ist klar ersichtlich, dass sich die Lage des Endpunktes mit dem Polarisationsstrom ändert. Die Kurven sind unterschiedlich steil, d. h. der Regelbereich muss ebenfalls angepasst werden. Polarisationsströme < 10 µA sind für diese Anwendung nicht geeignet. Die folgende Tabelle gibt Ihnen eine Idee der optimalen Regelparameter bei unterschiedlichen Polarisationsströmen.

Tabelle 7 Optimale Regelparameter bei unterschiedlichen Polarisationsströmen

| I(pol) (Polarisationsstrom) | 10 µA | 20 µA | 30 µA |
|-----------------------------|--------------|--------------|--------------|
| Endpunkt bei | 50 mV | 100 mV | 150 mV |
| Regelbereich | 70 mV | 100 mV | 120 mV |
| Max. Rate | Standardwert | Standardwert | Standardwert |
| Min. Rate | Standardwert | Standardwert | Standardwert |
| Stopppdrift | Standardwert | Standardwert | Standardwert |

Die Indikatorelektrode wird nach einer gewissen Gebrauchsdauer im gleichen Reagenz aktiviert, d. h. die Titrationskurve wird steiler. Wenn die Titrationskurve zu steil ist, können langsam schwankende Driftwerte während des Konditionierens auftreten. Sie lösen dieses Problem, indem Sie den Endpunkt tiefer einstellen. Zu tief eingestellte Endpunkte können jedoch die Titration verlängern. Dies kann den Messfehler ungünstig beeinflussen.

9.5 Methodenbeispiele für das Arbeiten mit dem Karl-Fischer-Ofen

In der folgenden Tabelle finden Sie empfohlene Parametereinstellungen für das Arbeiten mit einem Karl-Fischer-Ofen. Die Methoden können sowohl mit einem Probenwechsler mit Ofenmodul (z. B. *885 Compact Oven SC*) als auch mit einem Karl-Fischer-Ofen (z. B. *860 KF Thermoprep*) verwendet werden. Die Tabelle enthält nur die Parametereinstellungen, die von den Standardwerten abweichen.

| Parameter | Blindwertbestimmung (Methodenvorlage Blank) | Wassergehaltsbestimmung (Methodenvorlage KFC-Blank) |
|------------------------|---|---|
| >Konditionieren | | |
| Startdrift | 10 µg/min *) | 10 µg/min *) |
| Stabilisierzeit | 30 s | 30 s |
| >Startbedingungen | | |
| Probeneinmass abfragen | aus | aus |
| Pause bei Abfrage | aus | aus |
| >Titrationsparameter | | |
| Extraktionszeit | 180 s | 180 s |
| Rührgeschwindigkeit | 12 | 12 |
| >Statistik | | |
| Statistik | ein | – |
| Anzahl Bestimmungen | 3 | – |
| >Reporte | | |
| Resultate | ein | ein |
| Berechnungen/Statistik | ein | – |

*) Wenn Sie in einer Umgebung mit hoher Luftfeuchtigkeit arbeiten, empfehlen wir, den Parameter **Startdrift** auf 20 µg/min einzustellen.

3 Initialisierung bestätigen



HINWEIS

Wenn die Abfrage nicht innerhalb von 8 s bestätigt wird, wird der Vorgang abgebrochen.

- Zweimal **[BACK]** drücken.

Die Initialisierung wird gestartet. Dieser Prozess dauert ca. 80 s. Nach erfolgreicher Initialisierung wird das Gerät automatisch gestartet.

9.7 Remote-Schnittstelle

9.7.1 Pin-Belegung der Remote-Schnittstelle

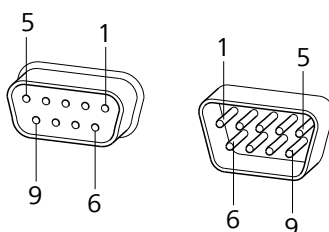


Abbildung 27 Pin-Belegung von Remote-Buchse und Remote-Stecker

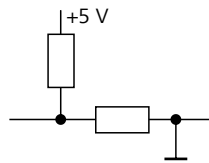
Die obige Darstellung der Pin-Belegung gilt für alle Metrohm-Geräte mit 9-poligem D-Sub-Remote-Anschluss.

Tabelle 8 Eingänge und Ausgänge der Remote-Schnittstelle

| Pin-Nr. | Belegung | Funktion |
|---------|--------------|-----------|
| 1 | Output 0 | Ready/EOD |
| 2 | Output 1 | - |
| 3 | Output 2 | Titration |
| 4 | Output 3 | Cond OK |
| 5 | Output 4 | Error |
| 6 | 0 Volt (GND) | |
| 7 | +5 Volt | |
| 8 | Input 0 | Start |
| 9 | Input 1 | Stop |

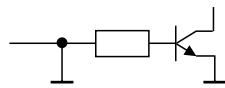


Inputs



ca. 5 kΩ Pull-up
 $t_p > 100 \text{ ms}$
 aktiv = low, inaktiv = high

Outputs



Open Collector
 $t_p > 200 \text{ ms}$
 aktiv = low, inaktiv = high
 $I_C = 20 \text{ mA}$, $V_{CE0} = 40 \text{ V}$
 +5 V: maximale Belastung = 20 mA

9.7.2 Statusdiagramm der Remote-Schnittstelle

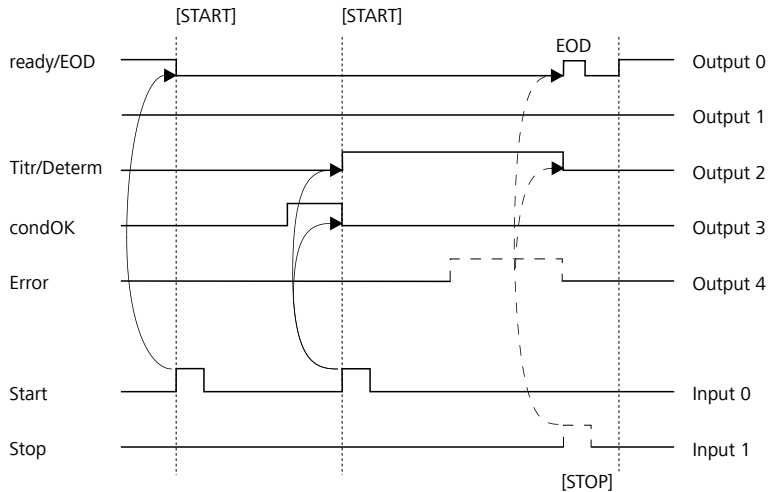


Abbildung 28 Remote-Statusdiagramm

EOD = End of Determination

9.8 Fernsteuerung über eine RS-232-Verbindung

Das 899 Coulometer kann über eine RS-232-Verbindung ferngesteuert werden. Dazu ist eine **RS-232/USB Box 6.2148.030** erforderlich. Schliessen Sie die RS-232/USB Box an der USB-Schnittstelle des Gerätes an.

Die RS-232/USB Box hat zwei Anschlüsse für RS-232-Geräte. Die RS-232-Fernsteuerung funktioniert nur über den Anschluss **RS-232/2**. Der Anschluss RS-232/1 ist für die Verbindung zu einer Waage vorgesehen. Verbinden Sie den Anschluss **RS-232/2** der RS-232/USB Box mit einer seriellen Schnittstelle (COM-Schnittstelle mit dem Symbol **IOIOI** gekennzeichnet) eines PCs. Verwenden Sie dazu ein **Verbindungskabel 6.2134.040**.

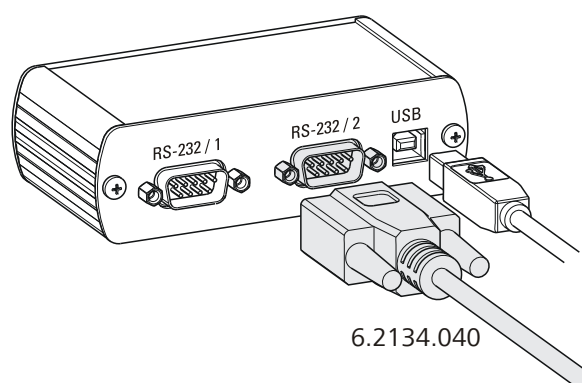


Abbildung 29 RS-232/USB Box mit PC verbinden

Schnittstellenparameter

Wir empfehlen folgende Parameter für die RS-232-Schnittstelle **COM2**:

- Baudrate: **19200**
- Datenbits: **8**
- Stoppbits: **1**
- Parität: **keine**
- Handshake: **Software**

Am 899 Coulometer stellen Sie die Schnittstellenparameter unter **Menü ▶ System ▶ Externe Geräte ▶ COM2-Einstellungen** ein.

Übertragungsprotokoll

Die Datenkommunikation ist synchron. Auf jeden Befehl erfolgt eine Antwort des Gerätes.

Ein Befehl muss mit den Steuerzeichen **CR LF** als Abschlusszeichen an das Gerät gesendet werden. Antworten des Gerätes werden ebenfalls mit **CR LF** als Abschlusszeichen übertragen.

Das Gerät sendet keine spontanen Meldungen.



9.8.1 Befehle und Variablen

| Befehl | Funktion | Kommentar |
|-----------------------------|------------------------|--|
| \$G | Start/Continue | Entspricht der Taste [START] bzw. [Weiter] |
| \$S | Stop | Entspricht der Taste [STOP] |
| \$H | Hold | Methodenablauf anhalten |
| \$D | Gerätezustand abfragen | <p>Antworten: <i>Ready;0, Busy;0, Hold;0</i> oder <i>Cond;0</i> (0 = keine Meldung)</p> <p>Wenn am Gerät eine Meldung das Eingreifen des Anwenders erfordert, zeigt die Antwort der Statusabfrage die entsprechende Meldungsnummer. Beispiel:</p> <p><i>Busy;012-111</i></p> <p>= 012-111 Konditionieren nicht OK</p> <p>Die Meldung kann mit [Ja] oder [Nein] quittiert werden, siehe unten.</p> |
| \$A | Meldung quittieren | <p>Meldung am Gerät mit [OK] bestätigen</p> <p>Unmittelbar vor dem Quittieren der Meldung muss zwingend eine Statusabfrage erfolgen, welche die Meldungsnummer liefert, siehe oben.</p> |
| \$A(OK), \$A(CANCEL) | Meldung quittieren | Meldung mit [OK] bzw. [Abbrech.] bestätigen |
| \$A(YES), \$A(NO) | Meldung quittieren | Meldung mit [Ja] bzw. [Nein] bestätigen |
| \$L(Methodenname) | Methode laden | Der Methodenname muss bekannt und eindeutig sein. |
| \$Q(Variable) | Variablenwert abfragen | <p>Beispiele für Variablen: <i>EP1, R1, C00</i>.</p> <p>Vollständige Liste der Variablen, <i>siehe Seite 40</i>.</p> |

Die Werte der Variablen stehen erst nach dem Ende einer Bestimmung (im 'ready'-Zustand) zur Verfügung.

| Antwort des Gerätes | Kommentar |
|---------------------|------------------------|
| OK | Befehl ausgeführt |
| E1 | Methode nicht gefunden |

| Antwort des Gerätes | Kommentar |
|---------------------|--------------------|
| E2 | Ungültige Variable |
| E3 | Ungültiger Befehl |

9.9 Rechenalgorithmen im 899 Coulometer

Zahlenformat

Die Software des 899 Coulometer rechnet gemäss der verbreiteten Norm IEEE 754 (IEEE Standard for Binary Floating-Point Arithmetic for Microprocessor Systems). Das bedeutet, dass die Zahlen bei Berechnungen in "double precision" (64 Bit) verwendet werden. Dezimale Zahlen werden rechnerintern in binäre Zahlen konvertiert und in dieser Form für Berechnungen verwendet. Die Ausgabe auf dem Display und in Reporten enthält wieder dezimale Zahlen; die binären Zahlen werden also wieder in dezimale Zahlen umgewandelt. Um die rechnerintern durchgeführten Berechnungen nach IEEE 754 selbst überprüfen zu können, werden die Zahlen im Berechnungsreport in voller Genauigkeit ausgegeben. Zwischen einer ursprünglich eingegebenen dezimalen Zahl und der rechnerinternen Darstellung in voller Genauigkeit kann es zu einer minimalen Differenz im hinteren Dezimalstellenbereich kommen. Diese Differenz beruht auf der Tatsache, dass es nicht für jede dezimale Zahl eine exakte binäre Entsprechung gibt. Wenn Sie z. B. das Probeneinmass 50.3 mg eingeben, wird dies im Berechnungsreport in "double precision" mit 5.029999999999999E+01 dargestellt.

Rundungsverfahren

Messwerte und Resultate werden auf die definierte Anzahl Dezimalstellen gerundet (kaufmännisches Runden, gemäss Amerikanischem Arzneimitteibuch USP). Wenn die Ziffer an der ersten wegfallenden Dezimalstelle **1, 2, 3 oder 4** ist, wird abgerundet, wenn diese Ziffer **5, 6, 7, 8 oder 9** ist, wird aufgerundet. Negative Zahlen werden nach ihrem Betrag gerundet, d. h. weg von Null.

Beispiele:

aus **2.33** wird **2.3**

aus **2.35** wird **2.4**

aus **2.47** wird **2.5**

aus **-2.38** wird **-2.4**

aus **-2.45** wird **-2.5**

Statistik

Es werden der arithmetische Mittelwert sowie die absolute und relative Standardabweichung von Resultaten berechnet:



Sie können maximal fünf Resultate ($1 \leq k \leq 5$) statistisch auswerten, die in einer Bestimmung berechnet werden. Eine Statistikserie kann maximal 20 Bestimmungen beinhalten ($1 \leq n \leq 20$).

Für nachstehende Formeln gilt folgende Konvention:

$1 \leq n \leq 20$ und $1 \leq k \leq 5$.

Mittelwert:

$$\bar{x}_k = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n R_{k,i}$$

Absolute Standardabweichung:

$$S abs_k = + \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_{k,i} - \bar{x}_k)^2}{n-1}}$$

Relative Standardabweichung (in %):

$$S rel_k = 100 \cdot \frac{S abs_k}{\bar{x}_k}$$

Erläuterungen

In die Statistik gehen die Einzelwerte in voller Genauigkeit ein.

Beim 64-Bit-Zahlenformat ergeben sich für die Gleitkommazahl in dezimaler Darstellung 15 signifikante Stellen.

Die Genauigkeit kann durch die Wahl des Präfixes der Einheit (Milli, Mikro) und der Anzahl Nachkommastellen gesteuert werden.

Beispiel:

Das angezeigte Resultat **1234.56789158763 mg/L** hat 15 signifikante Stellen. Es soll gemäss obigem Rundungsverfahren auf drei Nachkommastellen gerundet werden:

- **1234.568 mg/L.**

Wenn das gleiche Resultat in **g/L** ausgedrückt (**1.23456789158763 g/L**) und ebenfalls auf drei Nachkommastellen gerundet wird, ergibt sich

- **1.235 g/L.**

D. h. Sie erhalten die geringsten Genauigkeitsverluste durch das Runden, wenn Sie die Applikation und das Zahlenformat so wählen, dass die angezeigten Zahlen möglichst viele Vorkommastellen aufweisen.

Eine vollständige Nachrechnung der Statistik mittels Taschenrechner oder PC-Kalkulationsprogrammen kann Abweichungen aufweisen. Dies ist in den unterschiedlichen verwendeten binären Zahlenformaten dieser Rechner begründet.

**HINWEIS**

Die beschriebenen Genauigkeitsverluste durch Runden im Bereich der signifikanten Stellen haben nur eine theoretische Relevanz. Sie liegen meist um Größenordnungen niedriger als messtechnische Unsicherheiten (Waagenfehler, Dosierfehler, Messfehler).



10 Technische Daten

10.1 Messeingänge

Der Messzyklus beträgt 100 ms für den Messmodus Ipol AC.

10.1.1 Indikatorelektrode

Ein Messeingang (**Ind.**) für eine Indikatorelektrode.

Messmodus Ipol

Bestimmung mit wählbarem Polarisationsstrom.
Voltametrische Endpunktindikation mit Wechselstrom.

*Polarisations-
strom*

typisch: 5, 10, 20 und 30 μA

10.1.2 Temperatur

Ein Messeingang (**Temp.**) für einen Temperaturfühler des Typs Pt1000.

Messbereich

-150...+250 °C

Auflösung

0.1 °C

Messgenauigkeit

± 0.2 °C

(Gilt für Messbereich -20...+150 °C; ± 1 Digit; ohne Fehler des Sensors, unter Referenzbedingungen.)

10.2 Generatoranschluss

Ein Elektrodenanschluss (**Gen.**) für eine Generatorelektrode.

10.2.1 Generatorelektrode

Ladegerzeugung mit Strompulsen oder Dauerstrom.

*Strom an der Elek-
trode*

auto: variabler Gleichstrom
100, 200, 400 mA: gepulster Gleichstrom

I_{max}

400 mA

10.3 Interner Rührer

| | |
|-----------------------------------|-----------------------------------|
| <i>Drehzahl</i> | |
| <i>Maximale Drehzahl</i> | $\pm(1700 \dots 1900)$ U/min |
| <i>Drehzahleinstellung</i> | ± 15 Stufen |
| <i>Drehzahländerung pro Stufe</i> | $\pm(115 \dots 125)$ U/min |
| <i>Sicherung</i> | elektronischer Überlastungsschutz |

10.4 Schnittstellen und Anschlüsse

| | |
|----------------------------|---|
| <i>MSB-Anschluss MSB1</i> | 8-polige Mini-DIN-Buchse zum Anschliessen eines zusätzlichen Rührers. |
| <i>USB (OTG)-Anschluss</i> | Zum Anschliessen von USB-Peripheriegeräten. |
| <i>Remote-Anschluss</i> | Zum Anschliessen von Geräten mit Remote-Schnittstelle. |

10.5 Stromversorgung

| | |
|----------------------------------|--------------|
| <i>Externes Netzgerät</i> | 24 V, 65 W |
| <i>Eingangsspannungsbereich</i> | 20...28 V DC |
| <i>Leistungsaufnahme maximal</i> | 36 W |

10.6 Umgebungstemperatur

| | |
|------------------------------------|---|
| <i>Nomineller Funktionsbereich</i> | +5...+45 °C (bei max. 85 % Luftfeuchtigkeit) |
| <i>Lagerung</i> | -20...+60 °C |
| <i>Transport</i> | -40...+60 °C |



10.7 Referenzbedingungen

| | |
|----------------------------------|------------------------------------|
| <i>Umgebungstemperatur</i> | +25 °C (± 3 °C) |
| <i>Relative Luftfeuchtigkeit</i> | ≤ 60 % |
| <i>Betriebswarmer Zustand</i> | Gerät mindestens 30 min in Betrieb |
| <i>Gültigkeit der Daten</i> | nach Ableich |

10.8 Dimensionen

| | |
|---------------------------------------|------------------|
| <i>Breite</i> | 143.5 mm |
| <i>Höhe (ohne Titriergefäßhalter)</i> | 112 mm |
| <i>Höhe (mit Titriergefäßhalter)</i> | 195 mm |
| <i>Tiefe</i> | 281.5 mm |
| <i>Gewicht (inkl. Netzteil)</i> | 2800 g |
| <i>Material</i> | |
| <i>Gehäuse</i> | PBT |
| <i>Material</i> | |
| <i>Boden</i> | Edelstahl 1.4301 |

11 Zubehör

Aktuelle Informationen zum Lieferumfang und zum optionalen Zubehör zu Ihrem Produkt finden Sie im Internet. Sie können diese Informationen mit Hilfe der Artikelnummer wie folgt herunterladen:

Zubehörliste herunterladen

- 1** Im Internetbrowser <https://www.metrohm.com/> eintippen.
- 2** Im Suchfeld die Artikelnummer (z. B. **899**) eingeben.
Das Suchergebnis wird angezeigt.
- 3** Auf das Produkt klicken.
Detailinformationen zum Produkt werden auf verschiedenen Registerkarten angezeigt.
- 4** Auf der Registerkarte **Zubehör** auf **PDF Download** klicken.
Die PDF-Datei mit den Zubehördaten wird erstellt.



HINWEIS

Sobald Sie Ihr neues Produkt erhalten, empfehlen wir, die Zubehörliste aus dem Internet herunterzuladen, auszudrucken und als Referenz zusammen mit dem Handbuch aufzubewahren.

