

899 Coulometer



Mode d'emploi

8.899.8001FR / 2020-02-25



Metrohm AG

CH-9100 Herisau

Suisse

Téléphone : +41 71 353 85 85

Fax : +41 71 353 89 01

info@metrohm.com

www.metrohm.com

899 Coulometer

Mode d'emploi

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

La présente documentation est protégée par les droits d'auteur. Tous droits réservés.

La présente documentation a été élaborée avec le plus grand soin. Cependant, des erreurs ne peuvent être totalement exclues. Veuillez communiquer vos remarques à ce sujet directement à l'adresse citée ci-dessus.

Table des matières

1	Introduction	1
1.1	Description de l'appareillage	1
1.1.1	Connecteurs	1
1.1.2	Utilisation conforme	2
1.2	Informations concernant la documentation	2
1.2.1	Conventions de représentation	2
1.3	Consignes de sécurité	3
1.3.1	Généralités concernant la sécurité	3
1.3.2	Sécurité électrique	3
1.3.3	Connexions tubulaires et capillaires	5
1.3.4	Solvants et produits chimiques combustibles	5
1.3.5	Recyclage et élimination	5
2	Aperçu général de l'appareil	6
2.1	Face avant	6
2.2	Face arrière	7
3	Installation	8
3.1	Mise en place de l'appareil	8
3.1.1	Emballage	8
3.1.2	Contrôle	8
3.1.3	Emplacement	8
3.2	Ajuster la cellule de titrage pour la coulométrie	9
3.2.1	Insérer la cellule de titrage	9
3.2.2	Préparer la cellule de titrage	9
3.2.3	Monter le tube d'addition et d'aspiration (utilisation avec Ti Stand)	13
3.2.4	Utiliser la cellule de titrage avec le four Karl Fischer	14
3.2.5	Utiliser la cellule de titrage avec un passeur d'échantillons	14
3.3	Connecter le coulomètre à l'alimentation électrique	14
3.3.1	Connecter le bloc d'alimentation	14
3.3.2	Connecter la power box	16
3.4	Connecter des capteurs	17
3.4.1	Connecter une électrode génératrice	17
3.4.2	Connecter une électrode indicatrice	18
3.4.3	Connecter un capteur de température	20
3.5	Connecter un agitateur supplémentaire	21
3.6	Connecter une balance	22
3.7	Connecter un clavier, une imprimante ou autres appareils USB	24



3.8	Connecter un passeur d'échantillons au connecteur Remote	27
4	Titrage coulométrique	29
4.1	Principe de la coulométrie d'après Karl Fischer	29
4.2	Utiliser des standards d'eau	30
4.2.1	Standards d'eau certifiés	30
4.2.2	Recommandations pratiques	30
4.3	Ajout d'échantillon	32
4.3.1	Taille des prises d'essai	32
4.3.2	Travailler avec des échantillons liquides	33
4.3.3	Travailler avec des échantillons solides	33
4.4	Conditions d'utilisation optimales	34
4.4.1	Généralités	34
4.4.2	Dérive	34
4.4.3	Changement du réactif	35
4.4.4	Électrode indicatrice	35
5	Maniement	36
5.1	Allumer et éteindre l'appareil	36
5.2	Bases du maniement	37
5.2.1	Le clavier	37
5.2.2	Structure des boîtes de dialogue	37
5.2.3	Naviguer dans la boîte de dialogue	38
5.2.4	Entrée de texte et de nombres	38
5.2.5	Sélection dans une liste de sélection	39
5.3	Éditeur de formule	40
5.4	Méthodes	41
5.4.1	Modèles de méthode	41
5.4.2	Charger un modèle de méthode	41
5.4.3	Sauvegarder une méthode	42
5.4.4	Exporter une méthode	43
5.5	Contrôle	44
5.6	Données d'échantillon	45
5.6.1	Entrer les données d'échantillon dans la boîte de dialogue principale	45
5.6.2	Demander les données d'échantillon au démarrage de la détermination	46
5.7	Table d'échantillons	47
5.7.1	Généralités	47
5.7.2	Éditer les données d'échantillon	49
5.7.3	Envoyer la prise d'essai de la balance	50
5.8	Réalisation de la détermination	51

5.9	Modifications « live »	54
5.9.1	Éditer les données d'échantillon de la détermination en cours	54
5.9.2	Éditer la table d'échantillons pendant une détermination en cours	55
5.9.3	Éditer les paramètres live	57
5.10	Résultats	58
5.11	Statistiques	59
5.12	Imprimer un rapport manuellement	61
5.13	Contrôle manuel	62
5.13.1	Agiter	63
6	Paramétrages de système	64
6.1	Paramétrages de base	64
6.2	Gérer les variables communes	67
6.2.1	Généralités	67
6.2.2	Éditer les variables communes	67
6.3	Gestion de fichiers	69
6.4	Configurer les appareils externes	70
6.5	Diagnostic d'appareil	73
6.5.1	Charger des versions de programme et des fichiers de langue	73
6.5.2	Fonctions de diagnostic	74
7	Paramètres	75
7.1	Titrages coulométriques Karl Fischer (KFC)	75
7.1.1	Conditionnement	75
7.1.2	Conditions de départ	77
7.1.3	Paramètres de régulation	78
7.1.4	Paramètres de titrage	81
7.1.5	Conditions d'arrêt	83
7.1.6	Calcul	83
7.1.7	Statistiques	88
7.1.8	Rapports	88
8	Traitement des problèmes	90
8.1	Titrage Karl Fischer	90
8.2	Divers	92
9	Annexe	94
9.1	Vitesse d'agitation	94
9.2	Balance	94



9.3	Appareils USB	95
9.3.1	Clavier numérique USB 6.2147.000	95
9.3.2	Affectation des touches d'un clavier USB	96
9.3.3	Souris	97
9.3.4	Imprimante	97
9.4	Paramètres de régulation et courant de polarisation	98
9.5	Exemples de méthode pour l'utilisation du four Karl Fischer	99
9.6	Initialisation de système	100
9.7	Interface Remote	102
9.7.1	Affectation des broches de l'interface Remote	102
9.7.2	Diagramme d'état de l'interface Remote	103
9.8	Commande à distance via une connexion RS-232	103
9.8.1	Fonctions et variables	104
9.9	Algorithmes de calcul dans 899 Coulometer	106
10	Caractéristiques techniques	108
10.1	Entrées de mesure	108
10.1.1	Électrode indicatrice	108
10.1.2	Température	108
10.2	Connecteur de générateur	108
10.2.1	Électrode génératrice	108
10.3	Agitateur interne	109
10.4	Interfaces et connecteurs	109
10.5	Alimentation électrique	109
10.6	Température ambiante	110
10.7	Conditions de référence	110
10.8	Dimensions	110
11	Accessoires	111
	Index	112

Répertoire des figures

Figure 1	Face avant 899 Coulometer	6
Figure 2	Face arrière 899 Coulometer	7
Figure 3	Insérer la cellule de titrage (coulométrie)	9
Figure 4	Remplir le tube d'adsorption	10
Figure 5	Équiper la cellule de titrage (coulométrie)	11
Figure 6	Monter le tube d'addition et d'aspiration	13
Figure 7	Connecter le bloc d'alimentation	15
Figure 8	Connecter la power box	16
Figure 9	Dévisser le couvercle de l'électrode génératrice	17
Figure 10	Visser le câble d'électrode à l'électrode génératrice	18
Figure 11	Connecter une électrode génératrice	18
Figure 12	Dévisser le couvercle de l'électrode indicatrice	19
Figure 13	Visser le câble d'électrode sur l'électrode indicatrice	19
Figure 14	Connecter une électrode indicatrice	19
Figure 15	Connecter un capteur de température	20
Figure 16	Connecter un agitateur	21
Figure 17	Connecter une balance avec la RS-232/USB Box	22
Figure 18	Connecter des appareils USB	24
Figure 19	Connecter une clé USB	26
Figure 20	Connecter un clavier USB 6.2147.000 avec clé USB et imprimante ...	27
Figure 21	Connecter un hub USB avec clé USB, imprimante et RS-232/USB Box 6.2148.030	27
Figure 22	Connecter le câble Remote	28
Figure 23	Clavier 899 Coulometer	37
Figure 24	Structure des répertoires sur la clé USB	69
Figure 25	Vitesse de rotation selon la vitesse d'agitation	94
Figure 26	Paramètres de régulation et courant de polarisation	98
Figure 27	Affectation des broches de la prise et femelle Remote	102
Figure 28	Diagramme d'état Remote	103
Figure 29	Connecter la RS-232/USB Box au PC	104

1 Introduction

1.1 Description de l'appareillage

Le 899 Coulometer est un titreur de détermination coulométrique de la teneur en eau selon Karl Fischer. Des modèles de méthode sont disponibles et sont déjà configurés à l'exception de quelques paramètres. Les méthodes peuvent être modifiées et enregistrées sous un nouveau nom. Les méthodes peuvent en outre être exportées sur une clé USB connectée. Cette fonction permet de copier des méthodes d'un appareil à l'autre de façon rapide et simple.

Le 899 Coulometer possède un agitateur magnétique intégré visible sur la face supérieure du boîtier. La cellule de titrage (coulométrie) peut être placée de manière pratique sur l'agitateur magnétique. Grâce à sa construction compacte, vous pouvez employer l'appareil sur un petit espace comme titreur autonome. L'interface Remote vous permet d'autre part de connecter un passeur d'échantillons avec module four et d'effectuer des déterminations de manière automatisée.

Comme alternative à l'alimentation électrique avec le bloc d'alimentation fourni, le 899 Coulometer peut être exploité avec un accumulateur (appelé power box). La power box est disponible en option. Elle convient avant tout à l'emploi dans des environnements avec une alimentation électrique instable ou sans alimentation électrique.

1.1.1 Connecteurs

L'appareil présente les connecteurs suivants :

- **Connecteur électrique**
Pour connecter au secteur à l'aide du bloc d'alimentation fourni ou pour connecter à la power box 6.2164.500.
- **Connecteur MSB (Metrohm Serial Bus)**
Pour connecter un agitateur supplémentaire.
- **Connecteur USB (OTG)**
Avec l'adaptateur 6.2151.100, il est par ex. possible de connecter une imprimante, une clé USB ou un clavier USB.
- **Connecteurs de capteurs**
Trois connecteurs pour les types de capteur suivants :
 - Électrode de platine double
 - Électrode génératrice
 - Capteur de température (Pt1000)
- **Douille de mise à la terre**
Pour la mise à la terre du coulomètre.



- **Connecteur Remote**

Pour connecter des appareils avec interface Remote (par ex. *885 Compact Oven SC*).

1.1.2 Utilisation conforme

Le 899 Coulometer est prévu pour être utilisé comme titreur dans des laboratoires d'analyse. Son champ d'application est la détermination coulométrique de la teneur en eau selon Karl Fischer.

Le présent appareil est adapté au traitement de produits chimiques et d'échantillons combustibles. L'utilisation du 899 Coulometer exige donc de l'utilisateur des connaissances fondamentales et de l'expérience dans la manipulation des substances toxiques et corrosives. En outre, des connaissances en matière de prévention des incendies sont requises telles qu'elles sont prescrites dans les laboratoires.

1.2 Informations concernant la documentation



ATTENTION

Veillez lire attentivement cette documentation avant de mettre l'appareil en service. Elle contient des informations et des avertissements à l'attention de l'utilisateur dont il faut tenir compte pour s'assurer que l'appareil fonctionne en toute sécurité.

1.2.1 Conventions de représentation

Les symboles et mises en forme suivants peuvent être utilisés dans la présente documentation :

(5-12)

Renvoi aux légendes des schémas

Le premier nombre correspond au numéro de la figure, le second à l'élément de l'appareil dans la figure.

1

Étape d'instruction

Effectuez les étapes dans l'ordre indiqué.

Méthode

Texte d'une boîte de dialogue, Paramètre du logiciel

Fichier ▶ Nouveau

Menu ou ligne de menu

[Suivant]

Bouton ou **touche**

**AVERTISSEMENT**

Ce symbole indique un danger général pouvant provoquer des blessures éventuellement mortelles.

**AVERTISSEMENT**

Ce symbole met en garde contre un risque électrique.

**AVERTISSEMENT**

Ce symbole met en garde contre la chaleur ou les parties d'appareil chaudes.

**AVERTISSEMENT**

Ce symbole met en garde contre un risque biologique.

**ATTENTION**

Ce symbole indique un endommagement possible des appareils ou parties d'appareil.

**REMARQUE**

Ce symbole indique des informations et conseils supplémentaires.

1.3 Consignes de sécurité

1.3.1 Généralités concernant la sécurité

**AVERTISSEMENT**

Utilisez cet appareil uniquement selon les indications contenues dans la présente documentation.

Cet appareil a quitté l'usine dans un état de sécurité technique absolument irréprochable. Afin de préserver cet état et de garantir un fonctionnement sans risques de l'appareil, il est impératif de respecter à la lettre les avis ci-dessous.

1.3.2 Sécurité électrique

La norme internationale CEI 61010 garantit la sécurité électrique lors de la manipulation de l'appareil.

**AVERTISSEMENT**

Seul le personnel qualifié est autorisé à effectuer le travail d'entretien sur les composants électroniques.

**AVERTISSEMENT**

Ne jamais ouvrir le boîtier de l'appareil. Cela pourrait provoquer des dommages sur l'appareil. Le contact avec des composants sous tension peut en outre représenter un risque de blessure considérable.

L'intérieur du boîtier ne contient aucune pièce pouvant être entretenue ou remplacée par l'utilisateur.

Tension secteur**AVERTISSEMENT**

Une tension secteur incorrecte peut endommager l'appareil.

Utiliser cet appareil uniquement avec une tension secteur spécifique (voir la face arrière de l'appareil).

Protection contre les charges électrostatiques**AVERTISSEMENT**

Les sous-ensembles électroniques sont sensibles à la charge électrostatique et peuvent être détruits en cas de décharge.

Retirer impérativement le câble secteur de la prise d'alimentation secteur avant de connecter ou de déconnecter des connexions électriques sur la face arrière de l'appareil.

1.3.3 Connexions tubulaires et capillaires



ATTENTION

Les connexions tubulaires et capillaires non étanches représentent un risque pour la sécurité. Bien serrer à la main toutes les connexions. Évitez un serrage trop fort pour les connexions vissées. Des fuites apparaîtront si les extrémités des tuyaux sont endommagées. Il est possible d'utiliser des outils adaptés pour désassembler les connexions.

Contrôler régulièrement l'étanchéité de toutes les connexions. Si l'appareil est essentiellement utilisé sans surveillance, il est impératif d'effectuer des contrôles toutes les semaines.

1.3.4 Solvants et produits chimiques combustibles

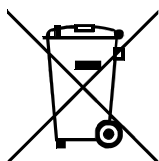


AVERTISSEMENT

Lors des travaux avec des solvants et produits chimiques combustibles, les mesures de sécurité qui s'appliquent doivent être respectées.

- Installer l'appareil dans un endroit bien ventilé (p. ex. dans une pièce équipée d'une hotte aspirante).
- Garder toute source d'inflammation potentielle éloignée du poste de travail.
- Nettoyer immédiatement les liquides et les matières solides renversés.
- Se référer aux consignes de sécurité fournies par le fabricant du produit chimique.

1.3.5 Recyclage et élimination



Ce produit est soumis à la directive 2012/19/UE du parlement européen, relative aux déchets d'équipements électriques et électroniques (DEEE).

L'élimination correcte de votre ancien équipement permet d'éviter toute conséquence néfaste pour l'environnement et la santé.

Pour plus d'informations concernant une élimination en règle de votre ancien équipement, veuillez vous renseigner auprès des autorités locales, d'un centre de service responsable de la gestion des déchets ou de votre partenaire commercial.



2 Aperçu général de l'appareil

2.1 Face avant

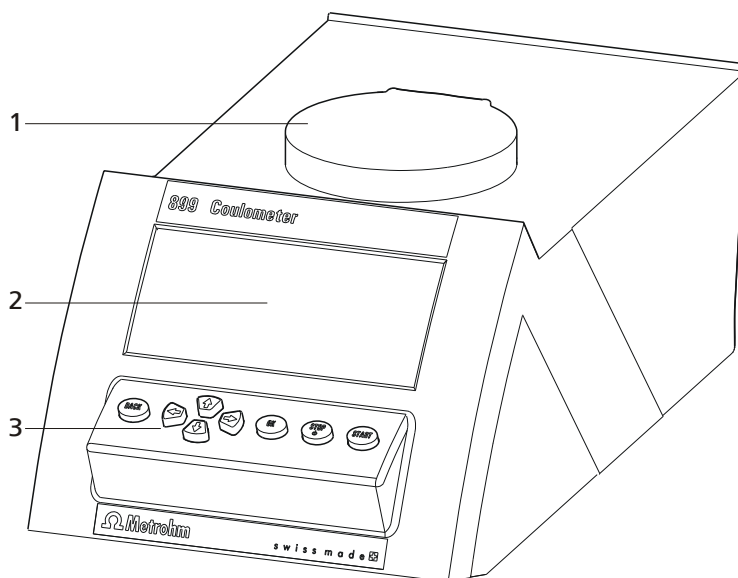


Figure 1 Face avant 899 Coulometer

1 Agitateur magnétique
Pour la mise en place du support du récipi-
ent de titrage.

2 Écran d'affichage

3 Clavier

2.2 Face arrière

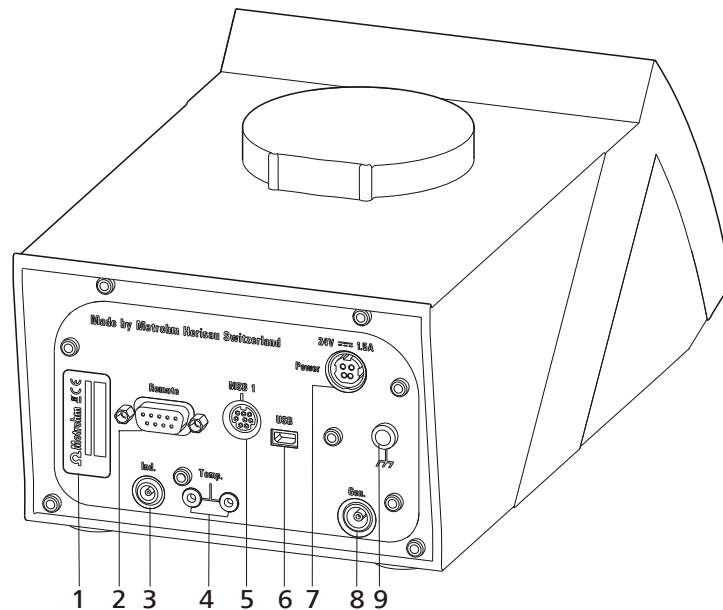


Figure 2 Face arrière 899 Coulometer

1 Plaque signalétique

Comporte le numéro de série.

3 Connecteur d'électrode (Ind.)

Pour connecter une électrode de métal (électrode à double fil de Pt). Prise F.

5 Connecteur MSB (MSB 1)

Metrohm Serial Bus. Pour connecter un agitateur externe. Mini-DIN, à 8 pôles.

7 Prise d'alimentation secteur (Power)

Pour connecter le bloc d'alimentation externe ou d'une power box (6.2164.500).

9 Douille de mise à la terre

Pour la mise à la terre du Coulometer. Prise B, 4 mm.

2 Connecteur Remote

Pour connecter des appareils avec interface Remote. D-Sub, à 9 pôles.

4 Connecteur de capteur de température (Temp.)

Pour connecter un capteur de température du type Pt1000. Deux prises B, 2 mm.

6 Connecteur USB (OTG)

Pour connecter une imprimante, une clé USB, un hub USB etc.

8 Connecteur d'électrode (Gen.)

Pour connecter une électrode génératrice.



3 Installation

3.1 Mise en place de l'appareil

3.1.1 Emballage

L'appareil est livré dans un emballage spécial de haute protection, avec les accessoires emballés séparément. Conserver ces emballages car ils sont les seuls à permettre un transport sûr.

3.1.2 Contrôle

Contrôler dès réception à l'aide du bon de livraison l'intégralité et l'absence d'endommagement de la marchandise.

3.1.3 Emplacement

L'appareil a été développé pour fonctionner en intérieur et ne doit pas être utilisé dans un environnement à risques d'explosion.

Placer l'appareil à un endroit facilitant son maniement et exempt de vibrations, à l'abri de l'atmosphère corrosive et de la pollution issues des produits chimiques.

L'appareil doit être protégé des variations excessives de température et du rayonnement direct du soleil.

3.2 Ajuster la cellule de titrage pour la coulométrie

3.2.1 Insérer la cellule de titrage

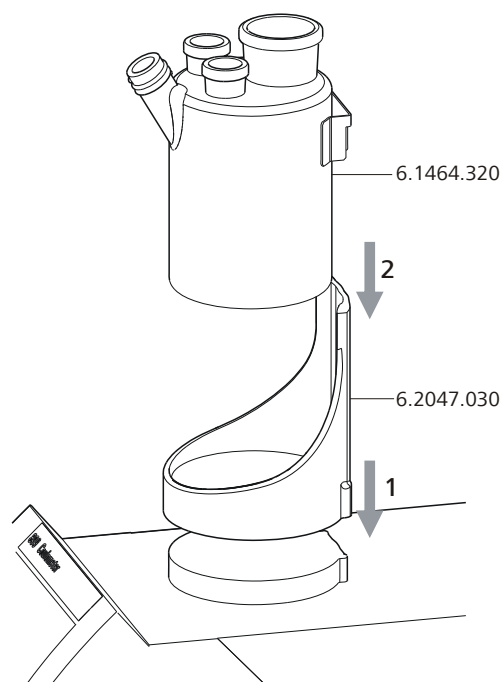


Figure 3 Insérer la cellule de titrage (coulométrie)

Insérer la cellule de titrage sur l'agitateur magnétique comme suit :

- 1 Disposer le support du récipient de titrage 6.2047.030 sur l'agitateur magnétique.
- 2 Insérer la cellule de titrage 6.1464.320 dans le support du récipient de titrage.

3.2.2 Préparer la cellule de titrage

Remplir le tube d'adsorption

Avant d'ajuster la cellule de titrage, le tube d'adsorption 6.1403.030 doit être rempli avec le tamis moléculaire 6.2811.000. Procédez de la façon suivante :

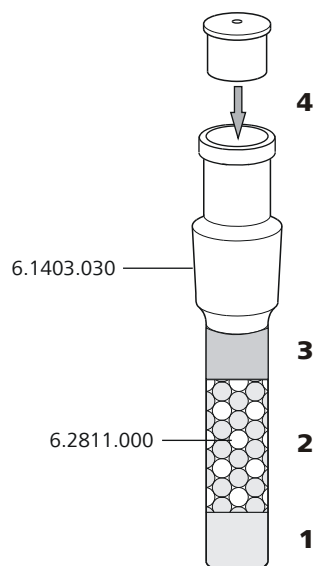


Figure 4 Remplir le tube d'adsorption

- 1** Placer un petit bouchon d'ouate au fond du tube d'adsorption. Ne pas trop tasser la ouate.
- 2** Remplir le tamis moléculaire jusqu'aux $\frac{3}{4}$ de la hauteur.
- 3** Placer un petit bouchon d'ouate sur le tamis moléculaire. Ne pas trop tasser la ouate.
- 4** Fermer le tube d'adsorption avec le couvercle correspondant.



REMARQUE

Veillez noter que le tamis moléculaire doit être remplacé à intervalles réguliers. Chaque fois que vous remplissez le tube d'adsorption de nouveau avec un tamis moléculaire, vous pouvez par ex. écrire la date directement sur le tube d'adsorption.

Équiper la cellule de titrage

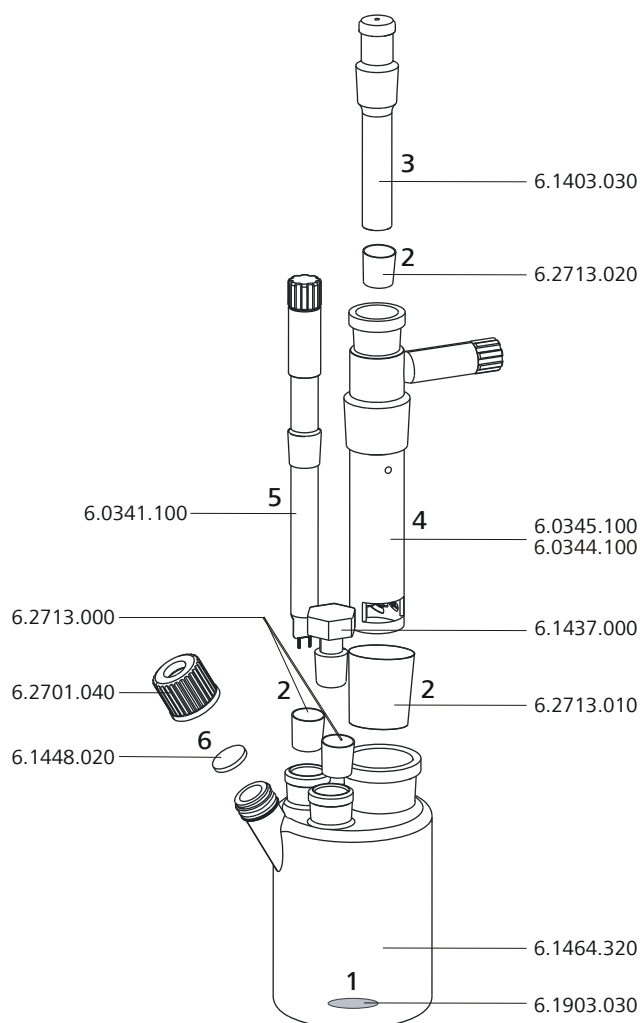


Figure 5 Équiper la cellule de titrage (coulométrie)

Équiper la cellule de titrage comme suit :

- 1** Placer le barreau d'agitation 6.1903.030 dans la cellule de titrage.
- 2** Couper les emboutis de rodage 6.2713.0x0 à la longueur correcte et les placer sur les rodages des pièces d'insertion (électrodes, tube d'adsorption, etc.).
Veiller à ce que les bordures des emboutis de rodage soient coupées proprement sans franges. Les emboutis de rodage ne doivent pas dépasser la bordure inférieure de l'orifice rodé.
- 3** Placer le tube d'adsorption 6.1403.030 dans l'électrode génératrice.



- 4 Placer l'électrode génératrice sans diaphragme 6.0345.100 ou l'électrode génératrice avec diaphragme 6.0344.100 ensemble avec le tube d'adsorption dans le grand orifice rodé arrière.
- 5 Placer l'électrode indicatrice 6.0341.100 dans l'orifice rodé gauche.
- 6 Placer le septum 6.1448.020 sur l'orifice avant de la cellule de titrage et fermer avec la fermeture à vis 6.2701.040.
Serrer la fermeture à vis juste assez pour qu'il soit étanche. Le septum ne doit pas fléchir.

Remplir la cellule de titrage (électrode génératrice avec diaphragme)

Si vous employez une électrode génératrice avec diaphragme, veuillez procéder comme suit :

- 1 Verser env. 5 mL de catholyte dans l'électrode génératrice.
- 2 Verser env. 100 mL d'anolyte à l'aide de l'entonnoir 6.2738.000 dans la cellule de titrage. Le niveau de l'anolyte doit être à env. 1 à 2 mm au-dessus du niveau du catholyte.
- 3 Fermer le dernier orifice rodé à droite avec le bouchon rodé 6.1437.000 (avec embouti de rodage en place).

Remplir la cellule de titrage (électrode génératrice sans diaphragme)

Si vous employez une électrode génératrice sans diaphragme, veuillez procéder comme suit :

- 1 Verser env. 100 mL de réactif à l'aide de l'entonnoir 6.2738.000 dans la cellule de titrage.
- 2 Fermer le dernier orifice rodé à droite avec le bouchon rodé 6.1437.000 (avec embouti de rodage en place).

3.2.3 Monter le tube d'addition et d'aspiration (utilisation avec Ti Stand)

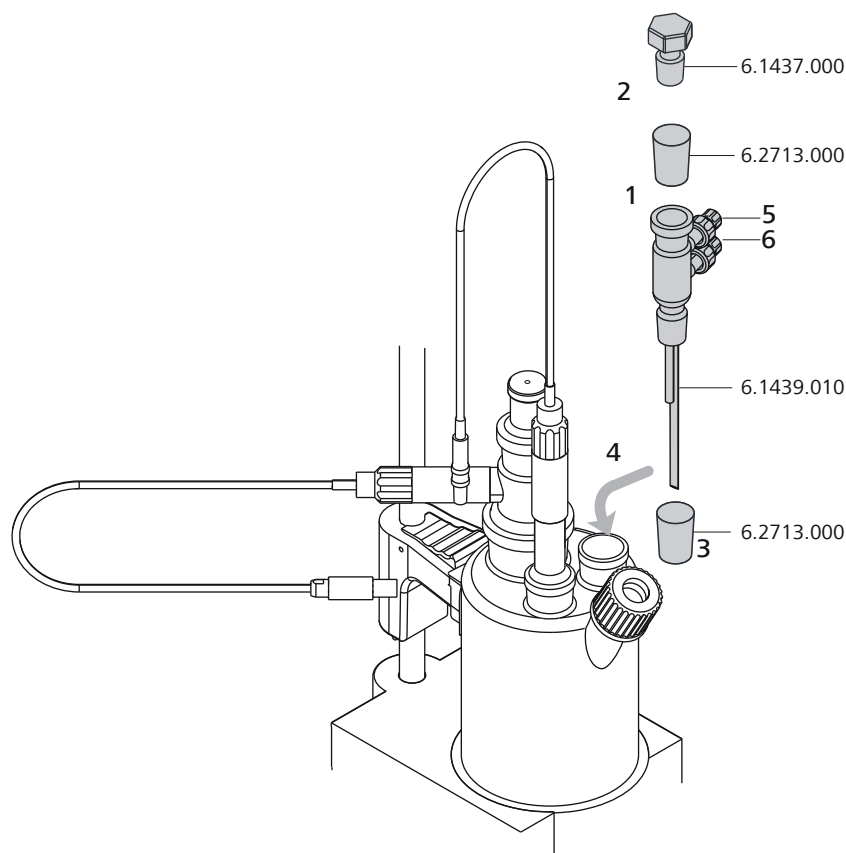


Figure 6 Monter le tube d'addition et d'aspiration

Insérer le tube d'addition et d'aspiration dans la cellule de titrage comme suit :

- 1** Placer l'embouti de rodage coupé 6.2713.000 sur le rodage du bouchon 6.1437.000.
- 2** Insérer le bouchon dans le tube d'addition et d'aspiration 6.1439.010.
- 3** Placer l'embouti de rodage coupé 6.2713.000 sur le rodage du tube d'addition et d'aspiration.
- 4** Insérer le tout dans l'orifice rodé.
- 5** Connecter le tuyau d'ajout de réactif au connecteur supérieur du tube d'addition et d'aspiration (5).



- 6 Connecter le tuyau d'aspiration de la cellule de titrage au connecteur inférieur du tube d'addition et d'aspiration (6).

Vous trouverez des détails sur la manière de connecter le tuyau d'addition et le tuyau d'aspiration dans le mode d'emploi du *803 Ti Stand*.

3.2.4 Utiliser la cellule de titrage avec le four Karl Fischer

Lorsque des échantillons ne libèrent leur eau que lentement ou seulement à une température élevée, la méthode d'extraction avec four est appliquée. L'échantillon est chauffé dans un four KF (par ex. *860 KF Thermo-prep*) et l'eau libérée est conduite dans la cellule de titrage avec un gaz vecteur. Au chapitre 9.5, page 99, vous trouverez les réglages de paramètres recommandés pour des déterminations avec un four Karl Fischer.

Vous trouverez une description détaillée du montage de la cellule de titrage avec le four KF dans le mode d'emploi correspondant.

3.2.5 Utiliser la cellule de titrage avec un passeur d'échantillons

En cas de nombre important d'échantillons, la détermination de la teneur en eau peut être automatisée à l'aide d'un passeur d'échantillons avec module four (par ex. *885 Compact Oven SC*). Au chapitre 9.5, page 99, vous trouverez les réglages de paramètres recommandés pour des déterminations avec un four Karl Fischer.

Vous trouverez une description détaillée du montage de la cellule de titrage avec le passeur d'échantillons dans le mode d'emploi correspondant.

3.3 Connecter le coulomètre à l'alimentation électrique

Vous pouvez alimenter le 899 Coulometer en électricité de deux manières :

- Connecter directement le coulomètre au secteur à l'aide du bloc d'alimentation fourni.
- Connecter le coulomètre à la power box 6.2164.500 en l'absence d'un secteur stable.

3.3.1 Connecter le bloc d'alimentation

Le 899 Coulometer possède un bloc d'alimentation externe pour l'alimentation électrique 24 V (CC). Celui-ci est relié à la prise d'alimentation secteur du coulomètre.



AVERTISSEMENT

Une tension secteur incorrecte peut endommager l'appareil.
Exploiter l'appareil uniquement avec la tension secteur spécifiée. Pour ce faire, employer exclusivement le bloc d'alimentation fourni.

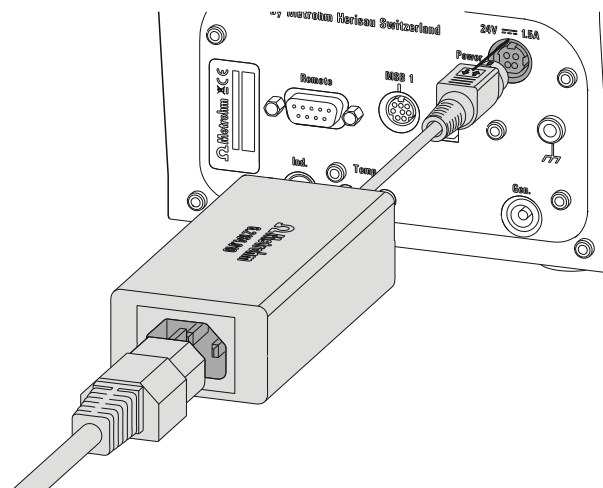


Figure 7 Connecter le bloc d'alimentation

Procéder de la façon suivante :

- 1 Relier la fiche du bloc d'alimentation externe à la prise d'alimentation secteur (2-7) du coulomètre.



REMARQUE

La fiche du bloc d'alimentation est protégée de tout retrait involontaire du câble par une protection de traction. Si vous retirez la fiche, vous devrez tout d'abord retirer la douille extérieure de la fiche.

- 2 Relier le câble secteur au bloc d'alimentation externe du coulomètre et au secteur.



ATTENTION

Éteindre le 899 Coulomètre en bonne et due forme en appuyant sur la touche rouge **[STOP]** avant de couper l'arrivée de courant. Le non-respect de cette consigne peut entraîner la perte de données.



3.3.2 Connecter la power box

Comme alternative à l'alimentation électrique sur secteur, il est possible d'alimenter le 899 Coulometer en électricité avec la power box 6.2164.500. Ainsi vous pouvez également employer l'appareil dans des environnements ne disposant pas d'un secteur stable. Vous trouverez les détails concernant la power box dans le mode d'emploi correspondant.

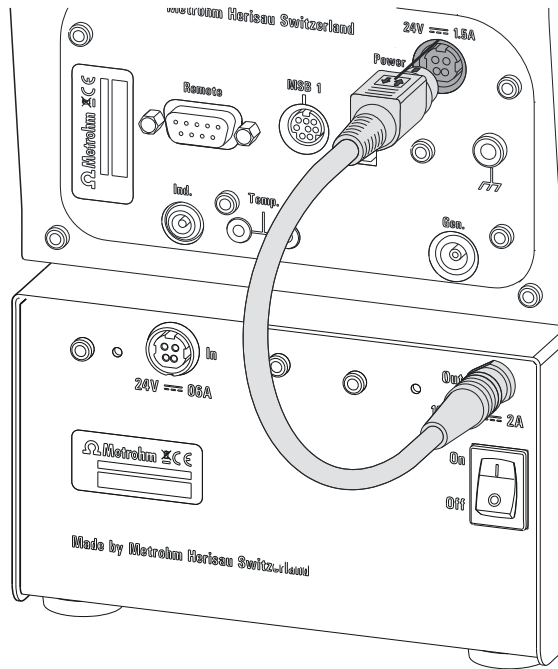


Figure 8 Connecter la power box

Procéder de la façon suivante :

- 1 Relier la fiche de la power box à la prise d'alimentation secteur (2-7) du coulomètre.



REMARQUE

La fiche de la power box est protégée de tout retrait involontaire du câble à l'aide d'une protection de traction. Si vous retirez la fiche, vous devrez tout d'abord retirer la douille extérieure de la fiche.



ATTENTION

Éteindre le 899 Coulometer en bonne et due forme en appuyant sur la touche rouge **[STOP]** avant de couper la liaison avec la power box. Le non-respect de cette consigne peut entraîner la perte de données.

3.4 Connecter des capteurs

L'interface de mesure comprend les entrées de mesure suivantes :

- **Gen.** pour une électrode génératrice
- **Ind.** pour une électrode de platine double
- **Temp.** pour un capteur de température du type Pt1000



ATTENTION

Éviter impérativement de confondre les câbles de l'électrode indicatrice et de l'électrode génératrice. Placer des repères correspondants au niveau des têtes de vis des câbles.

3.4.1 Connecter une électrode génératrice

Visser le câble d'électrode à l'électrode génératrice

- 1 Dévisser le couvercle de l'électrode génératrice.

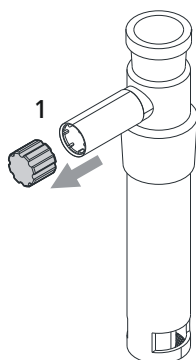


Figure 9 Dévisser le couvercle de l'électrode génératrice

- 2 Visser le câble d'électrode 6.2104.120 sur l'électrode génératrice.

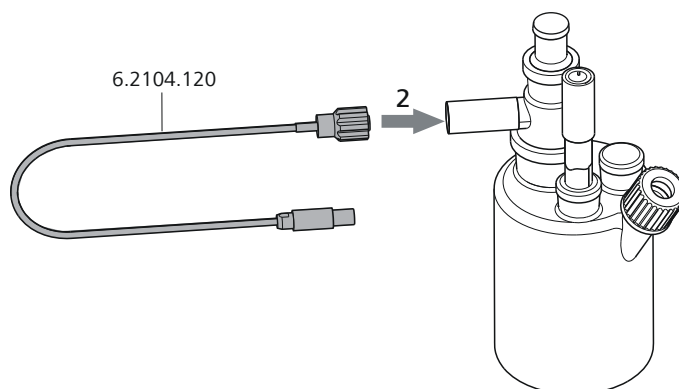


Figure 10 Visser le câble d'électrode à l'électrode génératrice

Connecter le câble d'électrode au coulomètre

- 1 Enficher la fiche de l'électrode dans la prise **Gen.** du coulomètre.

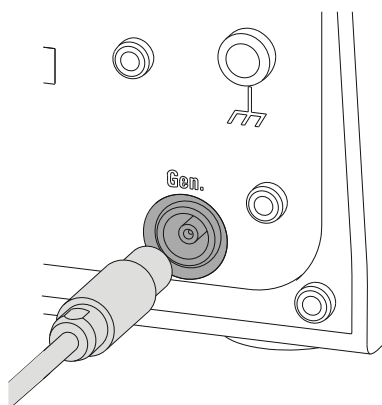


Figure 11 Connecter une électrode génératrice



REMARQUE

Le câble d'électrode est protégé de tout retrait involontaire du câble par une protection de traction. Si vous retirez de nouveau la fiche, vous devrez tout d'abord retirer la douille extérieure de la fiche.

3.4.2 Connecter une électrode indicatrice

Visser le câble d'électrode sur l'électrode indicatrice

- 1 Dévisser le couvercle de l'électrode indicatrice.

**REMARQUE**

Le câble d'électrode est protégé de tout retrait involontaire du câble par une protection de traction. Si vous retirez de nouveau la fiche, vous devrez tout d'abord retirer la douille extérieure de la fiche.

3.4.3 Connecter un capteur de température

Un capteur de température du type Pt1000 peut être connecté au connecteur **Temp.**.

Connecter le capteur de température en procédant comme suit :

- 1** Enficher les fiches du capteur de température dans les prises **Temp.** du coulomètre.

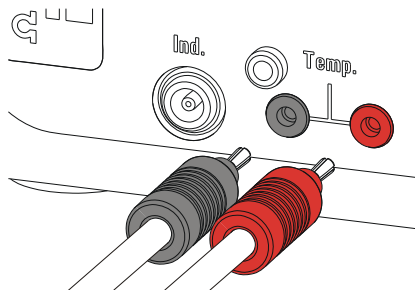


Figure 15 Connecter un capteur de température

**REMARQUE**

Enficher toujours la fiche rouge dans la prise rouge. C'est la seule manière de garantir le blindage contre les parasites électriques.

3.5 Connecter un agitateur supplémentaire

À la place de l'agitateur magnétique intégré, vous pouvez employer les agitateurs magnétiques 801 *Stirrer* ou 803 *Ti Stand*.

Procéder de la façon suivante :

- 1 Arrêter le coulomètre.
- 2 Connecter le câble de connexion de l'agitateur magnétique à MSB 1 sur la face arrière du coulomètre.

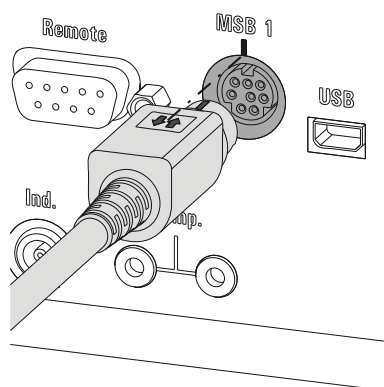


Figure 16 Connecter un agitateur



REMARQUE

S'assurer que la face plane de la fiche corresponde au repère sur la douille.

- 3 Allumer le coulomètre.



3.6 Connecter une balance

Les balances disposent en général d'une interface série RS-232. Pour connecter une balance, vous avez besoin d'une RS-232/USB Box 6.2148.030.

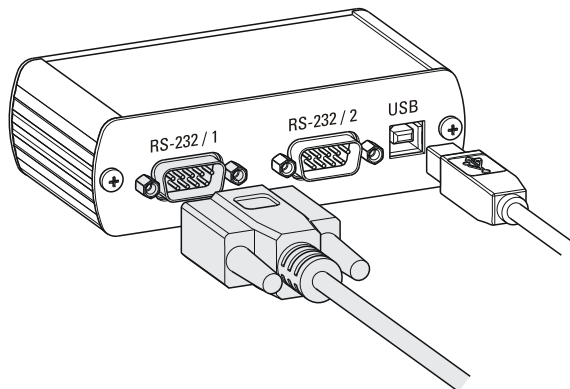


Figure 17 Connecter une balance avec la RS-232/USB Box

Procéder de la façon suivante :

- 1 Connecter la RS-232/USB Box avec le câble de connexion (USB A - USB B) 6.2151.020 au connecteur USB (OTG) du coulomètre.

Vous pouvez connecter la RS-232/USB Box soit avec un hub USB soit avec un adaptateur USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 (voir Chapitre 3.7, page 24) au coulomètre.

- 2 Connecter la fiche à 9 pôles du câble de connexion respectif de la balance au connecteur **RS-232/1**. Veuillez consulter la liste suivante ou contacter le fabricant de la balance afin de trouver le câble de connexion à la balance correct.



REMARQUE

Les paramètres des interfaces RS-232 doivent être identiques sur le 899 Coulomètre et sur la balance (voir « Éditer les réglages COM1 », page 72). Consulter également le mode d'emploi de la balance.

Le tableau suivant donne un aperçu général des balances pouvant être utilisées avec le 899 Coulomètre et des câbles nécessaires pour la connexion à l'interface RS-232 :

Balance	Câble
AND ER, FR, FX avec interface RS-232 (OP-03)	6.2125.020 + 6.2125.010
Mettler AB, AG, PR (LC-RS9)	Fourni avec la balance
Mettler AM, PM, PE avec interface option 016 ou Mettler AJ, PJ avec interface option 018	6.2146.020 + 6.2125.010 prévoir en plus les éléments Mettler suivants : l'adaptateur ME 47473 et, soit le commutateur manuel ME 42500, soit le commutateur à pied ME 46278
Mettler AT	6.2146.020 + 6.2125.010 prévoir en plus les éléments Mettler suivants : le commutateur manuel ME 42500 ou le commutateur à pied ME 46278
Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S, XP, XS	6.2134.120
Mettler AE avec interface option 011 ou 012	6.2125.020 + 6.2125.010 prévoir en plus les éléments Mettler suivants : le commutateur manuel ME 42500 ou le commutateur à pied ME 46278
Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus	Câble AS017-09 d'Ohaus
Balances Precisa avec interface RS-232-C	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 Connecter un clavier, une imprimante ou autres appareils USB

Le 899 Coulometer possède un connecteur USB (OTG). Utiliser l'adaptateur fourni USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 pour connecter d'appareils USB.

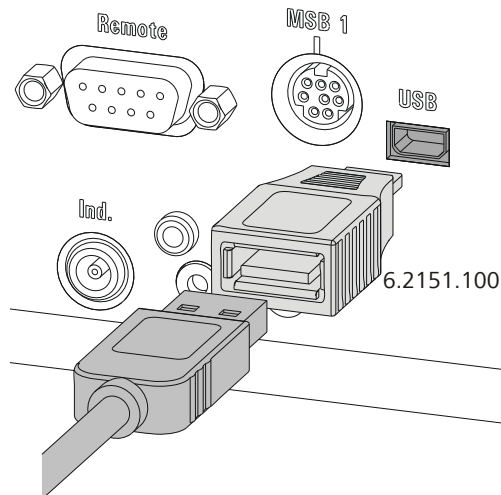


Figure 18 Connecter des appareils USB



ATTENTION

Éteindre l'appareil avant d'insérer ou de retirer un appareil USB ou une clé USB.

Le 899 Coulometer ne peut détecter l'appareil USB qu'immédiatement après la mise sous tension.



REMARQUE

De nombreux appareils USB ont besoin de ce qu'on appelle un hub USB pour fonctionner normalement.

Un hub USB est un concentrateur auquel plusieurs appareils USB peuvent être connectés. Différents hubs USB sont disponibles dans le commerce spécialisé.

Le clavier numérique USB 6.2147.000 peut être employé non seulement comme clavier, mais aussi comme hub USB. Il possède deux connecteurs USB. Vous ne pouvez toutefois connecter à ces deux connecteurs USB aucun clavier PC, lecteur de code barre ni autre clavier avec pavé numérique. Ces appareils sont identifiés comme appareils de saisie (tout comme le clavier numérique USB) et ceux-ci ne peuvent pas être branchés en série.

La liste suivante vous donne un aperçu des différents appareils USB et de la manière dont vous pouvez les connecter au Coulometer.

Appareil USB	Possibilités de connexion
Clés USB (pour le backup ou pour l'enregistrement de méthodes)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec adaptateur USB Mini (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Avec hub USB ▪ Avec clavier numérique USB 6.2147.000
Clavier numérique USB 6.2147.000 (pour la saisie numérique de manière pratique et la navigation dans la boîte de dialogue)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec adaptateur USB Mini (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Avec hub USB
RS-232/USB Box 6.2148.030 (pour connecter une balance, un PC ou pour la télécommande RS-232)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec adaptateur USB Mini (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Avec hub USB ▪ Avec clavier numérique USB 6.2147.000
Hub USB (avec ou sans alimentation électrique propre)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec adaptateur USB Mini (OTG) - USB A 6.2151.100
Imprimante « Custom Neo's » avec câble 6.2151.120	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Directement au port USB (OTG) du 899 Coulometer



Appareil USB	Possibilités de connexion
Imprimante « Custom Neo's » avec câble 6.2151.020	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec adaptateur USB Mini (OTG) - USB A 6.2151.100 ▪ Avec hub USB ▪ Avec clavier numérique USB 6.2147.000
Imprimante USB avec câble de connexion 6.2151.020	En fonction du modèle de l'imprimante : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec adaptateur USB Mini (OTG) - USB A 6.2151.100 ou <ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec hub USB ▪ Avec clavier numérique USB 6.2147.000
Souris PC avec câble USB (pour la navigation dans la boîte de dialogue)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec hub USB ▪ Avec clavier numérique USB 6.2147.000
Clavier PC avec câble USB (pour la saisie de manière pratique des caractères alphanumériques)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec hub USB
Lecteur de code barre avec câble USB	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec hub USB
Clavier avec pavé numérique avec câble USB	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Avec hub USB

Si vous souhaitez connecter **plusieurs appareils différents sans alimentation électrique propre**, vous devrez éventuellement utiliser un hub USB ayant sa propre alimentation électrique (*self powered*). Le port USB (OTG) du 899 Coulometer n'est pas adapté pour l'alimentation de plusieurs appareils ayant une consommation d'énergie élevée.

Respecter également les instructions du *chapitre 9.3, page 95*.

Exemples :

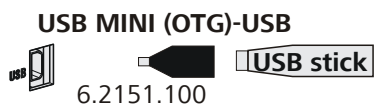


Figure 19 Connecter une clé USB

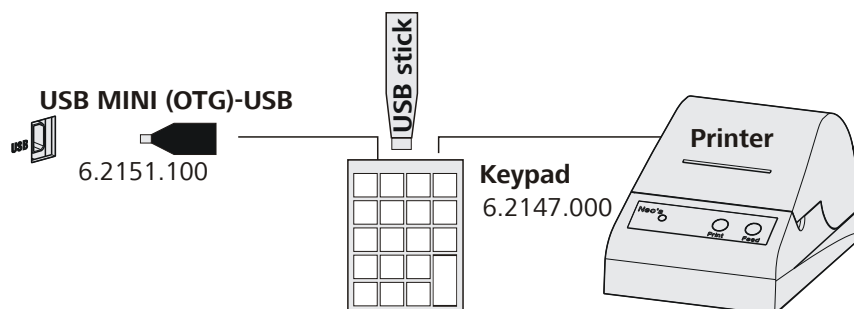


Figure 20 Connecter un clavier USB 6.2147.000 avec clé USB et imprimante

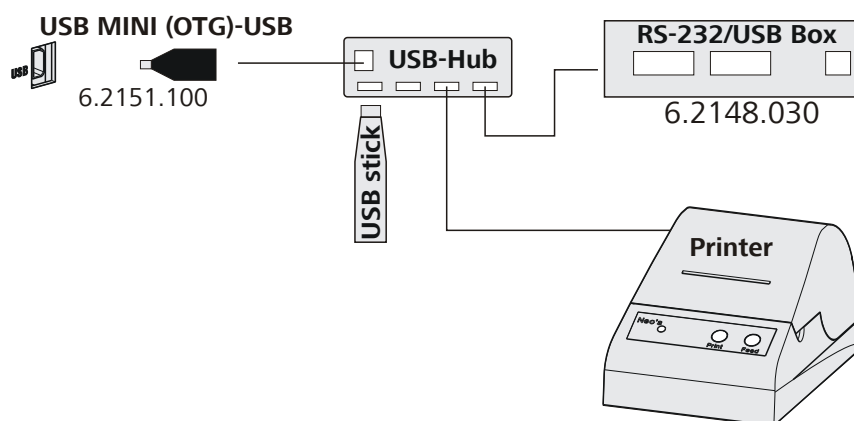


Figure 21 Connecter un hub USB avec clé USB, imprimante et RS-232/USB Box 6.2148.030

3.8 Connecter un passeur d'échantillons au connecteur Remote

Le 899 Coulometer peut être connecté à l'aide du câble Remote 6.2141.390 à un passeur d'échantillons avec module four. Il est ainsi possible d'intégrer le Coulometer à un système d'automatisation.

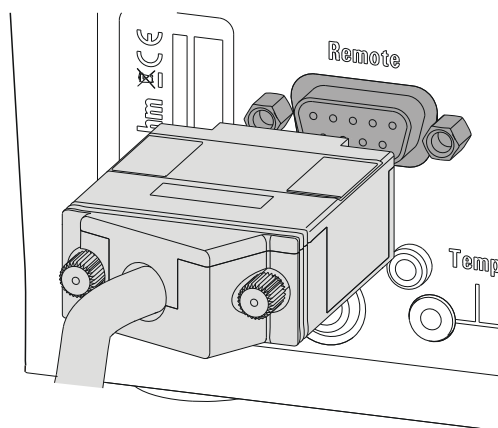


Figure 22 Connecter le câble Remote

Vous trouverez des détails sur l'utilisation du passeur d'échantillons (par ex. 885 Compact Oven SC) dans le mode d'emploi correspondant.

4 Titration coulométrique

4.1 Principe de la coulométrie d'après Karl Fischer

Le **titrage coulométrique Karl Fischer** correspond à une variante de la méthode classique d'analyse de la teneur en eau d'après Karl Fischer. Cette méthode conventionnelle fait appel à une solution méthanolique d'iode, de dioxyde de soufre et d'une base utilisée comme substance tampon. Quand un échantillon aqueux est soumis au titrage, plusieurs réactions se produisent qui se résument par l'équation de somme suivante :



Le I_2 réagit quantitativement avec le H_2O selon l'équation ci-dessus. Cette équation chimique représente la base de la détermination d'eau.

Au cours du **titrage coulométrique de Karl Fischer**, l'iode requis est généré directement dans l'électrolyte contenant de l'iode par voie électrochimique (« burette électronique »). La relation strictement quantitative qui existe entre la quantité chargée électrique et la quantité d'iode générée est utilisée pour le dosage de l'iode à haute précision. La méthode coulométrique de Karl Fischer correspondant à une **détermination absolue**, il n'est pas nécessaire de déterminer le titre. Il suffit de faire en sorte que la réaction génératrice d'iode se déroule avec un rendement électrique de 100 %. Tous les réactifs du commerce permettent d'obtenir ce résultat.

Le point final est déterminé en adoptant une méthode voltamétrique qui consiste à soumettre une électrode de Pt double à un courant alternatif d'intensité constante. Ceci entraîne une différence de tension entre les fils de platine. Celle-ci tend à se réduire considérablement en présence de quantités infimes d'iode libre. Cet état est utilisé pour déterminer le point final du titrage.

- 6** Tirer le piston de la seringue jusqu'au bout, puis basculer légèrement la seringue.

Ceci permet de rincer l'intérieur de la seringue avec le standard d'eau de façon à supprimer tout risque de contamination lié à un reste d'eau.

- 7** Jeter la quantité de standard d'eau usagée dans un flacon de déchets.

- 8** Aspirer le reste du standard d'eau dans la seringue, en veillant à ne pas aspirer d'air.

- 9** Expulser les bulles d'air présentes dans la seringue le cas échéant.

- 10** Essuyer l'aiguille avec un papier essuie-mains non pelucheux et la couvrir du capuchon approprié.

- 11** Placer la seringue sur la balance et appuyer sur **[TARA]**.

- 12** Une fois la dérive du 899 Coulometer stabilisée, prendre la seringue, appuyer sur **[START]** et injecter env. 1 mL du standard d'eau à travers le septum.

Il existe deux possibilités :

- Variante 1 :
Injecter le standard d'eau sans plonger l'aiguille dans le réactif liquide. Si une goutte perle encore au bout de l'aiguille, il faut l'aspirer avant de retirer l'aiguille du septum.
Il faut également veiller à ne pas faire gicler le standard d'eau sur l'électrode ou sur la paroi de la cellule de titrage.
- Variante 2 :
Injecter le standard d'eau directement sous la surface du réactif liquide.
Veiller à ne pas aspirer de liquide en retirant la seringue du réactif liquide.

- 13** Fermer la seringue avec le même capuchon et la replacer sur la balance.

- 14** Relever la valeur affichée sur la balance et renseigner celle-ci dans le Coulometer comme prise d'essai.



Si la balance est directement connectée au Coulometer, il est possible d'envoyer la prise d'essai directement à partir de la balance.

- 15** Dès que la détermination est finie et que la cellule de titrage a été réconditionnée (dérive stable), la prochaine détermination peut être démarrée.

4.3 Ajout d'échantillon

Ce chapitre dispense quelques consignes sur l'ajout d'échantillon. Il est impossible de traiter cette thématique ici de manière exhaustive. Pour de plus amples informations, consulter la littérature spécialisée des fabricants de réactifs et les **Application Bulletins de Metrohm** suivants :

Bulletin n°	Titre
N° 142	Détermination de la teneur en eau selon Karl Fischer dans les gaz non explosifs
N° 145	Détermination de faibles teneurs en eau dans les matières plastiques selon la méthode d'extraction avec four KF
N° 209	Déterminations de la teneur en eau coulométriques selon Karl Fischer dans les huiles isolantes ainsi que dans les hydrocarbures et leurs dérivés

4.3.1 Taille des prises d'essai

La prise d'essai doit être petite pour qu'il soit possible de titrer le plus d'échantillons possibles dans la même solution d'électrolyte et pour que le temps de titrage reste court. Il convient tout de même de s'assurer que l'échantillon contient au minimum 50 µg d'H₂O. Le tableau suivant offre une orientation pour réaliser la prise d'essai.

Tableau 2 *Prise d'essai recommandée*

Teneur en eau de l'échantillon	Prise d'essai	Teneur en eau résultante
10 000 ppm = 1 %	10 mg à 100 mg	100 µg à 1 000 µg
1 000 ppm = 0,1 %	100 mg à 1 g	100 µg à 1 000 µg
100 ppm = 0,01 %	1 g	100 µg
10 ppm = 0,001 %	5 g	50 µg

4.3.2 Travailler avec des échantillons liquides

Les **échantillons liquides** sont ajoutés à l'aide d'une seringue. Il est possible d'injecter les échantillons de deux façons :

- On utilise une seringue dotée d'une longue aiguille qui est plongée dans le réactif pendant l'injection.
- On utilise une seringue dotée d'une aiguille courte et on aspire la dernière goutte dans l'aiguille.

La meilleure façon de déterminer la quantité d'échantillon injectée est d'effectuer une double pesée de l'échantillon.

Les **déterminations de traces et validations** requièrent des seringues en verre. Nous recommandons les seringues de fabricants spécialisés.

Les **échantillons volatils ou faiblement visqueux** doivent être refroidis avant la prise d'échantillon. Ceci permet d'éviter les pertes au cours des opérations. Par contre, la seringue ne doit pas être directement refroidie pour éviter que de l'eau de condensation ne se forme. Pour la même raison, il est déconseillé d'aspirer de l'air dans une seringue où se trouvait précédemment un échantillon refroidi.

Les **échantillons très visqueux** peuvent être liquéfiés par chauffage. La seringue doit aussi être chauffée. Le même objectif peut aussi être atteint en diluant avec un solvant adapté. Dans ce cas, la teneur en eau du solvant doit être déterminée et soustraite comme valeur à blanc.

Les **pâtes et graisses** peuvent être introduites dans la cellule de titrage avec une seringue sans aiguille. Pour cela, l'orifice rodé peut être utilisé. Pour aspirer davantage de matière, utiliser le bouchon à septum. La meilleure façon de déterminer les quantités d'échantillon repose sur la double pesée des échantillons.

Si les échantillons ne contiennent que des **traces d'eau**, la seringue doit être soigneusement séchée préalablement. Il est recommandé de rincer la seringue en aspirant et rejetant plusieurs fois la solution d'échantillon.

4.3.3 Travailler avec des échantillons solides

Si possible, les échantillons solides sont extraits ou dissouts dans un solvant adapté. La solution résultante est injectée en appliquant une correction de la valeur à blanc pour le solvant.

Si aucun solvant adéquat ne peut être trouvé pour un échantillon solide ou si ce dernier réagit avec le réactif Karl Fischer, il est recommandé d'utiliser un four Karl Fischer.

Dans le cas où les échantillons solides doivent être directement introduits dans la cellule de titrage, il est conseillé d'utiliser l'électrode génératrice sans diaphragme. Les échantillons peuvent être introduits par l'orifice rodé



ou par l'ouverture se trouvant sur le côté. Il faut cependant veiller à ce que :

- l'échantillon libère entièrement son humidité ;
- aucune réaction secondaire ne se produise avec le réactif Karl Fischer ;
- les surfaces des électrodes ne soient pas recouvertes par la substance échantillon (réaction KF incomplète) ;
- le filet en platine de l'électrode génératrice ne soit pas endommagé ;
- les fils de platine de l'électrode indicatrice ne soient pas endommagés.

4.4 Conditions d'utilisation optimales

4.4.1 Généralités

La dérive de base est atteinte en l'espace de 30 minutes quand la cellule de titrage est parfaitement séchée au préalable et utilisée avec une électrode génératrice sans diaphragme. Il est recommandé d'agiter la cellule de titrage plusieurs fois avec précaution dans ce laps de temps.

Il faut prévoir un temps de préparation de près de deux heures dans le cas d'électrodes génératrices avec diaphragme.

Pour une détermination d'eau précise inférieure à 100 µg, il peut s'avérer également avantageux de conditionner la cellule de titrage la nuit avant de l'utiliser.

Lorsque le Coulometer reste éteint un certain temps alors que la cellule de titrage est pleine, son conditionnement prend un certain temps lorsqu'on le rallume.

Il convient de ne pas arrêter le Coulometer la nuit en cas d'utilisation continue.

4.4.2 Dérive

Une dérive constante de l'ordre de ≤ 4 µg/min est normale. Il est toutefois possible d'obtenir des valeurs inférieures. Quand des valeurs supérieures et stables apparaissent, les résultats n'en demeurent pas moins encore acceptables car il est possible de compenser la dérive.

Des dépôts contenant de l'eau à des endroits inaccessibles de la cellule de titrage peuvent provoquer une dérive constamment élevée. Dans ce cas-là, l'agitation de la cellule aura pour effet de la faire décroître. Veiller à ce qu'aucune goutte ne se forme au-dessus du niveau liquide dans la cellule de titrage.

Lors de l'utilisation d'une électrode génératrice avec diaphragme, doser l'agitation de la cellule de façon à ce que le catholyte et l'anolyte ne se mélangent pas. Si la dérive reste élevée pendant une période de temps relativement élevée, même après agitation de la cellule, il est conseillé de

remplacer la solution d'électrolyte. Il convient de remplacer le catholyte une fois par semaine.

La présence d'un catholyte humide peut être une autre cause à une dérive trop élevée. Il est possible d'assécher le catholyte humide en utilisant un réactif KF à un composant.

Une dérive de $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$ est normale en cas d'utilisation d'un four Karl Fischer. La dérive dépend du débit de gaz (plus le débit de gaz est petit, plus la dérive est basse) et du taux d'humidité de l'air.

4.4.3 Changement du réactif

Les solutions d'électrolyte doivent être remplacées dans les cas suivants :

- La cellule de titrage est trop remplie.
- La capacité du réactif KF est épuisée.
- La dérive est trop élevée et l'agitation de la cellule de titrage ne permet pas d'obtenir d'amélioration.
- Un mélange biphasique se forme dans la cellule de titrage ; dans ce cas, seule la phase contenant l'échantillon peut être aspirée.

La meilleure façon d'éliminer la solution d'électrolyte usagée est de l'aspirer. Pour cela, utiliser p. ex. un *803 Ti Stand* muni d'une pompe à membrane. Ceci présente l'avantage de ne pas devoir démonter la cellule de titrage.

Une cellule de titrage très sale peut être nettoyée à l'aide d'un solvant approprié, qui sera lui-même aspiré après nettoyage.

Le catholyte doit être remplacé une fois par semaine lors de l'utilisation d'une électrode génératrice avec diaphragme. Une utilisation prolongée pourrait provoquer des colorations noires et des précipités jaunes dans le compartiment cathodique. Une odeur désagréable est également un indice signifiant que le catholyte a été utilisé trop longtemps.

4.4.4 Électrode indicatrice

La formation de la surface d'une nouvelle électrode indicatrice peut nécessiter un certain temps. Des temps de titrage inhabituellement longs et des résultats de mesure trop élevés peuvent apparaître. Ces phénomènes disparaissent cependant après un court temps d'utilisation. Pour accélérer le réglage d'une nouvelle électrode indicatrice, on peut, par exemple, conditionner le 899 Coulometer pendant la nuit.

Pour nettoyer une électrode indicatrice contaminée, frotter soigneusement à l'aide d'un abrasif (jeu de polissage 6.2802.000 ou pâte dentifrice). Après le nettoyage, rincer avec de l'éthanol.

Les deux fils en platine de l'électrode indicatrice doivent être tendus le plus possible en parallèle. Vérifier l'aspect des fils avant d'utiliser l'électrode.

5.2 Bases du maniement

5.2.1 Le clavier

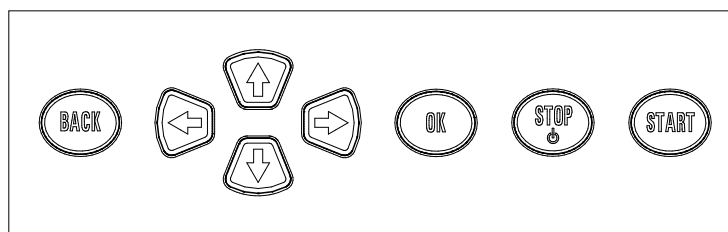
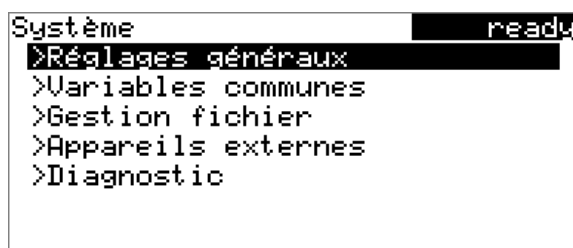


Figure 23 Clavier 899 Coulometer

BACK	Valider l'entrée et quitter la boîte de dialogue.
↑ ↓	Déplacer le curseur d'une ligne vers le haut ou vers le bas. Dans l'éditeur de texte, sélectionner le caractère à saisir.
← →	Dans l'éditeur de texte et de chiffres, sélectionner le caractère à saisir. Dans la barre de fonctions, sélectionner les différentes fonctions.
OK	Confirmer la sélection.
STOP	Annuler les déroulements de méthode et les fonctions manuelles en cours. Allumer ou éteindre l'appareil.
START	Démarrer les déroulements de méthode ou les fonctions manuelles.

5.2.2 Structure des boîtes de dialogue



Dans la barre de titre, à gauche, est affiché le titre de la boîte de dialogue actuellement active. Dans le coin supérieur droit, l'état actuel du système est affiché :

ready	L'appareil est dans l'état de base.
cond.busy	Le solvant de travail est en cours de conditionnement.
cond.ok	Le solvant de travail est conditionné.



busy Une méthode a été démarrée.

hold Une méthode a été interrompue.

Les différentes boîtes de dialogue présentent à la dernière ligne ce qu'on appelle une barre de fonctions. Les fonctions qu'elle comprend peuvent être sélectionnées à l'aide des touches fléchées [←] ou [→] et exécutées avec [OK].

```

Table des méthodes          ready
Me2115
Me3901
Me4155
Me4612
+ Mémoriser Supprimer Exporter
  
```

5.2.3 Naviguer dans la boîte de dialogue

La barre de sélection est représentée à l'envers. À l'aide des touches fléchées [↑] et [↓], déplacer la barre de sélection d'une ligne à l'autre vers le haut ou le bas. Lorsque le texte de la boîte de dialogue est affiché avec « > », cela indique que d'autres réglages sont disponibles dans une boîte de dialogue subordonnée. Avec [OK], vous pouvez passer directement à cette boîte de dialogue.

Exemple : paramétrages du système

```

Système                      ready
>Réglages généraux
>Variables communes
>Gestion fichier
>Appareils externes
>Diagnostic
  
```

La touche [BACK] permet de revenir au niveau immédiatement supérieur.

5.2.4 Entrée de texte et de nombres

```

Nom
[ ]
[ ]BCDEFGHIJKLMNOPQRSTUVWXYZ
[ ]abcdefghijklmnopqrstuvwxyz
[ ]0123456789,-_!*#&'()*+./
[ ]ÀÁÂÉÍÑÖÓÚúääåäçèéëìíñöóäü
[ ]Valider Annuler Effacer [+ -]
[ ]+-| | -+
  
```

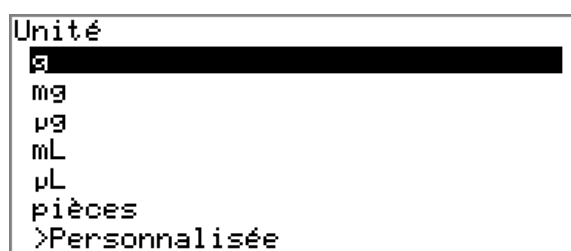
Sélectionner les différents caractères avec les touches fléchées dans la boîte de dialogue d'édition pour la saisie de texte ou de nombres. Valider le caractère dans le champ de saisie avec [OK]. Les fonctions suivantes sont ici disponibles :

Fonction d'édition	Description
Valider	La modification est appliquée et la boîte de dialogue d'édition fermée.
Annuler	La boîte de dialogue d'édition est fermée sans appliquer la modification.
Effacer	Le contenu du champ d'entrée est entièrement effacé.
[+-]	Le caractère avant le curseur est supprimé (touche arrière).
+ - 	Uniquement éditeur de texte Le curseur à l'intérieur du champ d'entrée est déplacé d'un caractère vers la gauche à chaque appui sur la touche [OK] .
 - +	Uniquement éditeur de texte Le curseur à l'intérieur d'un champ d'entrée est déplacé d'un caractère vers la droite à chaque appui sur la touche [OK] .
[BACK]	La modification est appliquée et la boîte de dialogue d'édition fermée.

La touche **[BACK]** a la même fonction que la touche **Valider**.

Pour faciliter la saisie de texte et de nombres, il est possible de connecter un clavier USB que l'on peut trouver dans le commerce. La disposition des touches sur le clavier du PC est décrite au *chapitre 9.3.2, page 96*.

5.2.5 Sélection dans une liste de sélection



Dans les listes de sélection, chaque entrée est sélectionnée à l'aide des touches fléchées **[↑]** et **[↓]**. Avec **[OK]** ou **[BACK]**, la saisie est appliquée.

Variable	Description
DDC	Temps pour la correction de dérive
MIM	Valeur mesurée initiale, c.-à.-d. valeur mesurée avant d'effectuer les conditions de départ
MIT	Température initiale, c.-à.-d. température avant d'effectuer les conditions de départ
MCM	Valeur mesurée finale
MCT	Température finale
DD	Durée de la détermination complète

5.4 Méthodes

5.4.1 Modèles de méthode

Le 899 Coulometer propose des modèles de méthode qui sont déjà configurés à l'exception de quelques paramètres.

Les modèles de méthode suivants sont disponibles :

KFC	Titration coulométrique Karl Fischer. La valeur à blanc n'est pas prise en considération pour le calcul.
KFC-Blank	Titration coulométrique Karl Fischer avec retrait de la valeur à blanc.
Blank	Détermination coulométrique de la valeur à blanc.

Les modèles de méthode diffèrent uniquement au niveau des formules de calcul.

5.4.2 Charger un modèle de méthode

Veuillez procéder comme suit pour charger un modèle de méthode :

1 Ouvrir des modèles de méthode

- Dans la boîte de dialogue principale, sélectionner **Méthode** et appuyer sur **[OK]**.

La table des méthodes avec les méthodes enregistrées s'ouvre :

2 Dans la barre de fonctions, sélectionner **Créer** et appuyer sur **[OK]**.

La liste des modèles de méthode est ouverte :



3 Charger le modèle de méthode

- Sélectionner le modèle de méthode souhaité et appuyer sur **[OK]**.

La méthode est désormais chargée et est indiquée dans la boîte de dialogue principale sous **Méthode**.

5.4.3 Sauvegarder une méthode

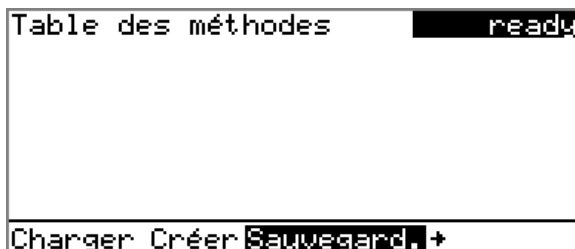
Si vous modifiez les paramètres de la méthode, vous pouvez les sauvegarder comme votre méthode propre. Il est possible de sauvegarder 100 méthodes au maximum.

Veuillez procéder comme suit pour enregistrer une méthode :

1 Ouvrir la table des méthodes

- Dans la boîte de dialogue principale, sélectionner **Méthode** et appuyer sur **[OK]**.

La table des méthodes est ouverte :



2 Modifier/valider le nom de la méthode

- Dans la barre de fonctions, sélectionner **Sauvegard.** et appuyer sur **[OK]**.

Le nom de méthode proposé est celui du modèle de méthode (par ex. **KFC-Blank**). Si la méthode a déjà été enregistrée une fois, le nom de méthode déjà employé apparaît :



Valider le nom :

- Appuyer sur **[BACK]**.

La méthode est sauvegardée et la table des méthodes est affichée.

Entrer un nouveau nom :

- Appuyer sur **[OK]**.
L'éditeur de texte s'ouvre.
- Entrer un nom de méthode (12 caractères au max.) et l'enregistrer en appuyant sur **Valider** ou **[BACK]**.
- Appuyer sur **[BACK]**.

La méthode est sauvegardée et la table des méthodes est affichée.

5.4.4 Exporter une méthode

Des méthodes peuvent être exportées sur une clé USB connectée.



REMARQUE

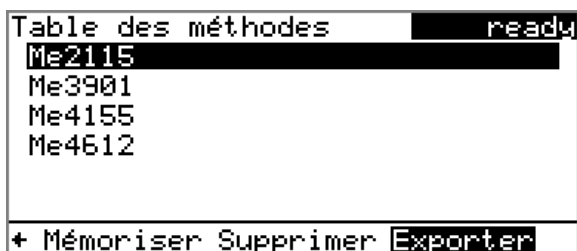
Cette fonction est seulement possible si une clé USB est connectée comme support de stockage externe.

Veillez procéder comme suit pour exporter une méthode :

1 Ouvrir la table des méthodes

- Dans la boîte de dialogue principale, sélectionner **Méthode** et appuyer sur **[OK]**.

La table des méthodes avec les méthodes enregistrées s'ouvre :



2 Sélectionner une méthode

- Sélectionner la méthode souhaitée.

3 Exporter la méthode

- Dans la barre de fonctions, sélectionner **Exporter** et appuyer sur **[OK]**.

La méthode est exportée. La structure des répertoires sur la clé USB est présentée dans le *chapitre 6.3, page 69*.

5.5 Contrôle

Menu ► Contrôle

Dans le dialogue **Contrôle**, les paramétrages pour effectuer une détermination simple ou une série d'échantillons sont définis.

Table d'échantillons

Si ce paramètre est activé, les données d'échantillon pour une série d'échantillons peuvent être entrées dans une table (*voir Chapitre 5.7, page 47*).

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Autostart

Si ce paramètre est activé, une nouvelle détermination est démarrée automatiquement à la fin d'une détermination. Cela se reproduit jusqu'à ce que le nombre prescrit soit atteint (*voir Nombre d'autostart*).

Sélection	on off
Valeur par défaut	off



REMARQUE

Si vous travaillez avec un passeur d'échantillons à module four (par ex. *885 Compact Oven SC*), le paramètre **Autostart** doit se trouver sur **off** puisque le passeur d'échantillons démarre le titrage.

Nombre d'autostart

Ce paramètre est seulement visible si **Autostart = on**.

Nombre de démarrages automatiques.

Gamme d'entrée	1...50
Sélection	Table
Valeur par défaut	Table

Table

Le nombre de démarrages automatiques correspond au nombre d'échantillons dans la table d'échantillons.

5.6 Données d'échantillon

Vous pouvez entrer les données d'échantillons (identification, prise d'essai etc.) de différentes manières :

- Directement dans la boîte de dialogue principale.
- Utiliser la table d'échantillons. Ceci est souvent utilisé pour des séries d'échantillons. La table d'échantillons est une table dans laquelle les données d'échantillon peuvent être entrées jusqu'à 99 échantillons maximum (*voir Chapitre 5.7, page 47*).
- Demande automatique immédiatement après le démarrage de la détermination (*voir Chapitre 5.6.2, page 46*).

Dans tous les cas, vous pouvez aussi envoyer la prise d'essai et l'unité à partir d'une balance connectée. Avec certaines balances, il est possible d'envoyer en plus les identifications des échantillons et la méthode (*voir Chapitre 9.2, page 94*).

5.6.1 Entrer les données d'échantillon dans la boîte de dialogue principale

Pour un échantillon vous pouvez entrer les données d'échantillon directement dans la boîte de dialogue principale, même pendant le déroulement de la détermination (*voir Chapitre 5.9, page 54*).



>Menu	ready
Méthode	KFC
ID1	
ID2	
Prise d'essai	1.0
Unité	g

ID1

Identification d'échantillon. L'identification d'échantillon peut être utilisée comme variable **CI1** dans les calculs.

Entrée	10 caractères au max.
Valeur par défaut	vide

ID2

Identification d'échantillon. L'identification d'échantillon peut être utilisée comme variable **CI2** dans les calculs.

Entrée	10 caractères au max.
Valeur par défaut	vide

Prise d'essai

Prise d'essai. La valeur de la prise d'essai peut être utilisée comme variable **C00** dans les calculs.

Gamme d'entrée	-999999999...999999999
Valeur par défaut	1,0

Unité

Unité de la prise d'essai.

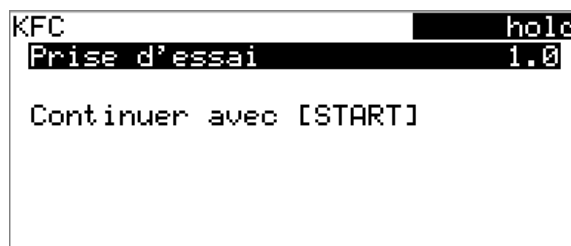
Sélection	g mg µg mL µL pièces Personnalisée
Valeur par défaut	g

Personnalisée

Une unité personnalisée peut être créée. Elle est enregistrée dans la liste de sélection. La saisie existante est écrasée dès qu'une nouvelle unité est définie.

5.6.2 Demander les données d'échantillon au démarrage de la détermination

Afin de ne pas oublier de saisir les données de l'échantillon, elles peuvent être appelées automatiquement immédiatement après le démarrage de la détermination. Si vous effectuez une double pesée de vos échantillons, cet appel automatique est indispensable.



Vous devez à cette fin activer les paramètres correspondants dans **Conditions de départ**. Si le paramètre **Pause sur demande** est activé, le déroulement est interrompu et doit être repris après la saisie des données de l'échantillon avec **[START]**. Si **Pause sur demande** est désactivé, le titrage est démarré en arrière-plan. Cette boîte de dialogue restera affichée jusqu'à ce que la saisie des données de l'échantillon soit confirmée avec **[START]**, même si le titrage est déjà terminé. Cela garantit que les données d'échantillon soient disponibles pour les calculs.

5.7 Table d'échantillons

5.7.1 Généralités

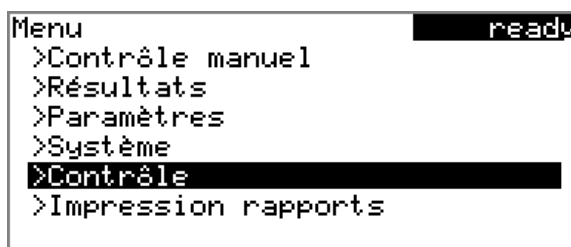
La table d'échantillons est une table dans laquelle les données d'échantillon peuvent être entrées jusqu'à 99 échantillons maximum. Les données d'échantillon peuvent être également entrées pendant le déroulement d'une détermination (voir Chapitre 5.9.2, page 55).

Activer la table d'échantillons

Veuillez procéder comme suit pour activer la table d'échantillons (paramètre **Table d'échantillons = on**).

1 Ouvrir le menu principal

- Dans la boîte de dialogue principale, sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.



2 Ouvrir la boîte de dialogue du contrôle

- Sélectionner la ligne de menu **Contrôle** et appuyer sur **[OK]**.

Contrôle	ready
Table d'échantillons	off
Autostart	off

3 Activer la table d'échantillons

- Sélectionner **Table d'échantillons** et appuyer sur **[OK]**.
- Dans la liste de sélection, sélectionner la saisie **on** et valider en appuyant sur **[OK]**.
- Appuyer sur **[BACK]**.

Dans le menu principal, le point de menu **Table d'échantillons** est affiché :

Menu	ready
>Contrôle manuel	
>Résultats	
>Paramètres	
>Table d'échantillons	
>Système	
>Contrôle	
>Impression rapports	

La table d'échantillons contient des lignes numérotées. L'identification (**ID1**) et la prise d'essai de chaque échantillon sont affichées.

Table d'échantillons	ready
1 #8805923 1.0 g	
2 #8805824 1.0 g	
3 #8805926 1.0 g	
4 #8805927 1.0 g	
5 ...	
Editer Supprimer Insérer Créer +	

Éditer

Éditer les données de la ligne sélectionnée, voir le chapitre suivant.

Supprimer

Supprimer la ligne sélectionnée de la table d'échantillons.

Insérer

Insérer une nouvelle ligne avant la ligne sélectionnée.

Créer

Supprimer complètement la table d'échantillons. Cette fonction est seulement visible quand l'appareil se trouve dans l'état **ready**.

Sauvegard.

Enregistrer la table d'échantillons. La table d'échantillons est enregistrée dans la mémoire interne de l'appareil.



REMARQUE

Vous pouvez enregistrer seulement une table d'échantillons. Lorsque vous enregistrez une table d'échantillons, une table d'échantillons enregistrée auparavant est automatiquement écrasée.

Charger

La table d'échantillons est chargée à partir de la mémoire interne de l'appareil.

5.7.2 Éditer les données d'échantillon

Données d'échantillons		readW
Méthode		Me4155
ID1		#8805923
ID2		
Prise d'essai		1.0
Unité		g
+- Ligne 1 sur 4 -+		

En bas, le numéro de ligne de la ligne sélectionnée et le numéro de ligne de la dernière ligne contenant des données sont affichés. Dans cet exemple la première ligne est ouverte et la table d'échantillons contient quatre lignes.

Avec les touches [←] et [→], il est possible de naviguer entre les différents blocs de données.

Ajouter une nouvelle ligne

Si vous vous trouvez à la dernière ligne (dans l'exemple dessus **Ligne 4 de 4**), vous pouvez insérer une nouvelle ligne dans la table d'échantillons en appuyant [→] de nouveau. Les données d'échantillon de l'échantillon précédent seront enregistrées.

Méthode

Méthode utilisée pour le traitement de l'échantillon.

Sélection	Sélection des méthodes sauvegardées vide
Valeur par défaut	vide

vide

La méthode actuellement chargée est utilisée.

**ID1**

Identification d'échantillon. L'identification d'échantillon peut être utilisée comme variable **CI1** dans les calculs.

Entrée	10 caractères au max.
Valeur par défaut	vide

ID2

Identification d'échantillon. L'identification d'échantillon peut être utilisée comme variable **CI2** dans les calculs.

Entrée	10 caractères au max.
Valeur par défaut	vide

Prise d'essai

Prise d'essai. La valeur de la prise d'essai peut être utilisée comme variable **C00** dans les calculs.

Gamme d'entrée	-999999999...9999999999
Valeur par défaut	1,0

Unité

Unité de la prise d'essai.

Sélection	g mg µg mL µL pièces Personnalisée
Valeur par défaut	g

Personnalisée

Une unité personnalisée peut être créée. Elle est enregistrée dans la liste de sélection. La saisie existante est écrasée dès qu'une nouvelle unité est définie.

5.7.3 Envoyer la prise d'essai de la balance

Table d'échantillons		ready
1	#8805923	1.0 g
2	#8805824	1.0 g
3	#8805926	1.0 g
4	#8805927	1.0 g
5	...	

Editer Supprimer Insérer Créer +

Si la prise d'essai est envoyée directement à partir de la balance, celle-ci est toujours enregistrée dans une nouvelle ligne à la fin de la table d'échantillons. Et ce, quelle que soit la ligne sélectionnée et que la table d'échantillons soit ouverte ou non. Dans l'exemple ci-dessus, la prise d'essai est enregistrée à la ligne 5.



REMARQUE

Si l'on souhaite inscrire la prise d'essai dans une ligne particulière, il faut alors ouvrir la boîte de dialogue d'édition correspondante (c.-à-d. la boîte de dialogue **Données d'échantillons** apparaît).

Si la boîte de dialogue d'édition de la prise d'essai est ouverte, la valeur envoyée est ignorée.

5.8 Réalisation de la détermination

Si une détermination est effectuée, la prise d'essai peut être entrée de deux manières suivantes :

- Entrer manuellement sur l'appareil.
- Envoyer automatiquement à partir d'une balance connectée. Consulter à ce sujet le mode d'emploi de la balance.

Veuillez procéder comme suit pour effectuer une détermination :

1 Charger la méthode

- Voir chapitre « Méthodes », page 41.

2 Démarrer le conditionnement

- Appuyer sur **[START]**.

Le conditionnement commence. Le message **Conditionnement pas OK** est affiché jusqu'à ce que le point final soit atteint. Le solvant de travail est titré jusqu'au point final. Cela est affiché par **Conditionnement OK**. Cet état est maintenu stable.

```

KFC                                cond.busu
Conditionnement OK
++Dérive          1.6 µg/min
Agitateur
  
```

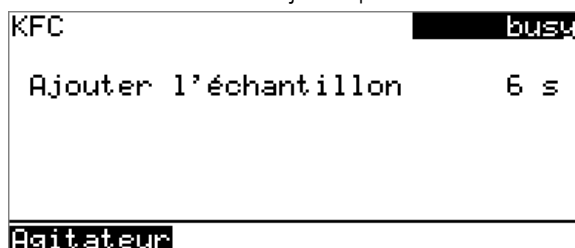
Avec la fonction **Agitateur**, la vitesse d'agitation peut être modifiée. En appuyant sur **[OK]**, la boîte de dialogue suivante s'ouvre :



La vitesse d'agitation peut être réduite avec **Agiter-** ; avec **Agiter+** elle peut être augmentée. **Off** permet d'éteindre l'agitateur. **On** est alors affiché. L'agitateur peut ainsi être remis sous tension. Avec **[BACK]**, cette boîte de dialogue est fermée.

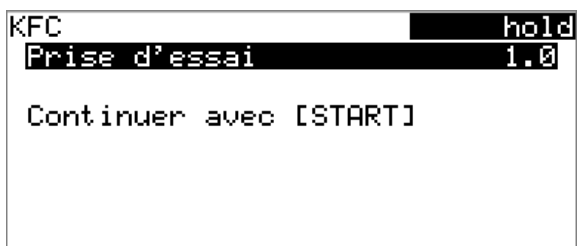
3 Ajouter l'échantillon

- Lorsque **Conditionnement OK** apparaît, appuyer sur **[START]**. Le conditionnement est arrêté. Une demande d'ajout d'échantillon est affichée pendant 8 s. L'échantillon doit être ajouté pendant cette durée.



- Ajouter l'échantillon.

Il s'ensuit une demande de prise d'essai :



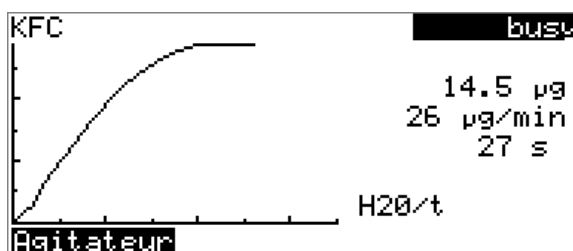
4 Entrer la prise d'essai

- Appuyer sur **[OK]**. La boîte de dialogue d'édition s'ouvre.
- Entrer la prise d'essai et valider avec **Valider** ou **[BACK]**.

5 Démarrer le titrage

- Appuyer sur **[START]**.

Le titrage démarre et la courbe s'affiche :



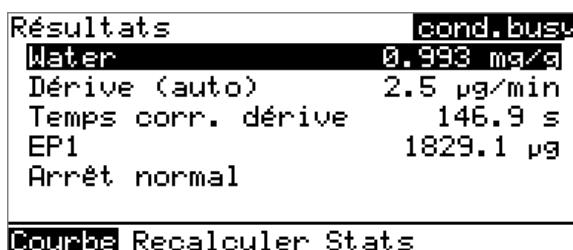
Les axes sont mis à l'échelle automatiquement.

Pendant le titrage, la fonction **Agitateur** permet de modifier la vitesse d'agitation. En appuyant sur **[OK]**, la boîte de dialogue suivante s'ouvre :



La vitesse d'agitation peut être réduite avec **Agiter-** ; avec **Agiter+** elle peut être augmentée. **Off** permet d'éteindre l'agitateur. **On** est alors affiché. L'agitateur peut ainsi être remis sous tension. Avec **[BACK]**, cette boîte de dialogue est fermée.

Une fois le titrage terminé, la boîte de dialogue du résultat apparaît :



Le conditionnement est automatiquement redémarré en arrière-plan. Vous pouvez visualiser l'état actuel du conditionnement dans l'affichage d'état en haut à droite dans la fenêtre de dialogue (**cond.busy** ou **cond.ok**).

6 Revenir à la boîte de dialogue de conditionnement

- Appuyer sur **[BACK]**.
La boîte de dialogue principale avec les données de l'échantillon du titrage précédemment achevé apparaît.
- Sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.
- Sélectionner la ligne de menu **Dialogue live** et appuyer sur **[OK]**.



```

Menu                                cond. busu
>Résultats
>Dialogue live
>Paramètres
>Impression rapports

```

L'état actuel du conditionnement apparaît (voir étape d'instruction 2).

Si vous souhaitez démarrer le titrage suivant, répétez les opérations à partir de l'étape d'instruction 3.

Annuler une détermination manuellement

Vous pouvez annuler une détermination à tout moment en appuyant sur la touche **[STOP]**.

5.9 Modifications « live »

5.9.1 Éditer les données d'échantillon de la détermination en cours

Les données d'échantillon peuvent être entrées ou modifiées pendant le déroulement d'une détermination dans la boîte de dialogue principale. Dans les calculs, les données d'échantillon qui sont utilisées sont celles qui sont entrées dans la boîte de dialogue principale à la fin du titrage.

Procéder comme suit pour éditer les données d'échantillon :

1 Afficher la boîte de dialogue principale

- Appuyer sur **[BACK]**.

La boîte de dialogue principale est affichée. La détermination continue de se dérouler en arrière-plan.

2 Éditer les données d'échantillon

- Éditer les données d'échantillon et les reprendre en appuyant sur **Valider** ou **[BACK]**.

3 Afficher la boîte de dialogue live

- Appuyer sur **[BACK]**.

ou

- Sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.



- Sélectionner la ligne de menu **Dialogue live** et appuyer sur **[OK]**.
La boîte de dialogue live est affichée.



REMARQUE

Si la détermination est terminée tandis qu'une boîte de dialogue d'édition est ouverte (par ex. de la prise d'essai), celle-ci est automatiquement fermée et la boîte de dialogue du résultat est affichée. La valeur saisie doit être saisie à nouveau et la détermination recalculée.

Assurez-vous que les boîtes de dialogue d'édition soient fermées avant que la détermination se termine.

5.9.2 Éditer la table d'échantillons pendant une détermination en cours

Pendant le déroulement d'une détermination, il est possible d'insérer de nouvelles lignes ou d'en supprimer, ainsi que d'éditer les données d'échantillon.



REMARQUE

Afin qu'aucun problème ne survienne pendant le déroulement et pour que les données actualisées soient toujours disponibles pour le calcul, nous recommandons de toujours fermer les boîtes de dialogue d'édition.

Éditer la table d'échantillons

Procéder de la manière suivante pour éditer la table d'échantillons :

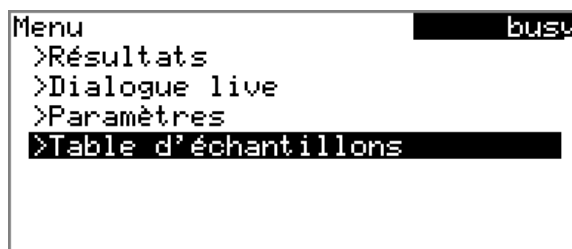
1 Afficher la boîte de dialogue principale

- Appuyer sur **[BACK]**.

La boîte de dialogue principale est affichée. La détermination continue de se dérouler en arrière-plan.

2 Ouvrir le menu principal

- Sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.



3 Sélectionner les données d'échantillon

- Sélectionner la ligne de menu **Table d'échantillons** et appuyer sur **[OK]**.
- Sélectionner la ligne souhaitée.
- Dans la barre de fonctions, sélectionner **Éditer** et appuyer sur **[OK]**.

4 Éditer les données d'échantillon

- Éditer les données d'échantillon et les reprendre en appuyant sur **Valider** ou **[BACK]**.



REMARQUE

Avec les données d'échantillon, il est également possible de modifier la méthode, sauf pendant le déroulement de la détermination.

5 Afficher la boîte de dialogue live

- Dans le menu principal, sélectionner le ligne de menu **Dialogue live** et appuyer sur **[OK]**.

ou

- Appuyer sur **[BACK]** dans la boîte de dialogue principale.

La boîte de dialogue live est affichée.

Éditer les données d'échantillon de la détermination en cours

Si vous utilisez la table d'échantillons, l'édition des données d'échantillon de la détermination en cours fonctionne comme décrit au *chapitre 5.9.1, page 54*. Il est également possible d'éditer ces données dans la table d'échantillons. La première ligne contient toujours les données d'échantillon de la détermination en cours. Pour cela, sélectionner simplement dans

le menu principal le point de menu **Table d'échantillons** (voir « *Éditer la table d'échantillons* », page 55).

5.9.3 Éditer les paramètres live

Pendant le déroulement d'une détermination, il est possible de modifier certains paramètres de méthode. Il est seulement possible de modifier les paramètres sélectionnables. Mais tous les paramètres sont visibles. Les paramètres modifiés sont pris immédiatement en considération. Si vous augmentez par ex. le paramètre **Temps d'extraction** durant le temps d'extraction, la nouvelle valeur est tout de suite prise en considération. Si vous modifiez toutefois ce paramètre après achèvement du temps d'extraction, la valeur modifiée est prise en considération seulement à la prochaine détermination.

Procéder comme suit pour éditer les paramètres :

1 Afficher la boîte de dialogue principale

- Appuyer sur **[BACK]**.

La boîte de dialogue principale est affichée. La détermination continue de se dérouler à l'arrière-plan.

2 Ouvrir le menu principal

- Sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.



3 Éditer les paramètres de méthode

- Sélectionner la ligne de menu **Paramètres** et appuyer sur **[OK]**.
- Modifier le paramètre souhaité.

4 Afficher la boîte de dialogue live

- Dans le menu principal, sélectionner la ligne de menu **Dialogue live** et appuyer sur **[OK]**.

ou

- Appuyer sur **[BACK]** dans la boîte de dialogue principale.

La boîte de dialogue live est affichée.

Recalculer



REMARQUE

Un recalcul ne peut être annulé.

La fonction **Recalculer** lance le recalcul de tous les résultats. Cela est nécessaire si vous avez par ex. modifié le calcul ou la prise d'essai.

5.11 Statistiques

Menu ► Résultats ► Stats

Dans le dialogue **Résultats**, vous pouvez afficher l'aperçu des statistiques d'une série de déterminations avec la fonction **Stats**.



REMARQUE

Cette fonction est seulement visible quand les statistiques sont activées.

```

Stats                               cond.ok
Water
  Moy.(3) 0.992 mg/g
    s abs 0.0010 mg/g
    s rel 0.10 %
Statistiques 3/3
Détails Reset Ajouter
  
```

La valeur moyenne (**Moy.**) et les écarts-types absolu et relatif (**s abs** et **s rel**) sont indiqués dans l'aperçu. Pour la moyenne, le nombre de résultats individuels à partir desquels elle est calculée est indiqué entre parenthèses. Dans cet exemple, ils sont 3. La ligne **Stats** indique le nombre de déterminations qui ont déjà été effectuées et combien au total doivent l'être. Dans cet exemple, les trois déterminations ont été effectuées.

Détails

Afficher des données supplémentaires.

Reset

Supprimer toutes les données statistiques.

Ajouter

Ajouter une détermination supplémentaire à la série de déterminations.



Afficher des détails statistiques

Avec la fonction **Détails**, des données supplémentaires de la série de déterminations peuvent être affichées.

Détails		cond.ok
	Résultat	Prise d'essai
1	0.993 mg/g	1.49335 g
2	0.991 mg/g	0.77779 g
3	0.992 mg/g	1.84385 g

On/Off

Le résultat et la prise d'essai de chaque détermination sont indiqués.

On/Off

Éliminer la détermination sélectionnée des statistiques. La ligne est alors marquée d'un astérisque (*), les statistiques sont automatiquement recalculées. Si plusieurs calculs sont définis dans la méthode, tous les résultats seront éliminés des statistiques.

Supprimer les données statistiques

Avec la fonction **Reset**, toutes les données statistiques sont supprimées. Dans les cas suivants, les données statistiques sont supprimées automatiquement :

- quand toutes les déterminations de la série de déterminations sont effectuées et qu'ensuite une nouvelle détermination est démarrée.
- quand une nouvelle méthode est chargée.

Ajouter une détermination à une série de déterminations

La fonction **Ajouter** permet d'ajouter un autre échantillon à une série de déterminations, parce que par ex. une détermination était erronée et a dû être éliminée des statistiques. Dans la ligne **Stats**, le deuxième chiffre est automatiquement augmenté d'une unité.

5.12 Imprimer un rapport manuellement

Menu ► Impression rapports

Veillez procéder comme suit pour imprimer manuellement un rapport :

1 Ouvrir le menu principal

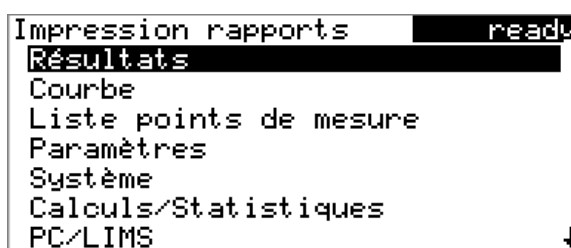
- Dans la boîte de dialogue principale, sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.



2 Ouvrir la boîte de dialogue d'impression

- Sélectionner la ligne de menu **Impression rapports** et appuyer sur **[OK]**.

La fenêtre de dialogue avec les rapports possibles est ouverte :



3 Sélectionner un rapport

- Sélectionner le rapport souhaité et appuyer sur **[OK]**.

Le rapport est imprimé.

Les rapports suivants peuvent être imprimés manuellement :

Résultats	Rapport de résultat avec propriétés de détermination, données d'échantillon, résultats calculés etc.
Courbe	Rapport de courbe. La largeur de la courbe est définie dans les paramètres du système (<i>voir « Largeur graphique », page 71</i>).

5.13.1 Agiter

Vous pouvez contrôler manuellement l'agitateur intégré au Coulometer ou un agitateur connecté.

Pour cela, procédez comme suit :

1 Ouvrir le contrôle manuel

- Dans la boîte de dialogue principale, sélectionner **Menu** et appuyer sur **[OK]**.
Le menu principal s'ouvre.
- Sélectionner la ligne de menu **Contrôle manuel** et appuyer sur **[OK]**.

Le contrôle manuel s'ouvre.

2 Régler la vitesse d'agitation



- Dans la barre de fonctions, sélectionner **Agiter-** ou **Agiter+**.
À chaque appui sur la touche **[OK]**, la vitesse d'agitation est réduite ou augmentée d'un degré.
Le sens d'agitation est modifié selon le signe. Si vous observez l'agitateur d'en haut, cela signifie :
 - « + » : rotation en sens contraire des aiguilles d'une montre
 - « - » : rotation dans le sens des aiguilles d'une montre

3 Mettre l'agitateur sous tension

- Dans la barre de fonctions, sélectionner **On** et appuyer sur **[OK]**.

L'agitateur est démarré et tourne à la vitesse définie. Dans la barre de fonctions, **Off** est maintenant affiché.

4 Arrêter l'agitateur

- Dans la barre de fonctions, sélectionner **Off** et confirmer en appuyant sur **[OK]**.

L'agitateur est arrêté.



6 Paramétrages de système

6.1 Paramétrages de base

Menu ► Système ► Réglages

Dans ce chapitre sont décrits les paramétrages d'appareil.

Nom d'utilisateur

Il est possible de définir ici un nom d'utilisateur qui sera utilisé pour le rapport. Ce paramètre est imprimé seulement si un utilisateur a été défini.

Entrée	12 caractères maximum
Valeur par défaut	vide

Nom d'appareil

Il est possible de définir ici un nom d'appareil pour le rapport. Ce paramètre est imprimé seulement si une désignation a été définie.

Entrée	10 caractères maximum
Valeur par défaut	vide

Numéro de série

Numéro de série de l'appareil. Il est imprimé comme composant d'identification de l'appareil dans l'en-tête de rapport.

Version programme

Numéro de version du logiciel de l'appareil. Il est imprimé comme composant d'identification de l'appareil dans l'en-tête de rapport.

Heure

Heure actuelle. Seuls des chiffres valides peuvent être entrés.

Format : hh:mm:ss

Date

Date actuelle. Seuls des chiffres valides peuvent être entrés.

Format : AAAA:MM:JJ

Langue

Paramétrage de la langue de dialogue. Il est possible de choisir une autre langue en plus de l'anglais.



REMARQUE

Pour que la deuxième langue puisse être sélectionnée, elle doit être installée au préalable. L'installation doit être effectuée par un technicien spécialisé. Pour obtenir toutes les informations utiles à l'installation d'une seconde langue, consulter le chapitre *Fichiers de langues*, page 73.

Dialogue

Pour le fonctionnement de routine, la boîte de dialogue utilisateur peut être limitée. La boîte de dialogue limitée permet d'utiliser normalement les méthodes. Il n'est cependant pas possible d'effectuer des réglages ni de supprimer des méthodes.

Les modifications sont appliquées à la boîte de dialogue à la sortie du menu principal.

La limitation de la boîte de dialogue entraîne les effets suivants :

- Les lignes de menu **Système**, **Paramètres** et **Contrôle** sont masquées.
- Les méthodes ne peuvent être que chargées, mais pas supprimées, exportées ni recrées.



REMARQUE

Il est impossible d'activer la boîte de dialogue expert quand la boîte de dialogue limitée est activée pour un fonctionnement en mode routine. Il faut arrêter et rallumer le 899 Coulometer pour modifier le type de boîte de dialogue. Une fois l'appareil redémarré, il est possible de forcer la boîte de dialogue expert. Ceci permet de procéder à tout réglage, comme la modification du type de boîte de dialogue par exemple. La boîte de dialogue de routine reste activée quand l'appareil est de nouveau éteint sans modifier le type de boîte de dialogue.

Forcer la boîte de dialogue expert :

- Mettre l'appareil sous tension.
- Patienter jusqu'à ce que le logo de l'appareil apparaisse avec le slogan **easy, safe, precise**.
- Appuyer à nouveau sur la touche **[STOP]** et la maintenir enfoncée, et appuyer en même temps brièvement sur la touche **[BACK]**.
- Relâcher les deux touches.

Sélection	Expert Routine
Valeur par défaut	Expert

**Expert**

Boîte de dialogue complète.

Routine

Boîte de dialogue limitée pour le mode de routine.

Contraste

À l'aide des touches fléchées [←] et [→], régler le contraste de l'affichage.

- [←] : le contraste est réduit chaque fois d'un degré.
- [→] : le contraste est augmenté chaque fois d'un degré.

Gamme d'entrée	150...240
Valeur par défaut	212

**REMARQUE**

Alternativement, il est possible de modifier le contraste de la façon suivante :

Maintenir la touche rouge **[STOP]** enfoncée. Dès que la barre de progression apparaît, appuyer simultanément plusieurs fois sur la touche fléchée [↓] ou [↑].

Cette méthode permet de modifier le contraste de plusieurs degrés.

Bip

Si ce paramètre est activé, un bref signal sonore retentit dans les cas suivants :

- lors de l'appui sur une touche ;
- à la fin de la détermination ;
- si le système est conditionné pendant 10 s de façon ininterrompue.

Sélection	on off
Valeur par défaut	on

6.2 Gérer les variables communes

6.2.1 Généralités

Menu ► Système ► Variables communes

Cet appareil permet d'enregistrer cinq **Variables indépendantes de la méthode**, appelées variables communes. Ces variables restent enregistrées dans l'appareil et pourront être utilisées pour des calculs futurs. Des variables communes sont par ex. utiles pour l'application suivante :

- Détermination d'une valeur à blanc qui est prise en considération pour la détermination de la teneur de l'échantillon.

Variables communes		readW
CV01	1.0472	
CV02	0.9638	
CV03	0.0	
CV04	0.0	
CV05	0.0	
Editer		Supprimer

Les variables communes sont désignées de façon non modifiable par **CV01 à CV05**. La valeur s'affiche pour chaque variable. Aucune unité ne peut être attribuée aux variables communes.

Éditer

Pour éditer les données d'une variable commune sélectionnée, voir le chapitre suivant.

Supprimer

Définir la variable commune sélectionnée comme **non valide**.

6.2.2 Éditer les variables communes

Les variables communes peuvent être modifiées de la manière suivante :

- Manuellement dans cette boîte de dialogue.
- Attribution automatique à partir du déroulement de la détermination. Pour cela, un résultat de calcul doit être configuré en conséquence (voir ci-après).

6.3 Gestion de fichiers

Menu ► Système ► Gestion fichier



REMARQUE

Cette ligne de menu est seulement visible si une clé USB est connectée comme support de stockage externe.

Cette boîte de dialogue permet d'importer et de supprimer des méthodes enregistrées sur une clé USB. Dans la liste ne sont affichées que les méthodes qui se trouvent dans le répertoire **Files** (voir « *Structure des répertoires sur la clé USB* », page 69).

Il est possible de créer une copie de sauvegarde (backup) du système (ensemble des données et réglages). De même, toute copie existante peut être restaurée.

Importer

Importer la méthode sélectionnée.

Supprimer

Supprimer la méthode sélectionnée.

Backup

Créer un backup de toutes les données et paramètres sur la clé USB.



REMARQUE

Seule **une** copie de sauvegarde peut être créée sur la même clé USB.

Si la clé USB contient déjà une copie de sauvegarde, cette dernière est écrasée dès que la fonction est exécutée à nouveau.

Restaurer

Charger la copie de sauvegarde d'une clé USB connectée.

Structure des répertoires sur la clé USB

Un répertoire portant le numéro de l'appareil est créé sur la clé USB. La structure dans ce répertoire se présente de la manière suivante :



Figure 24 Structure des répertoires sur la clé USB



Backup	Les fichiers constituant la copie de sauvegarde sont stockés dans ce répertoire. Le répertoire est créé lors de la première création d'une copie de sauvegarde.
Files	Les méthodes exportées sont stockées dans ce répertoire. Le répertoire est créé lors de la première exportation d'une méthode. Seules les méthodes se trouvant dans ce répertoire peuvent être importées.
pc_lims_report	Dans ce répertoire sont stockés les rapports PC/LIMS au format TXT. Le répertoire est créé lors de la première impression d'un rapport PC/LIMS.

6.4 Configurer les appareils externes

Menu ► Système ► Appareils externes

Rapport PC/LIMS

Indication d'emplacement de sauvegarde du rapport PC/LIMS. Le rapport PC/LIMS est un rapport lisible par machine comportant toutes les données importantes relatives à une détermination. Il peut être sauvegardé de la façon suivante :

- Comme fichier TXT sur une clé USB.
- Via une interface RS-232 à un LIMS. La RS-232/USB Box 6.2148.030 est requise à cet effet.

Sélection	COM2 Clé USB
Valeur par défaut	Clé USB

COM2

Le rapport sera envoyé via l'interface série COM2. Les paramètres d'interface paramétrés dans la boîte de dialogue **Réglages COM2** seront utilisés (voir « *Éditer les réglages COM2* », page 72).

Clé USB

Le rapport est sauvegardé comme fichier TXT sur la clé USB dans le répertoire **pc_lims_report**.

Imprimante

Pour chaque connexion d'imprimante, le type d'imprimante doit être défini ici afin que les rapports soient correctement imprimés.

Les imprimantes portant la mention **ESC-POS** sont des imprimantes POS (Point-of-sale, "points de vente"), c'est à dire qu'elles impriment sur du papier continu.

Sélection	Citizen (ESC-POS) Custom (ESC-POS) Epson Epson (ESC-POS) HP DeskJet HP LaserJet Seiko (ESC-POS)
Valeur par défaut	Custom (ESC-POS)

Largeur graphique

Adapter la largeur de la courbe à imprimer à la largeur du papier dans l'imprimante. La valeur standard dépend de l'imprimante sélectionnée. La hauteur de la courbe correspond aux 2/3 de la largeur.

Gamme d'entrée	100...3000 pixels
----------------	--------------------------

Clavier

Pour faciliter l'entrée de texte et de nombres, il est possible de connecter un clavier USB que l'on peut trouver dans le commerce. Définir ici l'affectation des touches propre au pays d'utilisation.

Sélection	Anglais US Français FR Allemand CH Allemand DE Espagnol ES
Valeur par défaut	Anglais US

Balance

Définir ici le type de balance connecté, le cas échéant.

Sélection	AND Mettler Mettler AT Mettler AX Ohaus Precisa Sartorius Shimadzu
Valeur par défaut	Sartorius

Le tableau suivant précise le type de balance à sélectionner pour chaque modèle de balance :

Balance	Type de balance
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

(par ex. un ordinateur). Les paramètres et les gammes d'entrée sont identiques à ceux de l'interface COM1.

6.5 Diagnostic d'appareil

6.5.1 Charger des versions de programme et des fichiers de langue

Menu ▶ Système ▶ Diagnostic

Il est possible de charger de nouvelles versions du programme ou des fichiers de langues à partir d'une clé USB. Le fichier correspondant doit être sauvegardé sur la clé USB dans un répertoire portant le numéro de l'appareil **899**.

La structure du nom du fichier permet de distinguer les fichiers de langues et les fichiers de programme.

Fichiers de programme

Ils sont spécifiques à l'appareil. Le nom du fichier est structuré de la manière suivante :

5XXXyyyy.bin où

XXX = Type d'appareil (899)

yyyy = Version de programme

Fichiers de langues

Ils sont identifiables au code de langue à deux lettres dans le nom du fichier. Un fichier de langue contient les textes des boîtes de dialogue pour les différents types d'appareils. Il n'est pas spécifique à l'appareil. Le nom du fichier est structuré de la manière suivante :

5848xxxxYY.bin où

xxxx = Numéro de version

YY = Langue, par ex. DE (allemand), FR (français), ES (espagnol)

Charger un fichier

Procéder de la façon suivante :

1 Connecter une clé USB

- Insérer la clé USB à l'aide de l'adaptateur (USB MINI (OTG) - USB A) 6.2151.100 dans le port USB de l'appareil.
- Mettre l'appareil sous tension.



2 Ouvrir la boîte de dialogue de mise à jour

- Sous **Menu ▶ Système ▶ Diagnostic**, sélectionner la ligne de menu **Software update**.
- Appuyer sur **[OK]**.



3 Ouvrir la sélection de fichier

- Appuyer sur **[OK]**.

La liste de sélection contenant les fichiers de langues et de programme présents sur la clé USB s'ouvre.

4 Sélectionner le fichier

- Sélectionner le fichier nécessaire avec les touches fléchées.
- Appuyer sur **[OK]**.

5 Démarrer la mise à jour

- Appuyer sur **[START]**.

La procédure de mise à jour est lancée et fonctionne de manière autonome. L'appareil s'éteint et se rallume automatiquement à l'issue de la procédure. Aucune intervention de l'utilisateur n'est requise.

6.5.2 Fonctions de diagnostic

La vérification des groupes de fonctions électroniques et mécaniques des appareils Metrohm peut et doit être effectuée par du personnel qualifié Metrohm dans le cadre d'une maintenance régulière. Consulter l'agence Metrohm locale pour connaître les conditions exactes de la conclusion d'un contrat de maintenance correspondant.

7 Paramètres

7.1 Titrages coulométriques Karl Fischer (KFC)

7.1.1 Conditionnement

Menu ► Paramètres ► Conditionnement

Sous **Conditionnement**, les paramètres pour le conditionnement sont définis.

Conditionnement

Si ce paramètre est activé, lors du premier démarrage de la méthode, le solvant de travail est titré avec les paramètres de régulation prédéfinis jusqu'au point final. Cet état est maintenu stable. Le déroulement effectif de la méthode commence seulement lorsque que l'on appuie de nouveau sur la touche **[START]**. Après le titrage, il est de nouveau conditionné automatiquement.

Sélection	on off
Valeur par défaut	on

Dérive de départ

Si la dérive mesurée au cours d'une période donnée (correspondant au « temps de stabilisation ») est inférieure à cette valeur, **Conditionnement OK** s'affiche et il est possible de lancer le titrage. Le temps de stabilisation est défini sous **Conditionnement ► Temps de stabilisat..**

Gamme d'entrée	1...999 µg/min
Valeur par défaut	20 µg/min

Correction de dérive

La quantité au point final peut être corrigée par la dérive. La dérive est alors multipliée par le temps de correction de dérive et cette valeur est ensuite soustraite à la quantité au point final. Le temps de correction de dérive correspond à l'écart de temps entre la fin de la procédure de conditionnement et la fin de la détermination.

Sélection	auto manuelle off
Valeur par défaut	auto

auto

Au démarrage du titrage, la valeur de la dérive actuelle est automatiquement appliquée.

Gamme d'entrée	0...999 999 s
Valeur par défaut	0 s

Cond. temps d'arrêt

Temps maximal admis pour la durée du conditionnement. Le conditionnement est annulé lorsque le temps indiqué a expiré.

Gamme d'entrée	1...999 999 s
Sélection	off
Valeur par défaut	off

Affichage val. mesurées

Si ce paramètre est activé, la valeur mesurée actuelle est affichée pendant le conditionnement.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

7.1.2 Conditions de départ**Menu ► Paramètres ► Conditions de départ**

Les paramètres exécutés avant le lancement du titrage sont définis sous **Conditions de départ**.

Pause

Temps d'attente, par ex. pour la dilution de l'échantillon. Pendant ce temps, aucun iode n'est généré.

Gamme d'entrée	0...999 999 s
Valeur par défaut	0 s

Demande ID échant.

Sélection de l'identification d'échantillon qui est demandée dans le déroulement.

Sélection	ID1 ID2 ID1&ID2 off
Valeur par défaut	off

Demande prise d'essai

Si ce paramètre est activé, la valeur pour la prise d'essai est demandée.

Sélection	on off
Valeur par défaut	on

Demande unité pr. d'essai

Si ce paramètre est activé, l'unité pour la prise d'essai est demandée.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Les réglages des différentes vitesses de titrage sont définis dans le *tableau 3, page 80*.

Gamme de régulation

Ce paramètre est seulement éditable si **Vitesse de titrage = Utilisat..**

Ce paramètre définit la gamme de régulation avant le point final donné. Dans la gamme de régulation, l'iode est généré étape par étape et cette génération peut être réglée avec précision. Plus le point final est proche, plus l'iode est généré lentement jusqu'à atteindre le débit défini sous **Débit min..** Plus la gamme de régulation est grande, plus le titrage est lent. En dehors de la gamme de régulation, l'iode est généré en continu au débit défini sous **Débit max..**

Gamme d'entrée	0,1...1250,0 mV
Valeur par défaut	70,0 mV
Sélection	off

off

La génération d'iode est réglée avec précision tout au long du titrage.



REMARQUE

Noter que le paramètre **Gamme de régulation** est lié aux paramètres **Point final à** et **I(pol)**. Pour davantage d'explications à ce sujet, consulter le chapitre *9.4 Paramètres de régulation et courant de polarisation, page 98*.

Débit max.

Ce paramètre est seulement éditable si **Vitesse de titrage = Utilisat..**

Vitesse à laquelle l'iode est généré en dehors de la gamme de régulation.

Gamme d'entrée	1,5...2241,0 µg/min
Sélection	max.
Valeur par défaut	max.

Débit min.

Ce paramètre est seulement éditable si **Vitesse de titrage = Utilisat..**

Vitesse à laquelle, en début de titrage et dans la gamme de régulation en fin de titrage, l'iode est généré. Ce paramètre a une influence importante sur la vitesse de titrage et par conséquent sur son exactitude. Plus le débit choisi est petit, plus le titrage est lent.

Gamme d'entrée	0,3...999,9 µg/min
Valeur par défaut	15,0 µg/min



Tableau 3 Valeurs par défaut des vitesses de titrage prédéfinies pour KFC

	Vitesse de titrage		
	lente	optimale	rapide
Gamme de régulation	120,0 mV	70,0 mV	30,0 mV
Débit max.	1000,0 µg/min	maximum	maximum
Débit min.	0,3 µg/min	15,0 µg/min	30,0 µg/min

Critère d'arrêt

Le titrage est annulé lorsque le point final est atteint et ce critère d'arrêt est rempli. Si aucun critère d'arrêt n'a été sélectionné, le titrage n'est alors pas annulé. Les conditions d'arrêt (voir Chapitre 7.1.5, page 83) provoquent toujours un arrêt, même si le critère d'arrêt n'est pas atteint.

Sélection	dérive temps dérive rel off
Valeur par défaut	dérive rel

dérive

Le titrage est annulé lorsque la dérive d'arrêt est atteinte.

temps

Le titrage est annulé si le point final a été atteint pendant un certain temps (**Délai d'arrêt**).

dérive rel

Le titrage est annulé lorsque la somme entre la dérive au démarrage du titrage et la dérive d'arrêt relative est atteinte.

off

Le titrage est annulé lorsque les conditions d'arrêt sont remplies.

Dérive d'arrêt

Ce paramètre est seulement éditable si **Critère d'arrêt = dérive**.

Lorsque le point final et la dérive d'arrêt sont atteints, le titrage est annulé.

Gamme d'entrée	1...999 µg/min
Valeur par défaut	5 µg/min

Délai d'arrêt

Ce paramètre est seulement éditable si **Critère d'arrêt = temps**.

Le titrage s'interrompt quand ces deux critères sont satisfaits :

- La tension à l'électrode indicatrice se situe dans la plage « point final +5 mV et point final -2 mV ».
- Le temps défini ici est écoulé.

Si par ex., le paramètre **Point final à** est défini sur 50 mV et que le paramètre **Délai d'arrêt** défini ici s'élève à 10 s, la tension à l'électrode indica-

trice doit se situer entre 55 mV et 48 mV pendant 10 s pour que le titrage s'interrompe.

Gamme d'entrée	0...999 s
Valeur par défaut	10 s

Dérive rel. d'arrêt

Ce paramètre est seulement éditable si **Critère d'arrêt = dérive rel.**

Lorsque le point final et la somme entre la dérive au démarrage du titrage et la dérive d'arrêt relative sont atteints, le titrage est annulé.

Gamme d'entrée	1...999 µg/min
Valeur par défaut	5 µg/min

7.1.4 Paramètres de titrage

Menu ► Paramètres ► Paramètres de titrage

Les paramètres qui influencent le déroulement de l'ensemble du titrage sont définis sous **Paramètres de titrage**.

Temps d'extraction

Durée minimum du titrage. Le titrage n'est pas interrompu pendant le temps d'extraction, même si le point final est déjà atteint. Le titrage sera toutefois interrompu si une condition d'arrêt est remplie pendant cette période. (voir Chapitre 7.1.5, page 83) Saisir un temps d'extraction s'avère utile par ex. pour des échantillons qui libèrent l'eau seulement lentement ou en cas d'utilisation d'un four Karl Fischer.

Gamme d'entrée	0...999 999 s
Valeur par défaut	0 s

Électrode gén.

Type d'électrode génératrice.

Sélection	avec diaphr. sans diaphr.
Valeur par défaut	sans diaphr.

avec diaphr.

Électrode génératrice avec diaphragme.

sans diaphr.

Électrode génératrice sans diaphragme.

Courant électr. gén.

Courant de polarisation à l'électrode génératrice.

Sélection	100 mA 200 mA 400 mA auto
Valeur par défaut	400 mA

aucun court-circuit n'existe. Le test d'électrode est effectué lorsque la détermination est lancée.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Intervalle temps PM

Intervalle de temps pour l'acceptation du point de mesure dans la liste des points de mesure. La liste des points de mesure est limitée à 1000 points de mesure.

Gamme d'entrée	0,1...999 999,0 s
Valeur par défaut	2,0 s

Température

Température entrée manuellement.

Gamme d'entrée	-20,0...150,0 °C
Valeur par défaut	25,0 °C

7.1.5 Conditions d'arrêt

Menu ► Paramètres ► Conditions d'arrêt

Sous **Conditions d'arrêt**, les paramètres pour l'arrêt du titrage sont définis, si ce dernier ne s'effectue pas automatiquement. Ceci peut être le cas si le point final défini n'est pas atteint ou si le critère d'arrêt (*voir « Critère d'arrêt », page 80*) n'est pas rempli.

Temps d'arrêt

Le titrage est annulé lorsque le temps indiqué est expiré depuis le démarrage du titrage.

Gamme d'entrée	1...999 999 s
Sélection	off
Valeur par défaut	off

7.1.6 Calcul

7.1.6.1 Généralités

Menu ► Paramètres ► Calcul

Il est possible dans une méthode de définir au maximum cinq calculs. Pour les calculs, plusieurs variables sont à disposition (données originales de la détermination, résultats calculés préalablement). Pour chaque calcul, il est possible de définir si le résultat doit être enregistré en tant que variable commune.

Unité du résultat

L'unité du résultat est affichée et sauvegardée avec le résultat.

R1

Sélection % | **mg** | **mg/pièce** | **mg/g** | **mg/mL** | **ppm** | **µg** |
Personnalisée

Valeur par défaut **ppm**

R2 à R5

Sélection % | **mg** | **mg/pièce** | **mg/g** | **mg/mL** | **ppm** | **µg** |
Personnalisée

Valeur par défaut %

Personnalisée

Une unité personnalisée peut être créée. Elle est enregistrée dans la liste de sélection. La saisie existante est écrasée dès qu'une nouvelle unité est définie. Il est possible de créer une saisie vide de la même manière.

Sauvegarder comme CV

Le résultat calculé peut être sauvegardé en tant que variable indépendante de la méthode, ce qu'on appelle une variable commune. Le résultat est alors également disponible pour des calculs dans d'autres méthodes. Si les statistiques sont activées, la valeur moyenne actuelle de la série de déterminations est sauvegardée.

Sélection **on** | **off**

Valeur par défaut **off**

Méthode « KFC-Blank »

Nom du résultat

Le nom du résultat est le texte qui est affiché dans l'affichage de résultat et dans le rapport.

Entrée **12 caractères**

Valeur par défaut **R1 : Water / R2-R5 : vierge**

Formule de calcul « R1 »

$$(EP1-CV01)/C00$$

CV01 est la variable commune 01 et correspond au résultat du calcul de *Méthode « Blank »*, page 86.

R2 à R5

Affichage de la formule de calcul. Pour la définition un éditeur spécial s'ouvre (voir Chapitre 5.3, page 40).



Entrée	30 caractères
Valeur par défaut	vide

Nombre de décimales

Nombre de décimales, avec lequel le résultat est affiché.

Gamme d'entrée	0...5
Valeur par défaut	R1 : 1 / R2 à R5 : 2

Unité du résultat

L'unité du résultat est affichée et sauvegardée avec le résultat.

R1	
Sélection	% mg mg/pièce mg/g mg/mL ppm µg Personnalisée
Valeur par défaut	ppm

R2 à R5	
Sélection	% mg mg/pièce mg/g mg/mL ppm µg Personnalisée
Valeur par défaut	%

Personnalisée

Une unité personnalisée peut être créée. Elle est enregistrée dans la liste de sélection. La saisie existante est écrasée dès qu'une nouvelle unité est définie. Il est possible de créer une saisie vide de la même manière.

Sauvegarder comme CV

Le résultat calculé peut être sauvegardé en tant que variable indépendante de la méthode, ce qu'on appelle une variable commune. Le résultat est alors également disponible pour des calculs dans d'autres méthodes. Si les statistiques sont activées, la valeur moyenne actuelle de la série de déterminations est sauvegardée.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Méthode « Blank »

Nom du résultat

Le nom du résultat est le texte qui est affiché dans l'affichage de résultat et dans le rapport.

Entrée	12 caractères
Valeur par défaut	R1 : Blank / R2-R5 : vierge

Formule de calcul « R1 »

EP1

R2 à R5

Affichage de la formule de calcul. Pour la définition un éditeur spécial s'ouvre (voir Chapitre 5.3, page 40).

Entrée	30 caractères
Valeur par défaut	vide

Nombre de décimales

Nombre de décimales, avec lequel le résultat est affiché.

Gamme d'entrée	0...5
Valeur par défaut	2

Unité du résultat

L'unité du résultat est affichée et sauvegardée avec le résultat.

R1

Sélection	% mg mg/pièce mg/g mg/mL ppm µg Personnalisée
Valeur par défaut	µg

R2 à R5

Sélection	% mg mg/pièce mg/g mg/mL ppm µg Personnalisée
Valeur par défaut	%

Personnalisée

Une unité personnalisée peut être créée. Elle est enregistrée dans la liste de sélection. La saisie existante est écrasée dès qu'une nouvelle unité est définie. Il est possible de créer une saisie vide de la même manière.

Sauvegarder comme CV

Le résultat calculé peut être sauvegardé en tant que variable indépendante de la méthode, ce qu'on appelle une variable commune. Le résultat est alors également disponible pour des calculs dans d'autres méthodes. Si les statistiques sont activées, la valeur moyenne actuelle de la série de déterminations est sauvegardée.

R1

Sélection	on off
Valeur par défaut	on

R2 à R5



Sélection	on off
Valeur par défaut	off

7.1.7 Statistiques

Menu ▶ Paramètres ▶ Statistiques

Le calcul statistique de la détermination multiple est activé sous **Statistiques** et il est possible de définir le nombre de déterminations que la série contient.

Statistiques

Quand cette fonction est activée, des calculs statistiques sont exécutés pour tous les résultats définis.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Nombre de déterminations

Nombre de déterminations pour lesquelles des calculs statistiques sont effectués.

L'aperçu des statistiques permet d'ajouter une autre détermination à la série de déterminations, par exemple lorsqu'une détermination était erronée (voir *Chapitre 5.11, page 59*).

Gamme d'entrée	2...20
Valeur par défaut	3

7.1.8 Rapports

Menu ▶ Paramètres ▶ Rapports

Sous **Rapports**, on définit les rapports qui sont automatiquement imprimés après une détermination.

Résultats

Le rapport de résultats contient les résultats calculés, les points finaux, les données d'échantillon etc.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Courbe

Rapport de courbe. La largeur de la courbe est définie dans les paramètres de système (voir « *Largeur graphique* », page 71).

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Calculs/Statistiques

Édition des formules de calcul pour les différents résultats. Les résultats sont fournis dans un degré de résolution maximum. Ceci permet de réaliser des calculs postopératoires dans un programme externe. Si les statistiques sont activées, les données suivantes sont également imprimées :

- Résultat et prise d'essai des déterminations individuelles
- Valeur moyenne ainsi que écart-type absolu et relatif

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Liste points de mesure

Édition de la liste des points de mesure.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Paramètres

Tous les paramètres de la méthode actuelle sont imprimés dans le rapport de paramètres.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

PC/LIMS

Le rapport PC/LIMS est un rapport lisible par machine comportant toutes les données importantes relatives à une détermination. Le rapport PC/LIMS peut être sauvegardé au format de fichier TXT sur un support de données USB ou envoyé via une interface RS-232 à un LIMS. Le site d'édition est défini dans les paramètres de système (cf. "Rapport PC/LIMS", page 70).

Le nom du fichier TXT est structuré de la façon suivante: *Rapport_PC_LIMS-ID1-AAAAMMJJ-hhmmss.txt*.

Sélection	on off
Valeur par défaut	off

Problème	Cause	Remède
La dérive varie.	<i>La solution d'échantillon est mal agitée.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ajuster la vitesse d'agitation de façon à mélanger parfaitement la solution d'échantillon.
	<i>Les Param. de régulation sont mal réglés.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Remettre les Param. de régulation à la valeur par défaut.
Le temps de titrage est trop long.	<i>La dérive n'est pas stable au cours du conditionnement.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Attendre que la dérive soit stable avant de lancer le titrage.
	<i>Le paramètre Dérive de départ est réglé à un niveau trop élevé.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Baisser la Dérive de départ. ▪ Ajuster la Dérive d'arrêt ou utiliser la Dérive rel. d'arrêt.
	<i>Le paramètre Dérive d'arrêt est réglé à un niveau trop faible.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Régler la Dérive d'arrêt à un niveau plus élevé ou utiliser la Dérive rel. d'arrêt.
	<i>La quantité d'eau est trop élevée.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Tenir compte des prises d'essai et des teneurs en eau répertoriées <i>au tableau « Prise d'essai recommandée », page 32.</i>
	<i>Les Param. de régulation sont mal réglés.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Baisser le paramètre Gamme de régulation et augmenter le paramètre Débit max.
Importante déviation des résultats.	<i>L'échantillon est hétérogène.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Homogénéiser l'échantillon si possible. ▪ Utiliser une plus grande prise d'essai le cas échéant.
	<i>L'ajout d'échantillon est difficilement reproductible.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Consulter les informations fournies à ce sujet au <i>chapitre 4.3, page 32.</i>
	<i>La dérive varie.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Veiller à ce que la dérive reste stable.
Le résultat semble trop faible.	<i>L'échantillon libère de l'iode.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Utiliser un four KF le cas échéant. ▪ Voir la littérature spécialisée.
	<i>Le paramètre Dérive d'arrêt est réglé à un niveau trop élevé.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Baisser la Dérive d'arrêt.



Problème	Cause	Remède
	<i>La correction de dérive est trop haute (p. ex. en cas d'une dérive de départ trop haute, d'une dérive flottante ou d'une correction de dérive manuelle).</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Veiller à ce que la dérive soit stable et basse. ▪ Régler le paramètre Correction de dérive sur auto (= correction de dérive automatique).
	<i>Le paramètre Débit min. est réglé à un niveau trop faible.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Régler le paramètre Débit min. à un niveau plus élevé. ▪ Remettre les Param. de régulation à la valeur par défaut.
Le résultat semble trop élevé.	<i>La cellule de titrage n'est pas encore conditionnée correctement.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Agiter la cellule de titrage et attendre que la dérive soit stable.
	<i>L'échantillon contient des substances oxydables.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Utiliser un four KF le cas échéant. ▪ Voir la littérature spécialisée.
	<i>Le paramètre Dérive d'arrêt est réglé à un niveau trop faible.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Régler la Dérive d'arrêt à un niveau plus élevé ou utiliser la Dérive rel. d'arrêt.
	<i>La correction de dérive est trop basse (p. ex. en cas d'utilisation d'un four KF ou de correction de dérive manuelle).</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Démarrer le titrage tant que le débit de gaz existe entre le flacon de conditionnement et la cellule de titrage. ▪ Régler le paramètre Correction de dérive sur auto (= correction de dérive automatique).

8.2 Divers

Problème	Cause	Remède
Aucun rapport n'est imprimé.	<i>L'imprimante n'est pas reconnue par l'appareil.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mettre le 899 Coulometer hors tension et le remettre sous tension. ▪ Utiliser un hub USB et connecter l'imprimante au hub USB.
	<i>Le modèle d'imprimante n'est pas compatible.</i>	Utiliser une imprimante correspondant aux spécifications préconisées (voir Chapitre 9.3.4, page 97).
Le clavier USB ou la souris PC ne fonctionne pas.	<i>Le clavier ou la souris ne sont pas reconnus par l'appareil.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mettre le 899 Coulometer hors tension et le remettre sous tension.

Problème	Cause	Remède
		<ul style="list-style-type: none"> ▪ Utiliser un hub USB et connecter le clavier ou la souris au hub USB.
	<i>Le clavier ou la souris ne sont pas compatibles.</i>	Utiliser un modèle qui correspond aux spécifications préconisées (voir Chapitre 9.3, page 95).
L'affichage n'est plus lisible.	<i>Le contraste est mal réglé.</i>	Régler correctement le contraste (voir Chapitre 6.1, page 64).
Envoi des balances Mettler XP en tant que ID1 "R" ou "O ----".	<i>Le calibrage automatique de la balance est activé.</i>	Désactiver le calibrage automatique.
Le message 020-511 "Processus impossible" apparaît.	<i>La clé USB n'est plus connectée.</i>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Connecter la clé USB. 2. Mettre l'appareil hors tension et le remettre sous tension.
	<i>La clé USB est pleine.</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Utiliser une autre clé USB. ▪ Supprimer les fichiers à l'aide d'un PC.



REMARQUE

Avec certaines balances, il est possible d'envoyer en plus de la prise d'essai, les identifications d'échantillon et la méthode.

S'assurer que la balance n'envoie la prise d'essai qu'à la fin.

Mettler AX

Lors de l'utilisation d'une balance Mettler AX, les champs contenant l'identification de l'échantillon ou la méthode doivent être désignés comme suit :

- Désignation du champ contenant le nom de la méthode : **MÉTHODE**
- Désignation du champ contenant l'identification de l'échantillon 1 : **ID1**
- Désignation du champ contenant l'identification de l'échantillon 2 : **ID2**

9.3 Appareils USB



REMARQUE

Les périphériques USB à connecter doivent prendre en charge le standard *USB 1.0/1.1 (vitesse maximale)* ou *USB 2.0 (haute vitesse)*. Toutefois, la vitesse de transmission de données maximale s'élève dans tous les cas à 12 Mbps.

Les claviers, souris et lecteurs de code barre sont ce qu'on appelle des périphériques HID (**H**uman **I**nterface **D**evice) et ne peuvent être raccordés que via un hub USB.

Les imprimantes doivent également être connectées via un hub USB. Selon le fabricant ou le type d'imprimante, une connexion directe reste cependant possible.

9.3.1 Clavier numérique USB 6.2147.000

Pour naviguer dans les boîtes de dialogue, la touche **[Num Lock]** doit être enfoncée. Les touches fléchées sont alors actives.

Pour l'entrée de nombres, la boîte de dialogue d'édition correspondante doit être ouverte.



Tableau 4 Affectation des touches

Touche du 899 Coulometer ou fonction dans la boîte de dialogue d'édition	Touche sur le clavier numérique USB
[BACK]	[Home]
[↑] [↓]	[↑] [↓]
[←] [→]	[←] [→]
[OK]	[Enter]
[+--]	[BS] (touche arrière)
Effacer	[Suppr]
Valider	[Accueil]

9.3.2 Affectation des touches d'un clavier USB

Pour faciliter l'entrée de texte et de nombres, il est possible de connecter un clavier USB que l'on peut trouver dans le commerce.

Pour l'entrée de texte et de nombres, la boîte de dialogue d'édition correspondante doit être ouverte.

Tableau 5 Affectation des touches

Touche du 899 Coulometer ou fonction dans la boîte de dialogue d'édition	Touche sur le clavier USB
[BACK]	[Échap]
[↑] [↓]	[↑] [↓]
[←] [→]	[←] [→]
[OK]	[↵] (touche d'entrée) ou [Entrée] sur le pavé numérique
[STOP]	[Ctrl] + [S]
[START]	[Ctrl] + [G]
[+--]	[←] (touche arrière)
Effacer	[Suppr]
Annuler	[Ctrl] + [Q]
Valider	[Échap]

**REMARQUE**

L'inscription sur le clavier USB peut différer de celle indiquée ci-dessus selon le pays du clavier.

9.3.3 Souris

Pour faciliter la navigation dans les boîtes de dialogue du 899 Coulometer, il est possible de connecter une souris.

Tableau 6 Fonctions de la souris

Touche du 899 Coulometer	Fonction de la souris
[OK]	Bouton gauche de la souris
[BACK]	Bouton droit de la souris
[↑] [↓] [←] [→]	Déplacement vertical/horizontal de la souris
[↑] [↓]	Molette verticale

9.3.4 Imprimante

Il existe de très nombreuses imprimantes USB disponibles sur le marché et elles se renouvellent rapidement. Lors du choix d'une imprimante, il faut tenir compte des critères suivants :

- Interface USB obligatoire
- Langage d'impression : HP-PCL, Canon BJI Commands, Epson ESC P/2 ou ESC/POS

**REMARQUE**

Les imprimantes bon marché sont souvent uniquement destinées à une utilisation avec un PC et ne disposent pas de l'un des langages d'impression indiqués ci-dessus. C'est pourquoi ces modèles ne sont pas adaptés.

I(pol) (Courant de polarisation)	10 μA	20 μA	30 μA
Gamme de régulation	70 mV	100 mV	120 mV
Débit max.	Valeur par défaut	Valeur par défaut	Valeur par défaut
Débit min.	Valeur par défaut	Valeur par défaut	Valeur par défaut
Dérive d'arrêt	Valeur par défaut	Valeur par défaut	Valeur par défaut

L'électrode indicatrice est activée au terme d'un certain temps d'utilisation du même réactif ; en d'autres termes, la pente de la courbe de titrage devient plus raide. Si sa pente est trop raide, des valeurs de dérive variant lentement au cours du conditionnement peuvent apparaître. Pour résoudre ce problème, abaisser le point final. Des points finaux trop bas peuvent toutefois allonger le titrage, ce qui peut entraîner des effets négatifs en termes d'erreur de mesure.

9.5 Exemples de méthode pour l'utilisation du four Karl Fischer

Le tableau suivant propose des recommandations en matière de réglage de paramètres en cas d'utilisation du four Karl Fischer. Ces méthodes s'appliquent tant avec un passeur d'échantillons muni d'un module de four (par ex. *885 Compact Oven SC*) qu'avec un four Karl Fischer (par ex. *860 KF Thermoprep*). Le tableau contient uniquement les réglages de paramètres qui s'écartent des valeurs par défaut.

Paramètres	Détermination de la valeur à blanc (modèle de méthode Blank)	Détermination de la teneur en eau (modèle de méthode KFC-Blank)
>Conditionnement		
Dérive de départ	10 $\mu\text{g}/\text{min}$ *)	10 $\mu\text{g}/\text{min}$ *)
Temps de stabilisat.	30 s	30 s
>Conditions de départ		
Demande prise d'essai	off	off



Paramètres	Détermination de la valeur à blanc (modèle de méthode Blank)	Détermination de la teneur en eau (modèle de méthode KFC-Blank)
Pause sur demande	off	off
>Paramètres de titrage		
Temps d'extraction	180 s	180 s
Vitesse d'agitation	12	12
>Statistiques		
Statistiques	on	–
Nombre de déterminations	3	–
>Rapports		
Résultats	on	on
Calculs/Statistiques	on	–

*) dans un milieu à humidité ambiante élevée, nous recommandons de régler le paramètre **Dérive de départ** sur 20 µg/min.

9.6 Initialisation de système

Dans de très rares cas, il peut arriver qu'un système de fichiers (par ex. à cause d'un plantage du programme) affecte le fonctionnement du programme. Dans ce cas, le système de fichiers interne doit être initialisé.



ATTENTION

L'initialisation de système supprime toutes les données utilisateur (méthodes, etc.) L'appareil revient alors à la configuration usine.

Nous recommandons d'effectuer régulièrement une copie de sauvegarde (backup) du système afin d'éviter les pertes de données.

Après une initialisation de système, les versions du programme et les fichiers de langues n'ont pas besoin d'être restaurés. Seul le choix de la langue de dialogue devra éventuellement être redéfini dans les paramètres de système.

Pour initialiser le système, procéder comme suit :

1 Arrêter l'appareil

- Maintenir la touche rouge **[STOP]** enfoncée pendant au moins 3 s.

Une barre de progression apparaît. Si on relâche la touche pendant cette progression, l'appareil n'est pas mis hors tension.

2 Mettre l'appareil sous tension

- Maintenir la touche rouge **[STOP]** enfoncée pendant env. 10 s.

La boîte de dialogue permettant de confirmer l'initialisation s'affiche pendant 8 s. L'initialisation doit être confirmée dans cet intervalle.

```
System reset request detected.  
>> Press [BACK] key twice  
to confirm !  
>> Time remaining: 8 sec
```

3 Confirmer l'initialisation



REMARQUE

Si la confirmation n'est pas donnée dans les 8 s, le processus est interrompu.

- Appuyer deux fois sur **[BACK]**.

L'initialisation est lancée. Ce processus dure environ 80 s. Une fois l'initialisation effectuée correctement, l'appareil est automatiquement redémarré.



9.7 Interface Remote

9.7.1 Affectation des broches de l'interface Remote

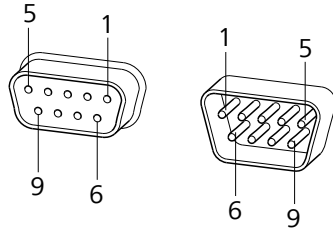


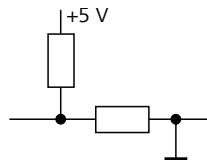
Figure 27 Affectation des broches de la prise et femelle Remote

Le schéma ci-dessus de l'affectation des broches est valable pour tous les appareils Metrohm avec connecteur Remote D-Sub à 9 pôles.

Tableau 8 Entrées et sorties de l'interface Remote

N° de broche	Affectation	Fonction
1	Output 0	Ready/EOD
2	Output 1	-
3	Output 2	Titrage
4	Output 3	Cond OK
5	Output 4	Erreur
6	0 volt (GND)	
7	+5 volts	
8	Entrée 0	Start
9	Entrée 1	Stop

Entrées

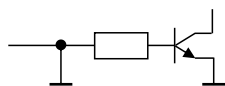


env. 5 kΩ Pull-up

$t_p > 100 \text{ ms}$

actif = low, inactif = high

Sorties



Open Collector

$t_p > 200 \text{ ms}$

actif = low, inactif = high

$I_C = 20 \text{ mA}$, $V_{CE0} = 40 \text{ V}$

+5 V : charge maximale = 20 mA

9.7.2 Diagramme d'état de l'interface Remote

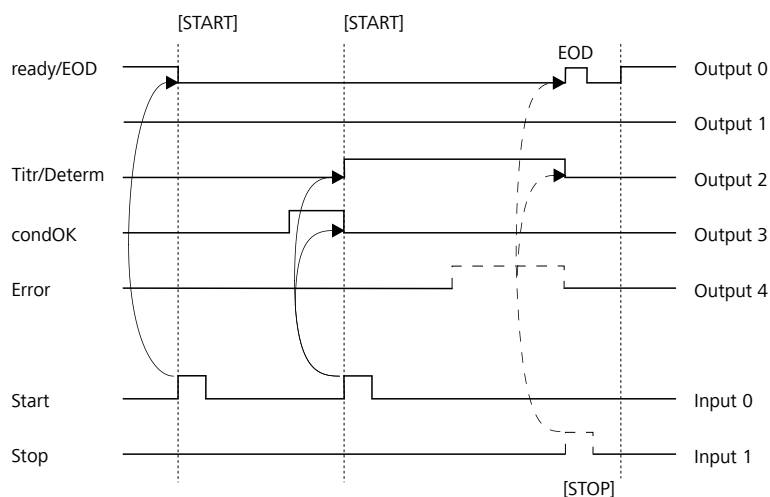


Figure 28 Diagramme d'état Remote

EOD = End of Determination

9.8 Commande à distance via une connexion RS-232

Le 899 Coulometer peut être commandé à distance grâce à une connexion RS-232. Il faut pour cela une **RS-232/USB Box 6.2148.030**. Connecter la RS-232/USB Box à l'interface USB de l'appareil.

La RS-232/USB Box dispose de deux connecteurs pour les appareils RS-232. La commande à distance RS-232 ne fonctionne qu'en utilisant le connecteur **RS-232/2**. Le connecteur RS-232/1 est prévu pour raccorder une balance. Raccorder le connecteur **RS-232/2** de la RS-232/USB Box avec une interface série (port COM affichant la mention **IOIOI**) d'un PC. Utiliser un **câble de connexion 6.2134.040** à cet effet.

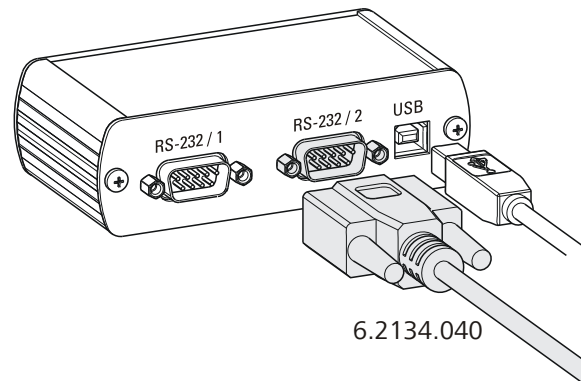


Figure 29 Connecter la RS-232/USB Box au PC

Paramètres d'interface

Nous recommandons les paramètres suivants pour l'interface RS-232 **COM2** :

- Vitesse de transmission : **19200**
- Bits de données : **8**
- Bits d'arrêt : **1**
- Parité : **aucun**
- Handshake : **Logiciel**

Sur le 899 Coulometer, régler les paramètres d'interface sous **Menu ▶ Système ▶ Appareils externes ▶ Réglages COM2**.

Protocole de transmission

La communication des données est synchrone. L'appareil répond à chaque fonction lancée.

Une fonction doit être envoyée à l'appareil avec le caractère de commande **CR LF** comme caractère de fin. Les réponses de l'appareil sont également transmises avec **CR LF** comme caractère de fin.

L'appareil n'envoie pas de messages spontanés.

9.8.1 Fonctions et variables

Fonction	Fonction	Commentaire
\$G	Start/Continue	Correspond à la touche [START] ou [Continuer]
\$S	Stop	Correspond à la touche [STOP]
\$H	Hold	Arrêter le déroulement de méthode

Fonction	Fonction	Commentaire
\$D	Scanner l'état de l'appareil	Réponses : <i>Ready;0, Busy;0, Hold;0</i> ou <i>Cond;0</i> (0 = aucun message) Si un message de l'appareil requiert l'intervention de l'utilisateur, la réponse de la requête d'état indique le numéro de message correspondant. Exemple : <i>Busy;012-111</i> = 012-111 Conditionnement pas OK Le message peut être acquitté avec [Oui] ou [Non] , voir ci-dessous.
\$A	Acquitter le message	Confirmer le message sur l'appareil en appuyant sur [OK] . Immédiatement avant d'acquitter le message, il faut impérativement une requête d'état qui indique le numéro de message, voir ci-dessus.
\$A(OK), \$A(CANCEL)	Acquitter le message	Confirmer le message en appuyant sur [OK] ou [Annuler]
\$A(YES), \$A(NO)	Acquitter le message	Confirmer le message en appuyant sur [Oui] ou [Non]
\$L(Nom de la méthode)	Charger la méthode	Le nom de la méthode doit être connu et unique.
\$Q(Variable)	Scanner la valeur de variable	Exemples de variables : <i>EP1, R1, COO</i> . Liste complète des variables, voir page 40.

Les valeurs des variables ne sont disponibles qu'à la fin d'une détermination (en état « ready »).

Réponse de l'appareil	Commentaire
OK	Fonction exécutée
E1	Méthode non trouvée
E2	Variable non valide
E3	Fonction non valide

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

Valeur moyenne :

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

Écart-type absolu :

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

Écart-type relatif (en %) :

$$Srel_k = 100 \cdot \frac{Sabs_k}{\bar{x}_k}$$

Explications

Le calcul statistique est réalisé sur la base des valeurs mathématiques exactes.

En format numérique 64 bits, la mantisse de nombres à virgule flottante s'étend à 15 chiffres après la virgule en représentation décimale.

La précision peut être définie en sélectionnant le préfixe de l'unité (milli, micro) et le nombre de chiffres après la virgule.

Exemple :

Le résultat affiché **1234,56789158763 mg/l** possède une mantisse à 15 chiffres. Il faut l'arrondir à trois chiffres après la virgule en application de la méthode d'arrondissement :

- **1234,568 mg/L.**

Si le même résultat est exprimé en **g/l (1,23456789158763 g/l)** et aussi arrondi à trois chiffres après la virgule, on obtient

- **1,235 g/L.**

En d'autres termes, vous obtenez le plus faible niveau de perte de précision dû à l'arrondi si vous configurez l'application et le format numérique de façon à ce que les nombres affichés possèdent le plus de chiffres avant la virgule.

Des écarts peuvent être observés en recalculant l'ensemble des statistiques en utilisant une calculatrice ou un tableur PC. Ceci est lié aux différents formats numériques binaires utilisés par ces calculateurs.



REMARQUE

Les pertes de précision évoquées et dues à l'arrondi que l'on observe au niveau de la mantisse restent du domaine théorique. La plupart du temps, elles sont en-deçà de l'ordre de grandeur de l'incertitude de mesure (erreur de balance, de dosage, de mesurage).



10 Caractéristiques techniques

10.1 Entrées de mesure

Le cycle de mesure s'élève à 100 ms pour le mode de mesure Ipol AC.

10.1.1 Électrode indicatrice

Une entrée de mesure (**Ind.**) pour une électrode indicatrice.

Mode de mesure

Détermination avec choix du courant de polarisation.

Ipol

Indication voltamétrique du point final sous courant alternatif.

Courant de polarisation

caractéristiques courantes : 5, 10, 20 et 30 μA

10.1.2 Température

Une entrée de mesure (**Temp.**) pour un capteur de température de type Pt1000.

Gamme de mesure

-150 à +250 °C

Résolution

0,1 °C

Exactitude de la mesure

$\pm 0,2$ °C

(est valable pour la gamme de mesure -20 à +150 °C; ± 1 digit ; sans erreurs du capteur, sous conditions de référence.)

10.2 Connecteur de générateur

Un connecteur d'électrode (**Gen.**) pour une électrode génératrice.

10.2.1 Électrode génératrice

Génération d'iode par impulsions électriques ou courant continu.

Courant à l'électrode

auto : courant continu variable

100, 200, 400 mA : courant continu pulsé

I_{max}

400 mA

10.3 Agitateur interne

Vitesse de rotation

Vitesse de rotation maximale $\pm(1700 \text{ à } 1900) \text{ tr/min}$

Réglage de la vitesse ± 15 niveaux

Modification de la vitesse par niveau $\pm(115 \text{ à } 125) \text{ tr/min}$

Fusible Protection électronique contre surcharges

10.4 Interfaces et connecteurs

Connecteur MSB MSB1 Fiche mini-DIN à 8 pôles pour connecter un agitateur supplémentaire.

Connecteur USB (OTG) Pour connecter des appareils périphériques USB.

Connecteur Remote Pour connecter des appareils avec interface Remote.

10.5 Alimentation électrique

Bloc d'alimentation externe 24 V, 65 W

Plage de tension d'entrée 20 à 28 V CC

Puissance absorbée maximale 36 W



10.6 Température ambiante

<i>Gamme nominale de fonctionnement</i>	+5 à +45 °C (humidité de l'air au maximum de 85 %)
<i>Stockage</i>	-20 à +60 °C
<i>Transport</i>	-40 à +60 °C

10.7 Conditions de référence

<i>Température ambiante</i>	+25 °C (± 3 °C)
<i>Humidité relative de l'air</i>	≤ 60 %
<i>État chaud</i>	Appareil utilisé pendant 30 min minimum
<i>Validité des données</i>	suyant comparaison

10.8 Dimensions

<i>Largeur</i>	143,5 mm
<i>Hauteur (sans support de récipient de titrage)</i>	112 mm
<i>Hauteur (avec support de récipient de titrage)</i>	195 mm
<i>Profondeur</i>	281,5 mm
<i>Poids (bloc d'alimentation compris)</i>	2800 g
<i>Matériau</i>	
<i>Boîtier</i>	PBT
<i>Matériau</i>	
<i>Fond</i>	Acier inoxydable 1.4301

11 Accessoires

Vous trouverez des informations à jour concernant le contenu de la livraison et les accessoires optionnels de votre produit sur Internet. Vous pouvez télécharger ces informations à l'aide de la référence comme suit :

Télécharger la liste d'accessoires

- 1** Saisir <https://www.metrohm.com/> dans le navigateur Internet.
- 2** Entrer la référence du produit (p. ex. **899**) dans le champ de recherche.
Le résultat de la recherche s'affiche.
- 3** Cliquer sur le produit.
Des informations détaillées sur le produit s'affichent dans différents onglets.
- 4** Dans l'onglet **Accessoires**, cliquer sur **Téléchargez le pdf**.
Le fichier PDF contenant les données sur les accessoires est créé.



REMARQUE

Lorsque vous recevez votre nouveau produit, nous vous conseillons de télécharger la liste des accessoires depuis Internet, de l'imprimer et de la conserver conjointement avec le mode d'emploi.

L		
Langue	64	
Langue de dialogue	64	
Charger	73	
Largeur graphique	71	
M		
Maintenance	4	
Maniement		
Généralités	37	
Méthode		
Exporter	43	
Importer	69	
Sauvegarder	42	
Supprimer	69	
Mettre sous tension	36	
Mise à jour		
Langue de dialogue	73	
Version de programme	73	
Modèle de méthode		
Charger	41	
Modifications « live »	54	
Module four	14	
MSB		
Connecteur	7	
N		
Naviguer	38	
Nom d'utilisateur	64	
P		
Paramètres		
Calcul	83	
Condition d'arrêt	83	
Conditionnement	75	
Conditions de départ	77	
KFC	75	
Modification live	57	
Relation	98	
Titration	81	
Paramètres de régulation	78	
Paramètres de titrage	81	
Paramètres live	57	
Passeur d'échantillons		
Avec module four	14	
Connecter	27	
Plantage de programme	100	
Point final		
Relation	98	
Prise d'essai		
Envoyer de la balance ...	50, 94	
Taille	32	
R		
Rapport		
Imprimer manuellement	61	
Sélectionner	88	
Rapport de résultat		
Définir	88	
Rapport PC/LIMS	70	
Recalculer	58	
Remote		
Affectation des broches ...	102	
Connecteur	7	
Diagramme d'état	103	
Interface	102	
Résultat	58	
Méthode d'arrondissement ...	106	
Recalculer	59	
Sauvegarder comme variable commune	68	
RS-232		
Paramètres d'interface	72	
S		
Standard d'eau		
Certifié	30	
Statistiques	59	
Structure des répertoires	69	
T		
Table d'échantillons	47	
Ajouter une ligne	49	
Charger	49	
Modification live	55	
Sauvegarder	49	
Tamis moléculaire		
Remplacement	10	
Temps de préparation		
Électrode génératrice avec diaphragme	34	
Électrode génératrice sans diaphragme	34	
Tension secteur	4	
Titration Karl Fischer		
Traitement des problèmes ...	90	
Traitement des problèmes	90	
Tube d'addition et d'aspiration		
Montage	13	
Tube d'adsorption		
Remplissage	9	
Type de balance	71	
Type de clavier	71	
Type de dialogue	65	
U		
USB	95	
Clavier numérique	95	
Clavier PC	96	
Imprimante	97	
Souris	97	
USB (OTG)		
Connecteur	7	
V		
Variable commune		
Définir comme non valide ...	67	
Éditer	67	
Supprimer	67	
Variations communes	67	
Version de programme		
Mettre à jour	73	
Vitesse d'agitation	94	