

Кулонометр 899 Coulometer



Руководство по эксплуатации



Metrohm AG
CH-9100 Херизау
Швейцария
Телефон +41 71 353 85 85
Факс +41 71 353 89 01
info@metrohm.com
www.metrohm.com



Представительство Metrohm
в Российской Федерации
ООО «МЕТРОМ РУС»
г. Москва г,
Телефон +7(925)079-19-20
info@metrohm.ru
www.metrohm.ru

Кулонометр 899 Coulometer

Руководство по эксплуатации

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

Эта документация защищена авторским правом. Все права защищены.

Информация, представленная в документации, проверена с большой тщательностью, тем не менее исключить ошибки полностью невозможно. При обнаружении ошибок любого рода отправьте комментарии по указанному выше адресу.

Документацию на других языках можно найти по адресу: <http://products.metrohm.com> в разделе Literature/Technical documentation (Литература и техническая документация).

Мелодия команды сигнала BEEP: за исключением "En Altfrentsche", используется с разрешения Laseyer Quartett, Appenzell.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1	ВВЕДЕНИЕ	1
1.1	Описание прибора.....	1
1.1.1	Разъёмы	1
1.1.2	Предназначение	2
1.2	О данном руководстве	2
1.2.1	Знаки и обозначения	2
1.3	Правила техники безопасности	3
1.3.1	Общие замечания по технике безопасности	3
1.3.2	Электробезопасность	3
1.3.3	Подключение шлангов и капиллярных трубок	4
1.3.4	Горючие растворители и химикаты.....	5
1.3.5	Повторное использование и утилизация	5
2	ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ПРИБОРЕ	6
2.1	Передняя панель.....	6
2.2	Вид сзади	7
3	УСТАНОВКА.....	8
3.1	Установка прибора.....	8
3.1.1	Упаковка	8
3.1.2	Проверки.....	8
3.1.3	Расположение	8
3.2	Установка кулонометрической ячейки	9
3.2.1	Вставка кулонометрической ячейки	9
3.2.2	Подготовка кулонометрической ячейки	9
3.2.3	Установка подающей и аспирационной трубки (использование с титровальной стойкой Ti Stand)	13
3.2.4	Использование кулонометрической ячейки с печью Карла Фишера	13
3.2.5	Использование кулонометрической ячейки с устройством для смены проб	14
3.3	Подключение кулонометра к источнику электропитания ..	14
3.3.1	Подключение к блоку питания.....	14
3.4	Подключение датчиков.....	17
3.4.1	Подключение рабочего электрода	17
3.4.2	Подключение индикаторного электрода	18
3.4.3	Подключение датчика температуры	19
3.5	Подключение дополнительной мешалки.....	20
3.6	Подключение весов	21
3.7	Подключение клавиатуры, принтера и других устройств USB	22
3.8	Подключение устройства смены проб к разъему дистанционного управления	25
4	КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ.....	26
4.1	Основы кулонометрии по методу Карла Фишера.....	26
4.2	Работа с эталонами воды.....	27
4.2.1	Сертифицированные эталоны воды	27
4.2	Практические рекомендации.....	27
4.3	Добавление пробы	29

4.3.1	Количество пробы	29
4.3.2	Работа с жидкими пробами	30
4.3.3	Работа с твердыми образцами	30
4.4	Оптимальные рабочие условия	31
4.4.1	Общие сведения	31
4.4.2	Дрейф	31
4.4.3	Замена реагентов	32
4.4.4	Индикаторный электрод	32
5	РАБОТА С ПРИБОРОМ	33
5.1	Включение и выключение прибора	33
5.2	Основы работы с прибором	34
5.2.1	Клавиатура	34
5.2.2	Структура диалоговых окон	34
5.2.3	Переход по диалоговому окну	35
5.2.4	Ввод текста и чисел	35
5.2.5	Выбор из списка выбора	36
5.3	Редактор формул	37
5.4	Методы	38
5.4.1	Шаблоны метода	38
5.4.2	Загрузка шаблона метода	38
5.4.3	Сохранение метода	39
5.4.4	Экспорт метода	40
5.5	Управление	41
5.6	Данные проб	42
5.6.1	Ввод данных проб в главное диалоговое окно	42
5.6.2	Запрос данных пробы в начале анализа	43
5.7	Таблица проб	43
5.7.1	Общие сведения	43
5.7.2	Изменение данных проб	45
5.7.3	Передача количества пробы с весов	47
5.8	Выполнение анализа	47
5.9	Оперативные изменения	50
5.9.1	Изменение данных пробы во время выполнения анализа	50
5.9.2	Изменение таблицы проб во время выполнения анализа	51
5.9.3	Изменение оперативных параметров	53
5.10	Результаты	54
5.11	Статистика	55
5.12	Печать расчета вручную	57
5.13	Ручное управление	58
5.13.1	Перемешивание	58
6	СИСТЕМНЫЕ НАСТРОЙКИ	60
6.1	Основные настройки	60
6.2	Управление общими переменными	63
6.2.1	Общие сведения	63
6.2.2	Изменение общих переменных	63
6.3	Управление файлами	64
6.4	Конфигурирование внешних устройств	66

6.5	Диагностирование прибора	69
6.5.1	Загрузка версий программ и файлов языков	69
6.5.2	Функции диагностики	70
7	ПАРАМЕТРЫ.....	71
7.1	Кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера (KFC)	71
7.1.1	Подготовка	71
7.1.2	Условия запуска	73
7.1.3	Контрольные параметры	74
7.1.4	Параметры титрования.....	77
7.1.5	Условия остановки.....	79
7.1.6	Расчет	79
7.1.7	Статистика	84
7.1.8	Отчеты	84
8	ЭКСПЛУАТАЦИЯ И ОБСЛУЖИВАНИЕ	86
8.1	Управление качеством и проверка от компании Metrohm..	86
9	УСТРАНЕНИЕ НЕИСПРАВНОСТЕЙ.....	87
9.1	Титрование по методу Карла Фишера.....	87
9.2	Прочее	89
10	ПРИЛОЖЕНИЕ	90
10.1	Скорость перемешивания	90
10.2	Весы	90
10.3	Устройства USB.....	91
10.3.1	Цифровая клавиатура USB 6.2147.000	91
10.3.2	Назначение клавиш на клавиатуре USB.....	91
10.3.3	Компьютерная мышь	92
10.3.4	Принтер.....	92
10.4	Контрольные параметры и ток поляризации	93
10.5	Примеры методов для работы с печью для метода Карла Фишера	94
10.6	Инициализация системы.....	95
10.7	Интерфейс дистанционного управления	96
10.7.1	Разводка контактов интерфейса дистанционного управления	96
10.7.2	Диаграмма состояния интерфейса дистанционного управления	97
10.8	Дистанционное управление через интерфейс RS-232	97
10.8.1	Команды и переменные.....	98
10.9	Арифметические алгоритмы в кулонометре 899 Coulometer	99
11	ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	101
11.1	Измерительные входы	101
11.1.1	Индикаторный электрод	101
11.1.2	Температура	101
11.2	Разъем рабочего электрода	101
11.2.1	Рабочий электрод	101
11.3	Внутренняя мешалка	102
11.4	Интерфейсы и разъемы	102
11.5	Электропитание.....	102

11.6	Спецификации безопасности	102
11.7	Электромагнитная совместимость (ЕМС)	102
11.8	Температура окружающей среды	103
11.9	Эталонные условия	103
11.10	Размеры	103
12	ПРИНАДЛЕЖНОСТИ	104

Список иллюстраций

РИС. 1. 899 COULOMETER – ВИД СПЕРЕДИ	6
РИС. 2. 899 COULOMETER – ВИД СЗАДИ	7
РИС. 3. ВСТАВКА КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ	9
РИС. 4. НАПОЛНЕНИЕ АДСОРБЦИОННОЙ ТРУБКИ.....	10
РИС. 5. СБОРКА КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ.....	11
РИС. 6. УСТАНОВКА ПОДАЮЩЕЙ И АСПИРАЦИОННОЙ ТРУБКИ.....	13
РИС. 7. ПОДКЛЮЧЕНИЕ К БЛОКУ ПИТАНИЯ	15
РИС. 8. ПОДКЛЮЧЕНИЕ БЛОКА POWER BOX	16
РИС. 9. ОТКРУЧИВАНИЕ КРЫШКИ РАБОЧЕГО ЭЛЕКТРОДА	17
РИС. 10. ПРИКРУЧИВАНИЕ КАБЕЛЯ К РАБОЧЕМУ ЭЛЕКТРОДУ	18
РИС. 11. ПОДКЛЮЧЕНИЕ РАБОЧЕГО ЭЛЕКТРОДА	18
РИС. 12. ОТКРУЧИВАНИЕ КРЫШКИ ИНДИКАТОРНОГО ЭЛЕКТРОДА	18
РИС. 13. ПРИКРУЧИВАНИЕ КАБЕЛЯ К ИНДИКАТОРНОМУ ЭЛЕКТРОДУ	19
РИС. 14. ПОДКЛЮЧЕНИЕ ИНДИКАТОРНОГО ЭЛЕКТРОДА.....	19
РИС. 15. ПОДКЛЮЧЕНИЕ ДАТЧИКА ТЕМПЕРАТУРЫ.....	20
РИС.16. ПОДКЛЮЧЕНИЕ МЕШАЛКИ.....	20
РИС. 17. ПОДКЛЮЧЕНИЕ ВЕСОВ ЧЕРЕЗ ПЕРЕХОДНИК RS-232/USB BOX ...	21
РИС. 18. ПОДКЛЮЧЕНИЕ УСТРОЙСТВ USB	22
РИС. 19. ПОДКЛЮЧЕНИЕ УСТРОЙСТВА ПАМЯТИ USB	24
РИС. 20. ПОДКЛЮЧЕНИЕ УСТРОЙСТВА ПАМЯТИ USB И ПРИНТЕРА К КЛАВИАТУРЕ USB 6.2147.000	24
РИС. 21. ПОДКЛЮЧЕНИЕ УСТРОЙСТВА ПАМЯТИ USB, ПРИНТЕРА И ПЕРЕХОДНИКА 6.2148.030 RS-232/USB BOX К КОНЦЕНТРАТОРУ USB	24
РИС. 22. ПОДКЛЮЧЕНИЕ КАБЕЛЯ ДИСТАНЦИОННОГО УПРАВЛЕНИЯ.....	25
РИС. 23. КЛАВИАТУРА КУЛОНОМЕТРА 899 COULOMETER	34
РИС. 24. СТРУКТУРА КАТАЛОГОВ НА УСТРОЙСТВЕ ПАМЯТИ USB.....	65
РИС. 25. ЗАВИСИМОСТЬ СКОРОСТИ ВРАЩЕНИЯ ОТ СКОРОСТИ ПЕРЕМЕШИВАНИЯ	90
РИС. 26. КОНТРОЛЬНЫЕ ПАРАМЕТРЫ И ТОК ПОЛЯРИЗАЦИИ.....	93
РИС. 27. РАЗВОДКА КОНТАКТОВ РОЗЕТКИ И ВИЛКИ ДЛЯ ДИСТАНЦИОННОГО УПРАВЛЕНИЯ	96
РИС. 28. ДИАГРАММА СОСТОЯНИЯ ДИСТАНЦИОННОГО УПРАВЛЕНИЯ	97
РИС. 29. ПОДКЛЮЧЕНИЕ ПЕРЕХОДНИКА RS-232/USB BOX К ПК	97

1 ВВЕДЕНИЕ

1.1 Описание прибора

Кулонометр 899 Coulometer представляет собой титратор для кулонометрического определения содержания воды по методу Карла Фишера. Предусмотрены шаблоны метода, которые уже настроены, за исключением нескольких параметров. Допускается их изменение и сохранение под новым именем. Шаблоны методов можно копировать на подключенный USB накопитель. Эта функция позволяет быстро и просто копировать шаблоны методов с одного прибора на другой.

Кулонометр 899 Coulometer имеет встроенную магнитную мешалку, которая видна на верхней части корпуса. К магнитной мешалке легко прикрепляется кулонометрическая ячейка. Благодаря своей компактной конструкции, устройство занимает мало места и может использоваться как автономный титратор. Кроме того, интерфейс дистанционного управления позволяет подключать автоподатчик с модулем печи для автоматизации анализа.

В качестве альтернативы электропитанию от прилагаемого сетевого блока питания, кулонометр может получать питание от аккумулятора (обозначаемого как Power Box). Блок Power Box доступен для дополнительного заказа. Он подходит для использования в условиях, когда сетевое питание нестабильно или отсутствует.

1.1.1 Разъёмы

Прибор оснащен следующими разъемами.

- **Подключение электропитания**

Для подключения к сетевому электропитанию через прилагаемый сетевой блок питания или для подключения к блоку 6.2164.500 Power Box.

- **Разъем MSB (Metrohm Serial Bus)**

Для подключения дополнительной мешалки.

- **Разъём USB (OTG)**

Переходник 6.2151.100 можно использовать для подключения, например, принтера, USB накопителя или клавиатуры USB.

- **Разъемы датчиков**

Три разъема для следующих типов датчиков:

- Двойной Pt электрод
- Рабочий электрод
- Датчик температуры (PT1000)

- **Разъем заземления**

Для заземления кулонометра.

- **Разъем дистанционного управления**

Для подключения приборов с интерфейсом дистанционного управления (например, прибора *885 Compact Oven SC*).

1.1.2 Предназначение

Кулонометр 899 Coulometer предназначен для использования в качестве титратора в аналитических лабораториях. Его область применения – кулонометрическое определение содержания воды по методу Карла Фишера.

Прибор приспособлен для обработки химических и огнеопасных проб. Поэтому пользователь кулонометра 899 Coulometer должен иметь базовые знания и опыт по части обращения с ядовитыми и едкими веществами. Обязательно также умение соблюдать меры противопожарной безопасности, предусмотренные для лабораторий.

1.2 О данном руководстве









Внимание

Перед вводом прибора в эксплуатацию тщательно изучите данный документ. В нем содержится информация и предупреждения, которым должен следовать пользователь для гарантии безопасной эксплуатации прибора.

1.2.1 Знаки и обозначения

В данной документации используются следующие знаки и форматирование.

(5-12)	Ссылка на обозначение на рисунке Первое число означает номер рисунка, второе – компонент устройства на рисунке
1	Шаг инструкции Эти пункты следует выполнять в указанной последовательности
Метод	Текст диалога, параметр в программном обеспечении
File ► New	Меню или пункт меню
[Next]	Кнопка или клавиша
	Предупреждение Этот символ привлекает внимание к возможной опасности для жизни или получения травмы.

	Внимание Этот знак обращает внимание на возможную опасность, связанную с электрическим током.
	Внимание Этот знак обращает внимание на возможную опасность, связанную с нагревом или горячими компонентами анализатора.
	Внимание Этот знак привлекает внимание к возможной биологической опасности.
	Внимание Этот знак обращает внимание на возможное повреждение анализатора или его компонентов.
	Примечание Этот знак указывает на советы и дополнительную информацию.

1.3 Правила техники безопасности

1.3.1 Общие замечания по технике безопасности



Внимание

Этот прибор можно использовать только в соответствии с указаниями в данной документации.

Данный прибор выпускается с предприятия в исправном состоянии с точки зрения технической безопасности. Для поддержания такого состояния и обеспечения безопасной работы прибора должны тщательно соблюдаться данные ниже инструкции.

1.3.2 Электробезопасность

Электробезопасность при работе с прибором гарантируется как часть международного стандарта IEC 61010.



Внимание

Сервисные работы с электронными компонентами уполномочен проводить только квалифицированный персонал компании Metrohm.

Ответственной компанией за сервисное обслуживание оборудования Metrohm на территории РФ является компания ООО "МЕТРОМ РУС", email: service@metrohm.ru.

**Внимание**

Никогда не открывайте корпус прибора. При этом можно повредить прибор. Также при этом существует риск серьезной травмы при прикосновении к работающим компонентам прибора.

Внутри корпуса нет компонентов, которые могли бы обслуживаться или заменяться пользователем.

Напряжение питающей сети**Внимание**

Неверное напряжение сети может повредить прибор.

Данный прибор должен работать только с указанным для него напряжением сети (см. заднюю панель прибора).

Защита от электростатических разрядов**Внимание**

Электронные компоненты чувствительны к электростатическим разрядам и могут повреждаться ими.

Всегда вынимайте разъем сетевого кабеля из сетевой розетки перед установкой или отключением электрических соединений на задней панели прибора.

1.3.3 Подключение шлангов и капиллярных трубок**Внимание**

Утечки в местах присоединения шлангов и капиллярных трубок могут быть опасны для персонала. Плотно затягивайте все соединения вручную. Не прикладывайте к шланговым соединениям излишнюю силу. Поврежденные шланговые патрубки приведут к утечкам. Для уплотнения соединений можно использовать соответствующие инструменты.

Регулярно проверяйте соединения на утечки. Если анализатор в основном используется в автоматическом режиме, обязательным является еженедельный осмотр.

1.3.4 Горючие растворители и химикаты



Внимание

При работе с горючими растворителями и реактивами необходимо соблюдать все соответствующие правила техники безопасности.

- Устанавливайте анализатор в хорошо вентилируемом местоположении (например, в лабораторной вытяжке).
- Все источники огня должны располагаться на достаточном удалении от рабочего места.
- Немедленно убирайте просыпанные твердые вещества и пролитые жидкости.
- Соблюдайте инструкции по технике безопасности, данные производителями химикатов.

1.3.5 Повторное использование и утилизация



Данный продукт подпадает под действие Европейской директивы 2002/96/ЕС, WEEE – Нормативы по переработке отходов электрического и электронного оборудования.

Правильная утилизация старого оборудования поможет предотвратить вредное воздействие на окружающую среду и здоровье населения.

Более подробные сведения об утилизации старого оборудования можно получить у местных властей, компаний, занимающихся утилизацией отходов, или у местного представителя компании.

2 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ПРИБОРЕ

2.1 Передняя панель

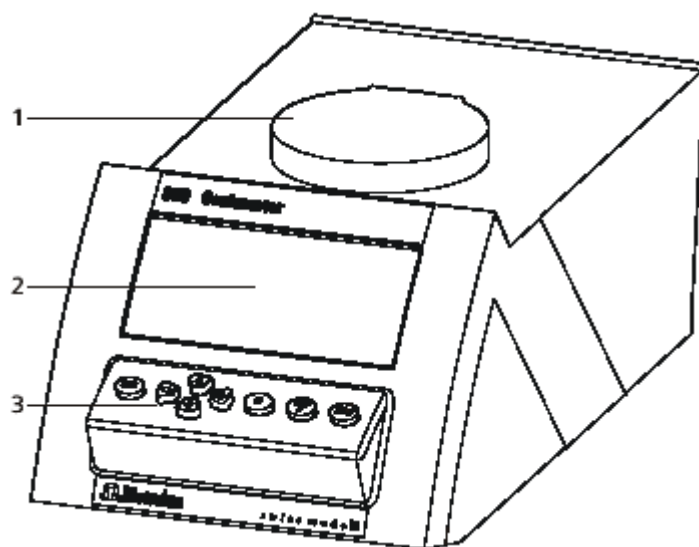


Рис. 1. 899 Coulometer – вид спереди

1 Магнитная мешалка

Для установки держателя титровального стакана.

2 Дисплей

3 Клавиши управления

2.2 Вид сзади

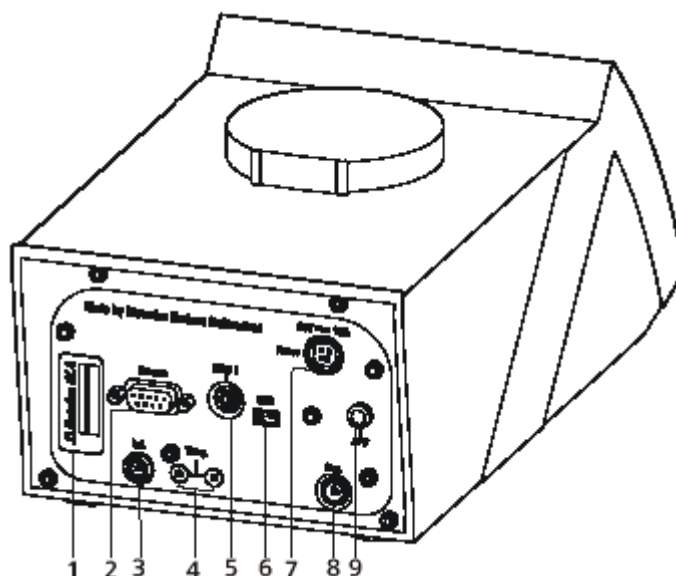


Рис. 2. 899 Coulometer – вид сзади

<p>1 Табличка с техническими данными Содержит заводской номер.</p>	<p>2 Разъем дистанционного управления Для подключения приборов с интерфейсом дистанционного управления. D-разъем, 9 контактов.</p>
<p>3 Разъем для электрода (Ind.) Для подключения металлических электродов (двойных платиновых проволочных электродов). Разъем типа F.</p>	<p>4 Разъем датчика температуры (Temp.) Для подключения датчика температуры типа Pt1000. Два разъема типа B, 2 мм.</p>
<p>5 Разъем MSB (MSB 1) Разъем Metrohm Serial Bus. Для подключения дополнительной мешалки. Mini DIN, 8 контактов.</p>	<p>6 Разъем USB (OTG) Для подключения принтеров, устройств памяти USB, разветвителей USB и т.д.</p>
<p>7 Разъем для подключения сети (питания) Для подключения внешнего блока питания или блока Power Box (6.21 64.500).</p>	<p>8 Разъем для электрода (Gen.) Для подключения рабочего электрода.</p>
<p>9 Разъем заземления Для заземления кулонометра. Разъем типа B, 4 мм.</p>	

3 УСТАНОВКА

3.1 Установка прибора

3.1.1 Упаковка

Прибор поставляется в специальной, хорошо защищенной упаковке вместе с отдельно упакованными принадлежностями. Сохраните эту упаковку, так как только она обеспечивает безопасную транспортировку прибора.

3.1.2 Проверки

Сразу по получении проверьте полноту поставки и отсутствие повреждений, сверив поставку с ведомостью поставки.

3.1.3 Расположение

Прибор предназначен для работы в помещении и не может использоваться во взрывоопасных средах.

Прибор должен располагаться в подходящем для использования месте в лаборатории, в котором нет вибраций, защищенном от агрессивной атмосферы и загрязнения химикатами.

Прибор должен быть защищен от чрезмерных перепадов температуры и от прямых солнечных лучей.

3.2 Установка кулонометрической ячейки

3.2.1 Установка кулонометрической ячейки

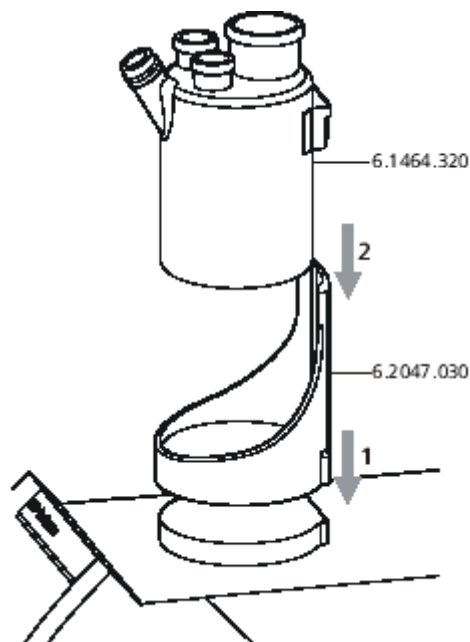


Рис. 3. Вставка кулонометрической ячейки

Установите кулонометрическую ячейку на магнитную мешалку следующим образом.

- 1 Прикрепите держатель титровального стакана к магнитной мешалке.
- 2 Вставьте кулонометрическую ячейку в держатель титровального стакана.

3.2.2 Подготовка кулонометрической ячейки

Наполнение адсорбционной трубки

Перед установкой кулонометрической ячейки необходимо заполнить адсорбционную трубку 6.1403.030 молекулярным ситом 6.2811.000. Выполните следующие действия.

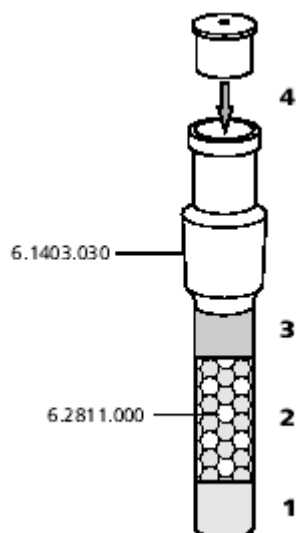


Рис 4. Наполнение адсорбционной трубки

- 1** Вставьте небольшую ватную пробку в дно адсорбционной трубки. Не набивайте вату слишком плотно.
- 2** Заполните трубку молекулярным ситом до уровня 3/4.
- 3** Вставьте небольшую ватную пробку поверх молекулярного сита. Не набивайте вату слишком плотно.
- 4** Уплотните адсорбционную трубку соответствующей крышкой.



Примечание

Обратите внимание, что молекулярное сито необходимо заменять через определенные промежутки времени. При каждом повторном заполнении адсорбционной трубки молекулярным ситом можно записать дату прямо на адсорбционной трубке.

Сборка кулонометрической ячейки

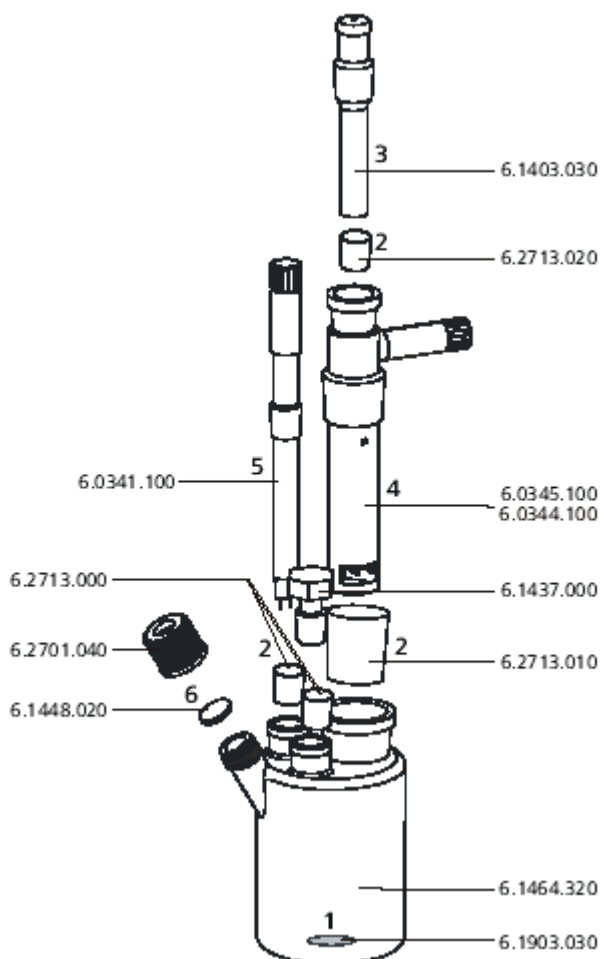


Рис. 5. Сборка кулонометрической ячейки

Порядок сборки кулонометрической ячейки следующий.

- 1** Поместите магнитный мешальник 6.1903.030 в кулонометрическую ячейку.
- 2** Обрежьте притертые переходные втулки 6.2713.0x0 до правильной длины и установите их в притертые отверстия вставок (электродов, адсорбционной трубки и т.д.).
Края притертых переходных втулок необходимо обрезать точно по размеру и на них не должно быть заусенцев. Притертые переходные втулки не должны выступать за нижние края притертых отверстий.
- 3** Вставьте адсорбционную трубку 6.1403.030 в рабочий электрод.

- 4 Вставьте рабочий электрод 6.0345.100 без диафрагмы или рабочий электрод 6.0344.100 с диафрагмой вместе с адсорбционной трубкой в большое притертое отверстие с задней стороны.
- 5 Вставьте индикаторный электрод 6.0341.100 в левое притертое отверстие.
- 6 Поместите мембрану 6.1448.020 на переднее отверстие кулонометрической ячейки и плотно наверните на нее резьбовую крышку 6.2701.040.
Следует завернуть резьбовую крышку, чтобы добиться достаточного уплотнения. Мембрана не должна изгибаться.

Заполнение кулонометрической ячейки (рабочий электрод с диафрагмой)

Порядок действий при применении рабочего электрода с диафрагмой.

- 1 Залейте около 5 мл католита в рабочий электрод.
- 2 Залейте около 100 мл анолита в кулонометрическую ячейку с помощью воронки 6.2738.000. Уровень анолита должен быть примерно на 1-2 мм выше уровня католита.
- 3 Закройте оставшееся притертое отверстие справа притертой пробкой 6.1437.000 (с прикрепленной притертой переходной втулкой).

Заполнение кулонометрической ячейки (рабочий электрод без диафрагмы)

Порядок действий при применении рабочего электрода без диафрагмы.

- 1 Залейте около 100 мл реагента в кулонометрическую ячейку с помощью воронки 6.2738.000.
- 2 Закройте оставшееся притертое отверстие справа притертой пробкой 6.1437.000 (с прикрепленной притертой переходной втулкой).

3.2.3 Установка подающей и аспирационной трубки (использование с титровальной стойкой Ti Stand)

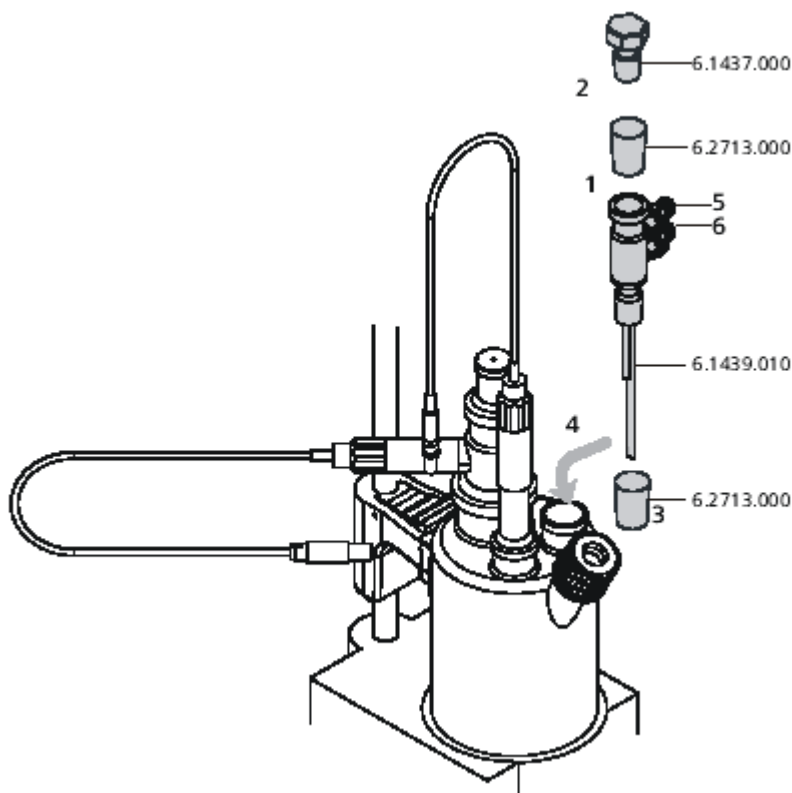


Рис. 6. Установка подающей и аспирационной трубки

Вставьте подающую и аспирационную трубку в кулонометрическую ячейку, как описано ниже.

- 1** Прикрепите притертую переходную втулку 6.2713.000, которую необходимо обрезать по размеру притертой пробки 6.1437.000.
- 2** Вставьте пробку в подающую и аспирационную трубку 6.1439.010.
- 3** Прикрепите притертую переходную втулку 6.2713.000, которую необходимо обрезать по размеру притертой подающей и аспирационной трубки.
- 4** Вставьте все вместе в притертое отверстие.
- 5** Подключите трубку для подачи реагента к верхнему разъему подающей и аспирационной трубки (5).
- 6** Подключите трубку для отсоса из кулонометрической ячейки к нижнему разъему подающей и аспирационной трубки (6).

Подробное описание подключения трубок подачи и отсоса можно найти в руководстве по *803 Ti Stand*.

3.2.4 Использование кулонометрической ячейки с печью Карла Фишера

Если пробы отдают связанную с ними воду исключительно медленно или только при высоких температурах, используется метод с печью. Проба нагревается в печи Карла Фишера (например, *860 KF Thermoprep*), и освобождающаяся вода уносится вместе с газом-носителем в кулонометрическую ячейку. Рекомендуе-

мые параметры настройки для анализов с помощью печи Карла Фишера будут приведены ниже.

Подробное описание настройки кулонометрической ячейки с печью Карла Фишера можно найти в соответствующем руководстве.

3.2.5 Использование кулонометрической ячейки с автоподатчиком

При наличии большого числа проб можно автоматизировать анализ на содержание воды с помощью печи-автоподатчика (например, *885 Compact Oven SC*)..

Подробное описание настройки кулонометрической ячейки с устройством для смены проб можно найти в соответствующем руководстве.

3.3 Подключение кулонометра к источнику электропитания

Можно подать электропитание на кулонометр двумя разными способами:

- подключить кулонометр непосредственно к сети с помощью прилагаемого блока питания;
- подключить кулонометр к блоку 6.2164.500 Power Box при отсутствии сетевого питания.

3.3.1 Подключение к блоку питания

Кулонометр 899 Coulometer имеет внешний блок питания с выходным напряжением 24 В (постоянного тока). Он подключается к сетевому разъему кулонометра.



Внимание

Неверное напряжение сети может повредить прибор.

Данный прибор должен работать только с указанным для него напряжением сети. Поставляемый с прибором блок питания должен использоваться только вместе с ним.

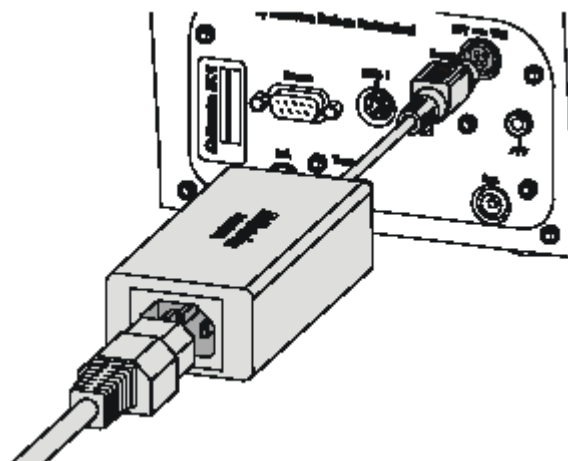


Рис. 7. Подключение к блоку питания

Выполните следующие действия.

- 1 Вставьте штепсель внешнего блока питания в сетевой разъем (2-7) кулонометра.



Примечание

Штепсель блока питания защищен от случайного отключения кабеля с помощью специального приспособления. Если необходимо извлечь разъем, то сначала необходимо надавить на внешнюю втулку штепселя.

- 2 Подключите сетевой кабель внешнего блока питания кулонометра к электрической сети.



Внимание

Правильно выключайте кулонометр, нажимая сначала красную кнопку **[STOP]**, а затем отключая электропитание. В противном случае существует опасность потери данных.

3.3.2 Подключение блока Power Box

В качестве альтернативы питанию от электрической сети существует вариант поставки кулонометра 899 Coulometer с питанием от блока 6.2164.500 Power Box. Это означает, что можно использовать прибор также в условиях, когда сетевое питание недоступно. Подробные сведения о блоке Power Box можно найти в соответствующем руководстве.

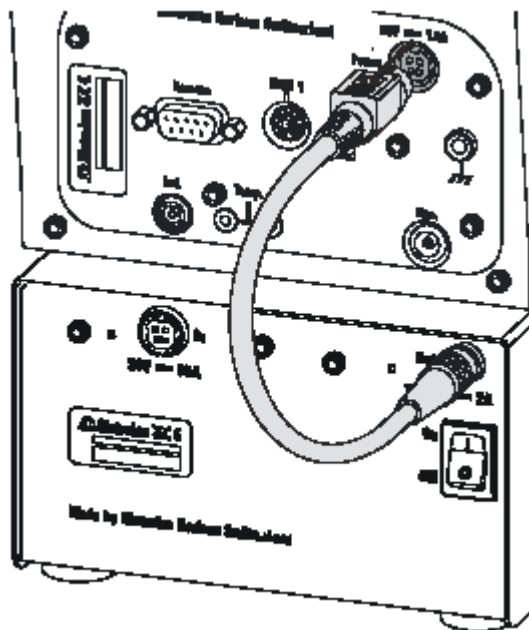


Рис. 8. Подключение блока Power Box

Выполните следующие действия.

- 1 Вставьте штепсель блока Power Box в сетевой разъем (2-7) кулонометра.



Примечание

Штепсель блока Power Box защищен от случайного отключения кабеля с помощью специального приспособления. Если необходимо извлечь разъем, то сначала необходимо надавить на внешнюю втулку штепселя.



Внимание

Правильно выключайте кулонометр, нажимая сначала красную кнопку **[STOP]**, а затем отключая блок Power Box. В противном случае существует опасность потери данных.

3.4 Подключение датчиков

Измерительный интерфейс содержит следующие измерительные входы:

- **Gen.** для рабочего электрода;
- **Ind.** для двойного платинового электрода;
- **Temp.** для датчика температуры типа Pt1000.



Внимание

Ни в коем случае не путайте кабель индикаторного электрода с кабелем рабочего электрода. Нанесите соответствующие метки на резьбовых разъемах кабелей.

3.4.1 Подключение рабочего электрода

Прикручивание кабеля к рабочему электроду

- 1 Открутите крышку рабочего электрода.

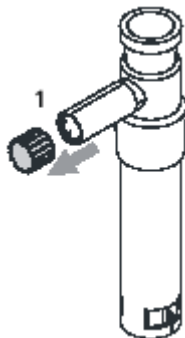


Рис. 9. Откручивание крышки рабочего электрода

- 2 Плотнo прикрутите кабель 6.2104.120 к рабочему электроду.

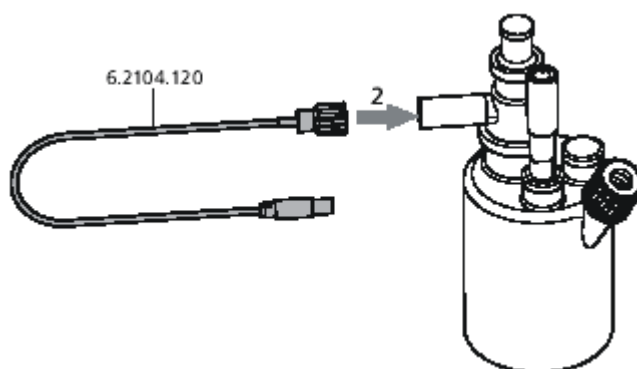


Рис. 10. Прикручивание кабеля к рабочему электроду

Подключение кабеля электрода к кулонометру

- 1 Вставьте штексель электрода в разъем Gen. кулонометра.

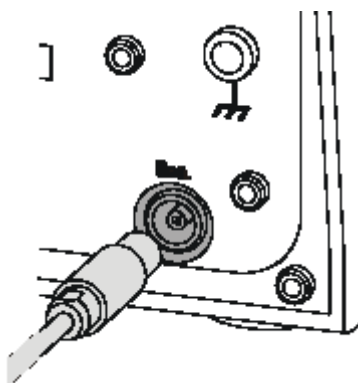


Рис 11. Подключение рабочего электрода



Примечание

Кабель электрода защищен от случайного отключения с помощью специальной защиты. Если необходимо опять извлечь разъем, то сначала необходимо надавить на внешнюю втулку штекселя.

3.4.2 Подключение индикаторного электрода

Прикручивание кабеля к индикаторному электроду

- 1 Открутите крышку индикаторного электрода.

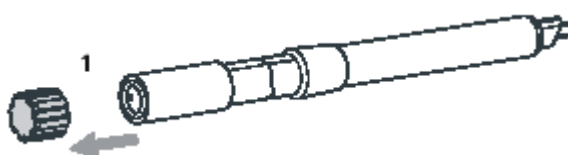


Рис. 12. Откручивание крышки индикаторного электрода

- 2** Плотно прикрутите кабель 6.2104.020 к индикаторному электроду.

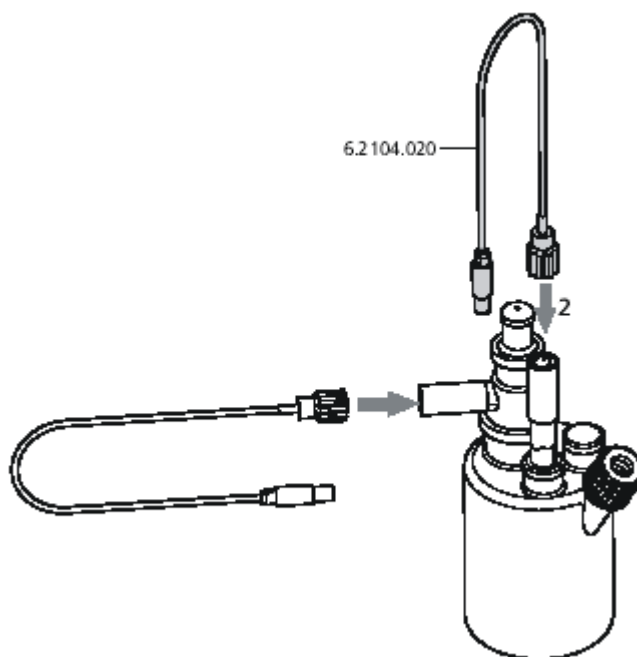


Рис. 13. Прикручивание кабеля к индикаторному электроду

Подключение кабеля электрода к кулонометру

- 1** Вставьте штепсель электрода в разъем Ind. кулонометра.

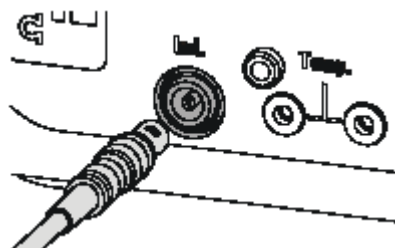


Рис. 14. Подключение индикаторного электрода



Примечание

Кабель электрода защищен от случайного отключения с помощью специальной защиты. Если необходимо опять извлечь разъем, то сначала необходимо надавить на внешнюю втулку штепселя.

3.4.3 Подключение датчика температуры

Датчик температуры типа Pt1000 можно подключить к разьему **Temp.**

Подключите датчик температуры следующим образом:

- 1** Вставьте штепсели датчика температуры в гнезда **Temp.** кулонометра.

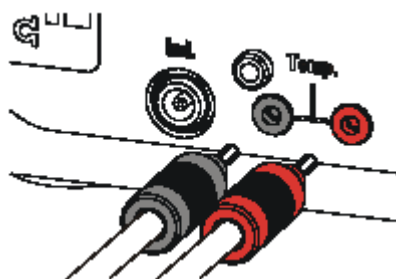


Рис. 15. Подключение датчика температуры



Примечание

Всегда вставляйте красный штексель в красное гнездо. Только в этом случае обеспечивается экранирование от электрических помех.

3.5 Подключение дополнительной мешалки

Вместо встроенной магнитной мешалки можно использовать магнитные мешалки *801 Stirrer* или *803 Ti Stand*.

Выполните следующие действия.

- 1 Выключите кулонометр.
- 2 Подключите соединительный кабель магнитной мешалки к разъему MSB на задней панели кулонометра.

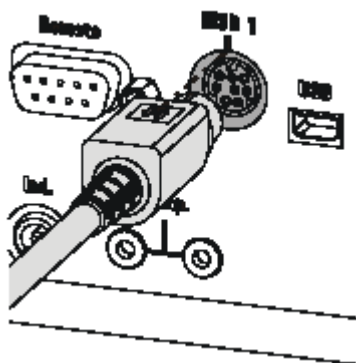


Рис.16. Подключение мешалки



Примечание

Плоская сторона штекселя должна оказаться напротив отметки на разъеме.

- 3 Включите кулонометр.

3.6 Подключение весов

Как правило, весы оснащаются последовательным интерфейсом RS-232. Для подключения весов необходим переходник 6.2148.030 RS-232/USB Box.

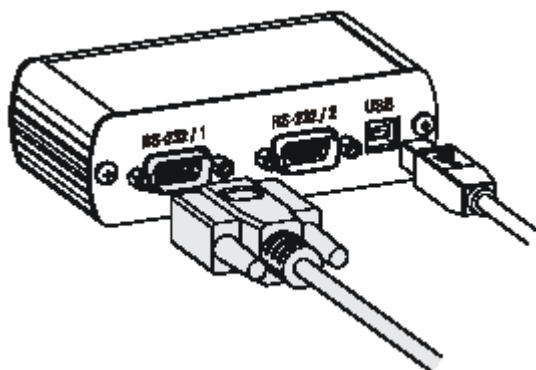


Рис. 17. Подключение весов через переходник RS-232/USB Box

Выполните следующие действия.

- 1 Подключите переходник RS-232/USB Box соединительным кабелем 6.2151.020 (USB A – USB B) к разъему USB (OTG) кулонометра.

Можно подключить переходник RS-232/USB Box или через концентратор USB, или с помощью адаптера 6.2151.100 USB MINI (OTG) – USB A (см. раздел 3.7, стр. 24) на кулонометре.

- 2 Подключите 9-штырьковый разъем соответствующего соединительного кабеля весов к разъему **RS-232/1**. Обратитесь к списку ниже или к изготовителю весов, чтобы подобрать верный соединительный кабель для весов.



Примечание

Параметры интерфейса RS-232 кулонометра 899 Coulometer должны совпадать с соответствующими параметрами весов (см. раздел "Настройка параметров COM1", стр. 69). Кроме того, обратитесь к руководству по эксплуатации весов.

В таблице ниже перечислены весы, которые можно использовать с кулонометром 899 Coulometer, а также кабели, которые могут потребоваться для подключения к интерфейсу RS232.

Весы	Кабель
AND ER, FR, FX с интерфейсом RS-232 (OP-03)	6.2125.020 + 6.2125.010
Mettler AB, AG, PR (LC-RS9)	Поставляемый с весами
Mettler AM, PM, PE с вариантом интерфейса 016 или Mettler AJ, PJ с вариантом интерфейса 018	6.2146.020 + 6.2125.010 дополнительно от Mettler: адаптер ME 47473 или ручной переключатель ME 42500, или педальный переключатель ME 46278
Mettler AT	6.2146.020 + 6.2125.010

	дополнительно от Mettler: Ручной переключатель ME 42500 или педальный переключатель ME 46278
Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S, XP, XS	6.2134.120
Mettler AE с вариантом интерфейса 011 или 012	6.2125.020 + 6.2125.010 дополнительно от Mettler: Ручной пере- ключатель ME 42500 или педальный пе- реключатель ME 46278
Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus	Кабель ASO 1 7-09 от Ohaus
Весы Precisa с интерфейсом 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 Подключение клавиатуры, принтера и других устройств USB

Кулонометр 899 Coulometer оснащен разъемом USB (OTG). Используется адаптер 6.2151.100 USB MINI (OTG) – USB A, поставляемый для подключения устройств USB.

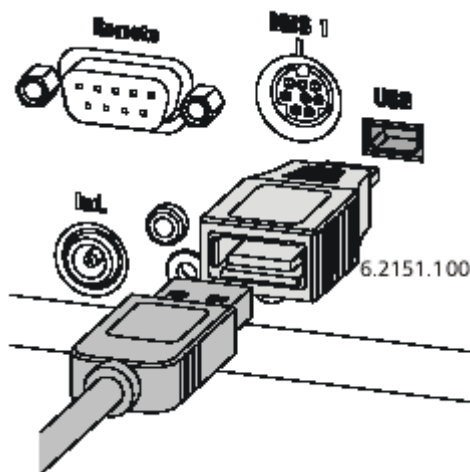


Рис. 18. Подключение устройств USB



Внимание

Необходимо выключать прибор перед отключением или отключением устройства USB или устройства памяти USB.

Устройства USB распознаются кулонометром сразу после включения.



Примечание

Многим устройствам USB для правильной работы необходим так называемый концентратор USB.

Концентратор USB представляет собой разветвитель, к которому можно подключить несколько устройств USB. Концентраторы USB различных моделей можно приобрести в специализированных магазинах.

Цифровая клавиатура USB 6.2147.000, кроме своей основной функции, может также использоваться как концентратор USB. Она имеет два разъема USB. Эти два разъема нельзя, однако, использовать для подключения любых клавиатур ПК, считывателей штрих-кода или дополнительных клавиатур с цифровыми клавишами. Эти устройства распознаются как устройства ввода (как цифровые клавиатуры USB) и их нельзя подключать последовательно.

Ниже приводится список различных устройств USB и вариантов их подключения к кулонометру.

Устройство USB	Варианты подключения
Устройства памяти USB (для резервного копирования или хранения методов)	<ul style="list-style-type: none"> Через адаптер USB MINI(OTG)-USBA 6.21 51. 100 Через концентратор USB Через цифровую клавиатуру USB 6.2147.000
Цифровая клавиатура USB 6.2147.000 (для удобного ввода чисел и для перехода по диалогам)	<ul style="list-style-type: none"> Через адаптер USB MINI(OTG)-USBA 6.21 51. 100 Через концентратор USB
Переходник 6.2148.030 RS-232/USB Box (для подключения весов, ПК или дистанционного управления через интерфейс RS-232)	<ul style="list-style-type: none"> Через адаптер USB MINI(OTG)-USBA 6.21 51. 100 Через концентратор USB Через цифровую клавиатуру USB 6.2147.000
Усилитель мощности (с собственным источником питания или без него)	<ul style="list-style-type: none"> Через адаптер USB MINI(OTG)-USBA 6.21 51. 100
Принтер "Custom Neo's" с кабелем 6.2151. 120	<ul style="list-style-type: none"> Напрямую через разъем USB (OTG) кулонометра 899 Coulometer
Принтер "Custom Neo's" с кабелем 6.2151. 020	<ul style="list-style-type: none"> Через адаптер USB MINI(OTG)-USB A 6.21 51. 100 Через концентратор USB Через цифровую клавиатуру USB 6.2147.000
Принтер USB с соединительным кабелем 6.21 51 .020	<p>В зависимости от модели принтера.</p> <ul style="list-style-type: none"> Через адаптер USB MINI(OTG)-USB A 6.21 51. 100 <p>или</p> <ul style="list-style-type: none"> Через концентратор USB Через цифровую клавиатуру USB 6.2147.000
Компьютерная мышь с кабелем USB (для перехода по диалогам)	<ul style="list-style-type: none"> Через концентратор USB Через цифровую клавиатуру USB 6.2147.000

Устройство USB	Варианты подключения
Клавиатура ПК с кабелем USB (для удобного ввода букв и чисел)	<ul style="list-style-type: none"> Через концентратор USB
Считыватель штрих-кодов с кабелем USB	<ul style="list-style-type: none"> Через концентратор USB
Клавиатура с цифровыми клавишами с кабелем USB	<ul style="list-style-type: none"> Через концентратор USB

Если необходимо подключить **несколько разных приборов, которые не имеют собственного источника питания**, то, возможно, потребуется использовать концентратор с собственным источником питания (с *автономным питанием*). Разъем USB (OTG) кулометра не предназначен для питания нескольких устройств с повышенной потребляемой мощностью.

Кроме того, следует соблюдать указания, приведенные в *разделе 10.3, стр. 93*.

Примеры:

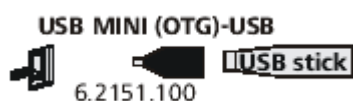


Рис. 19. Подключение устройства памяти USB

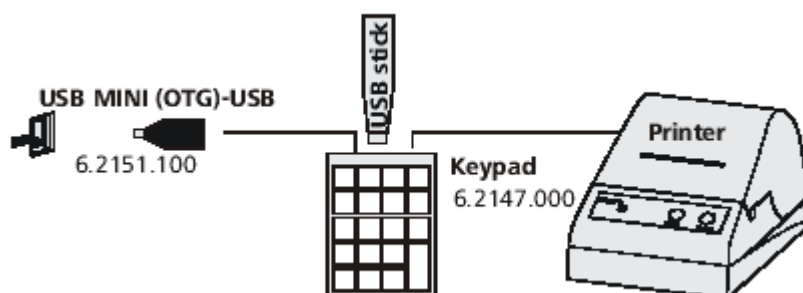


Рис. 20. Подключение устройства памяти USB и принтера к клавиатуре USB 6.2147.000

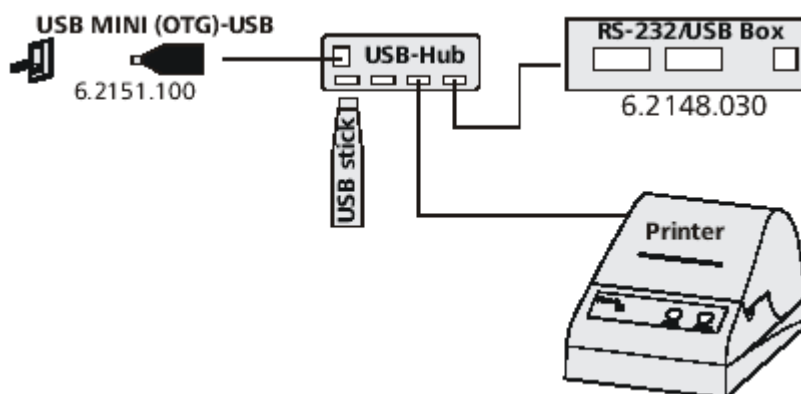


Рис. 21. Подключение устройства памяти USB, принтера и переходника 6.2148.030 RS-232/USB Box к концентратору USB

3.8 Подключение автоподатчика к разъему дистанционного управления

Кулонометр 899 Coulometer можно подключить к печи-автоподатчику с помощью кабеля дистанционного управления 6.2141.390. Это позволяет встроить кулонометр в автоматическую систему.

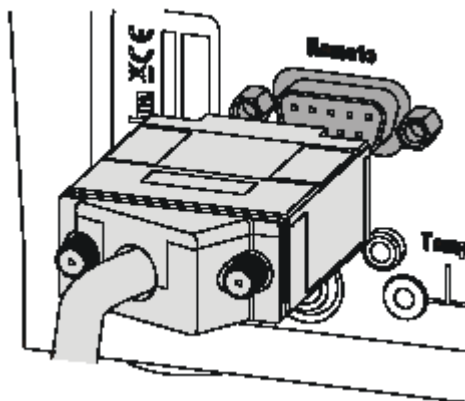


Рис. 22. Подключение кабеля дистанционного управления

Подробные сведения об автоподатчике (например, 885 Compact Oven SC) можно найти в соответствующем руководстве.

4 КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

4.1 Основы кулонометрии по методу Карла Фишера

Кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера представляет собой разновидность классического метода анализа на содержание воды по Карлу Фишеру. В обычном методе используются раствор йода в метаноле, диоксид серы и основание как буферное вещество. При титровании содержащей воду пробы происходит несколько реакций, суммарное уравнение которых:



Согласно уравнению выше, йод I_2 количественно реагирует с водой H_2O . Это химическое уравнение служит основой для анализа на содержание воды.

При **кулонометрическом титровании по методу Карла Фишера** необходимый йод непосредственно получается электрохимически в электролите, содержащем ионы йода ("электронная бюретка"). Между количеством прошедшего электричества и количеством образовавшегося йода существует строгое количественное соотношение, которое используется для высокоточной дозировки йода. Поскольку кулонометрический метод Карла Фишера представляет собой **абсолютное измерение**, отсутствует необходимость в определении титров растворов. Необходимо только обеспечить 100%-ый выход по току реакции, при которой образуется йод. Все доступные в настоящее время реагенты это обеспечивают.

Индикация конечной точки обеспечивается вольтамметрически, за счет приложения переменного тока постоянной силы к двойному платиновому электроду. Это приводит к появлению разности напряжения между платиновыми проводочками. Оно резко уменьшается при появлении малейших количеств свободного йода. Это обстоятельство используется для определения конечной точки титрования.

4.2 Работа с эталонами воды

4.2.1 Сертифицированные эталоны воды

Для проверки прибора как всей интегрированной системы должны использоваться доступные для приобретения сертифицированные эталоны воды с содержанием воды $1,00 \pm 0,003$ мг/г и/или $0,10 \pm 0,005$ мг/г.



Примечание

Эталон воды 1,0 мг/г проще в обращении, и поэтому предпочтительнее.

Таблица 1. Рекомендуемые количества проб

Эталон воды 1,0 мг/г	0,2...2,0 г
Эталон воды 0,1 мг/г	0,5..5,0 г

4.2 Практические рекомендации

Корректность результатов требует очень аккуратной работы. Чтобы минимизировать любые неточности измерений, которые могут случиться, подготовка и обработка проб должны выполняться в соответствии с определенной схемой.

- 1 Наденьте перчатки (всегда при титровании по методу Карла Фишера).
- 2 Приготовьте чистый шприц.



Примечание

При работе с эталоном воды 0,1 мг/г необходимо использовать стеклянный шприц. При работе с эталоном воды 1,0 мг/г можно использовать или пластмассовый, или стеклянный шприц.

- 3 Возьмите новую ампулу с эталоном воды и слегка встряхните ее.
- 4 С зажатым между большим и указательным пальцами сложенным бумажным полотенцем надломите ампулу по отметке.
- 5 Втяните в шприц около 1 мл эталона воды.

- 6** Вытяните поршень шприца до конца и слегка покачайте шприц туда-сюда. Шприц внутри будет промыт эталоном воды и очищен от загрязнения водой.

7 Выдавите использованный эталон воды в емкость для отходов.

- 8** Втяните остаток эталона воды в шприц, захватывая как можно меньше воздуха.

- 9** Выдавите все пузырьки воздуха, которые могут оказаться в шприце.

- 10** Протрите иглу безворсовым бумажным полотенцем и закройте ее соответствующей крышкой.

- 11** Поместите шприц на весы и нажмите **[TARA]**.

- 12** После того как стабилизируется дрейф кулонометра 899 Coulometer, возьмите шприц в руку, нажмите **[START]** и впрысните приблизительно 1 мл эталона воды сквозь мембрану.

Имеется два возможных варианта.

- 13** • Впрысните эталон воды, не погружая иглу в жидкий реагент. Если на конце шприца осталась маленькая капля, ее следует засосать обратно перед тем, как вытащить иглу из мембраны.

Эталон воды не должен разбрызгиваться из шприца ни на электрод, ни на стенку кулонометрической ячейки.

или

- Впрысните эталон воды непосредственно под поверхность жидкого реагента.

Необходимо всячески постараться не втянуть никакую жидкость при удалении шприца из жидкого реагента.

- 14** Закройте шприц той же самой крышкой и положите его обратно на весы.

- 15** Считайте значение, отображаемое весами, и введите его на кулонометре как количество пробы.

Если весы подключены к кулонометру, можно передать количество пробы непосредственно с весов.

- 16** Сразу после завершения анализа и новой готовности ячейки кулонометра (стабильный дрейф) можно запускать следующий анализ.

4.3 Добавление пробы

Данный раздел содержит несколько замечаний относительно добавления пробы. Полное описание темы здесь не представляется возможным. Дополнительные замечания можно найти в публикациях изготовителей реагентов и в следующих **Бюллетенях по применению компании Metrohm**:

№ бюллетеня	Заголовок
№ 142	Karl Fischer water content determinations in gaseous samples (Анализ на содержание воды методом Карла Фишера в пробах газа)
№ 145	The determination of small water contents in plastics (Анализ на содержание небольших количеств воды в пластмассах)
№ 209	Water content determinations in insulating oils, hydrocarbons and their products (Анализ на содержание воды в изоляционном масле, гидрокарбонатах и продуктах на их основе)
№ 273	Validation of KF coulometers according to GLP/ISO 9001 (Проверка соответствия кулонометров КФ стандарту GLP/ISO 9001)

4.3.1 Количество пробы

Вес пробы должен быть мал, чтобы можно было титровать как можно больше проб в одном и том же растворе электролита, и чтобы сократить время на титрование. Необходимо, однако, чтобы образец содержал минимум 50 мкг воды. В таблицах ниже приведены ориентировочные значения количества проб.

Таблица 7. Рекомендуемое количество пробы

Содержание воды в пробе	Количество пробы	Вес воды, который необходимо определить (содержание воды)
10000 ppm = 1%	10 мг...100 мг	100 мкг...1000 мкг
1000 ppm = 0,1%	100 мг...1 г	100 мкг...1000 мкг
100 ppm = 0,01%	1 г	100 мкг
10 ppm = 0,001%	5 г	50 мкг

4.3.2 Работа с жидкими пробами

Жидкие пробы добавляются с помощью шприца. Пробы можно впрыскивать двумя разными способами.

- Шприцем с длинной иглой, которая погружается в реагент во время впрыскивания.
- Шприцем с короткой иглой, с всасыванием последней капли обратно в шприц.

Самый лучший способ определить вес впрыснутой пробы – взвесить ее еще раз.

Для **определения следов и подтверждений** должны использоваться стеклянные шприцы. Рекомендуется приобретать их у специализированного производителя шприцев.

Легколетучие пробы и пробы с малой вязкостью необходимо охладить перед отбором. Благодаря этому исключаются потери при работе. Шприц, однако, не должен охлаждаться напрямую, так как может образоваться конденсат. По той же самой причине не может быть никакого засасывания воздуха в шприц с предварительно отобранной охлажденной пробой.

Пробы с высокой вязкостью необходимо разжижить нагревом. Для этого необходимо также нагреть шприц. Того же эффекта можно добиться разбавлением пробы подходящими растворителями. В этом случае необходимо определить содержание воды в растворителе и вычесть его как значение холостого измерения.

Пасты и густые масла можно добавлять в кулонометрическую ячейку шприцем без иглы. Для этого можно использовать притертое отверстие. Если необходимо также всасывание, можно использовать отверстие с заглушкой мембраны. Самый лучший способ определить вес пробы – взвесить ее еще раз.

Если пробы содержат только **следы воды**, то шприц должен быть предварительно хорошо высушен. При возможности следует ополоснуть шприц раствором пробы, наполнив раствором и опустошив его несколько раз.

4.3.3 Работа с твердыми образцами

Если возможно, твердые образцы должны экстрагироваться или растворяться в подходящем растворителе. Получившийся в результате раствор инжeksiруется, во время чего для растворителя необходимо выполнить коррекцию на значение холостого измерения.

Если для твердого образца не находится подходящего растворителя, или если проба реагирует с реагентом для метода Карла Фишера, то необходимо использовать печь Карла Фишера.

Если твердые образцы загружаются непосредственно в кулонометрическую ячейку, то необходимо использовать рабочий электрод без диафрагмы. Образцы можно загрузить через притертое отверстие или через боковое отверстие. В этом случае необходимо удостовериться, что:

- образец полностью отдает свою влагу;
- не происходит никаких побочных реакций с реагентом для метода Карла Фишера;
- поверхности электродов не покрывается веществом пробы (неполная реакция Карла Фишера);
- не повреждается платиновая сетка рабочего электрода;
- не повреждаются платиновые проволоочки индикаторного электрода.

4.4 Оптимальные рабочие условия

4.4.1 Общие сведения

Когда кулонометрическая ячейка, предварительно хорошо просушенная, запускается в работу с рабочим электродом без диафрагмы, номинальный дрейф будет достигнут в течение прим. 30 минут. Рекомендуется, чтобы кулонометрическая ячейка часто и аккуратно встряхивалась в течение этого времени.

Для рабочих электродов с диафрагмой следует ожидать время подготовки приблизительно 2 часа.

Для точного определения количеств воды меньше 100 мкг может быть предпочтительнее выдержать кулонометрическую ячейку в течение ночи перед использованием.

Если кулонометр выключается на продолжительные периоды времени с заполненной ячейкой, то для него потребуется некоторое время, чтобы снова достичь готовности после включения.

При непрерывном использовании кулонометр не следует выключать на ночь.

4.4.2 Дрейф

Постоянный дрейф в диапазоне ≤ 4 мкг/мин можно считать нормальным. Вполне возможны, однако, и меньшие значения. Более высокие, но стабильные значения также позволяют получить хорошие результаты, потому что дрейф можно компенсировать.

Неизменно высокий дрейф может вызываться содержащими воду осадками в недоступных частях кулонометрической ячейки. В этом случае можно уменьшить его значение встряхиванием ячейки. Удостоверьтесь в отсутствии капель над уровнем жидкости в кулонометрической ячейке.

При работе с рабочим электродом с диафрагмой встряхивайте ячейку только так, чтобы не смешивались друг с другом катодит и анолит. Если дрейф остается слишком высоким продолжительное время, даже после встряхивания ячейки, то необходимо заменить растворы электролитов. Катодит необходимо менять каждую неделю.

Еще одной причиной чрезмерно высокого дрейфа может быть влажный катодит. Влажный катодит можно осушить с помощью однокомпонентного реагента для метода Карла Фишера.

При работе с печью для метода Карла Фишера дрейф ≤ 10 мкг/мин можно считать нормальным. Дрейф зависит от потока газа (чем меньше поток газа, тем меньше дрейф) и от влажности окружающей среды.

4.4.3 Замена реагентов

Необходимо заменить растворы электролитов, если:

- переполнена кулонометрическая ячейка;
- реагент для метода Карла Фишера исчерпал свою реакционную способность;
- дрейф слишком велик и его нельзя уменьшить встряхиванием кулонометрической ячейки;
- в кулонометрической ячейке образуется двухфазная смесь; в этом случае можно также откачать только фазу пробы.

Истощившийся раствор электролита лучше всего удалить откачкой. Для этого можно использовать, например, стойку *803 Ti Stand* со встроенным мембранным насосом. Преимущество этого способа – не нужно разбирать кулонометрическую ячейку.

В случае сильного загрязнения кулонометрическую ячейку можно промыть подходящим растворителем, который также откачивается.

При использовании рабочего электрода с диафрагмой катодит необходимо заменять раз в неделю. Более продолжительное его использование может привести к потемнению и появлению желтых осадков в катодной камере. Заметный неприятный запах – тоже признак слишком продолжительного использования католита.

4.4.4 Индикаторный электрод

Новый индикаторный электрод может потребовать определенное время для выхода на режим для формирования поверхности. В течение этого времени могут наблюдаться неожиданно долгое время титрования и высокие результаты измерения. Это явление будет, однако, исчезать по истечении короткого времени использования. Чтобы ускорить приработку нового индикаторного электрода, можно, например, оставить кулонометр 899 Coulometer работать на ночь.

Загрязненный индикаторный электрод можно тщательно очистить абразивным веществом (набором для полировки 6.2802.000 или зубной пастой). После очистки следует промыть этанолом.

Две платиновые проволоки индикаторного электрода должны быть как можно более параллельны друг другу. Проверьте платиновые проволоочки перед вставкой электрода.

5 РАБОТА С ПРИБОРОМ

5.1 Включение и выключение прибора

Включение прибора



Выполните следующие действия.

- 1 • Нажмите красную клавишу **[STOP]**.

Прибор запускается, выполняется проверка системы. Этот процесс занимает некоторое время.

Выводится главное диалоговое окно:

>Menu	ready
Method	KFC
ID1	
ID2	
Sample size	1.0
Unit	g

Выключение прибора

Прибор выключается с помощью клавиши **[STOP]**. Клавишу необходимо нажимать продолжительное время, тем самым предотвращается случайное выключение.

Выполните следующие действия.

- 1 • Нажмите красную клавишу **[STOP]** минимум на 3 секунды.

Отобразится индикатор выполнения. Если отпустить клавишу в течение этого времени, то прибор не выключится.

5.2 Основы работы с прибором

5.2.1 Клавиатура

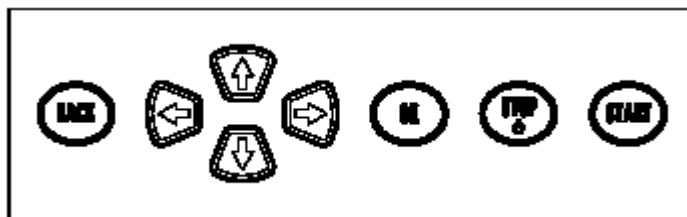
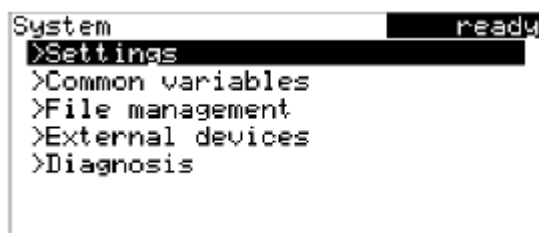


Рис. 23. Клавиатура кулометра 899 Coulometer

BACK	Подтверждение введенных данных и выход из диалогового окна.
↑↓	Перемещение полосы выделения вверх или вниз по одной строке за раз. Выбор символа для ввода в текстовом редакторе.
↔	Выбор символа для ввода в текстовом и числовом редакторе. Выбор отдельных функций в строке функций.
OK	Подтверждение выбора.
STOP	Остановка выполнения выполняющегося метода или ручной функции. Включение или выключение прибора.
START	Запуск выполнения метода или ручной функции.

5.2.2 Структура диалоговых окон



На левой стороне строки заголовка отображается заголовок текущего диалогового окна. В верхнем правом углу отображается текущее состояние системы:

ready	Прибор находится в обычном состоянии.
cond.busy	Подготавливается рабочая среда.
cond.ok	Рабочая среда подготовлена.
busy	Метод запущен.
hold	Метод приостановлен.

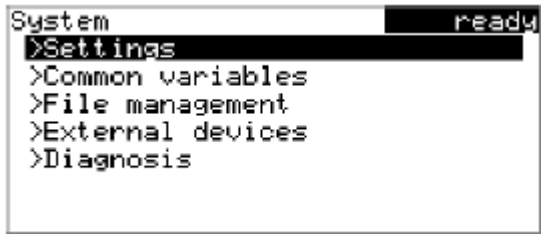
Некоторые диалоговые окна имеют так называемую строку функций на месте последней строки. Функции в этой строке можно выбрать с помощью стрелок [←] или [→] и выполнить, нажав клавишу [OK].



5.2.3 Переход по диалоговому окну

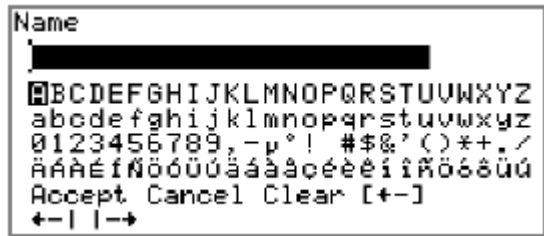
Выбранная строка отображается как негатив. Для перемещения полосы выделения вверх или вниз на одну строку за раз используются клавиши со стрелками [↑] и [↓]. Если текст в диалоговом окне помечен символом ">", то доступны дополнительные настройки в нижестоящем окне. Для вывода диалогового окна используется клавиша [OK].

Пример: Настройки системы



Для возврата на следующий вышестоящий уровень используется клавиша [BACK].

5.2.4 Ввод текста и чисел



В диалоговом окне редактирования для ввода текста или чисел выбираются отдельные символы с помощью клавиш со стрелками. Для ввода символа в поле ввода используется клавиша [OK]. Доступны следующие функции.

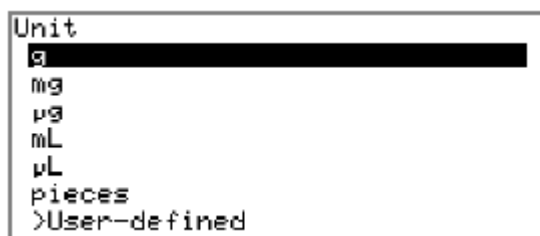
Функция редактирования	Описание
Акцепт	Подтверждение изменения и выход из диалогового окна редактирования
Cancel	Выход из диалогового окна редактирования с отменой изменений

Функция редактирования	Описание
Clear	Полное удаление содержимого поля ввода
[←]	Удаляется символ, расположенный слева от курсора (возврат на символ)
← 	Только для текстового редактора Курсор в поле ввода сдвигается влево на один символ при каждом нажатии [OK]
 →	Только для текстового редактора Курсор в поле ввода сдвигается вправо на один символ при каждом нажатии [OK]
[BACK]	Подтверждение изменения и выход из диалогового окна редактирования

Клавиша **[BACK]** имеет ту же самую функцию, что и **Accept**.

Можно подключить серийно выпускаемую клавиатуру USB, чтобы упростить ввод текста и чисел. Назначение клавиш на компьютерной клавиатуре описано в разделе 10.3.2, стр. 94.

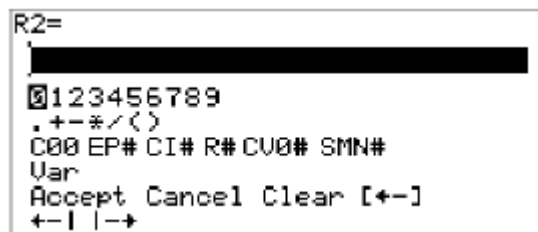
5.2.5 Выбор из списка выбора



Для выбора отдельных записей в списке выбора используются клавиши со стрелками **[↑]** и **[↓]**. Для подтверждения выбора нажмите **[OK]** или **[BACK]**.

5.3 Редактор формул

Формулы для расчетов вводятся с помощью редактора формул. В редакторе формул предусмотрена автоматическая проверка синтаксиса. Он запускается сразу же после подтверждения формулы. К операциям расчета применяются общепринятые правила определения приоритета.



Переменная	Описание
C00	Количество пробы
EP#	Количество воды в конечной точке EP# (# = 1 . . .9)
CI#	Идентификатор пробы (# = 1 . . .2)
R#	Результат (# = 1... 5)
CV0#	Общая переменная (# = 1 ...5)
SMN#	Среднее значение результата R# (# = 1 . . .5)
Var	Список дополнительных переменных (см. "Переменные", стр. 39)

"#" означает порядковый номер, который необходимо ввести вручную. Пример: если в формуле используется переменная **EP#**, вводится только **EP**. Номер затем потребуется ввести самостоятельно.

Значение функций редактирования объясняется в *разделе 5.2.4, стр. 37*.

Переменные

При нажатии **Var** выводится список дополнительных переменных. Можно ввести эти переменные непосредственно в формулу или также выбрав их в списке и подтвердив нажатием **[OK]**.

Переменная	Описание
MCQ	Конечное количество, то есть полная масса воды, прореагировавшей к концу титрования (в мкг)
MCD	Продолжительность всего титрования
MDC	Дрейф, для коррекции дрейфа

Переменная	Описание
DDC	Время для коррекции дрейфа
MIM	Начальное измеренное значение, то есть значение, измеренное перед обработкой начальных условий
MIT	Начальная температура, то есть значение перед обработкой начальных условий
MCM	Конечное измеренное значение
MCT	Конечная температура
DD	Продолжительность всего анализа

5.4 Методы

5.4.1 Шаблоны метода

В кулонометре 899 Coulometer доступны шаблоны метода, которые уже настроены, за исключением нескольких параметров.

Можно выбрать следующие шаблоны метода.

KFC Кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера. Значение холостого измерения при расчете не учитывается.

KFC-Blank Кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера с вычетом значения холостого измерения.

Blank Определение значения холостого измерения.

Шаблоны метода отличаются только формулами для расчета.

5.4.2 Загрузка шаблона метода

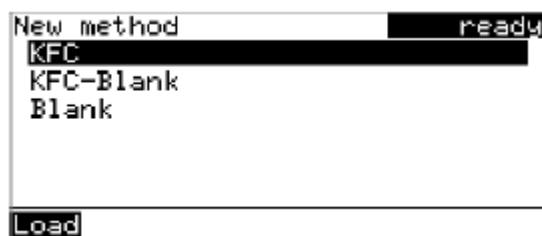
Ниже описана загрузка шаблона метода.

1 Открытие шаблонов метода

- В главном диалоговом окне выберите **Method** и нажмите **[OK]**.

Откроется таблица с сохраненными методами.

2 В строке функций выберите **New** и нажмите **[OK]**. Откроется список шаблонов метода.



3 Загрузка шаблона метода

- Выберите необходимый шаблон метода и нажмите **[OK]**.

Метод загружается и отображается в главном диалоговом окне в разделе **Method**.

5.4.3 Сохранение метода

При изменении параметров метода можно затем сохранить их как свой собственный метод. Допускается сохранение не более 100 методов.

Для сохранения метода выполните следующие действия.

1 Открытие таблицы метода

- В главном диалоговом окне выберите **Method** и нажмите **[OK]**.

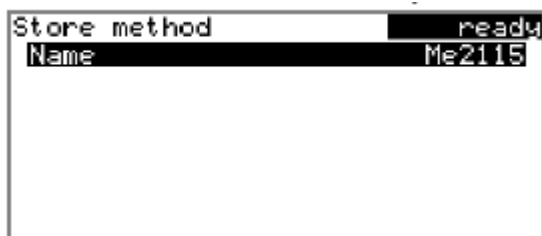
Откроется таблица метода.



2 Изменение/подтверждение имени метода

- В строке функций выберите **Store** и нажмите **[OK]**.

Для шаблона метода предлагается такое же имя, что и самого метода (например, **KFC-Blank**). Если уже сохранялся какой-либо метод, отображается уже использованное имя метода:



Подтверждение имени:

- Нажмите **[BACK]**.

Сохраняется метод и отображается таблица метода.

Ввод нового имени:

- Нажмите **[OK]**.

Откроется текстовый редактор.

- Введите название метода (макс. 12 символов) и подтвердите, нажав **Акцепт** или **[BACK]**.
- Нажмите **[BACK]**.

Сохраняется метод и отображается таблица метода.

5.4.4 Экспорт метода

Шаблоны методов можно копировать на подключенное устройство памяти USB.



Примечание

Эта возможность доступна, только если в качестве внешнего устройства хранения подключено устройство памяти USB.

Для экспорта метода выполните следующие действия.

1 Открытие таблицы метода

- В главном диалоговом окне выберите **Method** и нажмите **[OK]**.

Откроется таблица с сохраненными методами.



2 Выбор метода

- Выберите нужный метод.

3 Экспорт метода

- В строке функций выберите **Export** и нажмите **[OK]**.

Выполняется экспорт метода. Структура каталогов устройства памяти USB приведена в *разделе 6.3, стр. 66*.

5.5 Управление

Menu ► Control

Диалоговое окно **Control** позволяет указать настройки для выполнения одного анализа или серии анализов проб.

Sample table (Таблица проб)

Активация этого параметра позволяет ввести в таблицу данные для серии проб (см. раздел 5.7, стр. 45).

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Autostart (Автозапуск)

При активации этого параметра по окончании какого-либо анализа автоматически запускается новый анализ. Анализы продолжаются, пока не будет достигнуто указанное для них число (см раздел **Number of autostarts (Число автозапусков)**).

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off



Примечание

При использовании устройства смены проб с модулем печи (например, 885 Compact Oven SC) для параметра **Autostart** необходимо установить значение **off**, потому что титрование запускается устройством смены проб.

Number of autostarts (Число автозапусков)

Этот параметр доступен, только если значение **Autostart = on**.

Число автоматических запусков.

Диапазон ввода	1 ... 50
Варианты	table
Значение по умолчанию	table

table

Число автоматических запусков соответствует числу проб в таблице проб.

5.6 Данные проб

Допускается вводить данные проб (идентификаторы, количества проб и т.д.) несколькими способами:

- непосредственно в главном диалоговом окне;
- с помощью таблицы проб. Это особенно удобно для серий проб. Таблица проб представляет собой таблицу, в которую можно ввести данные до 99 проб (см. раздел 5.7, стр. 45);
- автоматический запрос сразу после запуска анализа (см. раздел 5.6.2, стр. 45).

В любом случае также можно передать количество пробы и единицу измерения с подключенных весов. Некоторые весы позволяют также передавать идентификаторы проб и метод (см. раздел 10.2, стр. 92).

5.6.1 Ввод данных проб в главном диалоговом окне

Например, можно ввести данные проб непосредственно в главном диалоговом окне, даже во время выполнения анализа (см. раздел 5.9, стр. 52).

>Menu	ready
Method	KFC
ID1	
ID2	
Sample size	1.0
Unit	g

ID1

Идентификатор пробы. Идентификатор пробы можно использовать в расчетах как переменную CI1.

Ввод	макс. 10 символов
------	--------------------------

Значение по умолчанию	нет
-----------------------	------------

ID2

Идентификатор пробы. Идентификатор пробы можно использовать в расчетах как переменную CI2.

Ввод	макс. 10 символов
------	--------------------------

Значение по умолчанию	нет
-----------------------	------------

Sample size

Количество пробы. Значение количества пробы можно использовать в расчетах как переменную C00.

Диапазон ввода	-999999999 ... 999999999
----------------	---------------------------------

Значение по умолчанию	1.0
-----------------------	------------

Unit

Единица измерения количества пробы.

Варианты	g (г) mg (мг) μg (мкг) ml (мл) μl (мкл) pieces (шт.) User-defined (Определяемое пользователем)
----------	---

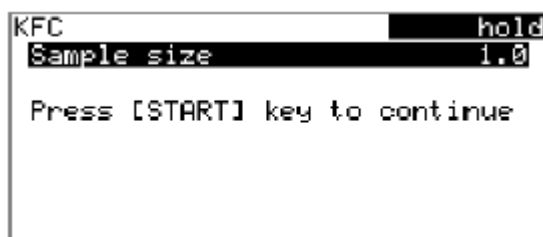
Значение по умолчанию	g
-----------------------	----------

User-defined

Допускается создавать определяемые пользователем единицы измерения. Они будут добавлены в список вариантов. Предыдущая запись будет перопределена сразу после указания новой единицы измерения.

5.6.2 Запрос данных пробы в начале анализа

Данные пробы могут запрашиваться сразу после запуска анализа, чтобы гарантировать, что введенные данные пробы сохранились. Такой автоматический запрос обязателен при повторном взвешивании проб.



Для этой цели необходимо активировать соответствующие параметры в разделе **Start conditions (Начальные условия)**. Если активирован параметр **Hold at request**, то выполнение будет приостановлено и должно продолжиться нажатием **[START]** после ввода данных пробы. Если параметр **Hold at request** деактивирован, то титрование будет запущено в фоновом режиме. Это диалоговое окно будет выводиться после подтверждения ввода данных пробы нажатием **[START]**, даже если титрование уже завершено. Тем самым обеспечивается доступность данных пробы для расчетов.

5.7 Таблица проб

5.7.1 Общие сведения

Таблица проб представляет собой таблицу, в которую можно ввести данные до 99 проб. Данные пробы также можно ввести во время выполнения анализа (см. раздел 5.9.2, стр. 53).

Активация таблицы проб

Для активации таблицы проб выполните следующие действия (значение параметра **Sample table = on**).

1 Вызов главного меню

- В главном диалоговом окне выберите **Menu** и нажмите **[OK]**.

```
Menu ready
>Manual control
>Results
>Parameters
>System
>Control
>Print reports
```

2 Вызов диалогового окна управления

- Выберите пункт меню **Control** и нажмите **[OK]**.

```
Control ready
Sample table off
Autostart off
```

3 Активация таблицы проб

- Выберите **Sample table** и нажмите **[OK]**.
- Выберите пункт **on** в списке выбора и подтвердите, нажав **[OK]**.
- Нажмите **[BACK]**.

В главном меню появится пункт **Sample table**:

```
Menu ready
>Manual control
>Results
>Parameters
>Sample table
>System
>Control
>Print reports
```

Таблица проб содержит пронумерованные строки. Отображаются идентификатор (**ID1**) и количество каждой пробы.

Sample table			ready
1	#8805923	1.0 g	
2	#8805824	1.0 g	
3	#8805926	1.0 g	
4	#8805927	1.0 g	
5	...		
Edit Delete Insert New Store →			

Edit

Изменение данных в выбранной строке, см. следующий раздел.

Delete

Удаление выбранной строки из таблицы проб.

Insert

Вставка новой строки над выбранной строкой.

New

Полное удаление таблицы проб. Эта функция доступна только при состоянии прибора **ready**.

Store

Сохранение таблицы проб. Таблица проб сохраняется во внутренней памяти устройства.

**Примечание**

Доступно сохранение только одной таблицы проб. При сохранении какой-либо таблицы проб автоматически переписывается любая сохраненная раньше таблица проб.

Load

Загрузка таблицы проб из внутренней памяти устройства.

5.7.2 Изменение данных проб

Sample data		ready
Method	Me4155	
ID1	#8805923	
ID2		
Sample size	1.0	
Unit	g	
← Line 1 of 4 →		

В самом низу будут отображаться номер выбранной строки и номер последней строки, содержащей данные. В данном примере открыта первая строка, а таблица проб содержит четыре строки.

Переход между отдельными наборами данных выполняется клавишами [←] и [→].

Вставка новой строки

При нахождении на последней строке (например, на **строке 4 из 4** в примере выше) можно добавить новую строку в таблицу проб, снова нажав [↵]. При этом будут подставлены данные предыдущей пробы.

Method

Метод, используемый для обработки пробы.

Варианты	Selection of stored methods empty (Выбор сохраненных методов нет)
Значение по умолчанию	empty

empty

Используется загруженный в данный момент метод.

ID1

Идентификатор пробы. Идентификатор пробы можно использовать в расчетах как переменную CI1.

Ввод	макс. 10 символов
Значение по умолчанию	нет

ID2

Идентификатор пробы. Идентификатор пробы можно использовать в расчетах как переменную CI2.

Ввод	макс. 10 символов
Значение по умолчанию	нет

Sample size

Количество пробы. Значение количества пробы можно использовать в расчетах как переменную C00.

Диапазон ввода	-999999999 ... 999999999
Значение по умолчанию	1.0

Unit

Единица измерения количества пробы.

Варианты	g mg µg mL µL pieces User-defined
Значение по умолчанию	g

User-defined

Допускается создавать определяемые пользователем единицы измерения. Они будут добавлены в список вариантов. Предыдущая запись будет переопределена сразу после указания новой единицы измерения.

5.7.3 Передача количества пробы с весов

Sample table		ready
1	#8805923	1.0 g
2	#8805824	1.0 g
3	#8805926	1.0 g
4	#8805927	1.0 g
5	...	
Edit Delete Insert New Store →		

Если количество пробы передается непосредственно с весов, то оно всегда будет вводиться в новой строке в конце таблицы проб. При этом не имеет значения, какая выбрана строка или открыта ли вообще таблица проб. В примере выше количество пробы вводится в строке 5.



Примечание

Если необходимо ввести количество пробы в конкретной строке, то необходимо открыть соответствующее диалоговое окно изменения (то есть открывается диалоговое окно **Sample data**).

Если открыто диалоговое окно изменения количества пробы, то переданное значение будет игнорироваться.

5.8 Выполнение анализа

Во время выполнения анализа количество пробы можно ввести следующими способами:

- ввести вручную на приборе;
- автоматически передать с подключенных весов. Сведения об этом можно найти в руководстве по эксплуатации весов.

Ниже описано выполнение анализа.

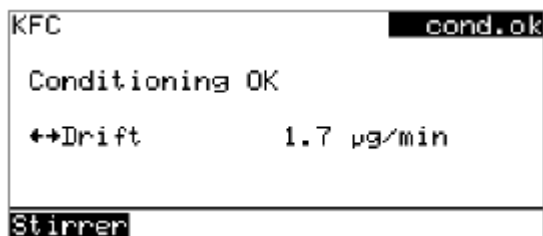
1 Загрузка метода

- См. раздел "Методы", стр. 40.

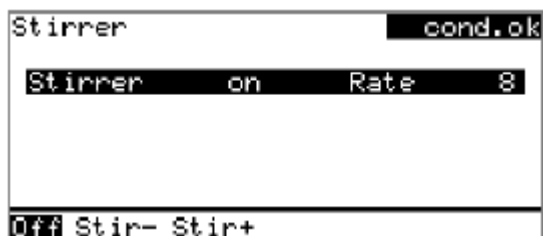
2 Подготовка запуска

- Нажмите **[START]**.

Начнется подготовка. До окончания отображается надпись **Conditioning not OK (Подготовка не завершена)**. Рабочая среда титруется до конечной точки. По окончании выводится **Conditioning OK**. Это состояние остается неизменным.



Скорость перемешивания можно изменить с помощью функции **Stirrer (Мешалка)**. При нажатии **[OK]** откроется следующее диалоговое окно:



Скорость перемешивания можно уменьшить нажатием **Stir-** и увеличить нажатием **Stir+**. При нажатии **Off** мешалка выключается. На дисплее отображается **On**. Эту кнопку можно использовать, чтобы снова включить мешалку. Для выхода из этого диалогового окна нажмите **[BACK]**.

3 Добавление пробы

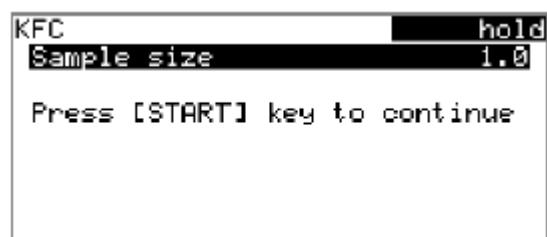
- Если отображается **Conditioning OK**, нажмите **[START]**. Подготовка остановится. Запрос на добавление пробы будет отображаться в течение 8 с.

Проба должна быть добавлена в течение этого времени.



- Добавьте пробу.

После этого выводится запрос количества пробы:



4 Ввод количества пробы

- Нажмите **[OK]**.

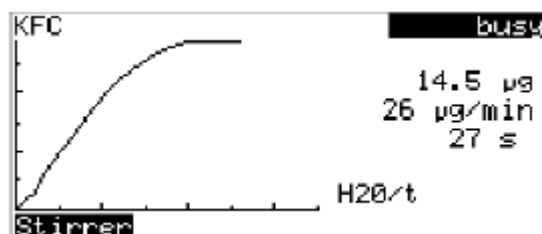
Откроется диалоговое окно изменения.

- Введите количество пробы и подтвердите, нажав **Accept** или **[BACK]**.

5 Запуск титрования

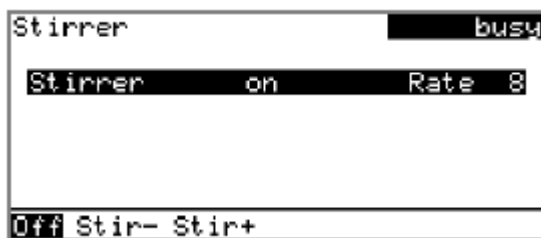
- Нажмите **[START]**.

Начинается титрование и отображается соответствующая кривая:

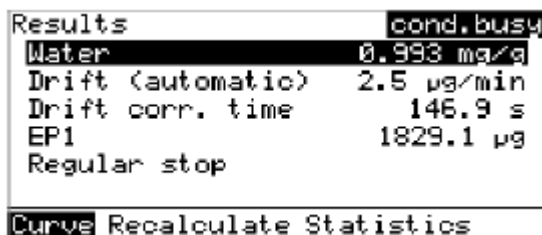


Масштаб по осям устанавливается автоматически.

Скорость перемешивания можно изменять во время титрования с помощью функции **Stirrer**. При нажатии **[OK]** откроется следующее диалоговое окно:



Скорость перемешивания можно уменьшить нажатием **Stir-** и увеличить нажатием **Stir+**. При нажатии **Off** мешалка выключается. На дисплее отображается **On**. Эту кнопку можно использовать, чтобы снова включить мешалку. Для выхода из этого диалогового окна нажмите **[BACK]**.



После завершения титрования отображается диалоговое окно с результатами.

Подготовка перезапускается автоматически в фоновом режиме. Текущий статус подготовки можно видеть в верхнем правом углу диалогового окна (**cond.busy** или **cond.ok**).

6 Возврат в диалоговое окно подготовки

- Нажмите **[BACK]**.
Выводится главное диалоговое окно с данными проб выполненого ранее титрования.
- Выберите **Menu** и нажмите **[OK]**.
- Выберите пункт меню **Live dialog** и нажмите **[OK]**.



Отображается текущее состояние подготовки (см. указания, шаг 2).

Если необходимо запустить следующее титрование, повторите запуск действий с шага 3 указаний.

Отмена анализа вручную

Анализ можно отменить в любой момент нажатием клавиши **[STOP]**.

5.9 Изменения в процессе анализа

5.9.1 Изменение данных пробы во время выполнения анализа

Данные пробы могут вводиться или изменяться в главном диалоговом окне во время выполнения анализа. При расчетах всегда используются данные пробы, введенные в конце титрования в главном диалоговом окне.

Для изменения данных пробы выполните следующие действия.

1 Вывод главного диалогового окна

- Нажмите **[BACK]**.
Выводится главное диалоговое окно. Анализ продолжает выполняться в фоновом режиме.

2 Изменение данных пробы

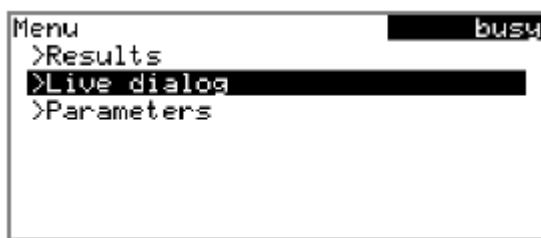
- Измените данные пробы и подтвердите, нажав **Accept** или **[BACK]**.

3 Вывод оперативного диалогового окна

- Нажмите **[BACK]**.

или

- Выберите **Menu** и нажмите **[OK]**.



- Выберите пункт меню **Live dialog** и нажмите **[OK]**.

Еще раз выводится оперативное диалоговое окно.



Примечание

Если анализ завершается при открытом диалоговом окне изменения (например, количества проб), то оно автоматически закроется и откроется диалоговое окно с результатами. Введенное значение необходимо ввести еще раз, и анализ должен быть рассчитан снова.

Перед завершением анализа необходимо закрыть диалоговые окна изменения.

5.9.2 Изменение таблицы проб во время выполнения анализа

Можно вставить новые строки или удалить существующие, или изменить данные пробы во время выполнения анализа.



Примечание

Рекомендуется всегда закрывать диалоговые окна изменения, чтобы избежать каких-либо проблем во время выполнения, и чтобы текущие данные всегда были доступны для расчета.

Изменение таблицы проб

Для изменения таблицы проб выполните следующие действия.

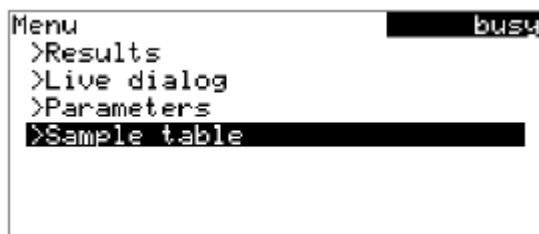
1 Вывод главного диалогового окна

- Нажмите **[BACK]**.

Выводится главное диалоговое окно. Анализ продолжает выполняться в фоновом режиме.

2 Вызов главного меню

- Выберите **Menu** и нажмите **[OK]**.



3 Выбор данных пробы

- Выберите пункт меню **Sample table** и нажмите **[OK]**.
- Выберите нужную строку.
- В строке функций выберите **Edit** и нажмите **[OK]**.

4 Изменение данных пробы

- Измените данные пробы и подтвердите, нажав **Accept** или **[BACK]**.



Примечание

Кроме данных пробы, можно также изменить метод, кроме случаев, когда выполняется анализ.

5 Вывод оперативного диалогового окна

- Выберите пункт меню **Live dialog** в главном меню и нажмите **[OK]**.

или

- Нажмите **[BACK]** в главном диалоговом окне. Еще раз выводится оперативное диалоговое окно.

Изменение данных пробы выполняющегося анализа

При использовании таблицы проб изменение данных пробы выполняющегося анализа производится, как описано в *разделе 5.9.1, стр. 52*. Кроме того, имеется возможность их изменения в таблице проб. Первая строка всегда содержит данные пробы выполняющегося анализа. Просто выберите для этого пункт главного меню **Sample table** (см *"Изменение таблицы проб", стр. 53*).

5.9.3 Изменение оперативных параметров

Некоторые параметры методов допускают изменение во время выполнения анализа. Для изменения доступны только те параметры, которые можно выбрать. При этом отображаются все параметры. Изменения параметра вступают в действие сразу же. Если например, увеличить значение параметра «время экстракции» во время выполнения, то новое значение вступит в силу сразу же. Если, однако, этот параметр изменяется после истечения времени экстракции, то измененное значение не вступит в силу до следующего анализа.

Для изменения параметров выполните следующие действия.

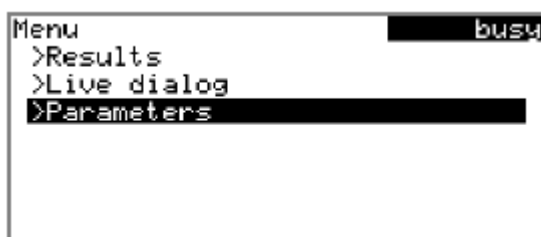
1 Вывод главного диалогового окна

- Нажмите **[BACK]**.

Выводится главное диалоговое окно. Анализ продолжает выполняться в фоновом режиме.

2 Вызов главного меню

- Выберите **Menu** и нажмите **[OK]**.



3 Изменение параметров метода

- Выберите пункт меню **Parameters** и нажмите **[OK]**.
- Измените соответствующие параметры, как необходимо.

4 Вывод оперативного диалогового окна

- Выберите пункт меню **Live dialog** в главном меню и нажмите **[OK]**.

или

- Нажмите **[BACK]** в главном диалоговом окне. Еще раз выводится оперативное диалоговое окно.

5.10 Результаты

Menu ► Results

После завершения титрования отображается диалоговое окно с результатами.

Results	cond.busy
Water	0.993 mg/g
Drift (automatic)	2.5 µg/min
Drift corr. time	146.9 s
EP1	1829.1 µg
Regular stop	
Curve Recalculate Statistics	

В обзоре показываются рассчитанный результат и подробные данные о дрейфе и конечной точке.

Curve

Отображение кривой текущего анализа.

Recalculate

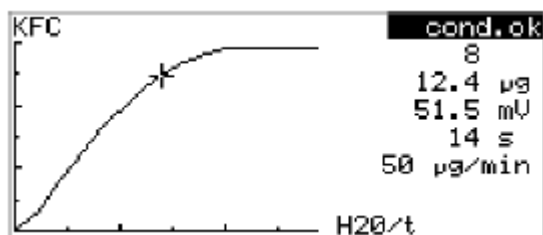
Перерасчет текущего анализа. Эта процедура будет выполнена немедленно.

Statistics

Отображение набора статистических данных серии анализов (см. раздел 5.11, стр. 55).

Отображение кривой

Кривую для текущего анализа можно отобразить с помощью функции **Curve**.



Для перемещения отдельных измерительных точек можно использовать клавиши со стрелками [←] и [→]. Для показа текущего положения на кривой используется перекрестие. На правой стороне указываются данные (количество воды, измеренное значение, время и т.д.) для соответствующей измерительной точки.

Перерасчет



Примечание

Перерасчет невозможно отменить.

Перерасчет всех результатов выполняется с помощью функции **Recalculate**. Это необходимо, если, например, были изменены расчет или количество пробы.

5.11 Статистика

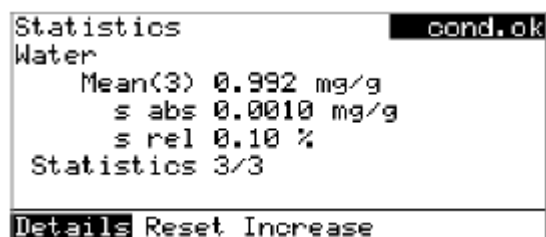
Menu ► Results ► Statistics

В диалоговом окне **Results** можно отобразить набор статистических данных серии анализов с помощью функции **Statistics**.



Примечание

Эта функция отображается, только если активирована статистика.



В наборе отображаются среднее значение (**Mean**) и абсолютное и относительное стандартные отклонения (**s abs** и **s rel**). Для среднего значения в скобках отображается число отдельных результатов, для которого был выполнен расчет. В данном примере – 3. В строке **Statistics** показывается, сколько анализов уже было выполнено, и сколько всего анализов должно быть выполнено. В данном примере были выполнены все три анализа.

Details

Отображение дополнительных данных.

Reset

Удаление всех статистических данных.

Increase

Добавление еще одного анализа в серию анализов.

Отображение статистических данных

Функция **Details** позволяет отобразить дополнительные данные из серии анализов.

Details		cond.ok
	Result	Sample size
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		

Показываются результат и количество пробы для каждого анализа.

On/Off

Удаление из статистики выбранного анализа. Соответствующая строка затем помечается звездочкой (*), статистика будет пересчитана автоматически. Если в методе указано несколько расчетов, то из статистики будут удалены все результаты.

Удаление статистических данных

Все статистические данные удаляются с помощью функции **Reset**. Статистические данные автоматически удаляются в следующих случаях:

- если были выполнены все анализы из серии анализов и впоследствии автоматически запустился новый анализ;
- после загрузки нового метода.

Добавление анализа в серию анализов

Функция **Increase** позволяет добавлять дополнительные пробы в последовательность анализов, например, в случае неудачного анализа, результаты которого необходимо удалить из статистики. Второе число в строке **Statistics** автоматически увеличится на единицу.

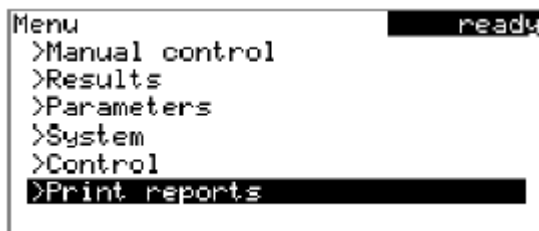
5.12 Печать расчета вручную

Menu ► Print reports

Ниже описана печать отчета вручную.

1 Вызов главного меню

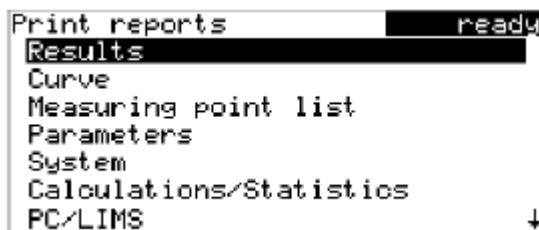
- В главном диалоговом окне выберите **Menu** и нажмите **[OK]**.



2 Вызов диалогового окна печати

- Выберите пункт меню **Print reports** и нажмите **[OK]**.

Откроется диалоговое окно с доступными отчетами:



3 Выбор отчета

- Выберите необходимый отчет и нажмите **[OK]**.

Будет напечатан отчет.

Можно распечатать вручную следующие отчеты.

Results	Отчет о результатах со свойствами анализа, данными проб, рассчитанными результатами и т.д.
Curve	Отчет с кривой. Ширина кривой указывается в системных настройках (см. раздел "Ширина графиков", стр. 66).
Measuring point list	Отчет со списком измеренных точек.
Parameters	Отчет обо всех параметрах загруженного метода.
System	Системный отчет с системными настройками, указанием внешних устройств и т.д.
Calculations/Statistics	Отчет с результатами расчетов. Также распечатываются данные статистики в случае нескольких анализов. Для каждого из результатов отдельных анализов печатаются соответствующие количество пробы, среднее значение, абсолютное и относительное стандартные отклонения.
PC/LIMS	Машиночитаемый отчет со всеми данными для анализа. Этот отчет можно сохранить как файл в формате TXT на подключенное устройство памяти USB или отправить в терминальную программу или LIMS через интерфейс

RS-232. Соответствующий параметр указывается в системных настройках (см. раздел "Отчет PC/LIMS", стр. 68).

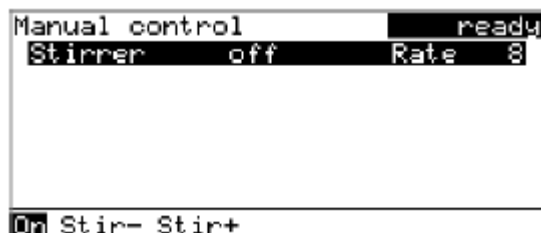
Report as in method Печатаются отчеты, указанные в соответствующем методе.

5.13 Ручное управление

Menu ► Manual control

В меню ручного управления доступна следующая функция:

- перемешивание.



Доступные подфункции перечислены в строке функций.

5.13.1 Перемешивание

Мешалки, подключенные к кулонометру или установленные в нем, могут управляться вручную.

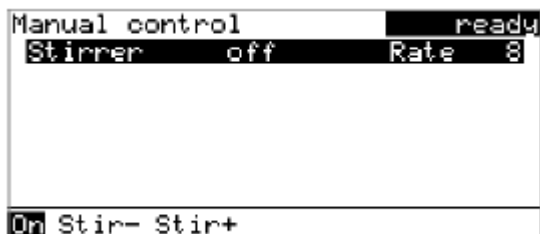
Выполните следующие действия.

1 Вызов окна ручного управления

- В главном диалоговом окне выберите **Menu** и нажмите **[OK]**. Откроется главное меню.
- Выберите пункт меню **Manual control** и нажмите **[OK]**.

Откроется окно ручного управления.

2 Установка скорости перемешивания



- В строке функций выберите **Stir-** или **Stir+**.

Скорость перемешивания будет увеличиваться или уменьшаться на один шаг при каждом нажатии клавиши **[OK]**.

Арифметическим знаком изменяется направление перемешивания. Если смотреть на мешалку сверху, это означает:

- "+": вращение против часовой стрелки;
- "-": вращение по часовой стрелке.

3 Включение мешалки

- В строке функций выберите **On** и нажмите **[OK]**.

Запустится мешалка с установленной скоростью перемешивания. В строке функций теперь отображается **Off**.

4 Выключение мешалки

- В строке функций выберите **Off** и подтвердите нажатием **[OK]**.
Мешалка остановится.

6 СИСТЕМНЫЕ НАСТРОЙКИ

6.1 Основные настройки

Menu ► System ► Settings

Данная глава содержит описание главных настроек прибора.

User name

Здесь можно ввести имя пользователя для отчета. Значение этого параметра будет печататься, только если указан пользователь.

Ввод	макс. 12 символов
Значение по умолчанию	нет

Instrument name

Здесь можно ввести название прибора для отчета. Значение этого параметра будет печататься, только если указано предназначение.

Ввод	макс. 10 символов
Значение по умолчанию	нет

Serial number

Серийный номер прибора. Он печатается как часть идентификатора прибора в заголовке отчета.

Program version

Номер версии программного обеспечения прибора. Он печатается как часть идентификатора прибора в заголовке отчета.

Time

Текущее время. Можно ввести только допустимые числа.

Формат:	ЧЧ:ММ:СС
---------	----------

Date

Текущая дата. Можно ввести только допустимые числа.

Формат:	ГГГГ:ММ:ДД
---------	------------

Language

Установка языка диалога. Можно выбрать дополнительный язык помимо английского.



Примечание

Чтобы был доступен для выбора второй язык, его необходимо сначала установить. Такая установка должна проводиться только квалифицированным специалистом. Подробные данные об установке второго языка можно найти в разделе *Файлы языков*, стр. 69.

Dialog type

Можно ограничить диалог с пользователем при выполнении обычных операций. Можно допустить обычную работу с методами с ограниченным диалогом, однако предотвратить установку настроек или удаление методов.

Перенастройка диалога вступит в действие сразу после выхода из главного меню.

Ограничение диалога заключается в следующем:

- в главном меню не отображаются пункты меню **System**, **Parameters** и **Control**;
- методы можно только загружать, но не удалять, экспортировать или создавать.



Примечание

Если активирован ограниченный диалог для обычной эксплуатации, то во время выполнения операций активация расширенного диалога невозможна. Чтобы изменить тип диалога, необходимо выключить и снова включить кулонометр 899 Coulometer. Расширенный диалог можно принудительно установить сразу после повторного запуска прибора. Затем можно ввести любые необходимые настройки, например изменить тип диалога. Если прибор снова выключить, не изменив тип диалога, то останется активированным ограниченный диалог.

Принудительная установка расширенного диалога.

- Включите прибор.
- Дождитесь появления логотипа прибора со словами **easy, safe, precise**.
- Снова нажмите клавишу **[STOP]** и, удерживая ее нажатой, на короткое время нажмите также клавишу **[BACK]**.
- Снова отпустите обе клавиши.

Варианты ценный)	Expert Routine (Расширенный Ограни-
Значение по умолчанию	Expert

Expert

Полный диалог.

Routine

Ограниченный диалог для обычных операций.

Contrast

Можно отрегулировать контрастность дисплея клавишами со стрелками [←] и [→].

- [←]: контрастность будет уменьшаться на один шаг при каждом нажатии клавиши.
- [→]: контрастность будет увеличиваться на один шаг при каждом нажатии клавиши.

Диапазон ввода	150 ... 240
Значение по умолчанию	212



Примечание

Кроме того, можно изменить контрастность следующим образом.

Удерживайте нажатой красную клавишу **[STOP]**. Сразу после появления индикатора выполнения нажмите несколько раз клавишу со стрелкой [↓] или [↑].

По этому методу, однако, для изменения контрастности необходимы несколько шагов.

Beep

При активации этого параметра будет звучать короткий зуммер в следующих случаях:

- при нажатии клавиши;
- в конце анализа;
- когда система остается подготовленной без перерыва в течение 10 секунд.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	on

6.2 Управление общими переменными

6.2.1 Общие сведения

Menu ► System ► Common variables

В приборе предусмотрена возможность сохранения пяти **независимых от метода переменных**, так называемых общих переменных. Эти переменные сохраняются в приборе и могут использоваться в будущих расчетах. Общие переменные полезны для следующих применений:

- Определение значения холостого измерения, которое будет учитываться во время анализа содержимого пробы.

Common variables		ready
CV01	1.0472	
CV02	0.9638	
CV03	0.0	
CV04	0.0	
CV05	0.0	
Edit Delete		

Общие переменные имеют неизменяемые обозначения **CV01...CV05**. Это значение отображается для каждой переменной. Общим переменным невозможно присвоить никакие единицы измерения.

Edit

Изменение данных выбранных общих переменных описано в следующем разделе.

Delete

Для выбранной общей переменной устанавливается статус **invalid (недействительна)**.

6.2.2 Изменение общих переменных

Предусмотрены следующие способы изменения общих переменных:

- вручную в данном диалоговом окне;
- автоматическое присвоение из выполнения анализа. Необходимо настроить результат расчета соответственно этому предназначению (см. выше).

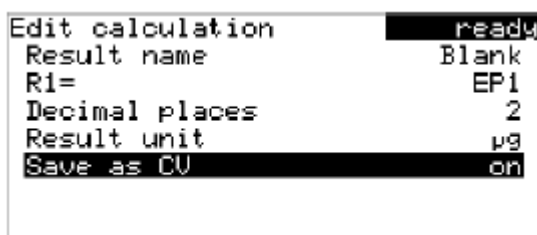
Автоматическое присвоение результата общей переменной

Выполните следующие действия.

1 Вызов диалогового окна изменения результата

- Перейдите по меню **Parameters > Calculation** и нажмите **[OK]**.

- Выберите результат, значение которого необходимо присвоить общей переменной.
- В строке функций выберите **Edit** и нажмите **[OK]**.



2 Корректировка свойств результатов

- Выберите параметр **Save as CV** и нажмите **[OK]**.
- Выберите пункт **on** в списке выбора и подтвердите, нажав **[OK]**.

Присвоение результата общей переменной происходит автоматически согласно следующей схеме:

- результат **R1** ⇒ общей переменной **CV01**;
- результат **R2** ⇒ общей переменной **CV02**;
- и т.д.



Примечание

Если для параметра **Statistics** установлено значение **on**, то среднее значение результата будет присвоено соответствующей общей переменной.

6.3 Управление файлами

Menu ► System ► File management



Примечание

Этот пункт меню отображается, только если в качестве внешнего устройства хранения подключено устройство памяти USB.

Это диалоговое окно позволяет импортировать и удалять методы на устройстве памяти USB. В списке показываются только методы, расположенные в каталоге **Files** (см. раздел "Структура каталогов на устройстве памяти USB", стр. 65).

Можно создать резервную копию системы (всех данных и настроек). Аналогично можно загрузить обратно существующую резервную копию.

Import

Импорт выбранного метода.

Delete

Удаление выбранного метода.

Backup

Создание резервной копии всех данных и настроек на устройстве памяти USB.

**Примечание**

На одном устройстве памяти можно создать только **одну** резервную копию.

Если на устройстве памяти уже сохранена какая-либо резервная копия, то она будет перезаписана при следующем выполнении этой функции.

Restore

Загрузка резервной копии с подключенного устройства памяти USB.

Структура каталогов на устройстве памяти USB

На устройстве памяти USB будет создан каталог с номером прибора. Структура внутри этого каталога выглядит следующим образом:



Рис. 24. Структура каталогов на устройстве памяти USB

Backup

В этом каталоге сохраняются все файлы резервной копии. Этот каталог создается при первом создании резервной копии.

Files

В этом каталоге сохраняются экспортированные методы. Этот каталог создается при первом экспорте резервной копии. Можно импортировать только методы, расположенные в этом каталоге.

pc_lims_report

В этом каталоге сохраняются отчеты PC/LIMS в формате TXT. Этот каталог создается при первой печати отчета PC/LIMS.

6.4 Конфигурирование внешних устройств

Menu ► System ► External devices

PC/LIMS report

Указание места хранения отчета PC/LIMS. Отчет PC/LIMS представляет собой машиночитаемый отчет со всеми важными для анализа данными. Его можно сохранять следующими способами:

- как файлы в формате TXT на устройстве памяти USB;
- в LIMS через интерфейс RS-232. Для этой цели необходим переходник 6.2148.030 RS-232/USB Box.

Варианты	COM2 USB Stick
Значение по умолчанию	USB Stick

COM2

Отчет передается через последовательный интерфейс COM2. Используются параметры интерфейса, установленные в диалоговом окне **COM2 settings** (см. раздел "Изменение настроек COM2", стр. 68).

USB Stick

Отчет будет сохранен как файл в формате TXT на устройстве памяти USB в папке **pc_lims_report**.

Printer

Если подключен принтер, то для правильной печати отчетов необходимо указать здесь тип принтера.

Принтеры, имеющие обозначение **ESC-POS**, представляют собой так называемые POS-принтеры, то есть они печатают на непрерывной бумажной ленте.

Варианты	Citizen (ESC-POS) Custom (ESC-POS) Epson Epson (ESC-POS) HP DeskJet HP LaserJet Seiko (ESC-POS)
Значение по умолчанию	Custom (ESC-POS)

Graphics width

Установка ширины печатаемой кривой по ширине бумаги используемого принтера. Значение по умолчанию зависит от выбранного принтера. Высота кривой составляет 2/3 от ширины.

Диапазон ввода	100 ... 3000 пикселей
----------------	------------------------------

Keyboard layout

Можно подключить серийно выпускаемую клавиатуру USB, чтобы упростить ввод текста и чисел. Укажите раскладку клавиатуры для конкретной страны.

Варианты	English US French FR German CH German DE Spanish ES
Значение по умолчанию	English US

Balance

Если подключены весы, то необходимо определить здесь тип весов.

Варианты	AND Mettler Mettler AT Mettler AX Ohaus Precisa Sartorius Shimadzu
Значение по умолчанию	Sartorius

В таблице ниже указывается тип весов, который необходимо выбрать для той или иной модели весов.

Весы	Тип весов
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

Изменение настроек COM1

Menu ► System ► External devices ► COM1 settings

Параметры интерфейса для подключенных весов устанавливаются в разделе меню **COM1 settings**.

Baud rate

Скорость передачи в символах в секунду.

Варианты	1200 2400 4800 9600 19200 38400 57600 115200
Значение по умолчанию	9600

Data bits

Количество бит данных.

Варианты	7/8
Значение по умолчанию	8

Stop bits

Количество стоповых бит.

Варианты	1/2
Значение по умолчанию	1

Parity

Тип проверки четности.

Варианты	even none odd
Значение по умолчанию	none

Handshake

Тип протокола переноса данных.

Варианты	hardware software none
Значение по умолчанию	hardware

**Примечание**

В случае проблем со связью установите для параметра **Handshake** значение **software** и попробуйте еще раз.

Изменение настроек COM2**Menu ► System ► External devices ► COM2 settings**

Параметры интерфейса для приборов, подключенных к разъему **RS-232/2** переходника RS-232/USB Box (например, ПК) устанавливаются в разделе меню **COM2 settings**.

Параметры и диапазоны ввода те же, что и для интерфейса COM1.

6.5 Диагностика прибора

6.5.1 Загрузка версий программ и файлов языков

Menu ► System ► Diagnosis

Можно загружать новые версии программ или файлы языков с устройства хранения USB. Соответствующий файл должен быть сохранен на устройстве памяти USB в каталоге с номером прибора (например, 899).

Можно различить файлы языков и файлы программ, заметив, как составлены имена этих файлов.

Файлы программ

Они зависят от прибора. Имя файла имеет следующую структуру:

5XXXуууу.bin, где

XXX = тип прибора (например, 899 для 899 Coulometer)

уууу = версия программы

Файлы языков

Их можно распознать по двухзначному коду языка в имени файла. Файл языка содержит тексты диалогов для различных типов приборов. Он не зависит от прибора. Имя файла имеет следующую структуру:

5848xxxxYY.bin, где

xxxx = номер версии

YY= язык, например, DE (Германия), FR (Франция), ES (Испания)

Загрузка файла

Выполните следующие действия.

1 Подключение устройства памяти USB

- Вставьте устройство памяти USB с переходником 6.2151.100 (USB MINI (OTG) – USB A) в разъем USB прибора.
- Включите прибор.

2 Вызов диалогового окна обновления

- Перейдя по меню **Menu ► System ► Diagnosis**, выберите пункт меню **Software update**.
- Нажмите **[OK]**.



3 Открытие окна выбора файлов

- Нажмите **[OK]**.

Откроется список выбора с файлами программ и языков, имеющихся на устройстве памяти USB.

4 Выбор файла

- Клавишами со стрелками выберите необходимый файл.
- Нажмите **[OK]**.

5 Запуск обновления

- Нажмите **[START]**.

Запускается процесс обновления, он выполняется автоматически. По окончании процесса прибор автоматически выключится и снова включится. Вмешательство пользователя не требуется.

6.5.2 Функции диагностики

Электронные и механические функциональные группы приборов Metrohm можно и необходимо проверять, что входит в регулярное профилактическое обслуживание, выполняемое специалистами компании Metrohm. Следует запросить у локального представителя компании Metrohm точные сроки и условия, применяемые для заключения соответствующего договора на профилактическое обслуживание.

На территории РФ сервисную поддержку оказывает официальное представительство Metrohm: ООО Метром РУС, email: service@metrohm.ru, тел.: +7(495)967-99-31.

По запросу мы предоставим рекомендуемый комплект расходных материалов и сообщим рекомендуемый интервал сервисного обслуживания и проконсультируем по любым возникшим вопросам по эксплуатации титраторов Metrohm.

7 ПАРАМЕТРЫ

7.1 Кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера (KFC)

7.1.1 Подготовка

Menu ► Parameters ► Conditioning

В разделе меню **Conditioning** указываются необходимые для подготовки условия.

Conditioning

Если активирован этот параметр, то сначала запуска титрования рабочая среда будет титроваться до конечной точки с указанными управляющими параметрами. Это состояние остается неизменным. Фактическое выполнение метода не начнется, пока не будет нажата еще раз клавиша **[START]**. Подготовка будет автоматически снова выполнена после титрования.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	on

Start drift

Если в течение определенного времени (так называемого времени стабилизации) измеренный дрейф меньше этого значения, то отобразится **Conditioning OK** и можно будет запустить титрование. Время стабилизации определяется, перейдя по меню **Conditioning ► Stabilizing time**.

Диапазон ввода	1 ... 999 мкг/мин
Значение по умолчанию	20 мкг/мин

Drift correction

Количество в конечной точке можно скорректировать на значение дрейфа. Для этого значение дрейфа умножается на время коррекции дрейфа и это значение затем вычитается из количества в конечной точке. Время коррекции дрейфа представляет собой интервал времени между окончанием подготовки и окончанием анализа.

Варианты	auto manual off
Значение по умолчанию	auto

auto

Значение текущего дрейфа автоматически применяется в начале титрования.

manual

Если дрейф неизвестен на протяжении более долгого периода времени, его можно ввести вручную.

off

Коррекции дрейфа нет.

Drift value

Этот параметр можно изменить, только если значение **Drift correction = manual**.

Дрейф для ручной коррекции дрейфа.

Диапазон ввода	0.0 ... 99.9 мкг/мин
Значение по умолчанию	0.0 мкг/мин

Automatic start

При активации этого параметра автоматически запускается анализ при резких изменениях измеренного напряжения. Эта настройка будет игнорироваться, пока не будет подготовлена рабочая среда.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

**Примечание**

При использовании функции автоматического запуска рекомендуется уменьшить значение начального дрейфа и указать время стабилизации.

Рекомендация: Начальный дрейф ≤ 10 мкг/мин / время стабилизации ≥ 30 с

Threshold value

Этот параметр можно изменить, только если значение **Automatic start = on**.

Если изменение напряжения выше, чем это значение, то будет автоматически запущен анализ.

Диапазон ввода	0 ... 999 мВ
Значение по умолчанию	50 мВ

Stabilizing time

Время ожидания, в течение которого измеренный дрейф должен быть меньше, чем начальный дрейф, определенный до отображения сообщения **Conditioning OK**. Начальный дрейф определяется, перейдя по меню **Conditioning > Start drift**.

Диапазон ввода	0 ... 999999 с
Значение по умолчанию	0 с

Cond. stop time

Максимально допустимое время подготовки. Подготовка останавливается сразу по истечении указанного времени.

Диапазон ввода	1 ... 999999 с
Варианты	off
Значение по умолчанию	off

Measured value display

При активации этого параметра в течение подготовки отображается текущее измеренное значение.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

7.1.2 Условия запуска**Menu ► Parameters ► Start conditions**

Параметры, которые применяются до запуска титрования, указываются в разделе **Start conditions**.

Pause

Время ожидания, например, растворения пробы. В течение этого времени йод не образуется.

Диапазон ввода	0 ... 999999 с
Значение по умолчанию	0 с

Request sample ID

Выбор идентификатора пробы, который запрашивается при выполнении метода.

Варианты	ID1 ID2 ID1&ID2 off
Значение по умолчанию	off

Request sample size

Если активирован этот параметр, то будет запрошено значение количества пробы.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	on

Request sample unit

Если активирован этот параметр, то будет запрошена единица измерения количества пробы.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Hold at request

Если активирован этот параметр, то в течение данного запроса будет приостановлено выполнение. Если этот параметр деактивирован, то титрование будет запущено в фоновом режиме.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	on

7.1.3 Контрольные параметры

Menu ► Parameters ► Control parameters

Контрольные параметры для конечной точки указываются в разделе меню **Control parameters**.

Endpoint at

Измеренное значение для контрольной точки.

Диапазон ввода	-1250.0 ... 1250.0 мВ
Значение по умолчанию	50.0 мВ
Варианты	off



Примечание

Следует обратить внимание, что параметр **Endpoint at** связан с параметрами **Dynamics** и **I(pol)**. Объяснение этой связи можно найти в разделе *10.4. Контрольные параметры и ток поляризации, стр. 95*.

Titration rate

Для скорости титрования можно выбрать три предварительно определенных набора параметров.

Варианты	slow optimal fast user
Значение по умолчанию	optimal

slow

Для проб с низким содержанием воды или проб, которые высвобождают свою влагу только медленно.

optimal

Для всех стандартных титрований. Параметры, оптимизированные для наиболее частого применения.

fast

Для некритичных проб с высоким содержанием воды.

user

Могут быть изменены отдельные параметры титрования.

Настройки отдельных скоростей титрования перечислены в *таблице 3, стр. 75*.

Dynamics

Этот параметр можно изменить, только если значение **Titration rate = user**.

Этим параметром определяется диапазон управления перед указанной конечной точкой. В пределах этого диапазона управления йод образуется пошагово, образование йода точно управляемо. Чем ближе конечная точка, тем медленнее образуется йод, пока не достигается скорость, определенная как значение параметра **Min. rate**. Чем больше диапазон управления, тем медленнее титрование. За пределами диапазона управления йод образуется постоянно со скоростью, определенной значением параметра **Max. rate**.

Диапазон ввода	0.1 ... 1250.0 мВ
Значение по умолчанию	70.0 мВ
Варианты	off

off

Образование йода точно управляется на протяжении всего титрования.

**Примечание**

Следует обратить внимание, что параметр **Dynamics** связан с параметрами **End-point at** и **I(pol)**. Объяснение этой связи можно найти в разделе 10.4. *Контрольные параметры и ток поляризации, стр. 95.*

Max. rate

Этот параметр можно изменить, только если значение **Titration rate = user**.

Скорость образования йода за пределами диапазона управления.

Диапазон ввода	1.5 ... 2241.0 мкг/мин
Варианты	max.
Значение по умолчанию	max.

Min. rate

Этот параметр можно изменить, только если значение **Titration rate = user**.

Скорость, с которой образуется йод в самом начале титрования и в диапазоне управления в конце титрования. Этот параметр имеет решающее влияние на скорость титрования и, таким образом, на точность. Чем меньше выбранная минимальная скорость, тем медленнее титрование.

Диапазон ввода	0.3 ... 999.9 мкг/мин
Значение по умолчанию	15.0 мкг/мин

Таблица 3. Значения по умолчанию предварительно определенных скоростей титрования для метода Карла Фишера

	Скорость титрования		
	slow	optimal	fast
Dynamics	120,0 мВ	70,0 мВ	30,0 мВ

	Скорость титрования		
	slow	optimal	fast
Max. rate	1000,0 мкг/мин	максимум	максимум
Min. rate	0,3 мкг/мин	15,0 мкг/мин	30,0 мкг/мин

Stop criterion

Титрование отменяется, когда достигается конечная точка и выполняется этот критерий остановки. Если не выбран никакой критерий остановки, то титрование отменено не будет. Выполнение условий остановки (см. раздел 7.1.5, стр. 81) всегда вызывает остановку, даже если критерий остановки не выполняется.

Варианты	drift time rel. drift off
----------	--

Значение по умолчанию	rel. drift
-----------------------	-------------------

drift

Титрование отменяется, если достигнуто значение дрейфа остановки.

time

Титрование отменяется, если конечная точка не достигается в течение определенного периода времени (**Delay time**).

rel. drift

Титрование отменяется при достижении суммарного значения дрейфа в начале титрования и относительного дрейфа остановки.

off

Титрование не отменяется, пока не выполняются условия остановки.

Stop drift

Этот параметр можно изменить, только если значение **Stop criterion = drift**.

Титрование отменяется, если достигнуты конечная точка и значение дрейфа остановки.

Диапазон ввода	1 ... 999 мкг/мин
----------------	--------------------------

Значение по умолчанию	5 мкг/мин
-----------------------	------------------

Delay time

Этот параметр можно изменить, только если значение **Stop criterion = time**.

Титрование будет отменено при одновременном выполнении обоих следующих критериев.

- Напряжение на индикаторном электроде находится в диапазоне "конечная точка +5 мВ и конечная точка -2 мВ".
- Истекло указанное здесь время.

Если, например, для параметра **Endpoint at** установлено значение 50 мВ, а для параметра **Delay time** – 10 с, то напряжение на индикаторном электроде должно находиться между 55 мВ и 48 мВ в течение 10 секунд, чтобы титрование было отменено.

Диапазон ввода	0 ... 999 с
Значение по умолчанию	10 с

Relative stop drift

Этот параметр можно изменить, только если значение **Stop criterion = rel. drift**.

Титрование отменяется при достижении конечной точки и суммарного значения дрейфа в начале титрования и относительного дрейфа остановки.

Диапазон ввода	1 ... 999 мкг/мин
Значение по умолчанию	5 мкг/мин

7.1.4 Параметры титрования

Menu ► Parameters ► Titration parameters

В разделе меню **Titration parameters** указываются параметры, влияющие на выполнение всего титрования.

Extraction time

Минимальная продолжительность титрования. Титрование не будет отменено в течение времени экстракции, даже если уже будет достигнута конечная точка. Титрование, однако, отменяется, если в течение этого времени произойдет выполнение условия остановки (см. раздел 7.1.5, стр. 81). Ввод времени экстракции рекомендуется, например, для проб, которые высвобождают вод медленно, или в случае использования печи для метода Карла Фишера.

Диапазон ввода	0 ... 999999 с
Значение по умолчанию	0 с

Generator electr.

Тип рабочего электрода.

Варианты	with diaphr. w/o diaphr.
Значение по умолчанию	w/o diaphr.

with diaphr.

Рабочий электрод с диафрагмой.

w/o diaphr.

Рабочий электрод без диафрагмы.

Generator current

Ток поляризации рабочего электрода.

Варианты	100 mA 200 mA 400 mA auto
Значение по умолчанию	400 mA

400 mA

Значение по умолчанию, если параметр **Generator electr. = w/o diaphr.**

auto

Ток устанавливается в соответствии с проводимостью реагента и автоматически уменьшается около конечной точки. Значение по умолчанию, если параметр **Generator electr. = with diaphr.**

Stirrer

При активации этого параметра в начале анализа включается мешалка.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	on

Stirring rate

Установка скорости перемешивания. Ее можно устанавливать шагами от -15 до +15. Значение по умолчанию 8 соответствует 1000 об/мин. Формула для расчета скорости вращения указана в *разделе 10.1, стр. 92*. Оптимальную скорость перемешивания можно подобрать в режиме ручного управления.

Алгебраическим знаком изменяется направление перемешивания. Если смотреть на мешалку сверху, это означает:

- "+": вращение против часовой стрелки;
- "-": вращение по часовой стрелке.

Диапазон ввода	-15 ... 15
Значение по умолчанию	8

I(pol)

Ток поляризации представляет собой ток, прикладываемый к поляризуемому электроду при вольтамметрическом измерении.

Варианты	5 мкА 10 мкА 20 мкА 30 мкА
Значение по умолчанию	10 мкА

**Примечание**

Следует обратить внимание, что параметр **I(pol)** связан с параметрами **Dynamics** и **Endpoint at**. Объяснение этой связи можно найти в разделе *10.4. Контрольные параметры и ток поляризации, стр. 95*.

Electrode test

При применении поляризуемых электродов необходимо их проверить. Проверяется правильность подключения электродов и отсутствие короткого замыкания. Проверка электродов выполняется при запуске анализа.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Time interval MP

Интервал времени для ввода измерительной точки в список измерительных точек. Размер этого списка ограничен 1000 измеренных точек.

Диапазон ввода	0.1 ... 999999,0 с
Значение по умолчанию	2,0 с

Temperature

Вводимое вручную значение температуры.

Диапазон ввода	-20.0 ... 150,0°C
Значение по умолчанию	25,0°C

7.1.5 Условия остановки**Menu ► Parameters ► Stop conditions**

Условия остановки титрования указываются в разделе меню **Stop conditions**, если она не происходит автоматически. Это может быть в случае, когда не достигается конечная точка или не выполняется критерий остановки (см. раздел "Критерий остановки", стр. 76).

Stop time

Титрование отменяется, если истекает указанное время после начала титрования.

Диапазон ввода	1 ... 999999 с
Варианты	off
Значение по умолчанию	off

7.1.6 Расчет**7.1.6.1 Общие сведения****Menu ► Parameters ► Calculation**

В одном методе можно указать максимум пять расчетов. Для расчетов доступен ряд переменных (необработанные данные из анализа, ранее рассчитанные результаты). Указание должно выполняться для каждого расчета, так как результат должен сохраняться как общая переменная.



Название результата указывается в списке для каждого расчета.

Каждый из шаблонов метода **KFC**, **KFC-Blank** и **Blank** содержит по одному расчету. Каждому из этих расчетов уже присвоено соответствующее название результата. При необходимости их можно изменить.

Edit

Изменение данных выбранных расчетов описано в следующем разделе.

Delete

Удаление выбранного расчета.

7.1.6.2 Изменение расчетов

Метод KFC

Result name

Название результата – текст, который будет показываться при отображении результатов и в отчете.

Ввод	12 символов
Значение по умолчанию	R1: Water/R2-R5: empty

Формула расчета R1

EP1/C00

R2...R5

Отображение формулы расчета. Открывается специальный редактор для определения (см. раздел 5.3, стр. 37).

Ввод	30 символов
Значение по умолчанию	нет

Десятичные разделители

Число десятичных разделителей, используемое для отображения результата.

Диапазон ввода	0 ... 5
Значение по умолчанию	R1: 1/R2-R5: 2

Result unit

Отображается единица измерения результата, сохраняемая вместе с результатом.

R1

Варианты	% mg mg/piece mg/g mg/mL ppm µg User-defined
Значение по умолчанию	ppm

R2-R5

Варианты	% mg mg/piece mg/g mg/mL ppm µg User-defined
Значение по умолчанию	%

User-defined

Допускается создавать определяемые пользователем единицы измерения. Они будут добавлены в список вариантов. Предыдущая запись будет переопределена сразу после указания новой единицы измерения. Можно создать пустую запись таким же образом.

Save as CV

Рассчитанный результат можно сохранить как независимую от метода переменную, так называемую общую переменную. После этого результат будет доступен также в других методах для расчета. Если активирована функция статистики, то будет сохраняться текущее среднее значение серии анализов.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Метод KFC-Blank**Result name**

Название результата – текст, который будет показываться при отображении результатов и в отчете.

Ввод	12 символов
Значение по умолчанию	R1: Water/R2-R5: empty

Формула расчета R1

(EP1-CV01)C00

CV01 представляет собой общую переменную 01 и соответствует расчету по методу *Blank*, стр. 84.

R2...R5

Отображение формулы расчета. Открывается специальный редактор для определения (см. раздел 5.3, стр. 37).

Ввод	30 символов
Значение по умолчанию	нет

Десятичные разделители

Число десятичных разделителей, используемое для отображения результата.

Диапазон ввода	0 ... 5
Значение по умолчанию	R1: 1/R2-R5: 2

Result unit

Отображается единица измерения результата, сохраняемая вместе с результатом.

R1

Варианты	% mg mg/piece mg/g mg/mL ppm μg User-defined
Значение по умолчанию	ppm

R2-R5

Варианты	% mg mg/piece mg/g mg/mL ppm μg User-defined
Значение по умолчанию	%

User-defined

Допускается создавать определяемые пользователем единицы измерения. Они будут добавлены в список вариантов. Предыдущая запись будет переопределена сразу после указания новой единицы измерения. Можно создать пустую запись таким же образом.

Save as CV

Рассчитанный результат можно сохранить как независимую от метода переменную, так называемую общую переменную. После этого результат будет доступен также в других методах для расчета. Если активирована функция статистики, то будет сохраняться текущее среднее значение серии анализов.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Метод Blank

Result name

Название результата – текст, который будет показываться при отображении результатов и в отчете.

Ввод	12 символов
Значение по умолчанию	R1: Blank / R2-R5: empty

Формула расчета R1

EP1

R2...R5

Отображение формулы расчета. Открывается специальный редактор для определения (см. раздел 5.3, стр. 37).

Ввод	30 символов
Значение по умолчанию	нет

Десятичные разделители

Число десятичных разделителей, используемое для отображения результата.

Диапазон ввода	0 ... 5
Значение по умолчанию	2

Result unit

Отображается единица измерения результата, сохраняемая вместе с результатом.

R1

Варианты	% mg mg/piece mg/g mg/mL ppm µg User-defined
Значение по умолчанию	µg

R2-R5

Варианты	% mg mg/piece mg/g mg/mL ppm µg User-defined
Значение по умолчанию	%

User-defined

Допускается создавать определяемые пользователем единицы измерения. Они будут добавлены в список вариантов. Предыдущая запись будет переопределена сразу после указания новой единицы измерения. Можно создать пустую запись таким же образом.

Save as CV

Рассчитанный результат можно сохранить как независимую от метода переменную, так называемую общую переменную. После этого результат будет доступен также в других методах для расчета. Если активирована функция статистики, то будет сохраняться текущее среднее значение серии анализов.

R1

Варианты	on off
Значение по умолчанию	on

R2-R5

Варианты	on off
----------	-----------------

Значение по умолчанию	off
-----------------------	------------

7.1.7 Статистика

Menu ► Parameters ► Statistics

В разделе меню **Statistics** активируется расчет статистических данных для нескольких анализов и указывается, сколько анализов содержит серия.

Statistics

При активации этой функции выполняются статистические расчеты для всех указанных результатов.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Number of determinations

Число анализов, выполняемых для статистических расчетов.

Если к серии анализов необходимо добавить дополнительный анализ, например, потому что один из анализов оказался неправильным, то это можно сделать в наборе статистических данных (см. раздел 5.11, стр. 55).

Диапазон ввода	2 ... 20
Значение по умолчанию	3

7.1.8 Отчеты

Menu ► Parameters ► Reports

В разделе меню **Reports** настраиваются отчеты, автоматически печатаемые вместе с выполнением анализа.

Results

Отчет о результатах содержит рассчитанные результаты, конечные точки, данные проб и т.д.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Curve

Отчет с кривой. Ширина кривой указывается в системных настройках (см. раздел "Ширина графиков", стр. 66).

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Calculations/Statistics

Выходные значения расчетных формул для отдельных результатов. Результаты указываются с полной точностью. Это позволяет выполнять перерасчеты с помощью внешней программы (см. раздел 10.9, стр. 99). Если активирована функция статистики, то печатаются также следующие данные:

- результат и количество пробы для отдельных анализов;
- средние значения, а также абсолютное и относительное отклонение.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Measuring point list

Вывод списка измерительных точек.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

Parameters

Все параметры текущего метода печатаются в отчете о параметрах.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

PC/LIMS

Отчет PC/LIMS представляет собой машиночитаемый отчет со всеми важными для анализа данными. Отчет PC/LIMS можно сохранить как файл в формате TXT на устройстве памяти USB или отправить в LIMS через интерфейс RS-232. Местооположение для вывода указывается в системных настройках (см. раздел "Отчет PC/LIMS", стр. 66).

Имя файла в формате TXT составляется следующим образом: *PC_L/MS_Report-ID1-ГГГГММДД-ччммсс. txt*.

Варианты	on off
Значение по умолчанию	off

8 ЭКСПЛУАТАЦИЯ И ОБСЛУЖИВАНИЕ

8.1 Управление качеством и проверка от компании Metrohm

Управление качеством

Компания Metrohm предлагает всеобъемлющую поддержку реализации мер по управлению качеством для приборов и программного обеспечения. Дополнительные сведения об этом можно найти в брошюре **Quality Management with Metrohm**, доступной у локального представителя компании Metrohm.

Проверка

У локального представителя компании Metrohm можно получить поддержку в выполнении проверки приборов и программного обеспечения. У него же можно получить документацию по проверке, предназначенную для помощи в **монтажной квалификации** (IQ) и в **рабочей квалификации** (OQ). IQ и OQ также предлагаются в качестве услуги представителями компании Metrohm. Кроме того, доступны также технические бюллетени по теме, которые также содержат **технические регламенты** (SOP) по испытанию аналитических измерительных приборов на воспроизводимость и точность показаний.

Профилактическое обслуживание

Электронные и механические функциональные группы приборов Metrohm можно и необходимо проверять, что входит в регулярное профилактическое обслуживание, выполняемое специалистами компании Metrohm. Следует запросить у локального представителя компании Metrohm точные сроки и условия, применяемые для заключения соответствующего договора на профилактическое обслуживание.



Примечание

Информацию об управлении качеством, проверке и профилактическом обслуживании, а также обзор документов, доступных в настоящее время, можно найти по адресу www.metrohm.com/com/ в разделе **Support** (поддержка).

На территории РФ сервисную поддержку оказывает официальное представительство Metrohm: ООО Метром РУС, email: service@metrohm.ru, тел.: +7(495)967-99-31.

По запросу мы предоставим рекомендуемый комплект расходных материалов и сообщим рекомендуемый интервал сервисного обслуживания и проконсультируем по любым возникшим вопросам по эксплуатации титраторов Metrohm.

9 УСТРАНЕНИЕ НЕИСПРАВНОСТЕЙ

9.1 Титрование по методу Карла Фишера

Проблема	Причина	Устранение
Очень высокий дрейф при приведении в рабочее состояние	Негерметична кулонометрическая ячейка	<ul style="list-style-type: none"> Проверьте мембрану и замените ее, если необходимо. Замените молекулярное сито. Проверьте притертые переходные втулки на отсутствие повреждений на краях. При необходимости ровно подрежьте края или замените притертые переходные втулки
	В кулонометрической ячейке обнаружены водные осадки	<ul style="list-style-type: none"> Встряхните кулонометрическую ячейку
	Истощение или загрязнение реагента	<ul style="list-style-type: none"> Замена реагента
	Старый или влажный катодит	<ul style="list-style-type: none"> Катодит необходимо менять минимум каждую неделю. Осушите катодит с помощью однокомпонентного реагента для метода Карла Фишера
	Загрязнена диафрагма рабочего электрода	<ul style="list-style-type: none"> Очистите диафрагму (в соответствии с указаниями в инструкции по рабочему электроду)
	Происходит побочная реакция	<ul style="list-style-type: none"> По возможности используйте печь для метода Карла Фишера. См. техническую литературу
	Молекулярное сито для печи для метода Карла Фишера исчерпало свой рабочий ресурс	<ul style="list-style-type: none"> Замените молекулярное сито
	Слишком велик поток газа из печи для метода Карла Фишера в кулонометрическую ячейку	<ul style="list-style-type: none"> Уменьшите поток газа (при работе с методом с печью с пробирками с пробой установите поток газа между 40 и 60 мл/мин)
Дрейф увеличивается после каждого титрования	Проба отдает воду очень медленно	<ul style="list-style-type: none"> По возможности используйте печь для метода Карла Фишера. См. техническую литературу
Значение дрейфа колеблется	Плохое перемешивание раствора пробы	<ul style="list-style-type: none"> Установите скорость перемешивания таким образом, чтобы раствор пробы очень хорошо перемешался

Проблема	Причина	Устранение
	Не установлены правильные значения в разделе Control parameters	<ul style="list-style-type: none"> Сбросьте значения Control parameters в значения по умолчанию
Время титрования слишком велико	Нестабильный дрейф во время подготовки	<ul style="list-style-type: none"> Не запускайте титрование, пока дрейф не станет стабильным
	Слишком велико установленное значение параметра Start drift	<ul style="list-style-type: none"> Уменьшите значение Start drift. Отрегулируйте значение параметра Stop drift или используйте параметр Relative stop drift
	Слишком мало установленное значение параметра Stop drift	<ul style="list-style-type: none"> Увеличьте значение параметра Stop drift или используйте параметр Relative stop drift
	Слишком большое количество воды	<ul style="list-style-type: none"> Следует соблюдать количество пробы и содержание воды в соответствии с таблицей "Рекомендуемые количества проб", стр. 31
	Неправильно установлены значения Control parameters	<ul style="list-style-type: none"> Уменьшите значение параметра Dynamics и увеличьте значение параметра Max. rate
Слишком большой результат	Еще не окончилась подготовка кулонометрической ячейки	<ul style="list-style-type: none"> Встряхните кулонометрическую ячейку и дождитесь, пока дрейф не станет стабильным
	Проба содержит окисляющиеся вещества	<ul style="list-style-type: none"> По возможности используйте печь для метода Карла Фишера. См. техническую литературу
	Слишком мало установленное значение параметра Stop drift	<ul style="list-style-type: none"> Увеличьте значение параметра Stop drift или используйте параметр Relative stop drift
	Слишком мала коррекция дрейфа (например, при использовании печи для метода Карла Фишера или с коррекцией дрейфа вручную)	<ul style="list-style-type: none"> Запустите титрование, пока еще существует поток газа между подготовительной пробиркой и кулонометрической ячейкой. Установите для параметра Drift correction значение auto (= автоматическая коррекция дрейфа)
Слишком маленький результат	Проба выделяет йод	<ul style="list-style-type: none"> По возможности используйте печь для метода Карла Фишера. См. техническую литературу
	Слишком высоко установленное значение параметра Stop drift	<ul style="list-style-type: none"> Уменьшите значение Stop drift
	Слишком велика коррекция дрейфа (например, при избыточно высоком начальном дрейфе, при флуктуирующем дрейфе или с коррекцией дрейфа вручную)	<ul style="list-style-type: none"> Добейтесь стабильного и меньшего по значению дрейфа. Установите для параметра Drift correction значение auto (= автоматическая коррекция дрейфа)

Проблема	Причина	Устранение
	<i>Слишком мало установленное значение параметра Min. rate</i>	<ul style="list-style-type: none"> Увеличьте значение параметра Min. rate. Сбросьте значения Control parameters в значения по умолчанию
Большой разброс результатов	<i>Неоднородность состава пробы</i>	<ul style="list-style-type: none"> По возможности, обеспечьте однородность пробы. Если возможно, используйте большее количество пробы
	<i>Плохая воспроизводимость добавления пробы</i>	<ul style="list-style-type: none"> Следует соблюдать указания, приведенные в разделе 4.3, стр. 31
	<i>Значение дрейфа колеблется</i>	<ul style="list-style-type: none"> Добейтесь стабильного дрейфа

9.2 Прочее

Проблема	Причина	Устранение
Не печатаются никакие отчеты	<i>Принтер не распознается прибором</i>	<ul style="list-style-type: none"> Выключите кулонометр 899 Coulometer, а затем снова включите его. Подключите принтер через концентратор USB
	<i>Несовместимая модель принтера</i>	Воспользуйтесь принтером, который удовлетворяет предъявляемым требованиям (см. раздел 10.3.4, стр. 95)
Не функционируют клавиатура USB или компьютерная мышь	<i>Клавиатура или мышь не распознаются прибором</i>	<ul style="list-style-type: none"> Выключите кулонометр 899 Coulometer, а затем снова включите его. Подключите клавиатуру или мышь через концентратор USB
	<i>Клавиатура или мышь не совместимы</i>	Воспользуйтесь моделью, которая удовлетворяет предъявляемым требованиям (см. раздел 10.3, стр. 93)
Неразборчивое изображение на дисплее	<i>Неправильно установлен контраст</i>	Правильно отрегулируйте контраст (см. раздел 6.1, стр. 62)
Весы Mettler XP управляют "R" или "O ----" в качестве идентификатора ID1	<i>Активирована автоматическая калибровка весов</i>	Деактивируйте автоматическую калибровку
Отображается сообщение 020-511 "Action not possible (Действие невозможно)"	<i>Не подключено устройство памяти USB</i>	<ol style="list-style-type: none"> Подключите устройства памяти USB. Выключите прибор и снова включите его
	<i>Переполнено устройство памяти USB</i>	<ul style="list-style-type: none"> Воспользуйтесь другим устройством памяти USB. Удалите файлы с устройства памяти, подключив его к ПК

10 ПРИЛОЖЕНИЕ

10.1 Скорость перемешивания

Скорость перемешивания можно регулировать шагами от -15 до +15.

Приблизительную скорость вращения можно рассчитать с помощью следующей формулы:

$$\text{Скорость вращения (об/мин)} = 125 \cdot \text{скорость перемешивания}$$

Пример:

Установленная скорость перемешивания: 8

Скорость вращения в об/мин = $125 \cdot 8 = 1000$

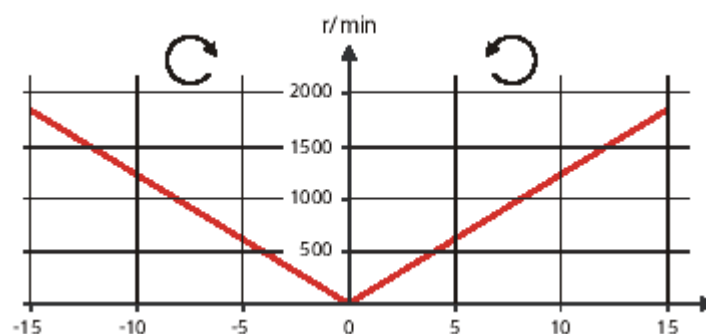


Рис. 25. Зависимость скорости вращения от скорости перемешивания

10.2 Весы

С подключенных весов можно передавать количество пробы и соответствующие единицы измерения. Количество пробы передается как число с максимум десятью символами (включая алгебраический знак и десятичную точку).

Количество пробы и единица измерения передаются как одна строка символов. Они отделяются друг от друга символом пробела. Строка заканчивается символами ASCII CR и LF.

Если с весов передается отрицательное количество пробы (например, при перевешивании пробы), то алгебраический знак принимается. Он, однако, игнорируется при расчетах.



Примечание

Некоторые весы позволяют также, кроме количества пробы, передавать идентификаторы проб и метод.

Удостоверьтесь, что весы не передают количество пробы до конца взвешивания.

Mettler AX

Для весов Mettler AX полям, которые содержат идентификатор пробы или ме-

тод, должны назначаться следующие значения:

- поле для названия метода: **METHOD**;
- поле для идентификатора пробы 1: ID1;
- поле для идентификатора пробы 2: ID2.

10.3 Устройства USB



Примечание

Подключаемые периферийные устройства USB должны поддерживать стандарт или *1.0/1.1 (Full Speed)*, или *USB 2.0 (High Speed)*. Максимальная скорость передачи данных, однако, в любом случае 12 Мбит/с.

Клавиатура, компьютерная мышь и считыватели штрих-кода представляют собой так называемые HID-устройства и могут подключаться только через концентратор USB.

Принтеры также должны подключаться через концентратор USB. Однако может оказаться допустимым и прямое подключение, в зависимости от изготовителя или типа принтера.

10.3.1 Цифровая клавиатура USB 6.2147.000

Для переходов в диалоговом окне должна быть нажата клавиша **[Num Lock]**. Клавиши со стрелками активны при этом условии.

Для ввода чисел должно быть открыто соответствующее диалоговое окно редактирования.

Таблица 4. Назначение клавиш

Клавиша кулометра 899 Coulometer или функция в диалоговом окне редактирования	Клавиша на цифровой клавиатуре USB
[BACK]	[Home]
[↑] [↓]	[↑] [↓]
[←] [→]	[←] [→]
[OK]	[Enter]
[+-]	[BS] (пробел)
Clear (Очистить)	[Del]
Accept (Принять)	[Home]

10.3.2 Назначение клавиш на клавиатуре USB

Можно подключить серийно выпускаемую клавиатуру USB, чтобы упростить ввод текста и чисел.

Для ввода чисел и текста должно быть открыто соответствующее диалоговое окно редактирования.

Таблица 5. Назначение клавиш

Клавиша кулонометра 899 Coulometer или функция в диалоговом окне редактирования	Клавиша на цифровой клавиатуре USB
[BACK]	[Esc]
[↑] [↓]	[↑] [↓]
[←] [→]	[←] [→]
[OK]	[↵] (клавиша ввода) или [Enter] на цифровой клавиатуре
[STOP]	[Ctrl] + [S]
[START]	[Ctrl] + [G]
[+/-]	[←] (пробел)
Clear (очистить)	[Delete]
Cancel (Отмена)	[Ctrl] + [Q]
Accept (Принять)	[Esc]



Примечание

Буквы на клавиатуре USB могут отличаться от указанных выше, в зависимости от раскладки используемой клавиатуры для конкретной страны.

10.3.3 Компьютерная мышь

Чтобы упростить переход по диалоговому окну кулонометра 899 Coulometer, можно подключить компьютерную мышь.

Таблица 6. Функции мыши

Клавиша кулонометра 899 Coulometer	Функция мыши
[OK]	Левая кнопка мыши
[BACK]	Правая кнопка мыши
[↑] [↓] [←] [→]	Вертикальное/горизонтальное движение мыши
[↑] [↓]	Вертикальное прокручивание колесиком

10.3.4 Принтер

Ассортимент доступных принтеров USB крайне широк и постоянно изменяется. При выборе принтера необходимо учесть следующее:

- необходим интерфейс USB;
- допустимый язык команд принтера: HP-PCL, Canon BJT Commands, Epson ESC P/2 или ESC/POS



Примечание

Недорогие принтеры часто предназначены для использования только с ПК и могут не использовать ни один из перечисленных выше языков команд. По данной причине такие модели не подходят.

10.4 Контрольные параметры и ток поляризации

Стандартные контрольные параметры оптимизированы для большинства анализов и не должны изменяться. Если, тем не менее, необходимо изменить контрольные параметры для отдельных реагентов и/или проб, следует обратить внимание на зависимость друг от друга следующих параметров:

- ток поляризации индикаторного электрода (см. параметр $I(pol)$, стр. 80);
- конечная точка (см. параметр *Endpoint at*, стр. 76);
- диапазон управления (см. параметр *Dynamics*, стр. 76).

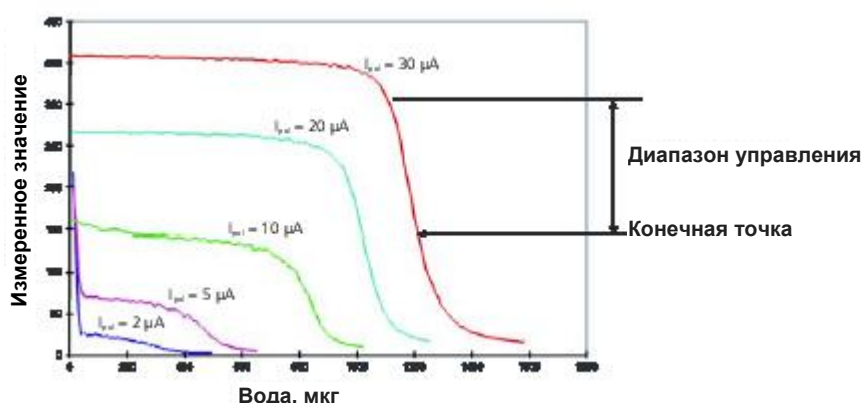


Рис. 26. Контрольные параметры и ток поляризации

На диаграмме показаны кривые титрования по методу Карла Фишера при различных токах поляризации (Reagent Coulomat AD). Ясно видно, что положение конечной точки меняется в зависимости от тока поляризации. Кривые имеют разные наклоны, то есть динамика поведения также изменяется. Токи поляризации < 10 мкА для данного применения не подходят. В таблице ниже дано общее представление об оптимальных контрольных параметрах для различных токов поляризации.

Таблица 7. Оптимальные контрольные параметры для разных токов поляризации

$I(pol)$ (ток поляризации)	10 мкА	20 мкА	30 мкА
Endpoint at	50 мВ	100 мВ	150 мВ
Dynamics	70 мВ	100 мВ	120 мВ
Max. rate	Значение по умолчанию	Значение по умолчанию	Значение по умолчанию
Min. rate	Значение по умолчанию	Значение по умолчанию	Значение по умолчанию
Stop drift	Значение по умолчанию	Значение по умолчанию	Значение по умолчанию

Индикаторный электрод активируется после определенного времени использования в одном и том же реагенте, то есть кривая титрования становится более крутой. Если кривая титрования слишком крутая, то во время подготовки могут наблюдаться медленные флуктуации значений дрейфа. Можно разрешить эту проблему, установив ниже рабочую точку. Установка рабочих точек слишком низко может, однако, увеличить время титрования. Это может оказать отрицательное влияние на ошибку измерения.

10.5 Примеры методов для работы с печью для метода Карла Фишера

В таблице ниже приведены рекомендуемые параметры настройки для работы с печью для метода Карла Фишера. Методы можно использовать или с устройством для смены проб с модулем печи (например, *885 Compact Oven SC*), или с печью для метода Карла Фишера (например, *860 KF Thermoprep*). Таблица содержит только те параметры настройки, значения которых отличаются от значений по умолчанию.

Параметры	Определение значения холостого измерения (шаблон метода Blank)	Анализ на содержание воды (шаблон метода KFC-Blank)
>Conditioning		
Start drift	10 мкг/мин*)	10 мкг/мин*)
Stabilizing time	30 с	30 с
>Start conditions		
Request sample size	off	off
Hold at request	off	off
>Titration parameters		
Extraction time	180 с	180 с
Stirring rate	12	12
>Statistics		
Statistics	on	-
Number of determinations	3	—
>Reports		
Results	on	on
Calculations/Statistics	on	-

*) При работе в среде с высокой влажностью рекомендуется установить значение параметра **Start drift** равным 20 мкг/мин.

10.6 Инициализация системы

В очень редких случаях сбой файловой системы (например, из-за сбоя программы) может вызвать нарушение функционирования программы. В таких случаях необходимо инициализировать внутреннюю файловую систему.



Внимание

При выполнении инициализации системы удаляются все данные пользователя (методы и т.д.). Затем снова восстанавливаются заводские настройки прибора.

Рекомендуется создавать резервные копии системы через регулярные интервалы времени, чтобы избежать потерь данных.

После инициализации системы нет необходимости в повторной загрузке версий программ и файлов языков. Может потребоваться только заново установить язык диалогов в системных настройках.

Для инициализации системы выполните следующие действия.

1 Выключение прибора

- Нажмите красную клавишу **[STOP]** минимум на 3 секунды.

Отобразится индикатор выполнения. Если отпустить клавишу в течение этого времени, то прибор не выключится.

2 Включение прибора

- Нажмите красную клавишу **[STOP]** приблизительно на 10 секунд.

В течение 8 с будет отображаться диалоговое окно подтверждения инициализации. Инициализацию необходимо подтвердить в течение этого времени.

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

3 Подтверждение инициализации



Примечание

Если не подтвердить запрос в течение 8 с, то процедура будет отменена.

- Дважды нажмите **[BACK]**.

Запустится инициализация. Процесс займет приблизительно 80 с. После успешной инициализации прибор автоматически запустится вновь.

10.7 Интерфейс дистанционного управления

10.7.1 Разводка контактов интерфейса дистанционного управления

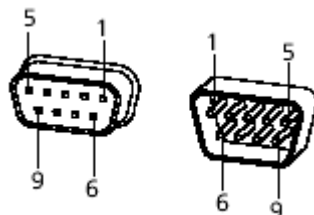


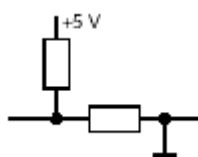
Рис. 27. Разводка контактов розетки и вилки для дистанционного управления

Разводка контактов на рисунке выше используется для всех приборов Metrohm с 9-штырьковым разъемом D-Sub дистанционного управления.

Таблица 8. Входы и выходы интерфейса дистанционного управления

№ вывода	Назначение	Функциональное назначение
1	Выход 0	Ready/EOD
2	Выход 1	-
3	Выход 2	Титрование
4	Выход 3	Cond OK
5	Выход 4	Ошибка
6	0 В (GND)	
7	+5 В	
8	Вход 0	Запуск
9	Вход 1	Стоп

Входы



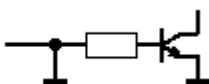
прибл. 5 кОм при подъеме напряжения



$t_p > 100 \text{ мс}$

активное состояние = низкий уровень, неактивное = высокий

Выходы



Открытый коллектор



$t_p > 200 \text{ мс}$

активное состояние = низкий уровень, неактивное = высокий

$I_c = 20 \text{ мА}$, $V_{CEO} = 40 \text{ В}$

+5 В: максимальная нагрузка = 20 мА

10.7.2 Диаграмма состояния интерфейса дистанционного управления

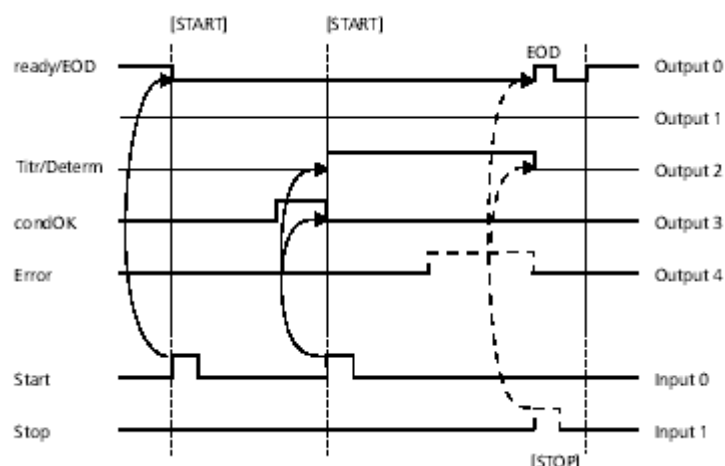


Рис. 28. Диаграмма состояния дистанционного управления

EOD = конец анализа

10.8 Дистанционное управление через интерфейс RS-232

Кулонометр 899 Coulometer может управляться дистанционно через интерфейс RS-232. Для этого необходим переходник **6.2148.030 RS-232/USB Box**. Подключите переходник RS-232/USB Box к USB-интерфейсу прибора.

Переходник RS-232/USB Box имеет два разъема для приборов с интерфейсом RS-232. Удаленное управление через интерфейс RS-232 возможно только через разъем **RS-232/2**. Разъем RS-232/1 предназначен для подключения весов. Разъем **RS-232/2** переходника RS-232/USB Box подключается к последовательному интерфейсу ПК (помеченному символом **IOIOI**). Используется **соединительный кабель 6.2134.040**.

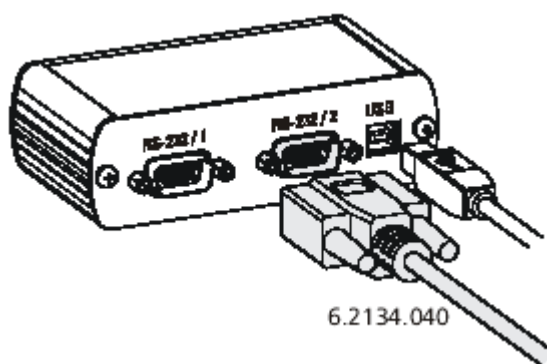


Рис. 29. Подключение переходника RS-232/USB Box к ПК

Параметры интерфейса

Рекомендуются следующие параметры интерфейса RS-232 **COM2**:

- Скорость передачи: 19200
- Биты данных: 8
- Стоп-биты: 1

- Четность: **none**
- Квитирование: **software**

На кулонометре 899 Coulometer параметры интерфейса устанавливаются в пункте меню **Menu ► System ► External devices ► COM2 settings**.

Протокол передачи

Обмен данными происходит синхронно. Каждая команда подтверждается прибором.

Команда должна отправляться на прибор с управляющими символами **CR LF** на конце. Подтверждение также должно передаваться с прибора с символами **CR LF** в конце.

Прибор не должен отправлять незапрошенные сообщения.

10.8.1 Команды и переменные

Команда	Функциональное назначение	Комментарий
\$G	Запуск/Продолжение	Соответствует клавишам [START] или [Continue]
\$S	Стоп	Соответствует клавише [STOP]
\$H	Блокировка	Блокировка выполнения метода
\$D	Сканирование состояния прибора	Подтверждения: <i>Ready;0, Busy;0, Hold;0</i> или <i>Cond;0</i> (0 = нет сообщения) Если сообщение на приборе требует взаимодействия с пользователем, в подтверждении сканирования состояния указывается соответствующий номер сообщения. Пример: <i>Busy;012-111</i> = 012-111 Conditioning not OK Сообщение можно подтвердить, нажав [Yes] или [No] , см. ниже
\$A	Подтверждение сообщения	Подтверждение сообщения нажатием [OK] Обязательное сканирование состояния с указанием номера сообщения должно происходить сразу после подтверждения сообщения, см. выше.
\$A(OK), \$A(CANCEL)	Подтверждение сообщения	Подтверждение сообщения нажатием [OK] или [CANCEL]
\$A(YES), \$A(NO)	Подтверждение сообщения	Подтверждение сообщения нажатием [Yes] или [No]
\$L(имя метода)	Загрузка метода	Имя метода должно быть известно и уникально.
\$Q(variable)	Запрос значения переменной	Примеры переменных: <i>EP1, R1, C00</i> . Полный список переменных см. на стр. 39.

Значения переменных доступны только после окончания анализа (при состоянии ready).

Сигнал подтверждения при-бора	Комментарий
ОК	Команда выполняется
E1	Метод не найден
E2	Недопустимая переменная
E3	Недопустимая команда

10.9 Арифметические алгоритмы в кулонометре 899 Coulometer

Формат чисел

Расчеты выполняются программным обеспечением кулонометра 899 Coulometer в соответствии с широко распространенным стандартом IEEE 754 (Стандарт IEEE двоичной арифметики с плавающей точкой для микропроцессорных систем). Это означает, что в расчетах используются числа с "двойной точностью" (64 бита). Десятичные числа преобразовываются в компьютере в двоичные и используются в расчетах в такой форме. Выходные данные на дисплее и в отчетах снова содержат десятичные числа; двоичные числа, таким образом, снова преобразовываются в десятичные. Чтобы предоставить возможность проверки внутренних расчетов, выполняемых самим компьютером в соответствии со стандартом IEEE 754, числа воспроизводятся в отчете о расчетах с полной точностью. Может возникать минимальная разница между первоначально введенным десятичным числом и внутренним компьютерным представлением в полной точности в диапазоне младших десятичных разрядов. Причиной такой разницы является тот факт, что не для каждого десятичного числа существует точный двоичный эквивалент. Если, например, ввести количество пробы 50,3 мг, оно будет отображено в отчете о расчетах с "двойной точностью" как 5.029999999999999E+01.

Процесс округления

Измеренные значения и результаты округляются до определенного числа десятичных разрядов (коммерческое округление, в соответствии со стандартом US Pharmacopeia USP). Если цифрой в первом отбрасываемом десятичном разряде является **1, 2, 3 или 4**, то происходит округление в меньшую сторону; **5, 6, 7, 8 или 9** – округление в большую сторону. Отрицательные цифры округляются в соответствии со своим абсолютным значением, то есть с отсчетом от нуля.

Примеры:

2.33 дает **2.3**

2.35 дает **2.4**

2.47 дает **2.5**

-2.38 дает **-2.4**

-2.45 дает **-2.5**

Статистические данные

Рассчитываются среднее арифметическое значение и абсолютное и относительное стандартные отклонения.

Допускается статистическая оценка максимум пяти результатов ($1 < k < 5$), рассчитанных в анализе. Статистические ряды могут содержать максимум 20 анализов ($1 < n < 20$).

Для приведенных ниже формул применяются следующие соглашения: $1 < n < 20$ и $1 < k < 5$.

Среднее значение:

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

Абсолютное стандартное отклонение:

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

Относительное стандартное отклонение (в %):

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

Пояснения

Отдельные значения включаются в статистические данные с полной точностью.

Если для чисел с плавающей точкой в десятичном представлении используется 64-битовый формат представления чисел, обеспечиваются 15 значащих разрядов,.

Точностью можно управлять, выбирая префикс единицы измерения (милли, микро) и число десятичных разрядов.

Пример:

Отображаемый результат, **1234.56789158763 мг/л**, имеет 15 значащих разрядов. Он должен округлиться до трех десятичных разрядов в соответствии с описанным выше процессом округления:

- **1234.568 мг/л.**

Если тот же самый результат выражен в "г/л" (**1.23456789158763 г/л**) и также округляется до трех десятичных разрядов, это дает

- **1.235 г/л.**

То есть достигается меньшая потеря точности при округлении, когда выбирают применение и формат числа таким образом, что отображаемые числа имеют столько разрядов до десятичной точки, сколько возможно.

Полный перерасчет статистических данных с помощью карманного калькулятора или программ расчета ПК может показать отклонения. Это может объясняться другими форматами двоичного представления чисел, используемыми этими вычислительными устройствами.



Примечание

Приведенные выше примеры потери точности при округлении в диапазоне значащих разрядов являются только теоретическими. Они обычно на несколько порядков величины меньше, чем погрешности измерительной техники (ошибки весов, дозирования, измерения).

11 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

11.1 Измерительные входы

Цикл измерения длится 100 мс для режима измерения I_{pol} AC.

11.1.1 Индикаторный электрод

Один измерительный вход (**Ind.**) предназначен для индикаторного электрода.

<i>Режим измерения</i>	Анализ с помощью регулируемого тока поляризации.
<i>I_{pol}</i>	Вольтамметрическое указание конечной точки с помощью переменного тока.
<i>Ток поляризации</i>	типичный: 5, 10, 20 и 30 мкА

11.1.2 Температура

Один измерительный вход (**Temp.**) для датчика температуры модели Pt1000.

<i>Диапазон измерений</i>	-150.. +250°C
<i>Разрешение</i>	0,1°C
<i>Точность измерения -</i>	±0,2°C (Применяется для диапазона измерений -20... +150 °C; ±1 цифра, без ошибки датчика, в эталонных условиях.)

11.2 Разъем рабочего электрода

Один разъем электрода (**Gen.**) предназначен для рабочего электрода.

11.2.1 Рабочий электрод

Образование йода с помощью импульсов тока или постоянного тока.

<i>Ток через электрод</i>	auto: изменяемый постоянный ток 100, 200, 400 мА: пульсирующий постоянный ток
<i>I_{max}</i>	400 мА

11.3 Внутренняя мешалка

Скорость вращения

Максимальная скорость вращения	$\pm(1700...1900)$ об/мин
Установка скорости вращения	± 15 шагов
Изменение скорости вращения за шаг	$\pm(115...125)$ об/мин

Предохранитель	Электронная защита от перегрузки
----------------	----------------------------------

11.4 Интерфейсы и разъемы

MSB-разъем MSB1	8-штырьковый разъем Mini DIN для подключения дополнительной мешалки.
Разъем USB (OTG)	Для подключения периферийных устройств USB.
Разъем дистанционного управления	Для подключения приборов с интерфейсом дистанционного управления.

11.5 Электропитание

Внешний блок питания	24 В, 65 Вт
Диапазон входного напряжения	20...28 В постоянного тока
Максимальная потребляемая мощность	36 Вт

11.6 Спецификации безопасности

Данный прибор удовлетворяет следующим требованиям к электробезопасности:



Обозначение CE в соответствии с предписаниями ЕС: .

- 2006/95/EC (Указания по работе с низковольтным оборудованием, LVD)
- 2004/108/EC (Указания о электромагнитной совместимости, EMC)

Конструкция и испытания	В соответствии со стандартами EN/IEC/UL 61010-1, CSA-C22.2 No. 61010-1, класс защиты III (внешний блок питания).
Правила техники безопасности	Этот документ содержит инструкции по технике безопасности, которым необходимо следовать, чтобы обеспечить безопасную эксплуатацию прибора.

11.7 Электромагнитная совместимость (EMC)

Излучение

Удовлетворяет стандартам	EN/IEC 61326-1 EN/I EC 61000-6-3 EN 55011/CISPR 11
--------------------------	--

Защищенность*Удовлетворяет стандартам*

EN/IEC 61326-1
 EN/I EC 61000-6-2
 EN/I EC 61000-4-2
 EN/I EC 61000-4-3
 EN/I EC 61000-4-4
 EN/I EC 61000-4-5
 EN/I EC 61000-4-6
 EN/I EC 61000-4-11
 EN/I EC 61000-4-14
 EN/I EC 61000-4-28
 NAMUR

11.8 Температура окружающей среды

<i>Номинальный рабочий диапазон</i>	+5...+45°C (при максимальной влажности 85%)
<i>Хранение</i>	-20...+60°C
<i>Транспортировка</i>	-40...+60°C

11.9 Эталонные условия

<i>Температура окружающей среды</i>	+25°C (± 3°C)
<i>Относительная влажность</i>	< 60%
<i>Состояние рабочей температуры</i>	Работа прибора по меньшей мере 30 мин
<i>Действительность данных</i>	после калибровки

11.10 Размеры

<i>Ширина</i>	143,5 мм
<i>Высота (без держателя титровального стакана)</i>	112 мм
<i>Высота (с держателем титровального стакана)</i>	195 мм
<i>Глубина</i>	281,5 мм
<i>Вес (включая блок питания)</i>	2 800 г
<i>Материал</i>	
<i>Корпус</i>	ПБТ
<i>Материал</i>	
<i>Основание</i>	Нержавеющая сталь 1.4301

12 ПРИНАДЛЕЖНОСТИ

Актуальная информация об объеме поставки и дополнительных аксессуарах для вашего продукта можно найти в интернете. Вы можете скачать это Информация с использованием артикула номер следующим образом:

Скачивание перечня аксессуаров

- 1 Введите в интернет браузер <https://www.metrohm.com> или <https://www.metrohm.ru>
- 2 Введите артикул прибора (например, **899**) в поле поиска. Отобразятся результаты.
- 3 Нажмите на продукт.
Детальная информация отображается в различных таблицах.
- 4 В таблице **Included parts**, нажмите **Download the PDF**. Создан файл с перечнем.



ПРИМЕЧАНИЕ

Как только вы получили ваш новый приборы, мы рекомендуем загрузить список аксессуаров из Интернета, распечатать его и сохранить вместе с руководством для справочных целей.