

DL50/DL53/DL55/DL58
Titrateurs

Sommaire

page

1.	Introduction	3
2.	Mesures de sécurité	5
3.	Le titrateur	6
3.1	Le principe de commande	7
3.1.1	Les touches de menu	8
3.1.2	Les touches de fonctions auxiliaires	9
3.1.3	Les touches de commande	9
3.1.4	Les touches d'entrée	10
3.2	Changer de langue	11
4.	Comment effectuer votre premier titrage	12
4.1	Préparatifs	12
4.1.1	Remplir la burette (rincer)	13
4.2	Effectuer la méthode de titrage 90001	14
5.	Le concept de méthode	19
5.1	Méthodes METTLER	20
5.2	Méthodes standard	20
5.3	Etablir une méthode	24
6.	Comment calibrer une électrode de pH	26
6.1	Zéro et pente	26
6.2	Calibrer	27
7.	Comment déterminer le titre d'une solution de NaOH	30
7.1	Titre t	30
7.2	Préparatifs	30
7.2.1	Changer la méthode standard	30
7.2.2	Réactif et substance étalon	31
7.3	Déterminer le titre	32
8.	Comment mesurer le pH d'une solution	35
9.	Mémoriser les données échantillon	36

1. Introduction

Les titrateurs METTLER TOLEDO DL50, DL53, DL55 et DL58 sont des instruments d'analyse commandés par microprocesseur. Grâce à l'intelligence incorporée, ils vous fournissent des résultats précis et reproductibles.

Avec ces titrateurs vous pouvez effectuer des titrages à point final, à point d'équivalence et avec régulation de pH. Vous pouvez mesurer le potentiel et la température de solutions, déterminer les valeurs TAN/TBN, ainsi que la capacité acide et basique. Vous pouvez effectuer les titrages voltamétriques et ampérométriques à l'aide d'une carte KF et déterminer la teneur en eau selon Karl-Fischer au moyen d'une tête de titrage KF. Vous pouvez effectuer des mesures de conductibilité et des titrages conductimétriques à l'aide d'appareils équipés d'une sortie analogique.

En plus des électrodes, capteurs de température et de l'agitateur, vous pouvez connecter aux titrateurs un enregistreur. Vous pouvez raccorder au connecteur DIN un clavier externe permettant à la fois d'entrer des textes et de télécommander le titrateur; à ce clavier vous pouvez connecter un lecteur de code à barres. Vous pouvez utiliser au maximum deux connecteurs TTLIO pour raccorder des appareils contrôlés par les entrées et sorties.

Avec la carte Centronics, vous pouvez raccorder

- une balance à l'interface RS232 qui transmet automatiquement la valeur du poids et
- une imprimante qui établit un compte rendu des données souhaitées.

Avec une carte RS, vous pouvez raccorder

- un ordinateur qui échange des données avec le titrateur ou un terminal qui sert d'afficheur secondaire et
- un passeur d'échantillons METTLER TOLEDO qui permet d'analyser automatiquement des séries d'échantillons.

Les titrateurs ont un compartiment pour enficher une carte mémoire sur laquelle vous pouvez déposer vos méthodes et données de mesure. Sur le DL50 la carte permet seulement d'actualiser le logiciel.

Le mode d'emploi est le même pour les quatre titrateurs. Les différences au niveau du matériel et du logiciel sont décrites au fil des chapitres concernés.

Où trouver quelle information?

1. Ce **mode d'emploi succinct** vous aidera à maîtriser rapidement l'utilisation du titrateur. Vous effectuerez les premières analyses à l'aide des méthodes mémorisées dans l'appareil.
2. Le **manuel de référence** donne une description complète du mode de fonctionnement des quatre titrateurs. Vous trouverez les instructions d'installation au chap. 10. Les commandes et fonctions supplémentaires qu'offre le DL58 sont décrites au chap. 7. L'index alphabétique, au chap. 13, renvoie aussi bien au mode d'emploi succinct qu'au manuel de référence.
3. La brochure d'application décrit 30 méthodes METTLER dont 4 méthodes sont mémorisées sur le DL50, 20 sur le DL53, 30 sur le DL55 et le DL58.
4. Vous pouvez commander la **description de l'interface ordinateur**, c'est-à-dire l'explication détaillée de la communication entre titrateur et ordinateur.

2. Mesures de sécurité

Les titrateurs ont été contrôlés en vue des essais et usages prévus, décrits dans le mode d'emploi succinct et le manuel de référence. Ceci ne vous décharge cependant pas de vous assurer que les produits que nous vous livrons sont appropriés aux procédés et objectifs pour lesquels vous envisagez de les utiliser. En conséquence, respectez les consignes de sécurité suivantes:

Pour votre propre sécurité



Risque d'électrocution

- Assurez-vous que le câble fourni avec l'appareil est raccordé à une prise avec mise à la terre! Un défaut technique pourrait conduire à des accidents mortels.
- Avant d'ouvrir le boîtier, mettez l'appareil hors tension et retirez le câble d'alimentation! Danger de mort par électrocution.



Risque d'explosion

- Ne travaillez pas dans une atmosphère explosible! Le boîtier de l'appareil n'est pas étanche aux gaz (danger d'explosion par étincelles, corrosion par pénétration de gaz).



Risque de corrosion

- Assurez-vous que le récipient de titrage est bien fixé sur la tête de titrage! En cas d'utilisation de solvants toxiques, de bases ou d'acides forts, une chute du récipient de titrage pourrait conduire à des accidents corporels.
- Respectez les instructions du fabricant des produits chimiques et solvants que vous utilisez, ainsi que les consignes générales de sécurité en laboratoire!

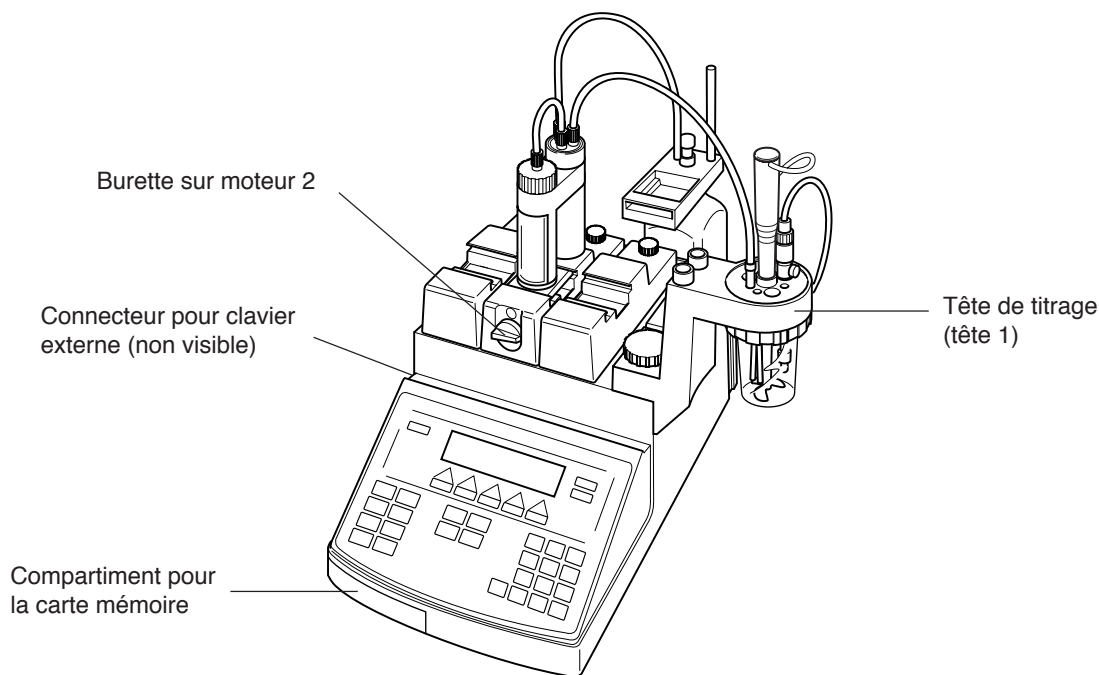
Pour la sécurité de fonctionnement



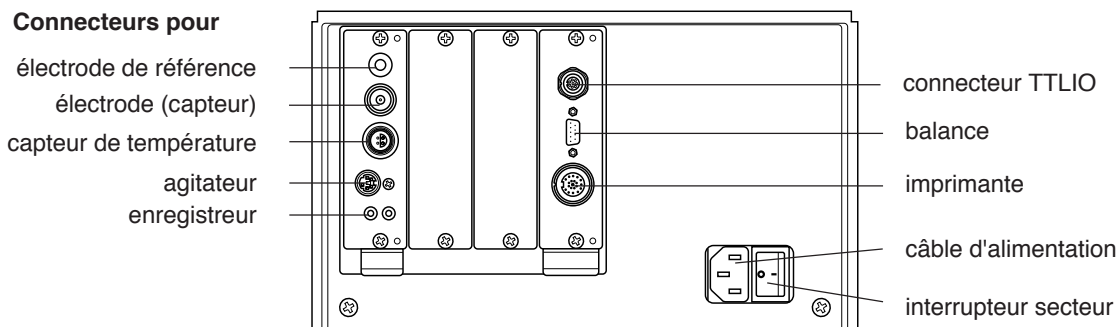
Attention

- Confiez la maintenance de l'appareil exclusivement au service après-vente METTLER TOLEDO!
- Essuyez toutes les projections de liquide! Le titrateur n'est pas étanche aux projections d'eau.
- Evitez les conditions environnementales suivantes:
 - vibrations importantes,
 - exposition au soleil,
 - taux d'humidité supérieur à 80%,
 - températures inférieures à 5 °C et supérieures à 40 °C,
 - champs électriques et magnétiques importants!

3. Le titrateur



Vue arrière (la figure correspond à un appareil équipé d'une carte pH et d'une carte Centronics)

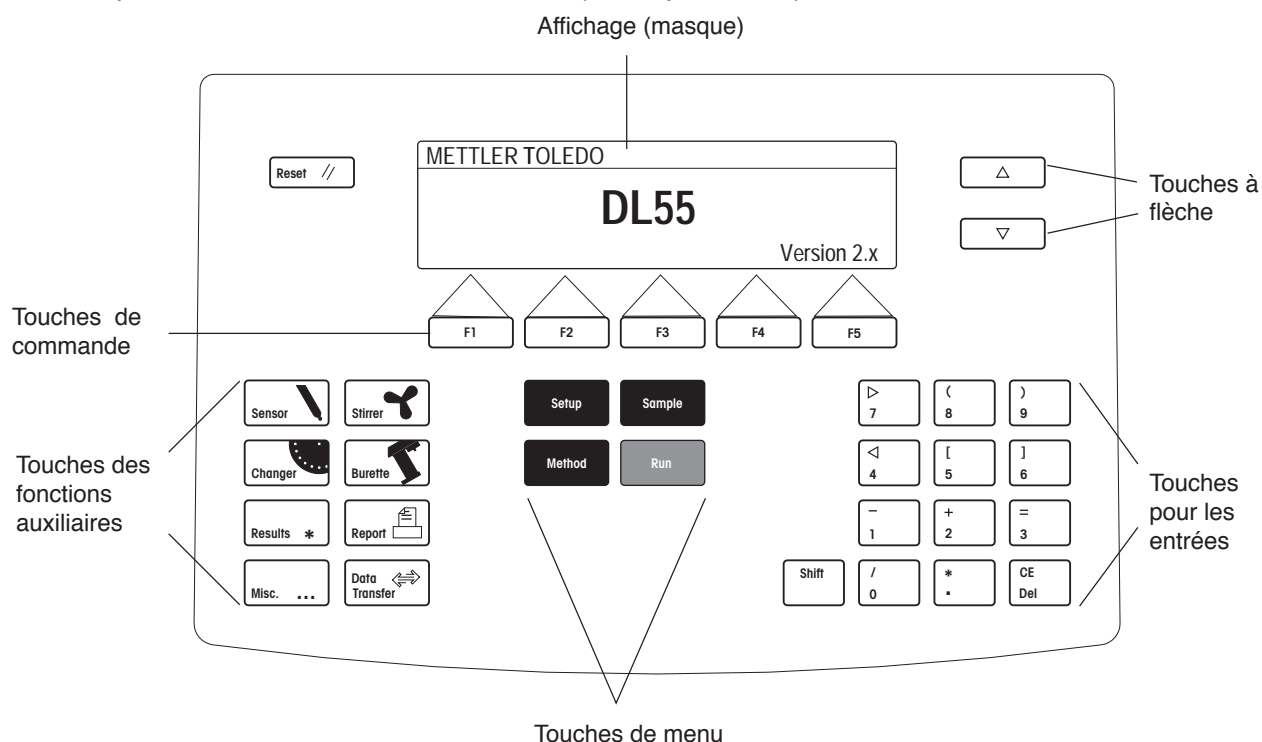


Vous avez installé le titrateur (voir chap. 10 du manuel de référence) et aimeriez immédiatement commencer à titrer. Pour ce faire, vous devriez connaître la fonction des touches et faire afficher les textes dans la langue que vous comprenez le mieux: dans le titrateur, tous les textes sont disponibles en français, allemand, anglais, espagnol et italien.

Remarque: maintenez le titrateur sous tension pendant les premières 48 heures afin que la batterie incorporée (rechargeable) soit complètement chargée. Elle alimente l'horloge interne lorsque le titrateur est coupé. En cas d'interruption prolongée, de plus de 4 mois, il peut être nécessaire de recharger la batterie et de remettre l'horloge à l'heure.

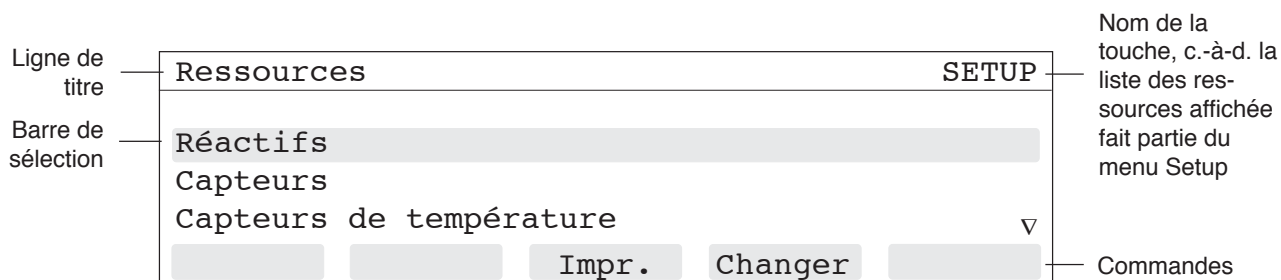
3.1 Le principe de commande

Lorsque vous mettez le titrateur en marche, il commence toujours par effectuer un auto-contrôle, puis il affiche le nom du titrateur (exemple DL55):



Toutes les touches de menu et de fonctions auxiliaires sont maintenant actives.

– Pressez par exemple la touche Setup:



En plus des touches de menu et de fonctions auxiliaires, vous pouvez maintenant presser les touches ∇ , Reset, ainsi que les touches de commande $\langle F3 \rangle$ "Imprimer", et $\langle F4 \rangle$ "Changer".

∇ : La flèche signifie que la liste contient encore d'autres ressources. Si vous pressez la touche ∇ , les lignes défilent, la barre de sélection étant fixe. Les commandes que vous pouvez donner concernent toujours la ligne **sélectionnée**.

Reset: Le masque de départ "METTLER TOLEDO..." réapparaît: Reset permet **d'arrêter** l'analyse ou d'autres opérations.

Imprimer (presser <F3>): le titrateur imprime la liste des réactifs (si une imprimante est connectée et définie, voir chap. 2.7 du manuel de référence).

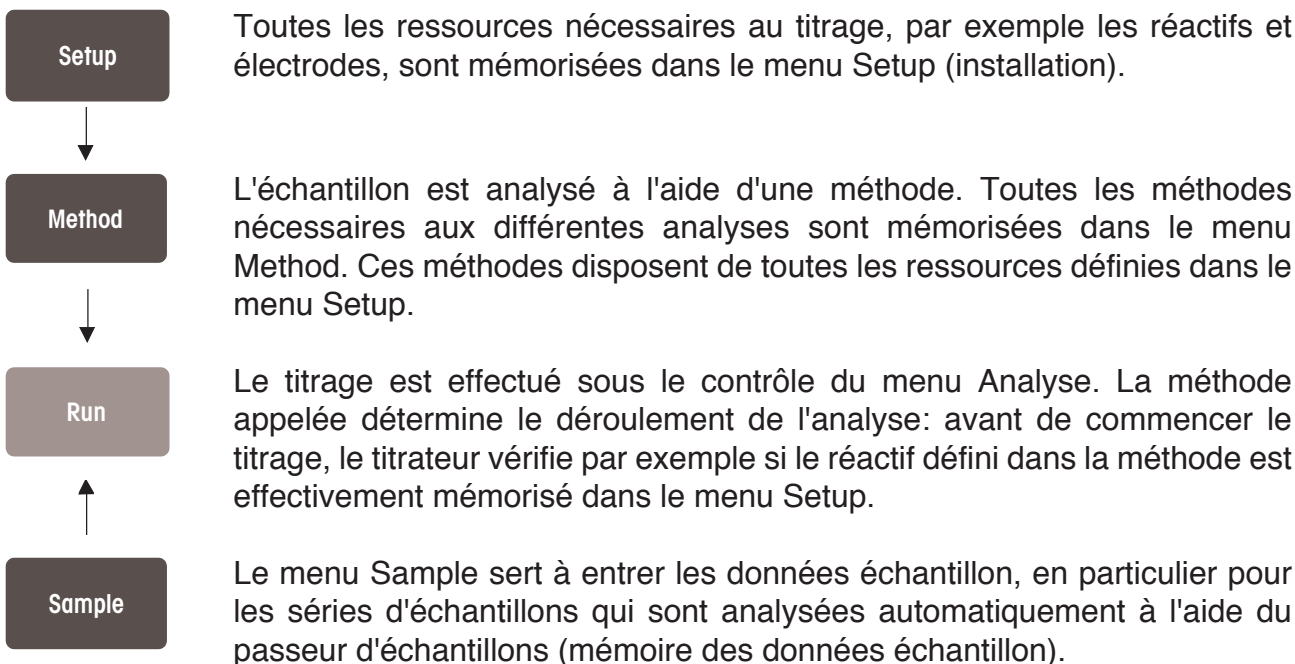
Changer (presser <F4>): le titrateur affiche la liste des réactifs:

Réactifs		SETUP
NaOH	0.1 mol/L	
HCl	0.1 mol/L	
HClO ₄	0.1 mol/L	▼
Esc	Effacer	Ajouter
	Changer	OK

– Pressez la touche Reset pour faire réapparaître le masque de départ.

3.1.1 Les touches de menu

Afin de pouvoir analyser automatiquement un échantillon, il faut que les données nécessaires soient mémorisées dans le titrateur. Ces données sont classées par groupes de tâches, les menus, et sont accessibles par les touches de menu. L'analyse automatique est rendue possible grâce à la coopération de ces menus.



Remarque: chaque menu est lui-même subdivisé, c'est-à-dire qu'il comprend plusieurs groupes de tâches eux-mêmes subdivisés selon la tâche à remplir. Dans le tutorial et le mode d'emploi, ces subdivisions sont désignées par menus, listes et masques.

3.1.2 Les touches de fonctions auxiliaires

Les commandes nécessaires pour mesurer le potentiel d'une solution ou rincer une burette sont également affectées à des groupes de tâches (menus). Comme elles ne dépendent pas directement de l'analyse d'un échantillon, mais peuvent la faciliter, nous les appelons fonctions auxiliaires. Elles peuvent être appelées par les touches correspondantes.



Vous pouvez mesurer le potentiel ou la température d'une solution et calibrer des capteurs de température.



Vous pouvez mettre en marche ou arrêter l'agitateur et modifier sa vitesse.



Vous pouvez commander manuellement le passeur d'échantillons.



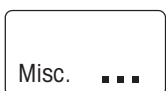
Vous pouvez rincer la burette, doser un volume donné et titrer manuellement.



Vous pouvez consulter la liste des résultats des échantillons analysés et changer l'exploitation statistique d'une série.



Vous pouvez imprimer des comptes rendus supplémentaires.



Vous pouvez, entre autres, définir la date et la langue, activer des entrées et sorties de commande.



Vous pouvez copier des données du titrateur sur la carte mémoire ou transférer des données à l'ordinateur.

3.1.3 Les touches de commande

Les commandes que vous donnez à l'aide des touches <F1>...<F5> changent selon la fonction sélectionnée. Les commandes suivantes demandent à être expliquées:

Esc: si vous avez apporté des modifications au menu courant ou à un sous-menu, ces changements sont ignorés, autrement dit, les valeurs/noms originels sont conservés.

OK: cette commande sert toujours de confirmation à ce que vous

- avez fait, par exemple changé une valeur
- avez consulté, par exemple une liste (pour vérifier qu'elle est complète)
- voulez effectuer, par exemple rincer la burette
- voulez adopter, par exemple un nom ou une valeur d'un menu de sélection.

Changer: lorsque cette commande est affichée, vous pouvez, par <F4>,

- afficher un sous-menu qui peut ou doit être changé
- afficher un menu de sélection dont vous pouvez ou devez tirer des valeurs ou des noms
- remplacer directement la valeur ou le nom d'un paramètre.

Remarque: la commande n'est pas affichée lorsque vous pouvez uniquement changer ou entrer la valeur (le nom) à l'aide du clavier.

3.1.4 Les touches d'entrée



La touche Shift (majuscules) donne accès aux symboles au-dessus des chiffres.



Del: efface le chiffre/symbole/caractère où se trouve le curseur.

CE: efface le contenu de la ligne.



pour déplacer le curseur vers la droite



vers la gauche.

Méthodes	METHOD
ID de méthode	90001
Méthodes standard	
Méthodes utilisateur	▼
Effacer	Impr. Changer

Curseur (clignote)

Combinaisons de touches

En pressant Shift et une touche de commande (combinaisons de touches), vous pouvez effectuer les commandes suivantes:



+ touche Δ, saut de 4 lignes vers le haut.

+ touche ∇, saut de 4 lignes vers le bas.



+ <F1>, nouvelle ligne sur l'imprimante.

+ <F2>, nouvelle page sur l'imprimante.

(Voir chap. 2.7.1.1 du manuel de référence)



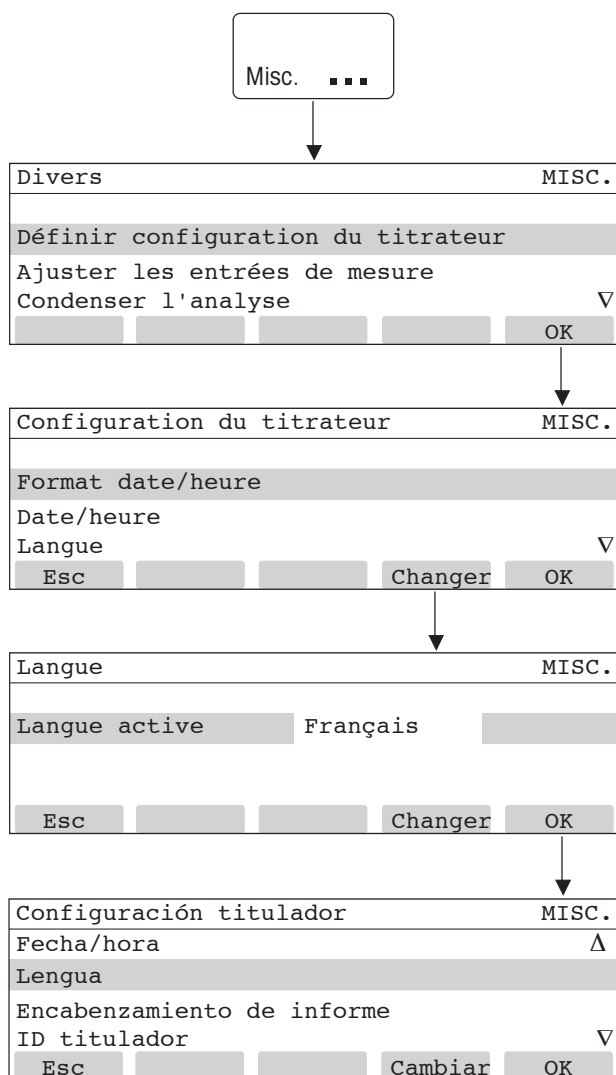
+ <F3>, impression du contenu de l'afficheur (copie).



+ <F4>, impression des données de système (voir chap. 9 du manuel de référence).

3.2 Changer de langue

Parmi les langues disponibles, choisissez celle que vous comprenez le mieux:



– Presser <F5>.

– Presser deux fois la touche ∇ pour sélectionner "Langue".

– Presser <F4>.

– Presser <F4> autant de fois qu'il faut pour faire apparaître "Español" (exemple).

Les commandes **Esc** ou **OK** affichent de nouveau le masque "Configuration du titrateur".

Esc: la modification apportée est ignorée, c'est-à-dire les textes sont toujours affichés en français.

OK: la modification apportée est confirmée, c'est-à-dire les textes sont maintenant affichés en espagnol.

4. Comment effectuer votre premier titrage

Nous vous expliquons le déroulement d'une méthode de titrage en partant d'un titrage acide-base simple. La méthode utilisée pour cette détermination est la méthode METTLER portant le titre "Teneur en acide" mémorisée sous le numéro d'identification **90001**:

5 mL d'une **solution d'HCl** (concentration = 0,1 mol/L)
sont titrés par **NaOH** (concentration = 0,1 mol/L).

4.1 Préparatifs

- Préparer les solutions d'acide chlorhydrique et de soude dans les concentrations indiquées ci-dessus. La solution de soude doit être exempte de carbonate.
- Préparer la burette de 10 mL pour la soude et la placer sur le deuxième moteur (voir figure chap. 3).
- Afin de protéger la soude du CO_2 , placer un tube de desséchant sur le porte-burette du flacon de NaOH, ce tube étant par exemple rempli de "soude caustique sur support".
- Fixer un récipient de titrage sur la tête de titrage et engager le tuyau de titrage de NaOH dans un des orifices de la tête de titrage.
- Remplir la burette (voir page suivante).

Après avoir rempli la burette, et alors seulement,

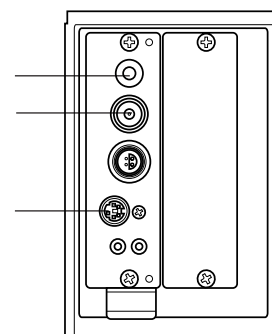
- connecter une électrode de pH avec câble Lemo à l'entrée capteur, et connecter l'agitateur à la sortie.

(Dans le menu Setup, les entrées et sorties sont définies par "Capteur 1" und "Agitateur 1").

La connexion d'une imprimante et/ou d'une balance est décrite au chap. 2.7 du manuel de référence. Ces deux appareils ne sont pas nécessaires pour l'analyse.

Vue arrière (partielle) du titrateur avec carte pH

Entrée pour électrode de référence
Entrée "Capteur 1"
Sortie "Agitateur 1"



4.1.1 Remplir la burette (rincer)



Burette	BURETTE
Rincer la burette	
Rincer la pointe	
Doser	
	OK

– Presser <F5>.

Rincer la burette	BURETTE
Moteur burette Moteur 2	
Esc	Changer ¹⁾ Départ

1) n'apparaît que sur le DL55 et le DL58, car ils permettent d'installer deux moteurs de burette.

– Presser <F5>.

Rincer la burette	BURETTE
Moteur burette Moteur 2	
	Stop

Le piston de la burette se déplace vers le haut pour chasser l'air. Une petite quantité de soude est aspirée lorsque le piston retourne en position de départ. Le titrateur affiche de nouveau:

Rincer la burette	BURETTE
Moteur burette Moteur 2	
Esc	Changer ¹⁾ Départ

– Répéter deux fois encore le rinçage afin que la burette soit bien remplie et les tuyaux bien rincés.

Rincer la burette	BURETTE
Moteur burette Moteur 2	
	Stop

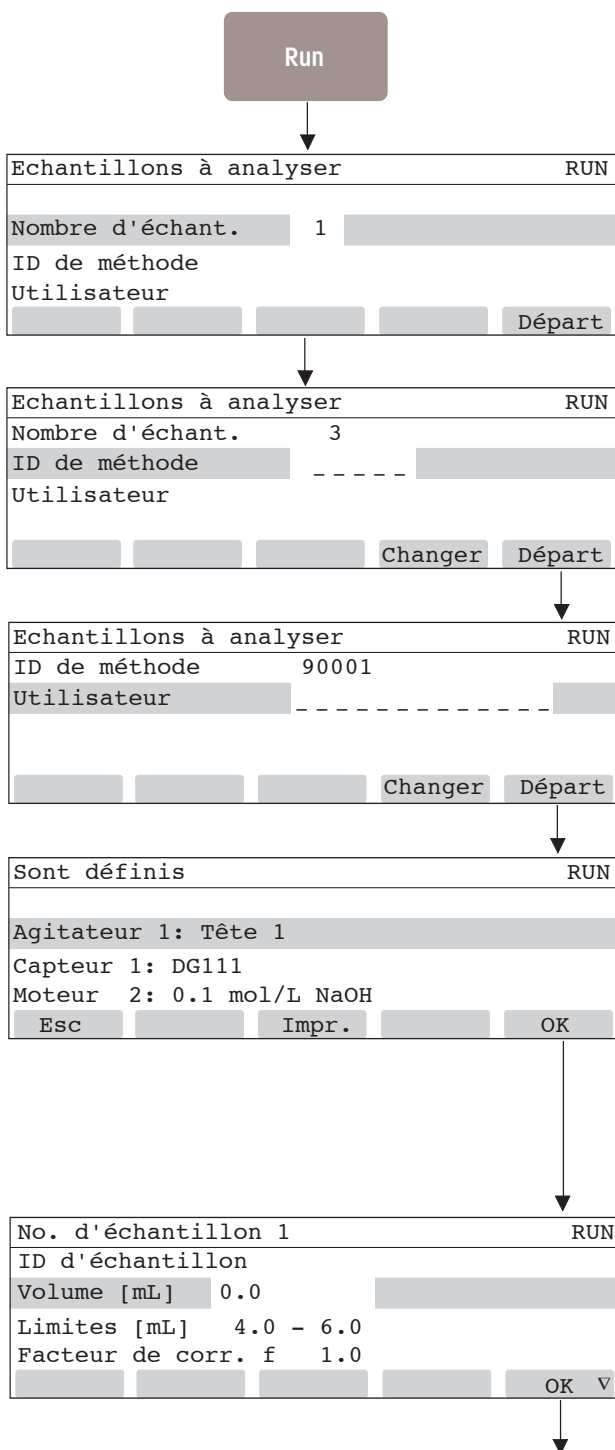
– Enlever ensuite le récipient de titrage et rincer l'agitateur et le tuyau de titrage à l'eau déminéralisée.

– Presser la touche Reset: le titrateur affiche le masque de départ.

Vous pouvez à tout moment arrêter le rinçage en pressant <F5>.

4.2 Effectuer la méthode de titrage 90001

- Placer environ 50 mL d'eau déminéralisée dans un récipient de titrage; y ajouter (pipeter) 5 mL de la solution d'acide chlorhydrique préparée et fixer le récipient sur la tête de titrage.



Le déroulement suivant décrit la démarche pour une série de trois échantillons, de manière à ce que le titrateur calcule également les données statistiques.

- Entrer **3** pour le nombre d'échantillons.
- Presser la touche ∇.
- Entrer l'identification de méthode **90001** et presser <F5> ou la touche Run.
(Le titrateur affiche l'identification de la dernière méthode utilisée.)
- Entrer votre **nom** (si un clavier est raccordé) et presser la touche <F5> ou la touche Run.
(L'appareil propose le nom entré et mémorisé lors de la dernière analyse effectuée.)

Vérifier sur ce masque si

- l'agitateur de la tête de titrage "tête 1" est connecté à la sortie "Agitateur 1"
- une électrode de pH est connectée à l'entrée "Capteur 1" (DG111 est l'électrode de pH METTLER TOLEDO)
- la burette de NaOH se trouve sur le "moteur 2".
- Presser <F5> ou la touche Run.

ID d'échantillon: vous pouvez entrer une identification pour cet échantillon.

Le **volume** est la quantité d'échantillon à titrer.

Les valeurs limites sont définies dans la méthode; ces quantités d'échantillon ne devraient pas être dépassées.

Facteur de correction f: voir chap. 4.1 du manuel de référence.

Vous pouvez entrer la **température** (ligne non visible) de la solution à titrer.

- Entrer **5.0** comme volume du premier échantillon.
- Presser <F5> ou la touche Run.

Echantillon en cours	RUN
No. 1 de 3	
ID d'échantillon	
ID de méthode	90001
OK	

Fonction Agiter	RUN
Temps d'attente [s] 10	
Vitesse [%] 50	
Pause ¹⁾	

Valeurs de mesure	RUN
0.000 mL	
274.3 mV	
Tableau	Courbe
Pause ¹⁾	

Fonction Compte rendu	RUN
Le périph. établit compte rendu	
OK	

Liste des résultats	RUN
Méthode: 90001	
Echantillon 1	
R1	= 4.993 mL Consommation
R2	= 0.1009 mol/L Acidité
OK	

No. d'échantillon 2	RUN
ID d'échantillon	
Volume [mL]	0.0
Limites [mL]	4.0 - 6.0
Facteur de corr.	1.0
OK	

Echantillon en cours	RUN
No. 2 de 3	
ID d'échantillon	
ID de méthode	90001
OK	

Ceci est l'injonction, ou la dernière occasion, de fixer le premier des trois échantillons définis sur la tête de titrage.

– Presser <F5> ou la touche Run.

L'agitateur tourne pendant 10 secondes à 50% de la vitesse maximale pour mélanger la solution (le temps à courir est affiché).

¹⁾ n'apparaît que sur le DL55/DL58, et signifie que vous pouvez interrompre le titrage par <F5>.

Le titrateur

- prédose **2 mL** en 3 étapes et
- titre ensuite jusqu'au volume maximal défini, de **7 mL**.

Si vous pressez <F2>, le titrateur affiche le tableau des valeurs de mesure. Si vous pressez <F4>, il affiche la courbe de titrage "potentiel en fonction du volume".

Si vous avez défini et connecté une imprimante, la courbe de titrage et le tableau des valeurs de mesure sont imprimés (voir pages suivantes). Pendant ce temps, le titrateur affiche le masque.

Il affiche ensuite les résultats pour le premier échantillon.

Pour voir le troisième résultat, pressez la touche ∇. Les formules **R1**, **R2** et **R3**, pour le calcul de ces **3** résultats, sont définies dans la méthode.

– Presser <F5> ou la touche Run.

- Enlever le récipient du premier échantillon.
- Rincer l'électrode, l'agitateur et le tuyau de titrage à l'eau déminéralisée.
- Préparer le deuxième échantillon et le fixer à la tête de titrage.
- Entrer **5.0** comme volume du deuxième échantillon.
- Presser <F5> ou la touche Run.

Ceci est l'injonction, ou la dernière occasion, de fixer le deuxième échantillon sur la tête de titrage.

– Presser <F5> ou la touche Run: le déroulement pour le deuxième et le troisième échantillon est le même que pour le premier.

Lorsque le troisième échantillon a été analysé et si vous avez défini et connecté une imprimante, cette dernière imprime

- les résultats des trois échantillons,
- le tableau des valeurs de mesure du troisième échantillon et
- la courbe potentiel-volume du troisième échantillon.

Dès que les données ont été transmises à l'imprimante, le titrateur affiche les résultats de tous les échantillons et le calcul statistique de la consommation de NaOH et de la teneur en HCl:

Liste des résultats		RUN
R3	= 3.675 g/L Acidité	Δ
Echantillon 3		
R1	= 4.979 mL Consommation	
R2	= 0.1006 mol/L Acidité	∇
		OK

Les touches à flèche vous permettent de consulter tous les résultats.

Vous pouvez ensuite presser <F5> ou la touche Run: le menu Analyse reste actif.

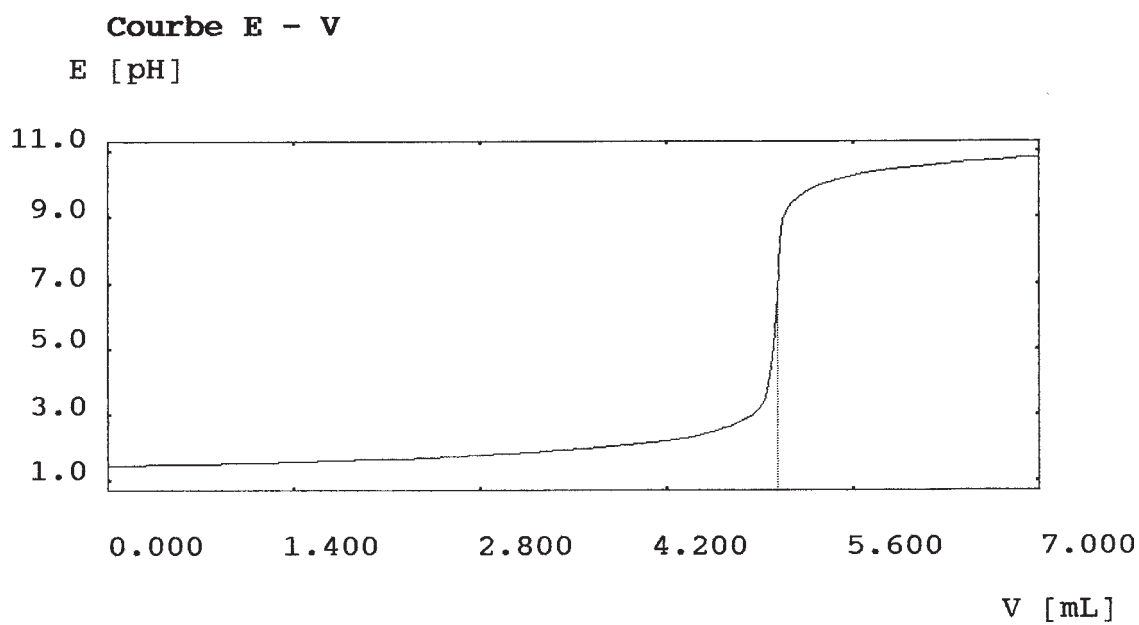
Compte rendu de tous les résultats des échantillons analysés

Méthode	90001 Teneur en acide	01-Jui-1995 12:00
Mesuré	18-Oct-1996 11:48	
Utilisateur	C. De Caro	
TOUS LES RESULTATS		
No.	ID	Quantité d'échant. et résultats
1	HCl	5.0 mL
		R1 = 4.993 mL Consommation
		R2 = 0.1009 mol/L Acidité
		R3 = 3.680 g/L Acidité
2	HCl	5.0 mL
		R1 = 4.987 mL Consommation
		R2 = 0.1008 mol/L Acidité
		R3 = 3.675 g/L Acidité
3	HCl	5.0 mL
		R1 = 4.979 mL Consommation
		R2 = 0.1006 mol/L Acidité
		R3 = 3.669 g/L Acidité
STATISTIQUE		
Nombre de résultats	R1	n = 3
Valeur moyennet		\bar{x} = 4.986 mL Consommation
Ecart type		s = 0.00738 mL Consommation
Ecart type relatif		srel = 0.148 %
STATISTIQUE		
Anzahl Resultate	R3	n = 3
Valeur moyenne		\bar{x} = 3.675 g/L Acidité
Ecart type		s = 0.00544 g/L Acidité
Ecart type relatif		srel = 0.148 %

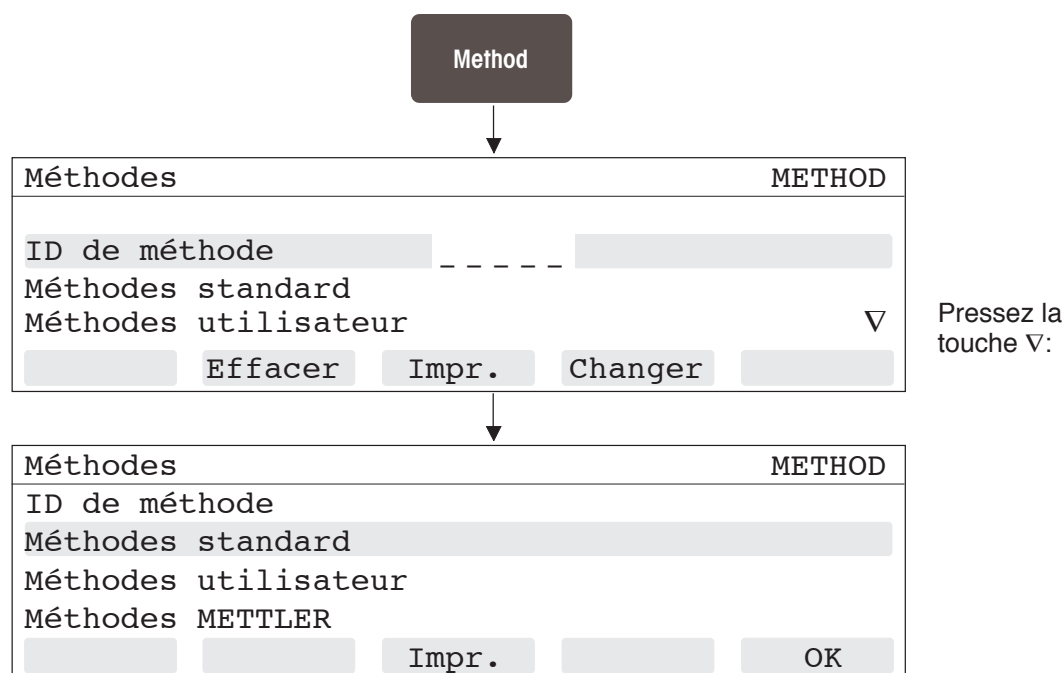
Compte rendu du tableau des valeurs de mesure du dernier échantillon analysé

Méthode		90001 Teneur en acide		01-Jui-1995 12:00		
Mesuré		18-Oct-1996 11:48				
Utilisateur		C. De Caro				
	Volume mL	Incrément mL	Signal pH	Variation pH	1re dérivée pH/mL	Temps min:s
ET1	0.0000		2.176			0:03
	1.1420	1.1420	2.236	0.059	0.052	0:10
	1.7130	0.5710	2.287	0.052	0.091	0:15
ET2	2.0000	0.2870	2.318	0.031	0.107	0:19
	2.2000	0.2000	2.345	0.026	0.132	0:23
	2.4000	0.2000	2.370	0.025	0.127	0:26
	2.6000	0.2000	2.399	0.029	0.143	0:30
	2.8000	0.2000	2.432	0.033	0.165	0:34
	3.0000	0.2000	2.467	0.035	0.176	0:38
	3.2000	0.2000	2.506	0.040	0.198	0:42
	3.4000	0.2000	2.554	0.047	0.237	0:47
	3.6000	0.2000	2.608	0.054	0.270	0:52
	3.8000	0.2000	2.672	0.065	0.325	0:57
	4.0000	0.2000	2.748	0.076	0.380	1:02
	4.2000	0.2000	2.843	0.095	0.473	1:08
	4.4000	0.2000	2.971	0.128	0.638	1:14
	4.5690	0.1690	3.121	0.151	0.892	1:21
	4.6870	0.1180	3.275	0.154	1.305	1:28
	4.7660	0.0790	3.426	0.151	1.908	1:34
	4.8200	0.0540	3.564	0.138	2.547	1:40
	4.8620	0.0420	3.722	0.158	3.772	1:46
	4.8890	0.0270	3.864	0.142	5.256	1:53
	4.9090	0.0200	3.982	0.118	5.886	1:59
	4.9290	0.0200	4.204	0.222	11.111	2:06
	4.9490	0.0200	4.711	0.507	25.358	2:15
	4.9690	0.0200	6.044	1.333	66.667	2:24
EQP1	4.9890	0.0200	8.753	2.708	135.423	2:47
	5.0090	0.0200	9.356	0.603	30.143	2:59
	5.0290	0.0200	9.581	0.226	11.276	3:07
	5.0490	0.0200	9.746	0.165	8.251	3:14
	5.0750	0.0260	9.911	0.165	6.347	3:21
	5.1050	0.0300	10.031	0.120	3.997	3:27
	5.1650	0.0600	10.208	0.177	2.952	3:34
	5.2360	0.0710	10.351	0.143	2.014	3:40
	5.3620	0.1260	10.525	0.174	1.380	3:47
	5.5440	0.1820	10.691	0.166	0.913	3:55
	5.7440	0.2000	10.820	0.129	0.644	4:01
	5.9440	0.2000	10.918	0.098	0.490	4:07
	6.1440	0.2000	10.998	0.080	0.402	4:13
	6.3440	0.2000	11.063	0.065	0.325	4:18
	6.5440	0.2000	11.120	0.057	0.286	4:23
	6.7440	0.2000	11.171	0.051	0.253	4:28
	6.9440	0.2000	11.216	0.045	0.226	4:32
	7.0000	0.0560	11.234	0.018	0.314	4:36

Compte rendu de la courbe de titrage



5. Le concept de méthode



A la livraison, le titrateur contient les méthodes METTLER et standard. Vous pouvez adapter les méthodes des deux groupes aux besoins de vos analyses. Les méthodes ainsi modifiées sont toujours mémorisées comme **méthodes utilisateur**.

Méthodes standard

Ces méthodes définies par nos soins ne peuvent pas être directement appelées pour une analyse.

- Il leur manque l'ID(identification) de méthode nécessaire au menu Analyse.
- Les paramètres de méthode ont des valeurs standard que vous devez changer en fonction de votre application.

– Confirmez "Méthodes standard" par OK:

Désignation de la méthode		METHOD
Méthodes standard		
Titration à point d'équiv.		
Titration à point final (EP)		
Titre par titrage EQP		
Esc	Impr.	Changer

Méthodes METTLER

Ces méthodes développées par nos soins pour certaines applications peuvent directement servir à effectuer les analyses correspondantes: vous pouvez appeler chaque méthode METTLER par son ID(identification) de méthode dans le menu Analyse, par exemple la méthode 90001 (voir chap. 4.2).

– Sélectionnez "Méthodes METTLER" à l'aide de la touche ∇ et pressez <F5>:

ID de méthode	Désignation de la méthode	METHOD
Méthodes METTLER		
90001	Teneur en acide	
90002	Calibrage électrode pH	
90003	Calibrage électrode F ⁻	∇
Esc	Impr.	Changer

Chaque méthode se compose de plusieurs étapes partielles que nous nommons **fonctions**. Ces fonctions sont effectuées successivement au cours d'une analyse (voir chap. 6.2 et 7.3). Chaque fonction se compose de **paramètres** qui définissent le rôle effectif de la fonction. Vous pouvez changer ces paramètres.

5.1 Méthodes METTLER

Le DL50 contient **4**, le DL53 **20**, le DL55 et DL58 **30** méthodes METTLER. Toutes les méthodes sont décrites dans la brochure "30 Selected Applications for METTLER TOLEDO Titrators DL50/DL53/DL55/DL58" jointe à l'appareil.

Méthodes METTLER		METHOD
90001	Teneur en acide	
90002	Calibrage électrode pH	
90003	Calibrage électrode F ⁻	▽
Esc		Impr. Changer

Imprimer: la méthode 90001 est imprimée avec ses fonctions et paramètres.

Changer: les fonctions de la méthode 90001 sont affichées.

Pressez <F1>, Esc: les groupes de méthodes sont de nouveau affichés.

5.2 Méthodes standard

21 méthodes standard sont mémorisées avec leur désignation dans chacun des quatre titrateurs. Le nombre et l'ordre de succession des fonctions de chaque méthode sont prédéfinis.

1	2	3
<p>Titration à point d'équiv.</p> <p>Désignation Echantillon Agiter Titration EQP Calcul Calcul Calcul Compte rendu</p>	<p>Titration à point final (EP)</p> <p>Désignation Echantillon Agiter Titration EP Calcul Calcul Calcul Compte rendu</p>	<p>Titre par titration EQP</p> <p>Désignation Echantillon Agiter Titration EQP Calcul Titre Compte rendu</p>
4	5	6
<p>Titre par titration EP</p> <p>Désignation Echantillon Agiter Titration EP Calcul Titre Compte rendu</p>	<p>Calibrage du capteur</p> <p>Désignation Echantillon Agiter Mesurer Calcul Calibrage Compte rendu</p>	<p>Mesure directe</p> <p>Désignation Echantillon Agiter Mesurer Calcul Calcul Compte rendu</p>

7

Titration en auto-étude

Désignation
Echantillon
Agiter
Titration en auto-étude
Calcul
Calcul
Calcul
Compte rendu

8

Régulation du pH

Désignation
Echantillon
Agiter
pH/mV-Stat
Calcul
Calcul
Calcul
Compte rendu

9

Titration à blanc (EQP)

Désignation
Echantillon
Agiter
Titration EQP
Calcul
Calcul
Valeur auxiliaire
Compte rendu

10

Titration à blanc (EP)

Désignation
Echantillon
Agiter
Titration EP
Calcul
Calcul
Valeur auxiliaire
Compte rendu

11

Titration à 2 fonctions EQP

Désignation
Echantillon
Doser
Agiter
Titration EQP
Calcul
Calcul
Compte rendu
Doser
Agiter
Titration EQP
Calcul
Calcul
Compte rendu

12

Titration à 2 fonctions EP

Désignation
Echantillon
Doser
Agiter
Titration EP
Calcul
Calcul
Compte rendu
Doser
Agiter
Titration EP
Calcul
Calcul
Compte rendu

13

Titration EQP avec dosage

Désignation
Echantillon
Doser
Agiter
Titration EQP
Calcul
Calcul
Calcul
Compte rendu

14

Titration EP avec dosage

Désignation
Echantillon
Doser
Agiter
Titration EP
Calcul
Calcul
Calcul
Compte rendu

15

Titration combinée EP/EQP

Désignation
Echantillon
Agiter
Titration EP
Calcul
Calcul
Compte rendu
Titration EQP
Calcul
Calcul
Compte rendu

16

<p>Titration EQP (Ipol/Upol) Désignation Echantillon Agiter Titration EQP (Ipol/Upol) Calcul Calcul Calcul Compte rendu</p>
--

17

<p>Titre (EQP Ipol/Upol) Désignation Echantillon Agiter Titration EQP (Ipol/Upol) Calcul Titre Compte rendu</p>

18

<p>Val. blanc (EQP Ipol/Upol) Désignation Echantillon Agiter Titration EQP (Ipol/Upol) Calcul Calcul Valeur auxiliaire Compte rendu</p>
--

19

<p>Titration EP (Ipol/Upol) Désignation Echantillon Agiter Titration EP (Ipol/Upol) Calcul Calcul Calcul Compte rendu</p>
--

20

<p>Titre (EP Ipol/Upol) Désignation Echantillon Agiter Titration EP (Ipol/Upol) Calcul Titre Compte rendu</p>

21

<p>Val. blanc (EP Ipol/Upol) Désignation Echantillon Agiter Titration EP (Ipol/Upol) Calcul Calcul Valeur auxiliaire Compte rendu</p>
--

Remarque: vous ne pouvez effectuer les méthodes standard 16 à 21 que si vous avez installé une carte KF (voir chap. 10.5 du manuel de référence).

Exemples d'utilisation des méthodes standard

1	Titration à point d'équivalence (EQP)	Pour titrages à point d'équivalence, par exemple: titrages acide/base, redox, argentométriques et complexométriques
2	Titration à point final (EP)	Pour titrages à point final, par exemple: titrages acide/base
3	Titre par titration EQP	Détermination du titre par titration à point d'équivalence, par exemple: titrages acide/base, redox, argentométriques et complexométriques
4	Titre par titration EP	Détermination du titre par titration à point final
5	Calibration du capteur	Calibration d'électrodes de pH et d'électrodes spécifiques
6	Mesure directe	Mesure de la concentration d'ions par des électrodes spécifiques
7	Titration en auto-étude	(voir chap. 3.3.8 du manuel de référence)

8	Régulation du pH	Régulation de pH ou mV, par exemple: cinétique de solubilisation et enzymatique
9	Titration à blanc (EQP)	Déterminations de valeurs à blanc par titration à point d'équivalence, par exemple: valeur à blanc d'un solvant
10	Titration à blanc (EP)	Déterminations de valeurs à blanc par titration à point final, par exemple: titrages TAN/TBN, solutions de polymères
11	Titration à 2 fonctions EQP	Deux titrages à point d'équivalence sur le même échantillon, par exemple: mélange d'acides (HCl/H ₃ BO ₃)
12	Titration à 2 fonctions EP	Deux titrages à point final, par exemple: nombre de lactone et de formol
13	Titration EQP avec dosage	Titration à point d'équivalence avec dosage préalable d'un réactif pour effectuer un titrage en retour, par exemple: titrages iodométriques avec le thiosulfate de sodium (dosage de solution de KI), détermination photométrique de la dureté de l'eau (dosage du tampon borate)
14	Titration EP avec dosage	Titration à point final avec dosage préalable d'un réactif pour effectuer un titrage en retour, par exemple: détermination du carbonate
15	Titration combiné EP/EQP	Titration à point d'équivalence avec ajustement préalable de la valeur du pH ou mV, par exemple: détermination du calcium dans l'eau (solution ajustée à pH12)
16	Titration EQP (Ipol/Upol)	Détermination de la vitamine C dans les denrées alimentaires et les boissons (avec indication voltamétrique ou ampérométrique)
17	Titre par titration EQP (Ipol/Upol)	Détermination du titre du DPI (2,6-dichlorophénol-indophénol)
18	Titration à blanc (EQP Ipol/Upol)	Détermination de la valeur à blanc par titration à point d'équivalence, par exemple valeur à blanc d'un solvant
19	Titration EP (Ipol/Upol)	Nombre de brome des huiles minérales; taux de SO ₂ dans le vin; titration Karl-Fischer
20	Titre par titration EP (Ipol/Upol)	Détermination du titre de la solution I ₂ et du réactif Karl-Fischer
21	Titration à blanc (EP Ipol/Upol)	Détermination de la valeur à blanc du solvant pour le nombre de brome; détermination de la dérive pour titration Karl-Fischer

5.3 Etablir une méthode

Les méthodes METTLER et les méthodes standard sont construites à partir des 16 fonctions énumérées. Une méthode donnée ne nécessite pas forcément toutes les fonctions, certaines fonctions peuvent être présentes plusieurs fois.

Désignation	_____	identifie la méthode
Echantillon	_____	définie les données pour la détermination de l'échantillon
Agiter	_____	agite à vitesse définie pendant une durée déterminée
Mesurer	_____	mesure le potentiel d'une solution
Doser	_____	dose un volume défini d'un réactif
Titrage EQP	_____	titre jusqu'au point d'équivalence
Titrage EP	_____	titre jusqu'au point final
Titrage en auto-étude	___	trouve les paramètres pour un titrage à point d'équivalence
Titrage EQP (Ipol/Upol)	__	titre jusqu'au point d'équivalence par électrodes polarisées
Titrage EP (Ipol/Upol)	_ _	titre jusqu'au point final par électrodes polarisées
pH/mV-Stat	_____	maintient un potentiel constant (régulation de pH)
Calcul	_____	calcule les résultats des échantillons analysés
Calibrer	_____	calibre une électrode et calcule les données de calibrage
Titre	_____	attribue le résultat d'une détermination du titre au réactif
Valeur auxiliaire	_____	attribue le résultat d'un titrage à une valeur qui peut être utilisée pour les calcul
Compte rendu	_____	définie l'impression de résultats, tableaux et courbes

Méthodes standard

Vous pouvez changer les paramètres de toutes les fonctions d'une méthode standard. Il faut par exemple toujours changer les paramètres de la fonction *Echantillon* tandis que ceux des fonctions *Titrage EQP/EP* conviennent pour de nombreuses analyses.

Pour mémoriser la méthode vous devez lui **donner une identification** sous la fonction *Désignation*.

La méthode figure alors en mémoire comme méthode utilisateur. Vous en trouverez un exemple au chap. 7.2.1: "*Changer une méthode standard*".

Méthodes METTLER

Vous pouvez changer les paramètres de toutes les fonctions. Pour mémoriser la méthode vous devez **changer l'identification** sous la fonction *Désignation*.

La méthode figure alors en mémoire comme méthode utilisateur.

6. Comment calibrer une électrode de pH

Vous pouvez effectuer le calibrage à l'aide de la méthode METTLER 90002. Trois solutions tampons METTLER TOLEDO (pH: 4.01, 7.00 und 10.00) sont définies dans cette méthode. Si vous disposez d'autres tampons, vous devez changer le type de tampon et les valeurs de pH (voir chap. 3.3.13 du manuel de référence).

6.1 Zéro et pente

Les paramètres de calibrage d'une électrode de pH sont le point zéro pH_0 (valeur du pH pour un potentiel de 0 mV) et la pente.

Les valeurs théoriques d'une électrode de pH sont mémorisées dans le titrateur:

- zéro = 7.0 [pH] et
- pente = -59.16 [mV/pH].

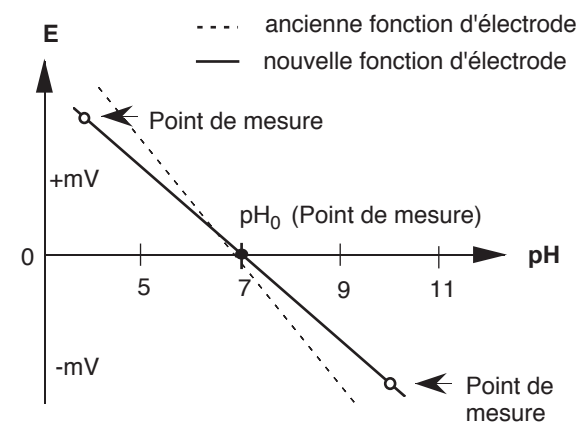
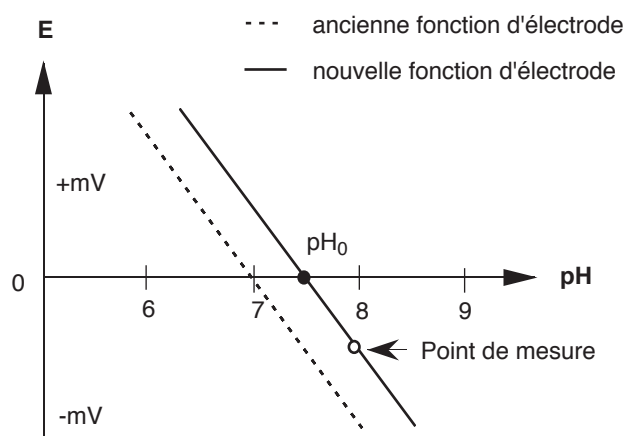
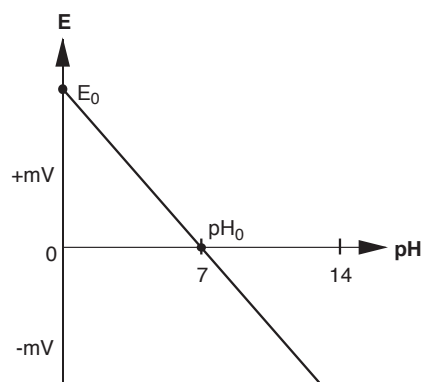
Le calibrage sert à obtenir des valeurs correctes pour votre électrode. Les valeurs théoriques sont alors automatiquement écrasées par les données de calibrage calculées à partir de la mesure.

Si vous n'utilisez qu'une solution tampon pour le calibrage, seul le point zéro sera recalculé.

En cas de calibrage à deux ou plusieurs points, le titrateur calcule le zéro et la pente par la méthode de régression linéaire.

Remarque

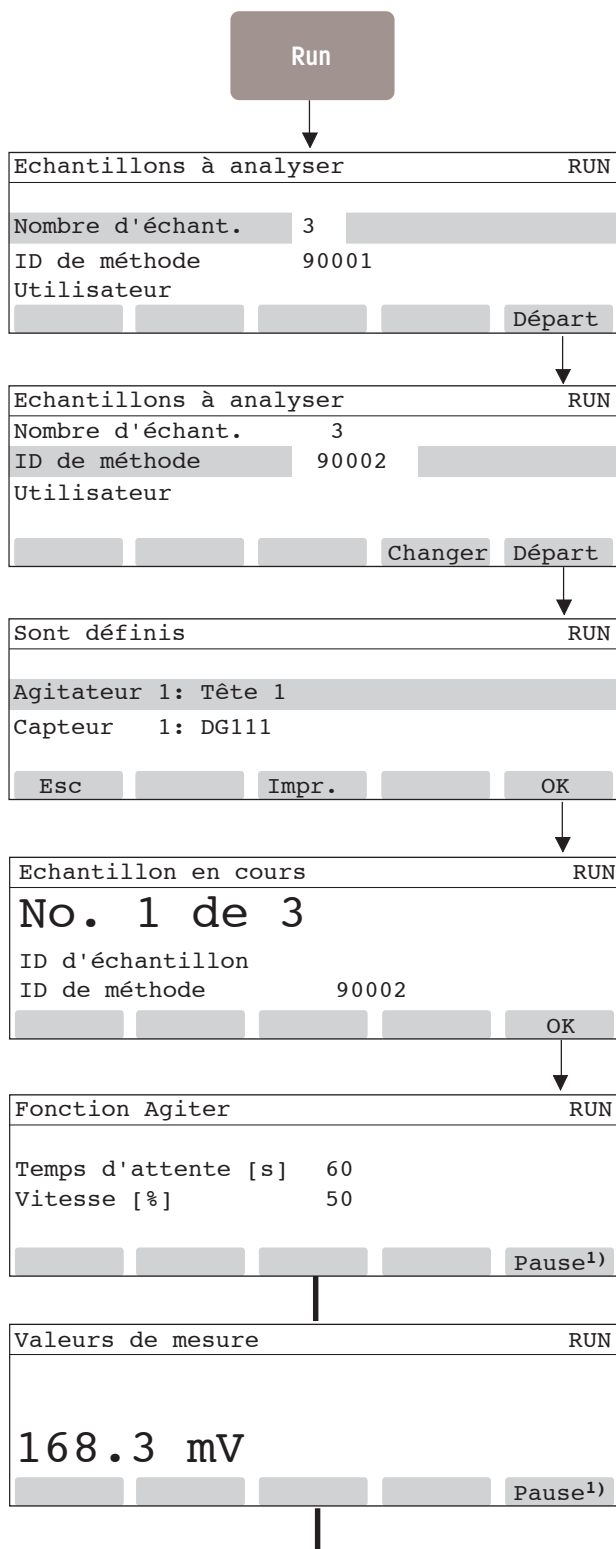
La pente d'une électrode dépend de la température. Le déroulement ci-après ne tient pas compte de la température. Voir chap. 3.3.13 du manuel de référence.



6.2 Calibrer

– Préparer trois récipients de titrage et les solutions tampons.

L'électrode de pH doit être connectée à l'entrée "Capteur 1", et l'agitateur à la sortie "Agitateur 1".



– Entrer **3** pour le nombre d'échantillons (3 solutions tampons).

– Presser la touche ∇.

– Entrer l'identification de méthode **90002** et presser <F5> ou la touche Run, ou

– presser la touche ∇ pour entrer votre nom (si un clavier est raccordé)

Vérifiez sur ce masque si

- l'agitateur de la tête de titrage "Tête 1" est connecté à la sortie "Agitateur 1"
- une électrode de pH est connectée à l'entrée "Capteur 1" (DG111 est l'électrode de pH METTLER TOLEDO; vous pouvez changer son nom, voir chap. 2.2 du mode d'emploi).

– Presser <F5> ou la touche Run.

– Verser **50 mL** de solution tampon "**pH 4.01**" dans un récipient de titrage et le fixer sur la tête de titrage.

– Presser <F5> ou la touche Run.

Le titrateur effectue la fonction **Agiter**: il agite la solution pendant 60 secondes et conditionne ainsi l'électrode (le temps à courir est affiché).

¹⁾ n'apparaît que sur le DL55/DL58 et signifie que vous pouvez interrompre la mesure par <F5>.

Le titrateur effectue la fonction **Mesurer** et affiche la valeur de potentiel de la solution tampon. Il saisit la valeur mesurée dès qu'elle est stable.

Liste des résultats	RUN
Méthode: 90002	
Echantillon 1	
R1 = 168.142 mV	
	OK

Echantillon en cours	RUN
No. 2 de 3	
ID d'échantillon	
ID de méthode 90002	
	OK

Fonction Agiter	RUN
-----------------	-----

Valeurs de mesure	RUN
-9.2 mV	
	Pause ¹⁾

Liste des résultats	RUN
R1 = 168.142 mV	Δ
Echantillon 2	
R1 = -9.370	
	OK

Echantillon en cours	RUN
No. 3 de 3	
ID d'échantillon	
ID de méthode 90002	
	OK

Fonction Agiter	RUN
-----------------	-----

Valeurs de mesure	RUN
-185.3 mV	

Liste des résultats	RUN
R1 = -9.370 mV	Δ
Echantillon 3	
R1 = -185.913 mV	∇
	OK

Le titrateur affiche le potentiel mesuré de la première solution tampon comme résultat.

- Presser <F5> ou la touche Run.
- Enlever le récipient de titrage.
- Rincer l'électrode et l'agitateur à l'eau déminéralisée.
- Verser **50 mL** de solution tampon "**pH 7.00**" dans un récipient de titrage et le fixer sur la tête de titrage.
- Presser <F5> ou la touche Run.

Le titrateur affiche de nouveau la fonction Agiter, puis la fonction **Mesurer**. Il saisit la valeur mesurée dès qu'elle est stable.

Le titrateur affiche le potentiel mesuré de la seconde solution tampon en plus du résultat de la première mesure. (Le chiffre 1 du résultat **R** est un indice qui renvoie au nombre de fonctions Calcul).

- Presser <F5> ou la touche Run.
- Enlever le récipient de titrage.
- Rincer l'électrode à l'eau déminéralisée.
- Verser **50 mL** de solution tampon "**pH 10.00**" dans un récipient de titrage et le fixer sur la tête de titrage.
- Presser <F5> ou la touche Run.

Le titrateur affiche de nouveau la fonction Agiter, puis la fonction **Mesurer**. Il saisit la valeur mesurée dès qu'elle est stable.

Si vous avez défini et connecté une imprimante, le titrateur imprime les résultats avant d'afficher la liste des résultats avec les trois valeurs de mesure. Pendant ce temps il affiche "Le périph. établit compte rendu".

En faisant défiler les lignes par la touche ∇, vous faites apparaître les données de calibrage calculées (voir page suivante).

Liste des résultats		RUN
R1	= -185.913 mV	Δ
pH0 = 6.850		
S	= -59.11 mV/pH	
OK		

Les deux valeurs, le zéro et la pente, sont mémorisées comme paramètres de l'électrode de pH "DG111", c'est-à-dire, les anciennes valeurs sont automatiquement écrasées (voir chap. 2.2 du manuel de référence).

Méthode	90002	Calibrage électrode pH	
	Version	01-Jui-1995	12:00
Désignation			
ID de méthode	90002	
Désig.		
Calibrage électrode pH			
Date/heure	01-Jui-1995	
Echantillon			
ID d'échantillon		
Mode d'entrée	Volume fixe	
Volume [mL]	50.0	
Masse molaire M	100	
Nombre d'équivalents z	1	
Tête de titrage	Tête 1	
Capteur de température	Manuelle	
Agiter			
Vitesse [%]	50	
Temps [s]	60	
Mesurer			
Capteur	DG111	
Unité de mesure	mV	
ΔE [mV]	0.5	
Δt [s]	1.0	
Mode t(min)	Fixe	
t(min) [s]	3.0	
t(max) [s]	30.0	
Calcul			
Formule	R1=E	
Constante		
Nombre de décimales	3	
Unité de résultat	mV	
Nom du résultat		
Statistique	Non	
Calibrage			
Capteur	DG111	
Type de tampon	pH (METTLER TOLEDO)	
Tampon 1	pH 4.01	
Tampon 2	pH 7.00	
Tampon 3	pH 10.00	
Tampon 4	pH 2.00	
Tampon 5	pH 2.00	
Tampon 6	pH 2.00	
Tampon 7	pH 2.00	
Tampon 8	pH 2.00	
Résultat R	1	
Pente minimale [mV/unité]	-55.0	
Pente maximale [mV/unité]	-65.0	
Compte rendu			
Périphériques	Imprimante	
Résultats	Non	
Tous les résultats	Oui	
Résultats bruts	Non	
Tabl. des valeurs de mesure	Non	
Données échantillon	Non	
Courbe E - V	Non	
etc.			

Fonction **Echantillon**: pour le calibrage seuls les paramètres "Tête de titrage" et "Capteur de température" sont significatifs (voir chap. 3.3.2 du manuel de référence). L'indication de volume a seulement une valeur informative et signifie: utiliser environ 50 mL de solution tampon.

La vitesse et la durée d'agitation nécessaires pour conditionner l'électrode sont définies.

Les paramètres de la fonction **Mesurer** déterminent la saisie du potentiel d'électrode mesuré. Cette valeur de mesure est désignée par **E**.

Fonction **Calcul**: le résultat est le potentiel **E** mesuré de la solution tampon. Les trois valeurs de mesure sont alors mémorisées.

Fonction **Calibrage**: les trois valeurs de mesure de la fonction **Mesurer** sont affectées aux concentrations standard des trois solutions tampons, le zéro et la pente sont calculés par régression linéaire.

Dans la fonction **Compte rendu** seule l'option "Tous les résultats" est définie.

7. Comment déterminer le titre d'une solution de NaOH

A l'aide de la méthode standard "Titre par titrage EQP" (EQP pour point d'équivalence) vous pouvez déterminer le titre d'une solution de soude ayant une concentration de 0,1 mol/L, sans changer les paramètres prédéfinis. Vous devez toutefois donner une identification à la méthode pour pouvoir l'appeler dans le menu Analyse (voir chap. 5).

7.1 Titre t

Le titre d'un réactif est le rapport de la concentration (valeur effective) à la concentration voulue (valeur de consigne).

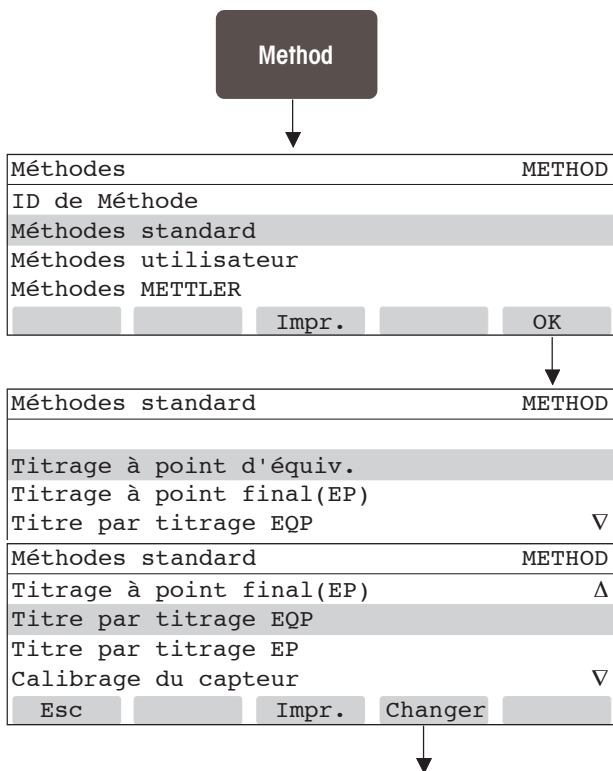
$$t = \frac{C_{\text{effectif}}}{C_{\text{de consigne}}}$$

Si vous préparez, par exemple par dilution, une solution de soude devant avoir une concentration de 0,1 mol/L, vous n'obtiendrez pas la précision nécessaire à des déterminations correctes de la teneur. C'est la raison pour laquelle vous déterminez la concentration effective à l'aide de substances étalons.

La valeur standard **1.0** est inscrite dans la mémoire du titrateur. Après la détermination, elle est écrasée automatiquement par la nouvelle valeur (voir chap. 2.1 du manuel de référence).

7.2 Préparatifs

7.2.1 Changer la méthode standard



Vous avez pressé la touche ∇ pour sélectionner "Méthodes standard".

– Presser <F5>.

Les méthodes standard sont affichées.

– Sélectionner "Titre par titrage EQP" par la touche ∇ et presser <F4>.

Méthode:	METHOD
Désignation	
Echantillon	
Agiter	
Esc	Changer OK

Les fonctions de la méthode sont affichées.

– Presser <F4>.

Désignation	METHOD
ID de méthode	
Désig. Titre par titrage EQP	
Date/heure 01-07-1995 12:00	
Esc	OK

Les paramètres de la fonction **Désignation** sont affichés.

– Entrer un chiffre pour l'identification, par exemple **3**, et confirmer par OK.

Méthode: 3	METHOD
Désignation	
Echantillon	
Agiter	
Esc	Changer OK

Le titrateur affiche de nouveau la liste des fonctions, cette fois avec l'identification **3** de la méthode.

– Presser <F5>.

Méthodes	METHOD
ID de méthode 3	
Méthodes standard	
Méthodes utilisateur	
Effacer	Impr. Changer

La méthode **3** est maintenant mémorisée comme méthode utilisateur. (Vous pouvez sélectionner *Méthodes utilisateur*, afin de vous assurer qu'elle est bien mémorisée dans ce groupe sous la désignation "Titre par titrage EQP").

7.2.2 Réactif et substance étalon

- Fixer un récipient vide à la tête de titrage et engager le tuyau de titrage de la soude dans un des orifices de la tête de titrage.
- Rincer les tuyaux pour chasser les bulles d'air, puis enlever le récipient.

Une électrode de pH doit être connectée à l'entrée "Capteur 1", l'agitateur doit être connecté à la sortie "Agitateur 1".

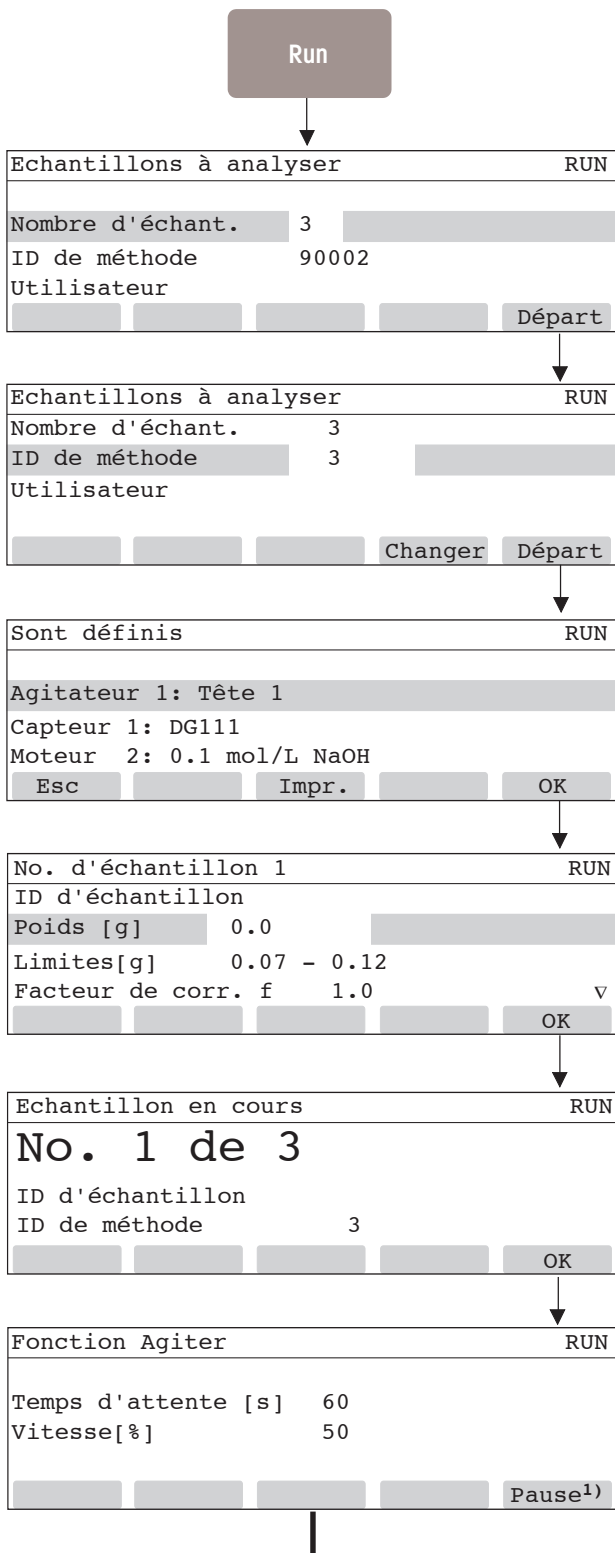
- Engager l'électrode dans l'orifice de la tête de titrage, en face du tuyau de titrage.

Pour déterminer le titre de la solution de soude, on utilise comme substance étalon du **potassium hydrogénophthalate** (KHP).

- Préparer trois récipients de titrage en verre et peser dans chacun une quantité de KHP comprise entre **0,07** et **0,12 g**. Noter le poids de chaque échantillon. (Nous recommandons des récipients en verre pour éviter les erreurs de pesage dues à l'électricité statique).
- Ajouter environ 50 mL d'eau déminéralisée et fixer le premier récipient sur la tête de titrage.

Remarque: si vous avez défini et connecté une balance, le titrateur reprend automatiquement à partir de la balance le poids de chaque échantillon (voir chap. 2.7.2 et 4.2 du manuel de référence).

7.3 Déterminer le titre



- Entrer **3** pour le nombre d'échantillons.
- Presser la touche ∇.

- Entrer **3** pour l'identification de méthode et presser <F5> ou la touche Run, ou
- presser la touche ∇ pour entrer votre nom (si un clavier est raccordé).

Vérifier sur ce masque si les affectations pour l'agitateur, l'électrode et la solution de soude sont correctes.

- Presser <F5> ou la touche Run.

- Entrer le poids du premier échantillon, par exemple **0.08451**.

- Presser <F5> ou la touche Run.

Ceci est l'injonction, ou la dernière occasion, de fixer le premier des trois échantillons sur la tête de titrage.

- Presser <F5> ou la touche Run.

L'agitateur tourne pendant 60 secondes pour dissoudre le KHP.

1) n'apparaît que sur le DL55 et le DL58 et signifie que vous pouvez interrompre le titrage par <F5>.

Valeurs de mesure	RUN
0.000 mL	
160.6 mV	
Tableau	Courbe Pause ¹⁾

Liste des résultats	RUN
Méthode: 3	
Echantillon 1	
R1 = 1.0037	
	OK

No. d'échantillon 2	RUN
ID d'échantillon	
Poids [g] 0.0	
Limites [g] 0.07 - 0.12	
Facteur de corr. f 1.0	∇
	OK

Echantillon en cours	RUN
No. 2 de 3	
ID d'échantillon	
ID de méthode 3	
	OK

Fonction Compte rendu	RUN
Le périph. établit compte rendu	

Liste des résultats	RUN
R1 = 1.0053	Δ
Echantillon 3	
R1 = 1.0044	

Liste des résultats	RUN
R1 n = 3	Δ
\bar{x} = 1.0045	
s = 0.00081	
srel = 0.080 %	∇

Liste des résultats	RUN
srel = 0.080 %	Δ
0.1 mol/L NaOH	
t = 1.00448	
	OK

Le titrateur effectue la fonction **Titration EQP**:

- il prédose **2,5 mL** en 3 étapes
- et termine le titrage lorsqu'il a trouvé un point d'équivalence.

Si vous pressez <F2> il affiche le tableau des valeurs de mesure, si vous pressez <F4> il affiche la courbe de titrage "Potentiel en fonction du volume".

Le titrateur affiche le résultat du premier échantillon.

– Presser <F5> ou la touche Run.

– Enlever le récipient du premier échantillon.

– Rincer l'électrode, l'agitateur et le tuyau de titrage à l'eau déminéralisée.

– Fixer le récipient contenant le second échantillon à la tête de titrage.

– Entrer le poids du second échantillon, par exemple **0.08893**.

– Presser <F5> ou la touche Run.

Ceci est l'injonction, ou la dernière occasion, de fixer le second échantillon sur la tête de titrage.

Presser <F5> ou la touche Run: le titrateur affiche de nouveau la fonction Agiter, etc.

Lorsque le troisième échantillon est également analysé et si vous avez défini et connecté une imprimante, elle imprime les résultats des trois échantillons et les données statistiques pour le titre. Pendant ce temps, le titrateur affiche ce masque.

Puis il affiche la liste des résultats et le titre du troisième échantillon.

En faisant défiler les lignes par la touche ∇, vous faites apparaître les données statistiques: moyenne, écart type et écart type relatif.

En poursuivant le défilement vous faites apparaître le titre qui sera mémorisé comme paramètre du réactif NaOH (c = 0,1 mol/L), voir chap. 2.1 du manuel de référence.

Méthode	3	Titre par titrage EQP	
	Version	23-Oct-1996	13:30
Désignation			
ID de méthode.....	3		
Désignation.....	Titre par titrage EQP		
Date/heure.....	13-Jui-1995		
Echantillon			
ID d'échantillon.....			
Mode d'entrée.....	Poids		
Limite inférieure [g].....	0.07		
Limite supérieure [g].....	0.12		
Masse molaire M.....	204.23		
Nombre d'équivalents z.....	1		
Tête de titrage.....	Tête 1		
Capteur de température.....	Manuelle		
Agiter			
Vitesse[%].....	50		
Temps[s].....	60		
Titration EQP			
Réactif/Capteur			
Réactif.....	NaOH		
Concentration [mol/L].....	0.1		
Capteur.....	DG111		
Unité de mesure.....	mV		
Prédosage..... en fonction du volume			
Volume [mL].....	2.5		
Temps d'attente [s].....	0		
Addition de réactif..... Dynamique			
ΔE (cons) [mV].....	8.0		
ΔV (min) [mL].....	0.02		
ΔV (max) [mL].....	0.2		
Mode de mesure..... Contrôle par l'équilibre			
ΔE [mV].....	0.5		
Δt [s].....	1.0		
t(min) [s].....	3.0		
t(max) [s].....	30.0		
Détection			
Seuil.....	500.0		
Saut le plus raide.....	Non		
Domaine.....	Non		
Tendance.....	Néant		
Arrêt			
f (volume maximal) [mL].....	10.0		
en fonction du potentiel.....	Non		
en fonction de la pente.....	Non		
après nombre d'EQP.....	Oui		
n =.....	1		
conditions d'arrêt combinées.....	Non		
Exploitation.....			
Procédé.....	Standard		
Potentiel 1.....	Non		
Potentiel 2.....	Non		
Arrêt pour nouvelle expl.....	Non		
Calcul			
Formule.....	$R=m/(VEQ*c*C)$		
Constante.....	$C=M/(1000*z)$		
Nombre de décimales.....	4		
Unité de résultat.....			
Nom du résultat.....	Titre		
Statistique.....	Oui		
Titre			
Réactif.....	NaOH		
Concentration [mol/L].....	0.1		
Formule t =.....	\bar{x}		
Compte rendu			
Périphériques.....	Imprimante		
Résultats.....	Non		
Tous les résultats.....	Oui		
etc.			

Fonction **Echantillon**: les poids limites d'échantillon sont définies en fonction du volume maximal de la fonction Titration. La masse molaire du potassium hydrogénophthalate et son nombre d'équivalents sont nécessaires à la fonction Calcul.

Vitesse et durée d'agitation sont définies pour permettre la dissolution du potassium hydrogénophthalate.

La fonction **Titration EQP** (titration à point d'équivalence) réunit tous les paramètres indispensables au titrage.

La quantité de KHP doit par exemple être comprise entre les limites définies dans la fonction **Echantillon**. Si elle était trop petite, le point d'équivalence pourrait se trouver dans le domaine du volume **prédosé**, de **2,5 mL**, et ne serait donc pas exploité. Si elle était trop grande, il faudrait plus de **10 mL** pour trouver le point d'équivalence. Or le titrage s'arrête à ce **volume maximal**.

Le résultat est calculé à partir de la consommation de NaOH en mL (VEQ), de sa concentration c et de la masse molaire M du potassium dihydrogénophthalate.

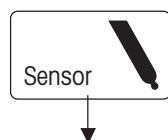
La fonction **Titre** attribue la valeur moyenne \bar{x} calculée du titre à NaOH: l'ancienne valeur est automatiquement écrasée.

Dans la fonction **Compte rendu** est définie l'option "Tous les résultats".

8. Comment mesurer le pH d'une solution

Vous pouvez effectuer la mesure du pH à l'aide de la fonction auxiliaire "Mesurer le potentiel". L'électrode doit être connectée à l'entrée "Capteur 1" et l'agitateur à la sortie "Agitateur 1".

– Fixer le récipient sur la tête de titrage et plonger une électrode de pH dans la solution.



Capteur	SENSOR
Mesurer le potentiel	
Mesurer la température	
Calibrer les capteurs de temp.	
	OK

– Confirmer cette injonction par OK.

Mesurer le potentiel		SENSOR
Capteur	DG111	
Unité de mesure	pH	
Tête de titrage	Tête 1	∇
Esc	Changer	Départ

Le titrateur affiche les paramètres de cette fonction auxiliaire.

– Presser <F5>.

Le titrateur mesure la solution et affiche la valeur du pH (voir le dernier masque de cette page).

Liste des capteurs		SENSOR
DG111	pH	
DG101	pH	
DG113	mV	∇
Esc		OK

S'il affiche une autre électrode ou unité de mesure, vous devez les changer:

– Presser <F4>.

Cette liste contient tous les capteurs définis dans le menu Setup. Comme le calibrage a été effectué avec l'électrode DG111 (voir chap. 6), ses données de calibrage sont en mémoire, autrement dit, la valeur de pH obtenue est correcte.

– Presser <F5>.

Mesurer le potentiel		SENSOR
Capteur	DG111	
Unité de mesure	pH	
Tête de titrage	Tête 1	∇
Esc	Changer	Départ

L'unité de mesure définie est sélectionnée en même temps que le capteur.

– Presser <F5>.

Valeurs de mesure		SENSOR
3.183 pH		
		Stop

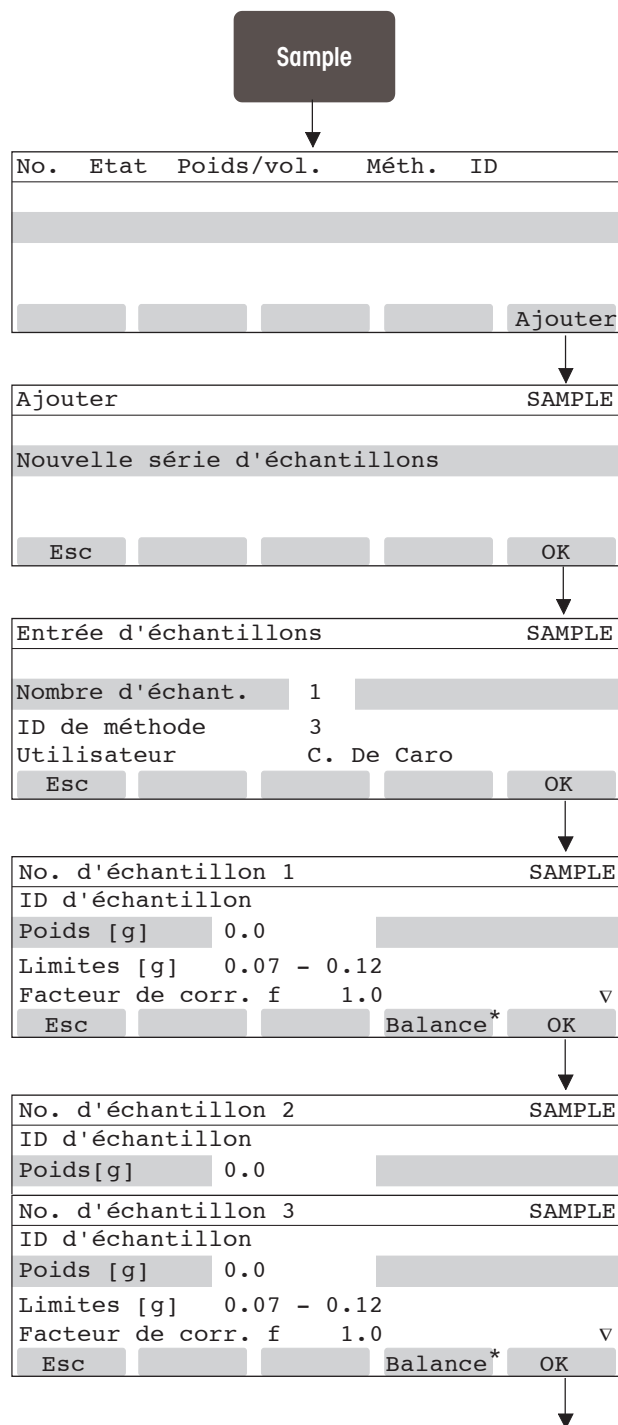
Le titrateur mesure la solution et affiche la valeur du pH.

– Presser <F5> pour arrêter la mesure: le masque "Mesurer le potentiel" est de nouveau affiché.

Les autres paramètres de cette fonction auxiliaire sont expliqués au chap. 6.1 du manuel de référence.

9. Mémoriser les données échantillon

Dans le menu Sample vous pouvez entrer le poids ou volume de tous les échantillons d'une série avant le départ d'une analyse. Le titrateur analyse alors un échantillon après l'autre sans que vous deviez entrer les données pour chaque échantillon (voir l'exemple de la détermination du titre au chap. 7.3). Vous pouvez entrer les données de 60 échantillons au maximum; elles restent mémorisées même si vous arrêtez le titrateur.



Le titrateur affiche la liste des données échantillon vide.

– Presser <F5>.

– Presser <F5>.

Entrer le nombre d'échantillons, par exemple **3**. La dernière méthode effectuée est celle de détermination du titre portant l'identification **3** (exemple du chap. 7.3). La méthode et votre nom sont mémorisée comme proposition pour l'analyse suivante.

– Presser <F5>.

Le titrateur affiche le masque des données échantillon.

– Entrer le poids du premier échantillon, par exemple **0.08451**.

* apparaît si vous avez défini une balance (voir chap. 2.7.2 et 4.2 du mode d'emploi).

– Presser <F5>.

Le titrateur affiche le masque des données échantillon pour le second puis le troisième échantillon.

– Entrer à chaque fois le poids et confirmer par OK (presser <F5>).

No.	Etat	Poids/vol.	Méth.	ID
2	prêt	0.08893	3	Δ
3	prêt	0.08124	3	

Le titrateur affiche de nouveau la liste des données échantillon: les échantillons sont **prêts** dans la mémoire des données échantillon!

Vous pouvez encore ajouter des échantillons à cette liste, changer les entrées de chaque échantillon, imprimer toutes les données et effacer chaque échantillon.

Pour les explications détaillées concernant le menu Sample voir le chap. 4 du manuel de référence.

Si vous pressez maintenant la touche Run pour titrer les échantillons:

Echantillons à analyser RUN

3 échant., Méthode 3

Le titrateur affiche le nombre d'échantillons et la méthode. Vous pouvez encore les effacer à cet endroit.

Sont définis RUN

Agitateur 1: Tête 1

Capteur 1: DG111

Moteur 2: 0.1 mol/L NaOH

Plus loin dans le déroulement, le titrateur n'affiche plus ce masque servant à entrer le poids d'échantillon (voir déroulement de la détermination du titre au chap. 7.3).

Echantillon en cours RUN

No. 1 de 3

ID d'échantillon

ID de méthode 3

**Pour assurer l'avenir de vos produits METTLER TOLEDO:
Le service après-vente METTLER TOLEDO vous garantit pendant des années
leur qualité, leur précision de mesure et le maintien de leur valeur.
Demandez-nous notre documentation sur les excellentes prestations pro-
posées par le service après-vente METTLER TOLEDO. Merci.**

Imprimé sur papier 100% exempt de chlore, par souci d'écologie.



P51709618

Sous réserve de modifications techniques
et de disponibilité des accessoires.

© Mettler-Toledo GmbH 1997, 1999, 2004 ME-51709618C Printed in Switzerland 0408/10.13

Mettler-Toledo GmbH, Analytical, Sonnenbergstrasse 74, CH-8603 Schwerzenbach, Tel. (01) 806 77 11, Fax (01) 806 73 50,
Internet: <http://www.mt.com>