

Coulometer WTD s modulem KOH

Uživatelská příručka

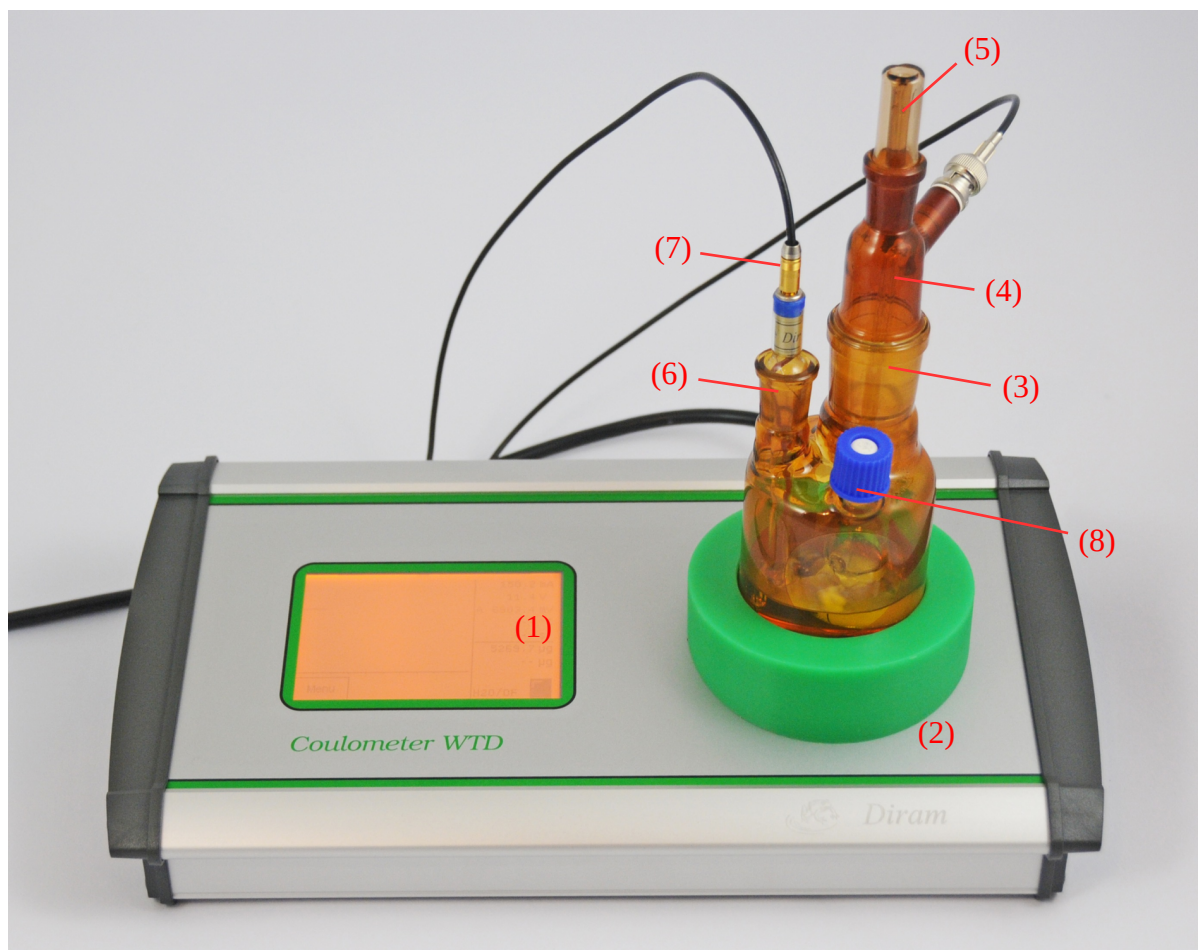
Obsah

1. Coulometer WTD.....	3
1.1. Popis.....	3
1.2. Obsah dodávky.....	4
1.3. Technická specifikace.....	4
1.4. Moduly.....	5
1.4.1. Popis modulu Coulometer KOH.....	6
1.4.2. Technická specifikace modulu Coulometer KOH.....	6
2. Stanovení vody.....	7
2.1. Stanovení vody podle K. Fischera.....	7
2.2. Titrační nádobka.....	7
2.3. Příprava titrační nádobky.....	8
2.3.1. Nádobka s elektrodami oddělenými diafragmou.....	8
2.3.2. Nádobka s elektrodami bez diafragmy.....	9
2.4. Vyčerpání kapacity titračního roztoku.....	9
2.5. Parametry stanovení vody přístrojem Coulometer WTD.....	10
2.6. Postup měření.....	11
2.6.1. Příprava měření.....	11
2.6.2. Automatický start měření.....	14
2.6.3. Manuální start s časovou prodlevou.....	14
2.6.4. Start po uplynutí definovaného časového intervalu.....	14
2.6.5. Ukončení měření.....	14
2.6.6. Vložení čísla vzorku a navážky.....	14
2.6.7. Zobrazení výsledku posledního měření.....	15
2.6.8. Hlavní menu.....	15
3. Stanovení čísla kyselosti.....	17
3.1. Metoda.....	17
3.2. Titrační nádobka pro stanovení čísla kyselosti.....	19
3.3. Příprava měření čísla kyselosti.....	19
3.4. Nástřik vzorku.....	20
3.5. Výsledek.....	20
3.6. Konečný bod titrace.....	20
3.7. Titrační roztoky pro stanovení čísla kyselosti.....	20
3.8. Testování přístroje Coulometer KOH.....	21
4. Software <i>Diram Measure</i>	22
4.1. Systémové požadavky.....	22
4.2. Instalace a odinstalace.....	22
4.3. Hlavní obrazovka.....	22
4.4. Společná menu.....	23
4.5. Menu Přístroj.....	24
4.6. Menu Graf.....	28
4.7. Menu Měření.....	28

1. Coulometer WTD

Coulometer WTD je přístroj vyvinutý firmou Diram s.r.o. pro rutinní analýzu vlhkosti. Za použití titrace podle Karl Fischera s coulometrickou generací titračního činidla je přístroj schopen stanovovat stopová množství vody ve vzorku.

1.1. Popis



Obrázek 1: Coulometer WTD

Přístroj je zobrazen na Obr. 1. Na vrchní straně se nachází dotyková klávesnice (1) a stojan (2) se zabudovaným magnetickým míchadlem pro umístění titrační nádoby. Skleněná titrační nádoba má tři hrdla: největší hrdlo se zábrusem NZ 29 (3) slouží pro umístění pracovní elektrody (4) na jejímž vrcholu se nachází zábrusová zátka s kapilární průchodkou (5). Menší hrdlo (6) se zábrusem NZ 14 slouží k umístění indikační elektrody (7). Třetí hrdlo je uzavřeno šroubovacím uzávěrem se septem a slouží k nástřiku vzorku (8). Elektrody jsou připojeny pomocí kabelů k zadnímu panelu přístroje.



Obrázek 2: Zadní panel

Zadní panel (Obrázek 3) obsahuje: hlavní vypínač (9), síťový konektor (10), konektor pro připojení pracovní elektrody (11), konektor pro připojení indikační elektrody (12), konektor pro připojení přídatných modulů (13), USB konektor pro připojení k počítači (14).

1.2. Obsah dodávky

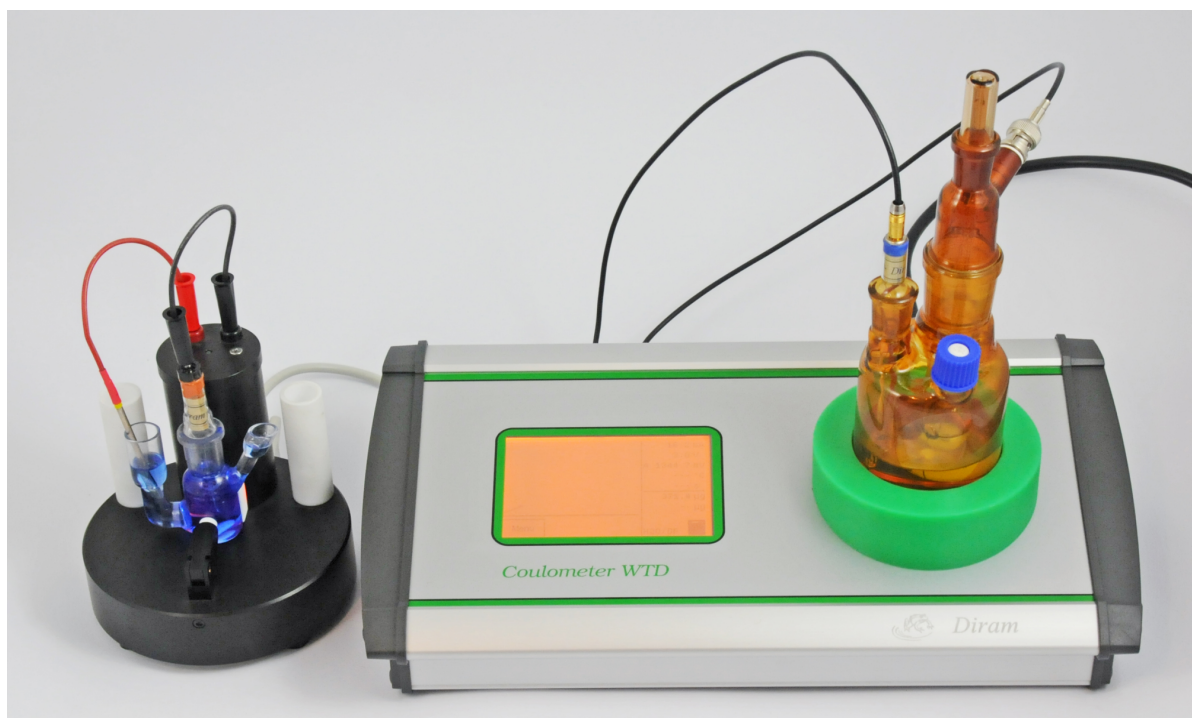
Dodávka obsahuje: vlastní přístroj Coulometer WTD, kompletní titrační nádobku včetně indikační a pracovní elektrody, dvě skleněné zátky, jeden šroubovací plastový uzávěr se septem. Dva kabely pro připojení elektrod, síťový kabel, USB kabel. Ovládací program **Diram Measure** je dodáván na flash disku.

1.3. Technická specifikace

Napájení:	230V AC, 35W, pojistka T630mA
Displej:	monochromatická obrazovka, 240 x 160 pixelů, 4,2"
Konektor indikační elektrody:	SMA
Konektor pracovní elektrody:	BNC
Připojení k PC:	connector USB B
Připojení modulů:	connector D-SUB 9 male
Rozměry:	340 mm x 190 mm x 75 mm
Hmotnost:	1.6 kg

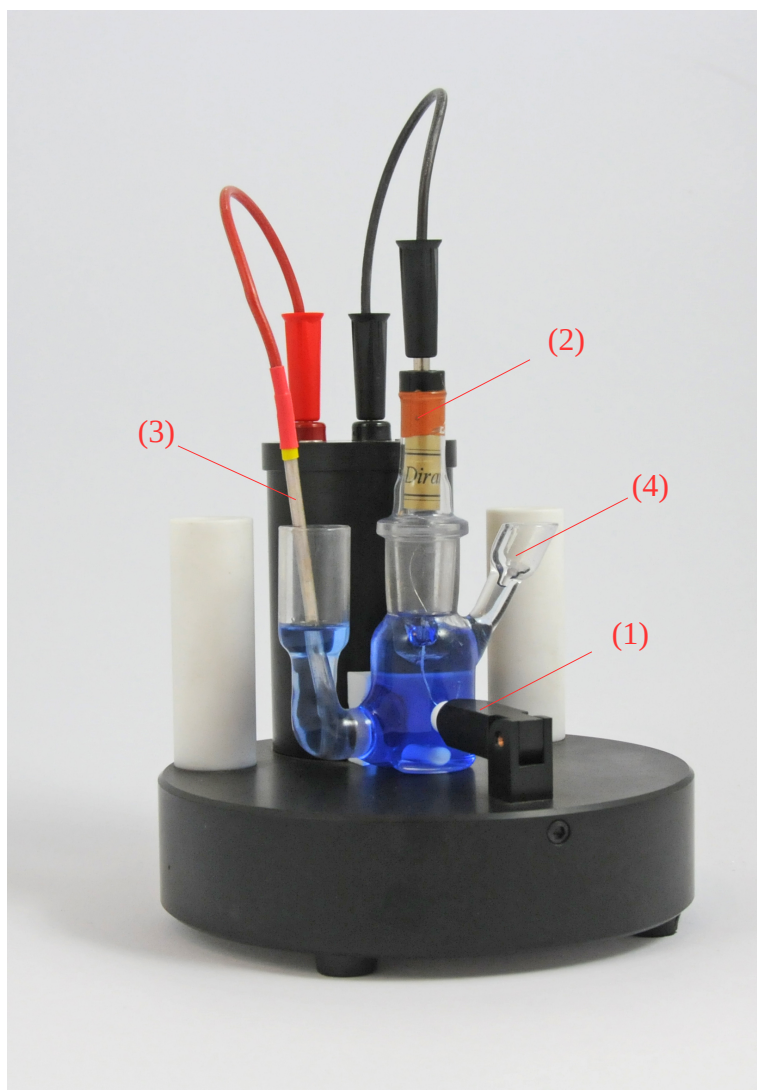
1.4. Moduly

Pomocí konektoru D-SUB 9 je možno připojit **Destilační píčku** pro nepřímé stanovení vody nebo **Coulometer KOH**, modul pro stanovení čísla kyselosti (Obr. 3.)



Obrázek 3: **Coulometer WTD** s modulem **Coulometer KOH**

1.4.1. Popis modulu Coulometer KOH



Obr. 4: Coulometer KOH

Coulometer KOH je na Obrázku 4. Skleněná titrační nádobka je přitlačena do správné polohy na stojánek s integrovanou magnetickou míchačkou pomocí otočného nosu (1). Pracovní katoda (2) je vložena do prostředního hrdla titrační nádobky, pomocná elektroda (3) je umístěna v levém hrdle a pravé hrdlo s kapilárou (4) slouží pro nástřik vzorku.

1.4.2. Technická specifikace modulu Coulometer KOH

Rozsah měření: od 2 μg KOH / g

Chyba měření: < 0,4 μg do 40 μg KOH, 1 % nad 40 μg KOH

Spotřeba roztoků: 10 ml na jednu analýzu

Navážka: 0.01 to 0.5 g

Výsledek: mg KOH / g

Napájení: USB

Rozměry: 125 x 120 mm

Hmotnost: 0.9 kg (2 lbs)

2. Stanovení vody

2.1. Stanovení vody podle K. Fischera

Analytické stanovení vody se nejčastěji provádí titrací podle K. Fischera. Původní metoda publikovaná v roce 1935 je jodometrické stanovení vody v roztoku pyridinu a metanolu s oxidem siřičitým. Voda reaguje s jódem a dalšími složkami roztoku stechiometricky, takže stanovení lze převést na velmi přesnou coulometrickou metodu s elektrochemickou generací titračního činidla. Analyzovaný vzorek je vnesen do titrační nádoby s roztokem titračního činidla, které obsahuje jodid, oxid siřičitý, vhodný amín, alkohol a další rozpouštědla, případně aditiva. Anodickou oxidací je na platinové anodě oxidován jodid na jód, který umožní reakci vody s dalšími složkami roztoku.

Průběh měření je závislý na koncentraci jódu v nádobce, která je detekovaná pomocí indikačních elektrod. Časový integrál proudu lze převést na množství vody ve vzorku, jeden mol jódu reaguje s jedním molem vody, takže 1 mg vody je ekvivalentní náboji 10,71 As. Coulometrická metoda je vhodná zvláště pro stanovení malých až stopových množství vody v organických kyselinách, alkoholech, esterech, éterech, uhlovodících, a dalších organických rozpouštědlech. Dále je možno provádět měření vlhkosti v léčivech, cukrech, různých tabletách, práškových extraktech i v obilovinách.

Složení roztoku se může značně lišit a to podle chemického složení stanovované látky nebo podle konstrukce coulometrické nádoby. Při stanovení vody v ketonech a aldehydech je nutno vyloučit přítomnost metanolu. V případě, kdy je použita titrační nádoba bez diafragmy, která odděluje anodový a katodový prostor se k roztoku přidávají látky, které lze elektrochemicky redukovat. Omezí se tak nežádoucí redukce jódu na katodě, která by zkreslovala výsledky měření. Při stanovení vody v plynech nebo při použití destilační metody kdy nádobkou prochází nosný plyn, je vhodné použít rozpouštědla s nižší těkavostí, například propylenglykol, aby se snížily úbytky činidla v důsledku odpařování.

Metoda coulometrické titrace však není vhodná pro přímé stanovení vody v látkách, které s činidlem reagují. Jsou to oxidy některých kovů, např. HgO , ZnO , které tvoří jodidy, nebo kyselina boritá, uhličitany, chromany, sirníky, thioly a další. U většiny těchto látek je však možno stanovit obsah vody nepřímou, že se vzorek zahřívá v pícce a uvolněná voda se spolu s nosným plynem (např. vzduchem nebo dusíkem) zavádí do titrační nádoby. Tímto způsobem je možno stanovit vodu i v dalších pevných látkách nebo motorových olejích.

2.2. Titrační nádoba

Coulometrická titrace se provádí ve tříhrdlé skleněné nádobce o objemu 250 ml (Obr. 6). Dvě z hrdel jsou vybavena zábrusy a slouží pro vsazení pracovní (NZ 29), resp. indikační (NZ 14) elektrody. Třetí hrdlo se uzavírá šroubovacím uzávěrem se septem a slouží k injektáži vzorku.

V průběhu práce je třeba zabránit pronikání vzdušné vlhkosti do titrační nádoby a zároveň umožnit vyrovnávání vnitřního a vnějšího tlaku. K tomuto účelu je na vrchu pracovní elektrody umístěna skleněná zábrusová zátka s kapilární průchodkou.

V případě nepřímého stanovení za použití destilační pícky je použita nádoba s dodatečným vstupem pro nosný plyn. Při použití destilační metody se může do aparatury umístit i malý vodní chladič, aby se zabránilo nadměrnému vypařování rozpouštědel z titračního činidla. V případě stanovení pevných látek se vzorky navažují do speciální skleněné baničky vybavené zábrusem NZ 14 a do nádoby se vpraví pootočením baničky v zábrusu.

2.3. Příprava titrační nádoby

Novou nádobku není potřeba speciálně čistit. Při kontinuálním použití pro stejný typ vzorků rovněž není čištění zpravidla nutné. Pokud je potřeba, nádoba může být vypláchnuta běžnými rozpouštědly (aceton, ethanol) a pečlivě vysušena. Pro odstranění zbytků olejů může být nádoba vymyta koncentrovaným louhem a pečlivě vypláchnuta vodou. Při sušení nesmí teplota přesáhnout 60°C. Pokud dojde k ucpání diafragmy oddělující pracovní a pomocnou elektrodu (což se stává při stanovování některých olejů) lze zvážit použití koncentrovaného louhu, koncentrované kyseliny sírové nebo chromsírové směsi za předpokladu provedení všech bezpečnostních opatření.

Po delší době měření může dojít k tzv. otravě indikačních elektrod. Doporučuje se proto občas, v intervalech několika dní, indikační elektrody před zahájením práce lehce mechanicky očistit buničinou. Zábrusy nádoby mají být ošetřeny tukem na zábrusy nebo silikonovou vazelínou.

Důležité: Při plnění nádoby maximálně omezte dobu manipulace s roztoky na vzduchu, aby se nesnižovala jejich kapacita. Uchovávané roztoky v zásobních lahvích musí být těsně uzavřeny!

Pro měření je možno použít dva typy pracovních elektrod. Prvním typem je elektroda s diafragmou, druhým typem je elektroda bez diafragmy.

Důležité: Volba typu elektrody se provádí pomocí obslužného software. Před každým měřením je třeba se ujistit, že je nastavení správné.

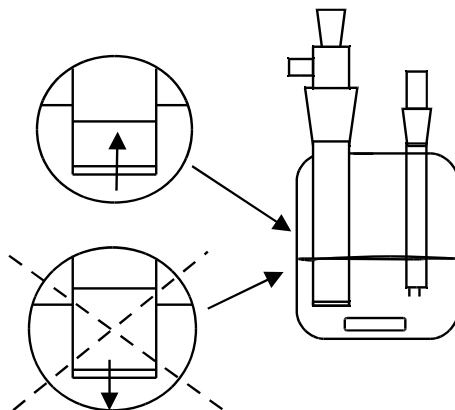
Důležité: Při stanoveních, kdy zkoumaný vzorek obsahuje lithné ionty, dochází k poškození platinové katody. Stanovení s lithiem lze provádět pouze v nádobce s diafragmou, pokud je ihned po měření elektrolýt vyměněn, aby lithné ionty nemohly difundovat do katodového prostoru.

2.3.1. Nádoba s elektrodami oddělenými diafragmou

Objem vlastní nádoby je z hlediska elektrolýzy anodovým prostorem, ve kterém probíhá titrace a kde se anodickou oxidací tvoří titrační činidlo - jód. Anodový prostor se plní anolytem AQUATITRON PF, nebo AQUATITRON BD, a to nejvýše asi do jedné poloviny celkového objemu. Tento anodový prostor je oddělen diafragmou (porézní skleněnou přepážkou) od katodového prostoru – vnitřního prostoru elektrody, který se plní katolytem AQUATITRON K tak, aby hladina roztoku byla nepatrně níže než v anodovém prostoru (Obr. 5). V opačném případě

dochází k pomalému protékání ne zcela suchého katolytu porézní diafragmou do anodového prostoru. Tím se prodlužuje ustavení kompenzačního proudu nádoby.

Použití tohoto typu nádoby s diafragmou proto není vhodné pro destilační metodu nebo pro stanovení vody v plynech, kdy dochází k malému úbytku elektrolytu odpařováním. Pokles hladiny následně způsobí průnik elektrolytu z katodového prostoru, a to znamená zvýšení chyby měření.



Obr. 5: Plnění nádoby s diafragmou.

2.3.2. Nádobka s elektrodami bez diafragmy

Nádobka se plní pouze jedním roztokem AQUATITRON BD. Výhodou tohoto uspořádání je rychlejší ustalování kompenzačního proudu. Metoda je také výhodná pro stanovení látek, které způsobují ucpávání diafragmy, jako například některé aditivované oleje. Nevýhodou této metody je jistá možnost vedlejších katodických rušivých reakcí látek, které již byly v nádobce analyzovány. V některých případech může být ovlivněna přesnost měření. Doporučuje se proto provádět častější kontrolu správnosti měření pomocí standardů.

2.4. Vyčerpání kapacity titračního roztoku

S jednou náplní činidla lze provést řadu analýz. Celkové množství vody, které je možno stanovit, je asi 0,5 g. Závisí ovšem na mnoha faktorech, jako vysušení nádoby před použitím, způsob plnění atd. Vyčerpání kapacity se projeví zvýšením hodnoty kompenzačního proudu. Snižuje se citlivost odezvy indikačního signálu a kompenzační proud je nestabilní. Zředěním roztoku analyzovanými látkami, které byly do nádoby přidány, klesá reakční rychlost, což se projevuje prodloužením doby měření v závěru titrace malým proudem. Analýza je pak zatížena větší chybou. Elektrolyt je proto nutno vyměnit, poklesne-li jeho koncentrace na polovinu.

Tip: Při stanovení vody v olejích je možno oddělenou fází oleje z nádoby průběžně během odstavek odstraňovat injekční stříkačkou.

Tip: Praktické zkušenosti ukazují, že například u transformátorových olejů je celkové množství oleje stanovitelné jednou náplní asi 120 ml, ačkoliv chemická kapacita činidla nebyla vyčerpána.

Kontrolu správnosti měření je možno provést pomocí standardů.

2.5. Parametry stanovení vody přístrojem Coulometer WTD

Rozsah:	1 ppm až 5 % H ₂ O
Chyba měření:	0.5 % při 1 mg H ₂ O
Maximální titrační proud:	300 mA
Indikační proud:	1 až 25 µA
Navážka:	0.02 až 2 g
Výsledky:	µg H ₂ O / g
Titrační nádobka:	200 mL
Pracovní a pomocná elektroda:	separované diafragmou nebo bez diafragmy

2.6. Postup měření

2.6.1. Příprava měření

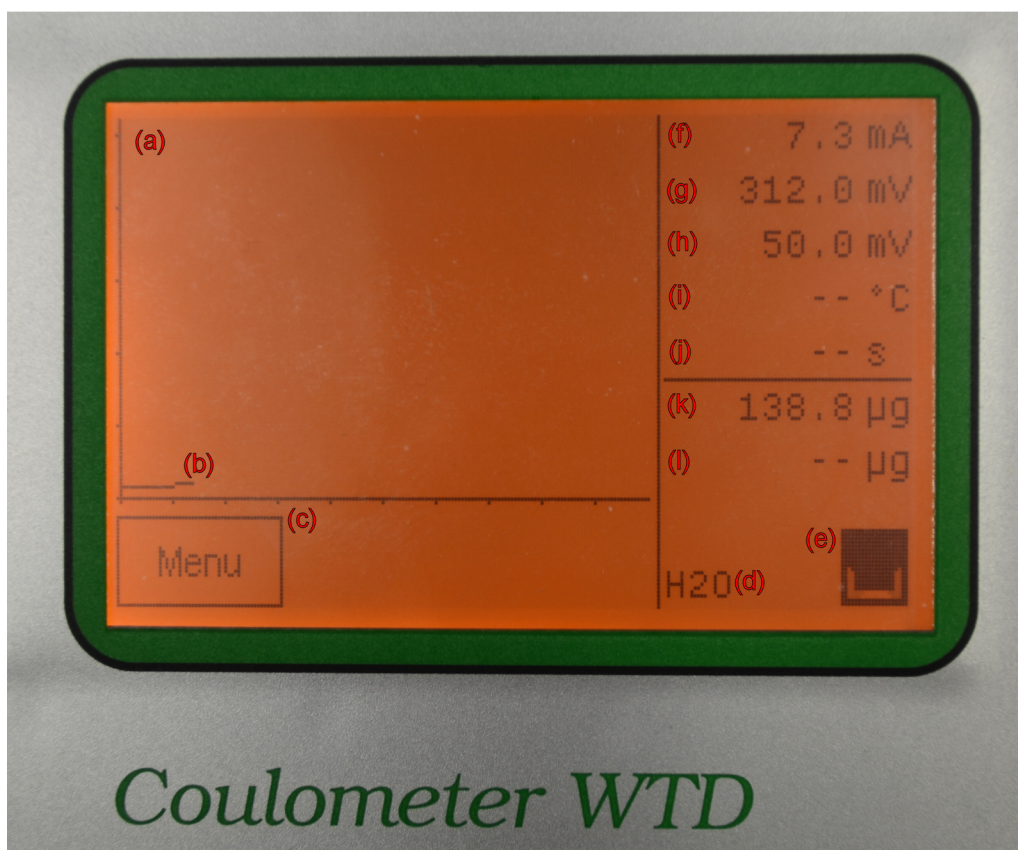
Vložte magnetické míchadlo do nádoby. Naplňte nádobku podle popisu v kapitole 2.3. **Příprava titrační nádoby.** Vložte elektrody a uzavřete vršek pracovní elektrody uzávěrem s kapilární průchodkou (Obr. 6). Umístěte nádobku do stojánku přístroje, připojte elektrody pomocí kabelů k zadnímu panelu přístroje.

Následující odstavce popisují ovládání přístroje pomocí dotykového displeje. Když je coulometr připojen k počítači, může být rovněž ovládán programem Diram Measure, kterému je věnována poslední kapitola této příručky.

Stavová obrazovka (Obr. 7) zobrazuje všechny důležité informace během klidu i ve fázi měření. V zobrazovaném grafu (a) lze sledovat průběh indikačního napětí (b). Pod grafem se zobrazují tlačítka v závislosti na stavu přístroje (c). V pravé části jsou pak zobrazeny textové informace o proudu generacími elektrodami (f), napětí na generačních elektrodách (g), napětí na indikační elektrodě (h), teplotě pícky, pokud je připojena (i), časovači (j), průběžně stanoveném množství (k), naposledy stanoveném množství (l). Graficky je indikován aktuální stav přístroje (e) a režim práce přístroje (d). Pokud je připojena pícka, je zobrazena její teplota (i). Před údajem teploty může být zobrazen znak X, v takovém případě probíhá ohřev. Před údajem indikačního napětí (h) je zobrazen znak A pro absolutní zobrazení indikačního napětí nebo znak R pro relativní zobrazení indikačního napětí. V případě relativního zobrazení je zobrazen rozdíl napětí indikačního a cílové hladiny, tzn. v ustáleném stavu se zobrazovaná hodnota pohybuje blízko nuly. Dotykem displeje v oblasti indikace stavu přístroje (e) lze vypnout a opět zapnout míchání roztoku v nádobce.



Obr 6: Titrační nádobka připravená k měření



Obr. 7: Stavová obrazovka.

Ikona	Popis stavu	Dostupná tlačítka
	Stav titrace. Přístroj např. po zapnutí titruje na cílovou hladinu, v tomto stavu nelze zahájit měření. Je nutné čekat na ustálení nádobky.	<i>Menu:</i> Zobrazení hlavního menu přístroje bez omezení.
	Stav kompenzace. Přístroj průběžně kompenzuje titrační nádobku. V tomto stavu nelze zahájit měření. Sleduje se stabilita tohoto stavu.	<i>Menu:</i> Zobrazení hlavního menu přístroje bez omezení.
	Stav klidu / připravenosti k měření. Nádobka je stabilní a připravena k měření. Měření lze odstartovat tlačítky na displeji nebo automaticky nástřikem vzorku.	<i>Menu:</i> Zobrazení hlavního menu přístroje bez omezení. <i>Start:</i> Ruční start měření. Přístroj přejde do stavu čekání na nástřik vzorku. Čeká se po zadanou dobu. Pokud není proveden nástřik vzorku, měření se ukončí jako nedokončené (není oznámen výsledek měření) po uplynutí zadaného času.

Ikona	Popis stavu	Dostupná tlačítka
		<i>Timer:</i> Ruční start měření v pevném čase. Přístroj přejde do stavu měření, kde setrvá po zadanou dobu. Po uplynutí této doby se měření ukončí jako dokončené (je oznámen výsledek měření) bez ohledu na to, zda byl proveden nástřik vzorku.
	Stav odpočítávání času. Stav je použit například po ručním startu měření v době čekání na nástřik vzorku, případně pro odpočítávání doby měření v pevném čase.	<i>Menu:</i> Tlačítko je viditelné, ale není aktivní. V tomto stavu nelze vstupovat do hlavního menu. <i>Zrušit:</i> Tlačítkem je ukončeno měření jako nedokončené (není oznámen výsledek měření). <i>Dokončit:</i> Pokud bylo spuštěno měření v pevném čase, lze tímto tlačítkem odpočítávání času ukončit, přejít do stavu měření a celé měření dokončit předčasně.
	Stav měření. Probíhá měření vzorku. K dispozici je tlačítko Menu (neaktivní) a Stop.	<i>Menu:</i> Tlačítko je viditelné, ale není aktivní. V tomto stavu nelze vstupovat do hlavního menu. <i>Zrušit:</i> Tlačítkem je ukončeno měření jako nedokončené (není oznámen výsledek měření).

Tabulka 1. Grafické znázornění stavu přístroje a funkce tlačítek.

Připojte síťový kabel. Zapněte přístroj pomocí hlavního vypínače na zadním panelu. Po zapnutí je potřeba zvolit typ stanovení. Pomocí tlačítek na dotykovém displeji *Nastavení / Přístroj* zvolte z následujících možností typ měření: stanovení vody v nádobce s diafragmou (H₂O/DF), stanovení vody v nádobce bez diafragmy (H₂O/BD) nebo stanovení čísla kyselosti (KOH).

Pokud je přístroj v provozu, je vždy potřeba umožnit míchání, jinak dochází k přetitrování jódem. Pomocí *Nastavení / Nastavení / Rychlost míchání* lze rychlost míchání upravit. Rychlost míchání by měla být co nejvyšší, ale zároveň taková, aby se do kapaliny nevmíchávaly vzduchové bubliny. Během měření neměňte rychlost míchání, neboť to ovlivňuje indikační proud. Používejte pouze teflonové magnetické míchadélko.

Po zapnutí se v nádobce generuje jód do mírného nadbytku. Pak je titrace zastavena a přístroj se automaticky přepne do kompenzačního režimu. Pokud je v nádobce čerstvě nality roztok, po delší odstávce a nebo pokud je náplň částečně vyčerpaná může tato přípravná fáze trvat déle - až několik minut. Na displeji se objevuje hodnota kompenzačního proudu. Kompenzační proud je zpočátku zvýšený a někdy dochází před ustálením i k opětovnému spuštění titrace.

Přístroj signalizuje, že je připraven k měření když je v pravém dolním rohu zobrazena ikona *Stav klidu / připravenosti k měření*. Kompenzační proud nemusí být zpočátku ještě zcela ustálen a proto je vhodné počkat několik minut. Konstantní hodnota proudu je zvláště důležitá při použití destilační pícky a pro stanovení vlhkosti v plynech. Pro docílení lepší stability kompenzačního

proudu je v průběhu dne vhodné nechávat přístroj zapnutý. Negativní kompenzační proud může být výsledkem fotochemické reakce. Nevystavujte proto nádobku přímému slunečnímu svitu.

Měření lze spustit třemi způsoby: automatický start měření, manuální start s časovou prodlevou, a start po uplynutí definovaného časového intervalu. Vzorek se do nádoby vpravuje stříkačkou s injekční jehlou přes septum. Navážka je rozdíl hmotnosti stříkačky před nástřikem a po nástřiku.

2.6.2. Automatický start měření

Pokud je zvolen automatický start měření, titrace je zahájena jakmile přístroj detekuje náhlé významné zvýšení indikačního signálu.

2.6.3. Manuální start s časovou prodlevou

V mnoha případech je výhodné spustit měření manuálně. Po zmáčknutí tlačítka [**START**] na dotykové obrazovce se měření spustí jakmile přístroj zaznamená zvýšení indikačního signálu a nebo po uplynutí předdefinovaného časového intervalu. Časový interval se nastavuje v menu a nebo programem přes počítač.

2.6.4. Start po uplynutí definovaného časového intervalu

Zmáčknutím tlačítka [**TIMER**] na dotykové obrazovce se okamžitě spustí měření. Přístroj měří až do uplynutí předem definovaného časového intervalu. Časový interval se nastavuje v menu a nebo programem přes počítač.

Tato funkce je výhodná pro měření vody v pevných vzorcích, které potřebují čas na rozpuštění. Během měření se na obrazovce ukazuje čas do konce analýzy.

2.6.5. Ukončení měření

Měření je automaticky ukončeno jakmile je dosaženo původní hladiny indikačního proudu.

Záznam měření může být kdykoliv ukončen zmáčknutím tlačítka [**STOP**] na dotykové obrazovce nebo v počítači.

Poznámka: Pokud je měření zastaveno tlačítkem [**STOP**], výsledek není zaznamenán.

2.6.6. Vložení čísla vzorku a navážky

Po ukončení měření je výsledek zobrazen na displeji v jednotkách $\mu\text{g H}_2\text{O}$.

V závislosti na předchozím nastavení je potřeba zadat nebo potvrdit Číslo vzorku a Navážku v gramech a to buď pomocí dotykového displeje a nebo v počítači. Po zadání navážky se objeví koncentrace ve zvolených jednotkách ($\mu\text{g H}_2\text{O/g}$ vzorku, ppm, atd.).

Po skončení analýzy je potřeba zmáčknout buď [**STORNO**] nebo [**ULOŽIT**].

Důležité: Po zmáčknutí [**STORNO**] je aktuální výsledek nadobro ztracen.

Volbou [**ULOŽIT**] je výsledek uložen do interní paměti přístroje a pokud je připojen počítač, také automaticky uložen do databáze výsledků.

2.6.7. Zobrazení výsledku posledního měření

Tlačítko [**POSLEDNÍ VÝSLEDEK**] slouží ke zobrazení posledního uloženého výsledku.

2.6.8. Hlavní menu

Základní parametry přístroje lze ovládat pomocí dotykového displeje. Pro vstup do nastavení stiskněte na displeji přístroje tlačítko Menu.

Číslo vzorku

Zadejte číselné označení měřeného vzorku ještě před zahájením měření. Číslo vzorku lze zadat i po dokončeném měření.

Navážka

Zadejte navážku vzorku ještě před zahájením měření. Navážku vzorku lze zadat i po dokončeném měření.

Poslední výsledek

Zobrazení posledního známého uloženého výsledku měření na displeji. Tlačítkem *Vymazat* lze tento výsledek odstranit z paměti přístroje.

Nastavení / Nastavení / Rychlost míchání

Upravte posuvníkem na displeji požadovanou rychlost míchání míchačky.

Nastavení / Nastavení / Podsvětlení displeje

Upravte posuvníkem na displeji požadovanou intenzitu podsvětlení displeje.

Nastavení / Nastavení / Jednotka výsledku

Zvolte jednotku, ve které bude zobrazen výsledek na displeji přístroje.

Nastavení / Nastavení / Jazyk

Zvolte požadovaný komunikační jazyk přístroje. Zvolená jazyková sada se poté zavede do jednotky displeje a celý přístroj se restartuje.

Nastavení / Nastavení / Indikační signál

Zde je možno nastavit způsob zobrazení indikačního signálu na displeji přístroje buď absolutně (Abs) nebo relativně k cílové hladině (Rel).

Nastavení / Konstanty / Čekání na nástřik

Vložte počet sekund, po které přístroj čeká na nástřik vzorku po manuálním spuštění měření tlačítkem *Start* na stavové obrazovce

Nastavení / Konstanty / Měření v pevném čase

Vložte počet sekund, po které bude přístroj provádět měření bez ohledu na dosažení cílové hladiny

před uplynutím tohoto intervalu. Spuštění měření v pevném čase se provádí tlačítkem *Timer* na stavové obrazovce.

Nastavení / Konstanty / Posun indikačního signálu

Zde je možno nastavit napěťový posun indikačního signálu a tím tak ovlivnit bod ustálení nádobky. Posun je proveden v elektrickém obvodu.

Nastavení / Konstanty / Cílová hladina

Zde je možno nastavit absolutní hodnotu indikačního signálu, při kterém dojde k ustálení nádobky. Toto nastavení je softwarové.

Nastavení / Přístroj

Zvolte přístroj, se kterým hodláte pracovat. Touto volbou lze přepínat mezi jednotlivými funkcemi přístroje, jako jsou například stanovení vody v nádobce s diafragmou (H₂O/DF), stanovení vody v nádobce bez diafragmy (H₂O/BD) nebo stanovení čísla kyselosti (KOH).

Nastavení / CpCAN

Pokud je připojena píčka, autosampler nebo jiné zařízení, bude zobrazena tato nabídka včetně možnosti nastavení takto připojeného zařízení.

3. Stanovení čísla kyselosti

3.1. Metoda

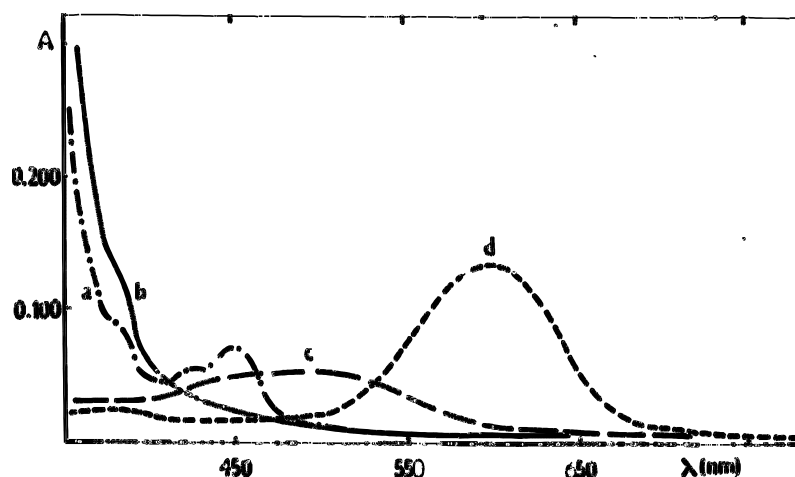
Číslo kyselosti se stanovuje v řadě petrochemických, farmaceutických a potravinářských produktů. Podle definice se *číslem kyselosti oleje* rozumí množství hydroxidu draselného v miligramech nutné k neutralizaci volných kyselin obsažených v jednom gramu oleje. Stanovení čísla kyselosti je založeno na titraci kyselých složek testovaného vzorku alkoholovým roztokem hydroxidu sodného.

Stanovení čísla kyselosti je založeno na titraci kyselých sloučenin, obsažených ve zkoušeném materiálu, alkoholickým roztokem hydroxidu draselného. Podle normy ČSN 65 6070 se titrace vzorku rozpuštěného ve směsi alkohol + toluen provádí volumetrickou titrací na barevný indikátor, alkalickou modř B6, do změny barvy z modré na červenou nebo u tmavších olejů z modrého odstínu na červený. Největší problémy při tomto stanovení vyplývají ze subjektivního vyhodnocení barevného přechodu indikátoru, zvláště pak u vzorků tmavě zbarvených. Poměrně pracné je také stanovení faktoru roztoku KOH a v některých případech je nutná i práce v atmosféře bez přítomnosti CO₂.

Číslo kyselosti lze také stanovit metodou potenciometrické titrace (ČSN 65 6214). Titrace se provádí alkalickým roztokem a vyhodnocuje se potenciál skleněné indikační elektrody. Zde jsou problémy spojené se stabilitou signálu indikačních elektrod, nutností jejich kalibrace a stanovení faktoru titračního činidla.

Coulometer KOH ke stanovení čísla kyselosti využívá coulometrickou titraci v kombinaci se spektrofotometrickou indikací. Coulometrická metoda umožňuje vysokou přesnost měření a současně nevyžaduje přípravu základních roztoků a jejich dodatečnou kalibraci pomocí standardních látek.

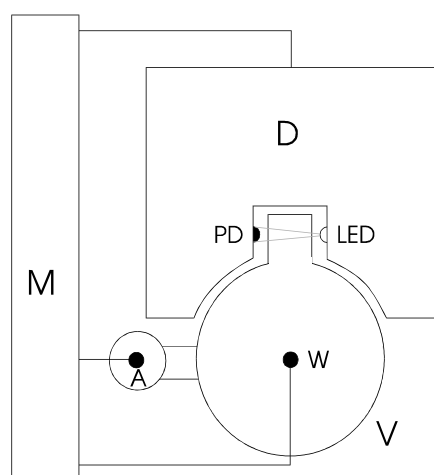
Titrace probíhá v uzavřené nádobce bez přítomnosti vzduchu. Je tak vyloučen vliv atmosférického CO₂. Titračním roztokem je směs alkoholu a toluenu s přídavkem chloridu lithného a indikátorem alkalickou modří B6. Titrační činidlo se generuje elektrolýzou přímo v titrační nádobce. V katodovém pracovním prostoru nádoby dochází na platinové elektrodě k rozkladu vody za vzniku plynného vodíku a iontů OH⁻, které jsou generovaným činidlem. Vzhledem k relativně velké koncentraci vody v elektrolytu (cca 2 %), je proudový výtěžek této reakce prakticky stoprocentní, neboť k redukci alkoholu, toluenu a olejů za daných podmínek nedochází. Integrál prošlého náboje je přepočten na ekvivalentní množství hydroxidu draselného, potřebného k titraci přítomných kyselých složek oleje.



Obrázek 8: Absorpční křivky

Při stanovení čísla kyselosti je využita spektrofotometrická indikace, poskytující signál pro řízení titrace mikroprocesorem. Popis funkce přístroje je proveden na příkladu titrace čísla kyselosti za použití indikátoru alkalické modři B6. Na Obrázku 8 jsou uvedena absorpční spektra indikátoru alkalické modři B6. Křivka (c) je pro indikátor při pH 12 a křivka (d) byla naměřena při pH 2. Křivky (a) a (b) odpovídají elektrolytu bez přídavku indikátoru s obsahem dvou různých olejů značně tmavého zbarvení, které byly použity v provozních podmínkách. Jak je z obrázku 8 zřejmé, vykazuje kyselá (modrá) forma indikátoru maximum absorpce při vlnové délce 603 nm, při níž je absorpce alkalické formy indikátoru i testovaných olejů podstatně nižší. K vyhodnocení konečného bodu titrace je proto využito oranžového světla diody LED této vlnové délky.

Blokové schéma titrátoru je uvedeno na Obrázku 9. Titráční nádobka V je tvarována tak, že část roztoku se nachází v prostoru mezi fotodiodou PD a světelnou diodou LED bloku detektoru D. Generační proud zdroje, ovládaného mikroprocesorem M, je odvozen od indikačního signálu (proudu fotodiody PD). Využití této zpětné vazby umožňuje automatické řízení celého procesu.



Obrázek 9: Blokové schéma titrátoru

Po nástřiku vzorku, kdy je vyhodnocena náhlá změna indikačního signálu, se titrace automaticky zahájí. Její ukončení je dáno dosažením původní úrovně indikačního signálu. V průběhu titrace se provádí automatické vyhodnocování ekvivalentního množství KOH s průběžnou opravou titračního proudu na kompenzační proud. Všechny funkce přístroje jsou řízeny mikroprocesorem. Po zadání navážky je proveden přepočet na číslo kyselosti. Absolutní coulometrická absolutní metoda umožňuje vysokou přesnost měření a nevyžaduje dodatečnou kalibraci pomocí standardních látek. S jednou náplní činidla o objemu cca 10 ml v titrační nádobce lze provést jediné stanovení. Navážku olejů s nízkým číslem kyselosti (například transformátorové oleje) volíme co nejvyšší. Avšak rozpustnost olejů v dané směsi rozpouštědel je omezená a závisí na druhu oleje. V případě minerálních olejů zpravidla není možno analyzovat více než 0,3 až 0,5 g oleje. Při nástřiku většího množství vzniká emulze, která ruší spektrofotometrickou indikaci. U vzorků s vysokým číslem kyselosti je naopak nutno volit nástřik tak, aby ekvivalentní množství KOH bylo nižší než 40 µg.

3.2. Titrační nádobka pro stanovení čísla kyselosti

Titrace je prováděna v tříhrdlé skleněné titrační nádobce. Pracovní katodový prostor nádobky obsahuje cca 10 ml elektrolytu a je uzavřen zábrusem NZ 14 se zataveným platinovým drátem, který je katodou - pracovní elektrodou. Pomocná elektroda v anodovém prostoru, který obsahuje cca 1 ml anolytu, je oddělena diafragmou.

Po naplnění 10 ml katolytu **Acititron B6** nebo **Acititron B6Li** je nádobka uzavřena zábrusovou zátkou s platinovou elektrodou. Nadbytečný elektrolyt je z katodového prostoru odveden kapilárou, která zároveň slouží pro nástřik vzorku. Anodový prostor pomocné elektrody se plní anolytem **Acititron P** nebo **Acititron PLi**, cca 1 ml. Je důležité, aby hladina v tomto oddělení nádobky byla ve stejné nebo nižší úrovni než ve vlastní nádobce. V opačném případě dochází pak k pomalému průtoku pomocného elektrolytu do pracovního katodového prostoru a z toho důvodu ke zvýšení kompenzačního proudu.

Tip: Při uzavírání katodového prostoru elektrodou se zábrusem přidržujte u ústí kapiláry kus buničiny, která zabráni vystříknutí přebytečného rozpouštědla.

Důležité: Před uzavřením umístěte do nádobky teflonové magnetické míchadélko.

3.3. Příprava měření čísla kyselosti

Zkontrolujte přítomnost magnetického míchadélka v titrační nádobce. Vložte naplněnou nádobku do držáku a zajistěte nosem, připojte katodu pomocí černého kabelu a vložte červeným kabelem připojenou pomocnou elektrodu do anodového prostoru. Připravená nádobka je na Obrázku 4. Připojte Coulometer KOH k Coulometeru WTD pomocí kabelu. Zapněte Coulometer WTD a pomocí tlačítek na dotykovém displeji *Nastavení / Přístroj* zvolte stanovení čísla kyselosti (KOH).

Přepnutí přístroje na měření čísla kyselosti lze provést buď na dotykovém displeji **Coulometeru WTD** nebo v programu **Diram Measure** v menu **Přístroj / Změna zařízení**. Další ovládání přístroje lze provádět také libovolně buď dotykovým displejem nebo pomocí počítače, pokud je připojen.

Přístroj se automaticky začne připravovat k měření: zapne se míchání a provádí se kompenzace proudem tak, aby pH elektrolytu odpovídalo nastavené hodnotě barevného přechodu indikátoru. Původně modrá barva roztoku se změní na fialovou. Přístroj oznámí připravenost k měření.

Důležité: za těchto podmínek dochází k pomalému odbarvování indikátoru - alkalické modři B6. Je proto nutno provést nástřik vzorku nejdéle do 4 minut. V opačném případě je vhodné elektrolyt vyměnit.

3.4. Nástřik vzorku

Když přístroj oznámí připravenost k měření dochází ke kompenzaci odchylek od nastaveného pH kompenzačním proudem. Po nástřiku vzorku je zahájena titrace. Odchylka úrovně indikačního signálu od konečné hodnoty určuje velikost proudu generačního obvodu tak, že se hodnota proudu v generačním obvodu ke konci titrace snižuje. Integrace prošlého náboje probíhá v konstantních časových intervalech.

Vyčkejte, až je přístroj připraven k měření. Vstříkněte vzorek o navážce 0,02 až 0,5 g injekční stříkačkou s jehlou o průměru do 0,8 mm kapilárou do středu nádoby. Po vstříknutí by se měl vzorek zcela rozpustit tak, aby nedocházelo k tvorbě emulze. Z tohoto důvodu se také nedoporučuje měřit více vzorků naráz, ale použít pro každý vzorek čerstvý roztok. Navážka vzorku se určí jako váhový rozdíl stříkačky před a po nástřiku.

3.5. Výsledek

Měření je automaticky ukončeno když je dosaženo výchozí hladiny indikačního proudu. Měření můžeme také ukončit kliknutím myši na tlačítko **Stop** v programu. Taková analýza je považována za zrušenou a data se neukládají.

Po skončení měření je výsledná hodnota zobrazena v $\mu\text{g KOH}$. V závislosti na nastavení je pak potřeba vložit nebo potvrdit číslo vzorku a navážku. **Pokud vložíme navážku v gramech, přístroj vrátí hodnotu čísla kyselosti v mg KOH/g .** Pak je potřeba zvolit **Uložit** nebo **Smazat**, což způsobí buď uložení dat do databáze výsledků nebo jejich ztrátu.

3.6. Konečný bod titrace

Nastavení konečného bodu titrace je velmi důležité pro správnou funkci a citlivost přístroje. Provádí se nastavením cílové hladiny na displeji pomocí **Nastavení / Konstanty / Cílová hladina** nebo v obslužném programu v menu **Přístroj / Cílová hladina**. Cílová hladina je správně nastavena tehdy, je-li titrace ukončena při výraznější změně barvy z modré do vínově červené.

3.7. Titrační roztoky pro stanovení čísla kyselosti

Přípravky pro stanovení čísla kyselosti jsou hořlavé, při dlouhodobé expozici vdechováním hrozí nebezpečí poškození zdraví. Způsobují dráždění pokožky. Uchovávejte obal těsně uzavřený mimo dosah zdrojů zapálení. Zákaz kouření. Zamezte styku s kůží. Při potřísnění pokožky okamžitě postižené místo oplachujte vodou. V případě úrazu, nebo necítíte-li se dobře, okamžitě vyhledejte lékaře. Používejte vhodný ochranný oděv a ochranné rukavice. Při zasažení očí okamžitě důkladně vypláchněte vodou a vyhledejte lékařskou pomoc. Potřísněný oděv vyměňte. Používejte osobní ochranné prostředky pro oči a obličej.

Acititron B6Li je roztok 0,12 M chloridu lithného v alkoholu a toluenu v poměru 1 ku 2. Indikátorem je alkalická modř B6. Příprava roztoku je poněkud komplikovaná vzhledem k rozpustnosti indikátoru. Při titraci je nutno poměrně přesně dodržet koncentraci barviva a vody. Doporučujeme proto daný roztok odebírat od výrobce.

DŮLEŽITÉ: Roztok nesmí být transportován v zimních měsících a rovněž nesmí být vystaven chladu, protože při teplotách pod 10 °C může dojít k vyloučení rozpuštěné soli a k nevratné ztrátě modré barvy roztoku.

Acititron PLi je 0.2 M roztok chloridu lithného v alkoholu. Plní se jím anodový prostor nádoby pomocné elektrody o objemu cca 1 ml.

Alternativně lze používat roztoky **Acititron B6** a **Acititron P**. Ty obsahují chloristan sodný.

POZOR: Vždy je třeba používat **bud'** dvojici Acititron B6 a Acititron P **nebo** dvojici Acititron B6Li a Acititron PLi. Nedoporučuje se ani střídat uvedené dvojice v jedné nádobce. V opačném případě dochází k ucpávání frity v daném prostředí nerozpustným NaCl.

3.8. Testování přístroje Coulometer KOH

Správnost měření může být zkontrolována titrací některé základní látky pro acidimetrii. Můžeme použít například alkoholický roztok kyseliny benzoové. Alkohol pro přípravu roztoku je nutno nejprve přechistit destilací s přidavkem hydroxidu sodného. Po destilaci překontrolujeme číslo kyselosti destilátu. Takto přechištěný alkohol použijeme k přípravě přesně asi 0,01 M roztoku kyseliny benzoové.

4. Software *Diram Measure*

Software **Diram Measure** je komplexní systém, který je určen k ovládání všech zařízení z produkce firmy. Aplikace je koncipována jako modulární systém, kde každé zařízení obsluhuje samostatný programový modul zcela nezávislý na ostatních modulech. Jeden program tak může obsluhovat řadu přístrojů různých typů současně.

Přístroj **Coulometer WTD** pro stanovení vody byl vyvinut jako nezávislý na připojení k počítači, nicméně obslužný software umožňuje širší nastavení přístroje.

Coulometer KOH může být, stejně jako **Coulometer WTD**, ovládán jak pomocí počítače tak dotykovým displejem.

Jelikož měření vody a čísla kyselosti se formálně neliší, je ovládání obou měření popisováno současně. Pouze karta **Přístroj / Nastavení.../ Parametry** kapitole 4.5. **Menu Přístroj** má pro měření vody a čísla kyselosti odlišnou podobu.

4.1. Systémové požadavky

Software lze provozovat na libovolném počítači pod operačním systémem Microsoft Windows XP a vyšším ve 32 i 64 bitové verzi. Nároky na operační paměť nejsou nijak významné. Instalace vyžaduje cca 30 MB prostoru na pevném disku.

4.2. Instalace a odinstalace

Instalace software se provede spuštěním instalačního souboru. K řádné instalaci jsou vyžadována administrátorská práva. Během instalace je automaticky instalován též ovladač USB společný pro všechny přístroje firmy Diram s.r.o.

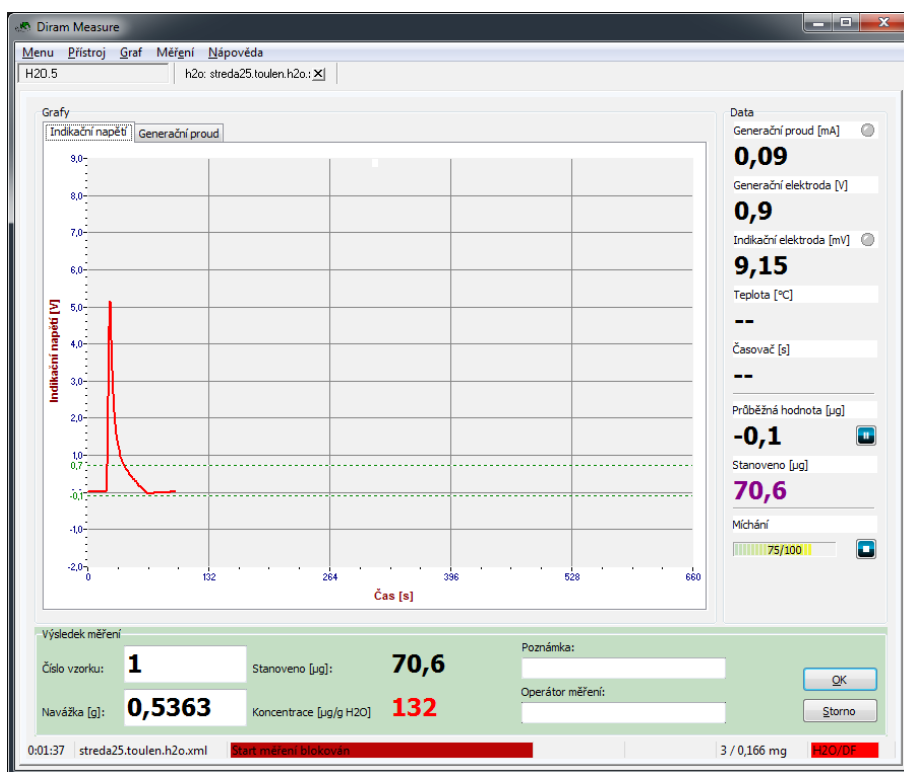
Odinstalace se provádí buď volbou Odinstalovat v nabídce Start, která byla vytvořena během instalace nebo standardním způsobem, jaký nabízí operační systém. Při odinstalaci jsou smazány veškeré programové soubory. Datové soubory a soubory s nastavením jsou v systému ponechány, lze je však odstranit ručně. Rovněž ovladač USB je ponechán.

4.3. Hlavní obrazovka

Hlavní obrazovka (Obr. 10) do jisté míry kopíruje informace zobrazované na displeji přístroje. K dispozici je grafické znázornění průběhu indikačního napětí a generačního proudu. Modrá přerušovaná čára v grafu označuje aktuální hodnotu cílové hladiny, zelená pak definuje pásmo připravenosti, ve kterém by se mělo nacházet indikační napětí, aby byl umožněn start měření.

Vpravo jsou aktuální hodnoty generačního proudu, napětí indikačních elektrod a měřených veličin, také ovládání magnetické míchačky. Rychlost míchání je indikována textově i graficky. Kliknutím myši na grafický prvek lze rychlost změnit. Kliknutím myši na grafický prvek spolu se stiskem tlačítka *Ctrl* lze zadat požadovanou rychlost míchání v číselné podobě. Stiskem tlačítka *Stop* dojde k okamžitému zastavení míchání, které lze opětovně spustit stiskem *Start*. Rychlost míchání se automaticky nastaví do stavu před vypnutím. V průběhu měření rychlost míchání nelze měnit.

Údaje a tlačítka pro ovládání startu měření mají shodnou funkci i na displeji přístroje. V dolní části okna jsou k dispozici pole pro zadání čísla vzorku a navážky. Vyplněním čísla vzorku a/nebo navážky a stiskem tlačítka *Nastavit* dojde k uložení těchto dat do přístroje. Tato nastavení budou automaticky použita pro nejbližší následující měření. V závislosti na dalším nastavení, viz. níže, mohou být tato nastavení použita i v dalších měřeních nebo automaticky nulována. Na stejném místě se po dokončení měření objeví zelený formulář s výslednými daty. Na formuláři lze nastavit znovu číslo vzorku a navážku. Červenou barvou je zobrazen výsledek. Tlačítkem *OK* jsou data odeslána do datového souboru, tlačítkem *Storno* jsou data zničena. Do doby stisku jednoho z tlačítek na displeji přístroje nebo tlačítek ve formuláři nelze provádět další měření.



Obr. 10: Hlavní obrazovka

Ve stavovém pruhu okna zcela dole je indikován uplynulý čas od startu modulu, cesta k datovému souboru, kam jsou ukládány výsledky měření, textově spolu s barevným pozadím aktuální stav přístroje, celkové stanovené množství od posledního vynulování a textově a graficky aktuální funkce přístroje.

Modul jako celek se ovládá pomocí kontextových menu nebo pomocí hlavního menu. Popis hlavního menu následuje.

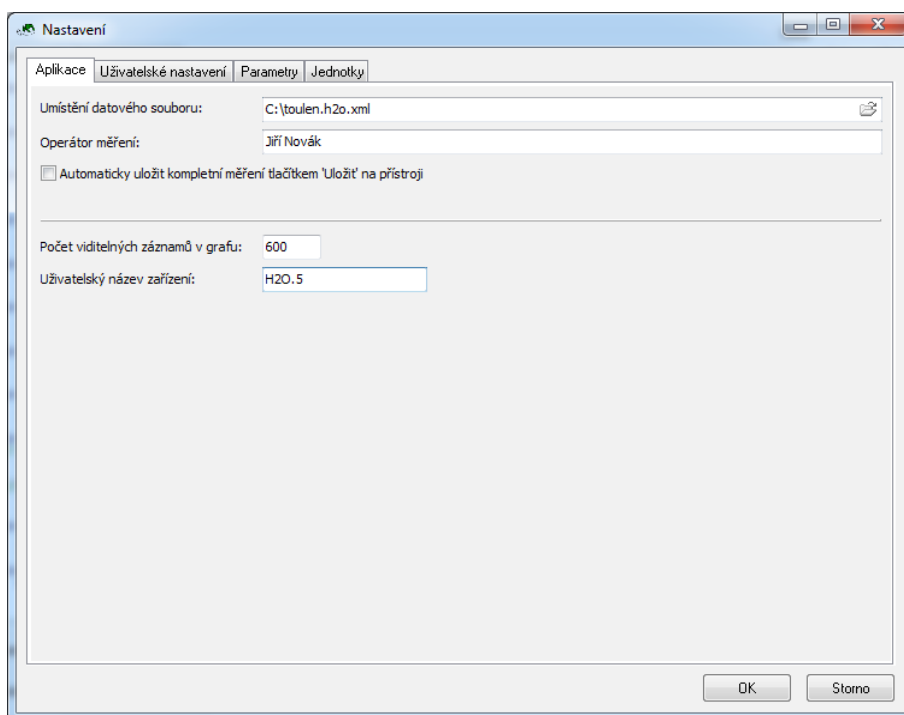
4.4. Společná menu

Společná nastavení pro všechny přístroje se nacházejí pod položkou hlavního menu **Menu** a **Nápověda**. K dispozici je společná volba jazyka a start programových modulů nesvázaných s konkrétním připojitelným přístrojem. Volba jazykové mutace programu je platná pouze pro vlastní program a jeho moduly, nikoliv pro připojené přístroje. Pod položkou hlavního menu **Nápověda** se nachází informační dialog s popisem verze programu a seznamem nainstalovaných modulů včetně jejich verzí a implicitní cesty k datovým souborům.

4.5. Menu Přístroj

Přístroj / Nastavení...

V tomto menu lze provést veškerá nastavení přístroje.



Obrázek 11: Nastavení, karta Aplikace

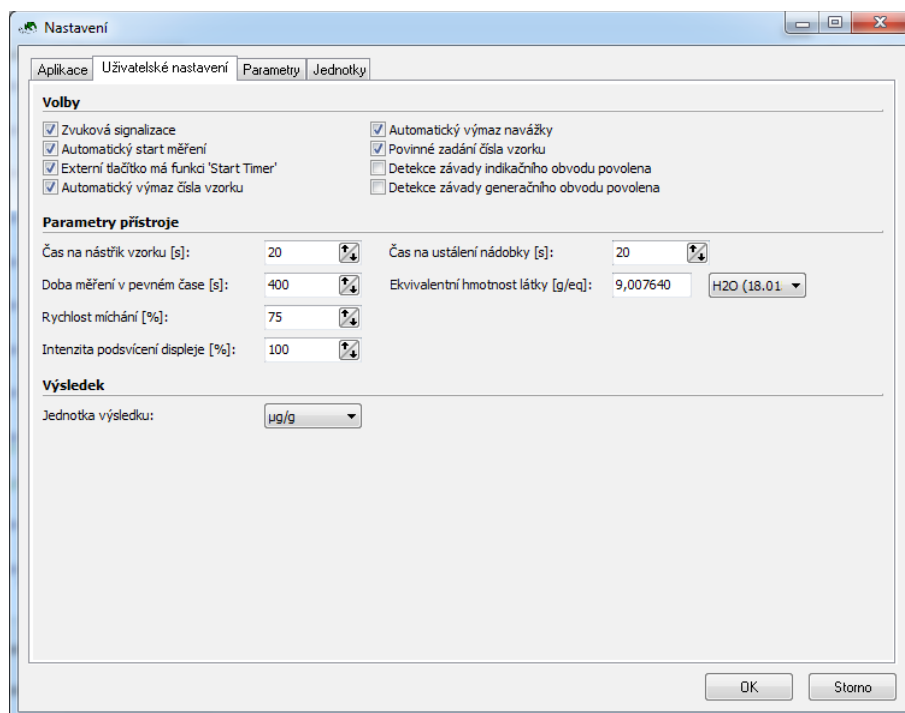
Umístění datového souboru představuje plnou cestu k souboru, kam jsou po odeslání z přístroje zapisovány výsledky měření. Tento soubor lze kdykoliv libovolně měnit. Tím lze například docílit uložení výsledků měření do různých souborů podle sad měření.

Vyplněný **operátor měření**: je automaticky ukládán k výsledkům měření a je tak umožněna identifikace osoby, která měření prováděla.

Pokud je zatržena volba **Automaticky uložit kompletní měření**, pak v případě, že dojde k měření s předem vyplněným číslem vzorku a navázkou, tj. v době dokončení měření jsou k dispozici všechna potřebná data, pak je výsledek po stisku tlačítka **Uložit** na displeji přístroje automaticky uložen do souboru výsledků a již není zobrazen (zelený) dialog editace výsledku měření. Pokud není volba zatržena, je vždy po dokončení měření zobrazen dialog editace výsledků měření, kde lze doplnit potřebné údaje a výsledek uložit do souboru výsledků nebo celé měření odmítnout a výsledky neukládat.

Počet záznamů v grafu značí počet zobrazených bodů na ose X grafu na hlavní obrazovce. Čím vyšší hodnota, tím delší časový úsek průběhu veličiny bude v grafu zobrazen před jeho odrolováním.

Název zařízení slouží k uživatelskému rozlišení konkrétního připojeného přístroje, např. H2O.5.



Obrázek 12: Nastavení, karta Uživatelské nastavení

Ve skupině **Volby** je několik zatržitek. Lze vypnout / zapnout zvukovou signalizaci přístroje; povolit automatický start měření po nástřiku vzorku; definovat funkci externího tlačítka (pokud je k dispozici); povolit automatický výmaz čísla vzorku po dokončení a odeslání výsledku; povolit automatický výmaz navážky po dokončení a odeslání výsledku; povolit povinné zadání čísla vzorku, kdy je číslo vzorku vyžadováno zadat nebo potvrdit před odesláním výsledku; povolit detekci závady indikačního obvodu (rozpojení) a povolit detekci závady generačního obvodu.

Volba **Čas na nástřik** vzorku definuje dobu čekání na nástřik vzorku po manuální spuštění měření tlačítkem **Start**. Pokud je zaznamenána významná změna indikačního napětí (tj. nástřik vzorku) před uplynutím této doby, je zahájeno měření.

Volba **Doba měření v pevném čase** je doba, po kterou bude přístroj provádět měření bez ohledu na dosažení cílové hladiny před uplynutím tohoto intervalu. Spuštění měření v pevném čase se provádí tlačítkem **Timer** na stavové obrazovce.

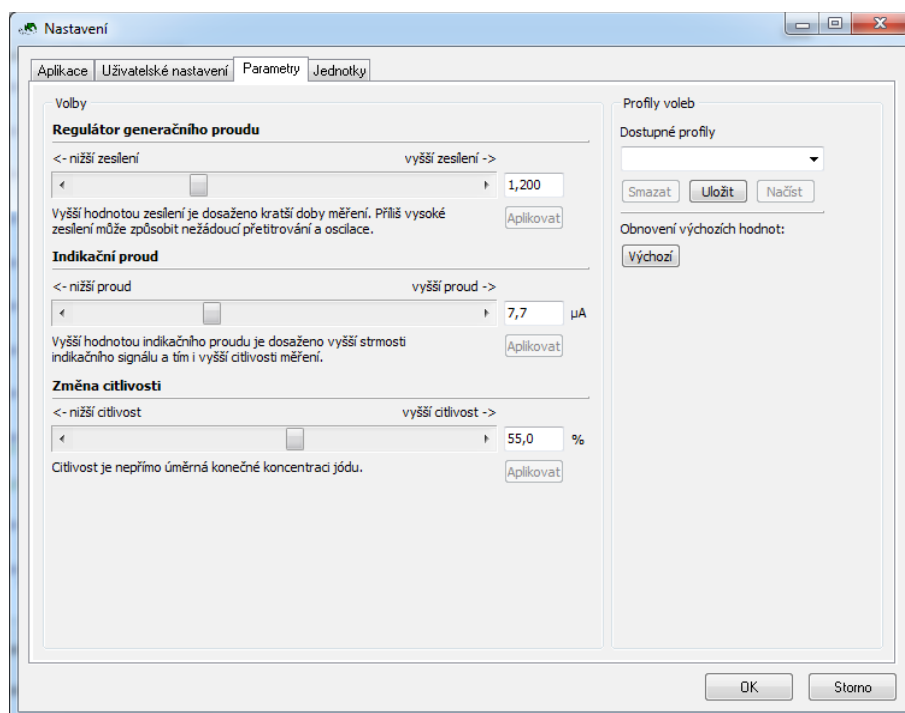
Rychlost míchání je výchozí nastavení pro rychlost míchání interní míchačky po zapnutí přístroje. Podobně to platí pro **intenzitu podsvícení displeje**.

Čas na ustálení nádobky je doba, po kterou se sleduje indikační signál po jeho vstupu do pásma připravenosti. Po uplynutí této doby při setrvání indikačního signálu v tomto pásmu je povolen start měření.

Ekvivalentní hmotnost látky je konstanta použitá ve výpočtu stanoveného množství látky.

Jednotka výsledku umožňuje výběr mezi $\mu\text{g/g}$, ppm atd..

Stanovení vody:



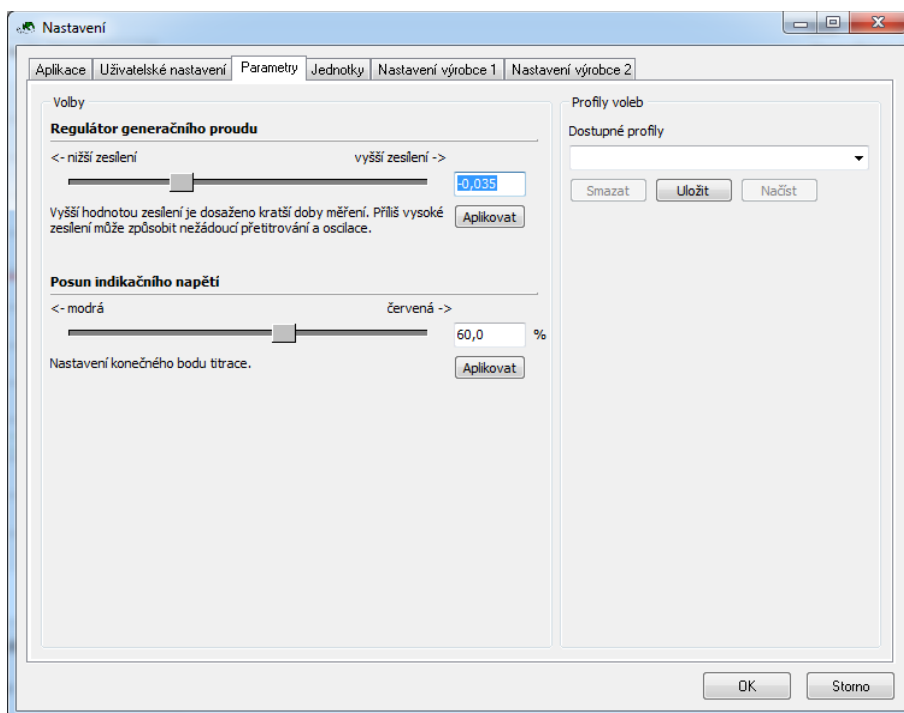
Obrázek 13: Nastavení, karta Parametry pro stanovení vody

Na této kartě lze nastavit parametry **regulátoru generačního proudu** a hodnotu **indikačního proudu**. V případě regulátoru generačního proudu lze nastavit režim regulace na proporcionální, proporcionálně kvadratický a proporcionálně integrační. V proporcionálním režimu je generační proud určen násobkem proporcionálního zesílení a hodnoty odchylky indikačního signálu od cílové hladiny. V proporcionálně kvadratickém režimu je generační proud určen kvadrátem násobku proporcionálního zesílení a hodnoty odchylky od indikačního signálu od cílové hladiny. V proporcionálně integračním režimu je generační proud určen součtem násobku proporcionálního zesílení a hodnoty odchylky indikačního signálu od cílové hladiny s integrálem předchozích generačních proudů. Druhé dva regulační režimy se využívají jen ve zvláštních případech.

Výše hodnoty **indikačního proudu** určuje strmost indikačního signálu a tím i citlivost měření. Nastavení správné hodnoty proudu je vhodné určit empiricky.

Kompletní nastavení regulátoru generačního proudu a hodnoty indikačního proudu lze uložit do pojmenovaného profilu a později načíst zpět. Aktuální nastavení je uloženo v paměti přístroje.

Stanovení čísla kyselosti:

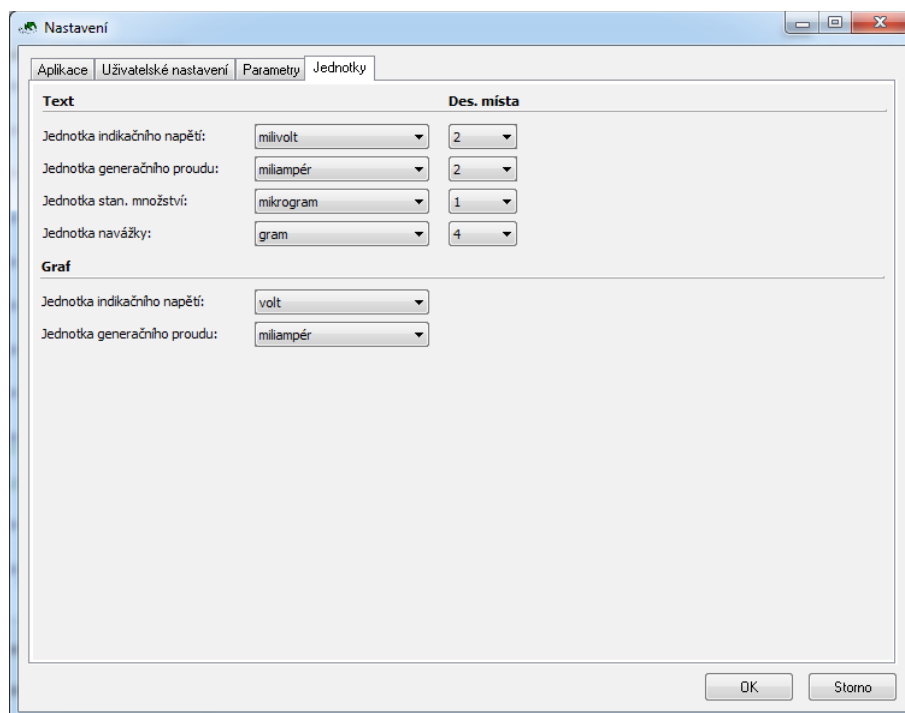


Obrázek 14: Nastavení, karta Parametry

Na této kartě lze nastavit parametry regulátoru generačního proudu a posun indikačního napětí. V případě **regulátoru generačního proudu** lze nastavit režim regulace na proporcionální, proporcionálně kvadratický a proporcionálně integrační. V proporcionálním režimu je generační proud určen násobkem proporcionálního zesílení a hodnoty odchylky indikačního signálu od cílové hladiny. V proporcionálně kvadratickém režimu je generační proud určen kvadrátem násobku proporcionálního zesílení a hodnoty odchylky od indikačního signálu od cílové hladiny. V proporcionálně integračním režimu je generační proud určen součtem násobku proporcionálního zesílení a hodnoty odchylky indikačního signálu od cílové hladiny s integrálem předchozích generačních proudů. Druhé dva regulační režimy se využívají jen ve zvláštních případech.

Posunem indikačního napětí se mění poloha konečného bodu titrace a tím i citlivosti měření. Nastavení správné hodnoty proudu je vhodné určit empiricky.

Kompletní nastavení regulátoru generačního proudu a hodnoty indikačního proudu lze uložit do pojmenovaného profilu a později načíst zpět.



Obrázek 15: Nastavení, karta Jednotky

Dialog umožňuje volbu jednotek veličin zobrazovaných textově i v grafu na hlavní obrazovce. Nastavení je uloženo v počítači.

Přístroj / Rychlost míchání

Rychlost míchačky lze zadat číselně.

Přístroj / Nulovat průběžný výsledek

Průběžně stanovené množství lze touto volbou vynulovat.

Přístroj / Nulovat počítadlo stanoveného množství

Celkově stanovené množství zobrazené ve stavovém řádku lze touto volbou vynulovat.

Přístroj / Odblokovat nové měření

V případech, kdy je nové měření blokováno, lze tímto повеlem nové měření odblokovat a tím povolit.

Přístroj / Cílová hladina

Pomocí dialogu lze zadat novou hodnotu cílové hladiny. Zadaná hodnota je po potvrzení okamžitě použita.

Přístroj / Změna zařízení

Touto volbou lze programově přepnout připojené zařízení do jiného režimu. Stanovení vody s diafragmou (H₂O/DF), bez diafragmy (H₂O/BD), stanovení čísla kyselosti (KOH).

4.6. Menu Graf

Toto menu slouží k ovládání zobrazení grafu.

Graf / Zobrazit data

Otevření samostatného dialogu s kompletním zobrazením grafu se všemi doposud načtenými daty. Lze tak kontrolovat i průběh dat, která už nejsou k dispozici v grafu v hlavním okně.

Graf / Uložit do souboru

Doposud načtená data grafu jsou vyexportována jako tabulka pro Microsoft Excel do zvoleného souboru.

Graf / Vymazat data

Okamžité vymazání všech dat grafu.

Graf / Vycentrovat, Vycentrovat vše

Uvede nastavení zobrazení grafu do výchozí polohy pro aktuálně zobrazený graf nebo pro všechny grafy.

4.7. Menu Měření

Pomocí tohoto menu lze vyvolat start samostatného programové modulu, který není vázán na připojený přístroj a zobrazí obsah aktuálního datového souboru s výsledky měření.