

Informations pour les utilisateurs des systèmes de titrage
et de mesure du pH, des densimètres et réfractomètres

Sommaire

Rapport des clients

- L'analyse automatique de l'eau 2

Solutions pour clients

- Appareils de mesure combinés DR pour l'industrie des arômes en Chine 4
- LabX connect établit la liaison avec le système de contrôle du procédé5

Applications

- La détermination du sulfate 8
- Analyse de compléments alimentaires: Titrage turbidimétrique de la chondroïtine sulfate 12

Conseils d'expert

- Conseils et astuces:
Les résultats des mesure de masse volumique et d'indice de réfraction se transfèrent très aisément des appareils de mesure portables à l'ordinateur! 15

Nouveautés

- Food & Beverage Analyzer DL22 17
- Le DL15 et le DL28 18
- La ligne portable – SevenGo™, InLab® and ErGo™ 19



L'analyse automatique de l'eau



Analyse de l'eau durant la nuit, complète, sans surveillance et entièrement automatique. Depuis plus d'un an déjà, ceci n'est plus un vœu pieux pour la société Grünbeck Wasseraufbereitung GmbH, à Höchstädt en Bavière.



- Déroulement entièrement automatique des analyses
- Acquisition et traitement entièrement numérique des données
- Pilotage assisté par ordinateur (et traitement des données du système)
- Faible consommation / coût d'exploitation
- Facilité d'emploi

Le système d'analyse, constitué de composants METTLER TOLEDO et DIONEX, fournit pour chaque échantillon et sur simple pression d'une touche la conductivité, le pH, la capacité acide-base ainsi qu'en tout six concentrations de cations et huit concentrations d'anions. Au cours des 12 der-

ce soit pour le traitement de l'eau potable, l'épuration des eaux usées ou la production de vapeur pour actionner des turbines – les opérations changent, même si le but est toujours le même: il s'agit de réduire la concentration de certains ions ou de tous les ions. La société Grünbeck GmbH développe, étudie et construit des installations de traitement de l'eau, conseille en matière de traitement de l'eau et offre des prestations de service complètes, chez le client, pour les installations en service. L'analyse de l'eau est ici à la base de tout: sur elle s'appuie le développement des procédés, elle accompagne les projets jusqu'à la mise en service et elle sert au contrôle ou à l'élimination de problèmes sur les installations en service.

Des mesures indépendantes de la concentration

Rien que la première exigence du catalogue représente déjà un des plus grands défis. En raison des fortes différences de concentration prévisibles (par exemple sodium/ammonium ou chlorure/nitrite), un déroulement d'analyse entièrement automatique n'est possible que moyennant une saisie du signal indépendante de la plage de mesure en IC (chromatographie ionique). Avec la technique traditionnelle analogique, sans modification de la sensibilité du signal, les faibles teneurs ne seraient pas saisies ou les pics élevés seraient tout simplement coupés. Le traitement numérique du signal non dépendant de la plage de mesure apporte la solution. Cette fonction est intégrée dans le système DIONEX IC.



Aperçu de l'installation

Tout un catalogue d'exigences

Il y a deux ans, Friedrich Patočka, chef de laboratoire chez Grünbeck GmbH, formulait son catalogue d'exigences:

niers mois ce système composite a fonctionné pendant 150 nuits de façon sûre, sans surveillance, et a fourni 2500 résultats d'analyse. Une tâche qu'il aurait été impossible de réaliser avec la technique traditionnelle.

De nos jours peu de personnes se soucient vraiment de l'eau, tout au contraire de l'industrie: partout où l'eau sert ici de matière première, pour le refroidissement ou dans les procédés, des traitements spéciaux sont appliqués afin de répondre aux exigences légales ou de qualité. Que

Un système optimal pour l'analyse de l'eau

Composant	Analyse	Plage de mesure
DIONEX chromatographe d'ions ICS-1000 (cations)	Li ⁺ , Na ⁺ , NH ₄ ⁺ , K ⁺ , Mg ²⁺ , Ca ²⁺	< 0,005 – 1000 mg/L* 0 – 3200 µS/cm (sortie détecteur numérique)
DIONEX chromatographe d'ions ICS-1000 (anions)	F ⁻ , Cl ⁻ , Br ⁻ , NO ₂ ⁻ , NO ₃ ⁻ , SO ₄ ²⁻ , PO ₄ ³⁻	* Les valeurs individuelles dépendent de l'ion et de la matrice
DIONEX logiciel Chromeleon®		indépendance de la plage de mesure pour tous les détecteurs DIONEX
METTLER TOLEDO titreur DL70ES avec LabX pro	capacité acide/base, pH	0 ou 1 – 8 mmol/L 0 – 14 pH
METTLER TOLEDO passeur d'échantillons Rondo60		19 échantillons, système spécial de dépose des couvercles
METTLER TOLEDO conductimètre SevenMulti	conductivité	0,00 µS/cm – 1000 mS/cm



La seule et dernière intervention manuelle: la mise en place des échantillons sur le passeur d'échantillons.

La connexion réseau sécurise les données

Seule la préparation des analyses requiert encore des opérations manuelles. Les échantillons sont simplement filtrés, puis ils sont placés sur le passeur d'échantillons automatique. Après l'entrée de la série d'échantillons sur le PC, le démarrage de la mesure se fait par clic sur la souris. Le passeur d'échantillons alimente automatiquement tous les composants du système d'analyse (voir tableau). Les récipients porte-échantillon sont fermés avant l'analyse. Un système spécial de dépose des couvercles les ouvre juste avant l'analyse. Ils sont ainsi protégés des influences ambiantes, par exemple de l'absorption de CO₂. Après la mesure, le logiciel réunit tous les résultats dans un fichier Excel en vue d'un traitement ultérieur. Dès que la séquence de mesures est terminée, le réseau local tient ces données à la disposition de tous les postes de travail. En plus du gain de temps et de confort, Franz Baumgartner, responsable de la technique procédés chez Grünbeck, y voit également une amélioration substantielle de la sécurité: auparavant, l'entrée manuelle des résultats de mesure individuels constituait une source potentielle

d'erreurs. Et la traçabilité sans faille des résultats, de la mesure jusqu'au calcul est un gros avantage.

Economie de temps: 50%

En plus de la méthode d'analyse numérique et entièrement automatisée, Baumgartner fait l'éloge de la possibilité de dépouillement rapide et évident ainsi que de la grande efficacité du système. Par rapport au passé, les mesures ne prennent plus qu'environ la moitié du temps! Alors que les déterminations avec le chromatographe ionique (anions), le photomètre (cations), le titreur (calcium, magnésium et pH) le conductimètre demandaient autrefois quatre appareils, les efforts se con-

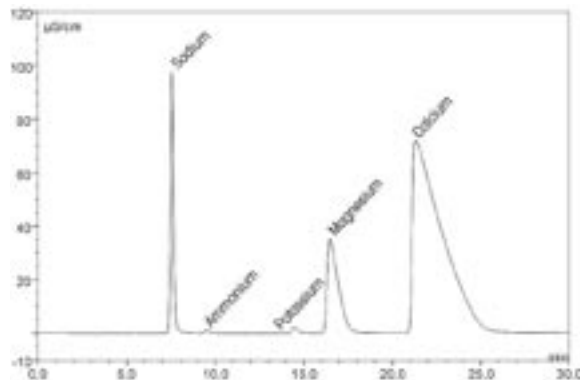


Analyse de l'eau entièrement automatisée. 17 paramètres obtenus, de nuit, sur simple pression d'une touche. Le système METTLER TOLEDO / DIONEX.

centrent désormais sur le pilotage, la maintenance et l'entretien d'un seul système. Seules les teneurs en fer et en manganèse sont encore déterminées séparément, par photométrie.

Élimination des bouchons

Interrogé sur sa décision d'achat, Friedrich Patočka répond qu'il y a une année seulement aucun fabricant n'était en mesure de proposer un système comparable, présentant les performances requises. Les résultats positifs obtenus avec les ap-



Mesure parallèle du sodium, du potassium, du magnésium et du calcium dans des échantillons d'eau, grâce à la saisie numérique du signal.

pareils METTLER TOLEDO et DIONEX et l'excellente réputation de ces fabricants ont finalement emporté la décision de l'ingénieur chimiste. Aujourd'hui, après un an de fonctionnement, il résume l'essentiel en trois phrases: « Une intense procédure de prise de décision a précédé l'investissement dans ce nouveau système. Un regard en arrière montre que, sans le système entièrement automatisé pour l'analyse de l'eau, nous ne serions jamais venus à bout des analyses demandées au cours du semestre passé. Compte tenu du fait que les résultats du laboratoire servent à l'acquisition et au développement de procédés dans le secteur vente d'installations, cet investissement sera amorti en peu de temps! »



Haute technologie vue d'en haut: Seven Multi METTLER TOLEDO mesure la conductivité.

Appareils de mesure combinés DR pour l'industrie des arômes en Chine



S. Chen

Le niveau de vie en Chine augmente. De ce fait la qualité des denrées alimentaires gagne en importance, aussi bien auprès des individus que du gouvernement. Le secteur agroalimentaire se développe et est, dès maintenant, le plus grand secteur industriel. Les aliments et les produits pharmaceutiques sont dorénavant contrôlés officiellement.

La croissance du secteur alimentaire entraîne une demande croissante d'additifs, par exemple d'arômes. Plus de 250 arômes sont actuellement autorisés. La production annuelle atteint environ 30.000 tonnes, ce qui représente une valeur d'environ 1 milliard RMB. Plus de 50 % de ces arômes entrent dans la fabrication de glaces, environ 25 % dans les biscuits, 17 % dans divers produits aromatisants et 7 % dans d'autres applications.

Les arômes jouent un rôle décisif pour le goût de nombreux aliments.

On les rencontre dans la plupart des produits, même si ce n'est souvent qu'en très faible quantité. Les arômes servent soit à renforcer le goût originel, soit à combler un déficit. Ils servent également à cacher les odeurs indésirables de certains constituants.

Les arômes sont des mélanges de divers arômes comestibles. La masse volumique et l'indice de réfraction sont des paramètres clés du contrôle de qualité. Les appareils de mesure combinés DR de METTLER TOLEDO, associés aux unités d'automatisation

SC30 et SC1, sont des systèmes idéaux pour cette application, car ils fournissent des résultats fiables et rapides pour de nombreux types d'échantillons. La fonction « CHECK » intégrée sert souvent à assurer des résultats corrects. La démarche suivante est presque la règle chez nos utilisateurs. Ils utilisent un étalon de masse volumique (eau, référence 51338006), pour vérifier quotidiennement l'exactitude de mesure de leur système. Si les résultats de ce contrôle « CHECK » se trouvent à l'intérieur de la plage de tolérance, les échantillons seront analysés. En cas d'échec de « CHECK », les cellules de mesure sont d'abord nettoyées (pression d'une seule touche!) et l'exactitude de mesure est contrôlée une nouvelle fois. Si le résultat n'est toujours pas correct, on procède à un étalonnage de l'appareil. Certains utilisateurs vont encore plus loin: après chaque étalonnage, ils vérifient le nouveau facteur d'étalonnage de la cellule de mesure. Entre deux étalonnages, ce dernier ne devrait pas différer de plus de 6 sur la dernière décimale. Si, lors du dernier étalonnage on a par exemple déterminé un facteur de 2,025420, le nouveau facteur doit se situer entre 2,025417 et 2,025423. S'il sort de ce domaine, un contrôle est effectué pour vérifier que le bon étalon a été employé. Le système est ensuite réétalonné, puis un nouveau « CHECK » est effectué avec un étalon d'eau. De cette façon un écart par rapport aux sévères exigences d'exactitude des résultats est pratiquement exclu. Les échantillons ont souvent des viscosités très différentes. Certains sont gluants, d'autres pas. Même dans ces cas et grâce à la fonction intégrée « O.S. Rate », les systèmes de mesure sont en mesure d'effectuer toutes les mesures automatiquement sur le carrousel du passeur d'échantillons. Peu importe la viscosité, les unités d'automatisation



Appareil de mesure combiné DR et unité d'automatisation SC30 de METTLER TOLEDO

SC1 et SC30 pressent sans difficulté les échantillons dans les cellules de mesure de l'appareil combiné DR. La durée de remplissage de l'échantillon s'adapte automatiquement à la viscosité, de sorte que le risque de cellules incomplètement remplies est inexistant. De même, la durée de vidange s'adapte automatiquement à la durée de remplissage. Ceci garantit que la pompe fonctionne suffisamment longtemps après une mesure pour évacuer l'échantillon. La correction de viscosité intégrée veille donc à des mesures correctes de la masse volumique pour les échantillons visqueux.

La fonction « Repeat Meas. » avec « Movement Ratio » sert à effectuer rapidement des mesures multiples tout en évitant les erreurs de mesure. Nos utilisateurs utilisent généralement les réglages « Repetitions: 3 » « Movement Ratio: 15% ». De cette façon chaque échantillon est automatiquement mesuré trois fois. La fonction « SD Limit » (écart type maximal admissible pour les résultats individuels) informe automatiquement l'opérateur lorsqu'une mesure est erronée. Cette fonction veille non seulement à l'obtention de résultats corrects, mais aussi à une moindre consommation de solvants pour le nettoyage.

Finalement, la fonction « Mot de passe » des appareils combinés DR garantit que les déroulements standard définis par le chef de laboratoire pour l'analyse des échantillons sont strictement observés par chaque opérateur. Nos appareils de mesure combinés DR se mutent ainsi quasiment en assistants du chef de laboratoire.

Ces caractéristiques ont sans doute contribué de façon décisive au succès des systèmes de mesure automatiques de METTLER TOLEDO pour la détermination de la masse volumique et de l'indice de réfraction en Chine.

LabX connect établit la liaison avec le système de contrôle du procédé



T. Buffa

La disponibilité de solutions logicielles bien conçues, pour les instruments de laboratoire, est un critère d'importance croissante pour la décision d'achat. Quatre ans après son lancement général et, avec plusieurs milliers d'utilisateurs à travers le monde entier, la solution logicielle LabX pour le pilotage des instruments et l'acquisition des données est en passe de devenir l'interface utilisateur et la solution d'acquisition de données la plus appréciée pour les titreur et les balances.

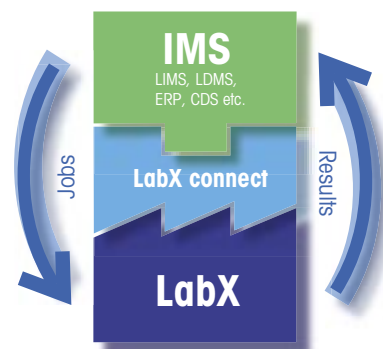


Fig. 1: Intégration système de LabX par connect

Grâce au lancement de la version V2.0 pour LabX connect Toolkit, les organisations utilisatrices ont maintenant la faculté d'installer des solutions d'intégration adaptées, entre LabX et des logiciels propres ou non Mettler, s'intégrant sans faille dans leur stratégie d'acquisition électronique des données.

L'automatisation du contrôle des décisions, basée sur les résultats de tests effectués avec des instruments d'analyse de laboratoire ou de production, offre des possibilités substantielles d'amélioration de la productivité, de réduction des erreurs, d'économies, et

pour la surveillance des procédés de laboratoire et de production.

A la recherche d'une solution économique pour le titrage s'intégrant parfaitement dans son nouveau système de contrôle de procédé LineGuard® SmartControl™ SC-1000, Henkel Corporation s'est arrêté sur le logiciel de pilotage d'instruments LabX de METTLER TOLEDO. C'est surtout la flexibilité du logiciel qui a emporté la décision. LabX connect Toolkit, proposé en option, a finalement été à la clé de la solution permettant l'intégration des données entre LabX et le système de Henkel.

Henkel propose des installations de lavage pour emballages métalliques, des systèmes réfrigérants, des produits de nettoyage et de protection des surfaces ainsi que diverses autres solutions pour le traitement de surface des métaux et matières plastiques. La société a récemment introduit le nouveau système SmartControl™ pour le contrôle processus des lignes et l'acquisition des données par PC. Par rapport à un automate programmable industriel (API), l'utilisation d'un PC permet de faire des économies sur les coûts d'équipement et d'installation. Le système présente

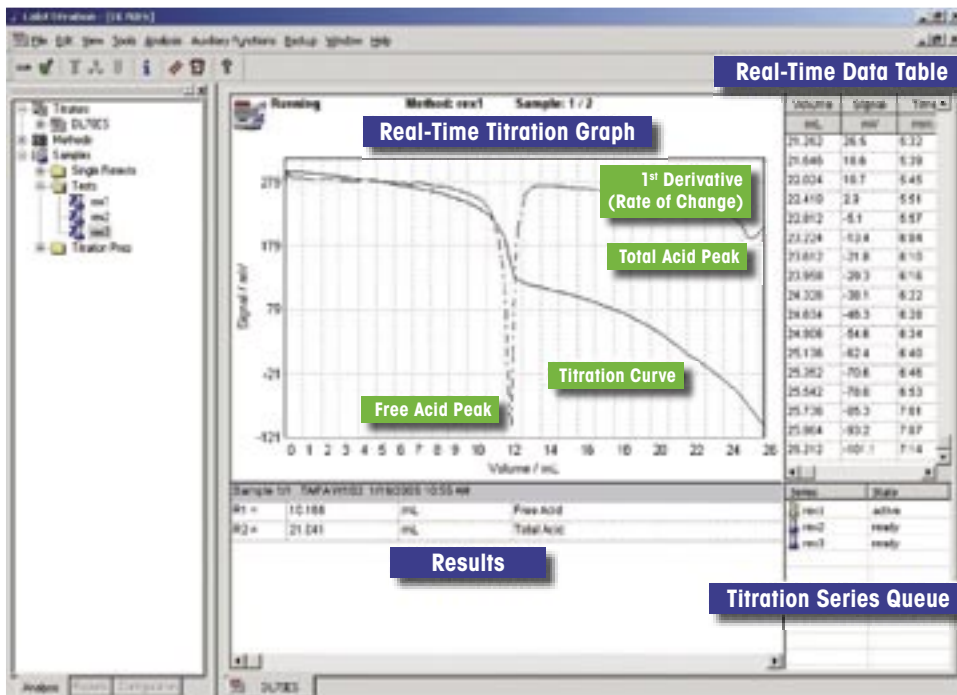


Fig. 2: Interface utilisateur LabX, système SmartControl™

plusieurs petites interfaces processus reliées en réseau avec le PC. Il en résulte une solution API « numérique » par opposition à la solution analogique traditionnelle de la technologie API. Pour la surveillance du procédé de fabrication, le système SmartControl™ fournit à l'utilisateur un affichage complet de toutes les variables du procédé, des graphiques évolutifs et des événements de contrôle comme, par exemple, des messages d'avertissement, les écarts de valeurs de consigne et autres états de fonctionnement permettant, le cas échéant, de prendre les décisions requises.

L'analyse par titrage est indispensable pour le maintien des concentrations requises des solutions utilisées dans les installations de lavage des emballages métalliques et dans les systèmes réfrigérants de Henkel. Elle intervient en particulier dans la fabrication de boîtes en deux pièces, pour boissons, où elle sert, entre autres, au contrôle processus. Le titrage automatique élimine les écarts qui peuvent résulter de l'in-

terprétation de tests manuels. Pour le contrôle des instruments, Henkel a opté pour le logiciel LabX, en combinaison avec un titreur DL70ES et le passeur d'échantillons RONDO™ en tant que composants du système SmartControl™. LabX tourne sur un PC relié au réseau SmartControl™. L'interface utilisateur du titreur DL70ES se distingue par une grande commodité d'emploi. Henkel livre LabX, préalablement configuré, à ses clients, de sorte que les méthodes requises pour le titrage acide/base et du fluorure figurent déjà dans la base de données de LabX (voir fig. 2).

Le LabX connect Toolkit est appelé Interface de programme d'application (IPA) et permet d'intégrer sans faille les déroulements LabX et/ou les informations de la base de données LabX et les systèmes ou applications logicielles non Mettler. Par l'emploi de LabX connect, des interfaces bidirectionnelles peuvent être développées qui permettent de mettre les données LabX à la disposition d'autres systèmes logiciels ou

d'autres applications et vice-versa. Et ceci dans le bon format, soit pour un traitement ultérieur ou simplement pour l'enregistrement. Pour l'installation d'applications logicielles, l'IPA présente l'avantage de permettre l'intégration/adaptation sans avoir à intervenir sur le code source de l'application. L'utilisateur n'a donc pas devant lui un système spécial dont le vendeur ne pourrait assurer la maintenance et le support, et qui ne se prêterait pas à la validation dans les secteurs réglementés (voir fig. 1). METTLER TOLEDO et Henkel se sont servis de LabX connect Toolkit pour développer une interface adaptée entre LabX et SmartControl™ SC-1000 de façon à afficher les résultats de titrage sur SmartControl™. Les résultats de l'analyse par titrage sont transmis automatiquement au système SmartControl™ et affichés en temps réel sur l'écran du PC de SmartControl™ qui fait office de « tableau de bord » et qui présente simultanément les mesures en ligne provenant de capteurs intégrés dans l'installation de lavage. LabX connect transmet simultanément des données supplémentaires du fichier SPC, utiles pour indiquer la tendance de la grandeur mesurée. Ces données sont archivées avec d'autres données du système SmartControl™. Les avertissements prédéfinis dans SmartControl™ signalent au personnel servant les différences significatives entre deux mesures analogues, de sorte que les mesures appropriées peuvent être prises (voir fig. 3). Par le biais de événements de contrôle, LabX connect met à disposition des données de la base de données LabX. Les événements provoquent un message à l'application cible qui est « à l'écoute » de nouvelles données ou d'autres données déposées dans la base de données LabX. METTLER TOLEDO a aidé Henkel pour le développement d'un script adapté à LabX connect, basé sur les événements de

contrôle et écrit en Visual Basic. Les événements requis sont sélectionnés, formatés selon les exigences de SmartControl™ et déposés dans un répertoire du PC SmartControl™ où ils peuvent être utilisés par SmartControl™.

L'intégration des données dans SmartControl™ ouvre encore d'autres possibilités facilitant les décisions à prendre par les opérateurs. Le transfert de données entre LabX et SmartControl™ SC-1000 inclut la mesure en millivolt de la puissance délivrée par l'électrode spécifique du fluorure chaque fois qu'un étalonnage est effectué. SmartControl™ surveille ainsi la durée de vie de l'électrode de fluorure et avertit lorsque la puissance délivrée tombe en dessous d'une valeur minimale prédéfinie lors de l'étalonnage. Le message « Vérifier capteur de fluorure » apparaît sur

l'écran principal du PC SmartControl™. Cet avertissement signale au personnel servant que la durée de vie de l'électrode de fluorure s'épuise. Ceci n'est qu'une des nombreuses possibilités de tirer profit des résultats et autres données disponibles dans LabX pour les prises de décision, le traitement ultérieur par des systèmes tiers ou l'automatisation des décisions.

Pour les clients de Henkel utilisant SmartControl™, l'automatisation du titrage par LabX et par une solution de titrage automatique améliore considérablement l'exactitude et l'accès à des données importantes pour la prise de décision. Ceci permet d'augmenter la qualité des produits, d'optimiser le procédé et l'utilisation des réactifs des bains, d'augmenter la productivité et de réduire les coûts. Les données peuvent

être archivées et consultées pour l'analyse de tendance et l'exploitation statistique. Le cas de Henkel n'est que l'un de nombreux exemples illustrant les possibilités offertes par l'emploi de LabX et de LabX connect pour établir des solutions personnalisées répondant au besoin croissant de nombreux clients d'intégrer les données électroniques dans les procédés de prise de décision. Et les fournisseurs d'instruments de laboratoire peuvent ainsi proposer des solutions de gestion des données s'intégrant sans problème dans l'environnement du client.

Henkel LineGuard® SmartControl™ SC-1000 et SmartControl™ sont des marques déposées de Henkel Corporation.

RONDO™ est une marque déposée de Mettler-Toledo, Inc.

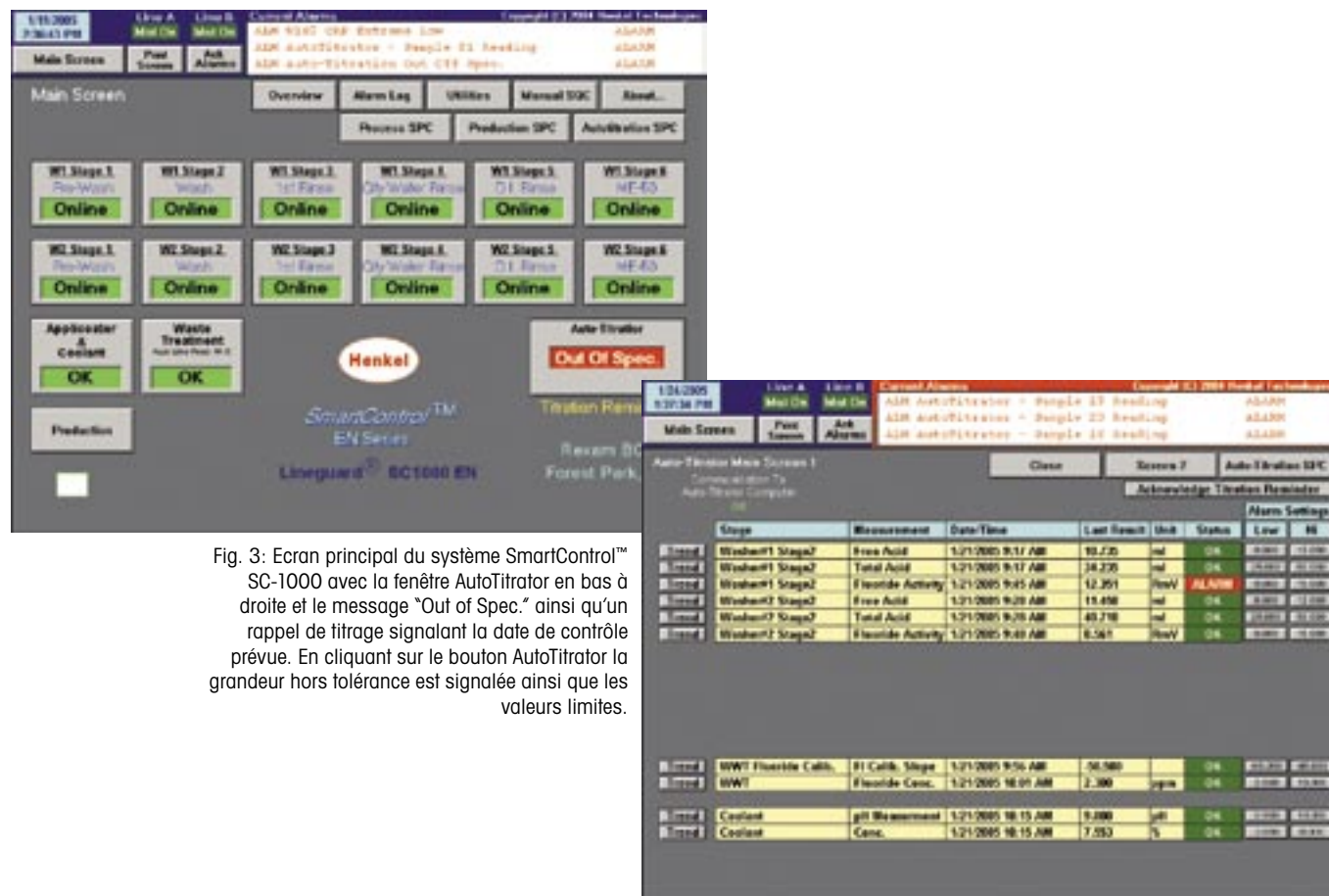


Fig. 3: Ecran principal du système SmartControl™ SC-1000 avec la fenêtre AutoTitrator en bas à droite et le message "Out of Spec." ainsi qu'un rappel de titrage signalant la date de contrôle prévue. En cliquant sur le bouton AutoTitrator la grandeur hors tolérance est signalée ainsi que les valeurs limites.

Détermination du sulfate par titrimétrie



A. Aichert

La plupart des méthodes de titrage du sulfate ne fonctionnent fidèlement que si les échantillons ne contiennent pas de cations bivalents dérangeants, tels que le calcium ou le magnésium. La méthode présentée ici permet de déterminer le sulfate en présence de calcium et de magnésium, et de mesurer en même temps la concentration de ces deux cations.

Introduction

Il existe différentes méthodes de titrage pour déterminer la teneur en sulfate dans des échantillons:

- Titration par le perchlorate de barium avec l'indicateur Thorin. Indication: Phototrode™ DP5 à 555 nm (électrode colorimétrique)
- Titration par le chlorure de barium. Indication: Ba ISE (électrode spécifique)
- Titration par le perchlorate de barium. Indication: Pb ISE (électrode spécifique)
- Titration par le perchlorate de plomb. Indication: Pb ISE (électrode spécifique)
- Titration par le chlorure de barium. Indication: InLab710 (électrode conductimétrique)

Toutes ces méthodes sont très fiables tant que l'échantillon ne contient pas de cations bivalents dérangeants (par exemple calcium, magnésium). Ces cations doivent d'abord être éli-

minés par un échangeur d'ions très acide, ce qui rend l'analyse plus laborieuse.

Nous décrivons par la suite une méthode de détermination du sulfate où les cations calcium ou magnésium éventuellement présents ne dérangent pas et peuvent être déterminés simultanément.

Détermination du sulfate par une électrode spécifique du Ca

Principe

Le principe de la détermination du sulfate par une électrode Ca ISE est simple: le sulfate présent dans l'échantillon est précipité à pH 4 par un excès de chlorure de barium. Le barium encore en solution après précipitation complète du sulfate est titré à pH 10 par l'EDTA en utilisant une électrode Ca ISE.

Dans le cas où l'échantillon contient de plus des ions calcium et/ou magnésium, cette méthode utilise le fait que l'électrode Ca ISE réagit à la fois au barium et au calcium, ainsi qu'au magnésium. Puisque tous les trois cations forment des complexes avec l'EDTA à pH 10, ces composants peuvent ainsi être analysés en parallèle.

Si un échantillon ne contient pas de magnésium, la méthode directe peut être employée. Sinon, la méthode en deux étapes est requise.

La méthode directe

Le sulfate dans la solution échantillon est précipité par un excès de chlorure de barium à pH 4. Après avoir porté la solution à pH 10, l'excès de barium est titré par l'EDTA avec une électrode Ca ISE. Si l'échantillon contient du calcium, il complexe avant le barium en raison de sa liaison préférentielle avec l'EDTA. La courbe de titrage présente de ce fait deux sauts distincts. Le dépouillement conduit directement aux teneurs en sulfate et en calcium de l'échantillon.

Si l'échantillon contient de plus du magnésium, cette méthode ne peut pas être employée. La différence entre les liaisons préférentielles du magnésium et du barium avec l'EDTA est trop faible et entraînerait de faux résultats.

La méthode en deux étapes

Les teneurs en calcium et en magnésium doivent d'abord être déterminées par titrage avec l'EDTA à pH 10, à l'aide d'une électrode Ca ISE. La solution est ensuite acidifiée (pH 4) et, comme précédemment, le sulfate de l'échantillon est complètement précipité par un excès de chlorure de barium. Après avoir ramené la solution à pH 10, l'excès de barium peut être titré par l'EDTA avec une électrode Ca ISE pour déterminer la teneur en sulfate.

Remarques importantes (pour les deux méthodes)

- La précipitation du sulfate par le chlorure de barium doit se faire à $\text{pH} \leq 4$, sans quoi elle n'est pas totale.
- Le titrage par l'EDTA doit se faire à $\text{pH} \geq 10$, sans quoi le dépouillement des courbes de titrage est très difficile et imprécis.
- Une grande quantité de précipité de sulfate de barium entraîne des inclusions qui conduisent à des valeurs de sulfate trop faibles. Afin



d'obtenir des résultats plus exacts, il est recommandé d'opérer avec des échantillons dilués (environ 0,05 mmol de sulfate par échantillon) et un réactif dilué (p.ex. EDTA 0,025 mol/L).

L'électrode spécifique du calcium (Ca ISE)

L'utilisation d'une électrode Ca ISE, en combinaison avec une électrode de référence InLab301, a très bien fait ses preuves pour cette application. Après un bref conditionnement d'environ 2 heures dans une solution 0,01 molaire de calcium, l'électrode Ca ISE est prête pour l'analyse.

Avec la méthode en deux étapes on obtient un ou deux sauts de potentiel pour le premier titrage, selon la teneur en magnésium et l'état de l'électrode Ca ISE. La détermination du premier saut (magnésium) est généralement difficile et imprécise. Dans la plupart des cas, elle n'est possible que par dépouillement ultérieur à l'aide de LabX. C'est la raison pour laquelle seul le second et grand saut (calcium) est pris en compte par la suite pour la méthode en deux étapes. Il permet de calculer la teneur totale, en magnésium et calcium. Si on utilise une électrode Ca ISE neuve le saut de potentiel dû au calcium est d'env. 1000 mV/mL et d'env. 50 mV/mL pour le barium.

Dans la méthode directe le comportement est inversé; le saut de potentiel est plus grand pour le barium que pour le calcium.

Après un usage prolongé, la hauteur du saut diminue lentement (jusqu'à env. 100 mV/mL pour le calcium et env. 18 mV/mL pour le barium). Après environ 500 déterminations, une détermination fiable n'est plus possible. Le bruit du signal est trop fort et le saut de potentiel trop petit. La mise en place, simple et rapide, d'un module de membrane neuf, remet cependant l'électrode Ca ISE à l'état neuf.

Mode opératoire

Méthode directe

Pour les échantillons ayant une teneur prévue en sulfate d'env. 0,05 mmol, sans magnésium, le pH est amené à moins de 4 par HCl 1,0 mol/L. Après ajout de 2 mL de chlorure de barium 0,1 mol/L, on agite pendant 2 minutes pour obtenir une précipitation complète. Le pH est ensuite porté au dessus de 10 à l'aide d'une solution d'ammoniacale à 5 %. Dans un premier titrage par l' EDTA 0,025 mol/L on titre jusqu'au premier point d'équivalence qui permet de calculer la teneur en calcium. Dans un second titrage par l' EDTA 0,025 mol/L on titre de nouveau jusqu'au premier EQP qui permet de déterminer la teneur en barium et donc en sulfate. Il apparaît que pour le calcul de la teneur en sulfate (= quantité de barium ajoutée, moins la quantité de barium encore en solution après précipitation par le sulfate) on ne peut pas utiliser la quantité théorique de barium ajoutée (2 mL 0,1 mol/L), car on obtient ainsi des teneurs en sulfate d'env. 10% trop élevées. Des effets de matrice ou la lente remise en solution du sulfate de barium précédemment précipité pendant le titrage par l' EDTA pourraient être en cause. Afin d'éliminer autant que possible ces effets, le calcul est fait non pas avec la quantité théorique de barium ajoutée, mais avec une valeur d'excès qu'il a fallu déterminer au préalable pour les échantillons ayant tous une teneur analogue en sulfate:

La détermination se fait comme suit: la quantité de sulfate escomptée dans les échantillons est versée dans un récipient de titrage. 2 mL de chlorure de barium 0,1 mol/L sont ensuite ajoutés. La quantité de barium encore en solution après la précipitation est désignée par excès et est déterminée par titrage avec de l' EDTA.



Paramètres de titrage

Le réactif de titrage est ajouté de façon dynamique et la saisie du résultat de mesure est contrôlée par l'équilibre. Les variations de potentiel pendant les titrages sont généralement faibles, de sorte qu'un petit $dE(\text{set})$ est choisi pour les ajouts de réactif. Comme les deux sauts pour le calcium et le barium sont très différents, les autres paramètres des deux titrages sont choisis différents.

Calcium (premier titrage):

Prédosage: néant

Ajout du réactif:

- $dE(\text{set}) = 3 \text{ mV}$
- $dV(\text{min}) = 0,15 \text{ mL}$
- $dV(\text{max}) = 0,3 \text{ mL}$

Saisie du résultat:

- $dE = 0,5 \text{ mV}$
- $dt = 3 \text{ s}$
- $t(\text{min}) = 10 \text{ s}$
- $t(\text{max}) = 20 \text{ s}$

Détection: seuil de 20 mV/mL (le saut est de 40 - 50 mV/mL)

Arrêt: au premier EQP

Barium (second titrage):

Prédosage: 4 mL

Ajout du réactif:

- $dE(\text{set}) = 3 \text{ mV}$
- $dV(\text{min}) = 0,02 \text{ mL}$
- $dV(\text{max}) = 0,3 \text{ mL}$

Echantillons

Méthode directe

Echantillons: Test / eau minérale	Pesée mL	Nombre d'échant.	Ca + Mg mg/L mmol/L	srel (%)	Ecart en % *	Sulfate mg/L mmol/L	srel (%)	Ecart en % *
Test	10	3	10,055	1,6	+ 0,49	10,164	1,6	+ 1,6
Test	5	4	10,007	2,1	+ 0,01	10,149	3,2	+ 1,5

* Ecart en % de la valeur de consigne (échantillons d'essai avec teneur en sulfate connue)

Méthode en deux étapes

Test	5	4	14,56	0,68	+ 1,7	10,12	0,6	+ 1,2
Aproz	4	4	449,9	1,0	- 3,1	864,0	1,2	+ 1,2
Evian	150	5	125,9	0,77	+ 6,7	3,4	38	+ 194
MM Budget	20	4	164,3	0,12	+ 3,9	291,1	0,7	+ 16,4
Valser	4	4	481,5	1,3	- 8,1	897,4	2,3	- 9,4
San Pellegrino	10	4	362,7	0,5	+ 22,5	653,2	1,0	+ 22,3
Contrex	3	3	614,4	0,8	- 1,5	1173,5	0,2	- 1,1
Test	5	4	10,02	0,2	+ 0,14	9,87	1,3	- 1,3
Test	5	4	10,02	0,1	+ 0,18	10,007	0,3	+ 0,05

* Ecart en % de la valeur de consigne (échantillons d'essai avec une teneur en sulfate connue et échantillons d'eau minérale avec indications du fabricant)

Saisie du résultat:

dE = 0,5 mV

dt = 2 s

t(min) = 7 s

t(max) = 30 s

Détection: seuil de 50 mV/mL (le saut est de 150 - 200 mV/mL)

Arrêt: au premier EQP

Résultats

Excès et titre

Nombre d'échantillons: 4

Titre = 0,99623

srel = 0,4 %

Excès = 0,17792 mmol

srel = 0,2 %

Remarques

Lorsqu'on ajoute du magnésium à l'échantillon d'essai, la teneur en sulfate est trop faible, celle du calcium est par contre inchangée. L'emploi d'EGTA au lieu d'EDTA n'élimine pas ce dérangement par le magnésium.

connue de calcium est ajoutée. De cette façon, un titrage suffit pour déterminer simultanément l'excès et le titre de l' EDTA.

Paramètres de titrage

L'ajout du réactif est dynamique et la saisie du résultat de mesure est contrôlée par l'équilibre.

Calcium et magnésium (premier titrage):

Prédosage: 0,5 mL

Ajout du réactif:

- dE(set) = 4 mV
- dV(min) = 0,05 mL
- dV(max) = 0,3 mL

Saisie du résultat:

- dE = 0,5 mV
- dt = 3 s
- t(min) = 5 s
- t(max) = 10 s

Détection: seuil de 200 mV/mL (la hauteur du saut est de 200 - 400 mV/mL pour une vieille Ca ISE et de 900 - 1500 mV/mL pour une Ca ISE neuve)

Arrêt: au premier EQP

Barium (second titrage):

Prédosage: 1,0 mL

Ajout du réactif:

- dE(set) = 4 mV
- dV(min) = 0,02 mL
- dV(max) = 0,2 mL

Saisie du résultat:

- dE = 0,5 mV
- dt = 1 s
- t(min) = 7 s
- t(max) = 15 s

Détection: seuil de 20 mV/mL (la hauteur du saut est de 18 - 40 mV/mL pour une vieille Ca ISE et de 50 - 90 mV/mL pour une Ca ISE neuve)

Arrêt: au premier EQP

Remarques

Les écarts parfois assez importants entre les valeurs déterminées et celles indiquées par le fabricant s'expliquent par le fait que les analyses du

fabricant remontent souvent assez loin dans le temps. De plus, la concentration et la composition peuvent varier d'une bouteille à l'autre, car le fabricant ne doit pas analyser le contenu de chaque bouteille, mais généralement seulement le lot.

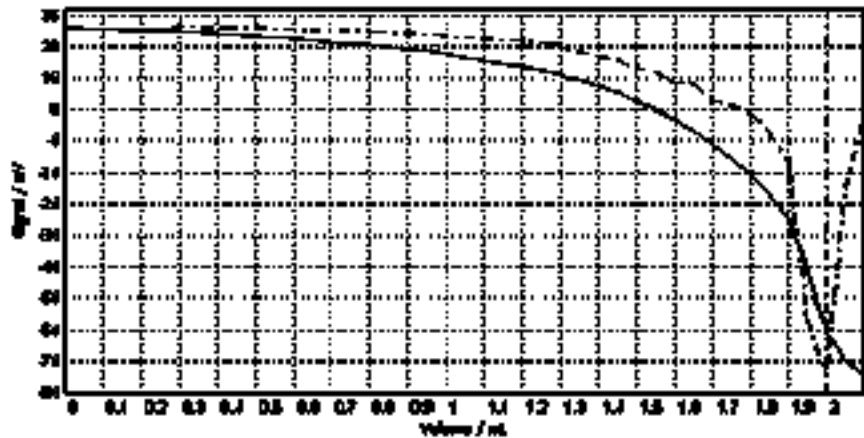
Les résultats montrent en résumé que la méthode en deux étapes convient très bien pour déterminer le sulfate dans l'eau minérale. Les résultats montrent une bonne répétabilité sur les échantillons non connus et une excellente confirmation des quantités connues sur les échantillons d'essai.

METTLER TOLEDO DL77 V3.1
DL77 Rondo on 299

Method: aa75 **Valsler Ca mit ISE** **13.08.2003 11:57**
Start time: 13.08.2003 13:43

EQP titration [1]
Sample 1/1 Valsler

Ca²⁺ + Mg²⁺



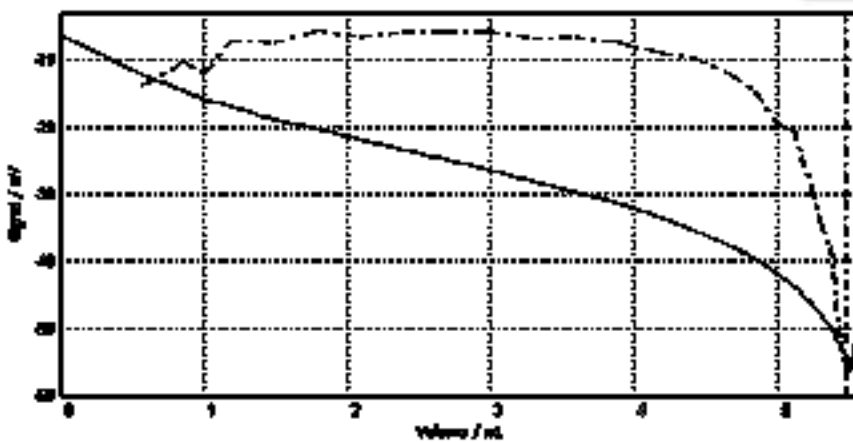
	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv. mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		32.1			0:05
	0.2850	0.2850	30.8	-1.3	-4.4	0:11
	0.4270	0.1420	30.0	-0.8	-5.9	0:16
ET2	0.5000	0.0730	29.5	-0.5	-6.7	0:22
	0.6460	0.1460	28.1	-1.3	-9.1	0:27
	0.8190	0.1730	26.2	-1.9	-10.9	0:33
	0.9750	0.1560	24.1	-2.2	-13.9	0:39
	1.0930	0.1180	21.8	-2.2	-19.0	0:44

METTLER TOLEDO DL77 V3.1
DL77 Rondo on 299

Method: aa75 **Valsler Ca mit ISE** **13.08.2003 11:57**
Start time: 13.08.2003 13:43

EQP titration [3]
Sample 1/1 Valsler

SO₄²⁻



	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv. mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		-15.3			0:07
	0.5710	0.5710	-21.3	-6.0	-10.5	0:15
	0.8560	0.2850	-23.6	-2.3	-8.1	0:23
ET2	1.0000	0.1440	-24.9	-1.3	-9.2	0:31
	1.1920	0.1920	-26.0	-1.1	-5.8	0:39
	1.4920	0.3000	-27.9	-1.8	-6.1	0:46
	1.7920	0.3000	-29.3	-1.4	-4.7	0:54
	2.0920	0.3000	-30.0	-0.7	-5.4	1:02



Analyse de compléments alimentaires: Titrage turbidimétrique de la chondroïtine sulfate



C.A. De Caro

La chondroïtine sulfate est un complément alimentaire proposé sous forme du sel sodique incorporé dans des gélules et des comprimés. Les médecines alternatives recommandent la prise de chondroïtine sulfate pour le traitement d'affections dégénératives telles que l'arthrose. Conformément à la Pharmacopée des Etats-Unis, la détermination de la teneur en chondroïtine sulfate dans les compléments alimentaires est effectuée par titrage turbidimétrique à l'aide d'une phototrode DP5.

Que sont les compléments alimentaires?

Les compléments alimentaires servent en général à compléter l'alimentation quotidienne en augmentant l'absorption de substances telles que les vitamines, minéraux, acides aminés et métabolites. Ils sont couramment présentés sous forme de gélules, comprimés effervescents ou sirops. Des exemples populaires de compléments alimentaires sont les produits multivitaminés et minéraux.

Les étagères portent aujourd'hui de nombreux produits dont la composition ne se limite pas à une seule substance active, mais qui, au contraire, contiennent des vitamines, des substances minérales, d'autres substances nutritives, des complé-

ments végétaux ainsi que des composants et extraits d'origine animale et végétale [1]. De nombreuses personnes emploient ces compléments alimentaires pour améliorer leur état de santé général, mais aussi dans l'espoir de guérir certaines maladies puisque on leur prête, dans certains cas, un effet curatif. Ces derniers temps une demande accrue de la part des consommateurs et la mise en évidence d'une aide effective pour les patients apportée par certains de ces compléments ont conduit à en augmenter la production. La nécessité d'un contrôle de qualité exact dans l'usine de production s'est développée de pair : des techniques d'analyse rapides, solides et exactes sont requises pour assurer un contrôle efficace dans la ligne de production.

Présenté sous forme de gélules ou de comprimés, le complément alimentaire chondroïtine sulfate, CS, est vendu sous forme de sel sodique dans les drogueries, épicerie et pharmacies. Bien que les milieux médicaux ne soient pas encore convaincus de son effet, les consommateurs l'utilisent couramment pour combattre les douleurs accompagnant l'arthro-

se. En fait, des études médicales ont montré que la chondroïtine sulfate est utile dans ce traitement de cette affection et elles rapportent que des patients souffrant de douleurs dorsales et cervicales considèrent l'emploi de ce complément alimentaire comme alternative au traitement de la médecine traditionnelle [1].

Pourquoi la chondroïtine sulfate comme complément alimentaire?

La chondroïtine sulfate est un composant du cartilage, c'est-à-dire du tissu se trouvant aux extrémités des os qu'il protège contre le frottement mécanique et en amortissant les chocs. Les protéines du cartilage lu-



Fig. 2: La phototrode™ METTLER TOLEDO est un capteur photométrique utilisé en titrage automatique pour la détermination optique du point final dans les analyses volumétriques.

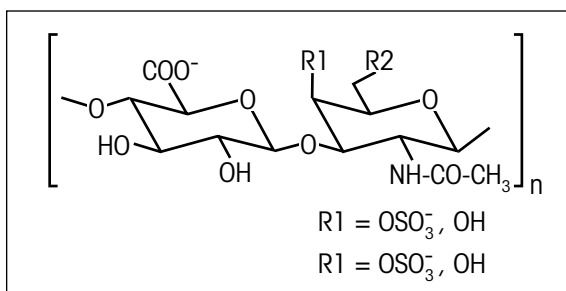


Fig. 1: La chondroïtine sulfate est un polysaccharide composé de n unités d'acide glucuronique et de N-acétylgalactosamine.

brifient notamment les articulations et évitent ainsi que les mouvements provoquent des dommages. Pour améliorer les propriétés lubrifiantes et antichoc, des polysaccharides sont liés aux protéines du cartilage, chaque polysaccharide étant constitué de plusieurs centaines de molécules de sucre. La chondroïtine sulfate, un polysaccharide complexe, joue un



rôle dans l'édification du tissu, la rétention d'eau et de substances nutritives et dans la migration d'autres molécules à travers le cartilage. Cette fonction est très importante puisque le cartilage n'est pas vascularisé et que le sang ne peut donc pas assurer l'échange de métabolites.

Les cellules des articulations produisent continuellement des protéines du cartilage pour remplacer le cartilage usé. La fonction de lubrification diminue à mesure que le cartilage dégénère et, par conséquent, les os ne sont plus protégés par le cartilage ; ils sont exposés et peuvent frotter l'un contre l'autre. Ceci peut conduire à de fortes douleurs - un symptôme de l'arthrose, de la dégénérescence progressive du cartilage. Jusqu'ici la cause de cette maladie reste inconnue et la médecine traditionnelle ne dispose pas encore d'un traitement efficace pour stopper ce processus de dégradation du cartilage. Le traitement courant consiste à apaiser les douleurs, mais cette thérapie ne réussit pas toujours complètement et peut être accompagnée d'effets secondaires indésirables.

Dans les affections dégénératives des articulations, dont l'arthrose, l'érosion du cartilage s'accompagne d'une perte de chondroïtine. Des études montrent que la chondroïtine peut favoriser la guérison de l'os. Des essais ont notamment montré que la chondroïtine sulfate réduit les douleurs articulaires et ralentit éventuellement la progression de l'arthrose. L'absorption de chondroïtine sulfate sous forme de complé-

ment alimentaire pourrait donc être un traitement alternatif pour les patients souffrant de cette maladie. En effet, les aliments ne contiennent pas de chondroïtine en quantités notables. La principale source est le cartilage animal (par exemple la trachée des vaches). Le traitement repose sur deux théories: d'une part, la chondroïtine sulfate fournit la matière première pour nourrir le cartilage articulaire. D'autre part, elle pourrait bloquer l'activité d'enzymes qui détruisent le cartilage.

Analyse de la chondroïtine sulfate

La chondroïtine sulfate fait partie des composés chimiques connus sous le nom de glucosamines glycanes - une forme spéciale de polysaccharides (sucres) à longue chaîne. La chondroïtine sulfate est faite d'unités répétitives formées de deux substances: l'acide glucuronique et la N-acétylgalactosamine. L'unité de base (disaccharide) est représentée sur la fig. 1.

Dans les compléments alimentaires la chondroïtine sulfate est présente sous forme de sel sodique. La matière première pour la fabrication du sel sodique de chondroïtine sulfate est tirée du cartilage d'animaux d'élevage sains, notamment de vaches, de porcs et de volailles. Le sel sodique de chondroïtine sulfate a une teneur de 90.0 à 105% rapportée à la substance sèche [2].

Selon la Pharmacopée des Etats-Unis (USP) la teneur en chondroïtine sulfate est déterminée par titrage turbidimétrique à 420, 550 ou 660nm en utilisant comme réactif du cetylpyridinium chlorure (hexadécylpyridinium chlorure, CPC, C₂₁H₃₈ClN) [2]. L'ajout de CPC à la solution échantillon entraîne la formation d'un complexe de paire d'ions avec la chondroïtine sulfate.

Ce produit précipite dans la solution en augmentant sa turbidité qui peut être suivie par les phototrodes(tm) DP5, DP550 ou DP660 plongées dans la solution échantillon (fig. 2).

La Phototrode™ est un capteur photométrique. Au cours du titrage elle sert à enregistrer la turbidité et les changements de couleur dans une solution échantillon en mesurant la diminution de transmission du rayon lumineux traversant l'échantillon due à l'absorption et à la dispersion de la lumière. Un miroir concave au fond de la cellule de mesure reflète le rayon lumineux atténué vers le détecteur. La fig. 3 illustre le principe de mesure [3].

La relation stoechiométrique exacte, c'est-à-dire le rapport entre les produits finaux et initiaux de la réaction de précipitation entre la chondroïtine sulfate et le réactif CPC n'est pas connue. C'est pourquoi on procède avant l'analyse d'un échantillon à un titrage d'étalonnage avec une solution étalon de concentration

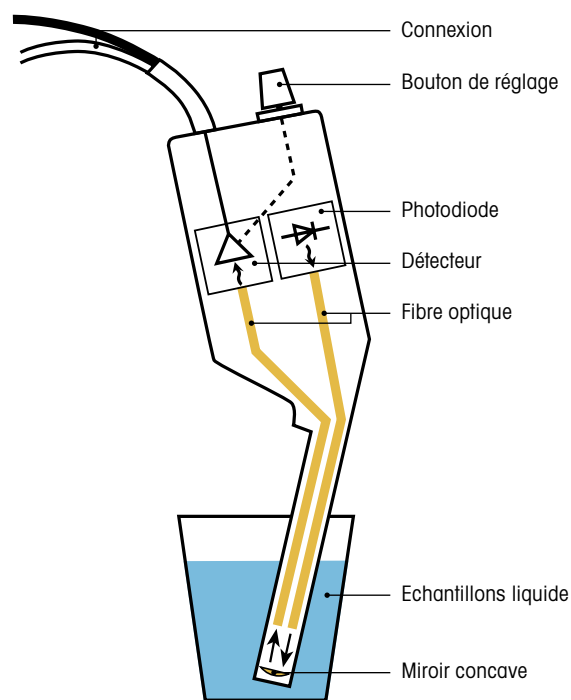


Fig. 3: Principe de l'indication photométrique utilisée pour le titrage automatique.

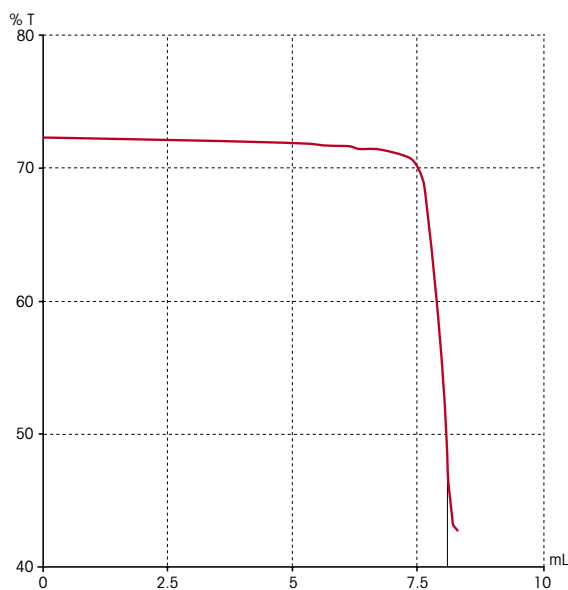


Fig. 4: Titration turbidimétrique d'une solution de chondroïtine sulfate pure effectuée selon USP26 [2]. Le point d'équivalence est celui de plus grand changement de turbidité.

connue (mg/mL) en chondroïtine sulfate pure. La fig. 4 montre une courbe de titrage typique. Un facteur F est calculé en mg/mL à partir de la consommation de réactif jusqu'au point d'équivalence. Il donne la quantité de chondroïtine sulfate en mg, correspondant à un mL de solution de CPC. Ce facteur sert ensuite à déterminer la quantité de chondroïtine sulfate dans les échantillons.

La teneur de gélules de chondroïtine sulfate, de 400 mg, a été déterminée, à titre d'exemple, par titrage CPC selon le mode opératoire décrit dans [4]. Afin d'éliminer les inhomogénéités entre gélules individuelles, on mélange le contenu de 5 gélules. Après avoir soigneusement mélangé la poudre, une quantité suffisante est prélevée pour obtenir environ 100 mg de chondroïtine sulfate dans un ballon jaugé de 100 mL. Après ajout de tampon pH 7,2 et

d'eau, l'échantillon est placé dans un bain à ultrasons, car la poudre n'est pas complètement soluble à cause de la présence d'excipients tels que le carbonate de calcium et d'autres additifs. Le niveau est ensuite complété par de l'eau jusqu'à la marque du ballon jaugé. La solution est mélangée et centrifugée puis, après décantation, on prélève avec précaution 5 mL qui sont titrés par le CPC.

Les résultats sont présentés en taux de substance retrouvée en %. Ils sont obtenus en mesurant à diverses longueurs d'onde, c'est-à-dire 555 et 660 nm par la phototrode™ METTLER TOLEDO, et en surveillant la turbidité à 420 nm. Le tableau 1 donne les taux de substance retrouvée. De plus, un test supplémentaire du système a été effectué en titrant une solution étalon de chondroïtine sulfate pure (Bioiberica, valeur certifiée : 101 %). Le taux de substance retrouvée est pratiquement identique pour les trois longueurs d'onde, puisque l'écart se situe dans l'incertitude de mesure (exactitude). La répétabilité (précision), exprimée par l'écart type relatif en %, montre des valeurs raisonnables variant d'environ 1 à 0,4 %.

Résumé

La teneur en chondroïtine sulfate des compléments alimentaires peut être déterminée par titrage avec du CPC, formant un précipité de CS dans la solution échantillon, et en surveillant de l'augmentation de turbidité lors du titrage. La phototrode™ DP5 permet d'automatiser l'analyse. Pour un grand nombre d'échantillons l'analyse peut être effectuée automatiquement avec un passeur d'échantillon Rondo 60 combiné au titreur.

Littérature

- [1] <http://dietary-supplements.info.nih.gov>
http://www.vitacost.com/science/hn/Supp/Chondroitin_Sulfate.htm
<http://yalenewhavenhealth.org/Library/HealthGuide/CAM/topic.asp?hwid=hn-2828008>
- [2] USP26 NF21, Official Monograph „Chondroitin Sulfate Sodium“, page 2721, 2003.
- [3] „Fundamentals of titration“, METTLER TOLEDO publication ME-704153A, 1998.
- [4] Pharmacopeial previews «Chondroitin Sulfate Sodium», Pharmacopeial Forum, Vol. 26(5), Sept.-Oct. 2000, page 1432.

n	ID échantillon	Consommation de réactif mL	Aliquote CS mg	Taux de substance retrouvée %	Test avec CS pure, valeur certifiée: 101%
4	Comprimé 420 nm	7,339 ± 0,040	107,007 ± 0,584	97,49 ± 0,53	98,62 %
4	Comprimé 555 nm	7,349 ± 0,090	107,377 ± 1,315	97,83 ± 1,20	103,69 %
4	Comprimé 660 nm	7,310 ± 0,029	106,120 ± 0,424	96,68 ± 0,39	101,51 %

Tableau 1: Comprimé de 400 mg de chondroïtine sulfate (CS) et résultats du titrage des solutions d'essai. 4 comprimés sont déterminés à chaque longueur d'onde (n = 4).

Conseils et astuces: Les résultats des mesure de masse volumique et d'indice de réfraction se transfèrent très aisément des appareils de mesure portables à l'ordinateur!



M. Biber

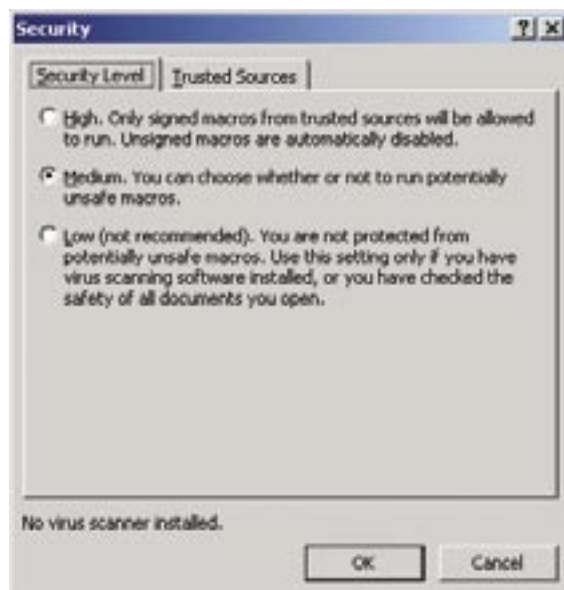
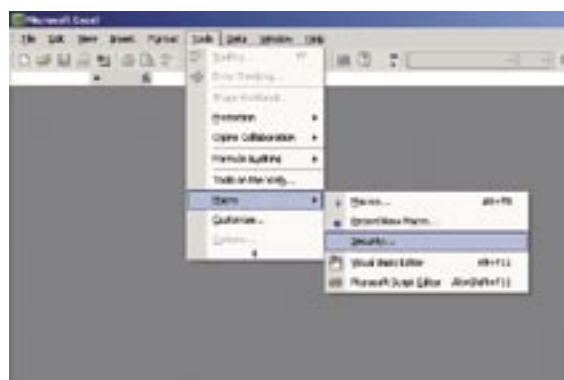
Aussi bien les appareils sur table que les densimètres et réfractomètres numériques portables de Mettler-Toledo simplifient dans de nombreux secteurs le contrôle qualité selon les BPL. Mais qu'en est-il des résultats?

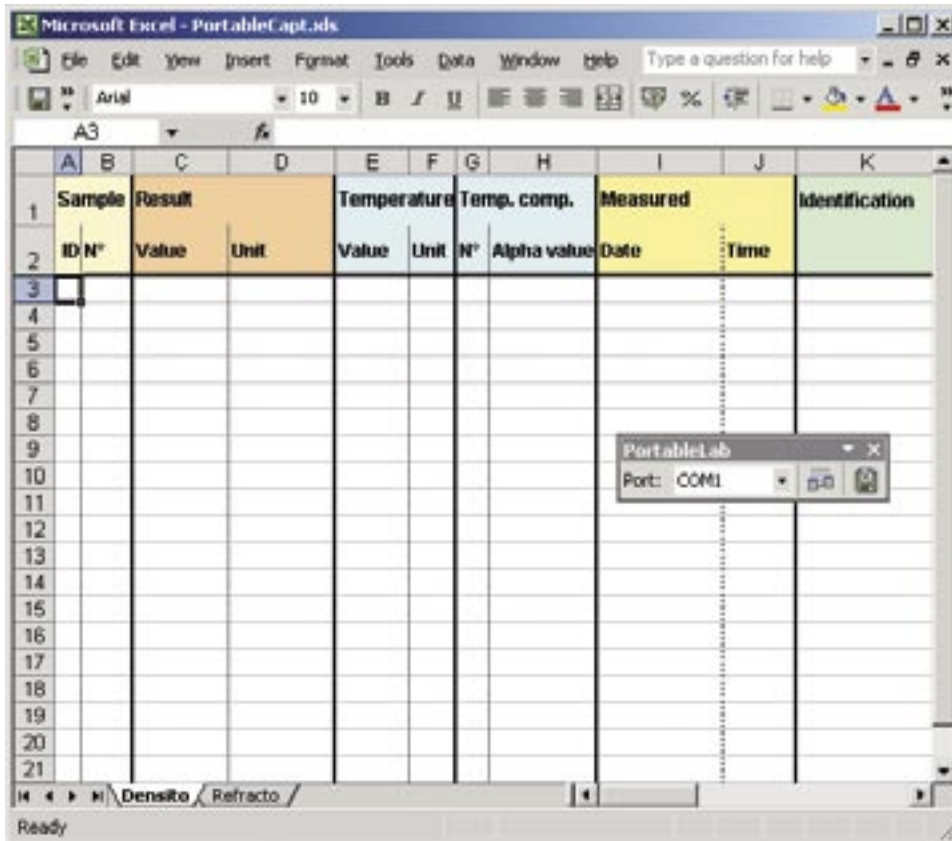


Les appareils portables peuvent enregistrer jusqu'à 1100 résultats. Lorsque cette limite est dépassée, l'appareil écrase le plus ancien résultat de la liste par le nouveau. Ces instruments ne conviennent donc pas en tant que mémoire durable pour les données. Il est préférable d'imprimer les données ou de les transférer vers un ordinateur.

Le logiciel PortableCapt sert à transférer vos résultats d'un Densito ou d'un Refracto vers un ordinateur. Il est fourni gratuitement sur le CD Hello joint à l'appareil. L'utilisation de ce logiciel requiert un adaptateur infrarouge (référence 51325006) et Microsoft EXCEL. Préparez l'appareil pour le transfert des résultats. Ouvrez le fichier PortableCapt.xls et sélectionnez le connecteur COM approprié. Tenez l'interface infrarouge de l'instrument devant l'adaptateur infrarouge (distance maximale 20 cm). Le transfert de données peut commencer. Cette démarche est simple, mais il convient de respecter les remarques suivantes:

- 1 L'adaptateur infrarouge doit être relié à une interface COM de l'ordinateur.
- 2 Il faut utiliser un adaptateur infrarouge. Le logiciel PortableCapt ne fonctionne pas avec une interface IrDA intégrée à l'ordinateur!
- 3 Vérifiez que la version de PortableCapt correspond à votre instrument (30P ou 30PX ou 30GS). Le logiciel existe en deux versions non interchangeables!
- 4 Pour que les macros PortableCapt fonctionnent, il faut régler la sécurité dans EXCEL sur moyenne ou faible (Divers/Macro/Sécurité). Dans la boîte de dialogue, sélectionnez „Activer macros“.
- 5 Lors de la première ouverture de PortableCapt, la barre d'outils est affichée au milieu de l'écran. Cliquez sur la barre et tirez-la à la position voulue, par exemple en haut et à droite.
- 6 A l'ouverture de PortableCapt, deux tableaux apparaissent dans le fichier EXCEL. L'un s'appelle „Densito“, l'autre „Refracto“. Ces désignations ne doivent PAS être modifiées!

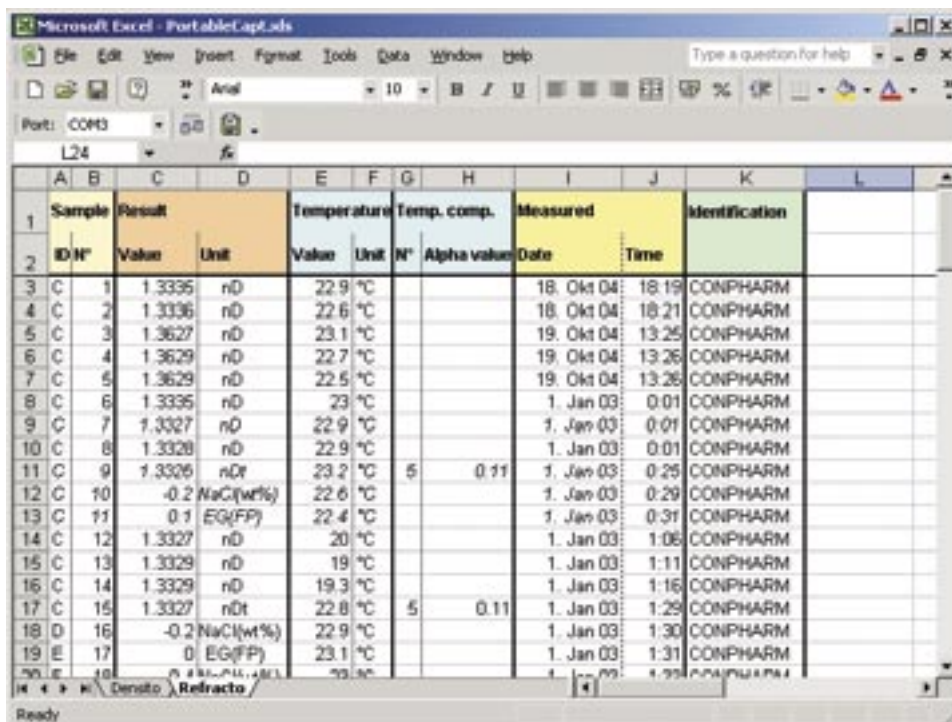




7. PortableCapt transmet les résultats pour les noms d'échantillons comportant une majuscule dans le tableau Refracto. Les résultats pour les noms d'échantillons comportant une minuscule sont enregistrés dans le tableau Densito.
8. Pour les noms d'échantillons ne comportant pas de lettres, vous pouvez vous-même décider si les résultats doivent être enregistrés dans la tableau Densito ou Refracto. Le menu pour ce faire apparaît si vous cliquez sur „Setup“ dans la barre d'outils de PortableCapt.
9. Les données marquées sur l'appareil apparaissent en italique dans les tableaux.
10. Après le transfert des données au tableau PortableCapt, vous ne pouvez plus modifier les cellules contenant des données. Vous ne pouvez pas non plus entrer de nouvelles données sur le clavier de l'ordinateur.

Transfert de données de Portable-Capt dans un autre tableau EXCEL: Le bouton à l'extrême droite de la barre d'outils de PortableCapt permet d'exporter le tableau sélectionné „Densito“ ou „Refracto“ dans un nouveau fichier EXCEL. Vous pouvez librement choisir le nom de ce fichier qui ne contient pas de macros.

Après l'exportation des données, la boîte de dialogue „Clear results?“ est affichée. „Yes“ efface tous les résultats dans le tableau originel. Pour „No“, les données ne peuvent être effacées qu'après une nouvelle exportation.



Food & Beverage Analyzer DL22

Le DL22 Food & Beverage Analyzer de METTLER TOLEDO est le premier titreur spécifique pour l'industrie. Il allie la simplicité d'emploi à des possibilités d'application très complètes. Les méthodes intégrées, spécifiques pour les applications dans l'industrie agroalimentaire, en sont l'une des pièces maîtresses. Mais afin de pouvoir, le cas échéant, adapter les méthodes de façon encore plus précise aux échantillons, METTLER TOLEDO a perfectionné une fois de plus le principe des paramètres prédéfinis. Il suffit à l'utilisateur de régler un paramètre (sur « rapide », « normal » ou « prudent »), pour optimiser en toute facilité les opérations et l'analyse de ses échantillons.

La politique sous-jacente

L'idée de concevoir un titreur spécifique pour un segment de clientèle vient d'une analyse du marché du secteur agroalimentaire. Son avantage est évident : le DL22 F&B répond à toutes les exigences de l'industrie agroalimentaire. Toutes les méthodes d'analyse courantes sont déposées dans l'appareil sous forme de méthodes Mettler, par exemple, la détermination du pH, de la teneur en acide, en base ou en chlorure. Grâce aux méthodes Mettler intégrées, des analyses plus compliquées, comme celle du SO₂ ou de la vitamine C, prennent le caractère de simples tâches de routine. Deux modes d'utilisation « Routine » et « Expert » sont disponibles afin d'offrir à chaque utilisateur un accès facile et donc un travail efficace. Le mode expert est protégé par mot de passe, de sorte qu'un opérateur de routine ne risque pas de modifier inopinément des réglages critiques dans la méthode ou la configuration.

Le domaine d'emploi

Le Food&Beverage Analyzer DL22 est un partenaire fiable pour l'industrie agroalimentaire et sert à toute la gamme d'applications de cette industrie:



Différentes concentrations en sel (chlorure) déterminent le bon goût, par exemple:

- du ketchup
- des chips de pommes de terre
- de la mayonnaise
- des sauces pour salade
- du fromage
- des jus de légumes



La teneur en acide peut déterminer la qualité et le goût des produits, par exemple:

- des jus de fruits
- du vin
- du muesli
- des sauces pour salade
- des boissons non alcoolisées
- des condiments



La mesure du pH est indispensable au contrôle de la qualité, par exemple :

- des jus de fruits
- du vin
- du lait
- du fromage
- du vinaigre
- du yaourt



L'eau entre dans pratiquement tous les procédés. Sa bonne qualité joue un rôle fondamental et est vérifiée par:

- détermination des valeurs p&m (basicité)
- détermination du pH
- détermination de la teneur en chlorure
- détermination des teneurs de calcium et de magnésium, de la dureté totale

Une autre mesure servant à assurer la qualité d'un produit est le contrôle des acides gras libres (déterminations des taux d'acide en milieu non aqueux) et de l'indice de peroxyde par exemple dans :

- les huiles
- les graisses
- le beurre et la margarine

Chaque personne a besoin de vitamine C, qui sert en outre d'antioxydant pour prolonger la conservation des produits. La détermination de la teneur en vitamine C est par conséquent très importante pour certains produits tels que:

- les jus de fruits
- le muesli
- la viande

L'effet antiseptique et antioxydant du dioxyde de soufre ne se manifeste qu'à partir d'une certaine concentration. Mais une teneur trop élevée en SO₂ provoque des maux de tête. Le contrôle de la teneur en SO₂ est par conséquent décisif pour certains produits tels que:

- le vin
- d'autres boissons alcoolisées
- le vinaigre

D'autres déterminations fréquentes sont faciles à effectuer avec le DL22 F&B:

Détermination du sucre réducteur dans:

- le vin
- le jus de pommes
- le jus de tomates

Détermination de l'indice de formol dans:

- les jus de fruits
- le vin

Détermination de l'azote selon Kjeldahl dans:

- le fromage
- le lait
- le yaourt
- la viande

Indice d'iode dans:

- les huiles

Un maximum de convivialité

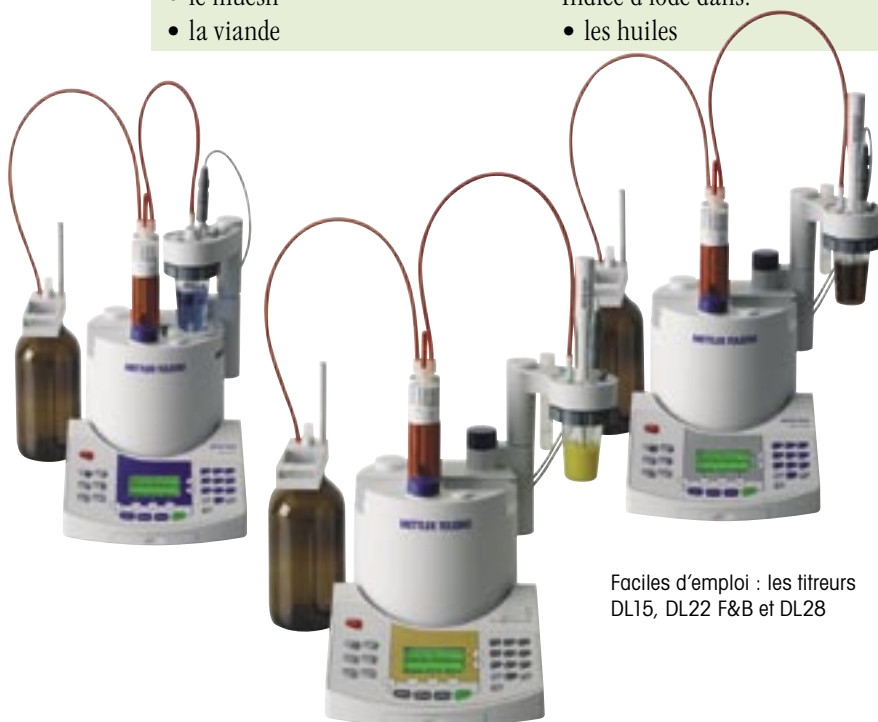
Lors du développement du DL22 F&B l'accent a été mis sur un maximum de simplicité d'emploi et d'évidence, afin que toutes ces analyses puissent être effectuées aussi simplement que possible. Les méthodes fréquemment employées peuvent être affectées à des touches de fonction (Softkeys). Ces analyses peuvent être effectuées plus vite et de façon plus efficace, puisque le déroulement requiert moins de touches à presser. L'accès aux opérations manuelles, telles que mesurer, doser, agiter ou afficher les résultats, est rapide et évident grâce aux touches à pictogramme. Un clavier moderne facilite énormément l'entrée de textes, par exemple de l'ID-méthode ou du nom du réactif. Il fonctionne sur le même principe que celui des téléphones portables.

Le DL15 et le DL28

En plus du DL22 F&B, METTLER TOLEDO met sur le marché les deux titreur DL15 et DL28. Le DL15 est un titreur à point final, c'est-à-dire, idéal pour déterminer le taux d'acide ou de base des échantillons. Le DL28 est un titreur à point final et point d'équivalence comme le DL22 F&B. Il dispose, lui aussi, de toutes les méthodes pour le secteur agroalimentaire. Mais il contient, de plus, des méthodes supplémentaires pour le secteur de la galvanoplastie (teneur en cuivre et nickel) et pour l'industrie pétrolière (TAN, TBN). Le principal avantage du DL28 réside dans le fait qu'il offre, en plus des paramètres prédéfinis, une souplesse totale dans l'adaptation fine des méthodes (« open parameters »).

Pour de plus amples informations, veuillez vous adresser à votre agence locale METTLER-TOLEDO ou consultez nos pages Internet à l'adresse suivante:

- <http://mt.com/DL22FB>
- <http://mt.com/DL15>
- <http://mt.com/DL28>



Faciles d'emploi : les titreur DL15, DL22 F&B et DL28

SevenGo™ – instrument d'analyse portable et ergonomique

SevenGo™ – Série d'appareils portables, monocanal, pour la mesure du pH, de la teneur en ions, de la conductivité et de l'oxygène dissous. La série comprend deux instruments de base pour les mesures de routine et trois instruments pour des applications professionnelles plus exigeantes. Ces appareils de mesure se distinguent par une parfaite ergonomie et une grande simplicité d'emploi sur le site. Le robuste boîtier, étanche à l'eau et à la poussière (protection IP67), et l'électronique moderne et précise font des appareils de mesure SevenGo™ et SevenGo pro™ les partenaires de choix pour le contrôle processus, la protection environnementale et la recherche. Des capteurs fiables et des accessoires astucieux, tels que l'assistant de terrain ErGo™, le coffret de terrain, etc., complètent le système de mesure portable. SevenGo™ est en tout point orienté vers l'avenir et facilite le travail dans le laboratoire, en production et sur le terrain.

Informations détaillées sur SevenGo™ sous : www.mt.com/SevenGo

InLab® (IP67) – trois capteurs très fiables pour SevenGo™

Les instruments SevenGo™ sont équipés, de série, de capteurs de haute performance. Tous les trois capteurs reposent sur des produits qui ont largement fait leurs preuves et qui allient construction robuste et technique de mesure exacte: InLab®413 SG (IP67), électrode de pH, avec électrolyte polymère Xerolyt® et tige PEEK, ne requérant pratiquement pas d'entretien. InLab®737 (IP67), cellule de conductivité à linéarité maximale et un minimum de contamination entre échantillons successifs. InLab®605 (IP67), capteur d'oxygène pour l'analyse précise des procédés.

Pour plus d'informations sur InLab® voir: www.mt.com/InLab



SevenGo pro™ – pour applications exigeantes de mesure du pH, de la conductivité et de l'oxygène



SevenGo™ avec son assistant ErGo™

ErGo™ – un assistant fort utile

Le nouvel outil ErGo™-nomique sert d'assistant sur le terrain. ErGo™ est synonyme de confort optimal pour l'emploi mobile et pour les mesures en production, au laboratoire ou sur le terrain. ErGo™ est réglable à volonté et peut remplir diverses fonctions.

- 1) La bretelle de ErGo™ libère vos mains. Découvrez cette liberté de mouvement.
- 2) ErGo™ va parfaitement dans votre main et vous garantit une commande simple et sûre.
- 3) ErGo™ convertit en un tour de main votre SevenGo™ en un appareil de table mobile.
- 4) Les électrodes peuvent être conservées humides ou sèches dans ErGo™.

Profitez de cette nouvelle liberté!

Nos chimistes de l'équipe AnaChem support du marché ont rédigé plusieurs publications et une série de brochures d'application pour assister la clientèle dans ses travaux de routine au laboratoire. Chaque brochure porte soit sur un secteur particulier de l'industrie (par ex. papier et cellulose, pétrole et boissons), soit sur un titreur ou une technique d'analyse. Toutes les publications figurent sur la liste ci-dessous avec leur numéro de commande. Vous les obtiendrez auprès de votre agence locale METTLER TOLEDO.

Publications, tirés à part et applications		allemand	anglais
Titration in routine and process investigations		51724658	51724659
Basics of Titration		51725007	51725008
Fundamentals of Titration		704152	704153
Applications Brochure 1	Customer Methods	724491	724492
Applications Brochure 2	Various Methods	724556	724557
Applications Brochure 3	TAN/TBN	724558	724559
Applications Brochure 5	Determination in Water	51724633	51724634
Applications Brochure 6	Direct measurement with ISE	51724645	51724646
Applications Brochure 7	Incremental Techniques with ISEs	51724647	51724648
Applications Brochure 8	Standardization of titrants I	51724649	51724650
Applications Brochure 9	Standardization of titrants II	51724651	51724652
Applications Brochure 11	Gran evaluation DL7x	51724676	51724677
Applications Brochure 12	Selected Applications DL50	51724764	51724765
Applications Brochure 13	Nitrogen Determination by Kjeldahl	51724768	51724769
Applications Brochure 14	GLP in the Titration Lab	51724907	51724908
Applications Brochure 15	Guidelines for Result Check	51724909	51724910
Applications Brochure 16	Validation of Titration Methods	51724911	51724912
Applications Brochure 17	Memory card "Pulp and paper"		51724915
Applications Brochure 18	Memory card "Standardization of titrants"	51724916	51724917
Applications Brochure 19	Memory card "Determination in Beverages"	51725012	51725013
Applications Brochure 20	Petroleum		51725020
Applications Brochure 22	Surfactant Titration	51725014	51725015
Applications Brochure 23	KF Titration with DL5x		51725023
Applications Brochure 24	Edible oil and fat		51725054
Applications Brochure 25	Pharmaceutical Industry	51710070	51710071
Applications Brochure 26	METTLER TOLEDO Titrators DL31/38 *	51709854	51709855
Applications Brochure 27	KF Titration with Homogenizer		51725053
Applications Brochure 29	Applications with the METTLER TOLEDO Rondo 60		51710082
Applications Brochure 32	METTLER TOLEDO Titrators DL32/39	51725059	51725060
Applications Brochure 33	METTLER methods for the DL15, DL22 F&B and DL28		51725065
Applications Brochure KF	Chemical	724353	724354
Applications Brochure KF	Food, Beverage, Cosmetics	724477	724478
Applications Brochure KF	10 DL35 Applications	724325	724326
Applications Brochure DL12			724521
Applications Brochure DL18		724589	724590
Applications Brochure DL25		724105	724106
Applications Brochure DL25	Food	51724624	51724625
Applications Brochure DL25	Petro / Galva	51724626	51724627
Applications Brochure DL25	Chemical	51724628	51724629
Applications Brochure DL70	Gold and Silver		724613

* Egalement en français (51709856), espagnol (51709857) et italien (51709858)

Rédaction

METTLER TOLEDO GmbH, Analytical
 Sonnenbergstrasse 74
 CH-8603 Schwerzenbach, Suisse
 Tél. ++41 44 806 7711
 Fax ++41 44 806 7240
 E-Mail: msganachem@mt.com
 Internet: <http://www.titration.net>

Auteurs: A. Aichert, M. Biber, T. Butta, S. Chen,
 C.A. De Caro

Layout et production

Promotion & documentation, Walter K. Hanselmann
 © 09/2005 METTLER TOLEDO GmbH

ME-51724438

Imprimé en Suisse

Imprimé sur papier écologique.

METTLER TOLEDO