



TitroLine® 6000/7000

TITRATOR

SI Analytics
a xylem brand

Wichtige Hinweise: Die Gebrauchsanleitung vor der ersten Inbetriebnahme des Titrators TitroLine® 6000/7000 bitte sorgfältig lesen und beachten. Aus Sicherheitsgründen darf der Titrator TitroLine® 6000/7000 ausschließlich nur für die in dieser Gebrauchsanleitung beschriebenen Zwecke eingesetzt werden.

Bitte beachten Sie auch die Gebrauchsanleitungen für die anzuschließenden Geräte.

Alle in dieser Gebrauchsanleitung enthaltenen Angaben sind zum Zeitpunkt der Drucklegung gültige Daten. Es können jedoch von SI Analytics sowohl aus technischen und kaufmännischen Gründen, als auch aus der Notwendigkeit heraus, gesetzliche Bestimmungen der verschiedenen Länder zu berücksichtigen, Ergänzungen am Titrator TitroLine® 6000/7000 vorgenommen werden, ohne dass die beschriebenen Eigenschaften beeinflusst werden.

Important notes: Before initial operation of the Titration Unit TitroLine® 6000/7000, please read and observe carefully the operating instructions. For safety reasons the Titration Unit TitroLine® 6000/7000 may only be used for the purposes described in these present operating instructions.

Please also observe the operating instructions for the units to be connected.

All specifications in this instruction manual are guidance values which are valid at the time of printing. However, for technical or commercial reasons or in the necessity to comply with the statutory stipulations of various countries, SI Analytics may perform additions to the Titration Unit TitroLine® 6000/7000 without changing the described properties.

Instructions importantes: Prière de lire et d'observer attentivement le mode d'emploi avant la première mise en marche du Titrateur TitroLine® 6000/7000. Pour des raisons de sécurité, le Titrateur TitroLine® 6000/7000 pourra être utilisé exclusivement pour les usages décrits dans ce présent mode d'emploi.

Nous vous prions de respecter également les modes d'emploi pour les appareils à connecter.

Toutes les indications comprises dans ce mode d'emploi sont données à titre indicatif au moment de l'impression. Pour des raisons techniques et/ou commerciales ainsi qu'en raison des dispositions légales existantes dans les différents pays, SI Analytics se réserve le droit d'effectuer des suppléments concernant le Titrateur TitroLine® 6000/7000 pour séries de dilution qui n'influencent pas les caractéristiques décrits.

Instrucciones importantes: Primeramente, lean y observen atentamente el manual de instrucciones antes de la primera puesta en marcha del Titulador TitroLine® 6000/7000. Por razones de seguridad, el Titulador TitroLine® 6000/7000 sólo debe ser empleado para los objetivos descritos en este manual de instrucciones.

Por favor, respeten las indicaciones descritas en los manuales de instrucciones de los equipos antes de conectarlos.

Todos los datos contenidos en este manual de instrucciones son datos orientativos que están en vigor en el momento de la impresión. Por motivos técnicos y/o comerciales, así como por la necesidad de respetar normas legales existentes en los diferentes países, SI Analytics puede efectuar modificaciones concernientes al Titulador TitroLine® 6000/7000 sin cambiar las características descritas.

1.. Technische Eigenschaften des Titrators TitroLine® 6000/7000	5
1.1 Zusammenfassung	5
1.2 Technische Eigenschaften des Titrators TitroLine® 6000/7000	6
1.3 Warn- und Sicherheitshinweise	9
2.. Aufstellen und Inbetriebnahme	10
2.1 Auspacken und Aufstellen des Titrationsgerätes	10
2.2 Montage des Stativfuß Z 300 (Option)	10
2.3 Anschluss und Montage des Titrators und des Magnetrührers TM 235	11
2.4 Anschlüsse des Titrators. Kombination mit Zubehör und weiteren Geräten	12
2.4.1 Rückwand des Titrators TitroLine® 6000/7000	12
2.4.2 Messeingänge des Titrators TitroLine® 6000/7000. Anschluss von Elektroden	12
2.4.3 Anschluss eines Druckers	12
2.4.4 Anschluss eines USB-Gerätes (Handtaster, Tastatur, Speichergerät, HUB)	12
2.4.5 Anschluss von Analysenwaagen	13
2.4.6 Anschluss von SI Analytics ID Elektroden an TitroLine® 7000	13
2.5 Einstellen der Landessprache	13
2.6 Wechselaufsatz WA	15
2.6.1 Montage des Wechselaufsatzes	15
2.7 Aufsetzen und Austauschen eines Wechselaufsatzes	16
2.7.1 Aufsetzen eines Wechselaufsatzes	16
2.7.2 Abnahme eines Wechselaufsatzes	17
2.7.3 Programmierung der Titratoreinheit	17
2.8 Erstbefüllen bzw. Spülen des kompletten Wechselaufsatzes	19
2.9 Austausch des Glaszylinders und des PTFE-Kolbens	21
3.. Das Arbeiten mit dem Titrator TitroLine® 6000/7000	23
3.1 Fronttastatur	23
3.2 Anzeige	23
3.3 Handtaster	24
3.4 Externe PC Tastatur	24
3.5 Menüstruktur	25
3.6 Hauptmenü	27
3.6.1 Automatische Titration	27
3.6.2 Kalibrierung (CAL-Menü)	29
3.6.3 Manuelle Titration	32
3.6.4 Dosierung	33
3.6.5 Lösungen ansetzen	36
4.. Methodenparameter	37
4.1 Methode editieren und neue Methode	37
4.2 Standardmethoden	37
4.3 Methoden kopieren	38
4.4 Methode löschen	38
4.5 Methode drucken	39
4.6 Methodenparameter ändern	39
4.6.1 Methodentyp	39
4.6.2 Titrationsmodus	40
4.6.3 Ergebnis	42
4.6.4 Titrationsparameter	53
4.6.5 Titrationsparameter Endpunkttitration und Dead Stopp Titration	60
4.6.6 Titrationsparameter pH Stat Titration (nur TitroLine® 7000)	62
4.6.7 Dosierparameter	65
4.6.8 Probenbezeichnung	66
4.6.9 Dokumentation	67
5.. Systemeinstellungen	68
5.1 Kalibrationseinstellungen	68

5.2	Reagenzien - Wechselaufsatz	70
5.3	RS232 Einstellungen.....	72
5.4	Datum und Uhrzeit	74
5.5	Passwort.....	74
5.6	RESET	74
5.7	Drucker.....	75
5.8	Geräteinformationen.....	75
5.9	Systemtöne	75
5.10	Software Update.....	76
6..	Datenkommunikation über die RS-232- und USB-B- Schnittstelle.....	78
6.1	Allgemeines.....	78
1.1.1	Bedeutung / Beschreibung.....	78
6.2	Verkettung mehrerer Geräte — „Daisy Chain Konzept“	78
6.3	Befehlsliste für RS-Kommunikation.....	78
7..	Anschluss von Analysenwaage und Drucker	80
7.1	Anschluss von Analysenwaagen.....	80
7.2	Waagedateneditor	81
7.3	Drucker.....	82
7.4	Anschluss Probenwechsler (nur TitroLine® 7000)	83
7.4.1	Anschluss Probenwechsler TW alpha plus	83
7.4.2	Anschluss Probenwechsler TW 7400	83
7.5	Verwendung Software TitriSoft (nur TitroLine® 7000).....	83
7.5.1	Allgemein.....	83
7.5.2	TitriSoft 3.0	83
7.5.3	TitriSoft 2.75	83
8..	Wartung und Pflege des Titrators TitroLine® 6000/7000	84
9..	Lagerung und Transport	85
10	Recycling und Entsorgung	85
11	Index	86
Konformitätserklärung		letzte Seite des Dokuments

Hinweise zur Gebrauchsanleitung

Die vorliegende Gebrauchsanleitung soll Ihnen den bestimmungsgemäßen und sicheren Umgang mit den Titrationsgeräten ermöglichen.

Das verwendete Piktogramm  hat folgende Bedeutung:

Für eine größtmögliche Sicherheit beachten Sie unbedingt die Sicherheits- und Warnhinweise in der Gebrauchsanleitung.

Warnung vor einer allgemeinen Gefahr für Personal und Material.

Bei Nichtbeachtung können Personen verletzt oder Material zerstört werden.

Aktualität bei Drucklegung

Fortschrittliche Technik und das hohe Qualitätsniveau unserer Produkte werden durch eine ständige Weiterentwicklung gewährleistet. Daraus können sich evtl. Abweichungen zwischen dieser Betriebsanleitung und Ihrem Produkt ergeben. Irrtümer können wir nicht ganz ausschließen. Haben Sie deshalb bitte Verständnis, dass aus den Angaben, Abbildungen und Beschreibungen keine juristischen Ansprüche abgeleitet werden können.

Hinweis

Eine möglicherweise aktuellere Version dieser Gebrauchsanleitung finden Sie im Internet auf unserer Webseite unter www.si-analytics.com. Die deutsche Fassung ist die Originalversion und in allen technischen Daten bindend.

1 Technische Eigenschaften des Titrators TitroLine® 6000/7000

1.1 Zusammenfassung

Der TitroLine® 6000/7000 ist ein potentiometrischer Titrator und für folgende Anwendungen geeignet:

Es können pH-, mV-, μ A-, mit bis zu 15 (TitroLine® 7000 = 50) speicherbaren Methoden durchgeführt werden.

Beispiele für die Einsatzmöglichkeiten des Titrators TitroLine® 6000/7000 sind:

- Säure- und Base-Bestimmung in wässrigen Lösungen wie p- und m-Wert, Titration starker oder schwacher Säuren und Basen
- Redox-Titrationen, z. B. Jodometrie, Manganometrie, Chromatometrie und CSB-Bestimmungen
- andere mV-Titrationen wie z. B. Chlorid
- Titrationen mit ionensensitiven Elektroden, z. B. Calcium-, Fluorid-, Kupfer-, Blei-Ionen
- Kennzahlen, wie OH-Zahl, Jodzahl oder Verseifungszahl.

Anwendungen, die nur mit dem TitroLine® 7000 durchführbar sind:

- Auslesen und Abspeichern der Kalibrierdaten von SI Analytics ID Elektroden.
- Titrationen auf zwei Wendepunkte wie z.B. die Titration von Calcium und Magnesium
- pH-Stat-Titrationen
- Nichtwässrige potentiometrische Titrationen wie TAN und TBN
- Vordosieren mit einer angeschlossenen Kolbenbürette
- Anschluss und Verwendung eines Probenwechslers TW alpha plus/TW 7400
- Kompatibilität mit TitriSoft ab Version 3.0

Diese Methoden sind nur Beispiele; viele weitere Einsatzgebiete finden sich in der Lebensmitteltechnologie, Fotofinishing, Umwelt, Qualitätskontrolle und Prozessüberwachung.

Darüber hinaus enthält der TitroLine® 6000/7000 auch die Funktionalitäten der Kolbenbürette TITRONIC® 500:

- Manuelle Titrationen mit oder ohne Berechnung des Ergebnisses
- Dosierungen
- Lösungen herstellen

Bei jeder Methode sind unterschiedliche Dosier- und Füllgeschwindigkeiten einstellbar.

Einsetzbare Lösungen sind:

Praktisch sind alle Flüssigkeiten und Lösungen mit einer Viskosität $\leq 10 \text{ mm}^2/\text{s}$ wie z.B.: konzentrierte Schwefelsäure zu verwenden. Jedoch Chemikalien die Glas, PTFE oder FEP angreifen oder explosiv sind wie z.B. Flusssäure, Natriumazid, Brom dürfen nicht eingesetzt werden! Suspensionen mit hohem Feststoffgehalt können das Dosiersystem verstopfen oder beschädigen.



Allgemein gilt:



Es sind die jeweiligen gültigen Sicherheitsrichtlinien im Umgang mit Chemikalien unbedingt zu beachten. Dies gilt insbesondere für brennbare und / oder ätzende Flüssigkeiten.

Garantieerklärung

Wir übernehmen für das bezeichnete Gerät eine Garantie auf Fabrikationsfehler, die sich innerhalb von zwei Jahren ab dem Kaufdatum herausstellen. Der Garantieanspruch erstreckt sich auf die Wiederherstellung der Funktionsbereitschaft, nicht jedoch auf die Geltendmachung weitergehender Schadensersatzansprüche.

Bei unsachgemäßer Behandlung oder bei unzulässiger Öffnung des Geräts erlischt der Garantieanspruch. Von der Garantie ausgeschlossen sind Verschleißteile wie z. B. Kolben, Zylinder, Ventile, Schläuche inkl. der Verschraubungen und Titrerspitzen. Ebenso ist der Bruch bei Glasteilen von der Garantie ausgenommen.

Zur Feststellung der Garantiepflicht bitten wir Sie, uns das Gerät und den Kaufbeleg mit Kaufdatum frachtfrei bzw. portofrei einzusenden.

1.2 Technische Eigenschaften des Titrators TitroLine® 6000/7000

Stand 21.1.2013

CE-Zeichen: **CE** EMV - Verträglichkeit nach der Richtlinie 2004/108/EG des Rates;
angewandte harmonisierte Norm: EN 61326/1:2006.
Niederspannungsrichtlinie nach der Richtlinie 2006/95/EG des
Rates, angewandte harmonisierte Norm: EN 61 010, Teil 1.

ETL Zeichen:



Conforms to ANSI/ UL Std. IEC 61010-1
Certified to CAN/ CSA Std. C22.2 No. 61010-1

Ursprungsland: Germany, Made in Germany

Folgende Lösemittel/ Titrierreagenzien dürfen eingesetzt werden:

- Alle gebräuchlichen Titrierlösungen.
- Als Lösemittel sind Wasser und alle nichtaggressiven anorganischen und organischen Flüssigkeiten möglich. Beim Umgang mit brennbaren Stoffen sind die Explosionsschutz - Richtlinien der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie zu beachten.
- Für Flüssigkeiten mit höherer Viskosität ($\geq 5 \text{ mm}^2/\text{s}$), niedrigem Siedepunkt oder Neigung zum Ausgasen, kann die Füll- und Dosiergeschwindigkeit angepasst werden.
- Flüssigkeiten mit einer Viskosität über $20 \text{ mm}^2/\text{s}$ können nicht dosiert werden.

Messeingang: pH/mV-Eingang mit 24 Bit Messwertauflösung für hochgenaue Messungen.

Elektrodenbuchse nach DIN 19 262, bzw.

zusätzlich mit BNC Einsatzbuchse (Z 860)

Referenzelektrode 1 x 4 mm Buchse4

Nur TitroLine® 7000: Dämpfungsstufen des pH/mV Messsignals einstellbar

Nur TitroLine® 7000 RFID Empfänger für SI Analytics ID Elektroden

	Messbereich	Überbereich	Auflösung der Anzeige	Genauigkeit* ohne Messfühler	Eingangs- widerstand [Ω]
pH pH	- 3,0 ... 18,00	- 3,1 ... 18,00	0,001	$0,002 \pm 1 \text{ Digit}$	$> 1 \cdot 10^{13}$
mV U [mV]	- 2000 ... 2000	- 2020 ... 2020	0,1	$0,10 \pm 1 \text{ Digit}$	$> 1 \cdot 10^{13}$

Um die größtmögliche Genauigkeit der Messwerte sicher zu stellen, wird empfohlen den Titrator TitroLine® 6000/7000 vor Beginn einer Titration eine angemessene Zeit „warmlaufen“ zu lassen.

Messeingang: Temperaturmessfühler - Anschluss für Widerstandsthermometer Pt 1000

Anschluss: 2 x 4 mm - Buchsen.

	Messbereich	Auflösung der Anzeige	Genauigkeit* ohne Messfühler
T [°C]	- 75 ... 175	0,1	$0,2 \text{ K} \pm 1 \text{ Digit}$

Messeingang: Dead stopp - Anschluss (μA) für Doppelplatinelektroden

Polarisationsspannung variabel einstellbar von 40 ... 220 mV.

Anschluss: 2 x 4 mm – Buchsen.

	Messbereich	Auflösung der Anzeige	Genauigkeit* ohne Messfühler
I [μA]	0 ... 100	0,1	$0,2 \pm 1 \text{ Digit}$

*Zusätzlich ist die Messunsicherheit der Messfühler zu berücksichtigen.

Anzeige: grafikfähiges 3,5 Zoll -1/4 VGA TFT Display mit 320x240 Bildpunkten.

Kalibrierung: automatisch mit bis zu 3 Pufferlösungen, Reihenfolge bei der Kalibrierung konfigurierbar, frei definierbare Puffer eingebbar. Vorgegebene Pufferlösungen nach DIN 19 266 und NBS oder technische Puffer: pH = 1,00; pH=4,00; pH=4,01; pH=6,87; pH= 7,00; pH= 9,18; PH=10,00;

Anschlüsse: Messeingang pH/mV: pH/mV-Eingang mit Elektrodenbuchse nach DIN 19 262/oder BNC
 Messeingang μ A: (Dead-Stopp-) Anschluss für Doppelplatinelektrode
 (Anschlussbuchsen: 2 x 4mm)
 Messeingang Pt 1000: Temperaturmessfühler-Anschluss für Widerstandsthermometer
 Pt 1000 (Anschlussbuchsen: 2 x 4 mm)

Spannungsversorgung: durch externes Steckernetzteil von 100 – 240 V, 50/60 Hz
 Leistungsaufnahme 30 VA

Nur das Netzteil TZ 1853, mit der Typbezeichnung: FW 7362M/12, verwenden.

RS-232-C-Schnittstellen: RS-232-C-Schnittstelle galvanisch getrennt mittels Opto-Koppler
 Daisy Chain Funktion möglich.

Datenbits: einstellbar, 7 oder **8** Bit (Default Wert 8 Bit)
Stoppbit: einstellbar, **1** oder 2 Bit (Default Wert 1 Bit)
Startbit: fest **1** Bit
Parität: einstellbar: even / odd / **none**
Baudrate: einstellbar: 1200, 2400, **4800**, 9600, 19200 (Default 4800 Baud)
Adresse: einstellbar, (0 bis 15; Default Wert 1)

RS-232-1 für Computer, Eingang Daisy Chain
 RS-232-2 Geräte von SI Analytics, Titrator TitroLine® 6000/7000/TW alpha plus/TW 7400,
 - Kolbenbüretten TITRONIC® 500, T 110 plus, T universal,
 - Waagen des Typs Mettler, Sartorius, Kern, Ohaus, weitere auf Anfrage
 - Ausgang Daisy-Chain

USB-Schnittstellen 2 x USB-Typ-A und 1 x USB-Typ-B

USB –Typ B („Slave“) für Computeranschluss,

USB –Typ A („Master“) für Anschluss von
 - USB-Tastatur
 - USB-Drucker
 - USB-Handtaster („Maus“),
 - USB-Speichermedien wie z.B. USB-Stick
 - USB-Hub

Rühreranschluss: **12V DC out, 500 mA**
 Spannungsversorgung für Rührer TM 235, TM 135

Gehäuse-Werkstoff: Polypropylen

Fronttastatur: Kunststoff beschichtet

Gehäuse-Abmessungen: 15,3 x 45 x 29,6 cm (B x H x T), Höhe mit Wechseleinheit

Gewicht: ca. 2,3 kg für Grundgerät

ca. 3,5 kg für komplettes Gerät mit Wechseleinheit (mit leerer Reagenzienflasche)

Klima: Umgebungstemperatur: + 10 ... + 40 °C für Betrieb und Lagerung
 Luftfeuchtigkeit nach EN 61 010, Teil 1: 80 % für Temperaturen bis 31 °C
 linear abnehmend bis zu 50 % relativer Feuchte bei einer Temperatur von 40 °C

Wechselaufsätze

Kompatibilität:	Aufsätze sind wechselseitig kompatibel mit den Titratoren TitroLine® 6000 und TitroLine® 7000 und denen der Kolbenbürette TITRONIC® 500
Erkennung:	automatisch durch RFID. Erkennung der Aufsatzgröße und Kenndaten der Titrier- bzw. Dosierlösung
Ventil:	volumenneutrales Kegelventil aus Fluorkohlenstoffpolymeren (PTFE), TZ 3000
Zylinder:	aus Borosilikatglas 3.3 (DURAN®)
Schläuche:	FEP-Schlauchgarnitur, blau
Halterung für Vorratsflasche:	passend für Vierkantflasche aus Glas und diverser Reagenzienflaschen
Werkstoffe:	Borosilikatglas DURAN®, Fluorkohlenstoffpolymere, Edelstahl, Polypropylen,
Abmessungen:	15 x 34 x 22,8 cm (B x H x T) mit Reagenzienflasche
Gewicht:	ca. 1,2 kg für Wechselaufsatz WA mit leerer Reagenzienflasche
Dosiergenauigkeit:	nach DIN EN ISO 8655, Teil 3
	Richtigkeit : 0,15 %
	Präzision: 0,05 - 0,07 %
	(in Abhängigkeit von dem verwendeten Wechselaufsatz)

Dosiergenauigkeit des Titrators TitroLine® 6000/7000 mit WA Wechselaufsätzen:

Wechselaufsatz Typ Nr.	Volumen [ml]	Toleranzen der Ø _i der Glaszylinder [mm]	Dosierfehler* bezogen auf 100 % Volumen [%]	Reproduzierbar keit [%]
WA 05	5,00	± 0,005	± 0,15	0,07
WA 10	10,00	± 0,005	± 0,15	0,05
WA 20	20,00	± 0,005	± 0,15	0,05
WA 50	50,00	± 0,005	± 0,15	0,05

1.3 Warn- und Sicherheitshinweise

Das Gerät TitroLine® 6000/7000 entspricht der Schutzklasse III. Es ist gemäß EN 61 010 - 1, Teil 1, Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte, gebaut und geprüft und hat das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand verlassen. Um diesen Zustand zu erhalten und einen gefahrlosen Betrieb sicherzustellen, muss der Anwender die Hinweise und Warnvermerke beachten, die in dieser Gebrauchsanleitung enthalten sind. Die Entwicklung und Produktion erfolgt in einem System, das die Anforderungen der Norm DIN EN ISO 9001 erfüllt.

Aus sicherheitstechnischen Gründen darf der Titrator TitroLine® 6000/7000 grundsätzlich nur von autorisierten Personen geöffnet werden. So dürfen z.B. Arbeiten an der elektrischen Einrichtung nur von ausgebildeten Fachleuten durchgeführt werden.

⚠ Bei Nichtbeachtung kann von dem Titrator Gefahr ausgehen: elektrische Unfälle von Personen und Brandgefahr. Bei unbefugtem Eingriff in den TitroLine® 6000/7000 sowie bei fahrlässiger oder vorsätzlicher Beschädigung erlischt außerdem die Gewährleistung. ⚠

Vor dem Einschalten ist sicherzustellen, dass die Betriebsspannung des Titrators TitroLine® 6000/7000 und die Netzspannung übereinstimmen. Die Betriebsspannung ist auf dem Typenschild auf der Unterseite des Titrators angegeben. Bei Nichtbeachtung kann der Titrator TitroLine® 6000/7000 geschädigt werden und es kann zu Personenschäden oder Sachschäden kommen.

Wenn anzunehmen ist, dass ein gefahrloser Betrieb nicht möglich ist, ist der Titrator TitroLine® 6000/7000 außer Betrieb zu setzen und gegen ein unbeabsichtigtes Inbetriebnehmen zu sichern. Den Titrator TitroLine® 6000/7000 bitte ausschalten, das Steckernetzteil aus der Steckdose ziehen und den Titrator TitroLine® 6000/7000 vom Arbeitsplatz entfernen.

Es ist z.B. zu vermuten, dass ein gefahrloser Betrieb nicht mehr möglich ist,

- wenn eine Beschädigung der Verpackung vorliegt,
- wenn der Titrator TitroLine® 6000/7000 sichtbare Beschädigungen aufweist,
- wenn der Titrator TitroLine® 6000/7000 nicht bestimmungsgemäß funktioniert,
- wenn Flüssigkeit in das Gehäuse eingedrungen ist.
- wenn der Titrator TitroLine® 6000/7000 technisch verändert wurde oder wenn nicht autorisierte Personen mit Reparaturversuchen in das Gerät eingegriffen haben.

Nimmt der Anwender das Gerät in diesen Fällen dennoch in Betrieb, gehen alle daraus resultierenden Risiken auf ihn über.

Der Titrator TitroLine® 6000/7000 darf nicht in feuchten Räumen gelagert oder betrieben werden.

Aus Sicherheitsgründen darf der Titrator TitroLine® 6000/7000 ausschließlich nur für das in der Gebrauchsanleitung beschriebene Einsatzgebiet verwendet werden.

Die entstehenden Risiken muss der Anwender bei allen Abweichungen vom bestimmungsgemäßen Gebrauch selber beurteilen.

⚠ Die einschlägigen Vorschriften im Umgang mit den verwendeten Stoffen müssen eingehalten werden: die Gefahrstoffverordnung, das Chemikaliengesetz und die Vorschriften und Hinweise des Chemikalienhandels. Es muss seitens des Anwenders sichergestellt sein, dass die mit dem Gebrauch der TitroLine® 6000/7000 betrauten Personen Sachkundige im Umgang mit den im Umfeld des Titrators angewendeten Stoffen sind oder von sachkundigen Personen beaufsichtigt werden.

⚠ Bei allen Arbeiten mit Chemikalien: Schutzbrille tragen! ⚠

Der Titrator TitroLine® 6000/7000 ist mit integrierten Schaltkreisen (z.B. Flashspeicher) ausgerüstet. Röntgen- oder andere energiereiche Strahlen können durch das Gerätegehäuse hindurch dringen und die Betriebssoftware löschen.

Bei Arbeiten mit Flüssigkeiten, die nicht gebräuchlichen Titriermitteln entsprechen, ist insbesondere die chemische Beständigkeit der Materialien des TitroLine® 6000/7000 zu berücksichtigen (siehe Kapitel 1.1).

Bei Einsatz von Flüssigkeiten mit hohem Dampfdruck und/oder Stoffen oder Stoffgemischen, die nicht unter Kapitel 1.1 als einsetzbar beschrieben sind, muss der gefahrlose und einwandfreie Betrieb des Titrators TitroLine® 6000/7000 seitens des Anwenders sichergestellt werden. Beim Hochfahren des Kolbens bleibt auf der Innenwand des Zylinders in allen Fällen ein Mikrofilm aus Dosierflüssigkeit haften, der auf die Dosiergenauigkeit keinen Einfluss hat. Dieser minimale Rest von Flüssigkeit kann jedoch verdunsten und dadurch in die Zone unterhalb des Kolbens geraten und dort die verwendeten Materialien korrodieren oder anlösen (siehe Kapitel 8 „Wartung und Pflege des Titrators TitroLine® 6000/7000“).

2 Aufstellen und Inbetriebnahme

2.1 Auspacken und Aufstellen des Titrationsgerätes

Der Titrator und alle Zubehörteile sowie die Peripheriegeräte sind werkseitig sorgfältig auf Funktion und Maßhaltigkeit geprüft.

Bitte achten Sie darauf, dass auch die kleinen Zusatzteile aus der Verpackung restlos entnommen werden.

Den Lieferumfang entnehmen Sie bitte der beigefügten Packliste.

Der Titrator TitroLine® 6000/7000 kann auf jeder beliebigen ebenen Unterlage aufgestellt werden.

2.2 Montage des Stativfuß Z 300 (Option)

Wenn der Magnetrührer TM 235 nicht verwendet wird, empfiehlt sich die Verwendung des Stativfußes Z 300. Der Stativfuß Z 300 besteht aus einem massiven Metallfuß (Abb. 1). Auf der Unterseite der Titratoreinheit befindet sich eine Einbuchtung in der der Metallfuß exakt hineinpasst. Der Metallfuß selbst hat auf beiden Seiten (Ober – und Unterseite) ein Gewinde für die Stativstange (Lieferumfang Titrator-Grundgerät). Der Metallfuß kann daher, je nach Bedarf, links oder rechts an der Titratoreinheit verwendet werden. Die Titrator-Grundeinheit wird auf den Metallfuß gestellt und die Stativstange in das Gewinde hineingeschraubt. Die Titrationsklammer Z 305 (Lieferumfang Titrator-Grundgerät) kann nun auf die Stativstange montiert werden (Abb. 2).



Abb. 1



Abb. 2

2.3 Anschluss und Montage des Titrators und des Magnetrührers TM 235

Das Niederspannungskabel des Netzteils TZ 1853 wird in die mittlere 12 V Buchse, Buchse „in“, (siehe auch Abb. 4 Rückwand, Kap. 2.4), auf der Rückseite des Titrators eingesteckt. Danach das Netzteil in die Netzsteckdose einstecken.



Abb. 3a

Das Netzteil ist leicht zugänglich zu platzieren, damit der Titrator jederzeit einfach vom Netz zu trennen ist.

Der Magnetrührer TM 235 wird in der Regel rechts vom Titrator aufgestellt. Der Magnetrührer wird mit dem Verbindungskabel TZ 1577 (Lieferumfang Titrator-Grundgerät) an der Rückseite des Titrators an der 12 V Buchse „out“ angeschlossen. (siehe auch Abb. 4 Rückwand, Kap. 2.4). Die Stativstange (Lieferumfang TM 235) wird in das Gewinde eingeschraubt und die Titrationsklammer Z 305 (Titrator-Grundgerät) montiert (Abb. 3).



Abb. 3

2.4 Anschlüsse des Titrators. Kombination mit Zubehör und weiteren Geräten

2.4.1 Rückwand des Titrators TitroLine® 6000/7000



Abb. 4

2.4.2 Messeingänge des Titrators TitroLine® 6000/7000. Anschluss von Elektroden

Der TitroLine® 6000/7000 verfügt über folgende Anschlüsse:

- 1) μ A-Messeingang für Anschluss Doppelplatinelektroden
- 2) Temperaturmesseingang für Anschluss von Pt 1000 Elektroden
- 3) pH/mV-Messeingang (DIN oder BNC über Adapter) für Anschluss von pH-, Redox- und weiterer Mess- und Kombinationselektroden. Anschluss von SI Analytics ID Elektroden an TitroLine® 7000 siehe Kapitel 2.4.6.
- 4) Messeingang für Bezugselektroden (Ref.)
- 5) USB-B Schnittstelle für den Anschluss an einen PC
- 6) Netzschalter
- 7) Zwei USB-A („Master“) Schnittstellen für den Anschluss von USB-Geräten wie Tastatur, Drucker, Handregler, USB-Speicherstick usw.
- 8) Buchse „in“: Anschluss des externen Netzteiles TZ 1853
- 9) Buchse „out“: Anschluss des Magnetrührers TM 235
- 10) Zwei RS232 Schnittstellen (Mini-DIN):
 RS1 für den Anschluss an den PC
 RS2 für den Anschluss einer Waage und weiterer Geräte von SI Analytics (Büretten usw.)

2.4.3 Anschluss eines Druckers

Drucker mit USB-Schnittstelle werden an einer der beiden USB-A Schnittstellen angeschlossen. Die Drucker **müssen** eine HP PCL -Emulation (3, 3GUI, 3 enhanced, 5, 5e) enthalten. So genannte GDI Drucker können nicht verwendet werden! Als Alternative kann auch der Thermokompaktdrucker Seiko S445 angeschlossen werden.

2.4.4 Anschluss eines USB-Gerätes (Handtaster, Tastatur, Speichergerät, HUB)

Folgende USB-Geräte können an die USB-A-Schnittstellen angeschlossen werden:

- PC-Tastatur
- Handtaster TZ 3880 („Maus“)
- Drucker
- USB-Speichergeräte wie USB-Stick
- USB-Hub
- USB-Barcodescanner

2.4.5 Anschluss von Analysenwaagen

Analysenwaagen werden mit einem entsprechenden Kabel an die RS232-2 angeschlossen.

2.4.6 Anschluss von SI Analytics ID Elektroden an TitroLine® 7000

Der Stecker der ID-Elektrode enthält einen Wulst. Diesen Wulst kann man als Markierung beim Anschluss der Elektrode an die mV/pH-Buchse verwenden. Der Wulst sollte möglichst nach oben, zur Referenzbuchse oder dazwischen zeigen (Siehe auch Abb. 4). Dadurch wird die Erkennung der ID-Elektrode erleichtert. Direkt nach dem Anschluss werden die Daten der angeschlossenen ID-Elektrode ausgelesen und im Titrator gespeichert. Das beinhaltet die Kalibrierdaten wie Nullpunkt und Steilheit, Datum der Kalibrierung, verwendete Pufferlösungen, die Seriennummer und Typ der Elektrode.

2.5 Einstellen der Landessprache

Werkseitig ist Englisch als Sprache voreingestellt. Nach dem der Titrator eingeschaltet und sein Startvorgang beendet ist, erscheint das Hauptmenü:

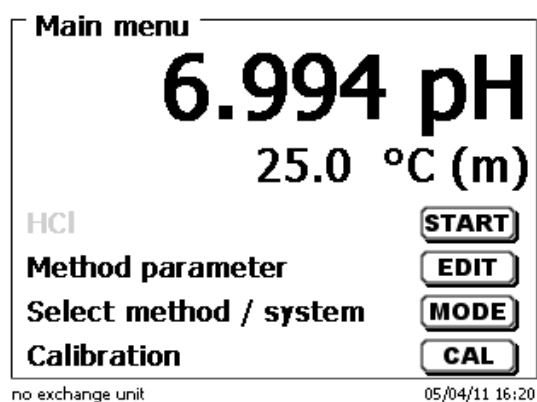


Abb. 5

Mit <SYS/<F7> wechselt man zu den Systemeinstellungen (Englisch = System settings). Das erste Menü ist gleich die Einstellung der Landessprache:

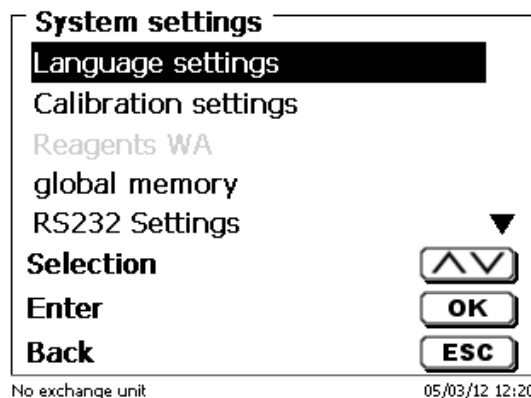


Abb. 6

Mit <ENTER>/<OK> das Menü aufrufen. Mit den Pfeiltasten <↑↓> die gewünschte Landessprache auswählen und mit <ENTER>/<OK> bestätigen:

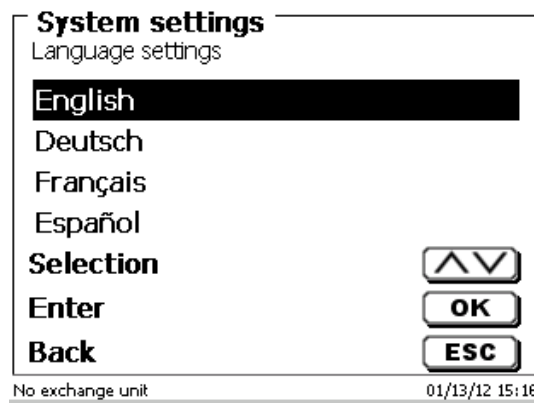


Abb. 7

Die gewählte Sprache erscheint sofort. Mit zweimal betätigen der <ESC> Taste befindet man sich wieder im Hauptmenü.

2.6 Wechselaufsatz WA



Abb. 8

- 1) TZ 3871 - Ansaugschlauch
- 2) TZ 3872 - Verbindungsschlauch
- 3) TZ 3873 - Dosierschlauch ohne Dosierspitze und Halter;
TZ 3874 - Dosierschlauch mit Dosierspitze und Halter
- 4) TZ 3801 - Ventilabdeckung
- 5) TZ 3000 - 3/2-Wege Ventil
- 6) TZ 2003 - Trockenrohr
- 7) TZ 3802 - Schraubkappe GL 45 mit Bohrung, inkl. Adapter mit 2 Öffnungen für Trockenrohr und Ansaugschlauch
- 8) TZ 3803 - 1 Liter Reagenzienflasche, braun
- 9) TZ 3900 - UV Schutzmantel, blau transparent
- 10) TZ 3875 - Schaft für Titrierspitze und
TZ 3656 - Titrierspitzenaufsatz blau
- 11) TZ 1507 - Abtropfröhrchen aus Plastik

2.6.1 Montage des Wechselaufsatzes

Abb. 8 zeigt eine komplett zusammengebaute Wechseleinheit.

- Das Ventil mit dem angeschlossenen Schläuchen aus der Verpackung entnehmen und in die Ventilhalterung stecken bis es einrastet.
- Den Ventildeckel auf das Ventil wie abgebildet aufstecken.
- Verbindungsschlauch TZ 3872 in die dafür vorgesehene Gewindeöffnung des Bürettenzylinders stecken und mit der Hand festschrauben.
- Der Ansaugschlauch TZ 3871 in die Gewindeöffnung des GL 45 oder S 40 -Adapters stecken und mit der Hand festschrauben.
-

Alle anderen Schläuche sind bereits vormontiert.

2.7 Aufsetzen und Austauschen eines Wechselaufsatzes

Die Titatoreinheit enthält ein RFID Lesegerät und die Wechselaufsätze enthalten alle eine RFID Transponder. In diesem Transponder können folgende Informationen gespeichert werden:

- Aufsatzgröße (nicht veränderbar)
- Aufsatz ID (nicht veränderbar)
- Reagenzname (default: Leerzeichen)
- Konzentration (default: 1.000000)
- Konzentration bestimmt am: (Datum)
- Haltbarkeit bis (Datum)
- Geöffnet/Hergestellt am: (Datum)
- Prüfung nach ISO 8655: (Datum)
- Chargenbezeichnung: (default no charge)
- Letzte Änderung (Datum)

Jedes Mal wenn ein Wechselaufsatz auf die Titatoreinheit geschoben wird, werden automatisch die Daten aus dem Transponder ausgelesen.

2.7.1 Aufsetzen eines Wechselaufsatzes

Der Wechselaufsatz wird so wie auf der Abb. 9 a-c abgebildet auf die Geräteeinheit aufgesetzt und nach unten geschoben bis der schwarzen Knopf auf der linken Seite einrastet.



Abb. 9 a



Abb. 9 b



Abb. 9 c

2.7.2 Abnahme eines Wechselaufsatzes

Die Abnahme des Wechselaufsatzes geschieht in der umgekehrten Reihenfolge:

- Links auf die schwarze Taste drücken und den Wechselaufsatz nach vorne ziehen wie in Abb. 9.c – 9.a abgebildet.

⚠ Wichtig: Die Abnahme des Wechselaufsatzes ist nur möglich wenn sich der Kolben in der unteren Position befindet (Nullposition). Eventuell vorher die <FILL>-Taste betätigen. ⚠

2.7.3 Programmierung der Titratoreinheit

Die Daten aus dem RFID-Transponder des Wechselaufsatzes werden sofort ausgelesen (Abb. 10).

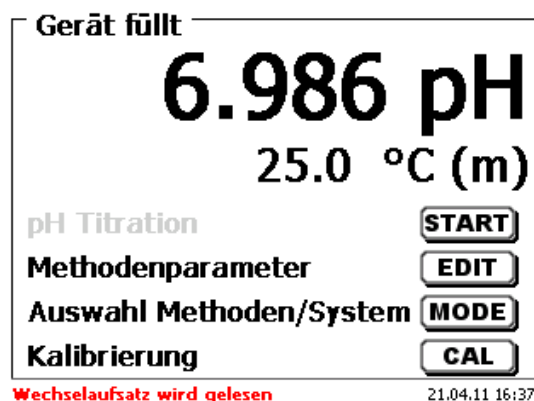


Abb. 10

Nach Beendigung des Lesevorgangs erscheint ca. 10 Sekunden lang das Eingabemenü für die Reagenzien (Abb. 11). Die Größe der Wechseleinheit wird unten links in der Anzeige angezeigt (hier 50 ml)

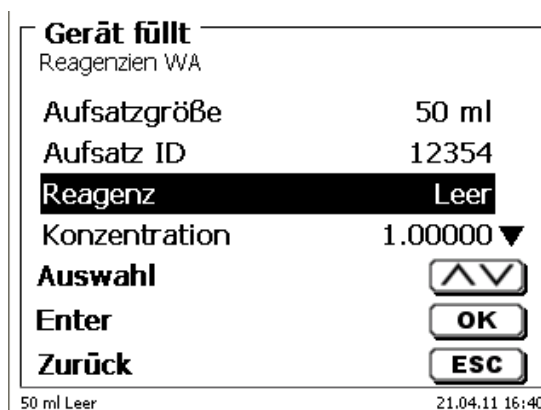


Abb. 11

Bei der ersten Verwendung ist empfehlenswert, hier zumindest den Namen des verwendeten Reagenzes einzutragen. Dazu bestätigt man die Auswahl „Reagenz“ mit <ENTER> und tippt den Namen und eventuell die Konzentration ein (Abb. 12).

Systemeinstellungen

Reagenz

NaOH 0.1 mol/L

Position <>

Weiter OK

Zurück ESC

50 ml Leer 21.04.11 16:58

Abb. 12

Mit <OK>/<ENTER> bestätigen (Abb. 12). Nach der optionalen Eingabe weiterer Parameter verlässt man das Reagenzienmenü mit <ESC> (Abb. 13).

Systemeinstellungen

Reagenzien WA

Aufsatzgröße 50 ml

Aufsatz ID 12354

Reagenz NaOH 0.1 ...

Konzentration 1.00000 ▼

Auswahl ^v

Enter OK

Zurück ESC

50 ml Leer 21.04.11 17:03

Abb. 13

Es erscheint eine Abfrage, ob man die Werte übernehmen möchte (Abb. 14):

Systemeinstellungen

Werte übernehmen?

Ja

Nein

Auswahl ^v

Enter OK

Zurück ESC

50 ml Leer 21.04.11 17:05

Abb. 14

Wenn man <Ja> gewählt hat werden die Werte nun in die Wechseleinheit geschrieben. Das erkennt man unten an einer Meldung in roter Schrift. Am Ende steht unten links im Display der neue Name des Reagenzes (Abb. 15). In diesem Beispiel NaOH 0.1 mol/L.

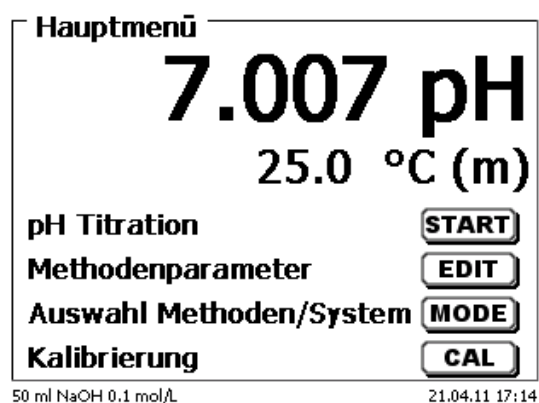


Abb. 15

2.8 Erstbefüllen bzw. Spülen des kompletten Wechselaufsatzes

Das Erstbefüllen der Wechseleinheit erfolgt durch das Spülprogramm <Spülen>.

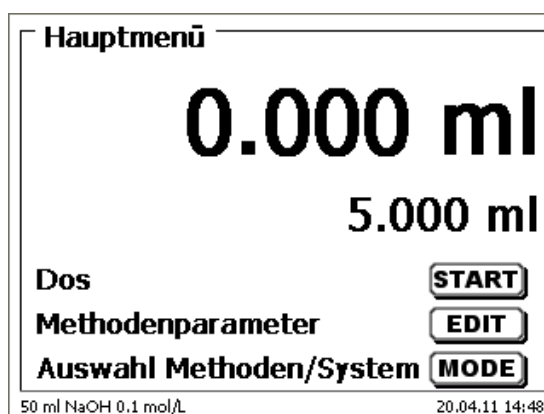


Abb. 16

Vom Hauptmenü (Abb. 16) gelangt man mit <MODE> in das Methoden-/Systemmenü (Abb. 17)

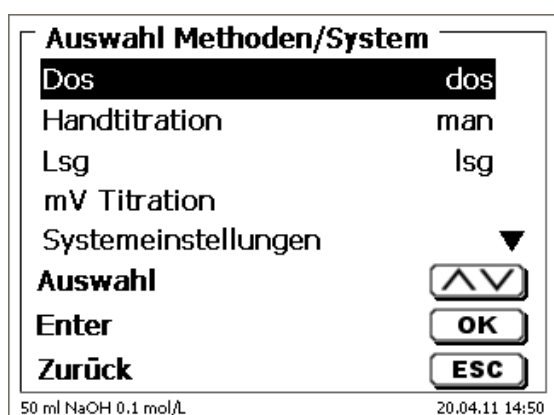


Abb. 17

Durch 2 x <↑> gelangt man sofort zur Auswahl <Spülen> (Abb. 18).

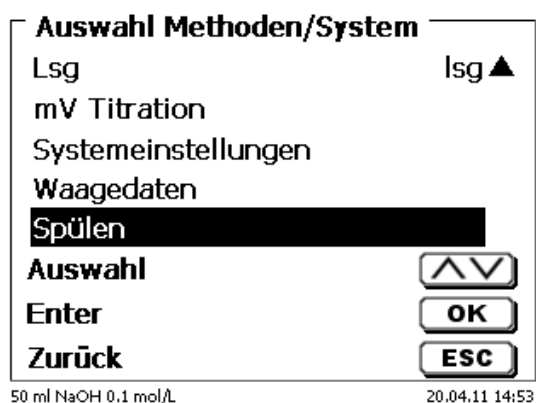


Abb. 18

Die Auswahl mit <ENTER> bestätigen:

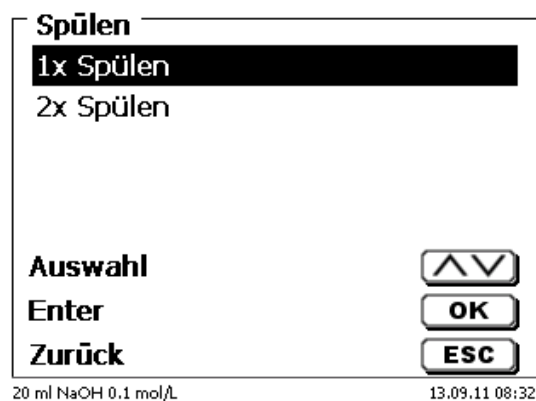


Abb. 19

Nun kann man die Anzahl der Spülzyklen auswählen. Für eine Erstbefüllung muss man mindestens zweimal Spülen. Den Spülvorgang (Abb. 20) kann man jederzeit mit <STOP> abbrechen und anschließend mit <START> fortsetzen.

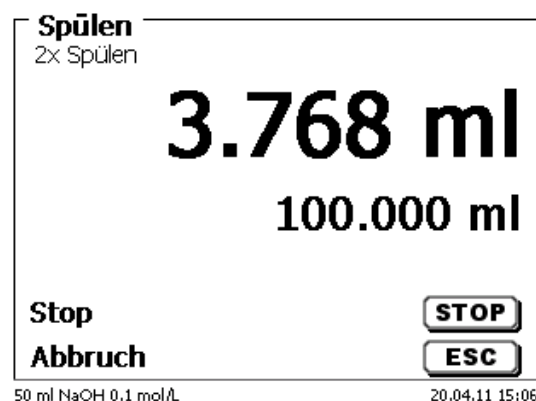


Abb. 20

Beim Ablauf dieses Erstbefüll- bzw. Spülprogramms muss ein ausreichend dimensioniertes Abfallgefäß unter der Titrierspitze stehen.

2.9 Austausch des Glaszylinders und des PTFE-Kolbens

Der Austausch des Glaszylinders und des Kolbens gelingt ohne zusätzliches Werkzeug. In Einzelfällen ist die Verwendung des Kolbenziehers notwendig.

- Den Wechselaufsatz vom Titrator abnehmen.
- Der Schlauch zwischen Glaszylinder und Ventil vom Glaszylinder abschrauben.
- Der blaue UV-Schutz wird durch 5-6 Drehungen nach links gelöst.
- Der UV-Schutz kann nun abgenommen und der Glaszylinder mit dem darin befindlichen Kolben herausgezogen werden.
- Ein neuer Glaszylinder und Kolben (Abb. 21) wird in den UV-Schutz gesteckt und der blaue UV-Schutz wird durch 5-6 Drehungen nach rechts wieder festgeschraubt.
- Die Kolbenstange sollte ca. 0,5 cm der Wechseleinheit heraussehen (Abb. 22 a). Den Aufsatz nun nach vorne kippen bis die schräge Unterseite der Wechseleinheit flach auf dem Rand des Labortisches/Tisches liegt (Abb. 22 b). Dadurch wird der Kolben in die exakte Position gebracht. Falls ein Kolben mal etwas zu weit in den Glaszylinder gedrückt wurde, einfach den Kolben etwas herausziehen und wie beschrieben wieder in die richtige Position bringen.

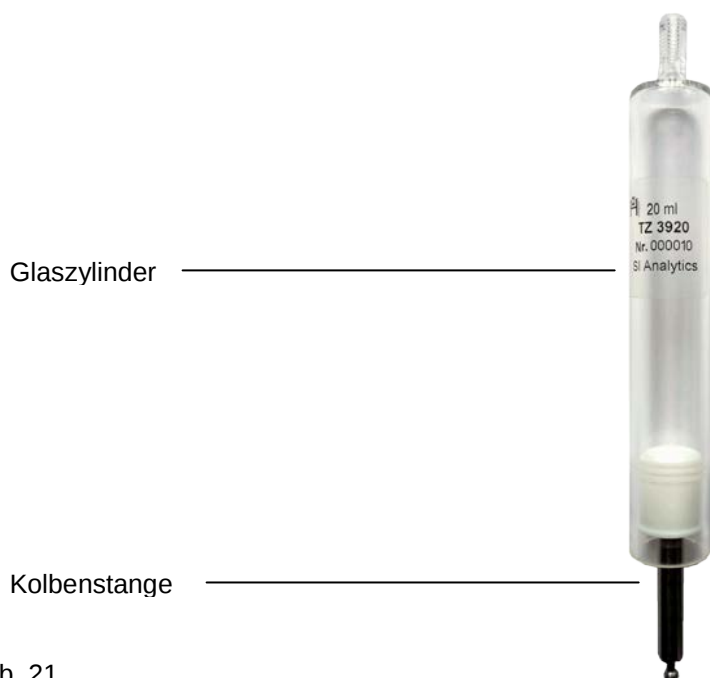


Abb. 21



Abb. 22 a



Abb. 22 b

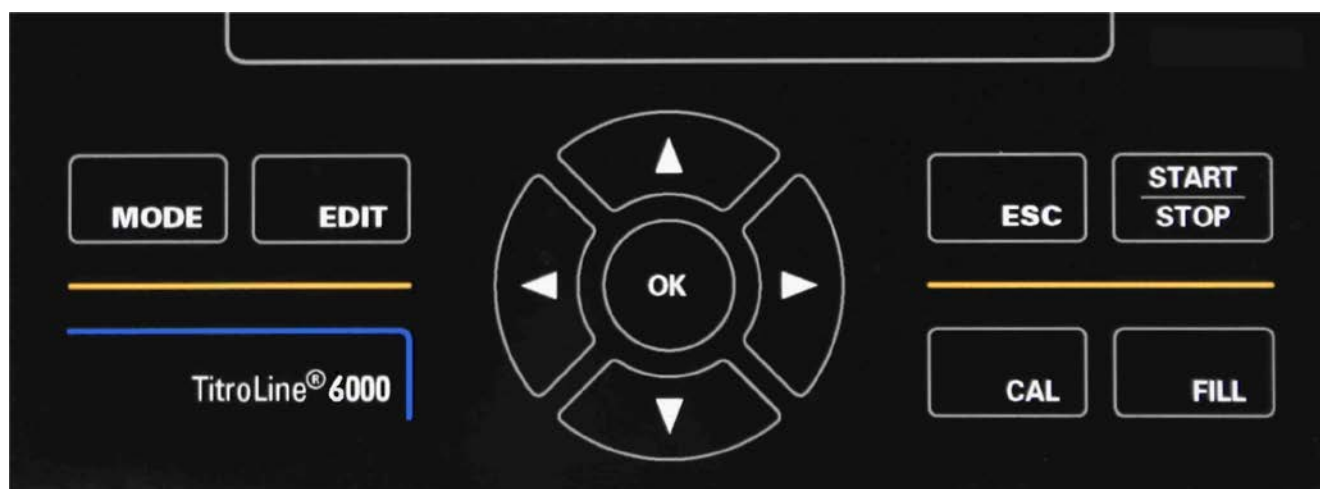
Grundsätzlich ist darauf zu achten, dass in einen Wechselaufsatz nur die vorgesehene Zylindergröße montiert werden darf, weil sonst die im Wechselaufsatz gespeicherte Codierung nicht mehr mit der Zylindergröße übereinstimmt. Die Folge ist eine falsche Dosierung. Es wird aus Gründen der Dosier- und Analysengenauigkeit empfohlen, stets auch die PTFE-Kolben mit auszutauschen, wenn ein defekter Glaszylinder erneuert wird. Dies gilt vor allem bei Glasbruch, da die Dichtringe des PTFE-Kolbens durch Glassplitter verletzt werden können.

⚠ Achtung ⚠

Die Schläuche und Zylinder enthalten im Regelfalle Chemikalien, die beim Demontieren auslaufen oder verspritzen können. Die einschlägigen Sicherheitsvorkehrungen im Umgang mit den Chemikalien müssen beachtet werden.

3 Das Arbeiten mit dem Titrator TitroLine® 6000/7000

3.1 Fronttastatur



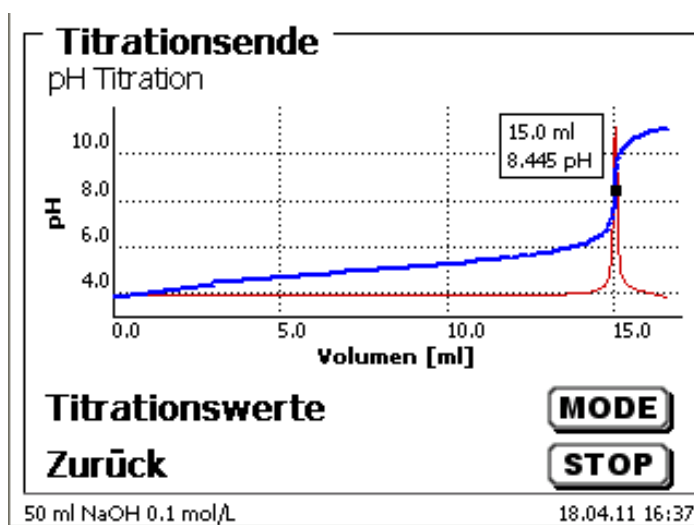
Mit Ausnahme von alphanumerischen Eingaben (a-z, A-Z, 0-9) und einigen wenigen Funktionen, können alle Funktionen auch über die Fronttastatur ausgeführt werden.

- <Mode>:** Auswahl der Methoden, Spülen, Systemeinstellungen
- <EDIT>:** Ändern der aktuellen Methode, neue Methode, Methode kopieren und löschen
- <ESC>:** Mit <ESC> wird die vorherige Ebene im Menü erreicht.
- <START>:** Start und Stopp einer aktuellen Methode
- <FILL>:** Füllen des Aufsatzes

Die einzelnen Funktionen werden in **Kapitel 3.4 Externe PC Tastatur** genau beschrieben.

3.2 Anzeige

Die Anzeige besteht aus einer farbigen LCD Anzeige mit 320 x 320 Bildpunkten Auflösung. Sie bietet auch die Möglichkeit von Grafikanzeigen, zum Beispiel der Messkurve während oder am Ende der Titration:



3.3 Handtaster

Der Handtaster („Maus“, Abb. 23) wird bei der manuellen Titration benötigt. Er kann aber auch zum Start von Dosier- und anderen Methoden verwendet werden.



Abb. 23

Modus	Schwarze Taste	Graue Taste
Manuelle Titration	Start der Titration, Einzelstufen und kontinuierliches Titrieren	Füllen Stopp der Titration mit Auswertung
Dosieren über Dosiermethode	Start der Dosierung	Füllen
Lösungen ansetzen	Start der Dosierung	Füllen

3.4 Externe PC Tastatur

Tasten	Funktion
<ESC>	Mit <ESC> wird die vorherige Ebene im Menü erreicht.
<F1>/<START>	Start einer ausgewählten Methode
<F2>/<STOP>	Stopp der aktuellen Methode
<F3>/<EDIT>	Ändern der aktuellen Methode, neue Methode, Methode kopieren
<F4>/<FILL>	Füllen des Aufsatzes
<F5>/ 	Anzeige und Änderung der Waagedaten. Mit <Shift> + <F5> Anzeige und Änderung der Globalen Speicher
<F6>/<MODE>	Auswahl der Methoden, Spülen, Systemeinstellungen
<F7>/<SYS>	Systemeinstellungen (Sprachauswahl, Uhrzeit/Datum..)
<F8>/<CAL>	Aufruf Kalibrieremenü
<F9>/+ / -	Vorzeichenwechsel
<F10>/<DOS>	Aufruf Dosiermenü
Num/ Scroll	Keine Funktion
Lock/ Lock	Keine Funktion
Prt Sc	Keine Funktion
Sys Rq	Keine Funktion
<ESC>	Anwahl des Methodenauswahlmenüs aus der Hauptmenü Sonst: Mit <ESC> wird die vorherige Ebene im Menü erreicht.
< ↑ > < ↓ > < ← > < → >	Auswahl der Einzelmenüs und Zahlenwerte
0...9	Eingabe von Zahlenwerten
<ENTER>	Bestätigung eingegebener Parameter
< ← Backspace >	Löschen einer eingegebenen Ziffer / eines eingegebenen Zeichens links neben dem blinkenden Cursor
Buchstaben, ASCII-Zeichen	Alphanumerische Eingaben möglich. Groß- und Kleinschreibung ist möglich
alle anderen Tasten	Haben keine Funktion.

3.5 Menüstruktur

Es gibt 5 Hauptmenüs:

- Start- oder Hauptmenü
- Methodenparameter
- Auswahl Methoden
- CAL-Menü
- Systemeinstellungen.

Nach dem Einschalten erscheint immer das Hauptmenü. Es wird immer die zuletzt verwendete Methode angezeigt (Abb. 24).

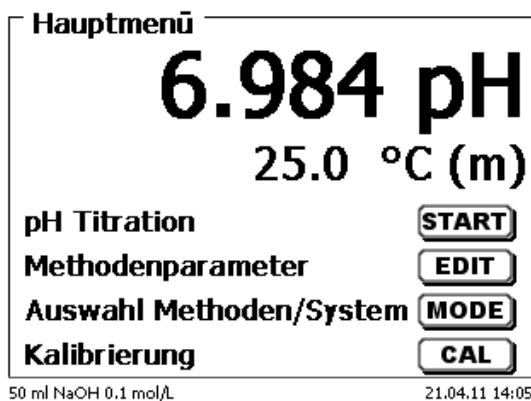


Abb. 24

Die angezeigte Methode kann nun mit <START> sofort ausgeführt werden. Mit <EDIT>/F3 gelangt man zu den Methodenparametern (Abb. 25).



Abb. 25

Hier kann

- die aktuelle Methode verändert
- eine neue Methode erstellt
- Standardmethoden aufgerufen und abgespeichert
- eine bestehende Methode kopiert oder gelöscht werden

Die Untermenüs werden mit <↓> und <↑>- Tasten angewählt und mit <OK>/<ENTER> die Auswahl bestätigt. Mit <ESC> gelangt man wieder zurück zum Hauptmenü.

Mit <MODE>/F6 gelangt man zu dem Methodenauswahlmenü (Abb. 26).

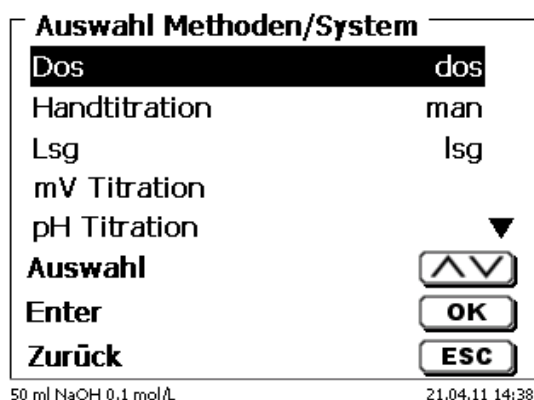


Abb. 26

Die vorhandenen Methoden werden mit <↓> und <↑>- Tasten angewählt und mit <OK>/<ENTER> die Auswahl bestätigt. Nach der Auswahl kommt man sofort mit der neu ausgewählten Methode zurück zum Hauptmenü. Ohne Auswahl einer Methode gelangt man mit <ESC> ebenfalls wieder zurück zum Hauptmenü.

In die Systemeinstellungen (Abb. 27 und Abb. 28) gelangt man direkt über die <SYS>/F7 Taste oder auch über das Methodenauswahlmenü.



Abb. 27

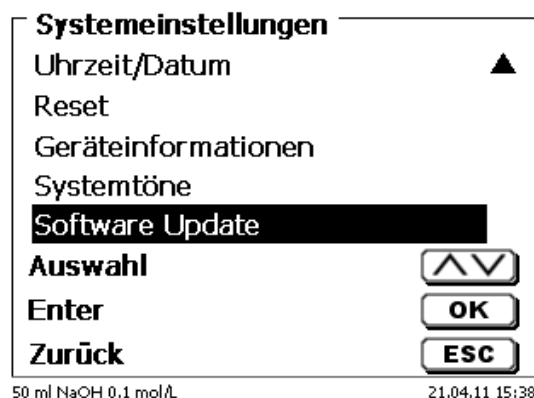


Abb. 28

3.6 Hauptmenü

Nach dem Einschalten erscheint immer das Hauptmenü. Es wird immer die zuletzt verwendete Methode angezeigt (Abb. 29).

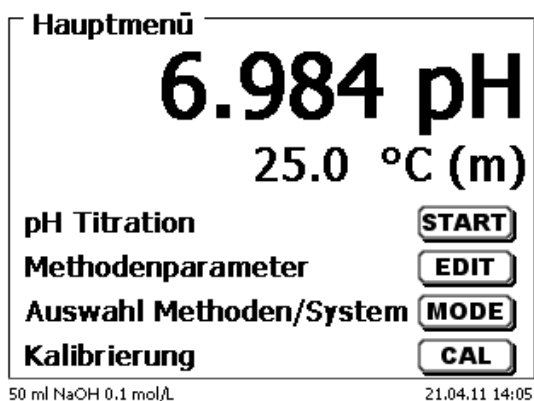


Abb. 29

3.6.1 Automatische Titration

Die angezeigte Methode kann nun mit <START> sofort ausgeführt werden. Je nach Methodeneinstellung werden nacheinander die Probenbezeichnung (Abb. 30) und die Einwaage abgefragt (Abb. 31). Es kann eine 20-stellige alphanumerische Probenbezeichnung mit einer externen PC-Tastatur eingegeben werden.

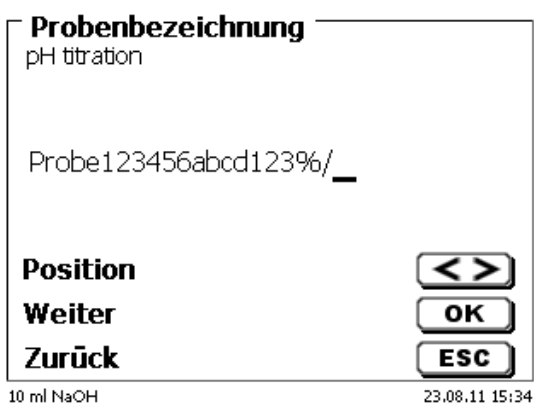


Abb. 30



Abb. 31

Die Waagedaten können mit Hilfe der Fronttastatur oder der externen Tastatur eingegeben werden. Die Eingabe wird mit <OK>/<ENTER> bestätigt.

Bei automatischer Waagedatenübernahme werden die Einwaagen aus einem Speicher ausgelesen. Falls keine Waagedaten im Speicher vorhanden sind, wird eine Meldung angezeigt, dass keine Waagedaten vorhanden sind:



Abb. 32

Durch Drücken der Print-Taste an der Waage können noch die Waagedaten transferiert werden. Die Titration beginnt dann direkt nach der Übergabe der Waagedaten ohne weitere Bestätigung. In der Anzeige sind der Messwert (pH, mV oder μA) und der aktuelle Verbrauch zu sehen. Der Messwert ist etwas größer dargestellt. Oben an der Anzeige sieht man die Statusmeldung „Titration läuft“ und die verwendete Methode „pH Titration“:

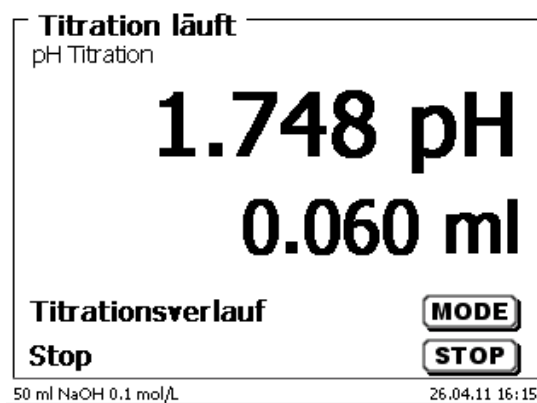


Abb. 33

Die Titrationskurve kann man sich durch Drücken der <Mode>/<F6>-Taste anzeigen lassen (Abb. 34).

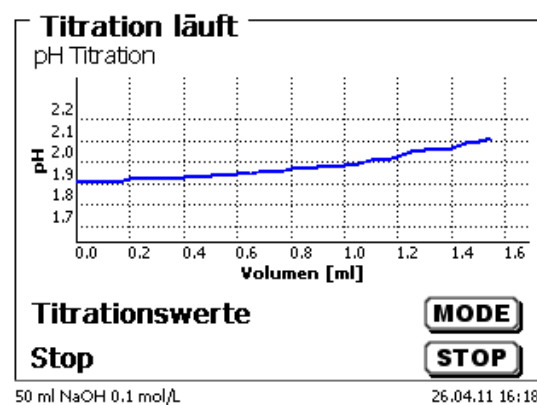


Abb. 34

Auf der x-Achse wird der Verbrauch in ml angezeigt und auf der y-Achse der Messwert. Die Skalierung der Grafik geschieht automatisch. Am Ende der Titration wird das Ergebnis angezeigt (Abb. 35).

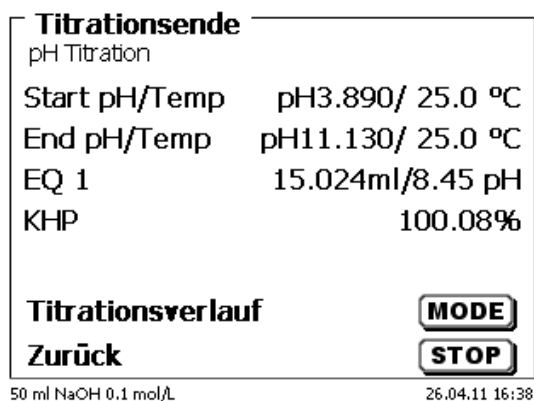


Abb. 35

Mit <MODE>/<F6> kann man sich die Titrationskurve bzw. weitere Ergebnisse anzeigen lassen. pH und mV-Titrationskurven zeigen die Messkurve (blau) und die 1. Ableitung (rot) an. Die Werte und die Lage des Äquivalenzpunktes bzw. der Äquivalenzpunkte (TitroLine® 7000) werden direkt in der Kurve angezeigt.

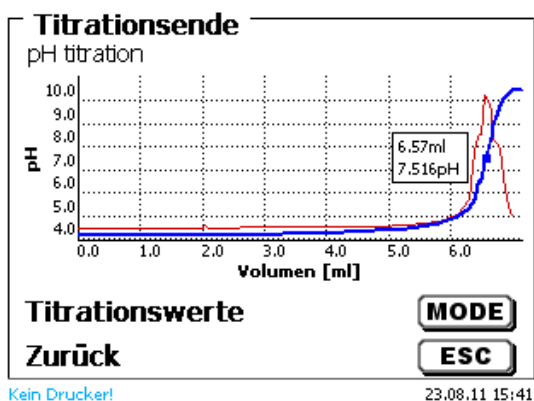


Abb. 36

Bei angeschlossenem Drucker werden die Ergebnisse, wie in der Methode eingestellt, ausgedruckt bzw. auf einem angeschlossenen USB-Stick als PDF-Datei und als CSV-Datei abgespeichert. Falls kein Drucker oder USB-Stick angeschlossen ist, erscheint unten links im Display die Meldung „Kein Drucker“ oder „Kein USB-Stick“. Durch <ESC> gelangt man wieder zurück ins Hauptmenü und kann sofort die nächste Titration starten.

3.6.2 Kalibrierung (CAL-Menü)

Vom Grundmenü aus (Abb. 37) wird die Kalibrierung durch Drücken der <CAL>-Taste am Titrator oder der <F8/CAL>-Taste gestartet.

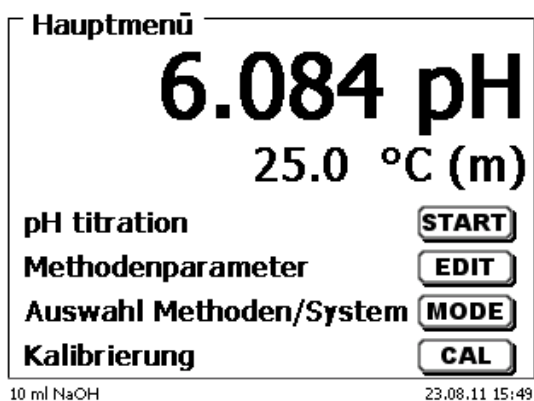


Abb. 37

Der Titrator fordert zum abspülen und eintauchen der Elektrode nacheinander in 2 oder 3 Puffern auf:

pH-Kalibrierung

Elektrode abspülen und in Puffer 1 (DIN_4.00) tauchen

Kalibrierung starten **START**

Zurück **ESC**

Aktuelle Werte **MODE**

10 ml NaOH 23.08.11 15:52

Abb. 38

Der erste Puffer wird mit <Start> gestartet. Der 2. und 3. Puffer (optional) wird mit <Enter/OK> gestartet. Während der Kalibrierung sieht man die aktuellen mV- und Temperaturwerte des Puffers:

pH-Kalibrierung

Kalibrierung von Puffer 1 läuft

176.6 mV

25.0 °C (m)

Abbruch **ESC**

10 ml NaOH 23.08.11 15:54

Abb. 39

pH-Kalibrierung

Kalibrierung läuft

Elektrode abspülen und in Puffer 2 (TEC_7.00) tauchen

Weiter **OK**

Abbruch **ESC**

10 ml NaOH 23.08.11 15:57

Abb. 40

pH-Kalibrierung

Kalibrierung von Puffer 2 läuft

-2.7 mV

25.0 °C (m)

Abbruch **ESC**

10 ml NaOH 23.08.11 15:58

Abb. 41

Am Ende der Kalibrierung werden die Steilheit und der Nullpunkt der Elektrode angezeigt:

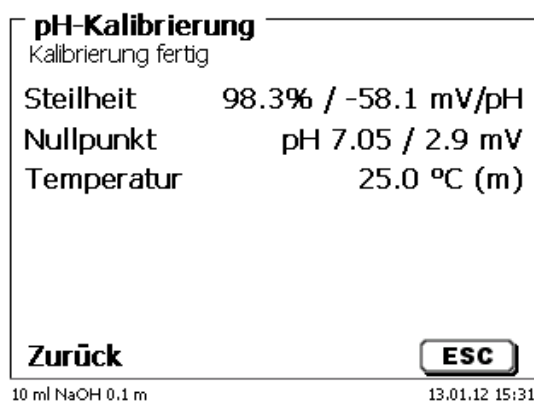


Abb. 42

Die Kalibrierwerte werden automatisch gedruckt oder als PDF-Datei abgespeichert. Mit <ESC> gelangt man zurück zum Hauptmenü. Die aktuellen Kalibrierwerte kann man sich jederzeit durch Drücken der Tasten <CAL>:

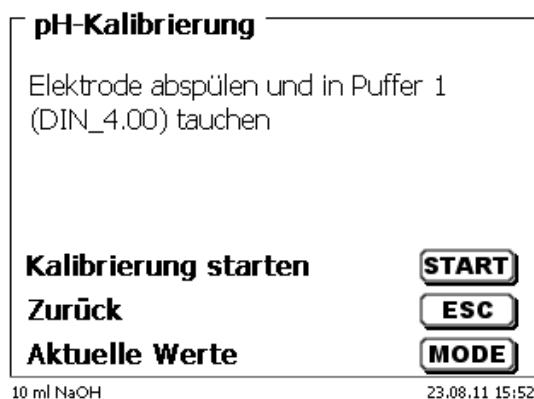


Abb. 43

und dann <Mode> anzeigen lassen:

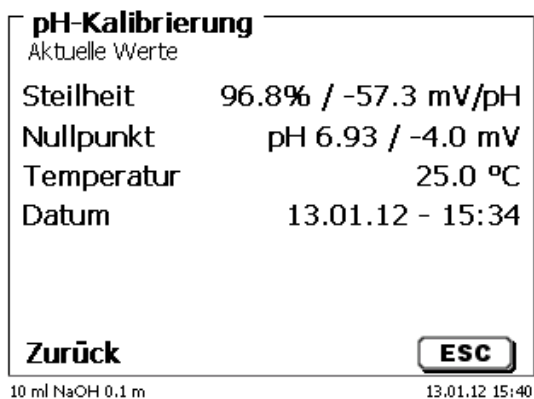


Abb. 44

3.6.3 Manuelle Titration

Die manuelle Titration wird immer mit dem Handtaster, der so genannten Maus durchgeführt. Eine manuelle Titration ohne Handtaster ist nicht möglich. Der Messwert in mV oder pH wird angezeigt. Der Wert kann in dem Menüpunkt „Titrationsparametern“ ausgewählt werden. In diesem Beispiel ist das der pH-Wert:

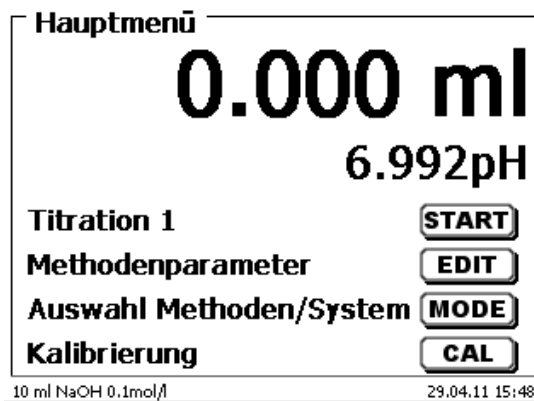


Abb. 45

Durch **<START>/<F1>** oder betätigen der schwarzen Taste am Handtaster wird die manuelle Titrationsmethode gestartet. Nach der Eingabe der Probenbezeichnung und/oder Einwaage/Vorlage (Optional - Siehe dazu auch die Erklärungen bei der automatischen Titration im **Kapitel 3.6.1.**) erscheint folgende Anzeige:

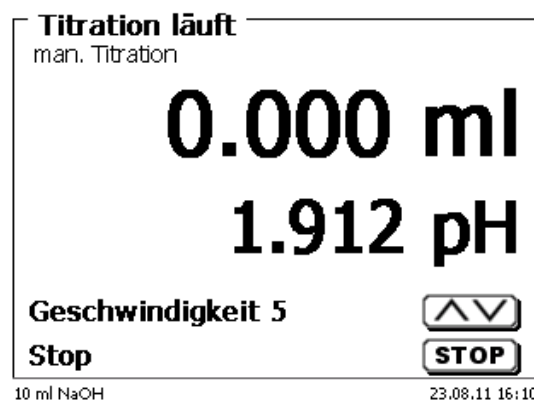


Abb. 46

Mit der schwarzen Taste des Handtasters („Maus“) wird die Zugabegeschwindigkeit kontrolliert. Mit einem einzelnen Tastendruck bis zur ersten Stufe wird ein Schritt ausgeführt. Je nach Aufsatzgröße sind das 0,0005 ml (WA 05), 0,001 ml (WA 10), 0,002 ml (WA 20) und 0,005 ml (WA 50).

Hält man die schwarze Taste auf der ersten Stufe gedrückt, wird kontinuierlich langsam zutitriert. Drückt man die schwarze Taste ganz durch (2. Stufe) durch, wird mit einer schnelleren Geschwindigkeit zutitriert. Die Geschwindigkeit der 2. Stufe lässt sich in 5 Stufen durch die Pfeiltasten $\leftarrow \uparrow \rightarrow$ einstellen. Die Stufen können auch während der Titration verändert werden.

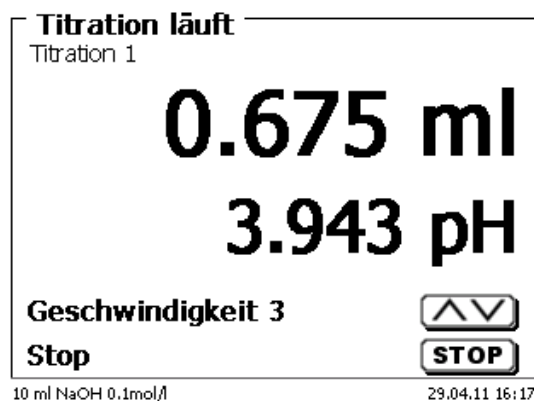


Abb. 47

Stufe 5 entspricht maximale Titriergeschwindigkeit. Die Geschwindigkeit reduziert sich jeweils um die Hälfte.

Bsp.: Wechselaufsatz WA 20:

Stufe 5	100 % (ca. 40 ml/min)
Stufe 5	50% (ca. 20 ml/min)
Stufe 4	25% (ca. 10 ml/min)
Stufe 3	12,5 % (ca. 5 ml/min)
Stufe 2	6,8 % (ca. 2,5 ml/min)
Stufe 1	3,4 % (ca. 1,25 ml/min)

Wenn die Titration beendet ist, drückt man auf die <STOP/F2> -Taste oder mindestens 1 Sekunde auf die graue Maustaste. Das Titrationsergebnis wird berechnet und angezeigt:

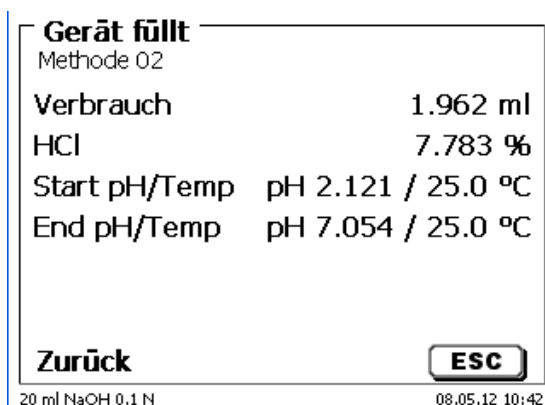


Abb. 48

Das Ergebnis kann auch ausgedruckt oder im PDF- und CSV-Format abgespeichert werden. Mit <ESC> gelangt man wieder zurück in das Startmenü und kann sofort die nächste Titration starten. Der Wechselaufsatz wird automatisch gefüllt.

3.6.4 Dosierung

Eine Dosiermethode wird mit <START>/<F1> oder mit der schwarzen Taste des Handtasters („Maus“) gestartet.

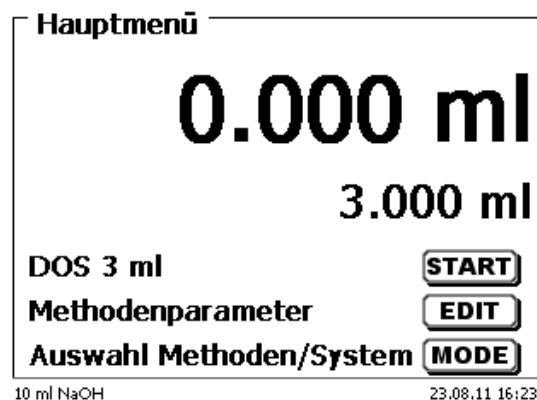


Abb. 49

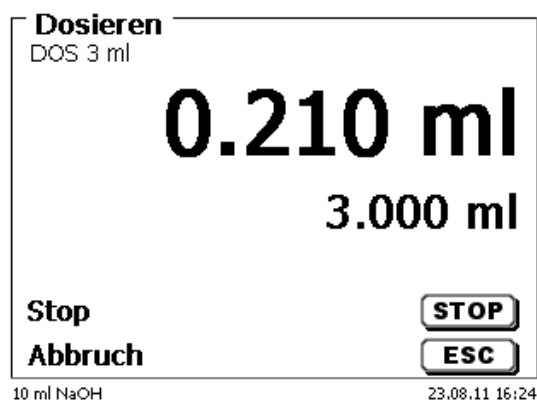


Abb. 50

Das dosierte Volumen wird kurz angezeigt, bevor die Anzeige wieder zum Hauptmenü zurückspringt.

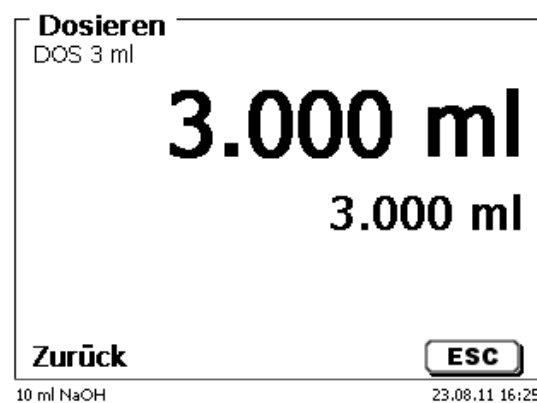


Abb. 51

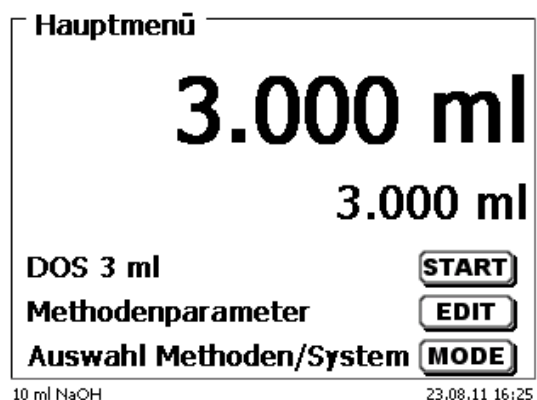


Abb. 52

Die nächste Dosierung kann dann sofort gestartet werden. Der Aufsatz wird nach jeder Dosierung automatisch gefüllt. Diese Option kann auch abgeschaltet werden. Dann wird der Aufsatz erst gefüllt, wenn das Zylindervolumen erreicht ist. Man kann natürlich jederzeit den Aufsatz mit <FILL> füllen lassen.

Eine Dosierung kann auch über die <DOS>/<F10> Taste der externen Tastatur ohne Dosiermethode ausgeführt werden:



Abb. 53

Das Volumen wird eingegeben und nach der Bestätigung mit <ENTER>/<OK> dosiert:

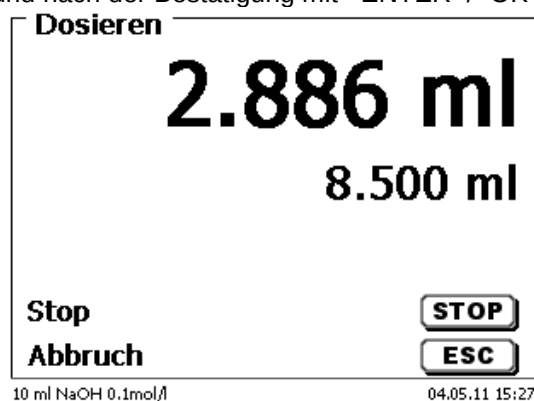


Abb. 54

Die nächste Dosierung kann sofort wieder mit der <ENTER>/<OK> Taste ausgeführt werden:

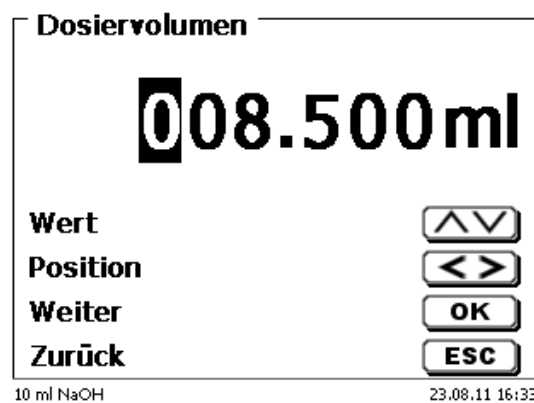


Abb. 55

Der Aufsatz wird hier nicht automatisch nach der Dosierung gefüllt, es sei denn das Zylindervolumen ist erreicht. Mit <FILL> kann der Aufsatz jederzeit gefüllt werden. Mit <ESC> gelangt man wieder zurück in das Hauptmenü.

3.6.5 Lösungen ansetzen

Eine spezielle Dosiermethode ist das so genannte „Lösungen ansetzen“. Dabei wird ein Lösungsmittel solange zu einer Einwaage eines Stoffes zu dosiert, bis die gewünschte Zielkonzentration erreicht ist:

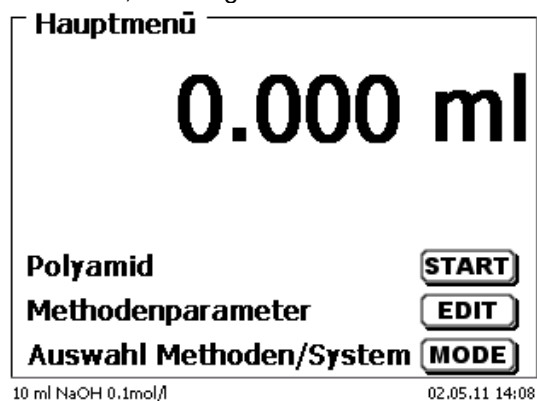


Abb. 56

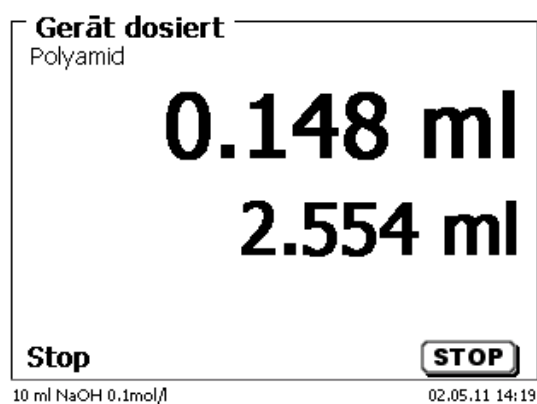


Abb. 57

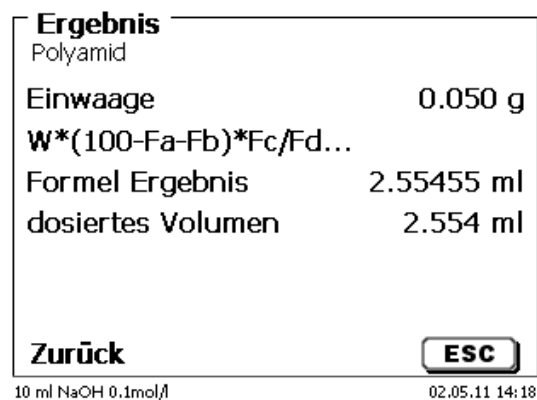


Abb. 58

Ist das berechnete Volumen größer als das maximal eingestellte Volumen, erscheint eine Fehlermeldung und es wird aus Sicherheitsgründen nicht dosiert:

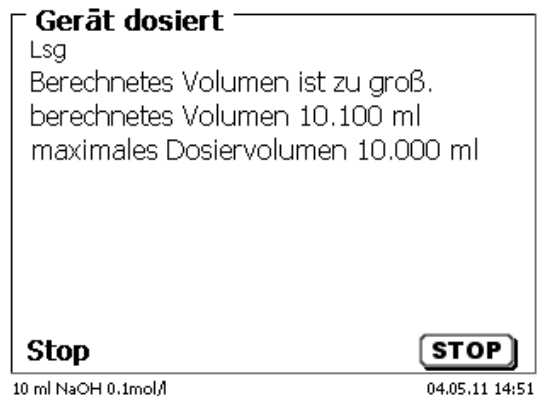


Abb. 59

4 Methodenparameter

Vom Hauptmenü aus (Abb. 56) gelangt man <EDIT>/<F3> in die Methodenparameter:



Abb. 60

4.1 Methode editieren und neue Methode

Bei Auswahl von <Methode editieren> und <neue Methode> gelangt man zur Änderung bzw. Neuerstellung einer Methode. Bei <neue Methode> wird immer nach der Eingabe der Methodennamens gefragt (Abb. 61). Das entfällt bei der Änderung einer bereits erstellten Methode.

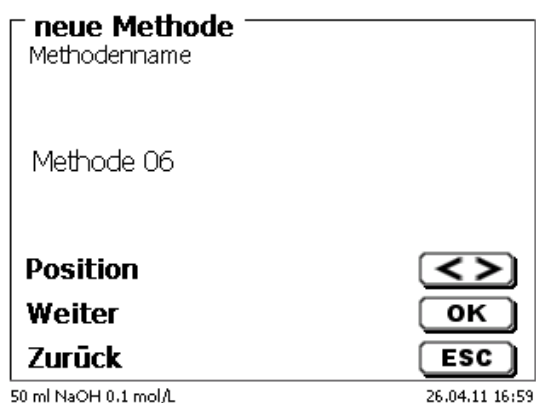


Abb. 61

Der Methodenname kann bis zu 21 Zeichen enthalten. Es sind auch Sonderzeichen möglich. Falls keine Tastatur angeschlossen ist muss der angezeigte Methodenname (hier „Methode 06“) übernommen werden. Die Methodennummern werden automatisch durchnummeriert. Die Eingabe wird mit <OK>/<ENTER> bestätigt. Der Methodenname kann jederzeit geändert werden. Weiter dann mit **Kapitel 4.5**

4.2 Standardmethoden

In dem TitroLine® 6000/7000 sind unter <Standardmethoden> eine Reihe von fertigen Standardmethoden abgespeichert, die man einfach auswählen kann (Abb. 62).

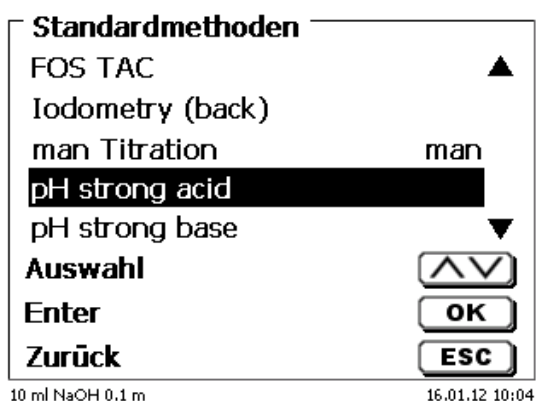


Abb. 62

Nach der Auswahl wird man direkt nach der Eingabe des Methodennamens gefragt:

Abb. 63

Man kann den Standardnamen übernehmen oder auch abändern. Danach kommt man zu <Methodenparameter ändern>. Weiter dann mit **Kapitel 4.5**.

4.3 Methoden kopieren

Methoden können kopiert und unter einen neuen Namen abgespeichert werden. Bei Auswahl der Funktion wird die aktuelle Methode kopiert und ein neuer Name kann eingegeben werden:

Abb. 64

Es wird automatisch ein neuer Name mit dem Zusatz [1] vergeben, damit nicht 2 Methoden mit dem gleichen Namen existieren. Danach kommt man zu <Methodenparameter ändern>. Weiter dann mit **Kapitel .4.5**

4.4 Methode löschen

Nach Auswahl der Funktion wird gefragt, ob die aktuelle Methode gelöscht werden kann. Man muss explizit **<Ja>** anwählen und dies dann mit <OK>/<ENTER> bestätigen.

Abb. 65 a

4.5 Methode drucken

Die aktuell ausgewählte Methode kann auf einem angeschlossenen Drucker ausgedruckt oder als PDF-Datei auf einem USB-Stick gespeichert werden.



Abb. 65 b

4.6 Methodenparameter ändern

Die Eingabe oder Änderung des Methodenamens wurde bereits in **Kapitel 4.1** und **4.3**. beschrieben.

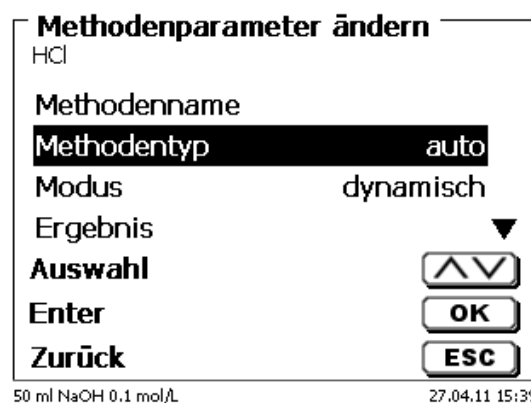


Abb. 66

4.6.1 Methodentyp

Im Untermenü <Methodentyp> wählt man aus, ob man eine automatische oder manuelle Titration bzw. eine Dosierung durchführen oder eine Lösung ansetzen möchte:

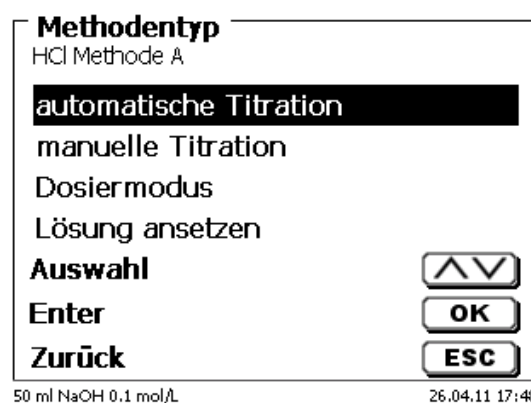


Abb. 67

Die Auswahl des Methodentyps beeinflusst die weitere Parametrierung der Methode. Wählt man z.B. den Dosiermodus aus, kann man keine Formel mehr auswählen oder den Titrationsmodus (dynamische oder lineare Titration usw.) abändern.

4.6.2 Titrationsmodus

Bei einer automatischen Titration kann man zwischen folgenden Modi auswählen:

- Lineare Titration (pH und mV)
- Dynamische Titration (pH und mV)
- Endpunkttitration pH, mV
- Dead-Stop Titration (μA)
- pH Stat Titration (pH)

4.6.2.1 Lineare Titration

Bei der linearen Titration wird während der gesamten Titration mit den gleichen Schrittweiten titriert. Die lineare Titration wird oft bei schwierigeren oder unbekannten Proben angewandt. Schwierige Proben sind z.B. Chlorid im Spurenbereich (-> sehr flacher Kurvenverlauf) oder Titrationsen in nichtwässrigen Medien. Würde man hier eine dynamische Titrationsregelung verwenden, würde das keine Vorteile bringen. Bei zu flachen Kurven würden je nach Parameter entweder zu kleine oder zu große Schrittweiten verwendet werden. Anbei ein Beispiel für einen flachen und eher unruhigen Kurvenverlauf (Abb. 68).

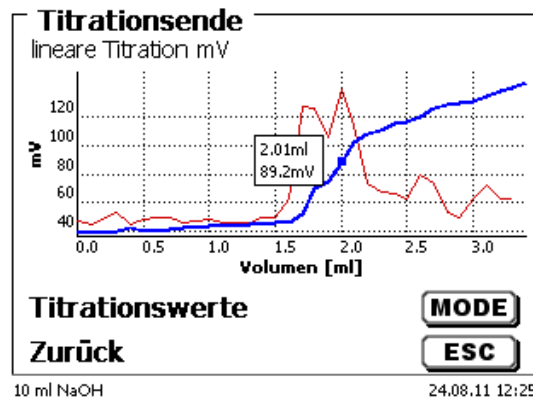


Abb. 68

Die Titration wurde linear mit einer Schrittweite von 0,05 ml durchgeführt. Eine dynamische Titrationsregelung mit angepasster Schrittweite an der Kurvensteigung würde hier einen noch unruhigeren Kurvenverlauf erzeugen. Die lineare Titration ist nur bei mV und pH – Titrationsen möglich.

4.6.2.2 Dynamische Titration

Bei der dynamischen Titration werden die Titrationschritte der Veränderung der Messwerte/ml (Steigung, Kurvensteigung) angepasst. Kleine Steigungswerte bedeuten große Schrittweiten und große Steigungswerte bedeuten kleine Schrittweiten. Dadurch werden dort die meisten Messpunkte aufgenommen, die später für die Auswertung des Äquivalenzpunktes (EQ) bzw. der Äquivalenzpunkte wichtig sind.

Die Dynamische Titration beginnt mit 3 gleichen kleinen Schrittweiten, z.B. 0,01 ml und wird dann solange verdoppelt bis die maximale Schrittweite, z.B. 0,5 oder 1 ml erreicht ist. Wenn nun die Steigungswerte während der Titration zunehmen, werden die Schrittweiten wieder kleiner bis zur minimalen Schrittweite, z.B. 0,01 ml. In dem nachfolgenden Beispiel (Abb. 69) wurden zwischen 100 und 300 mV mit den kleinsten Schrittweiten (hier 0,01 ml) titriert. Bei einer linearen Titrationsregelung mit 0,05 oder sogar 0,1 ml Schrittweiten, würden zwischen 100 und 300 mV nur 1-2 Messpunkte aufgenommen. Die Folge ist eine ungenauere Berechnung des Äquivalenzpunktes.

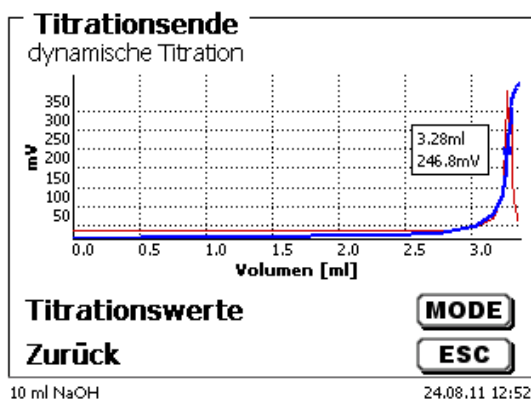


Abb. 69

Die dynamische Titration ist nur bei mV und pH – Titrationen möglich.

4.6.2.3 Endpunkttitration

Bei einer Endpunkttitration wird möglichst genau auf einen vorgegebenen Endpunkt in pH, mV oder μA titriert. Bei pH und mV kann auch auf zwei Endpunkte titriert werden. Der Verbrauch am Endpunkt wird als Ergebnis verwendet. Klassische Beispiele für pH-Endpunkttitrationen sind die Gesamtsäure in Wein oder Getränken und der p+m-Wert (Säurekapazität). Ein klassisches Beispiel für die μA -Endpunkttitration („Dead Stop-Titration“) ist die Bestimmung der schwefeligen Säure (SO_2) in Wein und Getränken.

Bei der Endpunkttitration wird in einer ersten Stufe kontinuierlich bis zu einem Deltawert vom eingestellten Endpunkt dosiert. Die Dosiergeschwindigkeit ist einstellbar. Zwischen dem Deltawert und dem Endpunkt wird dann mit einer linearen Schrittweite bis zum Endpunkt driftkontrolliert titriert.

Beispiel: Bestimmung der Säurekapazität K_s 4,3 (m-Wert)

pH Endpunkt:	4,30
delta pH-Wert:	1,00
lineare Schrittweite:	0,02
Dosiergeschwindigkeit:	10 %
Endpunktverzögerung:	5 s
Drift:	normal (20 mV/min)

Die Titration wird bis zu einem pH-Wert von 5,30 mit der eingestellten Dosiergeschwindigkeit durchgeführt. Dann wechselt die Methode auf eine lineare Schrittweite von 0,02 ml, bis der Endpunkt von pH 4,30 erreicht oder unterschritten wurde. Falls der Wert innerhalb von 5 Sekunden wieder über pH 4,30 ansteigen sollte, wird nochmals ein Titrierschritt von 0,02 ml zugegeben. Der Verbrauch in ml wird bei genau pH 4,30 ermittelt:

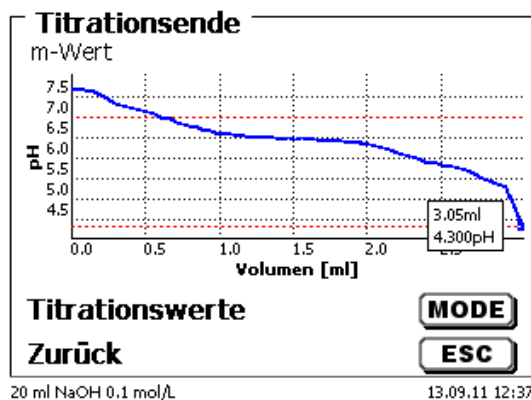


Abb. 70 a

4.6.2.4 pH Stat Titration

Die pH Stat Titration ist eine Sonderform der pH Endpunkttitration, die in zwei unterschiedlichen Stufen abläuft. In der ersten Stufe wird der gewünschte pH-Wert zuerst antitriert und in der zweiten Stufe der pH-Wert über eine bestimmte Zeit konstant gehalten. In der ersten Stufe verhält sich der TitroLine® 7000 genauso wie bei einer

normalen pH-Endpunkttitration (siehe oben). Das heißt, der pH Wert wird in der letzten Phase vor dem Endpunkt driftkontrolliert bzw. mit fester Wartezeit wie gewohnt übernommen. In dieser Phase wird mit einer linearen Schrittweite zutitriert. Sobald aber der gewünschte pH-Wert erreicht ist, wird sofort in die zweite Stufe, die eigentliche pH Stat-Stufe, umgeschaltet. Das heißt, dass die Driftkontrolle nun entfällt und eine feste Wartezeit von „Null“ Sekunden zwischen Titrierschritt und Messwertübernahme erfolgt. Das ist auch notwendig, sonst könnte man den pH-Wert in vielen Fällen über eine bestimmte Zeit nicht konstant halten

Während der Titration kann man sich entweder die pH/Zeit oder die ml/Zeit -Kurve und pH-Wert/ml analog anzeigen lassen.

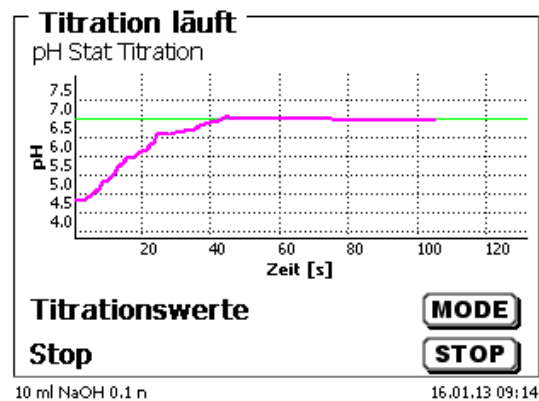


Abb. 70 b

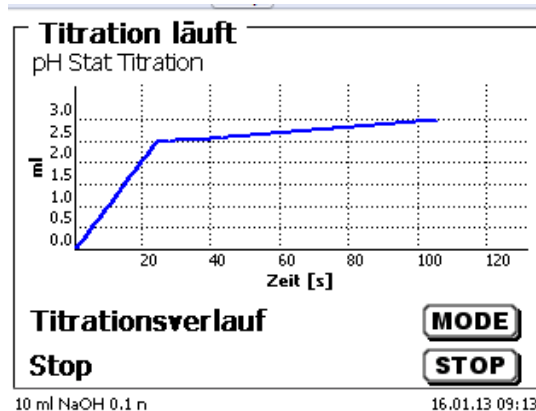


Abb. 70 c

4.6.3 Ergebnis

Zuerst werden die Berechnungsoptionen festgelegt (nur dynamische und lineare Titration):



Abb. 71 a

Beim TitroLine® 6000 kann man 1 Wendepunkt (1 EQ) auswerten:

Berechnungsoptionen
pH strong acid
nur Gesamtverbrauch
1 EQ auswerten

Auswahl
Enter
Zurück

10 ml NaOH 0.1 m 16.01.12 10:16

Abb. 71 b

Beim TitroLine® 7000 kann man bis zu 2 Wendepunkte (2 EQs) auswerten:

Berechnungsoptionen
Ca und Mg
nur Gesamtverbrauch
1 EQ auswerten
2 EQ's auswerten

Auswahl
Enter
Zurück

kein USB Stick 03.05.12 15:59

Abb. 71 c

Bei „nur Gesamtverbrauch“ wird der Verbrauch am letzten gemessenen pH/mV-Wert verwendet. Bei „1 EQ auswerten“ bzw. „2 EQ auswerten“ werden die errechneten Äquivalenzpunkte der Titrationskurve verwendet. Unter „Formel“ gibt es folgende Einstellmöglichkeiten:

Ergebnis
HCl
Ergebnistext
Formel
Einheit
Dezimalstellen 2

Auswahl
Enter
Zurück

50 ml NaOH 0.1 mol/L 27.04.11 18:43

Abb. 71 d

Der **Ergebnistext** kann bis zu 21 alphanumerische Zeichen inkl. Sonderzeichen enthalten:

Ergebnistext
HCl

HCl 12345678% abc ABC

Position
Weiter
Zurück

50 ml NaOH 0.1 mol/L 27.04.11 15:56

Abb. 72

Die Eingabe wird mit <OK/> bestätigt. Gibt es 2 Ergebnisse wie z.B. bei der Titration auf 2 pH-Endpunkte, kann man 2 Ergebnistexte eingeben.

4.6.3.1 Berechnungsformeln

Die passende Berechnungsformel wird im Formelauswahl-Menü gewählt.

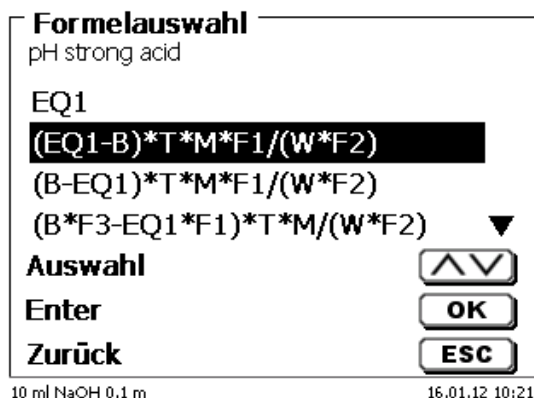


Abb. 73 a

Sind beim TitroLine® 7000 2 Wendepunkte (2 EQ) angewählt, so kann man Formel 1 und Formel 2 und 3 auswählen.

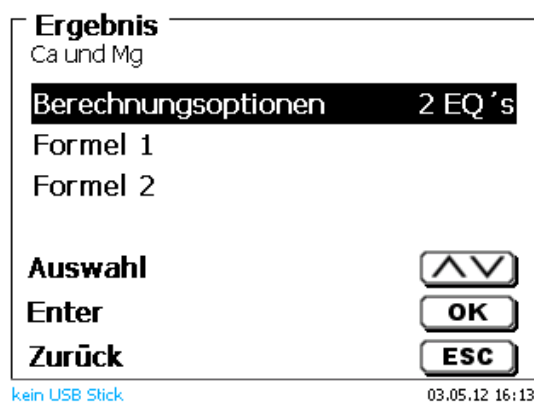


Abb. 73 b

Bei der zweiten Formel wählt man dann die Berechnungsformel für den 2. EQ aus.

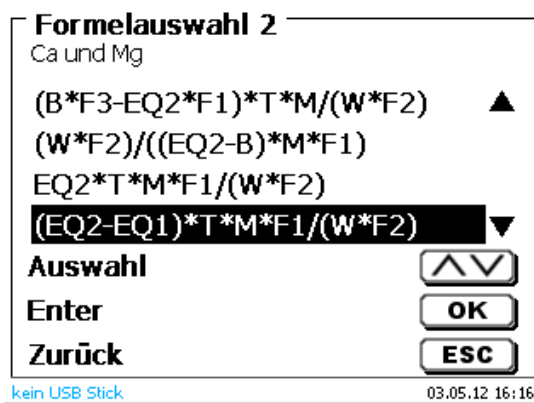


Abb. 73 c

Folgende Berechnungsformeln (EP und EQ) stehen zur Verfügung:

Formel lineare und dynamische Titration auf EQ1	Formel für Titrationsen auf Endpunkt (EP 1 und EP2)	Hinweis
Keine Formel		Dann wird kein Ergebnis ermittelt.
$(EQ1-B) \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	$(EP1-B) \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Direkte Titration auf einem EQ oder EP1 (Bsp.: Chlorid, p oder m-Wert)
$(B-EQ1) \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	$(B-EP1) \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Rücktitration (Bsp. CSB, Verseifungszahl)
$(B \cdot F3 - EQ1 \cdot F1) \cdot T \cdot M / (W \cdot F2)$	$(B \cdot F3 - EP1 \cdot F1) \cdot T \cdot M / (W \cdot F2)$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes, inkl. multiplikativen Faktors. Rücktitration
$(W \cdot F2) / (EQ1-B) \cdot M \cdot F1$	$(W \cdot F2) / (EP1-B) \cdot M \cdot F1$	Formel zur Berechnung eines Titors (T) einer Titrierlösung.
$(W \cdot F2) / (EQ1-B) \cdot M \cdot T \cdot F1$	$(W \cdot F2) / (EP1-B) \cdot M \cdot T \cdot F1$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Direkte Titration auf einem EQ oder EP1.
$(W \cdot F2) / (B-EQ1) \cdot M \cdot T \cdot F1$	$(W \cdot F2) / (B-EP1) \cdot M \cdot T \cdot F1$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Rücktitration (NCO-Gehalt, Epoxidzahl).
EQ1	EP1	Berechnet den Verbrauch am Äquivalenz- oder Endpunkt.
	$EP2 \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe. Direkte Titration auf 2 EP. Hier EP2 (p und m-Wert)
	$(EP2-EP1) \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe. Direkte Titration auf 2 EP. Hier Berechnung der Differenz aus EP2-EP1.
	$(F3 \cdot EP2 - EP1) \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$	Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe. Direkte Titration auf 2 EP. Hier Berechnung der Differenz aus EP2-EP1 mit Berücksichtigung eines multiplikativen Faktors für EP2.
	$(F1/W) \cdot EP1 \cdot F2$	Berechnung des TAC (Totales Anorganisches Carbonat/Kalkreserve)
	$((F1/W) \cdot (EP2-EP1) \cdot F3 - F4) \cdot F5$	Berechnung des FOS (Flüchtige Organische Säuren)
		FOS/TAC-Wert

Für den TitroLine® 7000 stehen noch zusätzlich folgende Formeln zur Verfügung:

Formel lineare und dynamische Titration auf EQ2		Hinweis
EQ2		Es wird der Verbrauch am EQ2 in ml berechnet
$(EQ2-B)*T*M*F1/(W*F2)$		Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Direkte Titration auf einem EQ 2. (z. B. Phosphorsäure)
$(B-EQ2)*T*M*F1/(W*F2)$		Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Rücktitration
$(B*F3-EQ2*F1)*T*M/(W*F2)$		Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes, inkl. multiplikativen Faktors. Rücktitration bei Verwendung des 2. EQ
$(EQ2-EQ1)*T*M*F1/(W*F2)$		Berechnung der Differenz zwischen EQ2 und EQ1 mit Berücksichtigung weiterer Faktoren und der Einwaage
$(F3*EQ2-EQ1)*T*M*F1/(W*F2)$		Berechnung der Differenz zwischen EQ2 und EQ1 mit Berücksichtigung weiterer Faktoren und der Einwaage
$(W*F2)/(EQ2-B)*M*F1$		Formel zur Berechnung eines Titors (T) einer Titrierlösung bei Verwendung des 2. EQ.
$(W*F2)/(EQ2-B)*M*T*F1$		Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Direkte Titration auf EQ2.
$(W*F2)/(B-EQ2)*M*T*F1$		Formel zur Berechnung der Konzentration einer Probe mit Berücksichtigung eines Blindwertes in ml. Rücktitration bei Verwendung des 2. EQ
$(EQ2*F1)-F2$		Berechnung des 2. EQ inkl. multiplikativer Faktor und subtraktives Glied
$(EQ2-EQ1)*F3$		Berechnung der Differenz zwischen EQ2 und EQ1 mit multiplikativen Faktor
	ml	Für pH Stat: nur Gesamtverbrauch
	$ml*T*M*F1/(W*F2)$	Für pH Stat: Gesamtverbrauch mit Berücksichtigung von Einwaage und weiteren Faktoren
	$S*T*M*F1/(W*F2)$	Für pH Stat: Berechnung der Steigung in ml/s mit Berücksichtigung von Rechenfaktoren inkl. Einwaage/Vorlage

Dabei haben die Abkürzungen folgende Bedeutung:

ml:	Gesamtverbrauch, z.B. bei pH Stat
S:	Steigung in ml/Zeit (pH Stat)
EQ:	Verbrauch am Äquivalenzpunkt 1 und 2 in ml
EP:	Verbrauch am Endpunkt in ml
B:	Blindwert in ml. Meist ermittelt durch Titration
T:	Titer der Titrationslösung (z.B. 0.09986)
M:	Mol; Mol- oder Äquivalenzgewicht der Probe (z. B. NaCl 58,44)
F1-F5	Faktor 1-5 Umrechnungsfaktoren

W „Weight“, Einwaage in g oder Vorlage in ml.

Wenn man eine Formel ausgewählt hat, wird die Auswahl mit <OK>/<ENTER> bestätigt:

Formelparameter
 (EQ 1-B)*T*M*F1/(W*F2)

Blindwert (B)	0.0000ml
Titer (T)	1.00000000
Mol (M)	58.44000
Faktor 1 (F1)	0.1000 ▼

Auswahl
 Enter
 Zurück

50 ml NaOH 0.1 mol/L 27.04.11 18:34

Abb. 74

Die Werte für den Blindwert, der Titer und Faktoren F1-F5 können eingegeben oder aus einem globalen Speicher eingelesen werden. Die Werte aus dem globalen Speicher wurden durch eine Titration vorab bestimmt und abgespeichert oder manuell eingegeben:

Formelparameter
 B (Blindwert)

fester Wert
 Globaler Speicher

Auswahl
 Enter
 Zurück

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 10:25

Abb. 75 a

Titer
 Globale Speicher

M01	Blindwert *0.0129
M02	M02 *1.0000
M03	M03 *1.0000

Auswahl
 Enter
 Zurück

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 10:30

Abb. 75 b

Der verwendete globale Speicher wird angezeigt. Hier in diesem Beispiel ist das M01:

Formelparameter
(EQ1-B)*T*M*F1/(W*F2)

B (Blindwert)	M01
T (Titer)	1.00000000
M (Mol)	1.00000
F1 (Faktor 1)	1.0000 ▼
Auswahl	^v
Enter	OK
Zurück	ESC

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 10:32

Abb. 75 c

Das Abspeichern von Ergebnissen in globale Speicher wird in Kapitel 4.6.3.7 beschrieben.

Die Werte der einzelnen Parameter der ausgewählten Berechnungsformel können nun einzeln eingegeben werden:

Formelparameter
Mol (M)

00058.44000

Wert	^v
Position	<>
Weiter	OK
Zurück	ESC

50 ml NaOH 0.1 mol/L 27.04.11 18:37

Abb. 75 d

4.6.3.2 Einwaage und Vorlage (Probenmenge)

Formelparameter
(EQ1-B)*T*M*F1/(W*F2)

Titer (T)	1.00000000 ▲
Mol (M)	1.00000
Faktor 1 (F1)	1.0000
Probenmenge (W)	1.0000g ▼
Auswahl	^v
Enter	OK
Zurück	ESC

10 ml NaOH 0.1mol/l 26.05.11 15:03

Abb. 76

Formelparameter
Probenmenge

Einwaage manuell	
Einwaage automatisch	
feste Einwaage	
manuelle Vorlage	▼
Auswahl	^v
Enter	OK
Zurück	ESC

10 ml NaOH 0.1mol/l 26.05.11 15:17 ä

Abb. 77

Bei der Probenmenge (W) wird ausgewählt, ob man eine Einwaage oder Vorlage bei der Titration oder dem Lösung ansetzen verwenden möchte.

Es gibt folgende Optionen:

- **Einwaage manuell:** Die Einwaage in g wird beim Start der Methode abgefragt und manuell eingeben.
- **Einwaage automatisch:** Die Einwaage wird automatisch durch eine angeschlossene Waage transferiert.
- **Feste Einwaage:** Eine feste Einwaage in g wird eingegeben. Diese wird bei jedem Versuch der Methode verwendet.
- **Manuelle Vorlage:** Die Vorlage in ml wird beim Start der Methode abgefragt und manuell eingeben.
- **Feste Vorlage:** Eine feste Vorlage in ml wird eingegeben. Diese wird bei jedem Versuch der Methode verwendet.

4.6.3.3 Formeleinheit

Die Formeleinheit kann in dem Untermenü **Einheit** ausgewählt werden.

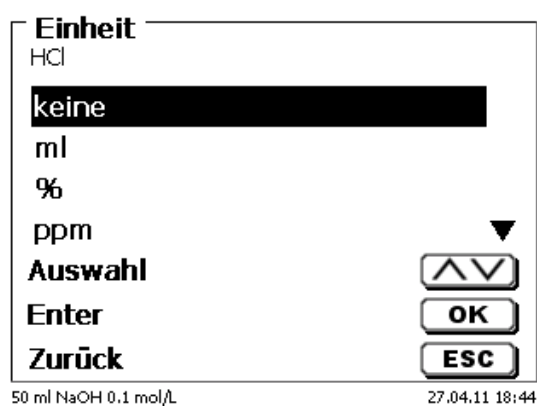


Abb. 78

Nach der Auswahl (z.B. %) erscheint die Einheit auch als Information in der Anzeige:

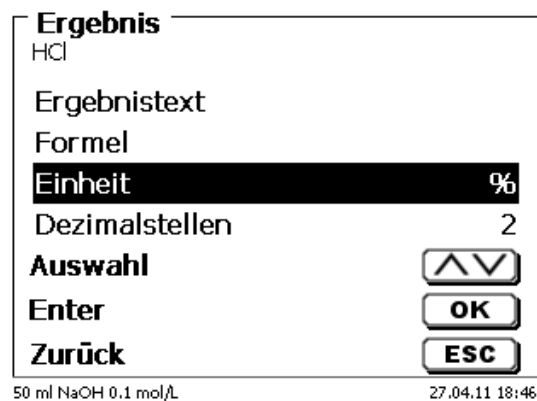


Abb. 79

4.6.3.4 Formeln für Lösungen ansetzen

Für den Modus Lösungen ansetzen stehen besondere Berechnungsformeln zur Auswahl. In dem Untermenü **Formelauswahl** wählt man die passende Berechnungsformel aus:

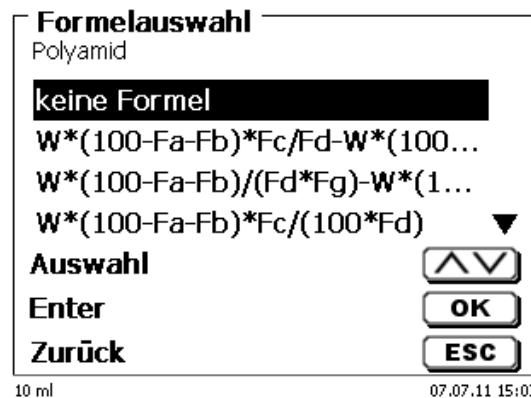


Abb. 80

Es stehen 3 verschiedene Berechnungsformeln zur Auswahl:

$$W*(100-Fa-Fb)*Fc/Fd - W*(100-Fb)/(100*Fe) + Ff$$

$$W*(100-Fa-Fb)*(Fd/Fg) - W*(100-Fb)/(100*Fg) + Ff$$

$$W*(100-Fa-Fb)*Fc/(100*Fd)$$

Bedeutung der einzelnen Faktoren:

W: Einwaage der Probe in g

Fa: löslicher Fremdbestandteil in %

Fb: nichtlöslicher Fremdbestandteil in %

Fc: Umrechnungsfaktor für Einheit

g/l = 10

mg/l und ppm = 10000

g/100 ml = 1

% = 1

Fd: Sollkonzentration der herzustellenden Lösung in g/l, mg/l (ppm), g/100 ml, oder %

Fe: Dichte der eingewogenen Probe in g/cm³

Ff: Volumenkorrektur in ml. Diese Volumenkorrektur ist die erforderliche Mehr-Dosierung zum Ausgleich der Volumenkontraktion und der Dichtedifferenz zwischen eingewogener Probe und Lösungsmittel (siehe Hinweis zur Volumenkorrektur)

Fg: Dichte des verwendeten Lösungsmittels in g/cm³

Hinweis zur Volumenkorrektur:

Der Anwender muss von Fall zu Fall entscheiden, ob eine Volumenkorrektur erforderlich ist und nach welchen Verfahren korrigiert werden soll. Für Lösungen, deren Gehalte an gelöster Substanz sehr niedrig sind. Kann im Regelfall auf die Volumenkorrektur verzichtet werden.

4.6.3.5 Dezimalstellen

Man kann die Anzahl der Dezimalstellen von 0 – 6 festlegen. Die Standardeinstellung ist 2.

Dezimalstellen
m- Wert

2

Wert
Weiter
Zurück

10 ml NaOH

24.08.11 17:08

Abb. 81 a

4.6.3.6 Statistik

Durch die Verwendung der Statistik kann der Mittelwert und die relative Standardabweichung automatisch berechnet und dokumentiert werden.

Ergebnis 1
Ca und Mg

Einheit % ▲
Dezimalstellen 2
Statistik Keine
Globale Speicher M01

Auswahl
Enter
Zurück

20 ml NaOH 0.1 N

07.05.12 10:42

Abb. 81 b

Die Berechnung des Mittelwertes ist schon aus 2 Einzelwerten möglich, die Berechnung der relativen Standardabweichung erst ab 3 Einzelwerten. Die maximale Anzahl ist 10.

Statistik Formel 1
Ca und Mg

Keine
2
3
4

Auswahl
Enter
Zurück

20 ml NaOH 0.1 N

07.05.12 10:48

Abb. 81 c

Der Mittelwert und die relative Standardabweichung (rel. STABW) wird direkt im Display angezeigt.

Titrationseende 1 von 3
 Chloride in % 3 von 3

EQ	2.444 ml / 647.6 mV
Chloride	0.79 %
Mittelwert	0.70 %
rel. STABW	11.60 %

nächste Seite **MODE**
Zurück **ESC**

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 13:14

Abb. 81 d

4.6.3.7 Globale Speicher

Ergebnisse von Titrationen können in einen der 50 globalen Speicher (M01 – M50) für weitere Berechnungen geschrieben werden.

Ergebnis
 Blindwert Chlorid

Einheit	ml ▲
Dezimalstellen	3
Statistik	Keine
Globale Speicher	

Auswahl **^v**
Enter **OK**
Zurück **ESC**

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 13:40

Abb. 81 e

Bei eingeschalteter Statistik wird der Mittelwert in den globalen Speicher geschrieben. Mit **<Enter/OK>** gelangt man in das Untermenü. Falls noch kein globaler Speicher angelegt wurde, kann man mit der Einfügen-Taste **<Ins>** einen Speicher anlegen. Der Titrator schlägt einen Speichernamen vor, z.B. **M01** (M01- M50). Der Name des Speichers kann Anwendungsbezogen geändert werden. Hier in diesem Beispiel von „M01“ zu „Blindwert“

Bezeichnung ändern
 M01:M01

Blindwert

Position **<>**
Weiter **OK**
Zurück **ESC**

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 13:51

Abb. 81 f

Das erleichtert später die Zuweisung des globalen Speichers bei einer anderen Methode.

Beispiel: Man bestimmt den Blindwert einer Chlorid-Titration mit Hilfe einer extra Methode. Das Ergebnis in ml wird dabei automatisch in den globalen Speicher M01 mit den Namen „Blindwert“ geschrieben. Innerhalb der Chloridmethode wird dann der Blindwert automatisch vom Titriermittelverbrauch abgezogen. Hier in unserem Beispiel 0,035 ml:

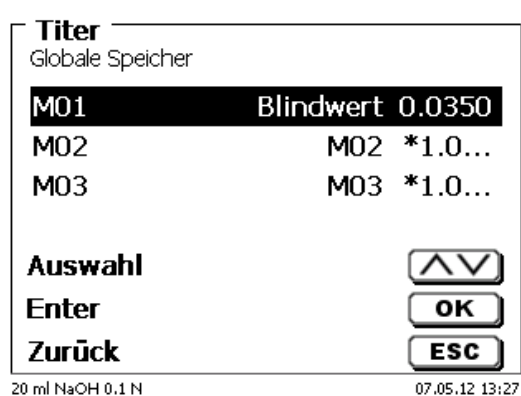


Abb. 81 g

Mit Shift+F5 oder über die Systemeinstellungen kann man jederzeit in das Menü für die globalen Speicher gelangen. Mit EDIT/F3 kann man die Bezeichnung oder die Werte ändern und sich anzeigen lassen in welchen Methoden die globalen Speicher verwendet werden.



Abb. 81 h

4.6.4 Titrationsparameter

In dem Untermenü **<Titrationsparameter>** werden die eigentlichen Parameter der Methode festgelegt:



Abb. 82



Abb. 83

Allgemein gültige Titrationsparameter

Je nach Titrationsmodus (dynamische-, lineare-, Endpunkttitration, Dead-Stopp-Titration und pH Stat-Titration) kann man unterschiedliche Parameter eingeben. Folgende Parameter sind für alle automatischen Titrationsmodi gültig:

- Messwert (pH, mV, μ A)
- Messgeschwindigkeit
- Startwartezeit
- Vortitration
- Titrationsende

Die Messgeschwindigkeit und das Titrationsende sind jedoch je nach Titrationsmodus wieder unterschiedlich. Der **<Messwert>** wird zuerst ausgewählt. Hier wird in diesem Beispiel „pH“ ausgewählt.

Abb. 84

Der ausgewählte Messwert wird zur Information angezeigt:

Abb. 85

Mit der **<Messgeschwindigkeit>** oder Drift legt man fest, nach welcher Zeit der Messwert nach einem Titrationschritt übernommen wird:

Abb. 86

Eine driftkontrollierte Übernahme des Messwertes in mV/min stellt man mit „normal“, „schnell“ und „Benutzerdefiniert“ ein. Bei normaler und schneller Drift sind Werte für die Drift in mV/min vorgegeben:

Normale Drift 20 mV/min
Schnelle Drift 50 mV/min

Kleiner Driftwert = langsam und genau
Großer Driftwert = schnell und „ungenauer“

Bei der benutzerdefinierten Drifteinstellung kann man folgende Parameter festlegen:

Minimale Wartezeit [s]: 01 - 99
Maximale Wartezeit [s]: 01 - 99
Messzeit: [s] 01 - 99
Drift [mv/min] 01 – 99



Abb. 87

Wenn man vorher die normale oder schnelle Drift ausgewählt hatte, werden die Werte bei der benutzerdefinierten Drift vorbelegt. Hier z.B. 20 mV für die normale Drift:

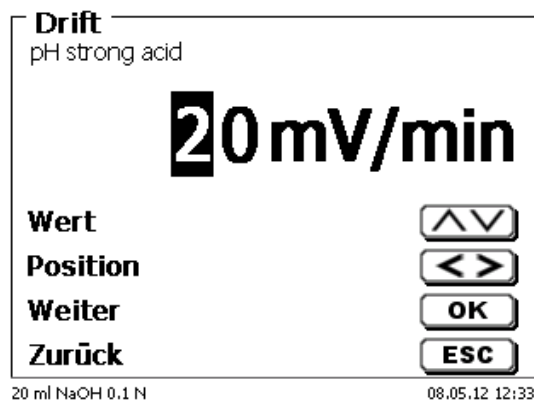


Abb. 88

Die driftkontrollierte Übernahme der Messwerte wird bei den meisten Anwendungen verwendet. Es gibt jedoch Anwendungen bei dem man besser eine feste Wartezeit zur Messwertübernahme nach dem Titrationsschritt einstellt. Beispiele dafür sind Titrationsen in nichtwässrigen Medien. Bei der Dead-Stop-Titration kann nur die feste Wartezeit ausgewählt werden. Die feste Wartezeit kann zwischen 0 und 999 Sekunden eingestellt werden:



Abb. 89

Nach dem Start der Titration ist es oft sinnvoll eine definierte Zeit die Probe rühren zu lassen um z.B. eine Probe auflösen zu lassen. Diese Wartezeit vor der ersten Zugabe der Titrationslösung kann man mit der **<Startwartezeit>** einstellen. Die Startwartezeit kann zwischen 0 und 999 Sekunden eingestellt werden:

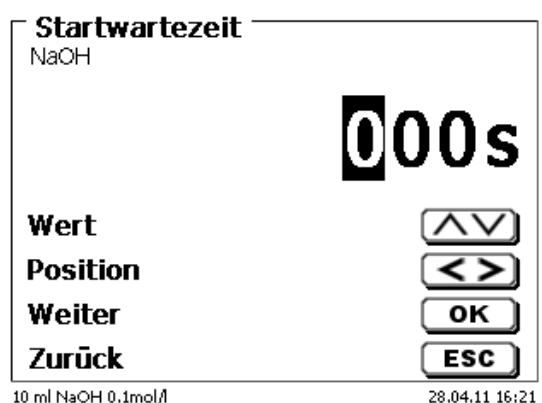


Abb. 90

Dynamik

Wenn eine dynamische Titrationsregelung ausgewählt wurde, kann man zwischen 3 verschiedenen Stufen auswählen: Steil, Mittel und Flach. Die benutzerdefinierten Dynamikparameter sind nur bei dem TitroLine® 7000 einstellbar. Bei den ersten drei Stufen sind die Dynamikparameter und die minimalen und maximalen Schrittweiten vorgelegt:



Abb. 91 a

Dynamikparameter	Minimale/maximale Schrittweiten	Anwendungen
Steil	0,02/1,0	Starke Säuren und Laugen (HCl, NaOH, HNO ₃ usw.), Redox titrationen wie Eisen (Permanganometrisch- oder Cerimetrisch), Halogenide hohe Konzentrationen
Mittel	0,02/1,0	Iodometrische Titrationen, Halogenide, mittelstarke Säuren und Laugen
Flach	0,05/0,5	Schwache Säuren und Laugen, Titrationen mit Ca- oder Cu-ISE

Die einstellbaren Dynamikparameter beim TitroLine® 7000:

Drifteinstellung

Chloride in %

min. Wartezeit 3s

max. Wartezeit 15s

Messzeit 3s

Drift 10mV/min

Auswahl

Enter

Zurück

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 14:25

Abb. 91 b

Dämpfungseinstellung

Die Änderung der Dämpfungseinstellung ist ebenfalls nur bei dem TitroLine® 7000 möglich. Der TitroLine® 6000 arbeitet immer ohne Dämpfung.

Dämpfungseinstellung

TAN

Keine

schwach

mittel

stark

Auswahl

Enter

Zurück

20 ml NaOH 0.1 N 07.05.12 15:58

Abb. 91 c

Bei eingeschalteter Dämpfung (schwach, mittel oder stark) wird das pH oder mV-Signal nach einer bestimmten Einstellzeit wesentlich ruhiger. Daher sollte man auch eine Mindestwartezeit bei den verschiedenen Dämpfungseinstellungen einhalten:

Dämpfungseinstellung	Minimale Wartezeit	Anwendung
Keine	1 Sekunde	Alle wässrigen Titrationsanwendungen
Schwach	2 -3 Sekunden	Titrationen in polaren Lösungsmittel wie z.B Ethanol
Mittel	3 – 4 Sekunden	Titrationen in teilweise unpolaren Lösungsmitteln Ethanol/Toluol
Stark	5 Sekunden oder mehr	Titrtion in unpolaren Lösungsmittel oder schwierige Applikationen wie TAN

Lineare Titration

Wenn eine lineare Titrationsregelung ausgewählt wurde, muss die Schrittweite festgelegt werden.

Titrationsparameter ändern
lin mV auf EQ
Messwert mV
Messgeschwindigkeit Normal
Startwartezeit 5s
Schrittweite 0.000ml ▼
Auswahl 
Enter 
Zurück 

Abb. 92

Die lineare Schrittweite kann zwischen 0,001 und 5,000 ml eingestellt werden.

Abb. 93

Die lineare Schrittweite ist ebenfalls bei der Endpunkttitration (pH, mV und Dead Stopp) einstellbar. Die lineare Schrittweite wird bei dieser Titrationsart nach der ersten kontinuierlichen Titrationsstufe verwendet.

Titationsrichtung

Die Titrationsrichtung kann auf „**steigend**“ oder „**fallend**“ eingestellt werden. Wenn man z.B. eine Gesamtsäuretitration auf einen pH-Wert von 8,1 mit NaOH durchführen möchte, muss man steigend einstellen. Bei einer Titration der Säurekapazität („m-Wert“) mit HCl auf einen pH-Wert von 4,3 muss man fallend einstellen.

Titrationsrichtung

NaOH

auto

fallend

steigend

Auswahl 

Enter 

Zurück 

10 ml NaOH 0.1mol/l 28.04.11 18:02

Abb. 94

Vortitration

Ist der Titriermittelverbrauch ungefähr bekannt, kann man ein Vortitrationsvolumen im Menü **<Vortitration>** einstellen. Dabei wird nach der Startwartezeit ein definiertes Volumen zu dosiert (= vortitriert). Nach der Zugabe des Vortitrationsvolumens wird noch mal eine definierte Zeit abgewartet bevor der nächste Titrationschritt

zugeben wird. Das Vortitrationsvolumen wird automatisch zum Titriermittelverbrauch dazugerechnet. Das Vortitriervolumen kann zwischen 0,000 und 99,999 ml eingegeben und die Wartezeit nach dem Vortitrieren kann zwischen 0 und 999 Sekunden eingestellt werden:

Vortitration
NaOH
aus
Volumen [ml] 12.000ml
Wartezeit 15s
Auswahl
Enter OK
Zurück ESC
10 ml NaOH 0.1mol/l 28.04.11 16:34

Abb. 95

Titrationseende

Das Ende eine Titration ist erreicht und das Ergebnis wird berechnet wenn:

- Der vorgegebene **Endwert** pH, mV oder μ A-Wert erreicht ist
- Die Kriterien (steil, flach, **Steigungswert**) für einen Wendepunkt (EQ1) oder 2 Wendepunkte (EQ2, nur TitroLine[®] 7000) bei einer linearen oder dynamischen Titration erfüllt sind.
- Der vorgegebene ml-Wert erreicht ist (**maximales Titrationsvolumen**)
- Oder wenn die Titration manuell durch Betätigen der <Stop> -Taste beendet wird.

Titrationseende
HCl
Endwert [pH] 11.000 pH
EQ an
Steigungswert flach
max. Titrationsvolumen 10.000 ml
Auswahl
Enter OK
Zurück ESC
10 ml NaOH 0.1mol/l 29.04.11 09:28

Abb. 96

Das Kriterium für den Endwert für pH und mV kann auch abgeschaltet werden. Bei einer μ A (Dead-Stopp)-Titration kann der Wert nicht abgeschaltet werden!

Endwert
HCl
aus
an 11.000 pH
Auswahl
Enter OK
Zurück ESC
10 ml NaOH 0.1mol/l 29.04.11 09:34

Abb. 97

Der Endwert in pH kann zwischen 0,000 und 14,000 eingegeben werden
Der Endwert in mV kann zwischen – 2000 und + 2000 eingegeben werden
Der Endwert μ A kann zwischen 0,0 und 100,0 eingegeben werden.

Die automatische Erkennung des Äquivalenzpunktes (EQ) kann bei einer linearen oder dynamischen Titration ein- und ausgeschaltet werden.

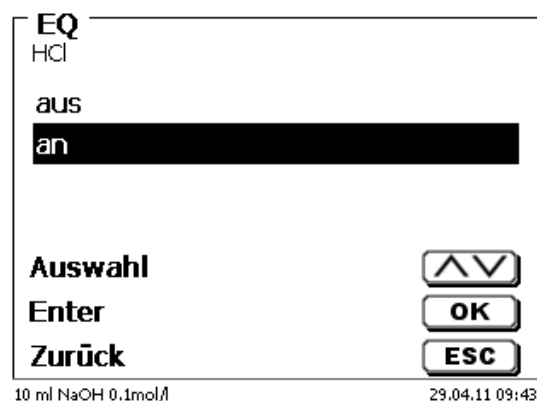


Abb. 98

Wenn die automatische EQ-Erkennung ausgeschaltet ist, wird bis zum vorgegebenen Endwert in mV oder pH oder maximalen ml-Wert titriert. Der EQ kann aber trotzdem anschließend aus den aufgenommenen Messdaten berechnet werden.

Wird die EQ-Erkennung aktiviert kann man den Steigungswert für den EQ festlegen:

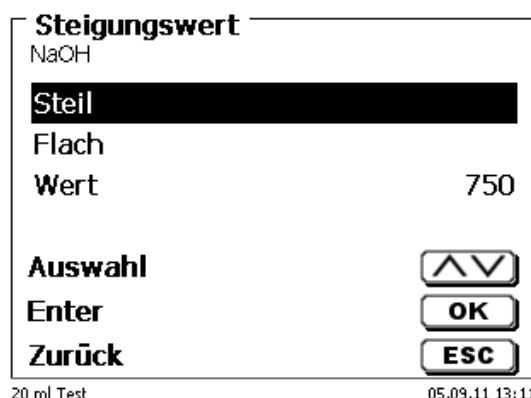


Abb. 99

Der Äquivalenzpunkt (EQ) wird aus dem Maximum der 1. Ableitung (rote Kurve) der Messdaten ermittelt. Den Steigungswert (dmv/dml) kann man auf dem Ausdruck ablesen. Er befindet sich rechts neben dem EQ-Wert in Klammern.

Das **maximale Titrationsvolumen** sollte immer auf sinnvolle Werte eingestellt sein. Es dient auch als Sicherheitskriterium, damit nicht zu viel titriert wird und eventuell das Titrationsgefäß überläuft. Das maximale Titrationsvolumen kann zwischen 1,000 und 999,999 ml eingestellt werden:

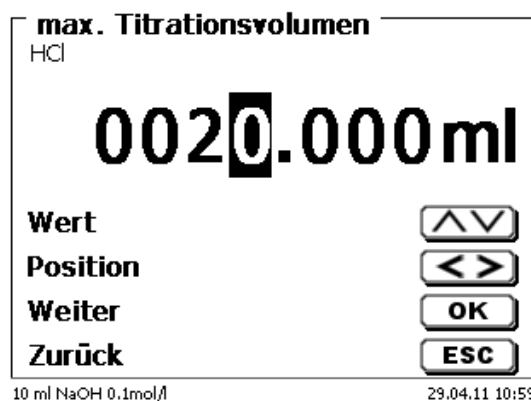


Abb. 100 a

4.6.5 Titrationsparameter Endpunkttitration und Dead Stopp Titration

Bei der Endpunkttitration gibt es ein paar Unterschiede zur linearen und dynamischen Äquivalenzpunkttitration.

Wir schon im **Kapitel 4.5.2.3** beschrieben, wird bei der Endpunkttitration in einer ersten Stufe kontinuierlich bis zu einem Deltawert („**Delta Endpunkt**“) vom eingestellten Endwert dosiert. Die Dosiergeschwindigkeit dieser ersten Stufe ist in dem Menü „**Dosierparameter**“ in % einstellbar. Zwischen dem Deltawert und dem Endwert wird dann mit einer linearen Schrittweite bis zum Endwert driftkontrolliert bzw. mit fester Wartezeit titriert. Ist der Endwert erreicht wird eine definierte Zeit abgewartet. Wird der Endwert unterschritten, wird nochmals ein oder mehrere Titrationschritt(e) zugefügt, bis der Endwert stabil eingestellt ist. Die Wartezeit am Ende heißt **Endpunktverzögerung**.

Bei einer Endpunkttitration auf zwei Endpunkten können alle beiden Endpunkte mit unterschiedlichen Deltawerten und Endpunktverzögerungen eingestellt werden:

Titrationsende
Alkalinity (p+m)

Endpunkt 1	8.200 pH
Endpunkt 2	4.300 pH
Max. Titrationsvolumen	50.00 ml

Auswahl ▲▼
 Enter OK
 Zurück ESC

10 ml NaOH 0.1 m 16.01.12 14:13

Abb. 100 b

Endpunkt 1
Alkalinity (p+m)

Endpunkt	8.200 pH
delta Endpunkt	1.000 pH
Endpunktverzögerung	10 s

Auswahl ▲▼
 Enter OK
 Zurück ESC

10 ml NaOH 0.1 m 16.01.12 14:15

Abb. 100 c

Dead Stop- Titration und Polarisationsspannung

Die Polarisationsspannung in mV kann nur bei der Dead Stopp Titration eingestellt werden.

Polarisationsspannung
SO2 in wine

100mV

Wert ▲▼
 Position <>
 Weiter OK
 Zurück ESC

10 ml NaOH 0.1 n 15.01.13 18:14

Abb. 100 d

Die Werte lassen sich zwischen 40 und 220 mV einstellen. 100 mV ist voreingestellt.

Niedrige Polarisationsspannung: unempfindlich

Hohe Polarisationsspannung: empfindlich

4.6.6 Titrationsparameter pH Stat Titration (nur TitroLine® 7000)

Erläuterungen zur pH Stat Titration siehe auch Kapitel 4.6.2.4.

Die Titrationsparameter für die 1. Stufe (Antitrierstufe) sind bereits bei der Endpunkttitration genau beschrieben. Die weiteren Einstellungen für die pH Stat Titration erfolgen im Untermenü Titrationsende/Messeinstellung:

Titrationsende
pH stat Bodenproben

Endpunkt 7.0 pH
delta Endpunkt 0.5 pH
Messeinstellung

Auswahl [Up/Down]
Enter [OK]
Zurück [ESC]

10 ml NaOH 0.1 n 15.01.13 18:15

Abb. 100 e

Messeinstellung
pH stat Bodenproben

Einheit s
Gesamtzeit 3600 s
Messintervall 30 s
Messpunkte 120

Auswahl [Up/Down]
Enter [OK]
Zurück [ESC]

10 ml NaOH 0.1 n 15.01.13 18:16

Abb. 100 f

Je nach Anwendung und Dauer wird die Zeiteinheit in Sekunden, Minuten oder Stunden festgelegt.

Einheit
pH stat Bodenproben

Sekunde
Minute
Stunde

Auswahl [Up/Down]
Enter [OK]
Zurück [ESC]

10 ml NaOH 0.1 n 15.01.13 18:19

Abb. 100 g

Messungen bis zu 2 Stunden kann man z.B. in Sekunden eingeben:

Gesamtzeit
pH stat Bodenproben

7200s

Wert

Position

Weiter

Zurück

10 ml NaOH 0.1 n 15.01.13 18:23

Abb. 100 h

Bei einem Messintervall von 60 Sekunden wären das insgesamt 120 Messwerte. Man kann bis zu 1000 Messpunkte für eine pH-Stat-Titration aufnehmen.

Messeinstellung
pH stat Bodenproben

Einheit s

Gesamtzeit 7200 s

Messintervall 60 s

Messpunkte 120

Auswahl

Enter

Zurück

10 ml NaOH 0.1 n 15.01.13 18:27

Abb. 100 i

Wichtig: Auch wenn das Messintervall auf 60 Sekunden oder 5 Stunden eingestellt ist, wird trotzdem die ganze Zeit über der pH-Wert konstant gehalten. Die Anzahl der Messwerte hat keinen Einfluss auf die Titrationsregelung.

Bestimmung der Enzymaktivität

Die Enzymaktivität ist ein Maß für die Zahl der Substratmoleküle, die ein Enzym pro Sekunde umsetzt. Die bei der Reaktion entstehenden H⁺ Ionen werden dabei mit NaOH-Lösung titriert. Man wählt dann die Steigungsformel aus, um die Steigung in ml/s berechnen zu lassen:

FormelAuswahl
pH Stat Titration

ml

$ml * T * M * F1 / (W * F2)$

$S * T * M * F1 / (W * F2)$

Auswahl

Enter

Zurück

10 ml NaOH 0.1 n 16.01.13 10:03

Abb. 100 j

Man kann das Auswertefenster für die Berechnung der Steigung durch die Eingabe der Startzeit und der Dauer (Zeitspanne) eingeben:

Formelparameter
 $S \cdot T \cdot M \cdot F1 / (W \cdot F2)$

Steigung

T (Titer) 1.00000000
M (Mol) 1.00000
F1 (Faktor 1) 1.0000 ▼

Auswahl ▲▼
Enter OK
Zurück ESC

10 ml NaOH 0.1 n 16.01.13 10:04

Abb. 100 k

Steigung
pH Stat Titration

Startzeit 1 s
Zeitspanne 119 s

Auswahl ▲▼
Enter OK
Zurück ESC

10 ml NaOH 0.1 n 16.01.13 10:06

Abb. 100 l

Die Startzeit und die Zeitspanne werden automatisch bei der Parametrierung der Gesamtdauer festgelegt. Es ist aber möglich eine andere Startzeit und Zeitspanne einzugeben. Es kann aber keine Zeitspanne > als die Gesamtzeit eingegeben werden. Wenn man die Startzeit vergrößert muss man auch die Zeitspanne abändern.

Steigung
pH Stat Titration

Startzeit 15 s
Zeitspanne 100 s

Auswahl ▲▼
Enter OK
Zurück ESC

10 ml NaOH 0.1 n 16.01.13 10:40

Abb. 100 m

Die Startzeit beginnt immer erst wenn der gewünschte pH Wert erreicht ist. Wenn z.B. nach 25 Sekunden der Ziel pH-Wert erreicht ist und die Startzeit ist 15 Sekunden, dann beginnt die Auswertung bei 40 Sekunden.

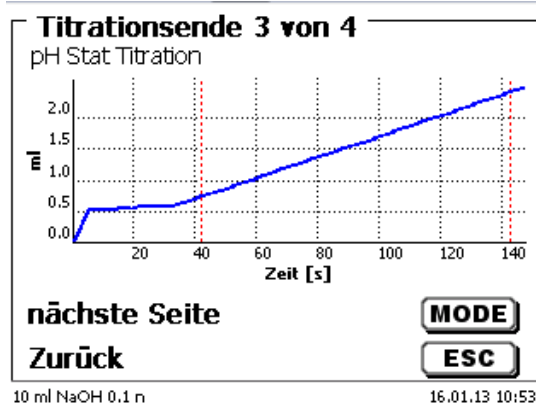


Abb. 100 n

4.6.7 Dosierparameter

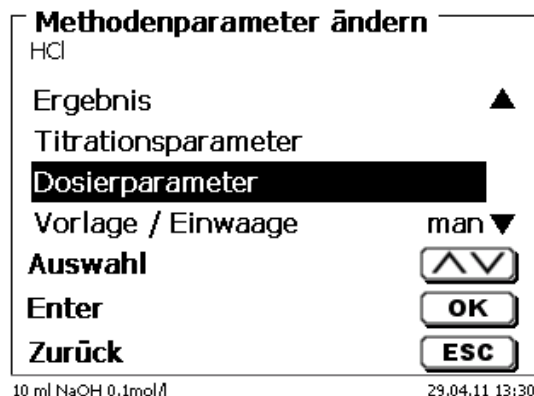


Abb. 101

Die Dosierparameter (Dosiergeschwindigkeit, Füllgeschwindigkeit und max. Dosier-/Titrivolumen) werden für jede einzelne Methode festgelegt. Das gilt für alle Typen von Methoden wie automatische und manuelle Titration, Dosieren und Lösungen ansetzen:

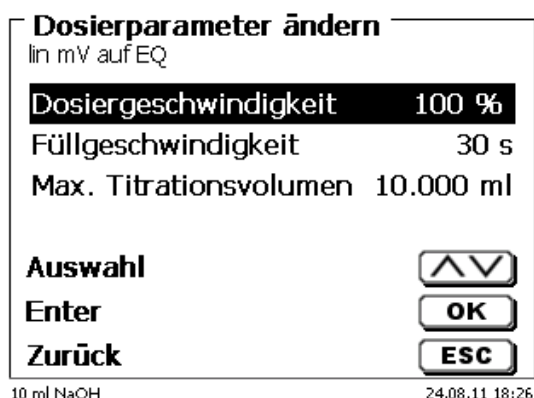


Abb. 102

Die Dosiergeschwindigkeit in % kann von 1 bis 100 % eingestellt werden. 100 % entspricht der maximal möglichen Dosiergeschwindigkeit:

Wechseleinheit	maximale Dosiergeschwindigkeit [ml/min]
WA 05	10
WA 10	20
WA 20	40
WA 50	100

Die Füllgeschwindigkeit in Sekunden kann von 20 bis 999 Sekunden eingestellt werden. Standardwert ist auf 30 Sekunden eingestellt. Für verdünnte wässrige Lösungen kann man die Füllgeschwindigkeit auch auf 20 Sekunden einstellen. Für nichtwässrige Lösungen sollte man die Füllgeschwindigkeit auf 30 Sekunden eingestellt lassen. Bei hochviskosen Lösungen wie konzentrierte Schwefelsäure sollte die Füllgeschwindigkeit noch weiter auf 40 -60 Sekunden reduziert werden.

Das (maximale) Dosiervolumen oder Titrivolumen kann je nach Methodentyp auf 999,999 oder sogar auf 9999,999 eingestellt werden.

Für den Dosiermodus können folgende Fülloptionen eingestellt werden:

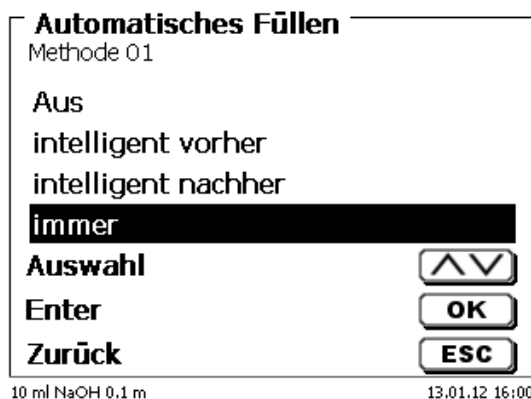


Abb. 102 b

Bei Füllen „Aus“ wird nicht automatisch nach jedem Dosierschritt gefüllt.

Bei Füllen „intelligent vorher“ wird immer vor dem nächsten Dosierschritt geprüft, ob der Dosierschritt noch ohne einen Füllvorgang ausgeführt werden kann. Falls das nicht möglich ist wird erst gefüllt und dann der Dosierschritt durchgeführt.

Bei Füllen „intelligent nachher“ wird nach einem Dosierschritt jedes Mal geprüft, ob der nächste Dosierschritt ohne Füllvorgang durchgeführt werden kann.

Bei Füllen „immer“ wird nach jedem Dosierschritt automatisch gefüllt.

4.6.8 Probenbezeichnung

Bei der manuellen und automatischen Titration und bei dem Lösungen ansetzen kann eine Probenbezeichnung eingegeben werden. Man kann eine manuelle, automatische und keine Probenbezeichnung einstellen:

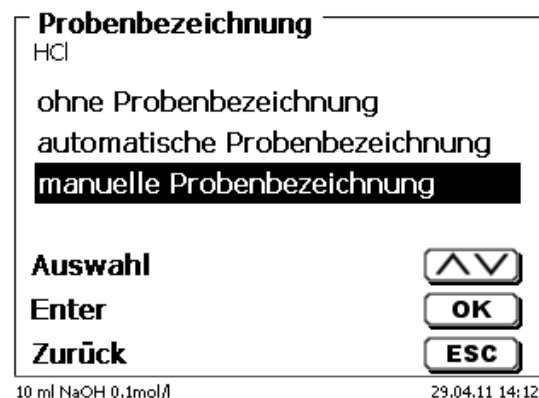


Abb. 103

Bei der manuellen Probenbezeichnung wird immer nach dem Start der Methode nach der Probenbezeichnung gefragt (Siehe dazu auch Kapitel 3.6, Hauptmenü). Bei der automatischen Probenbezeichnung wird eine Stammbezeichnung festgelegt (hier: Wasser, siehe Abb. 107), die dann automatisch mit 01 beginnend durchnummeriert wird:

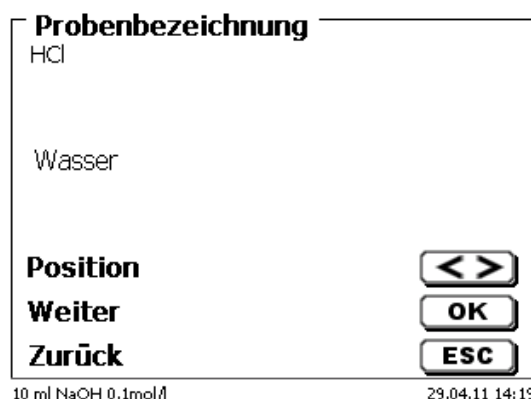


Abb. 104

Nach einem erneuten Einschalten beginnt die Nummerierung von vorne mit 01.

4.6.9 Dokumentation

Methodenparameter ändern

HCl

Dosierparameter ▲

Vorlage / Einwaage man

Probenbezeichnung man

Dokumentation kurz

Auswahl ▲▼

Enter OK

Zurück ESC

Abb. 105

Die Dokumentation auf einem Drucker oder USB-Stick kann in drei verschiedenen Formaten eingestellt werden: „kurz“, „Standard mit Kurve“ und „GLP“:

Dokumentation

HCl

kurz

Standard (mit Kurve)

GLP

nur Display

Auswahl ▲▼

Enter OK

Zurück ESC

Abb. 106

Methodentyp	Kurzdokumentation	Standarddokumentation	GLP-Dokumentation
Automatische Titration	Methodenname, Datum, Uhrzeit, Titrationsdauer, Probenbezeichnung, Einwaage/Vorlage, Start- und Endmesswerte (pH/ mV Temp), Steilheit und Nullpunkt der pH-Elektrode, Ergebnisse und Berechnungsformel	Wie Kurzdokumentation, + Titrationskurve	Wie Standard-Dokumentation + Methodeninhalt
Manuelle Titration	Methodenname, Datum, Uhrzeit, Probenbezeichnung, Einwaage/Vorlage, Ergebnisse und Berechnungsformel	Entfällt	Wie Kurzdokumentation + Methodeninhalt
Dosierung	Methodenname, Datum, Uhrzeit	Entfällt	Wie Kurz-Dokumentation + Methodeninhalt
Lösungen ansetzen	Methodenname, Datum, Uhrzeit, Probenbezeichnung, Einwaage/Vorlage, Ergebnisse und Berechnungsformel	Entfällt	Wie Kurz-Dokumentation + Methodeninhalt

5 Systemeinstellungen

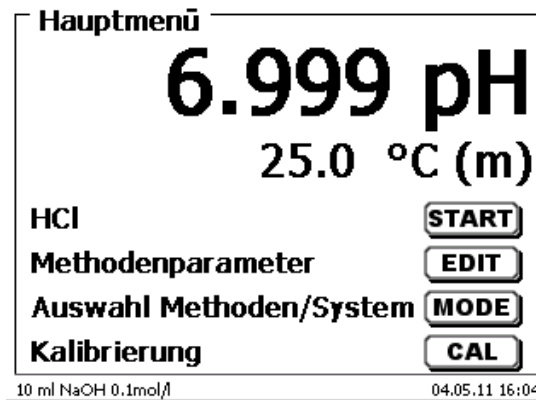


Abb. 107

Vom Hauptmenü aus (Abb. 107) gelangt man <SYS>/<F7> in die Systemeinstellungen:



Abb. 108

Die Einstellung der Landessprache wurde bereits im **Kapitel 2.5** beschrieben.

5.1 Kalibrationseinstellungen

In dem Kalibrationseinstellungen wählt man die Puffer für die Kalibrierung der pH - Elektrode aus und stellt die Temperatur der Pufferlösung ein. Die Temperatur muss nur eingestellt werden wenn kein Widerstandsthermometer (Pt 1000) oder eine pH - Elektrode mit integriertem Temperaturmessfühler angeschlossen ist.



Abb. 109

Die Temperatur kann von 0,0 bis 100,0 °C in 0,1 ° Schritten eingestellt werden:



Abb. 110

In Kalibrierungsart wird festgelegt, ob eine 2-Punkt oder 3-Punkt-Kalibrierung durchgeführt werden soll:

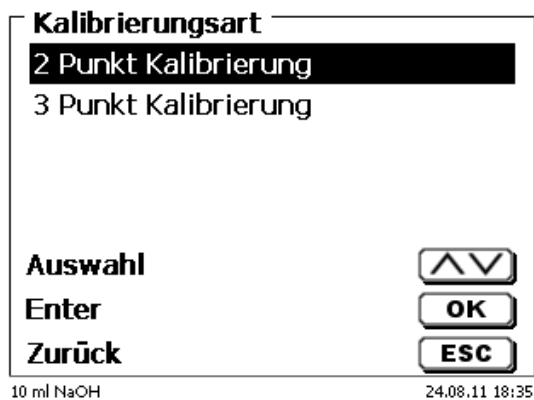


Abb. 111

Die pH Puffer für die Puffer 1 – 3, können einzeln festgelegt werden.

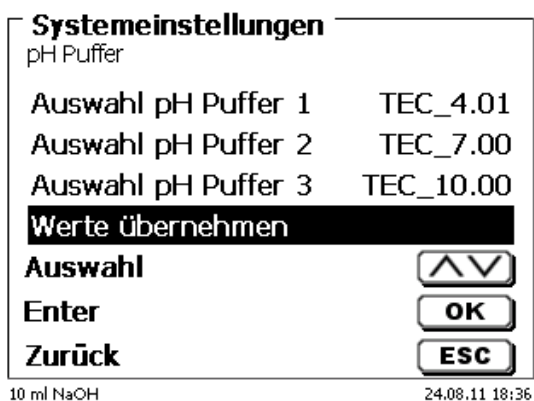


Abb. 112

Es erscheint eine Liste von technischen- und so genannten DIN/NIST- Puffern:



Abb. 113

Nachdem die Puffer für die Puffer 1 - 3 festgelegt wurden, bestätigt man die Auswahl mit <Werte übernehmen>. Falls der Abstand zwischen 2 Pufferwerten zu gering ist (z.B. Puffer 1 „6,87“ und Puffer 2 „7,00“) erscheint eine Fehlermeldung:

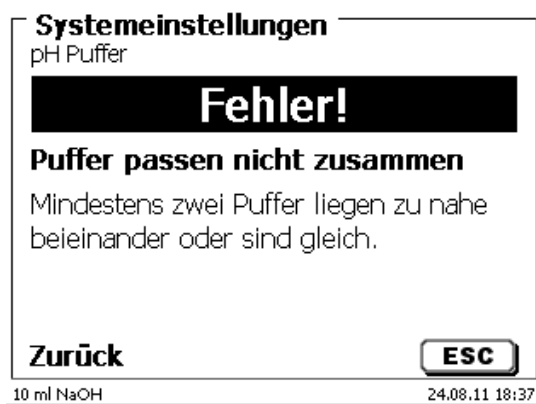


Abb. 114

5.2 Reagenzien - Wechselaufsatz

Jeder Wechselaufsatz enthält ein RFID Transponder. In diesem Transponder können folgende Informationen gespeichert werden:

- Aufsatzgröße (vorgegeben, nicht veränderbar)
- Aufsatz ID (vorgegeben, nicht veränderbar)
- Reagenzname (default: Leerzeichen)
- Konzentration (default: 1.000000)
- Konzentration bestimmt am: (Datum)
- Haltbarkeit bis (Datum)
- Geöffnet/Hergestellt am: (Datum)
- Prüfung nach ISO 8655: (Datum)
- Chargenbezeichnung: (default: no charge)
- Letzte Änderung (Datum)



Abb. 115

Systemeinstellungen
Reagenzien WA

Konzentration	1.00000 ▲
Konz. bestimmt am	19.04.11
Haltbarkeit bis	24.04.11
Geöffnet/ Hergest.	19.04.11 ▼

Auswahl 
Enter 
Zurück 

10 ml NaOH 0.1mol/l 05.05.11 16:18

Abb. 116

Systemeinstellungen
Reagenzien WA

Geöffnet/ Hergest.	19.04.11 ▲
Prüfung nach ISO	19.04.11
Chargenbez.	Test Char...
letzte Änderung	28.04.11

Auswahl 
Enter 
Zurück 

10 ml NaOH 0.1mol/l 05.05.11 16:19

Abb. 117

Wenn man das Menü <Reagenzien WA> mit <ESC> verlässt wird man immer gefragt, ob man die Werte übernehmen möchte:

Systemeinstellungen
Werte übernehmen?

Ja
Nein

Auswahl 
Enter 
Zurück 

10 ml NaOH 0.1mol/l 05.05.11 16:20

Abb. 118

Bei der Antwort <Ja> werden die aktualisierten Werte in den RFID Transponder des Wechselaufsatzes geschrieben.

5.3 RS232 Einstellungen

Unter dem Menü <RS232- Einstellungen> kann man die Geräteadresse des TitroLine® 6000/7000 festlegen und die Parameter der beiden RS232-Schnittstellen unabhängig voneinander einstellen:



Abb. 119

Die Geräteadresse kann von 0 – 15 eingestellt werden. Die Adresse 1 ist voreingestellt:



Abb. 120

Die Baudrate ist auf 4800 voreingestellt. Sie kann von 1200 – 19200 eingestellt werden:



Abb. 121

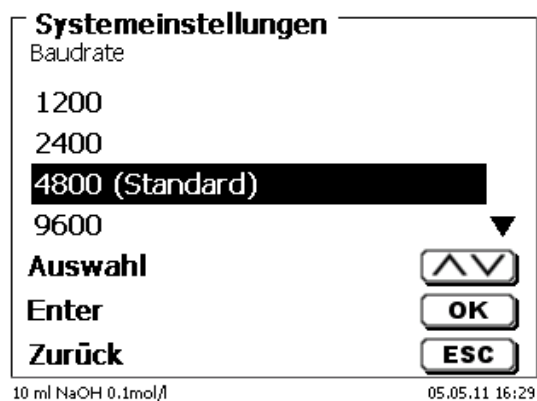


Abb. 122

Die Parität kann zwischen <No> (Keine), <Even> (Gerade) und <Odd> (Ungerade) eingestellt werden. <No> ist voreingestellt:

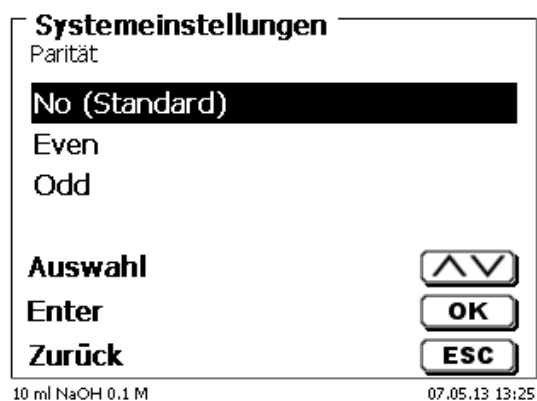


Abb. 123

Die Datenbits können zwischen 7 und 8 Bit eingestellt werden. 8 Bit sind voreingestellt:

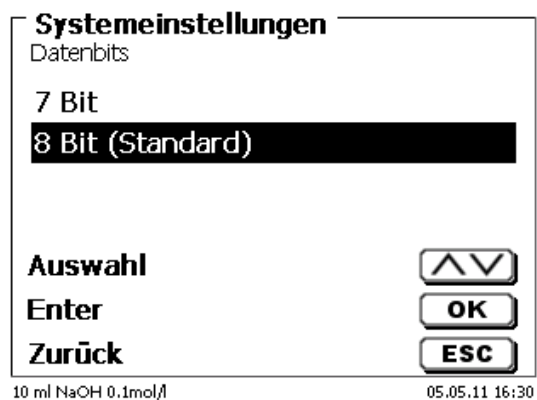


Abb. 124

Die RS232-Parameter können auf die Werkseinstellung zurückgesetzt werden.

5.4 Datum und Uhrzeit

Die Uhrzeit ist Werkseitig auf die MEZ eingestellt. Bei Bedarf kann Sie verändert werden:



Abb. 125

5.5 Passwort

Die Aktivierung des Passwortes ist in der aktuellen Version 12_18 noch nicht aktiviert. Bitte wenden Sie sich an die Firma SI Analytics für die Zusendung einer Updateversion.

5.6 RESET

Durch ein RESET werden alle Einstellungen auf die Werkseinstellung zurückgestellt.

Achtung: Es werden auch alle Methoden gelöscht. Bitte vorab die Methoden ausdrucken **oder auf ein angeschlossenes USB-Speichermedium exportieren/kopieren (Möglich mit einem späteren Update!)**.

Der RESET muss nochmals extra bestätigt werden:

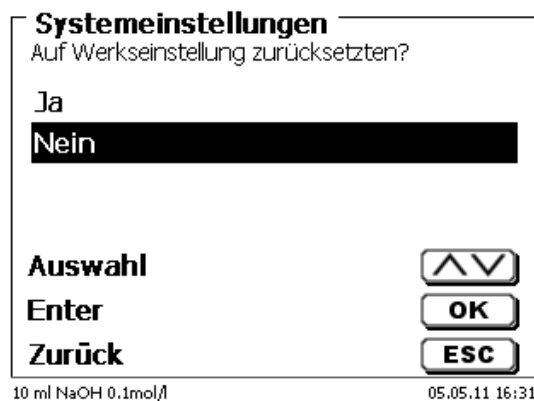


Abb. 126

5.7 Drucker

Für den Anschluss von Druckern lesen Sie bitte Kapitel 7.3.

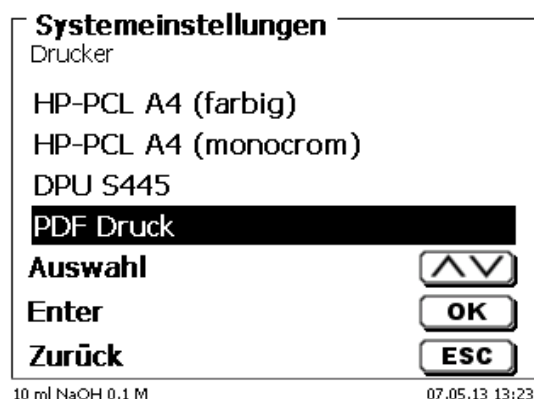


Abb. 127

5.8 Geräteinformationen

Die <Geräteinformationen> enthalten Informationen über die

- Aktuelle Softwareversion
- Seriennummer des Gerätes
- Druckertreiberversion
- Updateversion
- Eingestellte Geräteadresse
- Anzahl der Messungen (Starts einer Methode)
- Und Anzahl der Hübe/Füllvorgänge

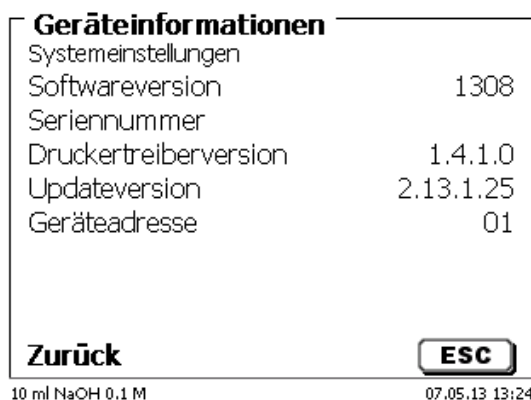


Abb. 128

5.9 Systemtöne

Hier kann man die Lautstärke der Systemtöne und der Fronttastatur des Gerätes einstellen. Die Systemtöne ertönen z.B. bei dem Ende einer Titration oder bei einer Fehleingabe. Die Tasten der Fronttastatur ertönen bei dem erfolgreichen Betätigen einer Taste:

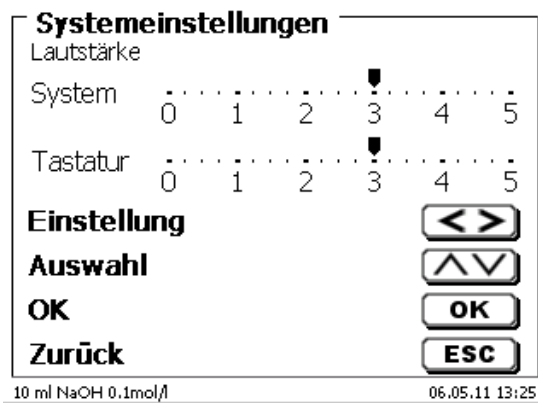


Abb. 129

Es ertönen keine Töne bei dem Bedienen der externen Tastatur.

5.10 Software Update

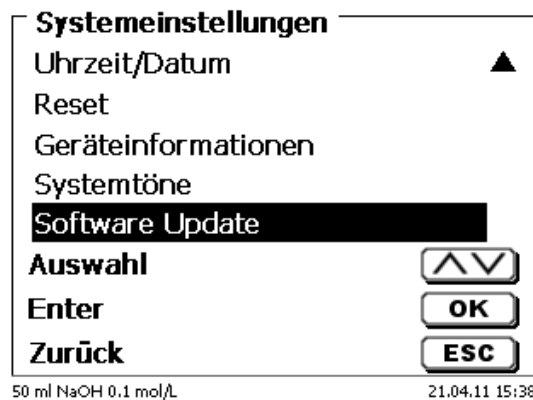
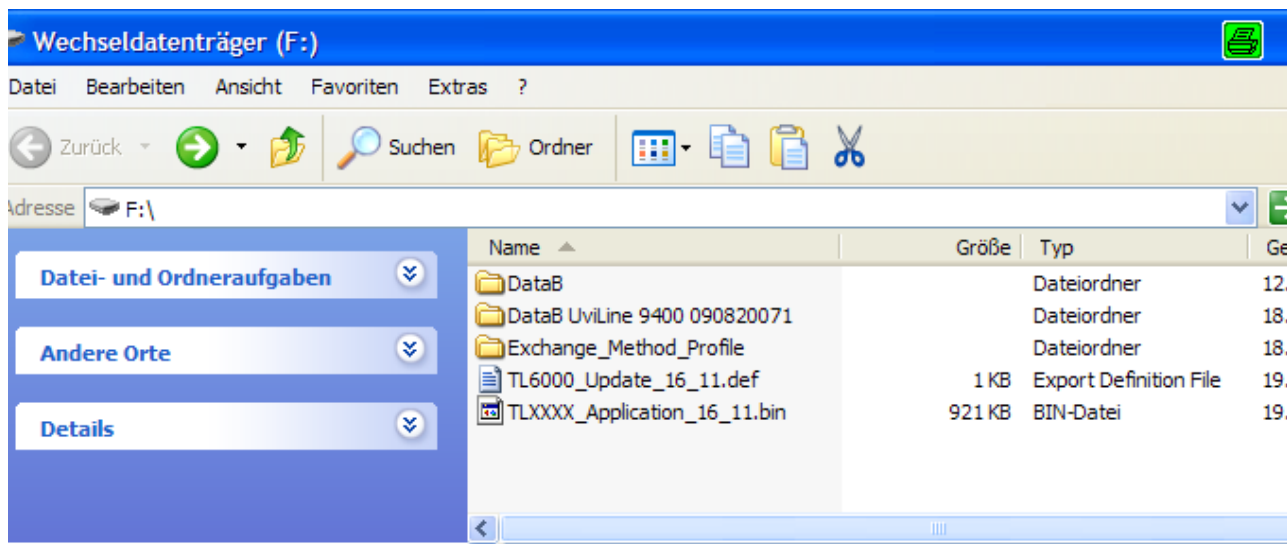


Abb. 130

Für ein Update der Gerätesoftware wird ein USB-Stick benötigt auf der sich eine neue Version befindet. Die 2 benötigten Dateien müssen sich dazu einfach im Root- Verzeichnis des USB-Sticks befinden:



Man steckt den USB-Stick in einem freien USB-A (Master) Port, wartet ein paar Sekunden und wählt dann die Funktion Software Update aus. Die gültigen Softwareupdates werden im Display angezeigt. Hier in diesem Fall ist es die Version „16-11“ vom 19.04.2011.

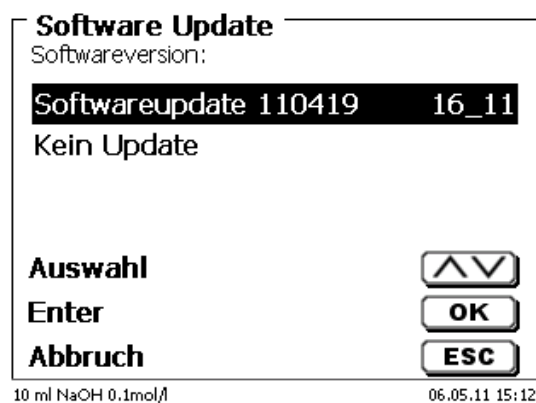


Abb. 131

Nachdem man das Update mit <OK/ENTER> gestartet hat erscheint erst diese Anzeige:

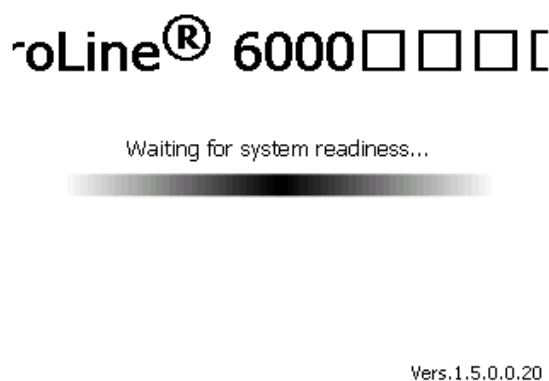


Abb. 132

und wechselt dann nach wenigen Sekunden zu dieser Anzeige:



Abb. 133

Nach dem Update (ca. 2-3 Minuten) fährt das Gerät die Software komplett herunter und startet neu.
Wichtig: Die Methoden werden bei dem Update nicht gelöscht! Sie können weiter verwendet werden.
 Wenn sich keine gültige Datei auf dem USB- Stick befindet erscheint diese Meldung:



Abb. 134

DA = Befehl für Dosieren ohne Füllen und Nullstellen der Anzeige
 12.5 = zu dosierendes Volumen in ml
 <CR LF> = Steuerzeichen als Befehlsende

Befehl	Beschreibung	Antwort
aaAA	automatische Vergabe der Geräteadresse	aaY
aaMC1...XX	Auswahl einer Methode	aaY
aaBF	„Bürette füllen“. Aufsatz wird gefüllt.	aaY
aaBV	dosiertes Volumen in ml ausgeben	aa0.200
aaDA	dosiere Volumen ohne Füllen, mit Addition des Volumens	aaY
aaDB	dosiere Volumen ohne Füllen, Nullstellen des Volumens	aaY
aaDO	dosiere Volumen mit Füllen, ohne Addition des Volumens	aaY
aaGDM	Geschwindigkeit für Dosieren in ml/min	aaY
aaGF	Füllzeit in Sekunden (min ist 20, Default 30)	aaY
aaES	„ESC“ Funktion einen Schritt zurück	aaY
aaEX	„EXIT“ Fkt. zurück zum Hauptmenü	aaY
aaFD	Funktion Messen μ A „Dead Stopp“	aaY
aaFP	Funktion Messen pH	aaY
aaFT	Funktion Messen Temperatur	aaY
aaFV	Funktion Messen mV	aaY
aaGDM	Dosiergeschwindigkeit in ml/min (0.01 – 100 ml/min)	aaY
aaGF	Füllzeit in sec (einstellbar von 20 – 999 Sekunden)	aaY
aaGS	Ausgabe Seriennummer des Gerätes	aaGS08154711
aaLC	Ausgabe der CAL-Parameter	
aaLD	Ausgabe Messdaten	aaY
aaLR	Ausgabe Report (Kurzreport)	aaY
aaM	Ausgabe voreingestellter Messwert (pH/mV/ μ g)	aaM7.000
aaLI	Ausgabe Methodeninhalt	
aaLO	Ausgabe Dokumentation (wie eingestellt)	
aaRH	Anforderung der Identifikation	aaIdent:TL6000/7000
aaRC	sende letzten Befehl	aa"letzter Befehl"
aaRS	Report Status	aaStatus:"text"
	<i>Mögliche Statusantworten sind: titration, Füllen ready,</i>	
aaSM	Start ausgewählte Methode	aaY
aaSEEPROM	EEPROM auf Werksdaten zurücksetzen	aaY
aaSR	Stopp der laufenden Funktion	aaY
aaSS	Start der Titration mit Übergabe des pH-Endwertes	aaY
aaSYS5	Sprache der Anzeige auf Deutsch einstellen	aaY
aaSYS1	Sprache der Anzeige auf Englisch -English- einstellen	aaY
aaSYS2	Sprache der Anzeige auf Französisch -Francois- einstellen	aaY
aaSYS3	Sprache der Anzeige auf Spanisch -Español- einstellen	aaY
aaVE	Versionsnummer der Software	aaVersion:

7 Anschluss von Analysenwaage und Drucker

7.1 Anschluss von Analysenwaagen

Da sehr häufig die Probe auf einer Analysenwaage eingewogen wird, ist es auch sinnvoll diese Waage an den TitroLine® 6000/7000 anzuschließen. Um die Waage an den einen TitroLine® 6000/7000 anschließen zu können, muss die Waage über eine RS-232-C-Schnittstelle verfügen und es muss ein entsprechend konfiguriertes Verbindungskabel vorhanden sein. Für folgende Waagetypen gibt es bereits fertig konfektionierte Verbindungskabel:

Waage	TZ-Nummer
Sartorius (alle Typen), teilweise Kern	TZ 3092
Mettler, AB-S, AG, PG	TZ 3099
Precisa XT-Serie	TZ 3183
Kern mit 9-poliger RS232	TZ 3180

Für andere Waagetypen kann auf Anfrage ebenfalls ein Verbindungskabel konfektioniert werden. Wir benötigen dazu detaillierte Informationen über die RS-232-C-Schnittstelle der verwendeten Waage.

Das Verbindungskabel wird an die RS-232-C-Schnittstelle 2 des TitroLine® 6000/7000 angeschlossen. Diese Seite des Verbindungskabels besteht immer aus einem 4-poligen Mini-Stecker. Die andere Seite des Kabels kann je nach Waagetyp ein 25-poliger Stecker (Sartorius), ein 9-poliger Stecker (Mettler AB-S) oder ein 15-poliger Spezialstecker (Mettler AT) usw. sein.

Damit Waagedaten an den TitroLine® 6000/7000 gesendet werden können, müssen die Datenübertragungsparameter des TitroLine® 6000/7000 und der Waage übereinstimmen. Es müssen zusätzlich noch ein paar andere Grundeinstellungen an den Waagen vorgenommen werden:

- Die Waage soll nur auf einen Print-Befehl die Waagedaten via RS-232-C senden
- Die Waage soll nur nach Stillstand der Anzeige die Waagedaten senden
- Die Waage sollte niemals auf „send continuous“, „automatic sending“ bzw. „kontinuierlich senden“ eingestellt sein.
- „Handshake“ an der Waage muss auf „aus“, „off“, eventuell auch auf „Software Handshake“ oder „Pause“ eingestellt sein.
- Es dürfen keine Sonderzeichen wie **S** oder **St** den Waagedaten im Waagedatenstring vorangestellt sein. Eventuell können dadurch die Waagedaten vom TitroLine® 6000/7000 nicht richtig verarbeitet werden.

Nachdem Sie die Waage mit dem richtigen Kabel an den TitroLine® 6000/7000 angeschlossen und alle Einstellungen in der Software der Waage und gegebenenfalls im TitroLine® 6000/7000 angepasst haben, kann man die Waagedatenübertragung sehr einfach überprüfen. Starten Sie die eine Methode. Bestätigen Sie die Probenbezeichnung. Auf der Anzeige erscheinen folgende Meldungen:

- a) „Keine Waagedaten vorhanden. Warten auf automatische Einwaage“.
→ Parameter auf „automatische Einwaage“
- b) Die Einwaage einzugeben → dann sind die Parameter noch auf „manuelle Einwaage“ eingestellt

Legen Sie einen Gegenstand auf die Waage und drücken Sie die Print-Taste. Nach dem Stillstand der Anzeige an der Waage ertönt ein Piepston am Titrator und

- a) die Anzeige wechselt danach automatisch zur Messanzeige.
- b) die Einwaage muss manuell eingegeben und mit <Enter><OK> bestätigt werden.

7.2 Waagedateneditor

Mit dem Druck auf die Funktionstaste **<F5/Waagesymbol>** ruft man den so genannten Waagedateneditor auf. Es erscheint eine Liste mit den vorhandenen Waagedaten:

Waagedatenliste
3 Einwaagen

002	M	10.10910 g	13:37:11
003	M	0.41810 g	13:37:26
004	M	100.01100 g	13:37:34

Auswahl **^V**
Enter **OK**
Zurück **ESC**

20 ml Test 05.09.11 13:38

Abb. 135

Die Waagedaten können einzeln editiert werden. Nach einer Änderung erscheint ein Kreuz vor der Einwaage:

Waagedatenliste
3 Einwaagen

002	M	10.10910 g	13:37:11
003	*M	10.19500 g	13:37:26
004	M	100.01100 g	13:37:34

Auswahl **^V**
Enter **OK**
Zurück **ESC**

20 ml Test 05.09.11 13:40

Abb. 136

Es können Einwaagen einzeln gelöscht werden und hinzugefügt werden. Es ist auch möglich alle Einwaagen auf einmal zu löschen:

Waagedaten
003 *M 10.19500 g

Einwaage editieren
Einwaage löschen
Einwaage hinzufügen
Alle löschen?

Auswahl **^V**
Enter **OK**
Zurück **ESC**

20 ml Test 05.09.11 13:43

Abb. 137

Wenn keine Waagedaten vorhanden sind erscheint die Meldung keine Waagedaten:

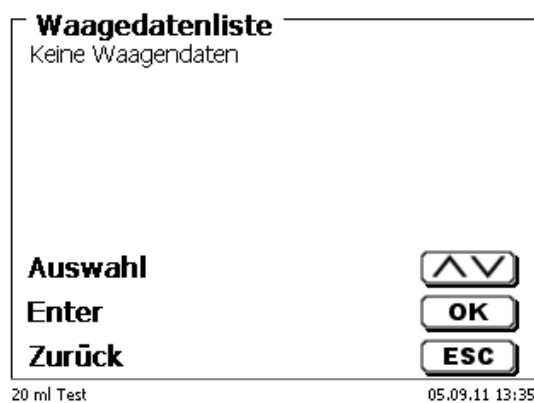


Abb. 138

7.3 Drucker

Ergebnisse, Kalibrierdaten und Methoden können auf folgenden Medien ausgedruckt werden:

- HP PCL kompatiblen Drucker (A4), farbig und monochrome (z.B. Laserdrucker)
- Seiko DPU S445 (Thermopapier 112 mm Breite)
- Auf dem USB-Stick im PDF- und CSV -Format und

Zum Anschluss der Drucker sind die USB Anschlüsse des Geräts zu verwenden.

Beim Ausdruck ist darauf zu achten, welcher Drucker angeschlossen ist. So ist es beispielsweise nicht möglich, Layouts eines HP Druckers auf einem Kassendrucker oder umgekehrt auszudrucken.

Die Druckereinstellungen des Geräts sollten daher beim Wechsel des Druckers entsprechend geprüft und ggf. angepasst werden.

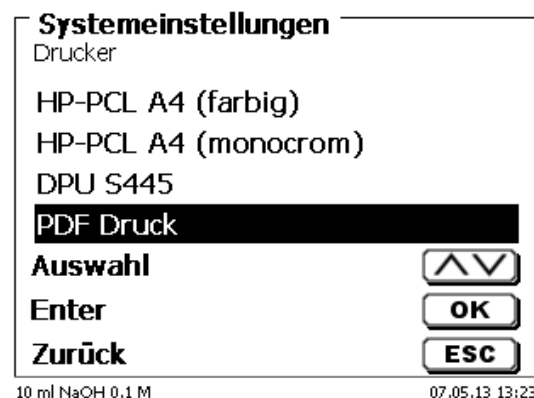


Abb. 139

Es darf nur ein Drucker pro Gerät angeschlossen werden, da eine automatische Druckererkennung nicht unterstützt wird. PDF Druck“ ist voreingestellt.

7.4 Anschluss Probenwechsler (nur TitroLine® 7000)

7.4.1 Anschluss Probenwechsler TW alpha plus

Der Probenwechsler TW alpha plus wird an die RS232-2 (RS2) des Titrators mit dem Kabel **TZ 3087** angeschlossen. Die Einstellungen der RS232-2 -Schnittstelle müssen dann auf 4800, No. 7,2 geändert werden:

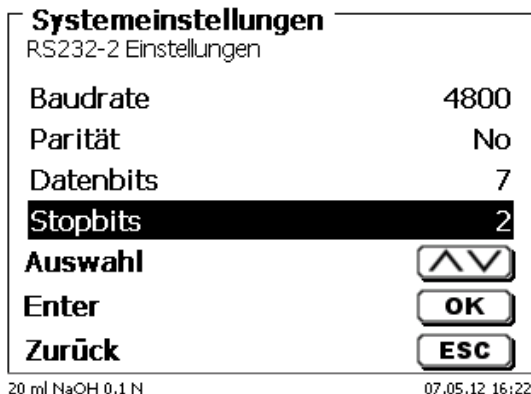


Abb. 140

Die Einstellungen der RS232-1 (4800, No, 8, 1) bleiben davon unbehelligt.

7.4.2 Anschluss Probenwechsler TW 7400

Der Probenwechsler TW 7400 plus wird an die RS232-2 (RS2) des Titrators mit dem Kabel **TZ 3987** angeschlossen. Die Einstellungen der RS232-2 -Schnittstelle brauchen nicht geändert werden. Sie können auf 4800,No,8,1 eingestellt bleiben.

7.5 Verwendung Software TitriSoft (nur TitroLine® 7000)

7.5.1 Allgemein

Der Titrator wird über die RS232-1 oder USB-B-Schnittstelle (erst mit späteren Release) an den PC angeschlossen. Für den Anschluss über die RS232-1 können die Kabel TZ 3097 und TZ 3091 verwendet werden.

7.5.2 TitriSoft 3.0

Bei der Verwendung der neuen Software TitriSoft 3.0 können die werkseitigen Einstellungen des RS232-1 beibehalten werden. Mit TitriSoft 3.0 ist das Lesen und Beschreiben der intelligenten Wechseleinheiten und ID-Elektroden möglich. Weitere Hinweise entnehmen Sie bitte der Gebrauchsanleitung von TitriSoft 3.0.

7.5.3 TitriSoft 2.75

Bei der Verwendung der Software TitriSoft 2.75 müssen aus Kompatibilitätsgründen die Einstellungen der RS232-1-Schnittstelle auf 4800, No. 7,1 geändert werden.

Hinweis:

Mit Titrisoft 2.75 können keine Daten zwischen den Wechseleinheiten und den ID-Elektroden ausgetauscht werden!

8 Wartung und Pflege des Titrators TitroLine® 6000/7000

Zur Erhaltung der Funktionsfähigkeit des Titriergerätes müssen regelmäßig Prüf- und Wartungsarbeiten durchgeführt werden.

Voraussetzung für die Richtigkeit des Volumens und Funktionsfähigkeit des Titriergerätes sind regelmäßige Überprüfungen.

Die Richtigkeit des Volumens wird bestimmt durch alle Chemikalien führenden Teile (Kolben, Zylinder, Ventil, Titrierspitze und Schläuche). Diese Teile sind von einem Verschleiß betroffen und daher Verschleißteile. Besonders beansprucht sind Kolben und Zylinder und bedürfen somit besonderer Aufmerksamkeit.

Starke Beanspruchung:

Einsatz von, zum Beispiel konzentrierten Lösungen, Reagenzien und Chemikalien ($> 0,5 \text{ mol/L}$); Chemikalien, die Glas angreifen wie Fluoride, Phosphate, Alkalilösungen; Lösungen die zum Auskristallisieren neigen; Fe(III)Chlorid-Lösungen; Oxidierende und korrodierende Lösungen wie Iod, Kaliumpermanganat, Cer(III), Karl-Fischer Titriermittel, HCl; Lösungen mit einer Viskosität $> 5 \text{ mm}^2/\text{s}$; Einsatz häufig, täglich.

Normale Beanspruchung:

Einsatz von zum Beispiel nicht Glas angreifende, nicht kristallisierende oder nicht korrodierende Lösungen, Reagenzien und Chemikalien (bis $0,5 \text{ mol/L}$).

Benutzungspausen:

Wird das Dosiersystem länger als zwei Wochen nicht eingesetzt, empfehlen wir, den Dosieraufsatz zu leeren und zu reinigen [6]. Dies gilt insbesondere bei den unter „Starke Beanspruchung“ genannten Betriebsbedingungen. Wird dies unterlassen, kann der Kolben oder das Ventil undicht werden und das Titriergerät wird dadurch beschädigt.

Wenn die Flüssigkeit im System belassen wird, muss außerdem damit gerechnet werden, dass Korrosionen eintreten, und dass sich die verwendeten Lösungen im Lauf der Zeit verändern, z. B. auch auskristallisieren. Da es nach dem derzeitigen Stand der Technik für die Verwendung an Titriergeräten keine Kunststoffschläuche gibt, die völlig frei von Diffusionserscheinungen sind, gilt diese Vorsicht insbesondere für den Bereich der Schlauchleitungen.

Wir empfehlen folgende Prüf- und Wartungsarbeiten

	Starke Beanspruchung	Normale Beanspruchung
Einfache Reinigung: ☐ Äußerliches Abwischen von Chemikalienspritzer [1]	Immer bei Gebrauch, wenn erforderlich	Immer bei Gebrauch, wenn erforderlich
Sichtprüfung: ☐ Auf Undichtigkeit im Bereich des Dosiersystems prüfen? [2] ☐ Ist der Kolben dicht? [3] ☐ Ist das Ventil dicht? [4] ☐ Titrierspitze frei? [5]	Wöchentlich, bei Wiederinbetriebnahme	Monatlich, bei Wiederinbetriebnahme
Grundreinigung des Dosiersystems: ☐ Alle Teile des Dosiersystems einzeln reinigen. [6]	Alle drei Monate	Wenn erforderlich
Technische Prüfung: ☐ Prüfung auf Luftblasen im Dosiersystem. [7] ☐ Sichtprüfung ☐ Elektrische Anschlüsse überprüfen [8]	Halbjährlich, bei Wiederinbetriebnahme	Halbjährlich, bei Wiederinbetriebnahme
Überprüfung des Volumens nach ISO 8655 ☐ Grundreinigung durchführen ☐ Prüfung nach ISO 8655 Teil 6 oder Teil 7 [9]	Halbjährlich	Jährlich

Achtung: Alle Prüfungen und Wartungsarbeiten können applikationsabhängig auch anders festgelegt werden. Die einzelnen Intervalle können verlängert werden, wenn keine Beanstandung auftritt, Sie müssen wieder verkürzt werden, sobald eine Beanstandung aufgetreten ist. Die Prüfung der messtechnischen Zuverlässigkeit einschließlich Wartungsarbeiten wird als Serviceleistung (auf Bestellung mit Herstellerprüfzertifikat) von SI Analytics GmbH angeboten. Das Titriergerät muss hierzu an SI Analytics GmbH eingesandt werden.

Detaillierte Beschreibung der Prüf- und Wartungsarbeiten:

- [1] Mit einem weichen Tuch (und ggf. etwas Wasser mit normalem Haushaltsreiniger) abwischen.
- [2] Eine undichte Verbindung ist an Feuchtigkeit oder Kristallen an den Verschraubungen der Schläuche, an den Dichtlippen des Kolbens im Dosierzylinder oder am Ventil sichtbar.
- [3] Wird Flüssigkeit unterhalb der ersten Dichtlippe beobachtet muss in kürzeren Zeitabständen überprüft werden, ob sich die Flüssigkeit auch unter der zweiten Dichtlippe ansammelt. In diesem Fall muss der Kolben und der Glaszylinder sofort getauscht werden. Es ist ohne weiteres möglich, dass sich im Betrieb unterhalb der ersten Dichtlippe kleine Tröpfchen ansammeln die allerdings auch wieder verschwinden können. Dies ist noch kein Grund zum Austausch.
- [4] Das Ventil muss zur Überprüfung aus der Halterung herausgezogen werden. Die Schläuche bleiben dabei mit dem Ventil verbunden. Prüfen Sie, ob sich Feuchtigkeit unterhalb des Ventils befindet. Beim Wiedereinsetzen muss darauf geachtet werden, dass die kleine Nase an der Drehachse wieder in die entsprechende Nut eingesetzt wird.
- [5] Es dürfen sich keine Niederschläge oder Kristalle an der Titrierspitze befinden, die das Dosieren behindern oder das Ergebnis verfälschen könnten.
- [6] Abnehmen des Zylinders, Ventil aus der Ventilaufnahme nehmen, Schläuche abschrauben und alle Teile sorgfältig mit destilliertem Wasser spülen. Demontage von Zylinder, Schläuchen und der anderen Teilen des Aufsatzes siehe Gebrauchsanleitung.
- [7] Dosierung von einem Bürettenvolumen und wieder füllen. Luftblasen sammeln sich an der Spitze des Zylinders und im Titrierschlauch und können dort leicht erkannt werden. Werden Luftblasen beobachtet, alle Verbindungen handfest nachziehen und den Dosiervorgang wiederholen. Bei weiteren Luftblasen im System Ventil [6] überprüfen und Schlauchverbindungen ersetzen. Die Luftblasen können auch an der Verbindung Dichtlippe des Kolbens zum Zylinder entstehen. Wenn ein Herabsetzen der Füllgeschwindigkeit nicht hilft, muss die Dosiereinheit ersetzt werden.
- [8] Prüfen der elektrischen Steckkontakte auf Korrosion und mechanische Beschädigung. Defekte Teile müssen repariert oder durch neue Teile ersetzt werden.
- [9] Siehe Applikation Bürettenprüfung nach ISO 8655 Teil 6

9 Lagerung und Transport

Soll der Titrator TitroLine® 6000/7000 zwischengelagert oder erneut transportiert werden, bietet die Verwendung der Originalverpackung die beste Voraussetzung für den Schutz der Geräte. In vielen Fällen ist diese Verpackung jedoch nicht mehr zur Hand, so dass ersatzweise eine gleichwertige Verpackung zusammengestellt werden muss. Das Einschweißen des Gerätes in eine Folie ist dabei vorteilhaft.

Als Lagerort ist ein Raum zu wählen, in dem Temperaturen zwischen + 10 und + 40 °C herrschen und Luftfeuchtigkeitswerte bis zu 70 % (rel.) nicht überschritten werden.

Sollen Dosieraufsätze zwischengelagert oder erneut transportiert werden, müssen die im System enthaltenen Flüssigkeiten, insbesondere aggressive Lösungen entfernt werden, siehe auch Kapitel 8.X „Wartung und Pflege des Bürettenteils“.

10 Recycling und Entsorgung

Dieser Titrator und seine Verpackung wurden weitestgehend aus Materialien hergestellt, die umweltschonend entsorgt und einem fachgerechtem Recycling zugeführt werden können.

Achtung: Auf der Hauptleiterplatte befinden sich 2 Lithium-Batterien. Batterien gehören nicht in den Hausmüll. Sie werden vom Hersteller kostenlos zurückgenommen und einer fachgerechten Verwertung bzw. Entsorgung zugeführt.

Wenn Sie Fragen zur Entsorgung haben, wenden Sie sich bitte an SI Analytics.

11 Index

- Anschluss Probenwechsler (nur TitroLine® 7000) 83
- Anschluss von Analysenwaagen 13, 80
- Anschluss von SI Analytics ID Elektroden an TitroLine® 7000 13
- Anzeige 23
- Aufstellen 10
- Austausch des Glaszylinders 21
- Austauschen eines Wechselaufsatzes 16
- Befehlsliste für RS-Kommunikation 78
- Benutzungspausen 84
- Berechnungsformeln 44
- Bestimmung der Enzymaktivität 63
- Betriebsspannung 9
- Daisy Chain Konzept 78
- Datum und Uhrzeit 74
- Dead stopp - Anschluss 6
- Dead Stopp Titration 61
- Dokumentation 67
- Dosiergenauigkeit 8
- Dosiergeschwindigkeit 65
- Dosierparameter 65
- Dosierung 33
- Drift 54
- Drucker 12, 82
- Einstellen der Landessprache 13
- Einwaage und Vorlage (Probenmenge) 48
- Entsorgung 85
- Ergebnis 42
- Erstbefüllen 19
- Externe PC Tastatur 24
- Formelwahl 44, 50
- Formeleinheit 49
- Formeln für Lösungen ansetzen 50
- Fronttastatur 23
- Genauigkeit 6
- Geräteadresse 72
- Geräteinformationen 75
- Globale Speicher 52
- Handtaster 24
- Handtaster TZ 3880 („Maus“) 12
- Hauptmenü 27
- Inbetriebnahme 10
- Kalibrationseinstellungen 68
- Lagerung 85
- Lösungen ansetzen 36
- Magnetrührers TM 235 11
- Manuelle Titration 32
- max. Dosier-/Titrervolumen 65
- Messbereich 6
- Messgeschwindigkeit 54
- Messwert 54
- Methode drucken 39
- Methode editieren 37
- Methode löschen 38
- Methoden kopieren 38
- Methodenname 37
- Methodenparameter 37
- Methodenparameter ändern 39
- Netzspannung 9
- neue Methode 37
- Passwort 74
- pH Stat Titration 41
- Polarisationsspannung 61
- Probenbezeichnung 66
- Reagenzien- Wechselaufsatz 70
- Recycling 85
- RESET 74
- RS232 Einstellungen 72
- Sicherheitshinweise 9
- Software Update 76
- Spülen 19
- Standardmethoden 37
- Startwartezeit 56
- Statistik 51
- Systemeinstellungen 68
- Systemtöne 75
- Technische Eigenschaften 6
- Temperaturmessfühler 6
- Titrimationsmodus 40
- Titrimationsparameter 53
- Titrimationsparameter pH Stat Titration 62
- Transport 85
- USB-Barcodescanner 12
- USB-Hub 12
- USB-Stick 12
- Verwendung Software TitriSoft (nur TitroLine® 7000) 83
- Viskosität 6
- Vortitration 58
- Waagedateneditor 81
- Warnhinweise 9
- Wartung und Pflege 84
- Wechselaufsätze 8

SI Analytics

**EG - KONFORMITÄTSERKLÄRUNG
EC - DECLARATION OF CONFORMITY
CE - DÉCLARATION DE CONFORMITÉ
CEE - DECLARACIÓN DE CONFORMIDAD**

Wir erklären in alleiniger Verantwortung, dass das folgende Produkt	We declare under our sole responsibility that the following product	Nous déclarons sous notre seule responsabilité que les produit ci-dessous	Declaramos bajo nuestra única responsabilidad, que los produit listados a continuación
Titration	Titration unit	Titrateur	Titulador
TitroLine® 6000, TitroLine® 7000			
auf das sich diese Erklärung bezieht, übereinstimmt mit den folgenden EG Richtlinien.	to which this declaration relates are in conformity with the following EC directives.	auquel se réfère cette déclaration est conforme directives CE soul vantes.	todo lo relative a esta declaración está en conformidad con las directivas CEE siguientes
EMV EG-Richtlinie 2004/108/EG Sicherheit EG Richtlinie 2006/ 95	EMC EC-Directive 2004/108/EG Safety EC-Directive 2006/ 95	CEM CE-Directive 2004/108/EG Sécurité CE-Directive 2006/ 95	CEM CEE siguientes 2004/108/EG Seguridad CEE siguientes 2006/ 95
Angewandte harmonisierte Normen oder normative Dokumente	Applied harmonized standards or normative documents	Normes harmonisées ou documents normative appliquées	Estándares armonizados aplicados o documentos normativos
EMV EN 61326-1:2006 Sicherheit EN 61010-1 :2001	EMC EN 61326-1:2006 Safety EN 61010-1 :2001	CEM EN 61326-1:2006 Sécurité EN 61010-1 :2001	CEM EN 61326-1:2006 Seguridad EN 61010-1 :2001

Mainz den 01.05.2012


 Dr. Robert Reining
 Geschäftsführer, Managing Director

Konf. No.: Titrat 014

SI Analytics GmbH
 Hattenbergstraße 10
 55122 Mainz
 Deutschland, Germany, Allemagne

Typ / type / type / tipo

TitroLine® 6000/7000

Bescheinigung des Herstellers

Wir bestätigen, dass das oben genannte Gerät gemäß DIN EN ISO 9001, Absatz 8.2.4 „Überwachung und Messung des Produkts“ geprüft wurde und dass die festgelegten Qualitätsanforderungen an das Produkt erfüllt werden.

Supplier's Certificate

We certify that the above equipment has been tested in accordance with DIN EN ISO 9001, Part 8.2.4 "Monitoring and measurement of product" and that the specified quality requirements for the product have been met.

Certificat du fournisseur

Nous certifions que le produit a été vérifié selon DIN EN ISO 9001, partie 8.2.4 "Surveillance et mesure du produit" et que les exigences spécifiées pour le produit sont respectées.

Certificado del fabricante

Certificamos que el aparato arriba mencionado ha sido controlado de acuerdo con la norma DIN EN ISO 9001, sección 8.2.4 „Seguimiento y medición del producto“ y que cumple con los requisitos de calidad fijados para el mismo.

SI Analytics
a xylem brand

SI Analytics GmbH

Hattenbergstr. 10
Tel. +49.(0)6131.66.5111
Fax. +49.(0)6131.66.5001
55122 Mainz
Deutschland, Germany, Allemagne, Alemania
E-Mail: si-analytics@xyleminc.com
www.si-analytics.com

SI Analytics is a trademark of Xylem Inc. or one of its subsidiaries.
© 2013 Xylem, Inc. Version 131127 D