

Gebrauchsanleitung TitriSoft 2.6 / P



1.	Installation	6
1.1.	Installation der Software und erster Start.....	6
1.2.	Erzeugen einer Konfiguration zur Prüfung der RS-Konfiguration.....	8
2.	Allgemeines Vorgehen	10
2.1.	Login 10	
2.2.	Konzept Erstellen und Prüfen der Konfiguration	13
2.3.	Konzept Erstellen der Methoden.....	13
2.4.	Konzept Erstellen einer Arbeitsliste	14
2.5.	Konzept Titrieren mit einer Arbeitsliste	15
3.	Hardware Center	17
3.1.	Erstellen einer Konfiguration.....	18
3.2.	Neue Konfiguration erstellen.....	18
3.3.	Zusätzliche Konfiguration erstellen	20
3.4.	Überprüfen einer Konfiguration.....	21
3.5.	Ergänzen oder Löschen von Geräten	22
3.6.	Kompatibilitätsliste von Geräten	23
3.7.	Anlegen von Anwendern.....	24
3.8.	Anwenderkonzept mit Berechtigungen	27
3.9.	Erstellen und Löschen eines Anwenders	28
3.10.	Ändern Anwenderlevel und Passwort	29
3.11.	Tracen der RS-Konfiguration und des Methodenablaufs	30
3.12.	Tracer Konzept	30
3.13.	Tracer Ein- und Ausschalten.....	31
3.14.	Arbeiten mit Trace-Dateien in TitriSoft oder auf Betriebssystemebene.....	31
4.	Methoden Center	33
4.1.	Anlegen von Variablen.....	34
4.1.1.	Anlegen von Reagenzien.....	34
4.1.2.	Anlegen von Ergebnissen	35
4.1.3.	Anlegen von Globalen Variablen	35
4.1.4.	Anlegen von Probenvariablen	36
4.2.	Erstellen einer Methode	38
4.2.1.	Ändern einer Methode.....	42
4.2.2.	Bausteine einer Methode	43
4.2.3.	Titration	44
4.2.4.	Messwert	50
4.2.5.	Dosieren	52
4.2.6.	Berechnen.....	52
4.2.7.	Wiederholungen	56
4.2.8.	If-Bedingungen.....	56
4.2.9.	I/O-Anschluss	57
4.2.10.	Kommando.....	58
4.2.11.	Bildschirmnachricht	59
4.2.12.	Rührgeschwindigkeit.....	59
4.2.13.	Kurven zurücksetzen	60
4.2.14.	Wartezeit	61
4.2.15.	Eingabefeld	61
4.2.16.	Titrationenarten und ihre Parameter.....	62
4.2.17.	Genereller Aufbau der Methode	66
4.2.18.	Zuordnung Hardware	68
4.2.19.	Dynamikregelung.....	69
4.2.20.	Driftkontrolle	73

4.2.21.	Endekriterien	74
4.2.22.	Dynamische Titration	76
4.2.23.	Lineare Titration	77
4.2.24.	Endpunkt-Titration.....	79
4.2.25.	pH-Stat Titration	81
4.3.	Berechnung eines Ergebnisses	83
4.3.1.	Erstellen und Ändern einer Formel (Erstellen und Editieren)	83
4.3.2.	Konzept der Variablen in einer Formel	86
4.3.3.	Berechnen eines EQs einer potentiometrischen Kurve	89
4.3.4.	Berechnen eines EQs einer Leitfähigkeits-Kurve	90
4.3.5.	Berechnen eines EQs einer photometrischen Kurve	91
4.3.6.	Erstellen einer Formel	91
4.3.7.	Berechnung Mittelwert und Standardabweichung	95
4.3.8.	Berechnung mit Probenvariablen und Eingabevariablen	96
4.3.9.	Berechnungen für ISE Kalibrierung und Messung	99
4.4.	Beispiele von Methoden.....	103
4.4.1.	Dynamische Säure Base Titration Salzsäure/Natronlauge.....	103
4.4.2.	Dynamische Säure Base Titration Phosphorsäure / Natronlauge	106
4.4.4.	Säure/Base Kapazität	107
4.4.5.	Chloridtitration	112
4.4.6.	Redoxtitration Titration mit Thiosulfat.....	114
4.4.8.	TAN in Öl	117
4.4.10.	Direktmessung Fluorid und Kalibrierung.....	120
5.	Titration Center	126
5.1.	Erstellen und Modifizieren einer Arbeitsliste	130
5.1.1.	Erstellen einer Arbeitsliste.....	130
5.1.2.	Hinzufügen und Löschen von Proben	131
5.1.3.	Löschen von Arbeitslisten	132
5.1.4.	Konfigurieren einer Arbeitsliste	133
5.1.5.	Konfigurieren der Variablen.....	136
5.2.	Festlegen der Dokumentation.....	139
5.2.1.	Ausdruck.....	139
5.2.2.	Export	142
5.3.	Die Durchführung der Titration.....	144
5.3.1.	Starten und Stoppen der Titration	144
5.3.2.	Die Arbeitsliste während der Titration	146
5.3.3.	Direktes Arbeiten mit Titrator und Probenwechsler	147
6.	Datenbank.....	150
6.1	Konfigurationsdatei	152
6.2.	Auswahl einer Probe	153
6.2.1.	Proben sortieren und auswählen	154
6.2.2.	Selektionskriterien anpassen	155
6.2.3.	Selektionskriterien detaillieren	155
6.3.	Export und Import	157
6.3.1.	Textinformation	157
6.3.2.	Pdf-Dateien	158
6.3.3.	EXCEL	159
6.4.	Informationen zu einer Probe.....	160
6.4.1.	Grafik	160
6.4.2.	Probeninformationen und Ergebnisse	161
6.4.3.	Datenliste.....	162

6.4.4.	Methode	163
6.4.5.	Nachberechnung	163
6.4.6.	Hinzufügen einer Berechnung.....	165
6.4.7.	Ändern einer Berechnung	165
6.4.8.	Proben löschen, Datenbank reorganisieren	166
6.4.9.	Proben löschen	166
6.4.10.	Datenbank verkleinern	167
6.4.11.	Datensicherung	167
6.4.12.	Datenbank ändern	168
7.	FDA-Anforderungen	169
7.1.	Elektronische Datensätze	169
7.2.	Zugriffskontrolle	169
7.3.	Kopien elektronischer Datensätze	173
7.4.	„Audit Trail“	174
7.5.	Elektronische Signatur	178

TitriSoft 2.6 erlaubt die Titration mit folgenden Schott Titratoren, Büretten und Probenwechslern:

- TitroLine alpha plus
- TitroLine alpha
- TR 250
- T 110 plus
- T 200
- T 110
- T Universal
- T 97
- TW alpha plus
- TW alpha
- TW 280

Die Titrationen werden dabei von der Software gesteuert. Dabei werden Messeingänge der Titratoren und Büretten in den Methoden unabhängig voneinander verwendet. Damit sind für eine Titration Messeingänge eines Titrators definierbar, während das Titrier-Reagenz aus einer anderen Bürette dosiert wird

Die Hardware wird in einer Reihe an einer seriellen Schnittstelle des PCs angeschlossen. Das Konzept heißt „Daisy Chain“. Dabei wird die serielle Schnittstelle des PCs mit der RS-Schnittstelle 1 des ersten Gerätes (Titrator, Bürette oder Probenwechsler) verbunden, die RS-Schnittstelle 2 des ersten Gerätes mit der RS-Schnittstelle 1 des zweiten Gerätes. Jedes Gerät benötigt eine andere Adresse. Da bis zu 16 Adressen zur Verfügung stehen, können bis zu 16 Geräte angeschlossen werden.

Achtung: TitroLine alpha muss das letzte Gerät in einer solchen Reihe sein!

Eine solche Reihe von Geräten wird „Konfiguration“ genannt!

Die Kabel können mit ihren Bezeichnungen aus den Gebrauchsanleitungen oder auch der Preisliste entnommen werden.

TitriSoft 2.6 erfordert:

- 256 MB RAM
- 800 MHz Prozessor
- 20 GB Festplatte
- WIN 2000, WIN XP (Prof.)
- Grafik min. 1024 * 768
- MS Internet Explorer 6.0 oder neuer oder Installation der MS Data Access Software (der Treiber steht im TitriSoft Verzeichnis zur Verfügung)

Wenn andere Programme parallel verwendet werden, kann in Einzelfällen auch mehr Speicher erforderlich sein.

1. Installation

Um die Software einsetzen zu können sind folgende Schritte erforderlich:

- Die Hardware an den PC anschließen.
- Die Software installieren.
- Die Methoden und Arbeitslisten konfigurieren.

Der Anschluss der Hardware wurde schon kurz im ersten Teil beschrieben. Die Installation der Software erfolgt analog der Installation auch anderer Software auf einem PC.

1.1. Installation der Software und erster Start

Nach Start des WINDOWS EXPLORER wird die Installation durch Doppelklick der linken Maustaste auf die Datei "setup.exe" auf der Installations-CD gestartet. Danach führt die Installationsroutine durch verschiedene Fenster, die für eine erfolgreiche Installation bestätigt werden müssen.

Die verschiedenen Bildschirme sind:

- ☐ Lizenz Vereinbarung
- ☐ Letzte Informationen zu Anforderungen oder andere Hinweise
- ☐ Anwender Name und Firmen Name
- ☐ Installationsverzeichnis und Festplatte

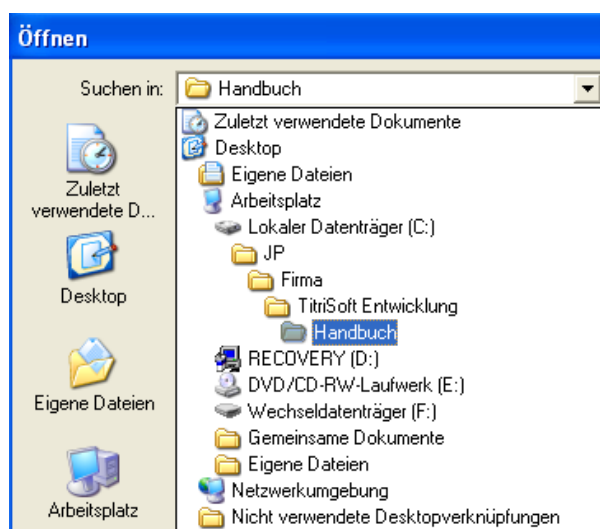
Wir empfehlen, die Informationen sorgfältig zu lesen und mit allen Einstellungen zu bestätigen. Danach beginnt die Installation automatisch in das festgelegte Verzeichnis:

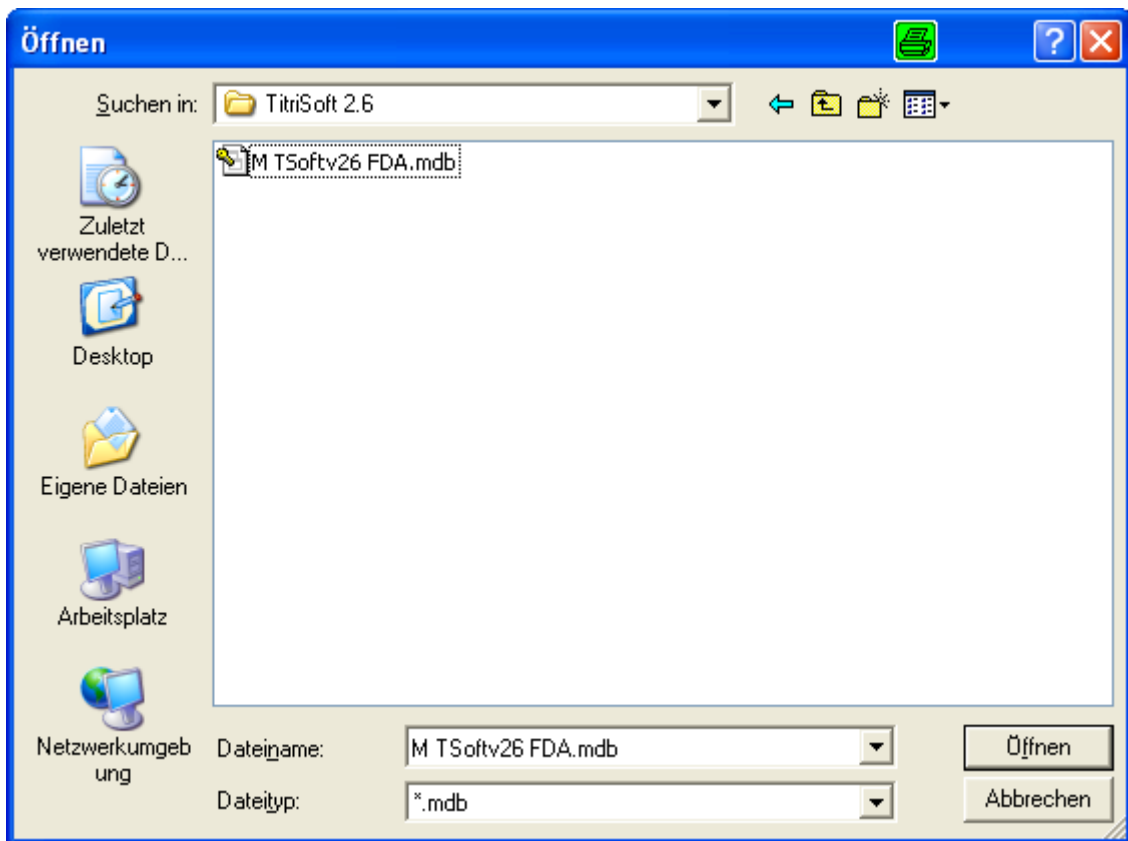
"c:\Programme\Schott Instruments GmbH\TitriSoft 2.6"

Nach dem Setup kann die Setup Routine verlassen werden. Ein Neustart der Software ist nicht erforderlich.

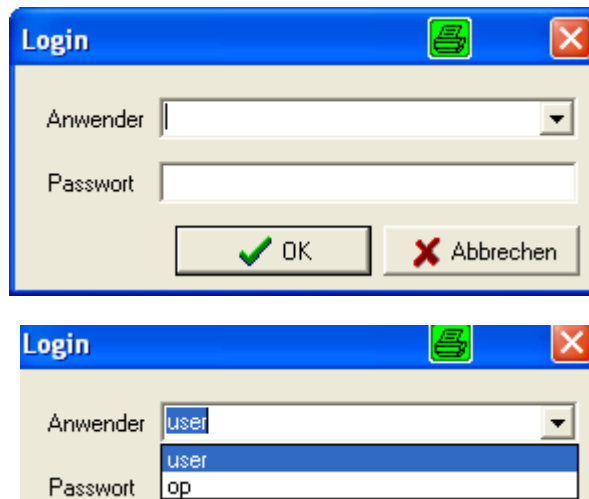
TitriSoft kann jetzt über ein Symbol auf dem WINDOWS Desktop oder unter "START", PROGRAMME, "TitriSoft 2.6" gestartet werden.

Beim ersten Start muss das Verzeichnis für die TitriSoft Datenbank ausgewählt werden. Der Ort der Datenbank kann frei gewählt werden, kann also auch auf dem Server liegen.





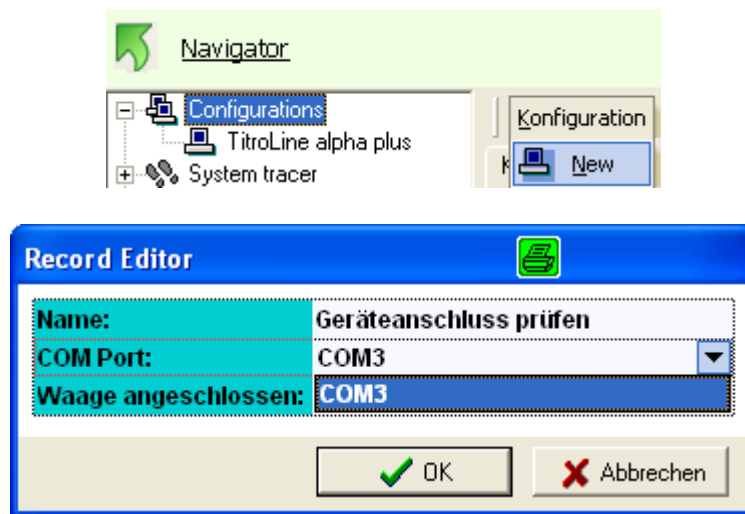
In einem Login-Fenster wird der Name und Passwort des Anwenders abgefragt. Schon einmal angemeldete Anwendernamen können aus einer Liste ausgewählt werden. Die Login-Namen werden in der Datei „TitriSoft.ini“ gespeichert und können bei Bedarf dort auch gelöscht werden. Wird die komplette ini-Datei gelöscht, wird sie automatisch neu erzeugt. Der Ort der Datenbank wird dabei neu abgefragt.



Weitere Informationen stehen in Kapitel 2.1 unter „Login“.

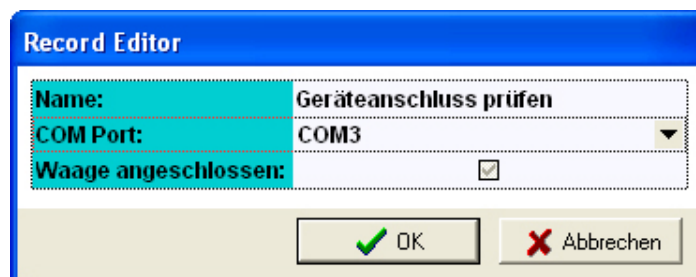
TitriSoft passt sein Erscheinungsbild dem Anwender-Level an. Einem Anwender stellt sich die Probenliste im Titrations-Center oder zusätzlich die Datenbank dar, dem erfahrenen Anwender alle Funktionen außer Löschen von Methoden oder Ergebnissen und Anlegen von Anwendern. Nur der Administrator kann alle Funktionen ohne Einschränkungen nutzen.

1.2. Erzeugen einer Konfiguration zur Prüfung der RS-Konfiguration

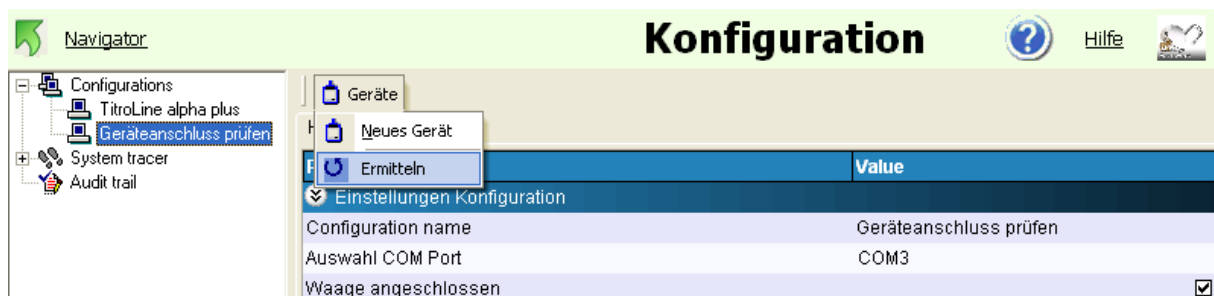


Es wird eine Konfiguration erstellt, indem der Menüpunkt <Konfiguration> und dort der Menüpunkt <Neu> ausgewählt wird. Es erscheint ein Dialogfenster, in dem mehrere Einträge gemacht werden können. Als erstes wird der Name eingetragen, in diesem Beispiel „Geräteanschluss prüfen“. Ein solcher Name wird nur zur Prüfung vergeben. Der Name sollte die Art der angeschlossenen Geräte deutlich machen, wie z.B. „TL alpha + mit TW alpha +“ oder den Standort, wie z.B. „Auftragslabor“. In der nächsten Zeile wird der COM-Port (RS 232-Schnittstelle) aus einer Reihe von verfügbaren Schnittstellen ausgewählt. An dieser Schnittstelle muss die Burette oder der Titrator angeschlossen sein.

Für eine endgültige Konfiguration muss noch die Waage abgekreuzt werden, wenn sie an einem Gerät als letztes in einer Reihe angeschlossen ist.



Nach dem Bestätigen mit <OK> kann auf der linken Seite des Bildschirms die neu angelegte Konfiguration ausgewählt werden. Vor „Configurations“ kann man auf das „+“ Zeichen klicken, es verwandelt sich in ein „-“, Zeichen und eine Liste der angelegten Konfigurationen erscheint. Wenn die die neu angelegte Konfiguration blau markiert ist, wird aus mit dem Menüpunkt <Hardware> und dann mit dem Menüpunkt <Ermitteln> die angeschlossene Titrationshardware geprüft und angezeigt.



In einem Fenster wird die Zahl der gefundenen Geräte angezeigt und die Geräte werden mit ihren Eigenschaften aufgelistet. Ein Haken in dem Feld <Gerät ist an> bedeutet, dass dieses Gerät beim aktuellen „Scan“ gefunden wurde.

Hardware	
Parameter	Value
Einstellungen Konfiguration	
Configuration name	Titration
Auswahl COM Port	
Waage angeschlossen	☐
Gerät 1	
Gerätename	TL_Alpha plus
Geräteadresse	1
Gerät ist an	☒
Unit size	20
Füllzeit Bürette [sec]	30
Dosierzeit Bürette [sec]	100
pH Steigung Messeingang A	0
pH Nullpunkt Messeingang A	0
pH Steigung Messeingang B	0
pH Nullpunkt Messeingang B	0
Gerät 2	
Gerätename	T 110
Geräteadresse	2
Gerät ist an	☐
Unit size	20
Füllzeit Bürette [sec]	30
Dosierzeit Bürette [sec]	100
Gerät 3	
Gerätename	TW280
Geräteadresse	3
Gerät ist an	☒

Wenn kein Gerät gefunden wurde, kann es liegen an:

- ☐ Falsche COM-Schnittstelle ausgewählt
- ☐ Die Schnittstellen im PC oder in den Titrationsgeräten sind nicht richtig konfiguriert.
- ☐ Die üblichen Übertragungsparameter sind: 4800 Baus, 7 Datenbits, keine Parität, kein Handshake.
- ☐ Das falsche Kabel verwendet. Gegenüber einem Nullmodemkabel sind die Pins 2 und 3 vertauscht.
- ☐ Achtung: Ein TW alpha plus kann nur auf 8 Datenbits eingestellt werden. In der Praxis wird die 2. Schnittstelle des vorher angeschlossenen TL alpha plus entsprechend anders konfiguriert.

Die Voreinstellungen des TL alpha plus sind für Schnittstelle **1 und 2**:

- 4800 Baud
- **7 Datenbit**
- 1 Stoppbit
- keine Parität
- kein Handshake

Wenn ein TL alpha plus angeschlossen ist, wird die Schnittstelle **2** im TL alpha plus geändert in:

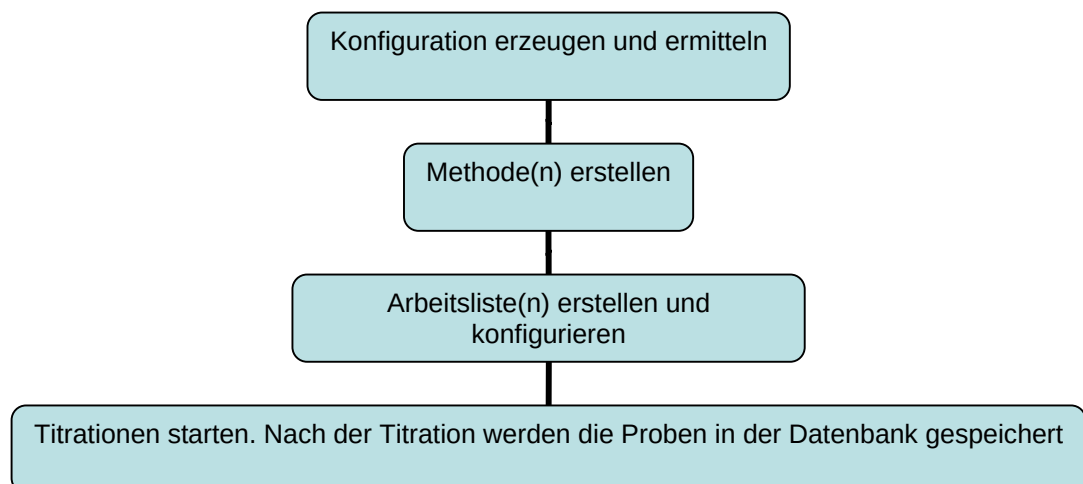
- 4800 Baud
- **8 Datenbit**
- 1 Stoppbit
- keine Parität
- kein Handshake

2. Allgemeines Vorgehen

Im ersten Schritt wird die Hardware an den PC angeschlossen und eingeschaltet. Danach wird eine Konfiguration erzeugt, das heißt, eine Sammelbezeichnung für alle angeschlossenen Geräte wird eingegeben. Nach der Auswahl der richtigen RS 232-Schnittstelle wird die Hardware automatisch ermittelt. Die Anzahl der gefundenen Geräte wird in einer Meldung angezeigt und alle Geräte werden mit ihren Eigenschaften in einer Liste aufgeführt. Nur Geräte, die in dieser Liste einen Haken in der Zeile „Gerät ist an“ haben, stehen innerhalb der Software zur Verfügung.

Im nächsten Schritt werden Methoden erstellt. In diesen Methoden können nur die Geräte ausgewählt werden, die bei einem Hardwarescan auch gefunden wurden. Die Methode kann eine Titration mit Berechnung beinhalten, einen Messwert oder eine Dosieraufgabe.

Der dritte Schritt ist die Erstellung einer Arbeitsliste. Eine Arbeitsliste beinhaltet eine Tabelle in der alle Proben und die zugehörigen Methoden mit den zugehörigen Einstellungen aufgelistet sind. In der Arbeitsliste werden zunächst mit der Einfügetaste die gewünschte Zahl Proben eingefügt und zu jeder Probe die zugehörige Methode aus einer Liste ausgewählt.



Während der Titration wird eine Online Grafik angezeigt. Nach der Titration werden die Ergebnisse und die Kurven in der Datenbank abgelegt.

2.1. Login

Wenn ein Anwender neu angelegt wird oder sich das erste Mal anmeldet, muss er sein Passwort eingeben. Dieses Passwort muss bestimmten Bedingungen genügen. Die Bedingungen werden vom Systemverwalter festgelegt und sind in einer „Installation Qualification“ oder SOP festgehalten. Die Bedingungen können sein:

- Länge des Passwortes
- Numerische Zeichen müssen enthalten sein
- Sonderzeichen müssen enthalten sein
- Gültigkeitsdauer



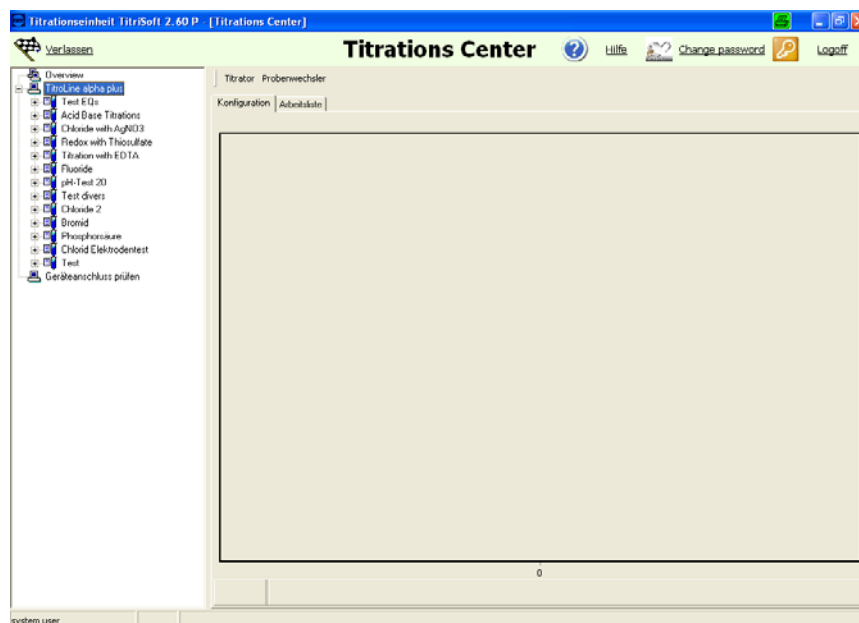
Wenn ein Passwort dreimal falsch eingegeben wurde, wird der Zugang für den betreffenden Anwender gesperrt. Diese Sperrung kann nur von einem Administrator wieder frei geschaltet werden.

Es werden folgende Anwenderebenen unterschieden:

- Routineanwender – Kann Analysen in Arbeitslisten abarbeiten und dokumentieren, kann Arbeitslisten erstellen und einstellen.
- Anwender – kann zusätzlich auf die Datenbank zugreifen zwecks nachträglicher Berechnung oder Dokumentation.
- Fachmann – kann zusätzlich Konfigurationen, Variable und Methoden erstellen und verändern. Kann auf alle wesentlichen Funktionen von TitriSoft zugreifen
- Laborleiter – kann zusätzlich zum Fachmann Proben und Methoden freigeben
- Administrator – beinhaltet zusätzlich die Anwender- und Systemverwaltung, kann unter bestimmten Bedingungen Methoden oder Ergebnisse löschen

Entsprechend sehen die Anwender auch nur „ihre“ Funktionen.

Bildschirm für den Routineanwender:



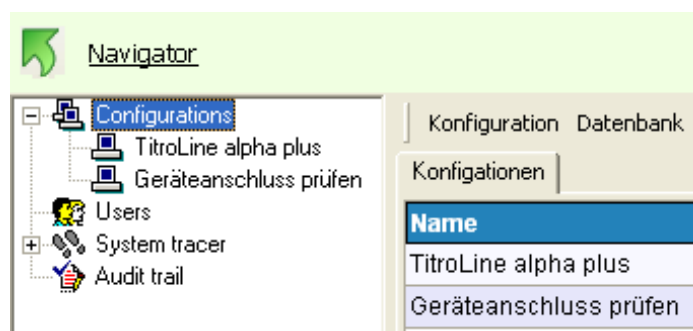
Bildschirm für den Anwender:



Bildschirm für den Fachmann und Laborleiter:



Zusätzliche Funktionen für den Administrator:



2.2. Konzept Erstellen und Prüfen der Konfiguration

Eine Konfiguration enthält alle Titrationsgeräte-Angaben, die TitriSoft benötigt. Es können beliebig viele Konfigurationen erzeugt werden. Methoden basieren auf den Geräten, die in einer Konfiguration enthalten sind und können auf die Geräte in anderen Konfigurationen nicht zugreifen. Konfigurationen werden im Hardware Center erzeugt. Die mindeste erforderliche Zugangsebene ist „Fachmann“.

Die Variablen in TitriSoft, wie z.B. Globale Variable, Ergebnisse und Reagenzien stehen aber allen Konfigurationen zur Verfügung.

In Kapitel 1 ist die erste Prüfung der angeschlossenen Geräte beschrieben. Wenn die Geräte sich „melden“, das heißt in der Hardware-Konfiguration an jedem Gerät ein Haken ist, bedeutet dies:

- Das Gerät ist bereit und kann in einer Methode verwendet werden.
- Das Gerät ist richtig angeschlossen.
- Die Kommunikation zwischen Titrationsgeräten und Computer sind in Ordnung.

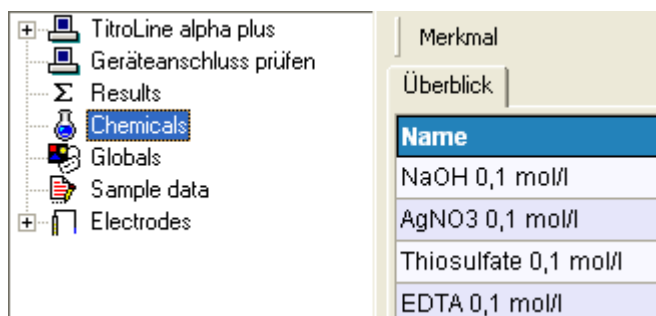
Der Namen einer Konfiguration sollte sinnvoll vergeben werden. Dies kann im Falle von mehreren Konfigurationen der Zweck sein oder die Zusammenstellung der Geräte. Folgende Namentypen werden häufig bei von uns vorgenommenen Installationen verwendet:

- Liste der angeschlossenen Geräte, z.B. TL alpha plus mit TW alpha plus.
- Zweck der Arbeitsliste: Geräteprüfung, Routineanalysen, Methodentest.
- Labornamen.

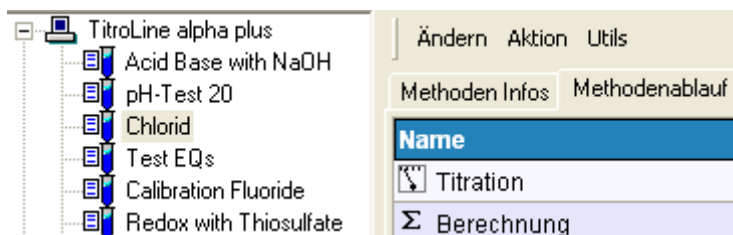
2.3. Konzept Erstellen der Methoden

Eine Methode beschreibt den Ablauf der Analyse mit all seinen Parametern und seinen Berechnungen. Die Voraussetzung ist eine Konfiguration. Sie wird in TitriSoft aus Bausteinen erstellt, die Variable und Parameter enthalten. Eine Methode besteht typischerweise aus einem Baustein „Titration“ und mindesten einem Baustein „Berechnung“. In einer Methode stehen nur die Geräte zur Verfügung, die in der Konfiguration enthalten sind. Die Geräte müssen „aktiv“ geschaltet sein. Geräte sind aktiv, wenn sie eingeschaltet sind und bei der Überprüfung einer Konfiguration erfolgreich ermittelt wurden.

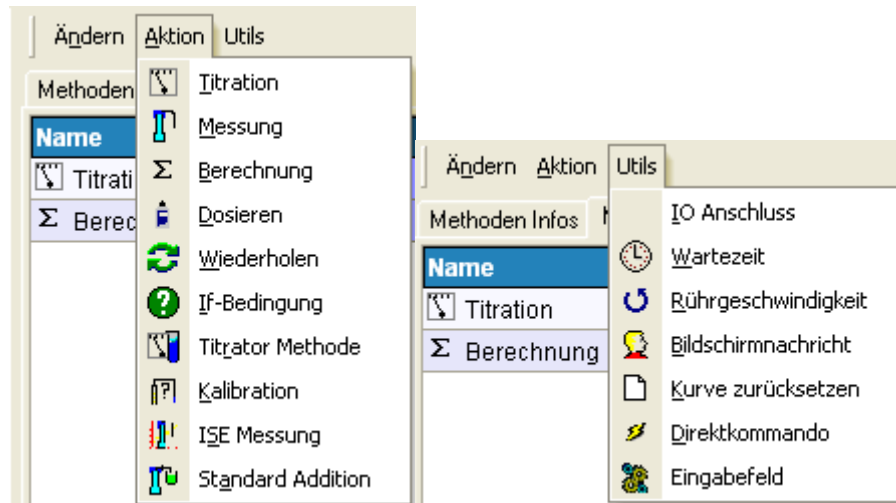
Im ersten Schritt der Methodenerstellung werden die benötigten Variablen definiert wie Reagenzien und Ergebnisse.



Im nächsten Schritt wird der Methode ein Namen gegeben und der Ablauf wird aus Bausteinen zusammengesetzt.



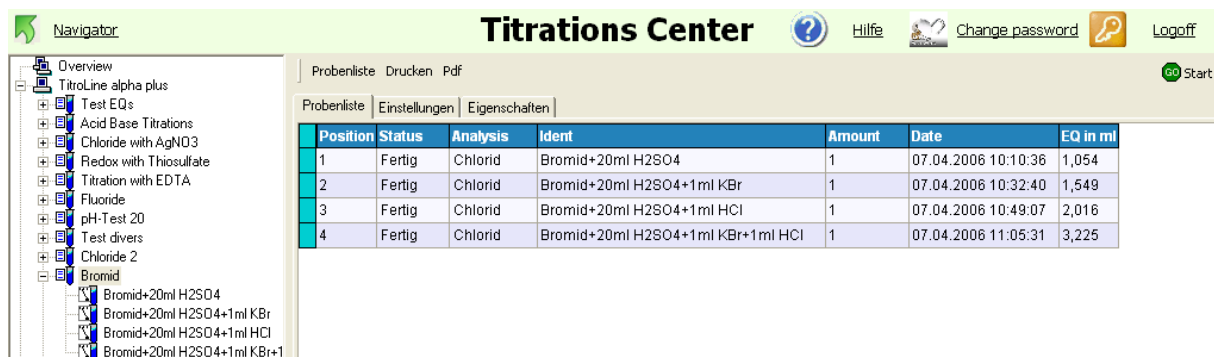
Dabei stehen viele Bausteine zur Verfügung, um eine Methode allen praktischen Anforderungen anpassen zu können.



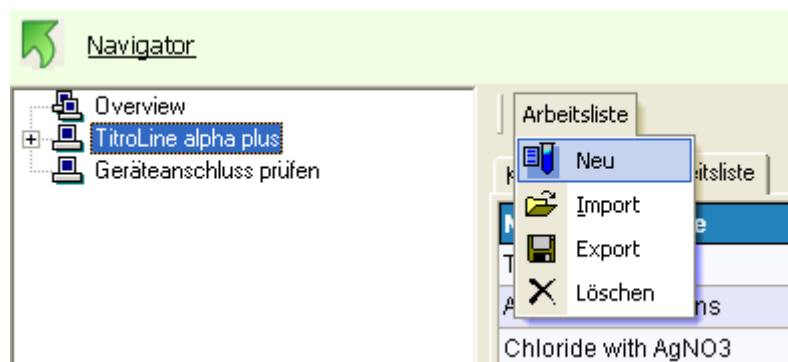
Die Details dazu sind in Kapitel 4 erklärt.

2.4. Konzept Erstellen einer Arbeitsliste

In einer Arbeitsliste werden die Methoden ausgeführt. In übersichtlicher Form werden die Proben eingetragen und zu jeder Probe die Methode ausgewählt. In einer Arbeitsliste wird auch definiert, wie die Probenliste aussehen soll. Dies betrifft die Darstellung auf dem Bildschirm ebenso wie die Darstellung bei der Dokumentation.



In dieser Ebene wird eine Titration gestartet und die Online Darstellung der Titrationskurve ist sichtbar, wenn der Konfigurationsname auf der linken Seite markiert ist.



Eine Arbeitsliste wird neu erstellt, die Proben werden eingefügt und die Eigenschaften werden definiert. Die Eigenschaften sind z.B.:

- Art und Aussehen der Dokumentation

- Probenwechsler oder Einzelprobe
- Datenexport
- Einwaagegrenzen

Titration Center  [Hilfe](#)  [Char](#)

Drucken Pdf

Probenliste | Einstellungen | Eigenschaften

Parameter	Value
Einstellungen Waage	
Kleinste Probenmenge	0
Maximale Probenmenge	100
Einstellungen Ausgabe	
Form der Ausgabe	Probenliste (Hochkant)
Selbst definierter Ausdruck	☐
Titel für Ausgabe	
Automatisch drucken	☐
Exporte am Ende der Arbeitsliste	☐
Export csv-Datei	
Einstellungen Probenwechsler	
Anzahl der Positionen	16
Leere Positionen überspringen	☒
Mit erster Position fortfahren, wenn Arbeitsliste beendet	☐
Art des Spülens	Spülen in den letzten zwei Positionen
Spüldauer	15
Absenken des Titrierkopfes in % beim Spülen	95
Aktion am Ende der Arbeitsliste	Titrierkopf oben lassen
Absenken des Titrierkopfes in % bei der Titration	97

Eigenschaft Drucken Pdf 

Probenliste | Einstellungen | Eigenschaften

Eigenschaft		Titel	Probenliste	Bericht	Export
Position	System	Position	☒	☐	☐
Status	System	Status	☒	☐	☐
Methode	System	Analysis	☒	☐	☐
Bezeichnung	System	Ident	☒	☐	☐
Probenmenge	System	Amount	☒	☐	☐
Analysendatum	System	Date	☒	☐	☐
Anwender	System	User	☐	☐	☐
EQ2-EQ1	Ergebnis	EQ2-EQ1	☒	☒	☐
EQ 1 in ml	Ergebnis	EQ 1 in ml	☒	☒	☐
EQ 2 in ml	Ergebnis	EQ 2 in ml	☒	☒	☐

2.5. Konzept Titrieren mit einer Arbeitsliste

In einer Probenliste wird eine Probe eingetragen. Dazu wird eine Probe (z.B. mit der Einfügetaste auf der PC Tastatur) neu eingefügt. Die Methode wird ausgewählt und die Einwaage eingetragen. Natürlich kann die Einwaage auch von einer angeschlossenen Waage automatisch übernommen werden. Jede neue Probe hat den Status „In Vorbereitung“ bis die Probenliste gestartet wird.

Probenliste Drucken Pdf									
Probenliste Einstellungen Eigenschaften									
Position	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ2-EQ	EQ 2 in r	EQ 1 in r	
1	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 23	29,5375	25.04.2008 15:48:18	5,944	14,807	8,863	
2	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 24	29,2047	25.04.2008 15:59:24	5,879	14,683	8,804	
3	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 25	29,8888	25.04.2008 16:10:55	6,018	14,960	8,942	
4	In Vorbereitung	Phosphorsäure		29,3455					

Die Probe kann jetzt titriert werden dazu wird das Startsymbol in oberer rechter Ecke angeklickt.

Titration Center

[Hilfe](#)

[Change password](#)

[Logoff](#)



Eigenschaften

Analysis	Ident	Amount	Date	EQ2-EQ	EQ 2 in r	EQ 1 in r
Phosphorsäure	Einwaage 23	29,5375	25.04.2008 15:48:18	5,944	14,807	8,863
Phosphorsäure	Einwaage 24	29,2047	25.04.2008 15:59:24	5,879	14,683	8,804
Phosphorsäure	Einwaage 25	29,8888	25.04.2008 16:10:55	6,018	14,960	8,942
In Vorbereitung		29,3455				

Der Status ändert sich auf „aktiv“ und die Online Grafik kann angezeigt werden, indem der Konfigurationsname oben links im „Explorer“-fenster angezeigt wird.



Nach Beendigung der Titration wird das Ergebnis mit der Titrationskurve in der Datenbank gespeichert, die Ergebnisse werden in der Probenliste angezeigt. Die Titrationskurven sind im Titrations-Center sichtbar, bis das Programm beendet wird.

3. Hardware Center

Im Hardware Center findet die Konfiguration der Titrationssoftware statt. Es werden dargestellt und konfiguriert:

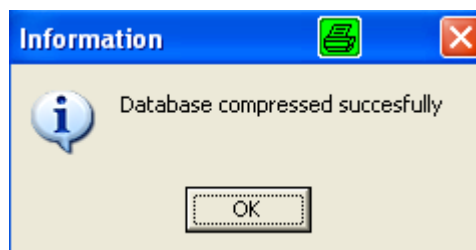
- Konfigurationen mit der angeschlossenen Hardware
- Anwender mit Ihren Rechten
- Sicherung der Datenbank
- Regel für Passwörter
- Audit Trail für die FDA Anforderungen
- Systemtracer für die Lösung von Problemen mit der Hardware.

Die Funktionen der FDA Version von TitrSoft (Version 2.6 P) werden in dem Kapitel mit den FDA Merkmalen beschrieben.

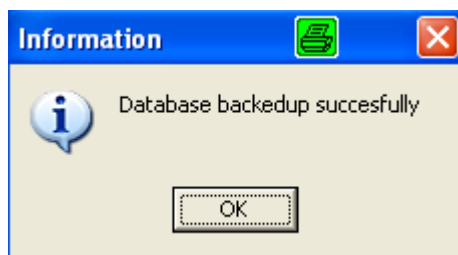
In den allgemeinen Einstellungen sind Datensicherung der kompletten Datenbank möglich und eine Komprimierung der Datenbank. Die Komprimierung wird empfohlen, wenn Daten gelöscht wurden. Die Felder in der Datenbank sind zwar leer, belegen aber nach wie vor Platz. Dieser Platz wird durch die Funktion „Reparieren und komprimieren“ wieder komprimiert, die Datenbank kann je nach Anzahl der gelöschten Einträge auf bis zu 10% der Originalgröße schrumpfen.



Eine erfolgreiche Kompression wird auf dem Bildschirm mit einer Meldung angezeigt.



Eine Meldung zur Datensicherung erfolgt in Zeiträumen, die bei den User-Einstellungen vorgegeben ist. Sie kann jedoch jederzeit manuell durchgeführt werden. Die erfolgreiche Sicherung wird durch eine Meldung auf dem Bildschirm angezeigt.



M TSoftv26 FDA.ldb	1 KB	Informationen zur ...	14.05.2006 12:35
M TSoftv26 FDA.mdb	1.300 KB	Microsoft Access-D...	14.05.2006 12:34
titrisoft.ini	1 KB	Konfigurationseinst...	14.05.2006 12:34
M TSoftv26 FDA 14.05.2006 12-34-23.mdb	1.932 KB	Microsoft Access-D...	14.05.2006 12:27
M TSoftv26 FDA 14.05.2006 12-28-02.mdb	1.932 KB	Microsoft Access-D...	14.05.2006 12:27

Es wird eine Kopie mit dem Namen der Datenbank erzeugt, bei der Datum und Uhrzeit hinzugefügt werden. Im TitriSoftverzeichnis ist dann eine mdb-Datei mit dem Namen der Datenbank vorhanden, eine ldb-Datei die anzeigt, dass die Datenbank geöffnet ist und die Datensicherungen, bei denen Datum und Uhrzeit hinzugefügt wurden.

3.1. Erstellen einer Konfiguration

Die Konfiguration ist die zusammenfassende organisatorische Einheit, die alle Methoden und die dafür notwendigen Geräte enthält. Alle Geräte müssen eine unterschiedliche Adresse haben. Zunächst werden alle Geräte angeschlossen und eingeschaltet. Beim Anschluss der Geräte können in seltenen Fällen Fehler auftreten. In der Praxis wurden folgende Fehler beobachtet:

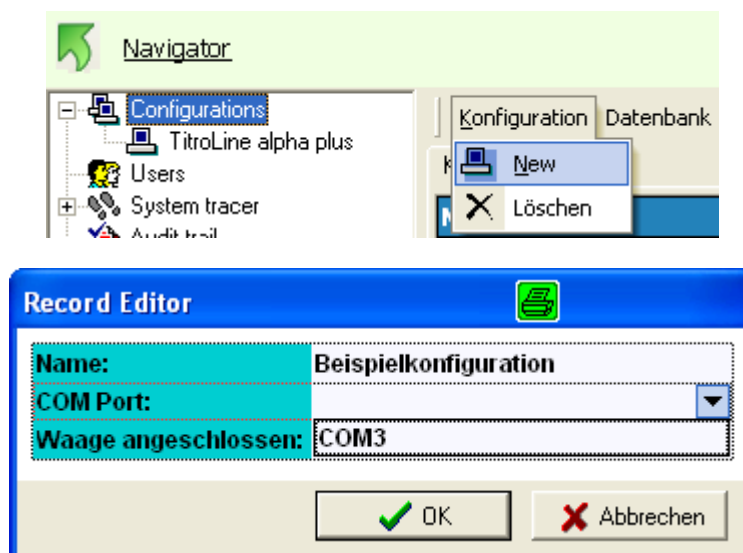
- Falsche Kabel (Nullmodemkabel sind nicht geeignet, weil die Belegung der Pins 2 und 3 sich unterscheidet).
- Eine RS-Schnittstelle steht unter WINDOWS nicht zur Verfügung
- Der PC verfügt nur über USB Schnittstellen. Hier sind entsprechende Adapter verfügbar. Nach deren Installation zeigt WINDOWS die Schnittstelle an.
- Die Schnittstellen an den Geräten sind nicht richtig konfiguriert. Der Probenwechsler kann nur 8 Datenbits verarbeiten, die Standardeinstellung der meisten Geräte sind jedoch 7 Datenbits.
- Geräte haben die identische Adresse, es wird nur das erste Gerät mit dieser Adresse erkannt.

Bei der Analyse der Probleme hilft der Systemtracer, der an späterer Stelle beschrieben wird.

Es können beliebig viele Konfigurationen erstellt werden. Typisch ist aber eine Konfiguration. Sollen mehrere Geräte parallel zur gleichen Zeit betrieben werden, wird für jedes Gerät eine eigene Konfiguration erstellt. Zum parallelen Betrieb müssen diese Konfigurationen über unterschiedliche RS Schnittstellen des PCs betrieben werden.

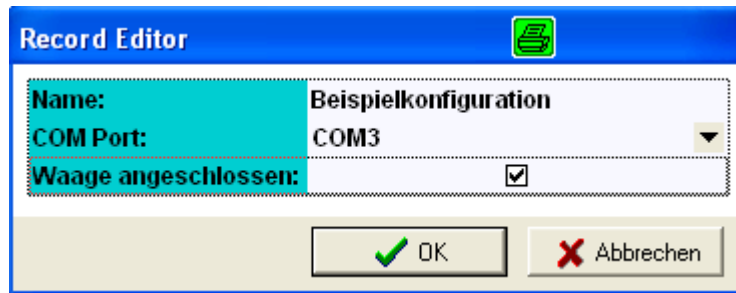
3.2. Neue Konfiguration erstellen

Der erste Schritt in TitriSoft nach der Installation ist die Erstellung einer Konfiguration. Die Konfiguration enthält die gesamten Geräteinformationen, die TitriSoft braucht, um titrieren zu können.

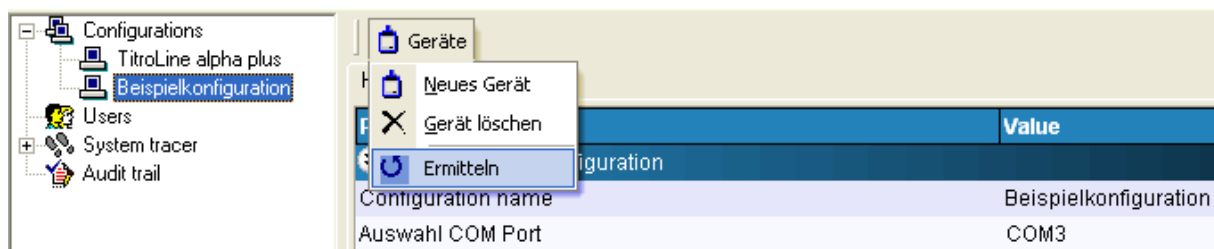


Der Name ist ein wichtiges Organisations- und Ordnungsmerkmal für die Routinearbeit und sollte daher nach entsprechenden Kriterien vergeben werden. Zusätzlich muss die COM-Schnittstelle des PC ausgewählt werden, an der die Geräte angeschlossen sind. Es werden alle unter WINDOWS verfügbaren Schnittstellen des PCs angezeigt.

Wenn eine Waage automatisch angeschlossen ist, wird in dem Fenster dieser Punkt markiert. Dies kann auch jederzeit später erfolgen.



Die angeschlossenen Geräte können jetzt automatisch ermittelt werden. Dazu müssen die Geräte an der COM-Schnittstelle angeschlossen sein und eingeschaltet sein. Es ist darauf zu achten, dass das erste Gerät mit seiner Schnittstelle 1 an den Computer angeschlossen ist, das zweite Gerät mit seiner Schnittstelle 1 an die Schnittstelle 2 des ersten Gerätes.



Nach dem Hardwarescan wird mit einer Meldung angezeigt, wie viele Geräte gefunden werden. Alle Geräte werden aufgelistet und auf aktiv geschaltet.

Wird kein Gerät oder nur ein Teil der Geräte erkannt, müssen überprüft werden:

- Einstellungen der Datenübertragungsparameter der Geräte
- Verkabelung und ausgewählte RS Schnittstellen
- Kabel und Stecker (Originalkabel, Korrosion,..)
- Alle Geräte eingeschaltet?
- Alle Geräte bereit zur Kommunikation?

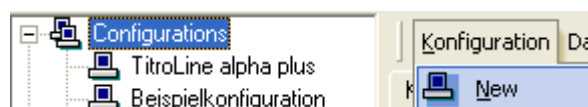
Geräte	
Hardware	
Parameter	Value
Einstellungen Konfiguration	
Configuration name	TitroLine alpha plus
Auswahl COM Port	COM3
Waage angeschlossen	☒
Gerät: 1	
Gerätename	TI_Alpha plus
Geräteadresse	1
Gerät ist an	☒
Unit size	20
Füllzeit Bürette [sec]	30
Dosierzeit Bürette [sec]	100
pH Steigung Messeingang A	0
pH Nullpunkt Messeingang A	0
pH Steigung Messeingang B	0
pH Nullpunkt Messeingang B	0
Gerät: 2	
Gerätename	T 110
Geräteadresse	2
Gerät ist an	☒
Unit size	20
Füllzeit Bürette [sec]	30
Dosierzeit Bürette [sec]	100
Gerät: 3	
Gerätename	TW280
Geräteadresse	3
Gerät ist an	☒

Geräte	
Hardware	
Parameter	Value
Einstellungen Konfiguration	
Configuration name	Neue Konfiguration
Auswahl COM Port	COM3
Waage angeschlossen	☒
Gerät: 1	

3.3. Zusätzliche Konfiguration erstellen

Eine weitere Konfiguration wird nach dem gleichen Muster erstellt:

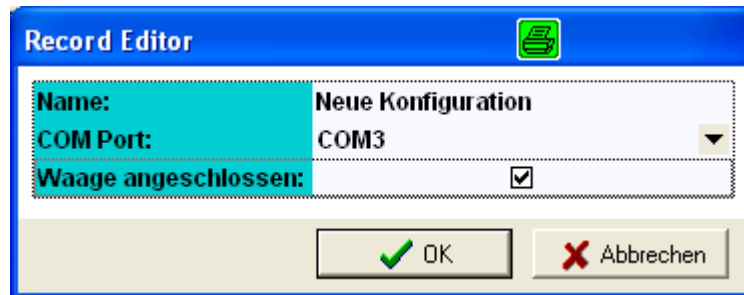
- Namen für neue Konfiguration eingeben
- RS-Schnittstelle auswählen
- Waage aktivieren, wenn direkt angeschlossen
- Hardware ermitteln



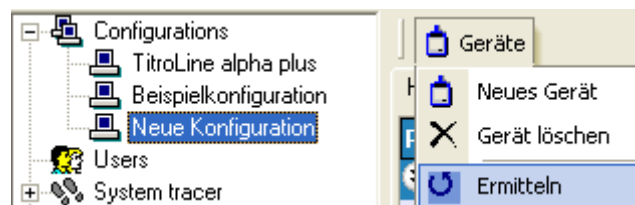
Zunächst auf der linken Seite „Configurations“ markiert und dann wird der Menüpunkt „Konfiguration“ und „Neu“ ausgewählt. Es erscheint ein Fenster mit der Bezeichnung „Record Editor“. Dort wird der

Name der Konfiguration eingetragen. Der Name sollte nach den gleichen Kriterien vergeben werden, wie das schon beim Erstellen der Konfiguration empfohlen ist.

Die verfügbaren Schnittstellen werden angezeigt und die Schnittstelle mit den angeschlossenen Geräten wird ausgewählt. Ist eine Waage angeschlossen, wird das entsprechende Feld markiert.

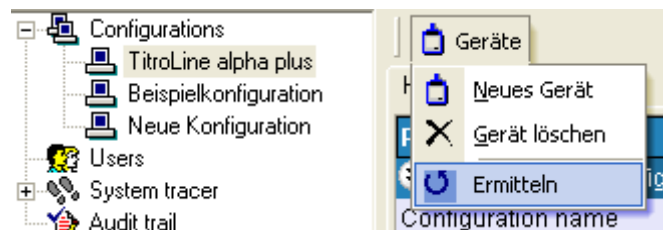


Anschließend wird die Konfiguration ermittelt und angezeigt, wie das schon bei der ersten Konfiguration der Fall war.



3.4. Überprüfen einer Konfiguration

Die Konfiguration wird markiert und der Menüpunkt „Geräte“ und „Ermitteln“ ausgewählt. Nach kurzer Zeit wird in einem Fenster die Anzahl der angeschlossenen Geräte angezeigt. Während des Vorganges erscheint eine Sanduhr. Erscheint diese Sanduhr nicht, kann TitriSoft die serielle Schnittstelle nicht ansprechen. Dann muss die serielle Schnittstelle überprüft werden.



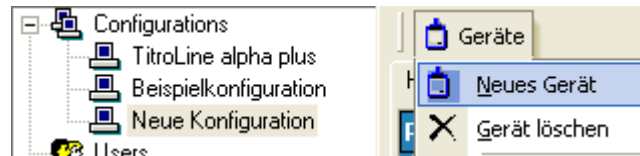
Nach der Ermittlung werden alle ermittelten Geräte angezeigt. Alle Geräte, die einen Haken bei „Gerät ist an“ haben, konnten erkannt werden. Da beim Daisy Chain Prinzip alle Geräte nacheinander geschaltet sind, können Geräte nach einem ausgeschalteten oder defekten Gerät nicht mehr erkannt werden.

Gerät 1	
Gerätename	Ti_Alpha plus
Geräteadresse	1
Gerät ist an	☒
Unit size	20
Füllzeit Bürette [sec]	30
Dosierzeit Bürette [sec]	100

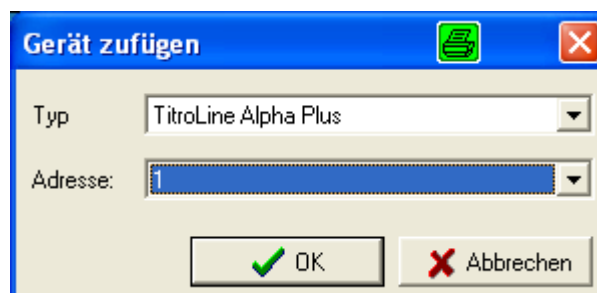
3.5. Ergänzen oder Löschen von Geräten

Wenn an einer Konfiguration neue Geräte hinzugefügt werden, können diese durch eine neue Ermittlung erkannt werden, wie es schon in bei der Erstellung einer neuen Konfiguration beschrieben wurde.

Geräte können auch ohne dass sie angeschlossen sind, einer Konfiguration hinzugefügt werden. Es stehen dann aber einige Eigenschaften nicht zur Verfügung.



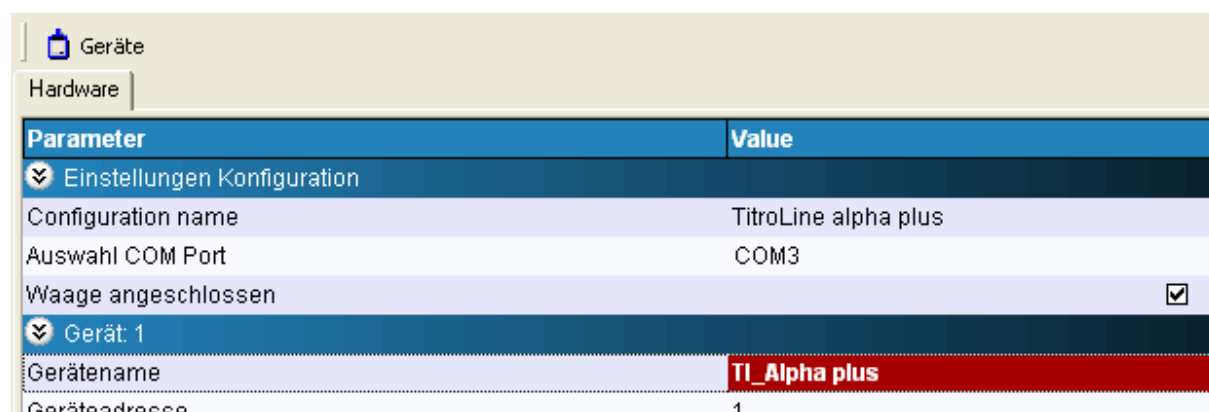
Die Konfiguration wird markiert und der Menüpunkt „Geräte“ und „Neues Gerät“ ausgewählt. Er erscheint ein Fenster, in dem das Gerät und die Adresse ausgewählt werden können.



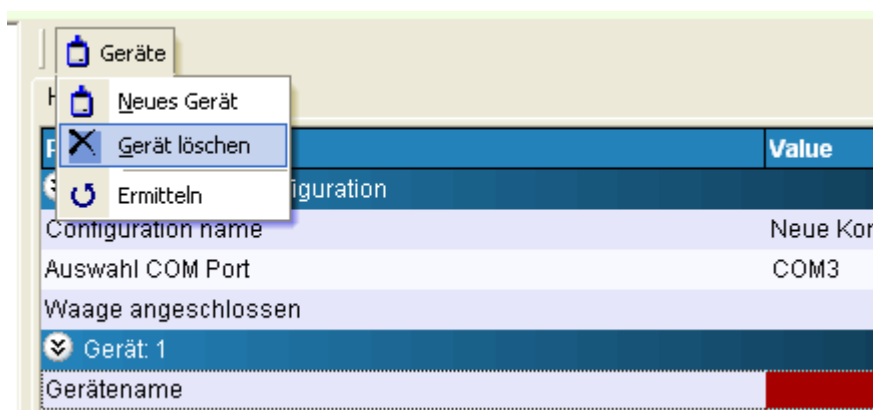
Bei einem TL alpha plus erscheint kein Name und das Gerät hat keine Markierung beim Menüpunkt „Gerät ist an“. Die Parameter für den Aufsatz, Dosiergeschwindigkeit, Füllgeschwindigkeit sind nur Voreinstellungen. Die Kalibrationswerte der pH-Elektroden sind auf „0“ gesetzt, da sie ja (noch) nicht existieren.

Geräte	
Hardware	
Parameter	Value
Einstellungen Konfiguration	
Configuration name	Neue Konfiguration
Auswahl COM Port	COM3
Waage angeschlossen	☒
Gerät: 1	
Gerätenamen	
Geräteadresse	1
Gerät ist an	☐
Unit size	20
Füllzeit Bürette [sec]	30
Dosierzeit Bürette [sec]	100
pH Steigung Messeingang A	0
pH Nullpunkt Messeingang A	0
pH Steigung Messeingang B	0
pH Nullpunkt Messeingang B	0

Ein Gerät kann in einer Konfiguration gelöscht werden, indem zunächst die Zeile mit dem Gerätenamen markiert wird.



Mit dem Menüpunkt „Geräte“ und „Gerät löschen“ wird das Gerät aus der Konfiguration gelöscht.



3.6. Kompatibilitätsliste von Geräten

Die Geräte können grundsätzlich nach den Eigenschaften Dosieren und Messen eingeteilt werden. Ein Dosiergerät hat die Merkmale: Aussatzgröße, Dosiergeschwindigkeit und Füllgeschwindigkeit, sofern das Gerät diese Einstellungen per Software unterstützt. Ein Titrator kann messen und benötigt für die pH-Werte die Kalibrationswerte Steilheit und Nullpunkt. Die Messeinheit wird entsprechend angezeigt.

Probenwechsler TW xxx werden im Titrations-Center konfiguriert und haben die Eigenschaften:

- Tellergröße
- Spülpositionen
- Anschluss einer Spülpumpe
- Warteposition (Position für die Elektrode nach der Titration)

Die folgende Tabelle zeigt die verfügbaren Geräte und ihre Eigenschaften an.

Gerät	Dosieren	Messen	pH Kalibration
TL alpha plus	■ 1, 5, 10, 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit ■ Füllgeschwindigkeit	■ Messeingänge A und B ■ pH, mV, μA, $^{\circ}$C, s	Am Titrator
TL alpha	■ 10, 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit ■ Füllgeschwindigkeit	■ Messeingang A ■ pH, mV, μA, $^{\circ}$C, s	Am Titrator
TR 250	-	■ Messeingänge A und B ■ pH, mV, μA, $^{\circ}$C, s, %T, mS	Im Titrations-Center von TitriSoft

T 110 plus	■ 1, 5, 10, 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit ■ Füllgeschwindigkeit	-	-
T 200	■ 1, 5, 10, 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit ■ Füllgeschwindigkeit	-	-
T 110	■ 1, 5, 10, 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit ■ Füllgeschwindigkeit	-	-
T Universal	■ 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit	-	-
T 97	■ 20, 50 ml ■ Dosiergeschwindigkeit	-	-
TW alpha plus	-	-	-
TW alpha	-	-	-
TW 280	-	-	-

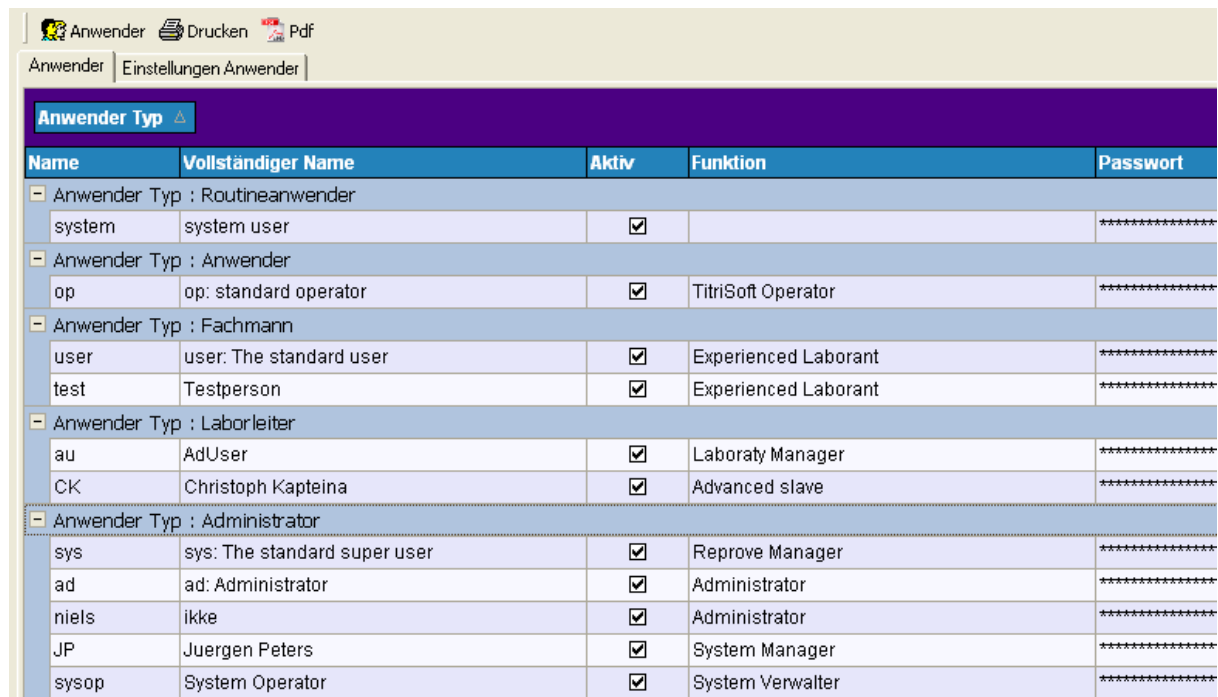
3.7. Anlegen von Anwendern

Der Menüpunkt für die Konfiguration von Anwendern steht nur Anwendern mit der Berechtigung „Administrator“ zur Verfügung. Andere Anwender können diesen Menüpunkt nicht sehen.



Die Anwender haben folgende Eigenschaften:

- Anwenderberechtigung oder –typ
- Anmeldenamen
- Vollständiger Name
- Funktion
- Aktiv oder inaktiv
- Passwort



The screenshot shows a web application interface for managing users. At the top, there are icons for 'Anwender', 'Drucken', and 'Pdf'. Below these are tabs for 'Anwender' and 'Einstellungen Anwender'. The main content area is titled 'Anwender Typ' and displays a table of users grouped by type. The table has columns: Name, Vollständiger Name, Aktiv, Funktion, and Passwort. The groups are: Routineanwender (system user), Anwender (op: standard operator), Fachmann (user: The standard user, test: Testperson), Laborleiter (au: AdUser, CK: Christoph Kapteina), and Administrator (sys: The standard super user, ad: Administrator, niels: ikke, JP: Juergen Peters, sysop: System Operator). All users are marked as 'Aktiv'.

Name	Vollständiger Name	Aktiv	Funktion	Passwort
Anwender Typ : Routineanwender				
system	system user	☒		*****
Anwender Typ : Anwender				
op	op: standard operator	☒	TitriSoft Operator	*****
Anwender Typ : Fachmann				
user	user: The standard user	☒	Experienced Laborant	*****
test	Testperson	☒	Experienced Laborant	*****
Anwender Typ : Laborleiter				
au	AdUser	☒	Laboraty Manager	*****
CK	Christoph Kapteina	☒	Advanced slave	*****
Anwender Typ : Administrator				
sys	sys: The standard super user	☒	Reprove Manager	*****
ad	ad: Administrator	☒	Administrator	*****
niels	ikke	☒	Administrator	*****
JP	Juergen Peters	☒	System Manager	*****
sysop	System Operator	☒	System Verwalter	*****

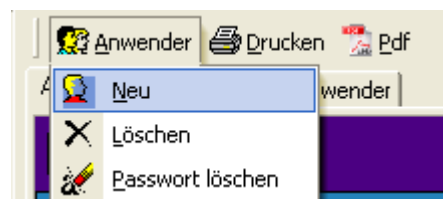
Passwörter werden nicht angezeigt.

Die Sortierung (auch mehrfache) ist einfach möglich, indem das Überschriftenfeld mit der Maus markiert wird und dann mit der Maus nach oben gezogen wird.



Eine Sortierung nach bestimmten Feldern ist möglich, indem die Überschrift angeklickt wird.

Ein neuer Anwender wird über den Menüpunkt „Anwender“ und „Neu“ angelegt.



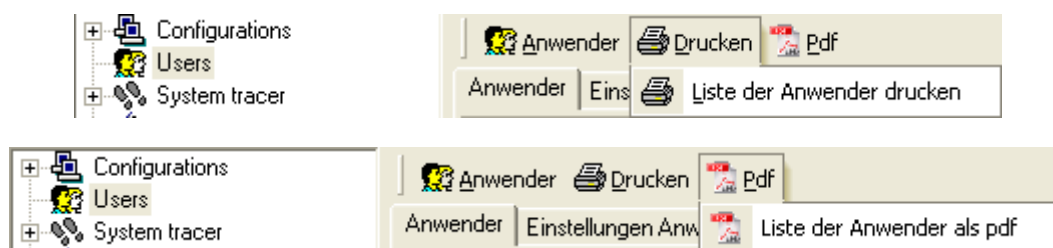
Der Anwender Typ wird aus Liste ausgewählt, die Funktion ausgewählt oder eingetragen. Der Name ist der Einlog-Name, der in der Dokumentation durch den vollständigen Namen ersetzt wird. Der Anwender wird aktiv geschaltet und gegebenenfalls mit einem Passwort versehen. Dieses Passwort muss beim ersten Login ersetzt werden. Wenn kein Passwort vergeben wird, braucht auch im Login-Fenster kein Passwort eingetragen werden.

Record Editor

Anwender Typ:	Routineanwender
Name:	Rambo
Vollständiger Name:	Rita Rambach-Bosel
Aktiv:	☒
Funktion:	Titrationen-Laborantin
Passwort:	

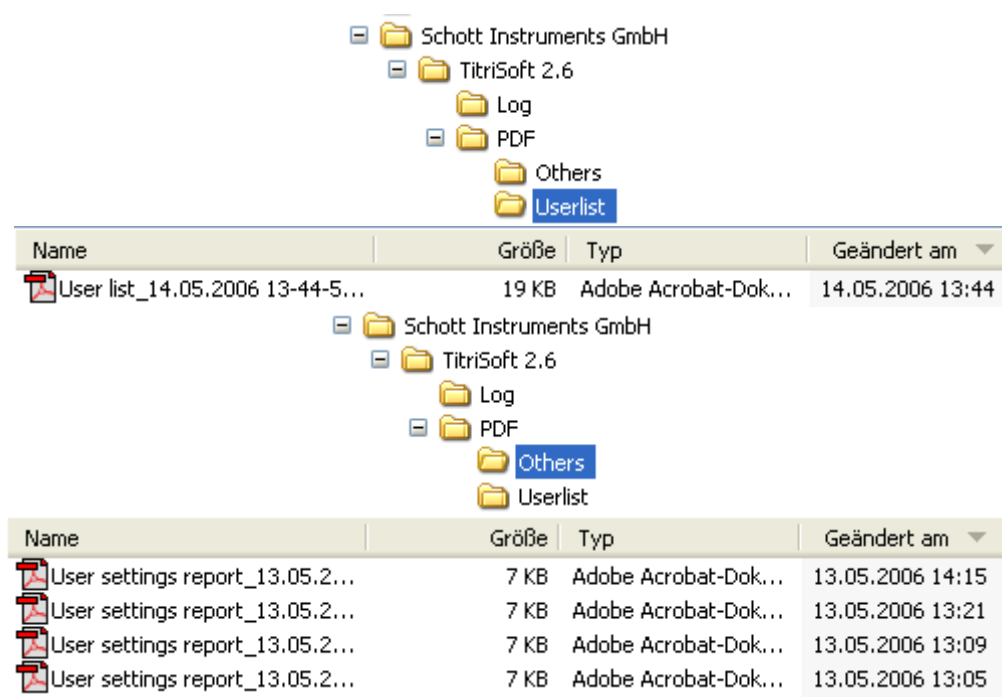
OK Abbrechen

Eine Liste der Anwender lässt sich, auch sortiert nach bestimmten Kriterien, drucken oder als pdf-Datei speichern.



Der Ausdruck ist vordefiniert und kann nur durch die Sortierkriterien und die Sortierung der Spalten angepasst werden.

Die pdf-Ausgabe erfolgt automatisch mit vordefiniertem Namen in ein vordefiniertes Verzeichnis. Die Liste der Anwender „User“ im Verzeichnis „Userlist“, die einzelnen Anwender unter „Others“.



User list grouped on : Anwender Typ				
Administrator				
Name	Vollständiger Name	Aktiv	Funktion	Passwort
sysop	System Operator	Wahr	System Verwalter	*****
Routineanwender				
system	system user	Wahr		*****
Fachmann				
user	user: The standard user	Wahr	Experienced Laborant	*****
Administrator				
sys	sys: The standard super user	Wahr	Reprove Manager	*****

3.8. Anwenderkonzept mit Berechtigungen

Es werden folgende Anwender-Typen unterschieden:

- Routineanwender – Kann Analysen in Arbeitslisten abarbeiten und dokumentieren, kann Arbeitslisten erstellen und einstellen.
- Anwender – kann zusätzlich auf die Datenbank zugreifen zwecks nachträglicher Berechnung oder Dokumentation.
- Fachmann – kann zusätzlich Konfigurationen, Variable und Methoden erstellen und verändern. Kann auf alle wesentlichen Funktionen von TitriSoft zugreifen
- Laborleiter – kann zusätzlich zum Fachmann Proben und Methoden freigeben
- Administrator – beinhaltet zusätzlich die Anwender- und Systemverwaltung, kann unter bestimmten Bedingungen Methoden oder Ergebnisse löschen

Die beiden Typen Routineanwender und Anwender können Titrations ablaufen lassen und die Arbeit im Titrations-Center organisieren. Dazu können sie Arbeitslisten erstellen, Probenlisten konfigurieren und auch jederzeit dokumentieren. Grafiken stehen jedoch nur solange zur Verfügung, bis die Software verlassen wurde. Danach ist die Grafik nur noch in der Datenbank sichtbar. Anwender können zusätzlich mit der Datenbank arbeiten. Dort ist es auch möglich Nachberechnungen durchzuführen und weitere Dokumentationen zu erstellen.

Der Fachmann kann im Grunde alle Funktionen der Software nutzen, außer Freigaben und die Administrator Funktionen.

Die Administrator Funktionen sind:

- Anwenderverwaltung
- Alle Löschfunktionen

Löschfunktionen sind automatisch mit einer vollständigen Kopie der ganzen Datenbank verbunden.

Die Anforderungen an das Passwort können vom Administrator global für alle Anwender festgelegt werden:

- Intervall für Passwortänderungen in Tagen (Automatisch erfolgt die Abfrage eines neuen Passwortes nach diesem Intervall)
- Mindestlänge des Passwortes in Zeichen, Zahlen oder Buchstaben
- Eine Markierung bei „Zahl erforderlich“ bedeutet, dass mindestens eine Zahl im Passwort vorhanden sein muss
- Eine Markierung bei „Sonderzeichen erforderlich“ bedeutet, dass mindestens ein Sonderzeichen neben den Buchstaben und Zahlen im Passwort vorhanden sein muss.

Die Einstellungen für eine Erinnerung an die Speicherung der Datenbank werden vom Administrator auch hier vorgenommen. Das Intervall bezieht sich auf Tage. Die Einstellungen sind an dieser Stelle untergebracht, weil hier nur der Administrator zugreifen kann.

Anwender	Einstellungen Anwender
Password settings	
Intervall für Änderung	90
Mindestlänge Passwort	2
Zahl erforderlich	☐
Sonderzeichen erforderlich	☐
Einstellungen Datenbank	
Backup Intervall	7

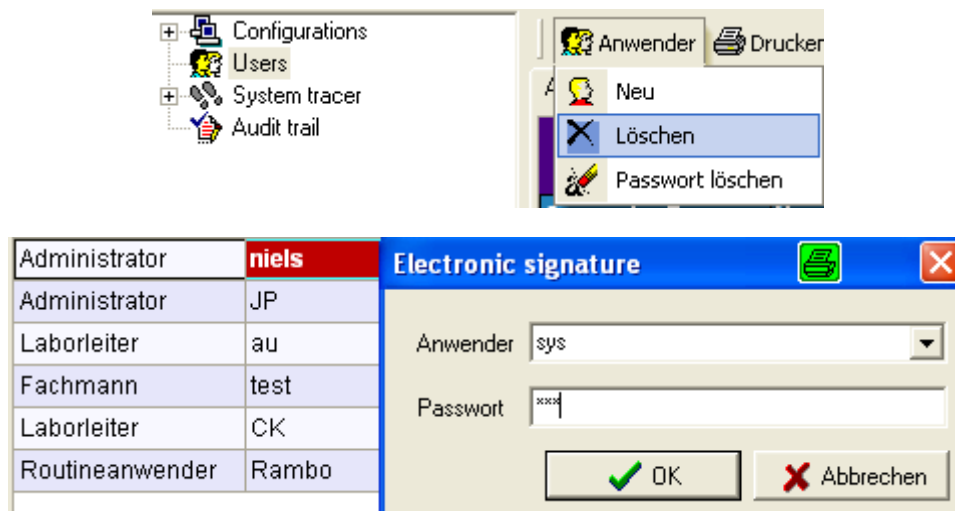
3.9. Erstellen und Löschen eines Anwenders

Anwender werden angelegt, wie in Kapitel 3.7 beschrieben.

Anwender können nur so lange gelöscht werden, wie keine Datensätze mit ihnen verbunden sind. Sobald ein Anwender Methoden erstellt oder Analyseergebnisse erzeugt hat, kann ein Anwender nicht mehr gelöscht werden.

Wie bei jedem Löschvorgang ist auch hier die Eingabe einer weiteren Person erforderlich. Da nur Administratoren Berechtigung zur Anwenderverwaltung haben, muss diese Person natürlich Administratorenrechte haben.

Der Löschvorgang findet über das Menü „Anwender“ „Löschen“ statt. Die Bestätigung einer weiteren Person mit Berechtigung ist erforderlich.



Eine Sicherheitsmeldung verhindert unbeabsichtigte Löschungen.

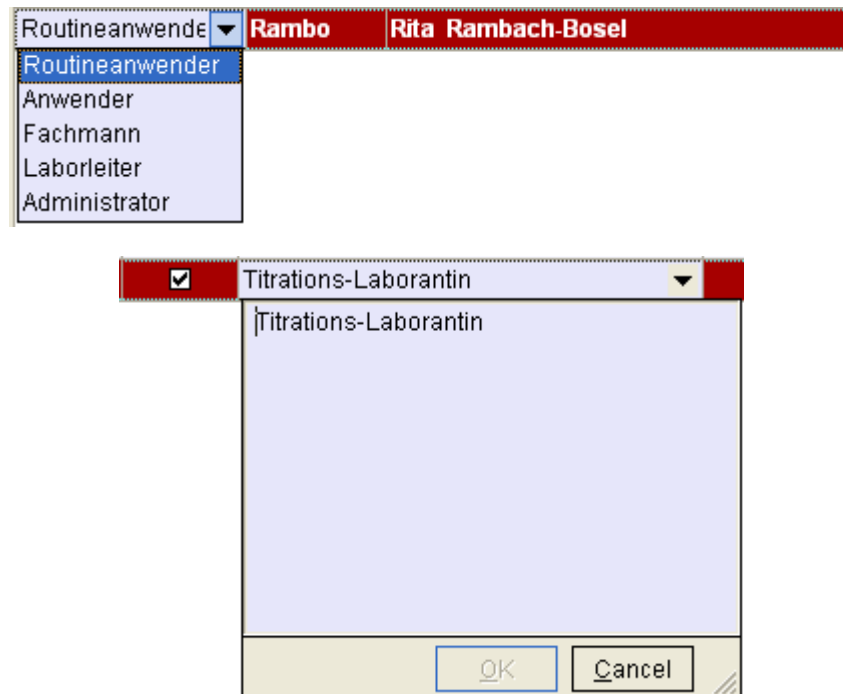




Sobald „Elektronische Datensätze“ des Anwenders in der Datenbank vorhanden sind, ist eine Löschung nicht mehr möglich!

3.10. Ändern Anwenderlevel und Passwort

Eine Änderung von Berechtigungsebene, des vollständigen Namens und der Aufgabe im Labor können durch editieren jederzeit verändert werden. In der FDA-Version wird dabei ein Eintrag im Audit Trail erzeugt.



Auch die Aktivierung oder Deaktivierung ist entsprechend möglich.

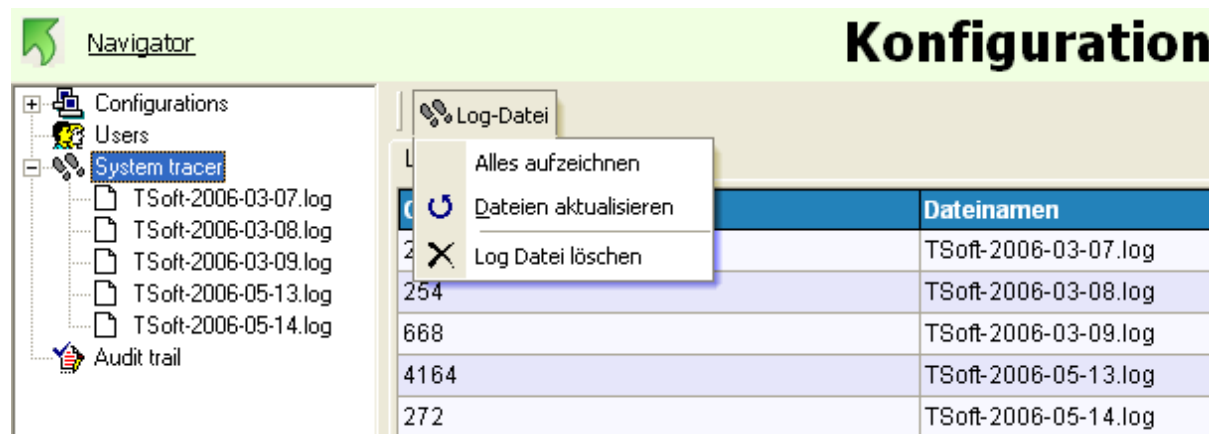


Ein Passwort kann durch den entsprechenden Menüeintrag erfolgen oder indem das Passwort des Anwenders markiert und gelöscht wird. Hat ein Anwender kein Passwort, so kann er ein neues Passwort beim Start der Software vergeben und braucht kein altes Passwort einzugeben.



3.11. Tracen der RS-Konfiguration und des Methodenablaufs

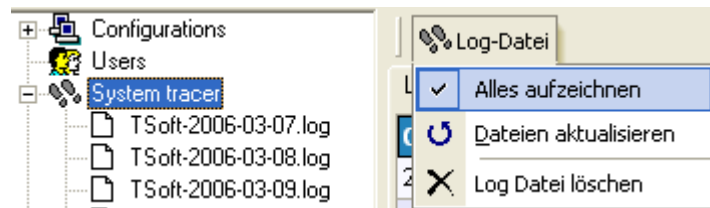
In TitriSoft werden Fehlermeldungen und das Starten von Methoden und Arbeitslisten in einer Trace-Datei kontinuierlich gespeichert. Wenn der Systemtracer auf der linken Seite im Explorerfenster markiert ist, erscheint in der Mitte eine Liste der gespeicherten Dateien. Diese Dateien werden mit dem Datum im Dateinamen eindeutig gekennzeichnet. Wenn die Software mehrfach am Tag gestartet wird, werden die neuen Informationen angehängt.



Um die Dateien in der Routine nicht zu groß werden zu lassen, kann man zwei Stufen einstellen:

- Standard: Es wird der start und das Beenden von Methoden und Arbeitslisten eingetragen und Fehlermeldungen
- Alles Aufzeichnen: Zusätzlich wird die serielle Kommunikation von PC und Titrationsgeräten aufgezeichnet.

Es wird alles aufgezeichnet, wenn „Alles aufzeichnen“ mit einem Haken markiert ist.



3.12. Tracer Konzept

Der Tracer dient in erster Linie dazu Probleme aller Art zu dokumentieren und damit schnell und einfach deren Ursache herauszufinden.

Die entstehenden Dateien werden als reine Textdateien auf dem PC gespeichert, damit nicht besondere Tools zur Bearbeitung erforderlich sind. Da alle elektronischen Einträge automatisch in der Datenbank gespeichert werden und auch alle Änderungen im Audit Trail (FDA Version) mitgespeichert werden, gibt es für das Mitschreiben der Informationen in der so genannten Log-Datei keine Normen oder Regeln.

Es werden die Spalten Uhrzeit, Anwender und „Source“ und ein Kommentar gespeichert. Bei der Dokumentation der RS Kommunikation werden die Kommandos vom PC an die Geräte als auch die Informationen der Geräte an den PC gespeichert.

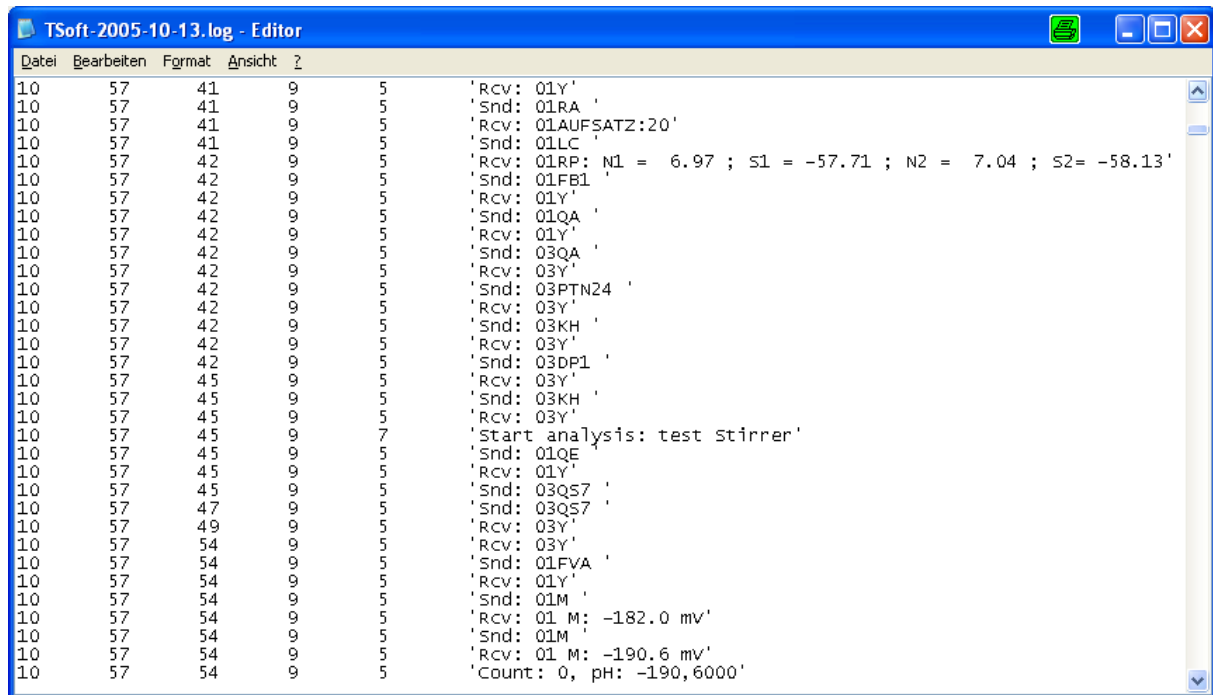
Die folgenden Zeilen zeigen, dass TitriSoft nach den angeschlossenen Geräten mit dem Kommando RH auf Adresse 01 und 03 fragt. Es antworten jeweils ein TL alpha plus mit Adresse 1 und ein Probenwechsler auf Adresse 3 mit ihrer Identität:

```

10    1    12    9    5    'Snd: 01RH '
10    1    13    9    5    'Rcv: 01Ident:TL_Alpha plus'
10    1    12    9    5    'Snd: 03RH '
```

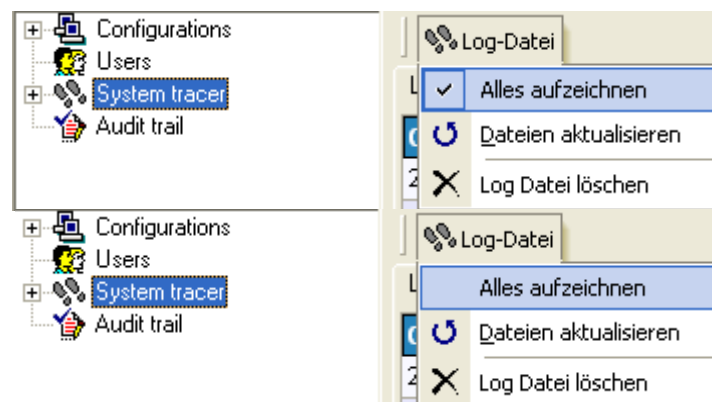
10 1 13 9 5 'Rcv: 03Ident: TW280'

Die Antworten können zeitversetzt kommen und werden von TitriSoft in den richtigen Bezug zueinander gesetzt.



3.13. Tracer Ein- und Ausschalten

Grundsätzlich lässt sich der Tracer nicht abschalten. Jedoch entstehen große Dateien nur, wenn auch die RS Kommunikation mitgespeichert wird. Die kann über markieren mit der Maus des entsprechenden Menüpunktes umgeschaltet werden. Ist dort ein Haken gesetzt, wird die RS Kommunikation mitgespeichert. Es können dann Dateien mit einer Größe von mehr als einem Megabyte pro Tag entstehen.



3.14. Arbeiten mit Trace-Dateien in TitriSoft oder auf Betriebssystemebene

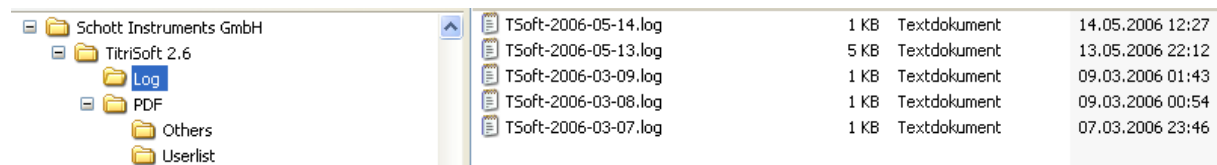
Wie schon in Kapitel 3.11 gezeigt, kann der Inhalt jeder Trace-Datei in TitriSoft angezeigt werden. Es kann auch nach verschiedenen Kriterien sortiert werden, indem die entsprechende Überschrift mit der Maus markiert wird.

Die übliche Art mit der Trace-Datei umzugehen wird jedoch auf WINDOWS Ebene sein, indem die Datei mit dem WINDOWS EDITOR oder WINWORD geladen und untersucht wird.

Es ist auch möglich, bei Problemen diese Dateien per Mail an den Kundendienst bei Schott Instruments zu schicken. Es empfiehlt sich die Dateien mit einem geeigneten Packprogramm zu komprimieren. Die Kompressionsrate ist sehr hoch, es entstehen kleine Dateien, die sich schnell per Mail verschicken lassen.

Die Dateien befinden sich mit dem Datum im Dateinamen im Verzeichnis:

\Programme\Schott Instruments GmbH\TitriSoft 2.6\Log



The screenshot shows a Windows Explorer window with the following structure:

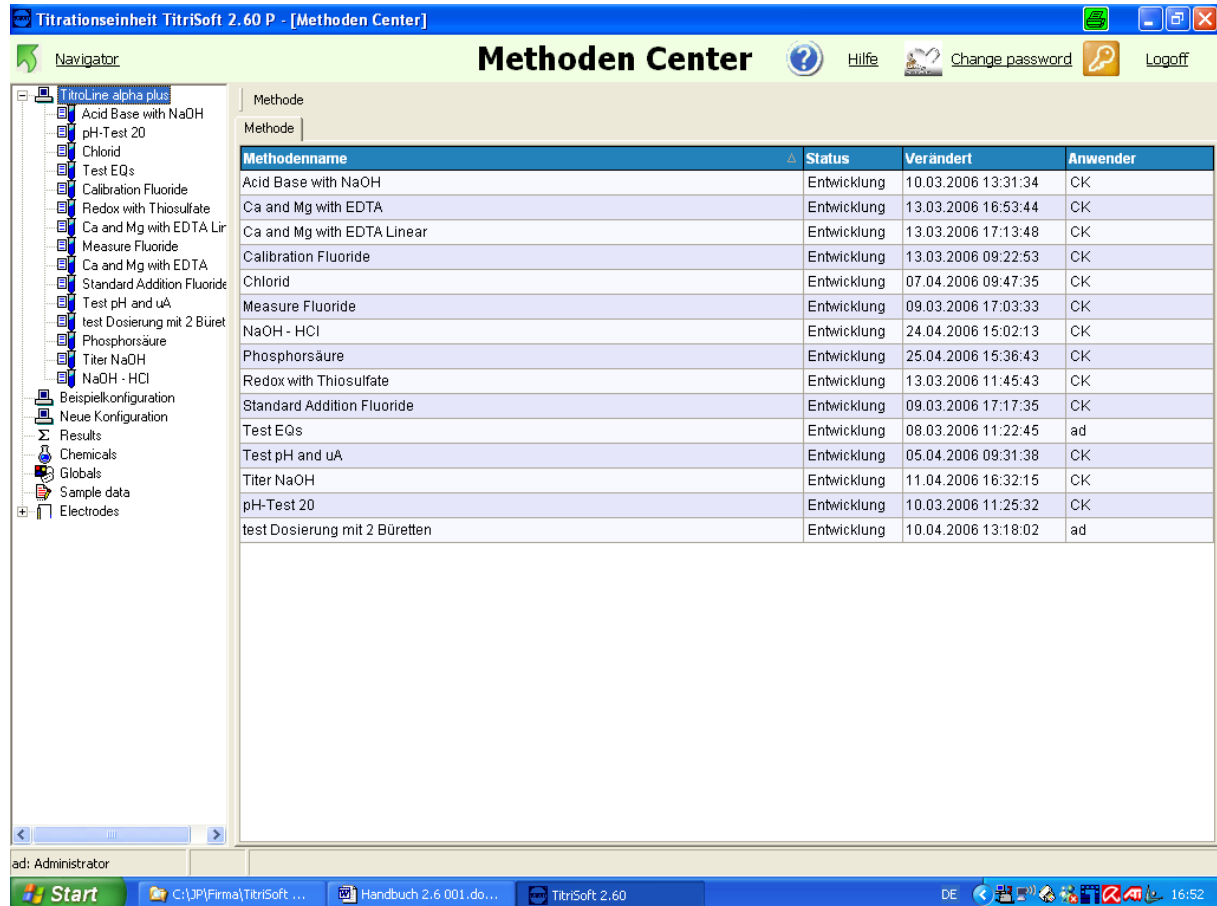
- Schott Instruments GmbH
 - TitriSoft 2.6
 - Log (selected)
 - PDF
 - Others
 - Userlist

The main pane displays a list of log files with their names, sizes, types, and timestamps:

File Name	Size	Type	Timestamp
TSoft-2006-05-14.log	1 KB	Textdokument	14.05.2006 12:27
TSoft-2006-05-13.log	5 KB	Textdokument	13.05.2006 22:12
TSoft-2006-03-09.log	1 KB	Textdokument	09.03.2006 01:43
TSoft-2006-03-08.log	1 KB	Textdokument	09.03.2006 00:54
TSoft-2006-03-07.log	1 KB	Textdokument	07.03.2006 23:46

4. Methoden Center

Im Methoden Center werden die Methoden erstellt, nachdem eine Konfiguration erzeugt wurde. Ohne die in einer Konfiguration definierten Geräte kann eine Methode nicht vollständig erstellt werden.



Im linken Teil des Bildschirms sind die Konfigurationen mit den Methoden sichtbar. Jede Konfiguration ist mit einem kleinen PC Symbol gekennzeichnet. Vor dem Symbol befindet sich ein + oder – Zeichen. Durch Anklicken des + Zeichens werden die Methoden der Konfiguration angezeigt.

Unterhalb der Konfigurationen befinden sich die Methoden und die Variablen des Systems:

- Results oder Ergebnisse (Bezeichnungen für Ergebnisse)
- Chemicals (Reagenzien mit Namen, Titer und Bestimmungszeit)
- Globals (Globale Variable, mit denen Ergebnisse innerhalb einer Methode oder zwischen Methoden transferiert werden können)
- Sample data oder Probenvariable (Anwenderdefinierte Variablen, die in der Probenliste eingegeben werden können und bei der Berechnung verwendet werden können)
- Electrodes (Kalibrationskoeffizienten der Kalibration von Ionensensitiven Elektroden werden hier gespeichert)

Die Methoden sind auf der linken Seite aufgeführt. Auf der rechten größeren Seite sind die Methoden mit Zusatzinformationen aufgelistet:

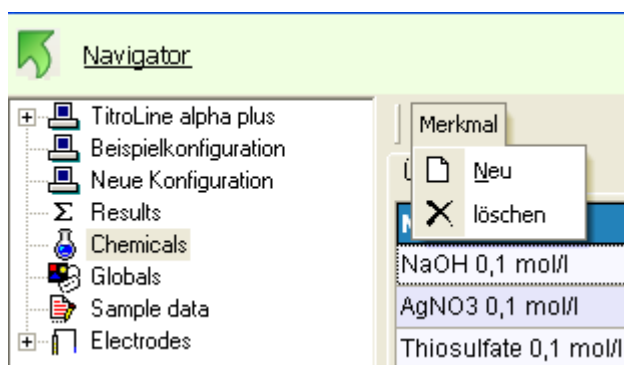
- Name
- Status
- Letzte Änderung
- Name des Methodenerstellers

4.1. Anlegen von Variablen

Variablen können angelegt werden, bevor eine Methode erstellt wird oder auch während der Methodenerstellung. Sie können in mehreren Methoden enthalten sein. Die Variablen Chemicals, Globals, Sample Data und Electrodes sind global und können in allen Methoden eingesetzt werden, ihre Zahlenwerte stehen allen Methoden in gleicher Art und Weise zur Verfügung. Bei den Results stehen die Namen allen Methoden zur Verfügung, die Zahlenwerte sind jedoch nur in der aktuellen Methode definiert.

4.1.1. Anlegen von Reagenzien

Reagenzien werden angelegt, indem auf der linken Seite „Chemicals“ angeklickt werden. Mit dem Menü „Merkmal“ wird ein neues Reagenz mit „Neu“ angelegt. Der Name sollte das Reagenz und die Konzentration beinhalten. Grundsätzlich ist man in der Bezeichnung jedoch frei. Je länger der Name ist, desto eindeutiger ist das Reagenz gekennzeichnet. Da die Namen der Reagenzien jedoch auch in Überschriften von Tabellen stehen können, können diese dann sehr unübersichtlich werden.



Die Eigenschaften der Reagenzien sind:

- Wert des Titors
- Maximalwert, bei Überschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet
- Minimalwert, bei Unterschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet
- Datum, wann zuletzt bestimmt

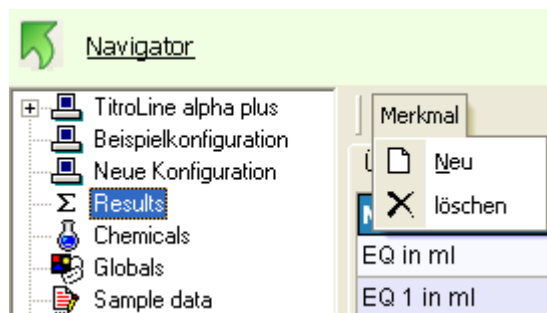
Merkmal				
Überblick				
Name	Wert	Min	Max	Bestimmt
NaOH 0,1 mol/l	1			
AgNO3 0,1 mol/l	1			
Thiosulfate 0,1 mol/l	1			
EDTA 0,1 mol/l	1			
Fluoride 0,01 mol/l				

Die Bezeichnung des Reagenzes kann auch bei der Methodenerstellung eingegeben werden. Reagenzien (Chemicals) werden meist in mehreren Methoden eingesetzt und sind globale Variable.

Reagenz	NaOH 0,1 mol/l
Bürette füllen	NaOH 0,1 mol/l
⚙ Einstellungen für Titration	AgNO3 0,1 mol/l
Endpunkt auswerten	Thiosulfate 0,1 mol/l

4.1.2. Anlegen von Ergebnissen

Ergebnisse werden angelegt, indem auf der linken Seite „Results“ angeklickt werden. Mit dem Menü „Merkmal“ wird ein neues Reagenz mit „Neu“ angelegt. Der Namen sollte einen verständlichen Namen beinhalten. Grundsätzlich ist man in der Bezeichnung jedoch frei. Je länger der Namen ist, desto eindeutiger ist das Ergebnis gekennzeichnet. Da die Namen der Ergebnisse jedoch auch in Überschriften von Tabellen stehen können, können diese dann sehr unübersichtlich werden.



Die Eigenschaften der Ergebnisse sind:

- Namen des Ergebnisses
- Maximalwert, bei Überschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet
- Minimalwert, bei Unterschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet

Die Namen werden mit der Einheit zusammen eingegeben. Beispiele sind:

OH-Zahl mg KOH / g

Wassergehalt in %

Äquivalenzpunkt (EQ) in ml

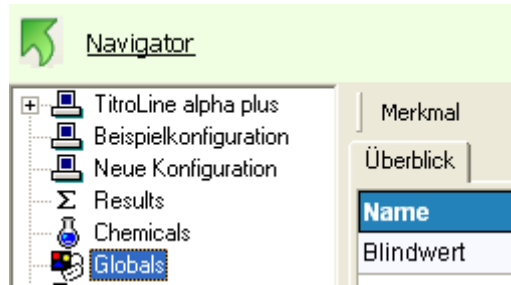
Es können nur solche Ergebnisse dokumentiert werden, die als „Results“, „Titer“ oder „Global“ definiert wurden. Wird keine Äquivalenzpunkt als Result definiert, ist dieser auch nicht in der Dokumentation als Ergebnis vorhanden. Die Ergebnisse können auch im Formeleditor definiert werden. Hier werden auch andere Eigenschaften festgelegt, die z.B. die Anzahl der Dezimalstellen.

Merkmal		
Überblick		
Name	Min	Max
EQ in ml		
EQ 1 in ml		
EQ 2 in ml		

Die Bezeichnung der kann auch bei der Methodenerstellung eingegeben werden. Die Namen der Ergebnisse (Results) werden meist in mehreren Methoden eingesetzt, die berechneten Zahlenwerte sind jedoch nur in der aktuellen Methode bekannt.

4.1.3. Anlegen von Globalen Variablen

Globale Variable werden angelegt, indem auf der linken Seite „Globals“ angeklickt werden. Mit dem Menü „Merkmal“ wird ein neues Reagenz mit „Neu“ angelegt. Der Namen sollte einen verständlichen Namen beinhalten. Grundsätzlich ist man in der Bezeichnung jedoch frei. Je länger der Namen ist, desto eindeutiger ist die Variable gekennzeichnet. Da die Namen der Globalen Variablen jedoch auch in Überschriften von Tabellen stehen können, können diese dann sehr unübersichtlich werden.



Die Eigenschaften der Reagenzien sind:

- Namen des Globalen Wertes
- Vorbelegter Wert
- Maximalwert, bei Überschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet
- Minimalwert, bei Unterschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet

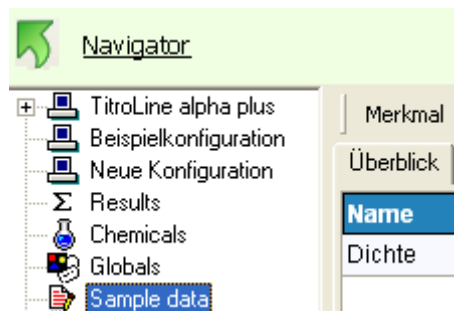
Die Namen werden mit der Einheit zusammen eingegeben. Beispiele sind:

- Blindwert in ml
- Zähler
- Molekulargewicht in g
- Dichte g/ml

Merkmal			
Überblick			
Name	Wert	Min	Max
Blindwert	0,02	0	0,05

4.1.4. Anlegen von Probenvariablen

Probenvariable werden angelegt, indem auf der linken Seite „Sample Data“ angeklickt werden. Mit dem Menü „Merkmal“ wird ein neues Reagenz mit „Neu“ angelegt. Der Namen sollte einen verständlichen Namen beinhalten. Grundsätzlich ist man in der Bezeichnung jedoch frei. Je länger der Namen ist, desto eindeutiger ist das Ergebnis gekennzeichnet. Da die Namen der Sample Data jedoch auch in Überschriften von Tabellen stehen können, können diese dann jedoch sehr unübersichtlich werden.



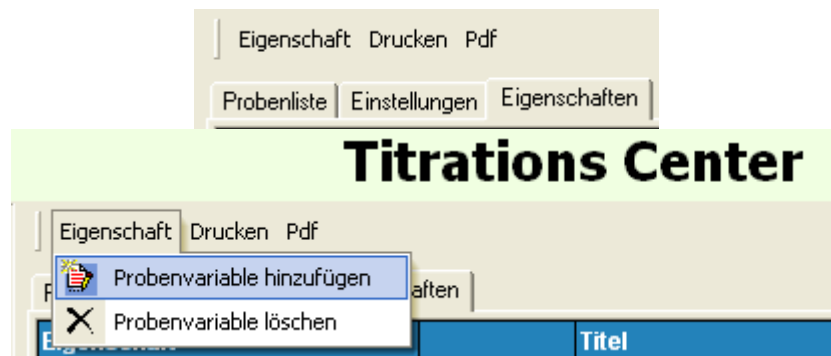
Das Besondere von Probenvariablen ist die Möglichkeit, den Zahlenwert im Titrations-Center zu jeder Probe individuell eingeben zu können.

4.1.
4.1.4.

Anlegen von Variablen
Anlegen von Probenvariablen

Probenliste Drucken Pdf								
Probenliste Einstellungen Eigenschaften								
	Position	Status	Methode	Bezeichnung	Probenmenge	Dichte	Datum	EQ in ml
1		In Vorbereitung	Chlorid		0	0,998		
2		In Vorbereitung	Chlorid		0	0,998		

Um im **Titrationen-Center** eine Probenvariable hinzuzufügen, wird in der Arbeitsliste die Registerkarte „Eigenschaften“ ausgewählt und unter dem Menüpunkt „Eigenschaft“ eine Probenvariable hinzugefügt.



Der hier ausgewählten Probeneigenschaft „Dichte“ kann ein anders lautender Titel gegeben werden, der in der Tabelle auf dem Bildschirm oder im Ausdruck erscheint. Es wird markiert, ob die Variable auf dem Bildschirm, im Ausdruck oder auch beim Export in der Tabelle enthalten sein soll.

Record Editor

Eigenschaft:	Dichte
Titel:	Dichte
Probenliste:	☒
Bericht:	☒
Export:	☒

☒ OK
 ☒ Abbrechen

Eigenschaft Drucken Pdf						Start		
Probenliste Einstellungen Eigenschaften								
Eigenschaft		Titel	Probenliste	Bericht	Export			
Position	System	Position	☒	☒	☐			
Status	System	Status	☒	☒	☐			
Methode	System	Methode	☒	☒	☐			
Bezeichnung	System	Bezeichnung	☒	☒	☐			
Probenmenge	System	Probenmenge	☒	☒	☐			
Analysendatum	System	Datum	☒	☒	☐			
Anwender	System	Anwender	☐	☐	☐			
EQ in ml	Ergebnis	EQ in ml	☒	☒	☐			
Dichte	Probenvariab	Dichte	☒	☒	☐			

Die Eigenschaften der Probenvariablen sind:

- Namen der Probenvariable
- Vorbelegter Wert
- Maximalwert, bei Überschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet
- Minimalwert, bei Unterschreitung wird der Wert farbig gekennzeichnet

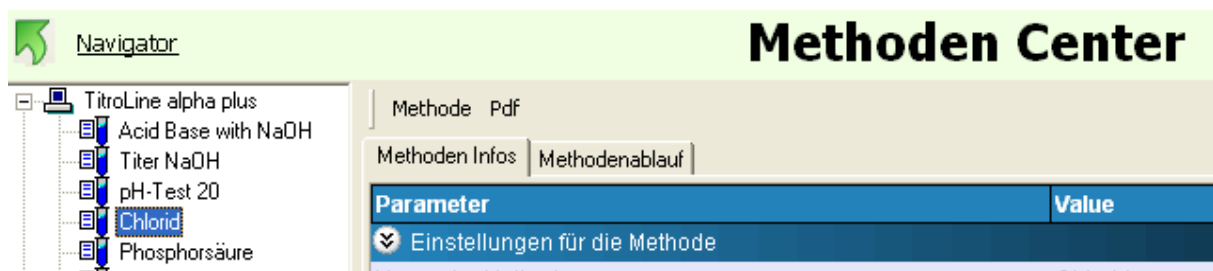
Merkmal			
Überblick			
Name	Wert	Min	Max
Dichte	0,998	0,95	1

Die Probenvariable kann auch einen Text, z.B. einen Kommentar, beinhalten, wenn kein Zahlenwert festgelegt wird und die Eingabe des Kommentars **nicht** mit <Enter> bestätigt wird.

4.2. Erstellen einer Methode

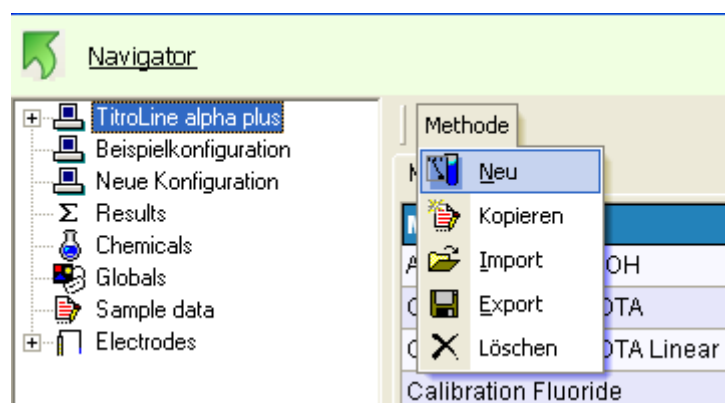
Die Methoden bestehen aus einzelnen Bausteinen. Die wichtigsten Bausteine sind der Titrations-Baustein und die Berechnungsformel. In der Regel ist eine Titrationsmethode aus einem Titrations-Baustein und ein der mehreren Formeln zusammengesetzt.

Um eine Methode besonderen Anforderungen anzupassen, kann eine Methode auch aus mehreren Bausteinen zusammengesetzt werden. Mehrere Titrations-Bausteine fügen die erzeugten Datenpunkte dem globalen Feld der Titrationskurve zu. Ebenso Bausteine mit Messwerten und Dosierungen. Möchte man die Datenpunkte bis zu einem bestimmten Punkt nicht in der Titrationskurve haben, kann ein Reset der Daten an diesem Punkt eingefügt werden. Die Titrationskurve beginnt dann an diesem Punkt.

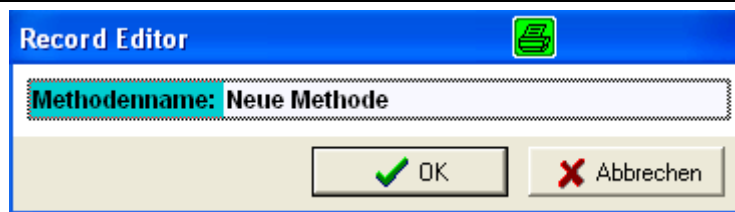


Zunächst wird auf der linken Seite eine bestehende Methode ausgewählt, die im nächsten Schritt verändert werden kann.

Um eine neue Methode zu erstellen, wird auf der linken Seite die Konfiguration markiert. Unter dem Menüpunkt „Methode“ wird „Neu“ ausgewählt.



Der Name der Methode kann in beliebiger Form eingegeben werden. Der Name sollte widerspiegeln, was mit der Methode gemacht wird. Ein zu langer Name geht auf Kosten der Übersichtlichkeit.



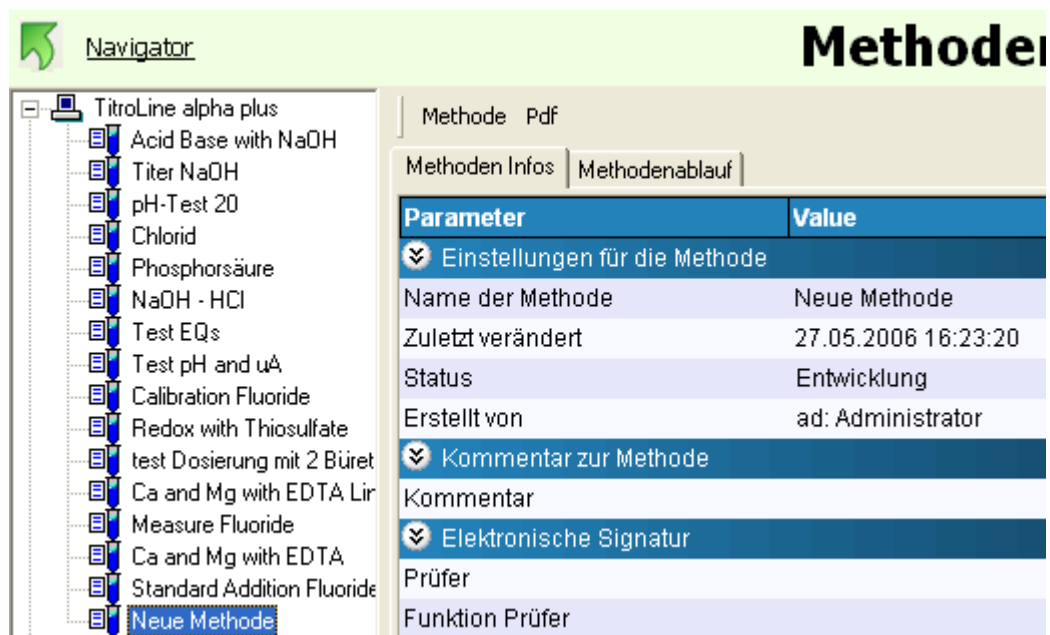
Record Editor

Methodenname: **Neue Methode**

OK Abbrechen

Auf der rechten Seite des Bildschirms wird jetzt unter der Registerkarte „Methoden Infos“ zusammengefasst, was alles außer dem Methodenablauf an Informationen zur Verfügung steht. Das sind allgemeine organisatorische Informationen, Kommentare, Variable und die elektronische Signatur.

Informationen zur „Elektronischen Signatur“ befinden sich in der Beschreibung zu den FDA-Eigenschaften.



Navigator

- TitroLine alpha plus
 - Acid Base with NaOH
 - Titer NaOH
 - pH-Test 20
 - Chlorid
 - Phosphorsäure
 - NaOH - HCl
 - Test EQs
 - Test pH and uA
 - Calibration Fluoride
 - Redox with Thiosulfate
 - test Dosierung mit 2 Büret
 - Ca and Mg with EDTA Lir
 - Measure Fluoride
 - Ca and Mg with EDTA
 - Standard Addition Fluoride
 - Neue Methode**

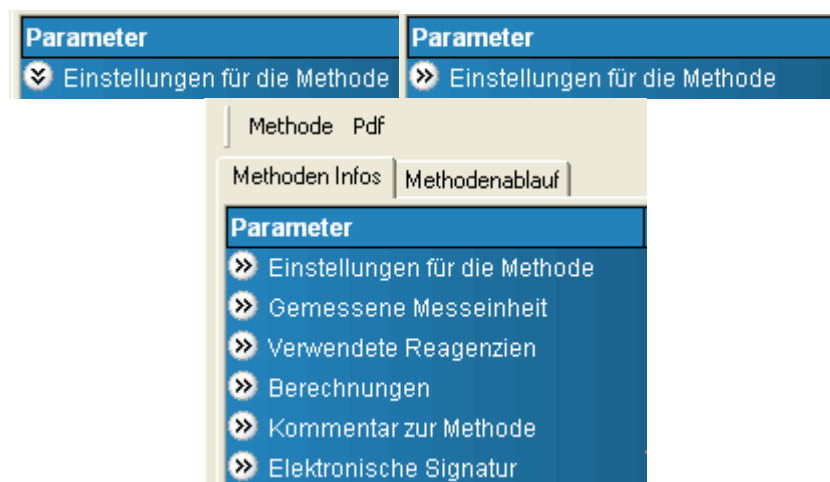
Methoden

Methode Pdf

Methoden Infos Methodenablauf

Parameter	Value
Einstellungen für die Methode	
Name der Methode	Neue Methode
Zuletzt verändert	27.05.2006 16:23:20
Status	Entwicklung
Erstellt von	ad: Administrator
Kommentar zur Methode	
Kommentar	
Elektronische Signatur	
Prüfer	
Funktion Prüfer	

Durch Anklicken der Doppelpfeile in den Überschriften können nur die Überschriften oder auch der zugehörige Inhalt dargestellt werden.



Parameter	Parameter
» Einstellungen für die Methode	» Einstellungen für die Methode

Methode Pdf

Methoden Infos Methodenablauf

Parameter
» Einstellungen für die Methode
» Gemessene Messeinheit
» Verwendete Reagenzien
» Berechnungen
» Kommentar zur Methode
» Elektronische Signatur

Parameter	Value
Einstellungen für die Methode	
Name der Methode	Chlorid
Zuletzt verändert	07.04.2006 09:47:36
Status	Entwicklung
Erstellt von	Christoph Kapteina
Gemessene Messeinheit	
UOM	Titration
mV	TI_Alpha plus-1-mVA
Verwendete Reagenzien	
Chemicals	Buret
AgNO3 0,1 mol/l	TI_Alpha plus-1
Berechnungen	
Type	Name
Ergebnis	EQ in ml
Kommentar zur Methode	
Kommentar	
Elektronische Signatur	
Prüfer	
Funktion Prüfer	
Prüfdatum	30.12.1899
Freigabeperson	
Funktion Freigabeperson	
Freigabe Datum	30.12.1899

Der Ablauf der Methode wird unter der Registerkarte „Methodenablauf“ dargestellt. Es werden alle Bausteine der Methode und die zugehörigen Kommentare angezeigt.

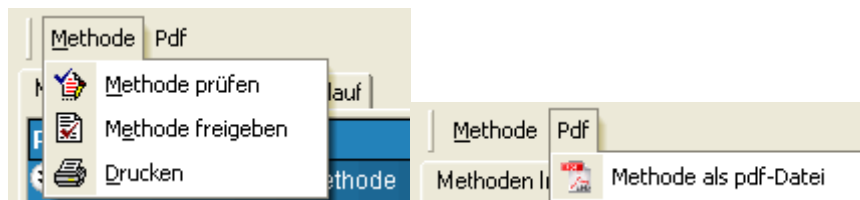
Ändern Aktion Utils	
Methoden Infos	Methodenablauf
Name	Kommentar
 Titration	
 Berechnung	

Unter dem „Methoden Infos“ kann eine Methode technisch geprüft und danach freigegeben werden. Weitere Hinweise dazu finden sich im FDA Teil der Beschreibung.

Eine Methode kann gedruckt werden. Der Ausdruck beinhaltet die allgemeinen Informationen, den Ablauf und alle Parameter.

Chlorid	
Chlorid	
Einstellungen für die Methode	
Namen der Methode	Chlorid
Zuletzt verändert	07.04.2006 09:47:36
Status	Entwicklung
Erstellt von	Christoph Kapteina
Gemeinsame Messereinheit	
UCM	Titrimet
mV	TI_Alpha plus-5-mVA
Verwendete Reagenzien	
Chemikale	Bunt
AgNO ₃ 0,1 mol/l	TI_Alpha plus-1
Bezeichnungen	
Typ	Nemo
Ergebnis	EQ in ml
Kommentar zur Methode	
Kommentar	
Elektronische Signatur	
Profil	
Funktion Profil	
Profil Datum	30.12.1999
Funktion Progabsporen	
Progab Datum	30.12.1999

Titration	
Titration	
Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-5-mVA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	5
Standardeneinstellungen	
Burette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	AgNO ₃ 0,1 mol/l
Burette füllen	Nach der Titration
Einstellungen für Titration	
Endpunkt automaten	Wahr
Wert für Endpunkt	240
Endvolumen	15
Anzahl EQ's	0
Kurvenform	
Titrationsschwindigkeit	Genu
Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit
y-Achse 2	Kon

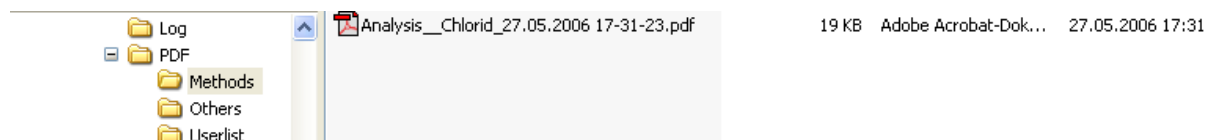


In der gleichen Form kann eine Pdf-Datei erzeugt werden, die genauso wie der Ausdruck aussieht. Die pdf-Datei wird automatisch mit einem Namen versehen und in dem Unterverzeichnis:

.....\TitriSoft 2.6\Pdf

gespeichert. Der Dateinamen wird aus dem Namen der Methode und dem Datum generiert.

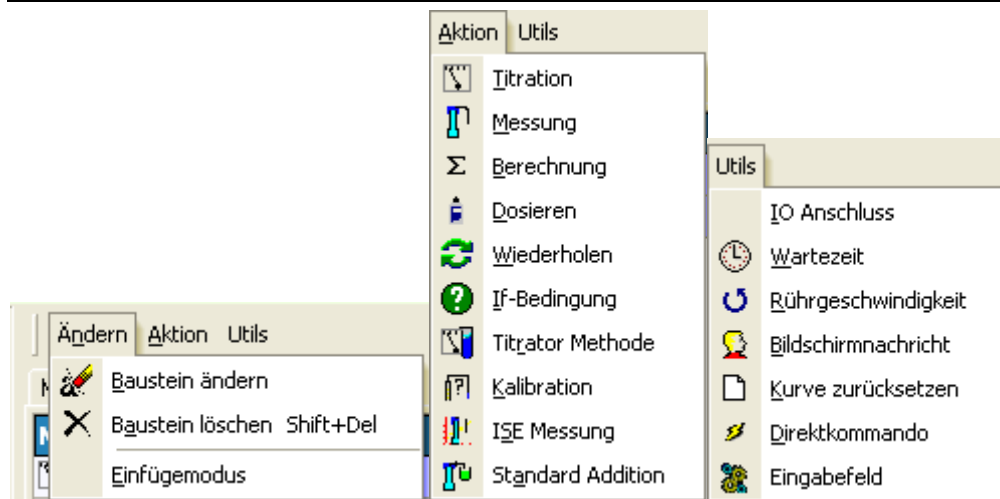
Achtung: Das hat zur Folge, dass nur solche Zeichen verwendet werden können, die bei der Vergabe von Dateinamen unter WINDOWS erlaubt sind. Probleme machen z.B. „/“ und „\“.



Unter „Methodenablauf“ werden die Bausteine der Methode dargestellt, die den Methodenablauf bilden. Folgende Menüs stehen zur Verfügung:

- Ändern Bausteine verändern, löschen oder einfügen
- Aktion Bausteine für den Analysenablauf einfügen, die z.B. Messdaten hinzufügen
- Utils Hilfsfunktionen, wie z.B. Wartezeiten, Nachrichten oder spezielle Befehle

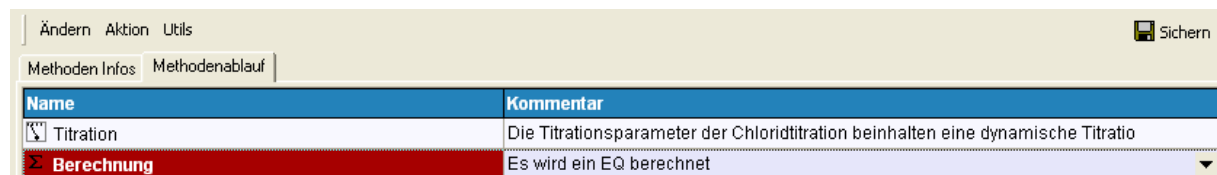
Die Bausteine sind in der folgenden Abbildung dargestellt und werden in den späteren Kapiteln erläutert.



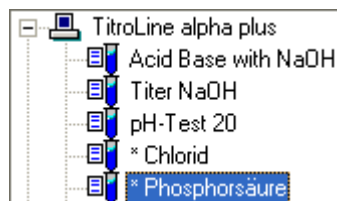
4.2.1. Ändern einer Methode

Eine Methode kann geändert werden, solange sie nicht geprüft oder freigegeben ist. Die Änderungen können sowohl Veränderungen von Parametern sein, als auch Änderungen im Ablauf mit dem Einfügen oder Löschen von Bausteinen.

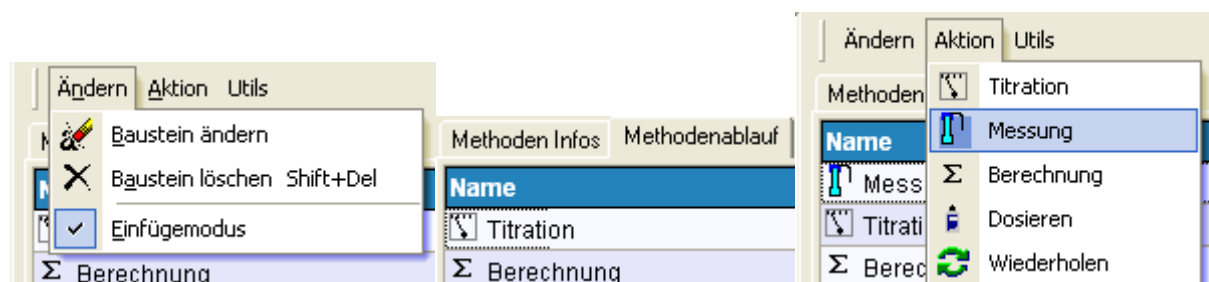
Änderungen sind möglich, wenn die Registerkarte „Methodenablauf“ ausgewählt ist.



Wenn Parameter geändert wurden, erscheint an der rechten Seite des Bildschirms ein Diskettensymbol. Parameter werden erst dann gespeichert, wenn an dieser Stelle gesichert werden. Nicht gesicherte Methoden werden vor dem Namen auf der Explorerseite mit einem Sternchen gekennzeichnet. Es können mehrere Methoden den Status „nicht gesichert“ haben. Dieser Status bleibt erhalten, bis eine Methode gesichert ist oder die Software verlassen wird. Nicht gesicherte Änderungen gehen dann verloren.



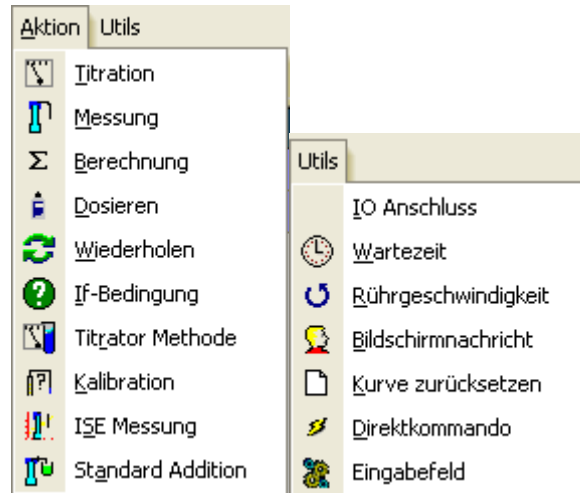
Im Einfügemodus kann ein Baustein vor einen markierten Baustein eingefügt werden. Im folgenden Beispiel ist der Baustein „Titration“ markiert und im Einfügemodus wird der Baustein „Messung“ vor den Baustein „Messung“ eingefügt.



Markierte Bausteine lassen sich löschen oder ändern. Wenn nicht im Einfügemodus gearbeitet wird, lässt sich ein Baustein direkt hinter einen markierten Baustein einfügen.

4.2.2. Bausteine einer Methode

Es stehen Bausteine zur Verfügung, mit denen die üblichen Titrations- und Messmethoden der Potentiometrie umgesetzt werden können.



Die folgende Tabelle stellt die Bausteine mit ihren Eigenschaften vor:

Bausteine	Eigenschaften
Titration	Der grundlegende Baustein einer Methode. Er beinhaltet alle Parameter einer Titration. Um ein Ergebnis dieser Titration dokumentieren zu können, ist mindestens eine Formel erforderlich.
Messung	Dieser Baustein nimmt einen Messwert auf. Ein solcher Messwert kann nur dokumentiert werden, wenn er über eine Ergebnisvariable in einer Formel als Endwert aufgeführt wird.
Berechnung	Über Berechnungsformeln können Ergebnisse oder Messwerte berechnet und dokumentiert werden.
Dosieren	Mit diesem Baustein lassen sich (auch berechnete) Volumen dosieren. So kann ein Volumen aus einer Einwaage berechnet werden und variabel dosiert werden.
Wiederholen	Mit diesem Baustein lassen sich Vorgänge in einem Methodenablauf beliebig oft oder auch mit einer variablen Anzahl von Wiederholungen durchführen. Der Wert der Variablen wird nur einmal zu Beginn überprüft.
If-Bedingung	Mit einer If-Bedingung lässt sich ein Baustein in einem Ablauf an bestimmten Bedingungen festmachen.
Titrator Methode	Beim TL alpha plus wird die Karl Fischer Titration mit dem Titrator selber durchgeführt. Die Ergebnisse werden dann über einen TAL (TitrLine Alpha) Modus in die TitriSoft Datenbank übernommen.
Kalibrieren	Dieser Baustein führt eine Kalibration mit einer ISE (Ionensensitiven Elektrode) durch. Es wird eine Ausgleichsrechnung mit beliebig vielen Kalibrationsstandards berechnet und die Koeffizienten bis zu einer Funktion dritten Grades (in Abhängigkeit von der Anzahl der Kalibrationspunkte) abgespeichert.
ISE Messung	Mittels dieses Bausteins wird eine Messung mit einer Ionensensitiven Elektrode durchgeführt, die als Basis die Koeffizienten der Funktion aus der „Kalibration“ verwendet.
Standard Addition	Mit der Standardaddition lässt sich auf Basis der Kalibrationswerte einer ISE Elektrode oder bei einer mehrfachen Standardaddition durch Gran-Extrapolation mittels der Zugabe eines Standards eine Matrix unabhängige Bestimmung eines Ions durchführen.

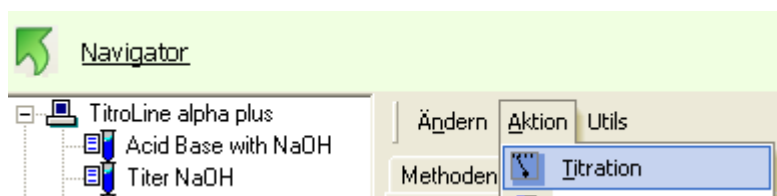
IO Anschluss	Mit diesem Baustein lassen die I/O Ports von Probenwechslern oder Büretten T 200, T 110, T 110 plus ansteuern.
Wartezeit	Hiermit kann eine definierte Wartezeit innerhalb eines Methodenablaufes eingegeben werden.
Rührgeschwindigkeit	Die Rührgeschwindigkeit des Probenwechslers oder an Geräten mit vergleichbarer Funktionalität kann eingestellt werden.
Bildschirmnachricht	Eine Nachricht auf dem Bildschirm, die bestätigt werden muss.
Kurve zurücksetzen	Bei mehreren Dosier- oder Titrationsbausteinen werden alle Volumen addiert und auch zusammenhängend in der Grafik angezeigt. Mit diesem Befehl kann definiert werden, dass die Kurve an diesem Punkt neu beginnt.
Direktkommando	Hiermit können direkte Befehle an die Titrationsgeräte geschickt werden.
Eingabefeld	Mit dem Eingabefeld lassen sich Werte innerhalb eines Ablaufs eintragen, die auch in einer Berechnung erforderlich sind, aber vor Beginn einer Titration noch nicht zur Verfügung stehen.

4.2.3. Titration

Eine Titration wird mit dem Baustein „Titration“ definiert. Grundsätzlich kann eine Methode auch aus den Bausteinen „Messwert“ und „Dosieren“ aufgebaut werden. Diese Bausteine in Zusammenhang mit einer „If“-Anweisung können durchaus die Werte für eine Titrationskurve erzeugen.

Komfortabler und meistens auch besser geht es jedoch mit einem Titrations-Baustein. Dort sind folgende Titrationsmöglichkeiten eingebaut:

- Dynamische Titration, mit der die meisten Titrationsen mit hoher Genauigkeit zügig titriert werden können.
- Endpunkttitrationsen für Konventionsmethoden, die zu vergleichbaren Ergebnissen führen.
- Lineare Titrationsen für Anwendungen in organischen Lösungsmitteln oder anderen speziellen Bedingungen.
- pH-Stat-Titrationsen, um einen pH-Wert genau einzuhalten.



Üblicherweise ist die „Titration“ der erste Baustein in einer Methode. In Abhängigkeit von der Anwendung werden die verschiedenen Bedingungen der Methode nacheinander eingestellt.

Zunächst wird die Registerkarte „Methodenablauf“ mit der Maus angeklickt. Dann wird der Baustein „Titration“ aus dem Menü „Aktion“ ausgewählt.



Es werden Parameter konfiguriert für:

- Titration
- Büretteneinstellungen
- Einstellungen für Titration
- Einstellungen Bildschirm

Die Parameter für die Titration beinhalten die Auswahl des Titrators mit seinem Messeingang, die Titrationsart und die Rührgeschwindigkeit. Die Büretteneinstellungen beinhalten entsprechend die Auswahl der Bürette, des Reagenzes und wann die Bürette gefüllt werden soll.

Die eigentlichen Titrationsparameter unter den Einstellungen für die Titration sind die Kriterien für das Titrationsende, die Steuerung der Schrittgröße der Titrationschritte und die Titrationsdauer über die Titrationsgeschwindigkeit.

Zudem kann eingestellt werden, welche Werte an welcher Achse dargestellt werden sollen.

Name	Kommentar
Titration	

Parameter	Value
Titration	
Titrationseinheit	TL_Alpha plus-1-mVA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	5
Büretteneinstellungen	
Bürette	TL_Alpha plus-1
Reagenz	AgNO3 0,1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	240
Endvolumen	15
Anzahl EQ's	0
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Genau
Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit
y-Achse 2	Kein

OK Abbrechen

Bei der Auswahl des Titrators werden das Modell, seine Adresse und all seine Messmöglichkeiten angezeigt. Das Beispiel „TL Alpha plus-1-pHA“ bedeutet, dass mit der Adresse „01“ ein TL alpha plus angeschlossen ist und der Messeingang A für die pH-Messung ausgewählt wurde. Es werden immer die Messmöglichkeiten aller angeschlossenen Titratoren angezeigt.

Parameter	Value
Titration	
Titrationseinheit	TL_Alpha plus-1-pHA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	6

Ein TL alpha plus hat zum Beispiel zwei Messeingänge A und B, an denen jeweils pH oder mV gemessen werden kann. Zudem kann er μ A mit angelegter Polarisationsspannung messen. Es steht

Anschluss für ein Pt 1000 zur Verfügung, mit dem die Temperatur gemessen werden kann. Grundsätzlich für alle Titratoren steht die Zeit als „Messgröße“ zur Verfügung.

Titrationseinheit	
Art der Titration	TI_Alpha plus-1-pHA
Rührgeschwindigkeit	TI_Alpha plus-1-pHB
» Büretteneinstellungen	TI_Alpha plus-1-mVA
» Einstellungen für Titration	TI_Alpha plus-1-mVB
» Einstellungen Bildschirm	TI_Alpha plus-1-μA
	TI_Alpha plus-1-°C
	TI_Alpha plus-1-sec

Als fertige Grundmethoden stehen folgende Titrationsarten zur Steuerung der Schrittweite zur Verfügung:

- Dynamische Titration, bei der die Schrittweite in Abhängigkeit von der Steigung der Titrationskurve geregelt wird. Dies bedeutet kleine Schritte in steilen Kurvenabschnitten und große Schritte in flachen Abschnitten.
- Lineare Titration bedeutet äquidistante Schrittweite in Verlauf der gesamten Titration.
- Endpunkt-Titration ist eine schnelle Titration auf einen vorgegebenen definierten Endpunkt, z.B. einen bestimmten pH-Wert.
- pH-Stat ist eine Titration, bei der ein definierter pH-Wert konstant mittels einer Reagenz-Zugabe eingehalten wird.

Art der Titration	
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
» Büretteneinstellungen	Dynamisch
Bürette	Linear
	Endpunkt
	pH Stat

Die Rührgeschwindigkeit bezieht sich auf Geräte, die diese Funktion unterstützen: Probenwechsler und TL alpha. TL alpha plus unterstützt diese Funktion nicht. Die Rührgeschwindigkeit kann in zehn Stufen von 0 bis 9 eingestellt werden. Standardeinstellung ist Stufe 6, sie gilt für einen mittelgroßes Magnetrührstäbchen (ca. 3 cm) in einem 150 ml Becherglas.

Rührgeschwindigkeit	
	6

Die Reagenzzugabe wird unter den Büretteneinstellungen definiert. Dazu gehört die Auswahl der Bürette aus den angeschlossenen Büretten und Titratoren, Auswahl des Reagenzes und Zeitpunkt für das Füllen der Bürette. Der letzte Punkt wird verwendet, wenn eine Titration aus mehreren Bausteinen zusammengesetzt wird und zwischen den einzelnen Bausteinen *nicht* gefüllt werden soll. Am Ende einer Titration oder eines Dosiervorganges sollte immer gefüllt werden, um einen Wechselaufsatz anziehen zu können.

» Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	NaOH 0,1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration

Eine auszuwählende Bürette wird mit dem Namen und der Adresse angezeigt. Es empfiehlt sich, die Büretten am Gerät selber entsprechend zu kennzeichnen. Bestimmte Büretten sind kompatibel und werden nicht unterschieden:

- T 200, T 110 und T 110 plus
- T Universal, T 97

Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	TI_Alpha plus-1
Bürette füllen	T 110-2

Das Reagenz wird ebenfalls aus einer Liste ausgewählt. Die Bedeutung der Wahl des richtigen Reagenzes liegt in der Verfügbarkeit seines Titors im Formeleditor als Rechenvariable.

Reagenz	NaOH 0,1 mol/l
Bürette füllen	NaOH 0,1 mol/l
⌵ Einstellungen für Titration	AgNO ₃ 0,1 mol/l
Endpunkt auswerten	Thiosulfate 0,1 mol/l
Wert für Endpunkt	EDTA 0,1 mol/l
Endvolumen	Fluoride 0,01 mol/l
Anzahl EQ's	H ₂ SO ₄
Kurvenform	HCl
Titrationsgeschwindigkeit	HCl 0,1 mol/l

Wenn eine Methode startet, werden alle Büretten automatisch gefüllt. Der Parameter „Bürette füllen“ ermöglicht ein gezieltes Füllen der Büretten in einem Methodenablauf. Dadurch kann nach der Titration der Aufsatz von der Bürette abgenommen werden. Wenn zur Optimierung mehrere Bausteine verwendet werden, sollte zwischen den Bausteinen nicht gefüllt werden. Denn dies bedeutet einen Zeitverlust und kann zu kleinen Stufen (vor allen Dingen bei schneller Titration) in der Titrationskurve führen. Zudem dauert ein Füllvorgang durch das Ventilumschalten mindestens 15 Sekunden.

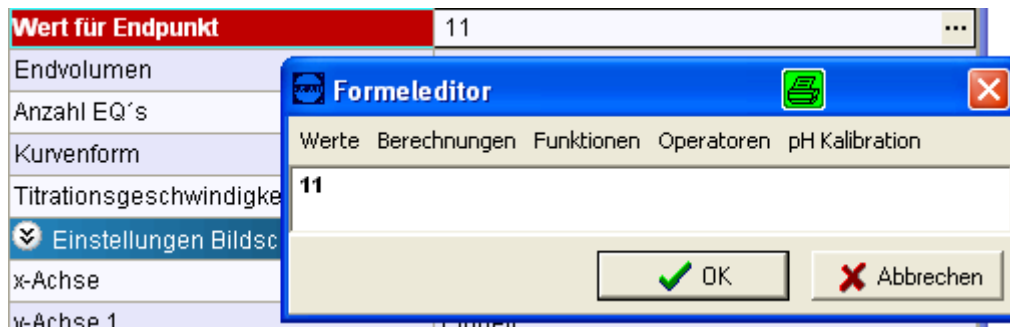
Bürette füllen	Nach der Titration
⌵ Einstellungen für Titration	Nie
Endpunkt auswerten	Vor Titrationsstart
Wert für Endpunkt	Nach der Titration
	Vor und nach Titration

Die Einstellungen der Titrationsparameter hängen vom Titrationsmodus ab. Es werden eingestellt:

- Endekriterien der Titration wie der Wert des Endpunktes oder der Potentialwert, bei dem die Titration aufhören soll.
- Steuerung der Schrittweite in Abhängigkeit von der Steilheit der Titrationskurve.
- Titrationsgeschwindigkeit unter Berücksichtigung des Einstellverhaltens der Elektrode.

⌵ Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	11
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	0
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Schnell

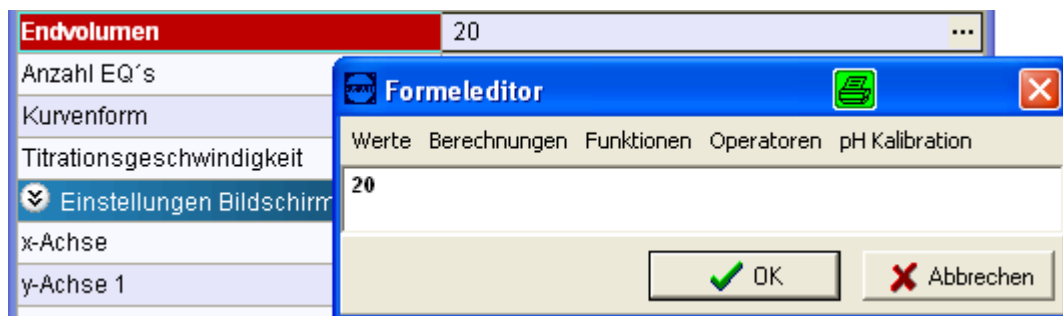
Die Zahlenwerte für den Endwert und das Endvolumen werden nicht direkt eingetragen, sondern über den Formeleditor. Dies hat den Vorteil, dass die Werte berechnet werden können. So kann zum Beispiel ein pH-Wert zu Beginn einer Methode gemessen werden und nach mehreren Probenvorbereitungsschritten wieder auf den gleichen pH-Wert titriert werden.



Eine weitere Anwendungsmöglichkeit besteht in der Berechnung des Endvolumens in Abhängigkeit vom Startmesswert, damit nicht zu viel Reagenz gebraucht wird.



Beim Anklicken der Zeile mit der Maus erscheinen am Ende der Zeile drei Punkte. Wenn auf diese Punkte mit der Maus geklickt wird, erscheint der Formeleditor. In dem Feld kann der Zahlenwert dann eingetragen werden oder auch eine Formel dafür eingegeben werden. Es stehen alle Variablen zur Verfügung, die der Methode zu diesem Zeitpunkt im Methodenablauf bekannt sind. Eine detailliertere Beschreibung findet sich bei der Beschreibung des Formeleditors.

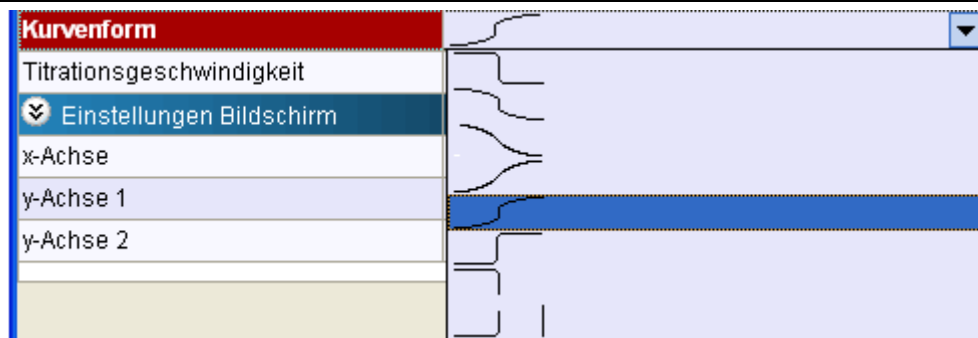


Die Anzahl der Äquivalenzpunkte (EQs) bezieht sich ausschließlich auf das Abbruchkriterium während der Titration. In der Regel ist das ein Äquivalenzpunkt. Zwei EQs zeigen z.B. die Titrationskurven der Wasserhärte mit der calciumsensitiven Elektrode und der Phosphorsäure. Auch wenn hier kein Wert eingetragen wird, können in einer Formel ein oder mehrere EQs berechnet werden. Die EQ Empfindlichkeit wird durch die Kurvenform bestimmt. Sie basiert auf dem Wert der ersten Ableitung und kann auch als Zahlenwert bei den Anwendereinstellungen für die Kurvenform eingetragen werden.



Mit der Kurvenform werden geregelt:

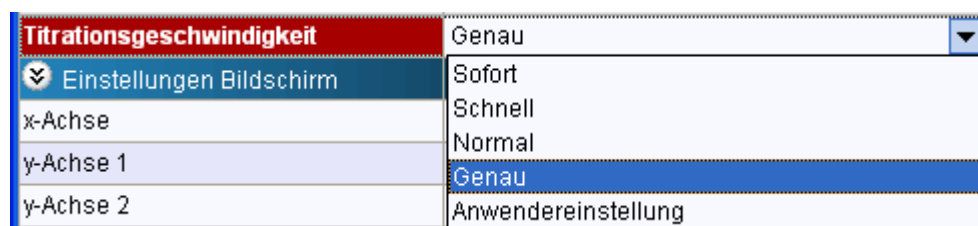
- Intensitätskriterium für einen Äquivalenzpunkt, der zum Abbruch einer Titration führen soll.
- Überprüfung der Titrationsrichtung, fallend oder steigend.
- Die Dynamikparameter, nach denen die Titration geregelt wird. Regelparameter für eine steile Titrationskurve bedeuten eine vorsichtige Titration, bei der rechtzeitig die Schrittweite reduziert wird um im steilen Bereich kleine Zugabeschritte zu haben. Wenn eine flache Titrationskurve mit den Parametern für eine steile Kurve titriert wird, werden zu viele kleine Schritte titriert und die Titration hat zu viele Datenpunkte, dauert zu lange und wird sehr unruhig. Wenn umgekehrt eine steile Titrationskurve mit Parametern für eine flache Kurve titriert wird, führt dies zu einer Übertitration.



Die Regelung der Schrittweite einer Titration über die Kurvenform hat einen großen Einfluss auf die Titrationsgeschwindigkeit. Wesentlich ist aber auch die Zeit, die der Elektrode gelassen wird, um einen stabilen Messwert zu erhalten. Sie wird über den Parameter Titrationsgeschwindigkeit eingestellt. Je nach eingestellter Geschwindigkeit wird der Messwert erst in die Titrationskurve übernommen, wenn ein definierter Driftwert unterschritten ist. Die Drift wird in mV / Minute angegeben. Die Geschwindigkeiten bedeuten:

- Sofort: Es wird sofort ohne Driftkontrolle der Messwert übernommen
- Schnell: Die Drift beträgt 30 mV/min, eine übliche Titration etwa 3 min
- Normal: Die Drift beträgt 10 mV/min, die Titration dauert etwa 5 min
- Genau: Die Drift beträgt 5 mV/min, die Titration dauert etwa 10 min
- Anwendereinstellung: Die Drift wird vom Anwender eingestellt.

Die tatsächliche Titrationsdauer hängt noch von der Schrittweite und von der Einstellgeschwindigkeit der Elektrode ab. Wenn eine Titration deutlich länger als üblich dauert, ist in den meisten Fällen die Elektrode die Ursache. Sie sollte dann regeneriert oder ausgetauscht werden.



Die Titrationsgeschwindigkeit kann unter „Anwender-Einstellungen“ durch die folgenden vier Parameter eingestellt werden.

Parameter	Einheit	Bedeutung
Messintervall	s	Für diesen Zeitraum wird das Kriterium Delta überprüft. Der Wert kann sinnvoll von 0,5 bis 30 Sekunden eingestellt werden. Ein üblicher Wert liegt bei 1 bis 2 Sekunden
Delta	mV/min	Driftkriterium, wenn dieser Wert in mV/min während des Messintervalls unterschritten wird, ist der Messwert in Ordnung. Ein üblicher wert ist 5 mV/s.
Min. Zeit	s	Die Mindestzeit in Sekunden für einen Messwert. Ein üblicher Wert ist 1 oder 2 Sekunden.
Max Zeit	s	Die Maximalzeit in Sekunden für einen Messwert. Ein üblicher Wert ist 5 – 10 Sekunden.

Messgeschwindigkeit	Anwendereinstellung
Anwendereinstellungen Titrationsgeschwindigkeit	
Messintervall [sec]	0,5
delta mV/min	0,16
Min. Zeit [s]	0,5
Max. Zeit [s]	3,5

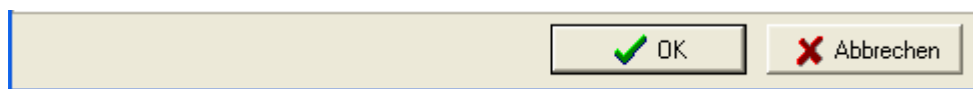
Während der Titration wird die Titrationskurve als Online Kurve dargestellt. Die Einstellung für die Zuordnung der Achsen wird in Abhängigkeit von der Anwendung getroffen. Es können die Einheiten für die x-Achse und für zwei y-Achsen ausgewählt werden. Die typischen Darstellungen sind:

Titrationstyp	x-Achse	y-Achse 1	y-Achse 2
Säure Base Titration	Verbrauch in ml	pH-Werte	Optional Zeit in s
Redox Titration	Verbrauch in ml	mV-Werte	Optional Zeit in s
Chlorid Titration	Verbrauch in ml	mV-Werte	Optional Zeit in s
Karl Fischer Titration	Zeit in s	Verbrauch in ml	Optional Strom in μA
pH-Stat-Titration	Zeit in s	Verbrauch in ml	Optional pH-Werte

Diese Einstellung wird gespeichert und findet auch in der Datenbank bei der automatischen grafischen Darstellung der Titrationskurven Verwendung.

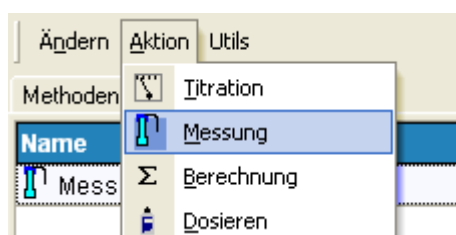


Die Einstellungen werden übernommen, wenn mit „OK“ abgeschlossen wird. Eine Methode als solche kann jedoch viele Bausteine enthalten und wird erst gespeichert, wenn das Diskettensymbol oben rechts im Bildschirm mit der Maus angeklickt wird.



4.2.4. Messwert

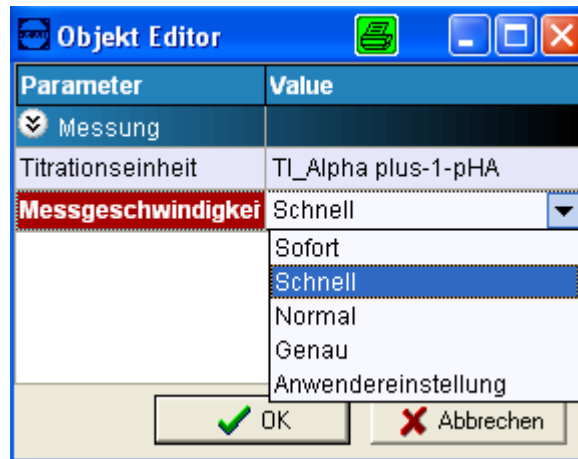
Der Messwert wird aus der Liste der Bausteine unter „Aktionen“ ausgewählt. Er kann an beliebiger Stelle einer Methode stehen. Wenn innerhalb eines Methodenablaufs ein Messwert aufgenommen wird, z.B. vor einer Titration, wird für den gesamten Ablauf kontinuierlich aufgenommen. Ein zu Beginn aufgenommener Messwert pH würde auch während einer mV-Titration kontinuierlich aufgenommen werden.



Ein Messwert ist einem Titrator und seinem Messeingang (A oder B) zugeordnet. Es können durchaus Messwerte mehrerer Einheiten parallel aufgenommen werden. Die Kriterien für die Messwertstabilität oder –drift können wie bei der Titration parametrisiert werden.

Die Drift wird dabei in mV / Minute angegeben. Die Werte bedeuten:

- Sofort: Es wird sofort ohne Driftkontrolle der Messwert übernommen
- Schnell: Die Drift beträgt 30 mV/min, eine übliche Titration etwa 3 min
- Normal: Die Drift beträgt 10 mV/min, die Titration dauert etwa 5 min
- Genau: Die Drift beträgt 5 mV/min, die Titration dauert etwa 10 min
- Anwendereinstellung: Die Drift wird vom Anwender eingestellt.

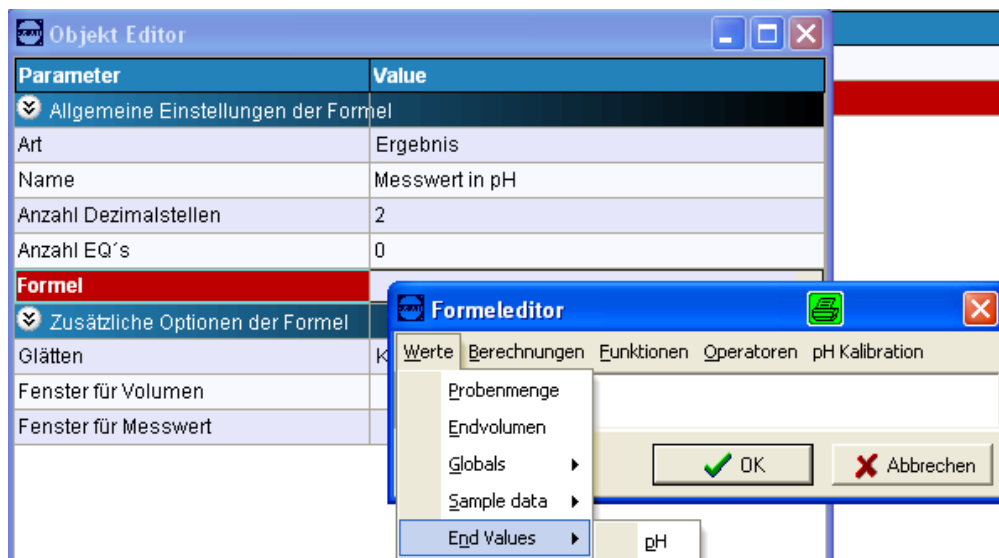


Die Messgeschwindigkeit kann durch die folgenden vier Parameter eingestellt werden.

Parameter	Einheit	Bedeutung
Messintervall	s	Für diesen Zeitraum wird das Kriterium Delta überprüft. Der wert kann sinnvoll von 0,5 bis 30 Sekunden eingestellt werden. Ein üblicher Wert liegt bei 1 bis 2 Sekunden
Delta	mV/min	Driftkriterium, wenn dieser Wert in mV/min während des Messintervalls unterschritten wird, ist der Messwert in Ordnung.
Min. Zeit	s	Die Mindestzeit in Sekunden für einen Messwert
Max Zeit	s	Die Maximalzeit in Sekunden für einen Messwert

Messgeschwindigkeit	Anwendereinstellung
▼ Anwendereinstellungen Titrationsgeschwindigkeit	
Messintervall [sec]	0,5
delta mV/min	0,16
Min. Zeit [s]	0,5
Max. Zeit [s]	3,5

Aufgenommene Messwerte können zum einen in der Liste der Mess- oder Titrationsdaten dokumentiert werden oder mittels einer Formel. In dieser Formel wird ein Name für den Messwert eingetragen, z.B. „Messwert in pH“, die Anzahl der Stellen angegeben und bei den Werten der Endwert ausgewählt.

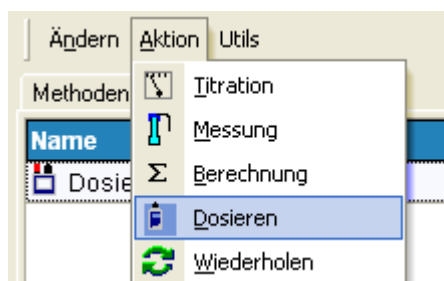


Name	Messwert in pH
Anzahl Dezimalstellen	2
Anzahl EQ's	0
Formel	EndValue[pH] ...

Der Endwert pH kann dann in einer Arbeitsliste in der Tabelle dargestellt werden. Bei der Kurvenliste oder der Einzeldokumentation wird er immer automatisch in die Dokumentation übernommen.

4.2.5. Dosieren

Mittels „Dosieren“ kann ein beliebiges Volumen einer beliebigen Bürette in einer Konfiguration dosiert werden. Dosier- und Titrervolumen können beliebig in einer Methode verwendet werden. Alle Volumen werden in einer Titrationsgrafik angezeigt und addiert, wenn gleichzeitig Messwerte aufgenommen werden. Um nach einer Dosierung die Grafik auf 0 ml zurückzusetzen muss ein Baustein „Kurve zurücksetzen“ verwendet werden. Das Dosiervolumen wird in einer Formel eingetragen, dadurch kann ein Volumenwert auch eine berechnete Größe sein.



 A screenshot of the 'Objekt Editor' dialog box. It has a table with 'Parameter' and 'Value' columns. The parameters are grouped into sections: 'Büretten Information' (selected Bürette: TI_Alpha plus-1, Reagenz: EDTA 0,1 mol/l), 'Einstellungen' (Volumen Formel: 20, Wartezeit nach Dosierung: 10), and 'Probeninformation' (Messwerte bei jeder Dosierung: checked). At the bottom are 'OK' and 'Abbrechen' buttons.

Parameter	Value
Büretten Information	
Ausgewählte Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	EDTA 0,1 mol/l
Einstellungen	
Volumen Formel	20
Wartezeit nach Dosierung	10
Probeninformation	
Messwerte bei jeder Dosierung	☒

4.2.6. Berechnen

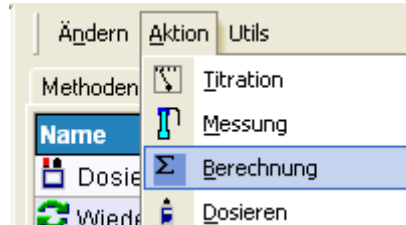
In TitriSoft wird der eingebaute Formeleditor an vielen Stellen verwendet um Zahlenwerte einzugeben. Dadurch ergibt sich die Möglichkeit, anstelle der reinen Zahlenwerte auch Variablen oder berechnete Größen einzusetzen.

Es gibt dafür zahlreiche Beispiele. Hier sollen nur zwei erwähnt werden:

- Ein Dosiervolumen wird aufgrund einer Einwaage berechnet, um eine definierte Konzentration einzustellen. Die Einwaage kann dadurch in einem weiten Bereich variieren.
- Ein pH-Wert wird gemessen und gespeichert. Später wird wieder auf diesen pH-Wert titriert, ohne dass dieser für diese Probe bekannt sein muss.

Der Formeleditor wird grundsätzlich auch verwendet, um Ergebnisse oder Zwischenergebnisse zu dokumentieren. Alle berechneten Werte können im Titrations-Center auf dem Bildschirm oder im Ausdruck in einer Tabelle dargestellt werden.

Eine Formel kann als Baustein an beliebiger Stelle im Methodenablauf eingebunden werden. Die Anzahl der Formeln ist nicht eingeschränkt. Die Auswahl erfolgt unter dem Menüpunkt „Aktion“ und „Berechnung“.



Die folgenden Informationen werden angezeigt und können (außer Art der Variablen) eingegeben werden:

- Art der zu berechnenden oder einzugebenden Variablen
- Name der Variablen
- Anzahl der Dezimalstellen
- Anzahl der Äquivalenzpunkte, die in der Formel benötigt werden.
- Die Formel selber
- Glättungsgrad
- Auswertefenster für die x-Achse
- Auswertefenster für die y-Achse

Wird der Formeleditor verwendet, um eine Zahl einzugeben, kann diese direkt in das Weiße Feld eingetragen werden. Wenn Zeichen gelöscht werden sollen, kann dies mit der „Rücktaste“ „←“ geschehen, nachdem der Cursor hinter dem letzten Zeichen steht.

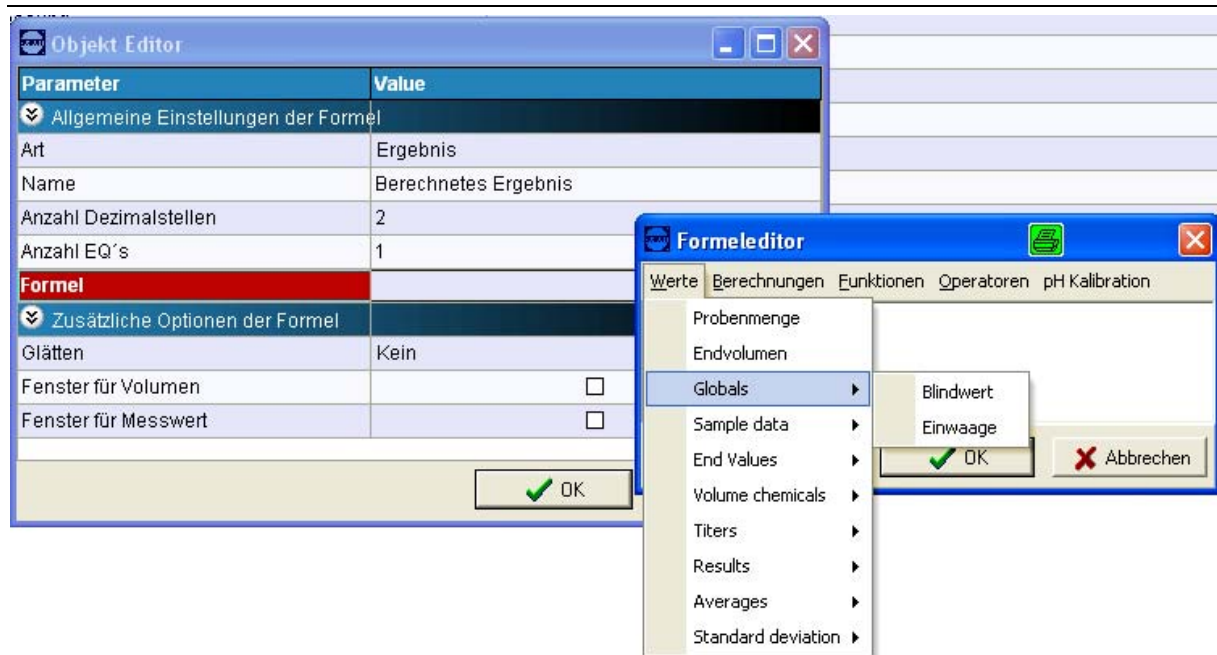


Das Beispiel zeigt eine Formel für die Berechnung des Chloridgehaltes in %. Dabei bedeuten:

- EQ[1] Ein Äquivalenzpunkt ausgewählt, bei mehreren ausgewählt der erste.
- 35,45 Atomgewicht des Chlors
- 0,1 Molarität der Silbernitratlösung, des Titrierreagenzes.
- 100 Umrechnung in %
- / Bruchstrich
- Amount Probenmenge
- 1000 Umrechnung von g in mg
- () Die Klammern

Es gelten die normalen mathematischen Rechenregeln. So würde z.B. das Weglassen der Klammern bedeuten, dass der Ausdruck vorher durch die Probenmenge geteilt wird und das erhaltene Wert mit 1000 multipliziert wird, was zu einem anderen Ergebnis führen würde.

Die Werte innerhalb der Formel können mit der „Hand“ eingetragen werden, oder aus den Menüs ausgewählt werden. Üblicherweise empfiehlt es sich, die Zahlenwerte manuell einzutragen und die Variablen aus den Menüs auszuwählen.



Wenn eine neue Formel für ein Ergebnis erstellt wird, muss im ersten Schritt ein Name in der zweiten Zeile eingetragen werden. Wenn ein Name aus der zweiten Zeile ausgewählt wird, erfolgt automatische eine Zuordnung zum Variablentyp. Die Variablentypen sind in Kapitel 4.1. erklärt. Damit können Ergebnisse als Typ sofort und direkt eingetragen werden, während Variablen vorher definiert sein müssen. Variablennamen können für Ergebnisse auch in mehreren Methoden verwendet werden, da die Zahlenwerte nur in der aktuellen Methode bekannt sind.

Unter dem Menüpunkt „Werte“ können die folgenden Variablen ausgewählt werden:

Bezeichnung	Bedeutung	Erklärung
Einwaage	Auch „amount“	Jede Form der Probenmenge, sei es Probenvolumen oder Einwaage. Der Wert kann im Titrations – Center für jede Probe eingegeben werden.
Endvolumen		Endvolumen aller Reagenzien, wurde mit zwei Reagenzien titriert, werden die Volumina addiert.
Globals	Globale Variable	Globale Variablen werden verwendet, um zwischen Methoden Werte auszutauschen. Das können z.B. Blindwerte sein, Zähler oder anderes.
Sample Data	Probenvariable	Probenvariable verhalten sich wie Globale Variable, können aber zusätzlich als Werte in den Probenlisten im Titrations – Center eingetragen werden, z.B. probenspezifische Dichte.
End Values	Endwerte	Die letzten Messwerte einer Messung oder Titration. Wenn in einer Methode mehrere Messwerte aufgenommen werden, stehen auch mehrere Endwerte zur Verfügung.
Volume Chemicals	Endvolumen Reagenz	Hier stehen die Endvolumina aller in der Methode verwendeten Reagenzien zur Verfügung,
Titrers	Titer	Der Titer der Reagenzien. Er verhält sich wie die Globalen Variablen und hat als zusätzliche Eigenschaft das Datum der letzten Bestimmung.
Results	Ergebnis	Ergebnisvariablen sind mit ihren Zahlenwerten nur in der aktuellen Methode bekannt.
Averages	Mittelwert	Der Mittelwert einer in der Methode verwendeten Variablen. Typische Verwendung ist die Berechnung des Mittelwertes einer Titerstellung. Dazu wird ein Ergebnis „Einzeltiter“ berechnet, die Variable Titer dann als Average dieses Ergebnisses abgelegt.
Standard deviation	Standardabweichung	Berechnung der Standardabweichung als Grundgesamtheit nach der Formel:

		$\sqrt{\frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n^2}}$
--	--	--

Unter den Berechnungen können verschiedene Formen der Äquivalenzpunktberechnung ausgewählt werden:

- EQ

Es stehen so viele EQs zur Verfügung, wie vorher ausgewählt wurden

Anzahl EQ's 2

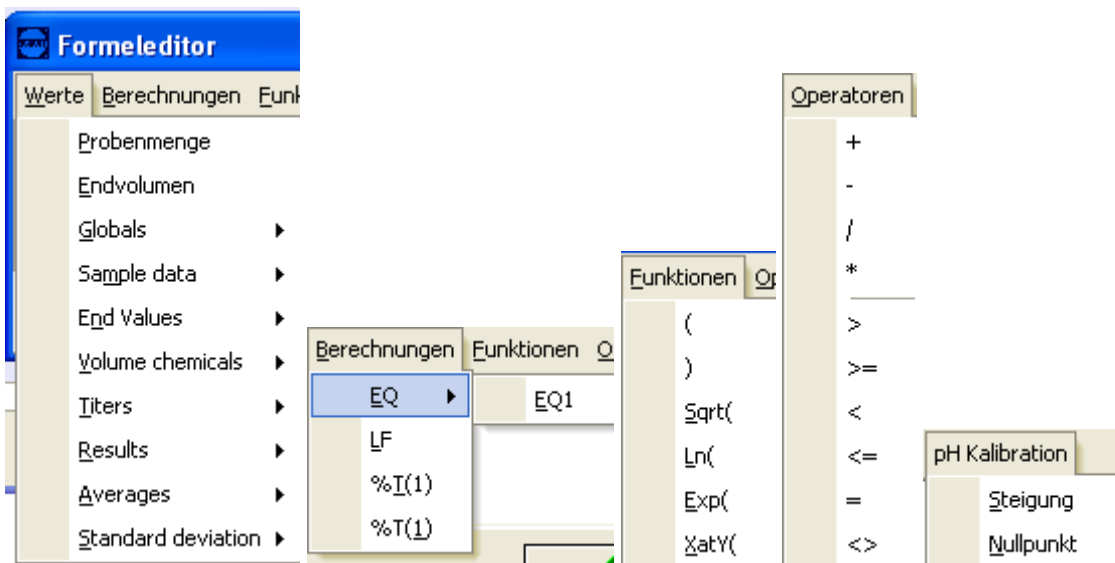
Diese werden als EQn dargestellt. Es können bis zu 5 EQs berechnet werden. Achtung: Wenn Auswertefenster verwendet werden, ist innerhalb dieses Fensters meist nur ein EQ!!

Ein EQ wird als Maximum der ersten Ableitung berechnet.
- LF

Auswertung von konduktometrischen oder Leitfähigkeitskurven. Es wird der Knickpunkt mittels der zweiten Ableitung ermittelt und dann Geraden vom Startpunkt bis zum Knickpunkt und vom Endpunkt bis zum Knickpunkt durch lineare Regression berechnet. Der Schnittpunkt der Geraden ist der EQ für LF-Kurven.
- %T (1)

Auswertung für photometrische Titrations mit Phototroden. Es kann natürlich auch die normale EQ Berechnung verwendet werden. Bei der Berechnung der speziellen photometrischen Auswertung wird durch den steilsten Bereich eine Gerade berechnet. Durch die flachen Bereiche werden ebenfalls Geraden berechnet. Der Schnittpunkt der Anfangsgeraden mit der Geraden durch den steilen Bereich ist %T (1).
- %T (2)

Der Schnittpunkt der Endgeraden mit der Geraden durch den steilen Bereich ist %T (2).



Unter Funktionen stehen Klammern zur Verfügung. Es sind drei Ebenen möglich. Als Funktionen stehen weiter zur Verfügung:

- Sqrt Wurzel eines Zahlenwertes oder auch zusammengesetzten Zahlenwertes
- Ln Natürlicher Logarithmus
- Exp Exponentialfunktion e hoch Zahlenwert oder Ausdruck
- X at Y Berechnet den x-Wert an einer angegeben oder berechneten Stelle, z.B. den Verbrauch bei einem bestimmten pH-Wert.

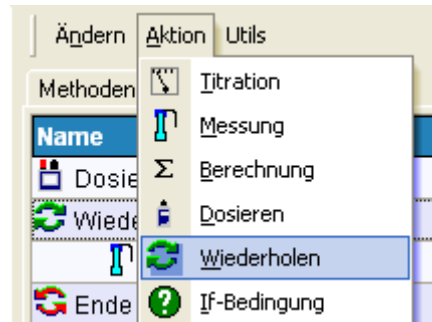
Unter „Operatoren“ sind alle üblichen Operatoren wie +, -, *, / zugänglich. In „if“-Anweisungen können auch Vergleichsoperatoren eingesetzt werden.

Unter pH Kalibration können Steilheit und Nullpunkt in einer Ergebnisvariablen dokumentiert werden. Es ist der einzige Weg, um die aktuelle verwendeten Werte für Steilheit und Nullpunkt zu dokumentieren.

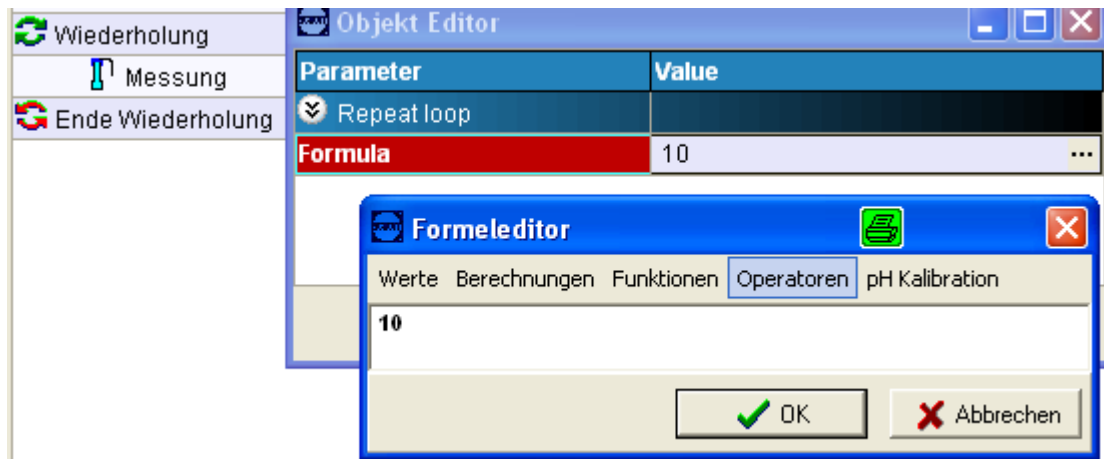
Weitere Informationen zur Verwendung des Formeleditors finden sich in Kapitel 4.3 und 4.4.

4.2.7. Wiederholungen

Wiederholungen dienen z.B. der Aufnahme von Messwerten oder auch sich wiederholende Titrations. Die Funktion wird über „Aktionen“ „Wiederholen ausgewählt.



Zur Einstellung der Anzahl der Wiederholungen wird der Formeleditor aufgerufen. Die Anzahl der Wiederholungen kann ein Zahlenwert sein oder eine berechnete Variable. Der Wert wird nur beim ersten Aufruf des Bausteins ausgewertet!



4.2.8. If-Bedingungen

Die „if“ - Bedingung wird unter dem Menüpunkt „Aktion“ „If-Bedingung“ ausgewählt. Die if-Bedingung wird verwendet, um z.B. eine Titration mit unterschiedlichen Reagenzien durchführen zu können. Es werden folgende Anwendungen durchgeführt:

- Titration mit säure oder Lauge in Abhängigkeit von einen Start-pH-Wert.
- Titration mit unterschiedlichen Konzentrationen in Abhängigkeit von einem Startpotential.
- Titrations mit unterschiedlich gesetzten linearen Schrittweiten in Abhängigkeit von einem Potential.

Weitere Anwendungen sind denkbar und möglich.

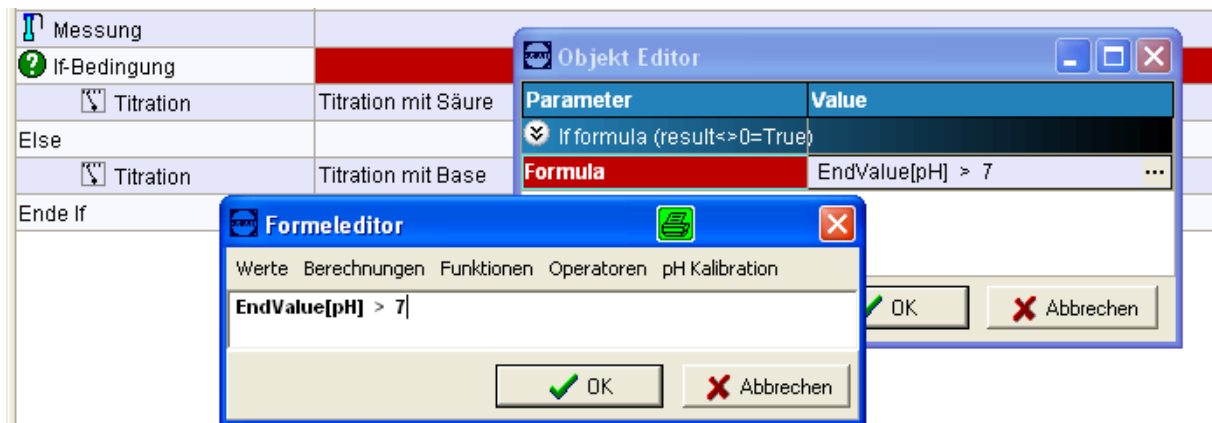


Die Funktion besteht aus drei Elementen:

- If-Bedingung
- Else-Zweig
- End if

In der if-Bedingung wird das Kriterium mittels des Formeleditors eingegeben. Meist wird eine Variable, wie z.B. ein Messwert mit einem Vergleichswert mittels eines logischen Operators verglichen. So kann z.B. entschieden werden, ob mit Säure titriert werden soll, wenn der letzte pH-Messwert über pH 7 ist.

Im ersten Schritt wird ein Messwert pH aufgenommen. Dieser pH-Wert wird dann in der if – Bedingung als Entscheidungskriterium genommen. Es empfiehlt sich deshalb diesen Wert genügend genau und stabil zu haben. Als nächstes wird dann die if-Bedingung ausgewählt. Durch Doppelklick mit der Maus erscheint der Formeleditor. Unter „Werte“ wird der Endwert pH ausgewählt. Als Vergleichskriterium kann „>“ oder „>=“ verwendet werden, dann wird der pH-Wert eingegeben. Mit „ok“ wird die Formel abgeschlossen. Bei markierter if-Bedingung wird ein Baustein Titration eingefügt. Durch Doppelklick mit der Maus kann der Baustein editiert werden. In diesem Baustein wird dann mit Säure titriert. Dann wird der „Else“-Zweig markiert und eine weitere Titration eingefügt. Mit einem Doppelklick wird sie editiert und kann auf die Titration mit Lauge eingestellt werden.



Beim Ablauf wird also zunächst ein pH-Wert aufgenommen und dann entschieden, ob mit Säure oder Lauge titriert wird. Ein else-Zweig muss keinen Baustein enthalten, es wird dann einfach übergangen.

Ein anderes Beispiel wäre eine Chlorid Titration, bei der aufgrund des Startmesswertes mit unterschiedlichen Konzentrationen von Silbernitrat titriert wird. Je niedriger der Startmesswert ist, desto konzentrierter muss die Silbernitratlösung sein. In diesem Fall löst man mit mehreren if-Anweisungen in den entsprechenden else-Zweigen nach dem Schema:

- Wenn mV < 0 mV dann mit 0,1 mol/l AgNO₃ titrieren, else
- Wenn mV < 50 mV dann mit 0,05 mol/l AgNO₃ titrieren, else
- Wenn mV < 100 mV dann mit 0,01 mol/l AgNO₃ titrieren, else
- Wenn mV >= 100 mV dann ist kein Chlorid in der Probe

Die Zahlenwerte der Potentiale hängen von der Probenmatrix, der Elektrode und ihrem Zustand ab und können daher nur als ersten Anhaltspunkt für experimentelle Bestimmung der Zahlenwerte dienen. Nicht bei allen Chlorid-Applikationen wird sich ein solches Beispiel umsetzen lassen.

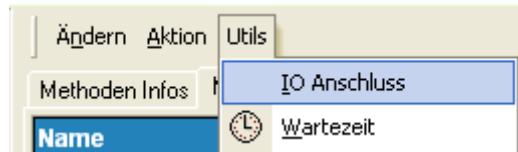
4.2.9. I/O-Anschluss

Input (I) und Output (O) Anschlüsse befinden sich an folgenden Geräten:

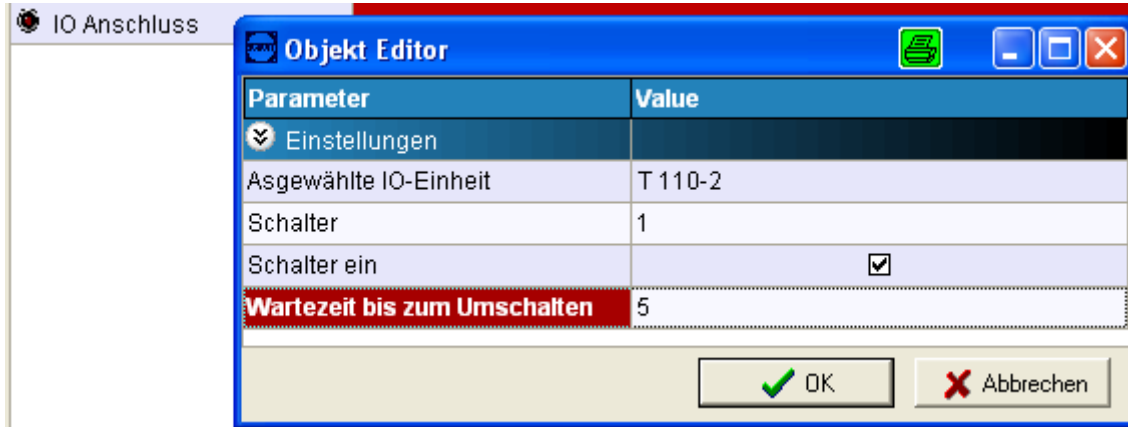
- TW alpha plus (TW alpha, TW 280)
- T 110 plus
- T 110
- T 200

Dort lassen sich Einheiten mit Relais anschließen, mit denen sich Vorgänge automatisieren lassen. Da dies oft mit speziellen Anforderungen zu tun hat, setzen Sie sich bitte mit Schott Instruments in Verbindung, wenn Sie externe Geräte ansteuern wollen.

Die Auswahl für die Ansteuerung erfolgt im Menü "Utils" unter "IO Anschluss".



Nach der Auswahl des Gerätes mit dem IO-Anschluss wird der Schalter eingetragen und für die eingetragene Zeitdauer ein- oder ausgeschaltet. Die Anzahl und elektrischen Anschlüsse sind der Gebrauchsanleitung des Gerätes zu entnehmen.



4.2.10. Kommando

Alle Geräte kommunizieren mit dem PC über Befehle. Die Befehle sind nach folgendem Schema aufgebaut:

- Adresse von 00 bis 15
- Kommando mit 1-3 Zeichen
- Parameter als Zahl oder Buchstabe

Die Liste der Befehle, die jedes Gerät versteht, ist den Gebrauchsanleitungen zu entnehmen. Grundsätzlich hat jeder Befehl bei jedem Gerät die gleiche Funktionalität. Für einen angeschlossenen TL alpha plus mit der Adresse 01 hier einige Beispiele:

- 01BF Bürette füllen
- 01DO10.00 Dosiere 10 ml

Alle Befehle sind mit einem so genannten „Timeout“ von drei Minuten versehen. Wenn ein Gerät den Befehl nicht direkt beantwortet (z.B. weil die Ausführung länger dauert) kann das bis zu drei Minuten dauern, bis eine weitere Reaktion erfolgt.

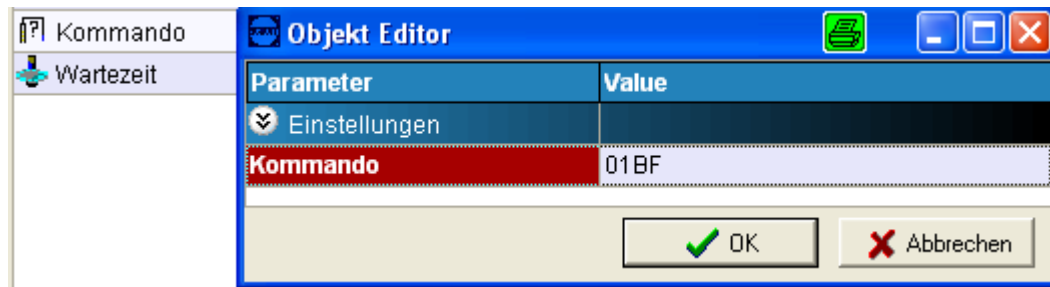
Typische Anwendungen sind:

- Bürette an einer bestimmten Stelle zu füllen, z.B. 01BF
- Eingangsverzögerung für Titrationsen in organischen Medien einstellen

Die Auswahl erfolgt über „Utils“ „Direktkommando“.



Jeder Befehl muss mit der Adresse und dem Kommando in Großbuchstaben eingegeben werden. Ein gegebenenfalls erforderlicher Parameter wird direkt zugefügt. Dezimaltrennzeichen ist immer der Punkt.



4.2.11. Bildschirmnachricht

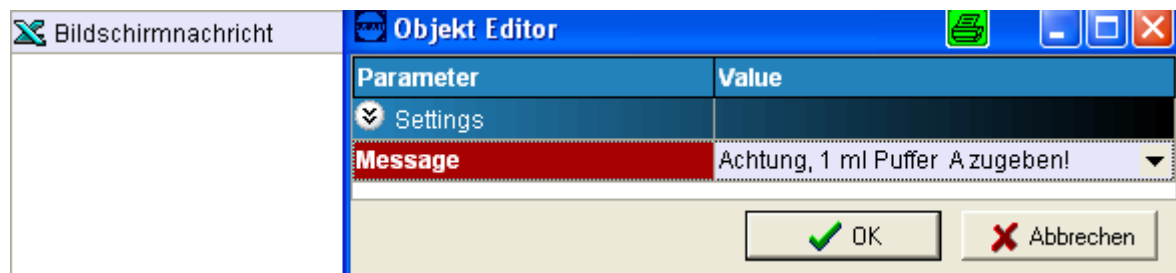
Eine Bildschirmnachricht kann an beliebiger Stelle eines Methodenablaufs eingefügt werden. Es sind eine Reihe von Anwendungen denkbar:

- Manuelle Zugabe von Hilfslösungen oder Puffer.
- Hinweis zum Wechseln von Aufsätzen.
- Hinweise zum Ablauf von Analysenabläufen.
- Abwarten bis eine Taste gedrückt wird.
- Meldungen zur Kontrolle von Analysenabläufen bei der Methodenentwicklung.

Die Auswahl erfolgt unter „Utils“ und „Bildschirmnachricht“. Andere Eingaben sind während dieser Zeit nicht möglich.



Durch Doppelklick mit der Maus öffnet sich das Eingabefenster. Es kann ein Text eingegeben werden, der dann während des Methodenablaufs angezeigt wird.



4.2.12. Rührgeschwindigkeit

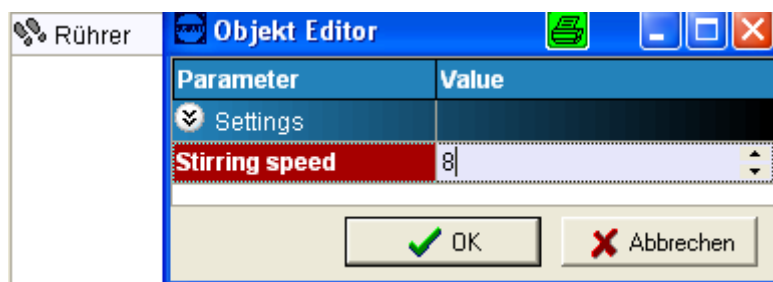
Die Rührgeschwindigkeit kann am Probenwechsler, TL alpha oder TR 250 eingestellt werden. Am TL alpha plus wird die Rührgeschwindigkeit manuell eingestellt. Innerhalb einer Titration wird die Rührgeschwindigkeit unabhängig eingestellt. Die Rührgeschwindigkeit bezieht sich immer auf die Konfiguration, in der ja auch immer nur eine Titration gleichzeitig laufen kann.

Die Auswahl erfolgt über „Utils“, „Rührgeschwindigkeit“.



Die Rührgeschwindigkeit kann von 0 bis 9 in 10 Stufen eingestellt sein. Wenn ein manueller Regler auf eine bestimmte Stufe gestellt ist, kann bis zu dieser Stufe in zehn Stufen eine Feinregelung erfolgen.

Achtung: Es ist möglich, dass ein manueller Regler (z.B. am Probenwechsler) ausgestellt ist. Es wird dann nicht gerührt! Der eingeschaltete Rührer am Probenwechsler beginnt langsam zu rühren, da sonst ein Magnetrührstäbchen im Becherglas umherspringt. Die volle Rührgeschwindigkeit wird nach ca. 10 Sekunden erreicht.

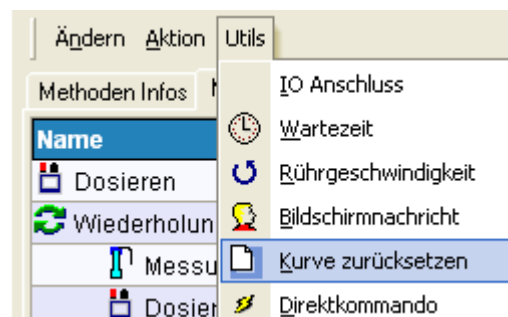


4.2.13. Kurven zurücksetzen

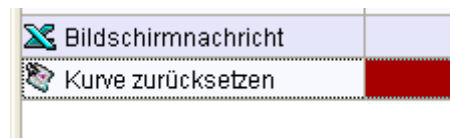
Alle in einem Methodenablauf aufgenommenen Volumina und Messwerte werden in einer Kurvendarstellung zusammengefügt. Wenn z.B. in einem Ablauf zunächst mit Natronlauge, dann mit Salzsäure titriert wird, zeigt die Titrationskurve zunächst den ansteigenden Teil mit der Natronlauge, anschließend den abfallenden Teil mit der Salzsäure.

Um nur den letzten abfallenden Teil der Salzsäure darzustellen, wird nach der Titration mit Natronlauge ein Baustein „Kurve zurücksetzen“ eingebaut.

Dieser Baustein ist verfügbar unter „Utils“ und „Kurve zurücksetzen“. Es werden in der Datenbank nur die Werte nach dem Baustein „Kurve zurücksetzen“ gespeichert! Sollen die Daten vorher auch verfügbar sein, muss in zwei Methoden titriert werden. Es gibt auch die Möglichkeit an bestimmten Stellen eine Formel einzusetzen, um die Volumina an diesen Stellen zu speichern und auf den Baustein „Kurve zurücksetzen“ zu verzichten.

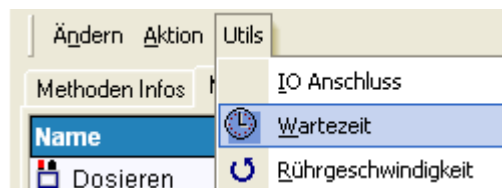


In der Praxis wird dieser Baustein häufig eingesetzt, um nach einem pH-Einstellen nur die für die Berechnung relevanten nachfolgenden Daten zu speichern. Mit einer Bildschirmnachricht kann z.B. darauf hingewiesen werden.

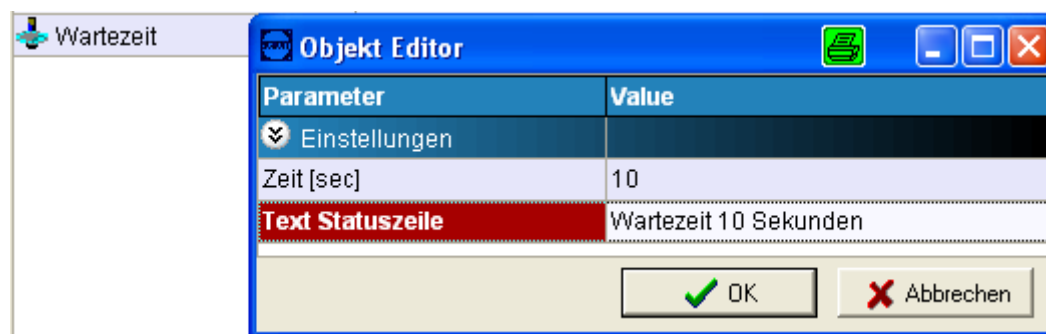


4.2.14. Wartezeit

Wartezeiten können an beliebiger Stelle in einen Methodenablauf eingefügt werden. Sie werden eingefügt um z.B. nach Reagenszugaben für eine Verteilung innerhalb des Titrationsgefäßes oder auch eine Einstellung des Messwertes zu sorgen. Die Auswahl ist möglich über „Utils“ und „Wartezeit“.



Die Zeit wird in ganzen Sekunden eingegeben. Am unteren Bildschirmrand erscheint eine Meldung und die ablaufenden Sekunden werden angezeigt.



4.2.15. Eingabefeld

Da bestimmte Meldungen auf dem Bildschirm eine Eingabe von Werten oder Daten verhindern, da sie erst quittiert werden müssen, ist ein besonderes Fenster erforderlich, wenn Daten erst während einer Titration eingegeben werden können. Wenn z.B. das Fenster „Bildschirmnachricht“ erscheint, ist keine andere Eingabe möglich, bis mit der Maus das „Ok“ angeklickt wurde. Eine Anwendung ist die Eingabe einer Einwaage, die erst während oder nach einer Titration ermittelt wurde. Ein Eingabefeld ermöglicht eine Eingabe eines Zahlenwertes auch während einer Titration.

Die Auswahl erfolgt über „Utils“ und „Eingabefeld“.



Es kann eine Bildschirmnachricht eingegeben werden, wie z.B. "W Einwaage eingeben" und der eingegebene Wert einer beliebigen Variablen zugewiesen werden. Im unteren Beispiel wurde die Ergebnisvariable Ergebnis ausgewählt.



4.2.16. Titrationsarten und ihre Parameter

TitriSoft ermöglicht vier vordefinierte Titrationsmethoden:

- Endpunkt-Titration
- Dynamische Titration
- Lineare Titration
- pH-Stat-Titration

Die Titrationsarten werden für typische Titrationsapplikationen eingesetzt:

Titrationsart	Typische Applikationen
Endpunkt-Titration	■ Koventionsmethode, um vergleichbare Ergebnisse zu erzielen ■ Viele pH-Titrationen im Wasser- und Umweltbereich ■ Gesamtsäure in wässrigen Lösungen ■ pH-Titrationen im Lebensmittelbereich
Dynamische Titration	■ Gehaltsbestimmungen ■ Chloridtitration ■ Redox-titrationen
Lineare Titration	■ Titrationen in organischen Lösungsmitteln ■ Titrationen bei sehr kleinen Gehalten ■ Viele Titrationen mit Ionensensitiven Elektroden ■ Titrationen mit unruhigen Messwerten
pH-Stat-Titration	■ Bestimmung von Enzymaktivitäten ■ Extraktionsprozesse ■ Stabilitätsprozesse ■ pH-Einstellungen über längeren Zeitpunkt

Für die Endpunkt-Titration werden folgende Parameter eingestellt:

Parameter	Bedeutung
Wert für Endpunkt	Der Endpunkt der Titration, der Punkt, bei dem die Titration beendet ist. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Endvolumen	Das maximale Volumen der Titration, auch wenn der Endpunkt noch nicht erreicht wurde. Stellt sicher, dass das Titrationsgefäß nicht überläuft, wenn z.B. vergessen wurde, eine Elektrode anzuschließen. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Dauer Endpunkt erreicht	Der Endpunkt muss eine Zeit lang stabil bleiben, um als solcher akzeptiert zu werden. Die Zeitdauer wird in Sekunden eingegeben, üblich sind oft 10 Sekunden.
Lineare Schrittweite	Der letzte Teil der Titration kann mit angemessen kleinen Schritten titriert werden. Die Schrittweite wird in ml eingegeben. Üblich sind 0,01

	oder 0,02 ml. Bei sehr genauen Titrationsen können auch kleinere Schritte eingegeben werden. Es ist wichtig, darauf zu achten, dass die Schritte nicht zu klein werden und die Titration unangemessen verlangsamen.
Differenz zum Endpunkt	Dies ist der Abstand zum Endwert in pH-Einheiten oder auch der gewählten Einheit, in dem mit der „Linearen Schrittweite“ titriert wird. Üblich sind 0,2 pH-Einheiten bei einigen Anwendungen.
Kurvenform	Die Kurvenform beschreibt die Anpassung der Schrittweite an die Steigung der Titrationskurve. Wenn die Titrationskurve steil ist, wird mit kleinen Schritten titriert und damit die berechneten Ergebnisse genauer. Im flachen Kurventeil wird mit größeren Schritten titriert und damit die Titration beschleunigt. Es wird anhand von Piktogrammen von Titrationskurven unterschieden: ■ Steil fallend ■ Mittel fallend ■ Flach fallend ■ Flach steigend ■ Mittel steigend ■ Steil steigend ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung siehe Dynamikparameter)
Titrationsgeschwindigkeit	Die Titrationsgeschwindigkeit wird über die Drift geregelt. Die Drift ist die Potentialänderung eines Sensors mit der Zeit, gemessen in mV/min. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort, ohne Driftkontrolle ■ Schnell (bei vielen pH-Titrationsen) ■ Mittel (z.B. Chlorid in vielen Fällen) ■ Genau (für besonders genaue Titrationsen) ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung im Kapitel über die Driftkontrolle)

Einstellungen für Titration	
Wert für Endpunkt	8,2
Endvolumen	20
Dauer Endpunkt erreicht	10
Lineare Schrittweite	0,01
Differenz zum Endpunkt	0,2
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Schnell

Für die Dynamische Titration werden folgende Parameter eingestellt:

Parameter	Bedeutung
Wert für Endpunkt auswerten	Wenn dieser Punkt markiert ist, wird bis zu einem eingestellten pH oder mV-Wert titriert als Abbruchkriterium der Titration.
Wert für Endpunkt	Der Endpunkt der Titration, der Punkt, bei dem die Titration beendet ist. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Endvolumen	Das maximale Volumen der Titration, auch wenn der Endpunkt noch nicht erreicht wurde. Stellt sicher, dass das Titrationsgefäß nicht überläuft, wenn z.B. vergessen wurde, eine Elektrode anzuschließen. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Anzahl EQs	Während der Titration können EQs berechnet werden. Sie dienen nur als Abbruchkriterium für die Titration und haben mit den EQs für die Formelberechnung nichts zu tun. Es sind 5 EQs möglich, in der Regel wird ein EQ eingesetzt oder zwei

	(z.B. bei Phosphorsäure). Da aber auch bei unruhigen Titrationskurven ein zufälliger EQ berechnet werden kann, brechen solche Titrationskurven zu früh ab. Deshalb müssen bei diesen Titrationskurven die Titrationsparameter richtig gesetzt und die Elektroden in Ordnung sein.
Kurvenform	Die Kurvenform beschreibt die Anpassung der Schrittweite an die Steigung der Titrationskurve. Wenn die Titrationskurve steil ist, wird mit kleinen Schritten titriert und damit die berechneten Ergebnisse genauer. Im flachen Kurventeil wird mit größeren Schritten titriert und damit die Titration beschleunigt. Es werden anhand von Piktogrammen folgende Titrationskurven unterschieden: ■ Steil fallend ■ Mittel fallend ■ Flach fallend ■ Flach steigend ■ Mittel steigend ■ Steil steigend ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung siehe Dynamikparameter)
Titrationsgeschwindigkeit	Die Titrationsgeschwindigkeit wird über die Drift geregelt. Die Drift ist die Potentialänderung eines Sensors mit der Zeit, gemessen in mV/min. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort, ohne Driftkontrolle ■ Schnell (bei vielen pH-Titrationsen) ■ Mittel (z.B. Chlorid in vielen Fällen) ■ Genau (für besonders genaue Titrationsen) ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung im Kapitel über die Driftkontrolle)

Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	10,5
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	1
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Schnell

Für die Lineare Titration werden folgende Parameter eingestellt:

Parameter	Bedeutung
Wert für Endpunkt auswerten	Wenn dieser Punkt markiert ist, wird bis zu einem eingestellten pH oder mV-Wert titriert als Abbruchkriterium der Titration.
Wert für Endpunkt	Der Endpunkt der Titration, der Punkt, bei dem die Titration beendet ist. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Endvolumen	Das maximale Volumen der Titration, auch wenn der Endpunkt noch nicht erreicht wurde. Stellt sicher, dass das Titrationsgefäß nicht überläuft, wenn z.B. vergessen wurde, eine Elektrode anzuschließen. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Anzahl EQs	Während der Titration können EQs berechnet werden. Sie dienen nur als Abbruchkriterium für die Titration und haben mit den EQs für die Formelberechnung nichts zu tun. Es sind 5 EQs möglich, in der Regel wird ein EQ eingesetzt oder auch zwei (z.B. bei Phosphorsäure). Da aber bei unruhigen Titrationskurven ein zufälliger EQ berechnet werden kann, brechen diese Titrationskurven zu früh ab. Deshalb müssen bei diesen Titrationskurven die Titrationsparameter richtig gesetzt und die Elektroden in Ordnung sein.

Lineare Schrittweite	Die Lineare Schrittweite in ml, die konstant während der gesamten Titration eingehalten wird.
Kurvenform	Die Kurvenform beschreibt die Anpassung der Schrittweite an die Steigung der Titrationskurve. Wenn die Titrationskurve steil ist, wird mit kleinen Schritten titriert und damit die berechneten Ergebnisse genauer. Im flachen Kurventeil wird mit größeren Schritten titriert und damit die Titration beschleunigt. Es werden anhand von Piktogrammen folgende Titrationskurven unterschieden: ■ Steil fallend ■ Mittel fallend ■ Flach fallend ■ Flach steigend ■ Mittel steigend ■ Steil steigend ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung siehe Dynamikparameter)
Titrationsgeschwindigkeit	Die Titrationsgeschwindigkeit wird über die Drift geregelt. Die Drift ist die Potentialänderung eines Sensors mit der Zeit, gemessen in mV/min. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort, ohne Driftkontrolle ■ Schnell (bei vielen pH-Titrationen) ■ Mittel (z.B. Chlorid in vielen Fällen) ■ Genau (für besonders genaue Titrationen) ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung im Kapitel über die Driftkontrolle)

Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	10,5 ...
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	0
Lineare Schrittweite	0,10
Steigend oder Fallend	 Hoch
Titrationsgeschwindigkeit	Schnell

Für die pH-Stat-Titration werden folgende Parameter eingestellt:

Parameter	Bedeutung
pH-Stat Einstellwert	Der pH-Wert, der während der Titration konstant gehalten werden soll.
Endvolumen	Das maximale Volumen der Titration, auch wenn der Endpunkt noch nicht erreicht wurde. Stellt sicher, dass das Titrationsgefäß nicht überläuft, wenn z.B. vergessen wurde, eine Elektrode anzuschließen. Der Wert wird über eine Formel eingegeben. Dezimaltrennzeichen ist ein Komma.
Dauer der Titration [min]	Die Gesamtdauer der Titration in Minuten.
Lineare Schrittweite	Der letzte Teil der Titration kann mit angemessen kleinen Schritten titriert werden. Die Schrittweite wird in ml eingegeben. Üblich sind 0,01 oder 0,02 ml. Bei sehr genauen Titrationen können auch kleinere Schritte eingegeben werden. Es ist wichtig, darauf zu achten, dass die Schritte nicht zu klein werden und die Titration unangemessen verlangsamen.
Differenz zum Endpunkt	Dies ist der Abstand zum Endwert in pH-Einheiten oder auch der gewählten Einheit, in dem mit der „Linearen Schrittweite“ titriert wird. Üblich sind 0,2 pH-Einheiten bei einigen Anwendungen.
Messintervall [sec]	Der pH-Wert wird während der gesamten Zeit kontinuierlich konstant gehalten. In den angegebenen Intervallen werden jedoch Datenpunkte

	in die Datenbank gespeichert. Bei sehr langen Titrationsen sollte man darauf achten, dass nicht zu viele Datenpunkte erzeugt werden. Als Faustregel gilt, dass mehr als 1000 Datenpunkte keinen Sinn machen, übliche Titrationsen haben zwischen 50 und 100 Datenpunkte.
Kurvenform	Die Kurvenform beschreibt die Anpassung der Schrittweite an die Steigung der Titrationskurve. Wenn die Titrationskurve steil ist, wird mit kleinen Schritten titriert und damit die berechneten Ergebnisse genauer. Im flachen Kurventeil wird mit größeren Schritten titriert und damit die Titration beschleunigt. Es werden anhand von Piktogrammen folgende Titrationskurven unterschieden: ■ Steil fallend ■ Mittel fallend ■ Flach fallend ■ Flach steigend ■ Mittel steigend ■ Steil steigend ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung siehe Dynamikparameter)
Titrationsgeschwindigkeit	Die Titrationsgeschwindigkeit wird über die Drift geregelt. Die Drift ist die Potentialänderung eines Sensors mit der Zeit, gemessen in mV/min. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort, ohne Driftkontrolle ■ Schnell (bei vielen pH-Titrationsen) ■ Mittel (z.B. Chlorid in vielen Fällen) ■ Genau (für besonders genaue Titrationsen) ■ Anwendereinstellungen (Beschreibung im Kapitel über die Driftkontrolle)

Einstellungen für Titration	
pH-Stat Einstellwert	5,5
Endvolumen	20
Dauer Titration [min]	10
Lineare Schrittweite	0,02
Differenz zum Endpunkt	0,3
Messintervall [sec]	20
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Schnell

4.2.17. Genereller Aufbau der Methode

Die Methode wird in Bausteinen aufgebaut. Um eine Titration durchzuführen, benötigt man nur einen Baustein Titration. Es erfolgt dann aber keine Berechnung. In der Praxis haben Methoden daher zusätzlich noch mindestens eine Berechnung. Es empfiehlt sich jedoch aus Dokumentationsgründen weitere Elemente in die Methode einzubauen:

- Der pH-Wert oder Messwert vor der Titration gibt oft Informationen über die Probe und wird in vielen Fällen dokumentiert.
- Der berechnete EQ oder auch der verwendete EP sollten zusätzlich zum Ergebnis dokumentiert werden.
- Der Mittelwert kann automatisch errechnet werden.

In vielen Fällen enthalten Methoden noch weitere Elemente wie Dosierungen von Hilfsreagenzien oder auch weitere Berechnungen. In der folgenden Methode werden die üblichsten Elemente eingefügt. Auf der linken Seite ist der eingefügte Baustein, auf der rechten Seite der zugehörige Kommentar zu sehen. Dieses Beispiel zeigt eine Chloridbestimmung, der Startmesswert ist meist nur üblich bei pH-Titrationsen.

Ändern Aktion Utils	
Methoden Infos	Methodenablauf
Name	Kommentar
 Messung	Startmesswert aufnehmen
Σ Berechnung	Startmesswert dokumentieren
 Titration	Titration selber
Σ Berechnung	Berechnung und Dokumentation eines EP/EQ
Σ Berechnung	Berechnung der erforderlichen Einheit, z.B. %
Σ Berechnung	Berechnung Mittelwert

Der Startmesswert wird mit zwei Stellen nach dem Komma dokumentiert, die entsprechende Variable ist der Endwert mV in diesem Beispiel einer Chloridtitration.

Art	Ergebnis
Name	Startmesswert
Anzahl Dezimalstellen	2
Anzahl EQ's	0
Formel	EndValue[mV] ...

Die Titration zur Chloridbestimmung wird meist dynamisch durchgeführt. Nach der Titration wird die Bürette wieder gefüllt, um den Aufsatz wechseln zu können. Ein mV-Wert von 260 mV, der aber Proben und Elektroden abhängig ist, beendet die Titration ebenso, wie ein Äquivalenzpunkt oder ein Maximalvolumen von 20 ml. Die Kurve ist steil oder mittel und wird mit normaler Geschwindigkeit durchgeführt.

Parameter	Value
 Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	6
 Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	AgNO3 0,1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
 Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	260 ...
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	1
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Normal

Als erstes Ergebnis wird der gefundene und berechnete EQ dokumentiert. Dies ermöglicht eine einfache Nachberechnung.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	EQ in ml
Anzahl Dezimalstellen	3
Anzahl EQ's	1
Formel	EQ[1] ...

Das mit allen notwendigen Größen berechnete Ergebnis in % Chlorid wird in der folgenden Formel mit einer Dezimale erhalten. Oft wird noch der Titer des verwendeten Reagenzes hinzugefügt.

Art	Ergebnis
Name	Chlorid in %
Anzahl Dezimalstellen	1
Anzahl EQ's	0
Formel	Result[2, EQ in ml] * 35,45 * 0,1 * 100 / (1000 * Amount) ...

Der Mittelwert wird einfach durch eine zusätzliche Berechnung erhalten. Bei gleicher Probenbezeichnung in der Probenliste wird der Mittelwert automatisch berechnet.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	Mittelwert Chlorid in %
Anzahl Dezimalstellen	1
Anzahl EQ's	0
Formel	Avg[32, Chlorid in %] ...

4.2.18. Zuordnung Hardware

Eine Zuordnung zur verwendeten Hardware erhält man an vielen Stellen einer Methode. Eine Elektrode an einem Messeingang ist sowohl bei einem Messwert als auch innerhalb einer Titration in einer Methode enthalten. Es kann in einer Methode immer zwischen allen angeschlossenen Geräten in einer Konfiguration ausgewählt werden. Im folgenden Beispiel ist ein TL alpha plus mit der Adresse 1 und eine T 110 mit der Adresse 2 angeschlossen. Bei allen Messwerten können alle Messmöglichkeiten des TL alpha plus verwendet werden, bei allen Dosiervorgängen kann immer zwischen beiden Geräten ausgewählt werden, je nachdem in welchem Aufsatz welche Reagenzien sind.

Titration	Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Σ Berechnung	Art der Titration	TI_Alpha plus-1-pHA
Σ Berechnung	Rührgeschwindigkeit	TI_Alpha plus-1-pHB
Σ Berechnung	▼ Büretteneinstellungen	TI_Alpha plus-1-mVA
	Bürette	TI_Alpha plus-1-mVB
	Reagenz	TI_Alpha plus-1-µA
	Bürette füllen	TI_Alpha plus-1-°C
		TI_Alpha plus-1-sec

Die Anzeige ist nach dem Schema Gerät-Adresse-Messeingang aufgebaut.

Messung	Messung	
Berechnung	Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Titration	Messgeschwindigkeit	TI_Alpha plus-1-pHA
Berechnung		TI_Alpha plus-1-pHB
Berechnung		TI_Alpha plus-1-mVA
Berechnung		TI_Alpha plus-1-mVB
Berechnung		TI_Alpha plus-1-μA
Berechnung		TI_Alpha plus-1-°C
Berechnung		TI_Alpha plus-1-sec

Bei Dosiervorgängen wird immer das Reagenz zusätzlich angegeben. Dies dient vor allen Dingen der Dokumentation und der späteren Berechnungsmöglichkeit, da jedes Reagenz auch mit seinem Titer verknüpft ist. Eine Überprüfung des richtigen Reagenzes im Aufsatz ist weder der Titrationshardware noch der Software möglich. Dies liegt ausschließlich in der Verantwortung des Anwenders.

Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	TI_Alpha plus-1
Bürette füllen	T 110-2

4.2.19. Dynamikregelung

Dynamische Titration bedeutet eine variable Anpassung der Titrationsschrittweite in Abhängigkeit von der Steigung der Titrationskurve. Das Ziel ist, im flachen Teil der Titration mit großen Schritten schneller und im steilen Teil der Kurve, in dem in aller Regel der Äquivalenzpunkt berechnet wird, mit kleinen Schritten genau und sorgfältig zu titrieren. Für viele Routinetitrationsen ist es die Methode der Wahl.

In der Literatur sind verschiedene Verfahren beschrieben. Während bei der linearen oder monotonen Titration mit äquidistanten Volumenschritten titriert wird, sind bei der dynamischen Titration z.B. die Potentiale äquidistant. Man erhält eine Kurve, in der die Volumenschritte bei zunehmender Steigung immer kleiner werden.

In TitriSoft wird nach einem Verfahren gearbeitet, bei der die Dosierung direkt in Abhängigkeit von der Steigung der Titrationskurve berechnet wird. Eine potentiometrische Titration folgt der Nernstschen Gleichung:

$$E = E_0 + \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \cdot \ln \frac{a_{Ox}}{a_{Red}}$$

Diese Gleichung ist eine Funktion des natürlichen Logarithmus, in der das Potential proportional dem natürlichen Logarithmus der Aktivitäten der beteiligten Reaktionspartner ist.

$$E \approx \ln x$$

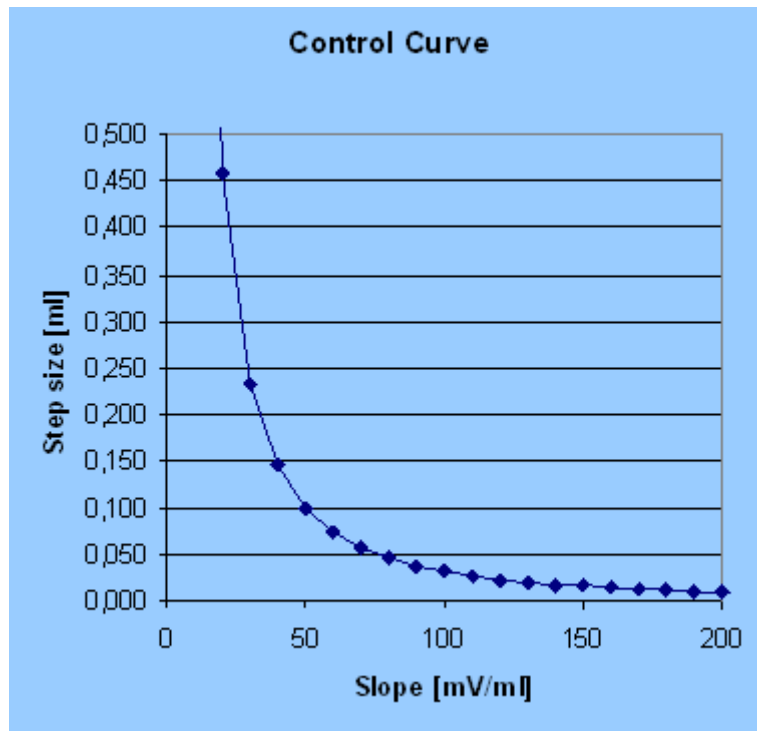
Die Ableitung und damit auch die Steigung der Titrationskurve ist die 1/x- Funktion:

$$E' = \frac{1}{x}$$

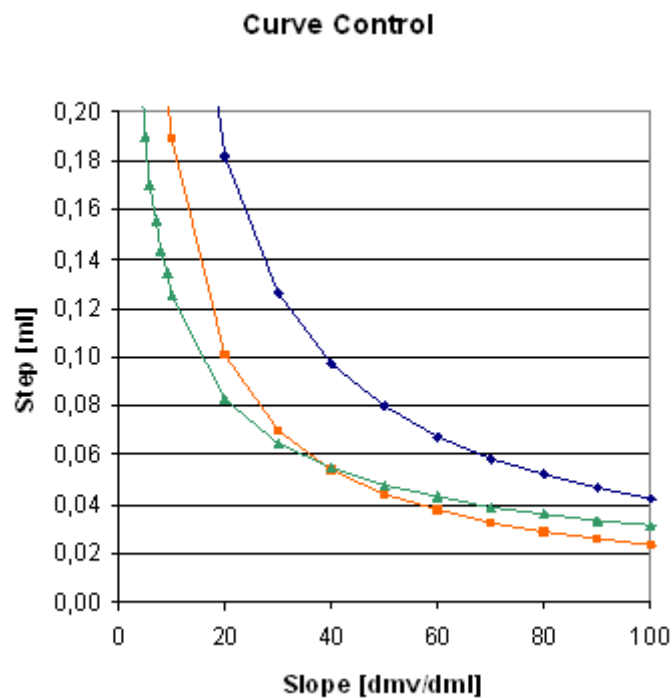
TitriSoft benutzt daher eine 1/x-Funktion zur Berechnung der aktuell besten Schrittweite in direkter Anhängigkeit von der Steigung der Titrationskurve:

$$step[ml] = \frac{a}{slope^b}$$

Der Dosierschritt in ml ist ein Parameter „a“ dividiert durch die Steigung der Titrationskurve hoch Parameter „b“. Es ergibt sich eine hyperbolische Funktion, bei der auf der x-Achse die Steigung der Titrationskurve aufgetragen wird und auf der y-Achse der abhängige Dosierschritt in ml:



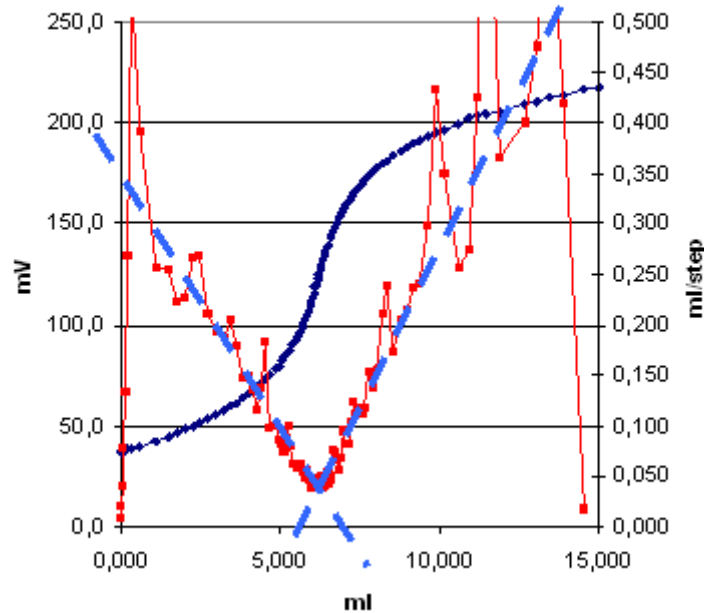
Bei einem großen Wert für die Steigung resultieren dadurch kleine Schrittweiten, bei kleinen Steigungen resultieren große Schrittweiten. Die folgende Abbildung zeigt die Kurven für die voreingestellten Werte für flache, mittlere und steile Titrationskurven.



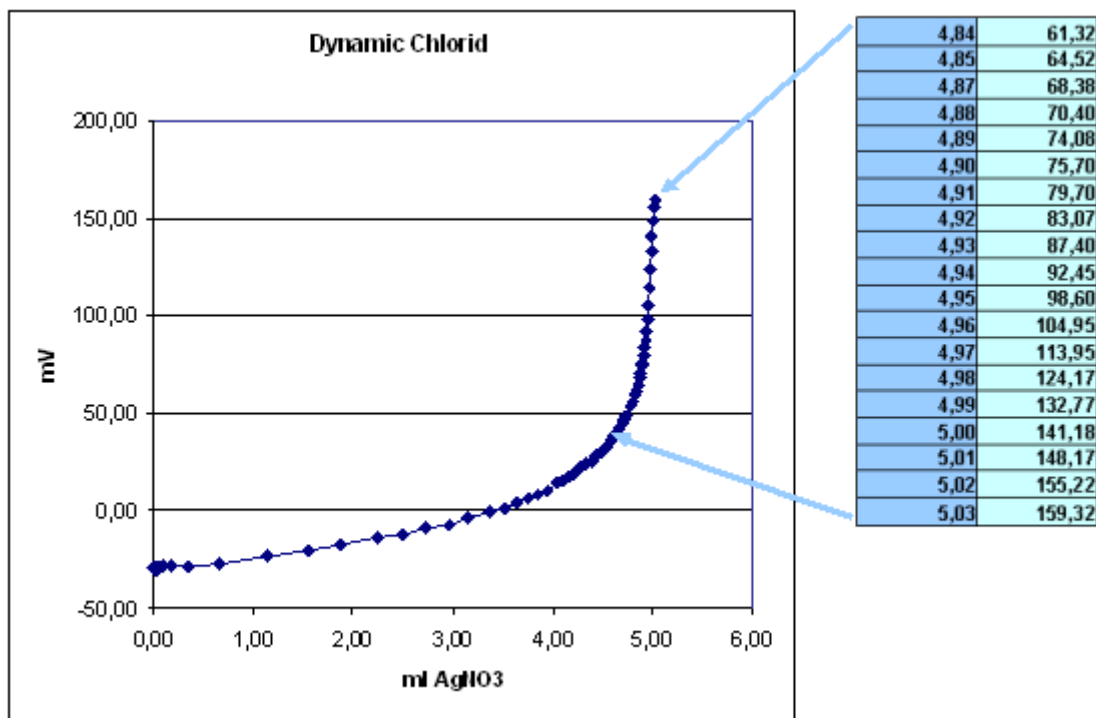
Kurvenform	Kleinsten Schritt	Größter Schritt	a	b
Steil	0,01	1,00	2,7	0,9
Mittel	0,01	1,00	1,5	0,9
Flach	0,01	1,00	0,5	0,6

Die Verkleinerung der Schrittweite zeigt sich am Beispiel einer Chloridtitration in der folgenden Abbildung. Auf der x-Achse ist das Titrationsvolumen aufgetragen, die erste y-Achse zeigt die mV-Messwerte, die zweite y-Achse die Schrittweite der Titration bis zum Äquivalenzpunkt.

Dependency Step Size on Slope



In der Praxis versucht man für den EQ-Bereich mehrere äquidistante Volumenschritte zu erreichen. Im folgenden Beispiel werden die Schritte von 4,84 bis 5,03 ml mit einer Ausnahme alle mit 0,01 ml Schritten titriert. Hier wurde die Standardeinstellung für mittlere Titrationskurven verwendet.



Die Risiken der Dynamischen Titration liegen in unruhigen oder auch sehr flachen Titrationskurven. Dies kann zu ungleichmäßigen Titrationschritten führen, bei denen große und kleine Schritte alternieren. So werden üblicherweise Titrationen in organischen Lösungsmitteln linear und nicht dynamisch titriert. Häufig ist auch eine defekte Elektrode oder ein ungepflegter Sensor Ursache sehr unruhiger Titrationskurven.

Die beiden unteren Abbildungen beinhalten Einstellungen der dynamischen Titration, die manuelle eine Einflussnahme einmal für steigende und zum anderen für fallende Titrationsen erlauben.

Die Schrittweite wird in Abhängigkeit von der Anwendung festgelegt. Zu kleine Titrationsschritte führen häufig nicht zu genaueren Ergebnissen, da sie ein Rauschen verursachen. Für eine Chloridtitration werden als kleinste Schrittweite zwischen 0,02 und 0,05 ml eingesetzt. Bei der Bestimmung von Carbonat in einer Natronlauge werden z.B. auch 0,01 ml Schritte benötigt. Die größte Schrittweite liegt zwischen 0,2 ml und 1,00 ml in Abhängigkeit von Kurvenform und Gesamtverbrauch. Eine dynamische Titration kann mit insgesamt 50 Messpunkten sehr genau titrieren.

Anwendereinstellungen für Dynamik	
Min. Dosiervolumen	0,02
Max. Dosiervolumen	1,00
Kurvenform (a)	1,5
Kurvensteilheit (b)	0,9
EQ sensibility	200

Die beiden Parameter „a“ und „b“ können dabei mit einer Excel-Tabelle berechnet werden.

Berechnung von Kurvenform (a) und Kurvensteilheit (b)

Steigung steil	150	ml_min	0,02
Steigung flach	5	ml_max	0,5
a =	2,29	b =	0,95

=ml_min * EXP(b * LN(Steigung steil))

=(LN(ml_max) - LN(ml_min)) / (LN(Steigung steil) - LN(Steigung flach))

Steigung steil	Aus der Datenbank den Wert der ersten Ableitung entnehmen, ab dem mit den kleinsten Schritten titriert werden soll.
Steigung flach	Aus der Datenbank den Wert der ersten Ableitung entnehmen, ab dem mit den größten Schritten titriert werden soll.
ml_min	Kleinste Schrittweite
ml_max	Größte Schrittweite
a=	Wert für Kurvenform
b=	Wert für Kurvensteilheit

Hinweis:	Die grünen Felder eintragen
	Die hellblauen Felder sind das Ergebnis

Aus der Titrationskurve werden dabei entnommen:

- Die Steigung ab der mit kleinsten Volumenschritten titriert werden soll (**Steigung steil**)
- Die Schrittgröße in ml für diese kleinsten Schritte (**ml_min**)
- Die Steigung der Titrationskurve bis zu der mit den größten Schrittweiten titriert werden soll (**Steigung flach**)
- Die Schrittweite der größten Schrittweite (**ml_max**)

Aus der Excel-Tabelle können dann die Werte für die Parameter a und b entnommen werden.

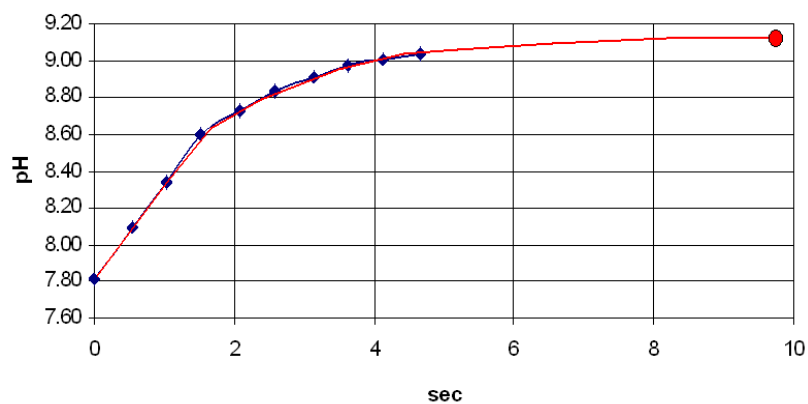
ACHTUNG: Während der Titration werden die Titrationskurven in Abhängigkeit von der Anzahl der Datenpunkte durch Polynomapproximation geglättet. Die mit Excel berechneten Werte sind daher nur Näherungen und sind nicht als exakte Werte zu betrachten.

Die EQ-Empfindlichkeit (Sensitivity) ist ein Kriterium für die EQ-Erkennung als Abruchkriterium bei der Titration. Sie hat nichts mit der Berechnung der EQs nach der Titration in den Formeln zu tun. Es wird der Wert der ersten Ableitung eingetragen, bei dem ein EQ gerade noch erkannt werden soll. Der Wert sollte deutlich höher liegen als die Werte, die durch Rauschen verursacht werden. Es gibt keine allgemeinen Empfehlungen, da die Werte der ersten Ableitung von vielen Faktoren abhängen:

- Schrittweite
- Konzentration
- Kurvenverlauf
- Verbrauch

4.2.20. Driftkontrolle

Die Drift beschreibt die Einstellung eines stabilen Messwertes an einem Sensor. Die Dauer eines solchen Einstellvorgangs kann dabei im Bereich von Sekunden bis Minuten liegen. In der Regel sind asymptotische Anpassungen an einen stabilen Endwert typisch.



Messwerte sind zu Beginn einer Titration sehr schnell stabil, weil die Potentiale sich kaum ändern. Im Bereich eines Potentialsprungs dauert die Einstellung eines Messwertes deutlich länger. Bei einer Titration kann die Einstellung des Gleichgewichtes nicht immer abgewartet werden. Eine Titration dauert in vielen Fällen zwischen drei und fünf Minuten und hat zwischen 30 und 100 Messpunkte. Da bleibt für jeden Messpunkt nicht die Zeit zur Gleichgewichtseinstellung.

Titrationsgeschwindigkeit	
⌵ Einstellungen Bildschirm	Sofort
x-Achse	Schnell
y-Achse 1	Normal
y-Achse 2	Genau
	Anwendereinstellung

Mit vier Parametern kann die Gleichgewichtseinstellung kontrolliert werden. Es wird ein Messintervall in Sekunden definiert, innerhalb dessen ein Stabilitätskriterium erfüllt sein muss. Die Dauer wird dabei von einer Minimal- und Maximalzeit begrenzt. Die Maximaldauer sollte so bemessen sein, dass die Titration noch in einem sinnvollen Zeitrahmen beendet ist. Die Minimaldauer muss mindestens so lange sein, wie der Messintervall.

Anwendereinstellungen Titrationsgeschwindigkeit	
Messintervall [sec]	1
delta mV/min	10
Min. Zeit [s]	2
Max. Zeit [s]	10

4.2.21. Endekriterien

Die Endekriterien sind neben der Berechnung der Schrittweite und der Berücksichtigung der Drift weitere wichtige Titrationsparameter. Je nach Titrationsart sind Titrationsvolumen, Messwert, Titrationsdauer und/oder Anzahl der Äquivalenzpunkte das Kriterium, welches eine Titration beendet.

Bei der dynamischen Titration sind die folgenden Endpunktskriterien möglich:

- Messwert, z.B. pH oder mV
- Titrationsvolumen
- Anzahl EQs
- Die Kurvenform als indirektes Kriterium für die Höhe der ersten Ableitung zur EQ Erkennung

Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
☑ Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

Um einen Messwert als Abbruchkriterium zu verwenden, wird bei „Endpunkt auswerten“ ein Haken gesetzt. Der Wert für den Endpunkt, den letzten Punkt der Titrationskurve, wird in mV, pH oder einer anderen Einheit angegeben. Die Kurvenform entscheidet, ob die Titration steigend oder fallend ist. Ist ein Messwert beispielsweise 100 mV und die Titrationsrichtung steigend, startet die Titration und endet bei 260 mV. Ist der Startmesswert über 260 mV, wird die Titration erst gar nicht beginnen.

Ein Volumen wird immer angegeben, um ein Überlaufen des Titrationsgefäßes zu verhindern. Es würde eine Titration auch beenden, wenn das Reagenz mitten während der Titration leer würde.

EQs als Abbruchkriterien sorgen dafür, dass nicht mehr Reagenz benötigt wird, als unbedingt erforderlich ist. Die Kriterien werden als Werte für die erste Ableitung durch die Steigung der Titrationskurve festgelegt. Unruhige Titrationskurven, langsame Elektroden oder bei speziellen Applikationen können scheinbare EQs die Titration auch vorzeitig beenden. Wenn Titrationsergebnisse eine schlechte Reproduzierbarkeit haben, können unruhige Titrationskurven im EQ-Bereich die Ursache sein. Sie werden durch die Darstellung der ersten Ableitung besonders gut sichtbar.

Um einen EQ berechnen zu können, muss immer ein paar Schritte übertitriert werden, da der Wendepunkt der Titrationskurve berechnet werden muss. TitriSoft verwendet das Maximum der ersten Ableitung zur Berechnung der EQs.

☑ Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	260
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	1
Kurvenform	

Die „Lineare Titration“ hat die gleichen Abbruchkriterien.

Art der Titration	Linear
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
☑ Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

Durch die linearen Schritte wird die erste Ableitung oft flacher, so dass bei einigen Kurven das EQ-Kriterium weniger sinnvoll ist.

Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	260
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	1
Lineare Schrittweite	0,02
Steigend oder Fallend	☐ Abwärts

Die Endpunkt-Titration ist eine Konventionsmethode, bei der die Vergleichbarkeit im Vordergrund steht. In aller Regel hört sie am Endpunkt auf, der auch gleichzeitig der letzte Punkt der Titrationskurve ist.

Art der Titration	Endpunkt
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

Bei der EP-Titration sind die folgenden Endpunktskriterien möglich:

- Messwert, z.B. pH oder mV
- Titrationsvolumen
- Dauer, die der Endpunkt überschritten sein muss
- Die Schrittweite, mit der die letzten Titrationsschritte durchgeführt werden sollen. Wenn die Differenz kleiner als ein definierter Wert „Differenz zum Endpunkt“ zum Endpunkt ist, beträgt die Schrittweite den Wert „Lineare Schrittweite“.

Im unteren Beispiel werden die letzten 0,3 pH-Einheiten vor dem Endpunkt 260 mV mit 0,02 ml Schritten titriert. Die Genauigkeit, mit der ein Endpunkt erreicht werden kann, hängt natürlich von der Schrittweite ab. Je kleiner die Schrittweite ist, desto genauer wird der Endpunkt erreicht. Es besteht jedoch bei zu kleinen Schritten das Risiko, dass äußere Einflüsse die Reagenzzugabe kompensieren und der Endpunkt sehr langsam oder gar nicht erreicht wird.

Einstellungen für Titration	
Wert für Endpunkt	260
Endvolumen	20
Dauer Endpunkt erreicht	0
Lineare Schrittweite	0,02
Differenz zum Endpunkt	0,3

pH-Stat-Titrationsen bestehen in der Regel aus zwei Schritten, ein erster Schritt, bei dem der konstant zu haltende pH-Wert erreicht, das heißt antitriert wird und eine zweite Phase in der dieser pH-Wert konstant gehalten wird. Der erste Teil erfolgt meist schnell und benötigt bei einigen Anwendungen auch viel Reagenz.

Art der Titration	pH Stat
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

Bei der pH-Stat-Titration sind die folgenden Endpunktskriterien möglich:

- Messwert der konstant gehalten werden soll, z.B. pH oder mV
- Titrationsvolumen
- Dauer der Titration

- Messintervall, in dem für die in der Datenbank gespeicherten Titrationskurve Messwerte eingetragen werden. Wenn eine Titration zehn Minuten dauert und alle 20 Sekunden ein Messwert aufgenommen wird, hat die Titrationskurve 30 Messwerte.
- Die Schrittweite, mit der die letzten Titrationschritte durchgeführt werden sollen. Wenn die Differenz kleiner als ein definierter Wert „Differenz zum Endpunkt“ zum Endpunkt ist, beträgt die Schrittweite den Wert „Lineare Schrittweite“.

pH-Stat Einstellwert	7
Endvolumen	20
Dauer Titration [min]	10
Lineare Schrittweite	0,02
Differenz zum Endpunkt	0,3
Messintervall [sec]	20

4.2.22. Dynamische Titration

Die dynamische Titration ist eine Methode, mit der bei vielen Anwendungen genaue Gehaltsbestimmungen durchgeführt werden. Die Methode ist in der Regel schnell und genau. Typische Anwendungen sind:

- Chloridtitration
- Redox titration mit Thiosulfat
- Gehalte von Säuren und Basen

Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

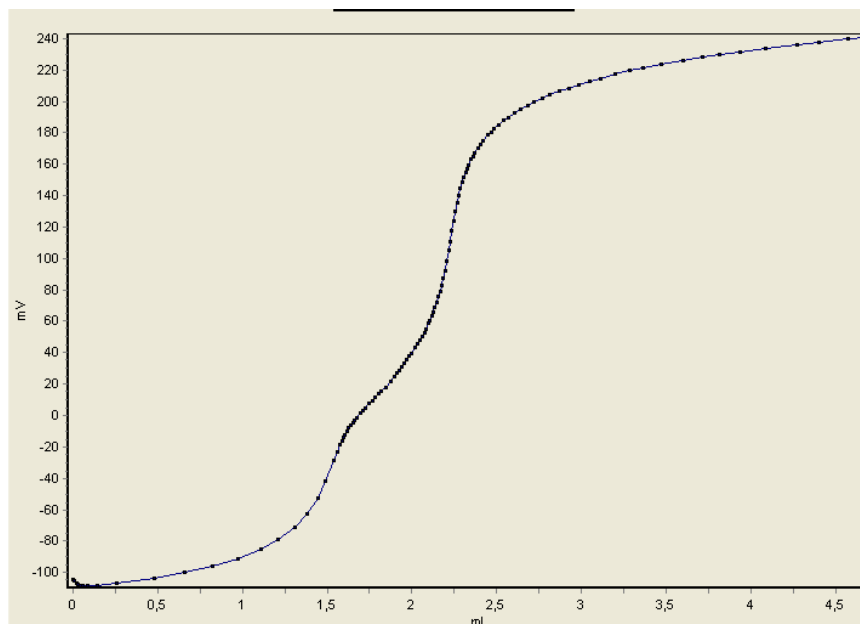
Die Parameter einer dynamischen Titration sind:

Parameter	Bedeutung
Endpunkt auswerten	Endekriterium für die Titration. Wird meist dann verwendet, wenn Elektrodenpotentiale relativ stabil sind und die Applikationen sich in ihren Bedingungen nicht so stark unterscheiden.
Wert für Endpunkt	Der Zahlenwert für das Endekriterium. Hier im Beispiel typisch für die Chloridtitration mit 0,1 molarer Silbernitrat-Lösung und einer AgCl 62 Elektrode.
Endvolumen	Abbruchkriterium als Sicherheit, damit eine Titration nicht zu lange dauert und das Titrationsgefäß nicht überläuft.
Anzahl EQs	Abbruchkriterium, kann mit Risiken verbunden sein, wenn die Titrationskurve unruhig ist.
Kurvenform	Bestimmt die Steuerung der Schrittweite bei der Titration. Es sind folgende Möglichkeiten zu wählen: ■ Steile Kurve fallend (z.B. CSB) ■ Mittlere Kurve fallend (z.B. Thiosulfat) ■ Flache Kurve fallend (Ca/Mg) ■ Flache Kurve steigend (Chlorid im Spurenbereich) ■ Mittlere Kurve steigend (Chlorid) ■ Steile Kurve steigend (Salzsäure mit Natronlauge) ■ Anwendereinstellungen fallend ■ Anwendereinstellungen steigend

Titrationsgeschwindigkeit	Bestimmt die Drift und hat damit Einfluss auf die Titrationsgeschwindigkeit. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort (Keine Driftkontrolle) ■ Schnell (schnell mit leichter Driftkontrolle) ■ Normal (mit Driftkontrolle, richtig für viele Applikationen) ■ Genau (mit Driftkontrolle für genaue Titrationen oder z.B. Fällungstitrationen) ■ Anwendereinstellungen mit Driftkriterien und Begrenzung auf minimale und maximale Dauer der Driftkontrolle.
---------------------------	--

Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	260
Endvolumen	20
Anzahl EQ's	1
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Normal

Die Titrationskurve zeigt eine Bromid/Chlorid – Titration. Die ersten Schritte sind größer und werden zum ersten EQ hin (Bromid) kleiner. Der zweite EQ (Chlorid) wird ebenfalls mit kleiner Schrittweite titriert. Nach dem zweiten EQ wird die Titrationskurve wieder flacher und die Schrittweite nimmt zu. Die Berechnung der EQs kann damit sehr genau durchgeführt werden.



4.2.23. Lineare Titration

Die Lineare Titration hat bei den folgenden Applikationen Vorteile:

- Unruhige Messwerte oder träge Elektrode
- Titrationen in organischen Lösungen (TAN, TBN....)
- Titrationen mit geringen Potentialänderungen (z.B. ISE Elektroden)
- Leitfähigkeits-Titrationen
- Photometrische Titrationen
- Bestimmung von Gleichgewichtskonstanten

Durch die mathematische Interpolation zwischen den Messpunkten kann eine Titration mit vergleichsweise großen Schrittweiten bei stabilen Messwerten durchaus sehr genaue Ergebnisse aufweisen.

Die Lineare Titration wird häufig bei einem ersten Versuch bei einer neuen unbekannten Probe eingesetzt, um die nachfolgenden Proben mit optimierten Parametern titrieren zu können. Die Lineare Titration wird unter „Art der Titration“ ausgewählt.

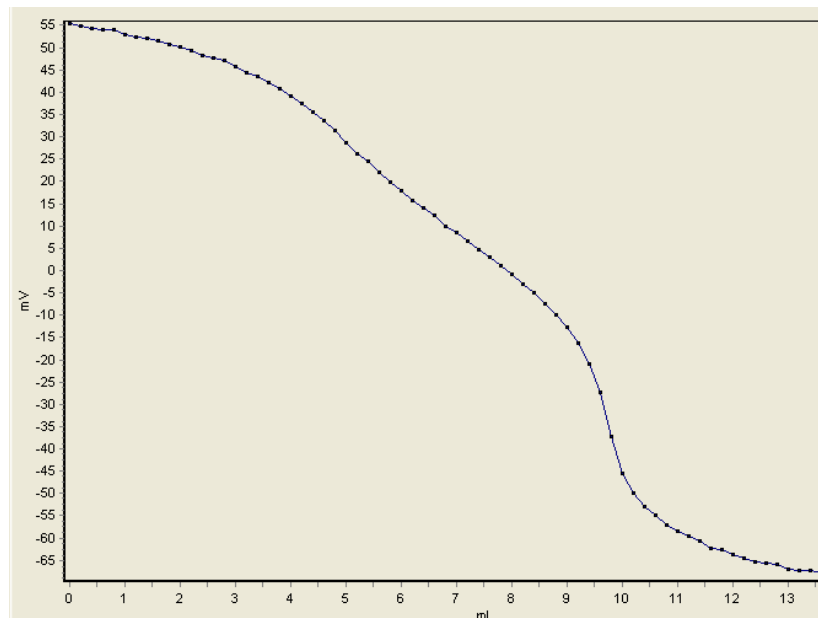
Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Art der Titration	Linear
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt pH Stat

Parameter	Bedeutung
Endpunkt auswerten	Endekriterium für die Titration. Wird meist dann verwendet, wenn Elektrodenpotentiale relativ stabil sind und die Applikationen sich in ihren Bedingungen nicht so stark unterscheiden.
Wert für Endpunkt	Der Zahlenwert für das Endekriterium. Hier im Beispiel typisch für die Chloridtitration mit 0,1 molarer Silbernitrat-Lösung und einer AgCl 62 Elektrode ein Endwert von 240 mV, bei einer komplexometrischen Titration von Ca/Mg mit EDTA kann er -85 mV betragen.
Endvolumen	Abbruchkriterium als Sicherheit, damit eine Titration nicht zu lange dauert und das Titrationsgefäß nicht überläuft.
Anzahl EQs	Abbruchkriterium, kann mit Risiken verbunden sein, wenn die Titrationskurve unruhig ist. Vor allen Dingen bei flachen Titrationskurven sind die Werte für die erste Ableitung so klein, dass oft eine sichere Unterscheidung zwischen Rauschen und Maximum der ersten Ableitung nicht möglich ist. Der Wert für die erste Ableitung als Kriterium ist nur indirekt zugänglich: Zunächst „Dynamische Titration“ auswählen, dort unter Kurvenform die Anwendereinstellungen selektieren, den Wert für die erste Ableitung eintragen, zurück zur Titrationsart und „Lineare Titration“ anwählen.
Lineare Schrittweite	Schrittweite für die Titration. Als Faustregel sollten 50 bis 100 Messpunkte in einer Titrationskurve gespeichert werden. Bei speziellen Anwendungen können es auch mehr (pH-Stat) oder weniger sein (TAN, TBN).
Kurvenform	Bestimmt die Steuerung der Schrittweite bei der Titration. Es sind folgende Möglichkeiten zu wählen: ■ Kurve fallend ■ Kurve steigend Da die Kurve nicht in einer bestimmten Form angepasst werden muss, sind weitere Auswahlmöglichkeiten nicht erforderlich.
Titrationsgeschwindigkeit	Bestimmt die Drift und hat damit Einfluss auf die Titrationsgeschwindigkeit. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort (Keine Driftkontrolle) ■ Schnell (schnell mit leichter Driftkontrolle) ■ Normal (mit Driftkontrolle, richtig für viele Applikationen) ■ Genau (mit Driftkontrolle für genaue Titrationen oder z.B. Fällungstitrationen) ■ Anwendereinstellungen mit Driftkriterien und Begrenzung auf minimale und maximale Dauer der Driftkontrolle.

Bei Titrationen in organischen Lösungsmitteln, besonders in unpolaren aprotischen Lösungsmitteln wird oft mit festen Wartezeiten titriert, da die Potentiale oft großen Schwankungen unterliegen. Dabei sind Potentiale reproduzierbarer, wenn die Elektrode im gleichen Lösungsmittel gelagert wird, in dem auch titriert wird. Die Sprünge werden jedoch besser, wenn die Elektroden zwischen Titrationen in Wasser und verdünnten Säuren konditioniert werden.

Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	- 80
Endvolumen	15
Anzahl EQ's	0
Lineare Schrittweite	0,2
Steigend oder Fallend	Abwärts
Titrationsgeschwindigkeit	Anwendereinstellung

Bei dem Beispiel der Titration von Calcium und Magnesium mit EDTA liegen zwei EQs vor. Der erste Sprung wird dem Calcium zugeordnet. Wenn der Magnesiumanteil sehr kleine ist, gehen die Sprünge ineinander über und der Ca-Sprung wird oft nicht mehr richtig ausgewertet. Wenn die Schrittweite zu klein ist, wie es bei einer dynamischen Titration passieren kann, wird die Kurve wegen der relativ kleinen Potentialänderungen sehr unruhig und der Ca-Gehalt wird nicht genau genug berechnet. Bei dieser Anwendung wird daher oft linear titriert und in kritischen Fällen mit Standardzugaben von Magnesium gearbeitet.



4.2.24. Endpunkt-Titration

Die Endpunkt-Titration ist eine Konventionsmethode. Hier wird auf einen festen Messwert titriert, der früher einmal einem Farbumschlag entsprochen hat. Es wird damit eine sehr gute Vergleichbarkeit mit früheren Titrationsergebnissen erhalten, die mit der Hand gegen einen Farbumschlag titriert wurden. Immer in den Fällen, in denen Vergleichbarkeit, z.B. mit einer großen Menge von Vergleichsdaten aus einer langen Zeitperiode, wichtiger ist als der ganz genaue analytische Gehalt, wird die Endpunkt-Titration eingesetzt.

Die unterschiedlichen Konzentrationen in einer Probe führen z.B. zu unterschiedlichen pH-Werten der Äquivalenzpunkte. Eine Endpunkt-Titration ist also zur genauen Gehaltsbestimmung gegenüber der dynamischen Titration nur zweite Wahl.

Art der Titration	Endpunkt
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

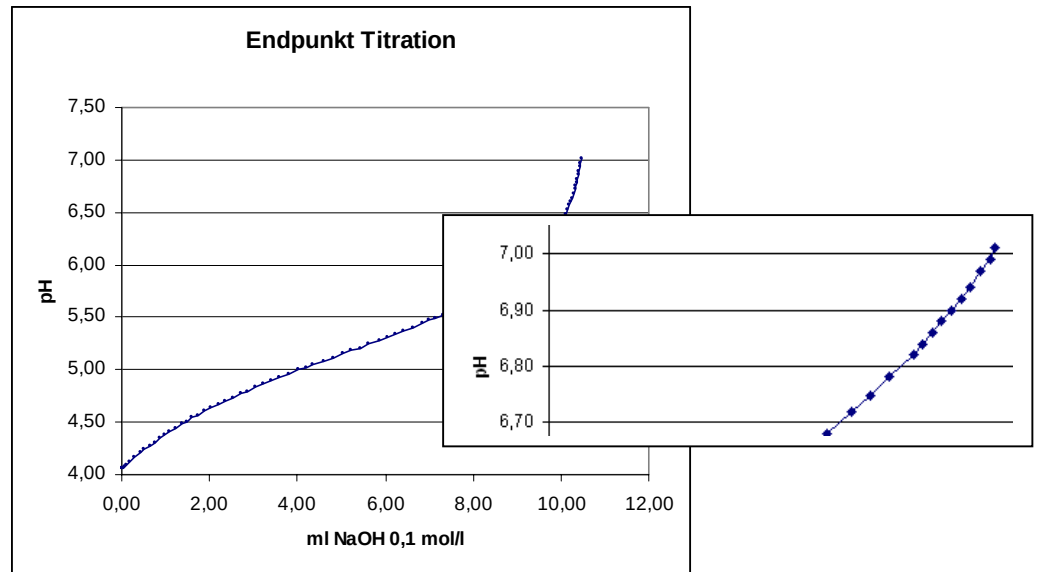
Die Parameter der Endpunkt-Titration sind:

Parameter	Bedeutung
Wert für Endpunkt	Der Zahlenwert für das Endekriterium. Hier im Beispiel pH 7 für eine Gesamtsäurebestimmung, wie es im Lebensmittelbereich vielfach praktiziert wird.
Dauer Endpunkt erreicht	Der Endpunkt muss eine bestimmte Zeit überschritten sein. Oft sind es zehn Sekunden. In einzelnen Fällen kann es auch länger oder kürzer sein. Damit wird einer zögerlichen Anpassung der Elektrode oder Säureabgabe der Probe Rechnung getragen.
Endvolumen	Abbruchkriterium als Sicherheit, damit eine Titration nicht zu lange dauert und das Titrationsgefäß nicht überläuft.
Lineare Schrittweite	Schrittweite für den letzten Teil der Titration. Hiermit wird sichergestellt, dass weder mit zu großen Schritten übertitriert wird, noch zu kleinen Schritten der Endpunkt nicht erreicht wird. Die lineare Schrittweite wird verwendet, sobald der aktuelle Messwert die Differenz zum Endpunkt unterschritten hat.
Differenz zum Endpunkt	Definiert zusammen mit dem Endpunkt ein Fenster, in dem mit der linearen Schrittweite titriert wird.
Kurvenform	Bestimmt die Steuerung der Schrittweite bei der Titration. Es sind folgende Möglichkeiten zu wählen: ■ Steile Kurve fallend (z.B. CSB) ■ Mittlere Kurve fallend (z.B. Thiosulfat) ■ Flache Kurve fallend (Ca/Mg) ■ Flache Kurve steigend (Chlorid im Spurenbereich) ■ Mittlere Kurve steigend (Chlorid) ■ Steile Kurve steigend (Salzsäure mit Natronlauge) ■ Anwendereinstellungen fallend ■ Anwendereinstellungen fallend
Titrationsgeschwindigkeit	Bestimmt die Drift und hat damit Einfluss auf die Titrationsgeschwindigkeit. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort (Keine Driftkontrolle) ■ Schnell (schnell mit leichter Driftkontrolle) ■ Normal (mit Driftkontrolle, richtig für viele Applikationen) ■ Genau (mit Driftkontrolle für genaue Titrationen oder z.B. Fällungstitrationen) ■ Anwendereinstellungen mit Driftkriterien und Begrenzung auf minimale und maximale Dauer der Driftkontrolle.

Einstellungen für Titration	
Wert für Endpunkt	7
Endvolumen	20
Dauer Endpunkt erreicht	10
Lineare Schrittweite	0,01
Differenz zum Endpunkt	0,2
Kurvenform	

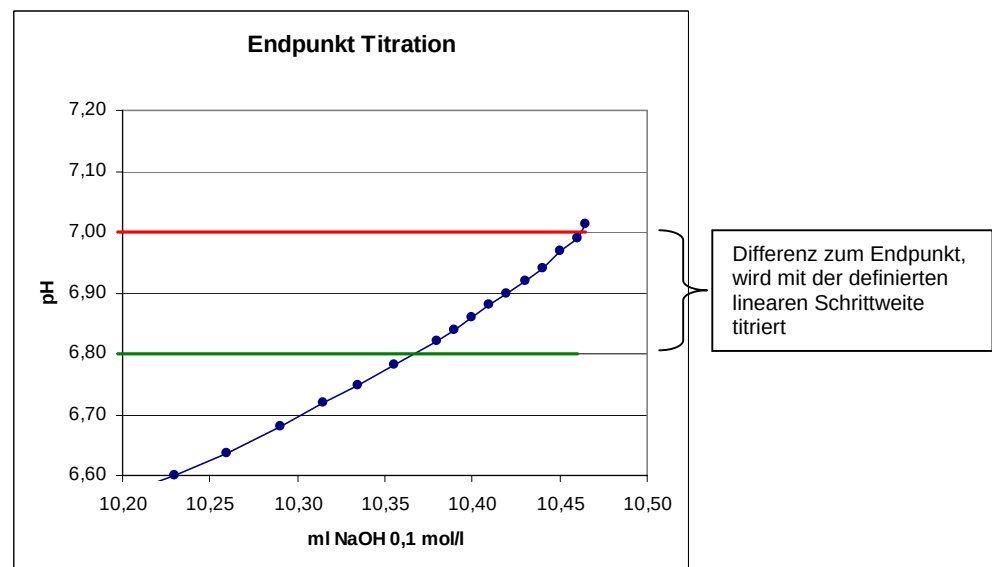
Der Endpunkt wird nicht ganz genau erreicht, er wird mit dem letzten Titrierschritt überschritten. In vielen Titratoren wird der Verbrauch des gewünschten Endpunktes zurückgerechnet und der Soll-pH des Endpunktes angegeben. Da die Schrittweiten im Endpunktbereich sehr klein sind, üblicherweise um die 0,01 ml, ist das in der Praxis nicht relevant und es wird in TitriSoft der tatsächliche und gemessene Endwert angegeben. Um die gewünschte Genauigkeit zu erhalten, kann man die Schrittweite im Bereich des Endpunktes definieren.

Die Titration wird dynamisch durchgeführt, entsprechend der ausgewählten Kurvenform und der definierten Drift. Nur den letzten „Differenz zum Endpunkt“ Bereich wird mit der definierten linearen Schrittweite titriert. Üblich sind 0,2 pH-Einheiten mit einer Schrittweite von 0,01 ml zu titrieren.



Um die gewünschte Genauigkeit zu erhalten, kann man die Schrittweite im Bereich des Endpunktes definieren. Es wird vom Endpunkt der Wert der „Differenz zum Endpunkt“ abgezogen. In diesem Beispiel ist der Endpunkt 7,00 pH und die Differenz zum Endpunkt 0,2 pH Einheiten. Dieser Bereich wird ab pH 6,80 mit der definierten linearen Schrittweite von 0,01 ml titriert. Der optimale Wert ist von der Applikation abhängig. Beachtet werden muss:

- Zu kleine Schritte können dazu führen, dass der Endpunkt nie erreicht wird, z.B. durch CO_2 -Aufnahme bei der Titration mit Alkali
- Zu große Schritte führen zu einer Übertitration



4.2.25. pH-Stat Titration

Die pH-Stat Titration dient dazu, einen Messwert (in der Regel einen pH-Wert) für eine definierte Zeit konstant zu halten. Anwendungen können sein:

- Titration von Enzymen, wie z.B. Pankrease
- Titration von Bodenproben
- Elution von Betonproben
- ...und vieles mehr

Die pH-Stat Titration wird unter „Art der Titration“ ausgewählt. pH-Stat Titrationsen bestehen in der Regel aus zwei Schritten, ein erster Schritt, bei dem der konstant zu haltende pH-Wert erreicht, das

heißt antitriert wird und eine zweite Phase in der dieser pH-Wert konstant gehalten wird. Der erste Teil erfolgt meist schnell und benötigt bei einigen Anwendungen auch viel Reagenz.

Art der Titration	pH Stat
Rührgeschwindigkeit	Dynamisch
▼ Büretteneinstellungen	Linear
Bürette	Endpunkt
	pH Stat

Die Parameter der pH-Stat Titration sind:

Parameter	Bedeutung																												
pH-Stat Einstellwert	Der pH-Wert der antitriert wird und dann konstant gehalten wird.																												
Dauer der Titration [min]	Die Dauer der Titration, um den Einstellwert konstant zu halten in Minuten. Umrechnung der Einheiten: <table><tr><th>Sekunden</th><th>Minuten</th><th>Stunden</th><th>Tage</th></tr><tr><td>60</td><td>1</td><td></td><td></td></tr><tr><td>120</td><td>2</td><td></td><td></td></tr><tr><td>600</td><td>10</td><td></td><td></td></tr><tr><td>3600</td><td>60</td><td>1</td><td></td></tr><tr><td>86400</td><td>1440</td><td>24</td><td>1</td></tr><tr><td></td><td>10080</td><td>168</td><td>7</td></tr></table>	Sekunden	Minuten	Stunden	Tage	60	1			120	2			600	10			3600	60	1		86400	1440	24	1		10080	168	7
Sekunden	Minuten	Stunden	Tage																										
60	1																												
120	2																												
600	10																												
3600	60	1																											
86400	1440	24	1																										
	10080	168	7																										
Endvolumen	Abbruchkriterium als Sicherheit, damit eine Titration nicht zu lange dauert und das Titrationsgefäß nicht überläuft.																												
Lineare Schrittweite	Schrittweite für den letzten Teil der Titration. Hiermit wird sichergestellt, dass weder mit zu großen Schritten übertitriert wird, noch zu kleinen Schritten der Endpunkt nicht erreicht wird. Die lineare Schrittweite wird verwendet, sobald der aktuelle Messwert die Differenz zum Endpunkt unterschritten hat.																												
Differenz zum Endpunkt	Definiert zusammen mit dem Endpunkt ein Fenster, in dem mit der linearen Schrittweite titriert wird.																												
Messintervall [sec]	Messintervall, in dem für die in der Datenbank gespeicherten Titrationskurve Messwerte eingetragen werden. Wenn eine Titration zehn Minuten dauert und alle 20 Sekunden ein Messwert aufgenommen wird, hat die Titrationskurve 30 Messwerte. Der pH-Wert wird auch zwischen diesen Intervallen konstant gehalten. Da in den meisten Fällen entweder der Endverbrauch oder die Steigung der Geraden Verbrauch pro Zeit benötigt wird, ist eine hohe Dichte an Messpunkten in vielen Fällen nicht erforderlich und kostet nur Ressourcen des Rechners.																												
Kurvenform	Bestimmt die Steuerung der Schrittweite bei der Titration. Es sind folgende Möglichkeiten zu wählen: ■ Steile Kurve fallend (z.B. CSB) ■ Mittlere Kurve fallend (z.B. Thiosulfat) ■ Flache Kurve fallend (Ca/Mg) ■ Flache Kurve steigend (Chlorid im Spurenbereich) ■ Mittlere Kurve steigend (Chlorid) ■ Steile Kurve steigend (Salzsäure mit Natronlauge) ■ Anwendereinstellungen fallend ■ Anwendereinstellungen fallend																												
Titrationsgeschwindigkeit	Bestimmt die Drift und hat damit Einfluss auf die Titrationsgeschwindigkeit. Folgende Einstellungen sind möglich: ■ Sofort (Keine Driftkontrolle) ■ Schnell (schnell mit leichter Driftkontrolle) ■ Normal (mit Driftkontrolle, richtig für viele Applikationen) ■ Genau (mit Driftkontrolle für genaue Titrationen oder z.B. Fällungtitrationen) ■ Anwendereinstellungen mit Driftkriterien und Begrenzung auf minimale und maximale Dauer der Driftkontrolle.																												

Einstellungen für Titration	
pH-Stat Einstellwert	7
Endvolumen	20
Dauer Titration [min]	10
Lineare Schrittweite	0,02
Differenz zum Endpunkt	0,2
Messintervall [sec]	20
Kurvenform	

4.3. Berechnung eines Ergebnisses

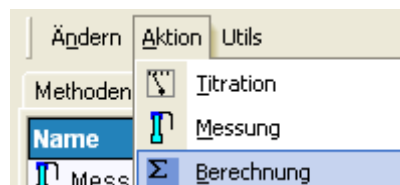
Ergebnisse müssen mit einer Formel berechnet werden! Kein Ergebnis wird automatisch berechnet. Es wird jedoch jede Titrationskurve oder Messung in der Datenbank gespeichert. Alle Informationen, die nach einer Messung oder Titration erforderlich sind, müssen mit Hilfe einer Formel in eine dokumentierbare Form gebracht werden.

Eine Übersichtsbeschreibung befindet sich in Kapitel 4.2.6.

Es ist eine Nachberechnung mittels Formeln in der Datenbank möglich. Hier stehen jedoch die Titer der Reagenzien nicht zur Verfügung, um die Verwendung von fehlerhaften Titerwerten, die nicht mehr aktuell sind, zu vermeiden.

4.3.1. Erstellen und Ändern einer Formel (Erstellen und Editieren)

Die Berechnung wird hinter einer Titration oder einem Messwert als Baustein in einen Methodenablauf eingefügt.



Die Reihenfolge hängt davon ab, was dokumentiert werden soll. Wenn ein Messwert dokumentiert werden soll, wird direkt nach dem Messwert eine Formel in den Methodenablauf eingefügt. In der Formel wird Endwert des Messwertes aus dem Menü Werte ausgewählt. Es besteht also jederzeit der Zugriff auf alle bis dahin in der Methode aufgenommenen und berechneten Werte. Der wichtigste Einsatz ist sicherlich der Formeleinsatz nach einer Titration zur Berechnung eines Äquivalenzpunktes und des Ergebnisses.

Wenn der Baustein ausgewählt wurde, wird er danach mit der Maus mittels eines Doppelklicks zum Editieren geöffnet. Folgende Eingaben sind erforderlich:

Parameter	Bedeutung
Art (der Variablen)	Die Art der Variablen wird angezeigt, sie kann nicht ausgewählt werden. Die Information ist z.B. wichtig, wenn Variablen wie Einzeltiter und Gesamttiter als Mittelwert unterschieden werden müssen.
Name	Der Name kann aus einer Liste ausgewählt werden. Es werden immer der Variablentyp und der Name angezeigt. Bei dem Variablentyp Ergebnis kann der Name auch direkt eingegeben werden.
Anzahl Dezimalstellen	Die Anzahl Dezimalstellen des Ergebnisses, die bei der Dokumentation angezeigt und auch später in der Datenbank gespeichert werden.
Anzahl EQs	Hier werden die Anzahl der Äquivalenzpunkte eingegeben, die in der

4.3.
4.3.1.

Berechnung eines Ergebnisses
Erstellen und Ändern einer Formel (Erstellen und Editieren)

	Berechnungsformel zur Verfügung stehen sollen.
Formel	Durch Anklicken der Punkte in der markierten Zeile (sie zeigt sich dann in der dunkelroten Farbe) wird der eigentliche Formeleditor geöffnet.
Glätten	Der Glättungsgrad für unruhige Titrationskurven kann eingestellt werden. Gute Wirkung kann bei relativ flachen Titrationskurven erzielt werden. Der Algorithmus basiert auf einem „Moving average“, bei dem die Anzahl der Datenpunkte, über die geglättet wird, mit zunehmendem Glättungsgrad größer wird. Die Glättung kann in mehreren Stufen eingestellt werden. Die Stufen sind: ■ Stark ■ Mittel ■ Schwach
Fenster für Volumen	Ein Auswertefenster wird eingesetzt, um einen Bereich für einen zu berechnenden Äquivalenzpunkt einzuschränken. Es kann ein Wert für den kleineren ml-Wert und ein Wert für den größeren ml-Wert eingegeben werden. Der Äquivalenzpunkt wird dann zwischen den ml-Werten berechnet. Das Fenster muss genügend Datenpunkte enthalten (mindestens sieben) und die Kriterien für einen EQ müssen erfüllt sein.
Fenster für Messwert	Ein Auswertefenster wird eingesetzt, um einen Bereich für einen zu berechnenden Äquivalenzpunkt einzuschränken. Es kann ein Wert für den kleineren Messwert und ein Wert für den größeren Messwert eingegeben werden. Der Äquivalenzpunkt wird dann zwischen den Messwerten berechnet. Das Fenster muss genügend Datenpunkte enthalten (mindestens sieben) und die Kriterien für einen EQ müssen erfüllt sein. Die beiden Auswertefenster können kombiniert werden.

Methoden Infos
Methodenablauf

Name	Kommentar
 Messung	Startmesswert aufnehmen
Σ Berechnung	Startmesswert dokumentieren
 Titration	
Σ Berechnung	
Σ Berechnung	
Σ Berechnung	

Objekt Editor

Parameter

Value

Allgemeine Einstellungen der Formel

Art: Ergebnis
Name: Startmesswert
Anzahl Dezimalstellen: 2
Anzahl EQ's: 0
Formel: EndValue[mV]

Zusätzliche Optionen der Formel

Glätten: Kein
Fenster für Volumen: ☐
Fenster für Messwert: ☐

OK

Abbrechen

Wie zu jedem Baustein kann auch bei einer Formel ein Kommentar eingegeben werden. Dazu wird das Kommentarfeld neben dem Baustein markiert.

 Messung	Startmesswert aufnehmen
Σ Berechnung	Startmesswert dokumentieren
 Titration	Titration selber
Σ Berechnung	Berechnung und Dokumentation eines EP/EQ
Σ Berechnung	Berechnung der erforderlichen Einheit, z.B. %
Σ Berechnung	Berechnung Mittelwert

4.3. 4.3.1.

Berechnung eines Ergebnisses Erstellen und Ändern einer Formel (Erstellen und Editieren)

In das aufklappende Feld kann ein beliebiger unformatierter Text eingegeben werden. Mit OK wird der Text übernommen.

ACHTUNG: Ein Text wird nur dann mit der Methode gespeichert, wenn anschließend die Methode insgesamt noch einmal gespeichert wird.

Σ Berechnung	Berechnung der erforderlichen Einheit, z.B. %
Σ Berechnung	Berechnung der erforderlichen Einheit, z.B. %
OK Cancel	

In dem unteren Beispiel wird **ein** Äquivalenzpunkt in ml-Einheiten berechnet, mit drei Stellen nach dem Komma, ohne Glättung aber innerhalb eines Fensters zwischen 50 und 180 mV und zwischen 1 und 50 ml. Eine typische Formel für die Berechnung eines EQs für eine Chloridtitration. Ein kleiner Anstieg zu Beginn der Titration wird dadurch nicht irrtümlich für den Äquivalenzpunkt gehalten.

ACHTUNG: Die Messwerte und Verbräuche unterscheiden sich Elektrode zu Elektrode und sind stark von den chemischen Bedingungen der Applikation abhängig.

Parameter	Value
▼ Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	EQ in ml
Anzahl Dezimalstellen	3
Anzahl EQ's	1
Formel	EQ[1]
▼ Zusätzliche Optionen der Formel	
Glätten	Kein
Fenster für Volumen	☒
Kleinstes Volumen	1
Größtes Volumen	20
Fenster für Messwert	☒
Kleinster Messwert	50
Größter Messwert	180
<input checked="" type="button" value="OK"/> Abbrechen	

Für eine Chloridapplikation wird danach der Chloridgehalt in % berechnet. Dabei wird auf das bereits berechnete Ergebnis zurückgegriffen. Dadurch ist es nicht erforderlich erneut ein Auswertefenster zu setzen und es besteht nicht das Risiko, dass aufgrund von unterschiedlichen Kriterien unterschiedliche EQs berechnet werden, ohne das dies so ohne weiteres erkannt werden kann.

Es wird die Bezeichnung „Chlorid in %“ direkt in das Feld „Name“ eingetragen. Da es sich um eine Ergebnisvariable handelt, braucht sie im Gegensatz zu anderen Variablen nicht vorher angelegt zu werden.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	Chlorid in %
Anzahl Dezimalstellen	1
Anzahl EQ's	0
Formel	$\text{Result}[2, \text{EQ in ml}] * 35,45 * 0,1 * 100 / (1000 * \text{Amount})$

Das Beispiel zeigt eine Formel für die Berechnung des Chloridgehaltes in %. Dabei bedeuten:

- Result[„2,EQ in ml“] Ein (vorher berechneter) Äquivalenzpunkt ausgewählt
- 35,45 Atomgewicht des Chlors, Chlorids,
- 0,1 Molarität der Silbernitratlösung, des Titrierreagenzes.
- 100 Umrechnung in %
- / Bruchstrich
- Amount Probenmenge
- 1000 Umrechnung von g in mg
- () Die Klammern

Es gelten die normalen mathematischen Rechenregeln. So würde z.B. das Weglassen der Klammern bedeuten, dass der Ausdruck vorher durch die Probenmenge geteilt wird und das erhaltene Wert mit 1000 multipliziert wird, was zu einem anderen Ergebnis führen würde.

Die Werte innerhalb der Formel können mit der „Hand“ eingetragen werden, oder aus den Menüs ausgewählt werden. Üblicherweise empfiehlt es sich, die Zahlenwerte manuell einzutragen und die Variablen aus den Menüs auszuwählen.

4.3.2. Konzept der Variablen in einer Formel

TitriSoft verfügt über folgende Variablentypen:

- Results: Ergebnisse, die nur innerhalb der Methode bekannt sind. Sie werden verwendet, um Messwerte, Verbräuche oder auch (berechnete) Titrationsergebnisse dokumentieren zu können.
- Chemicals: Sie enthalten den Wert für den Titer mit dem Bestimmungszeitpunkt und Grenzwerten. Sie sind allen Methoden bekannt. Die Zuordnung der Werte erfolgt innerhalb einer Methode automatisch, wenn in einer Titration ein Reagenz ausgewählt wird.
- Globals: Globale Variable, die allen Methoden bekannt sind und daher dazu dienen, Werte zwischen Methoden zu transferieren, wie z.B. Blindwerte. Solche Variablen können aber auch als Zähler oder auch für viele andere Zwecke eingesetzt werden.
- Sample Data: Benutzer definierte Variablen, in die in einer Probenliste Werte eingetragen werden können, die in der Berechnung der Methode verwendet werden. Typische Beispiele sind z.B. Dichte von Lösungen, die nicht eingewogen werden und Feststoffanteile von Kunststoffen. Es könnte auch ein Korrekturfaktor für Feuchtigkeit sein, um eine Einwaage zu korrigieren.
- Electrodes: Ionensensitive Elektroden, deren Kalibrationswerte hier abgespeichert werden.

4.3. 4.3.2.

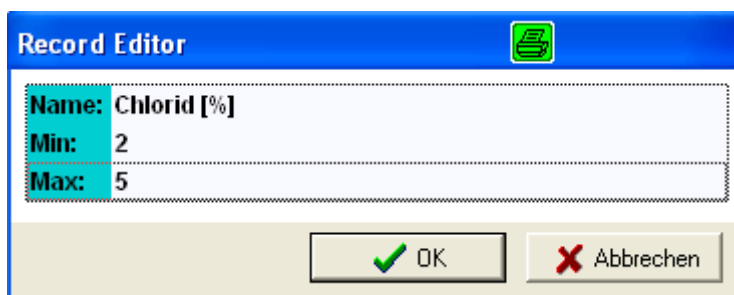
Berechnung eines Ergebnisses Konzept der Variablen in einer Formel



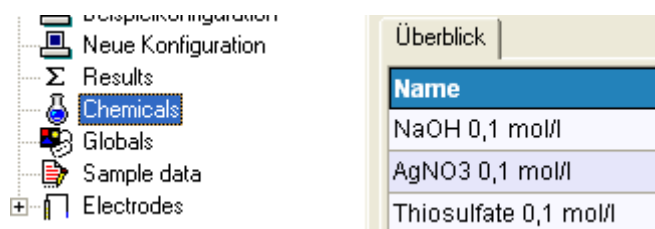
Alle Variablen werden definiert, indem der entsprechende Variablentyp auf der linken Seite des Bildschirms markiert wird und der Menüpunkt „Merkmal“ ausgewählt wird. Eine Variable kann dann neu angelegt oder eine markierte Variable gelöscht werden.



Für ein Ergebnis werden die Bezeichnung und die Einheit in einem Feld zusammen eingegeben. Es können Grenzwerte für die Ergebnisse angegeben werden. Wenn ein Ergebnis außerhalb der Grenzwerte liegt, wird es farblich markiert.



Wenn „Chemicals“ auf der linken Seite markiert werden, erscheint auf der rechten Seite eine Übersichtstabelle, in die bereits vorhandenen Reagenzien mit ihren Eigenschaften aufgelistet werden.

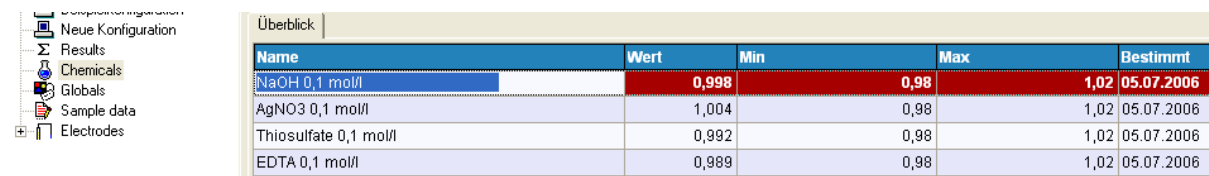


Die Parameter der „Chemicals“ sind:

- Name
- Wert des Titers (oder Angabe der Konzentration)
- Minimaler Wert des Titers
- Maximaler Wert des Titers
- Datum und Uhrzeit der letzten automatischen Bestimmung

Wenn ein Titer außerhalb der Grenzwerte liegt, wird er farblich markiert. Es kann aber jederzeit weiter mit dem Titer-Wert gearbeitet werden. In einer Formel steht der Wert zur weiteren Verwendung immer dann zur Verfügung, wenn das Reagenz in der Methode verwendet wird, unabhängig ob bei Dosier- oder Titriervorgängen.

Das empfohlene Vorgehen zur Festlegung eines Titers besteht in der automatischen Bestimmung durch eine Titration mit einem Standard. In einer solchen Methode wird zunächst der EQ bestimmt, dann in einer weiteren Formel die Ergebnisvariable Einzeltiter und zuletzt die aus der Liste ausgewählte Variable „Chemicals“ als Mittelwert der Einzeltiter.



Wenn „Globals“ auf der linken Seite markiert werden, erscheint auf der rechten Seite eine Übersichtstabelle, in alle bereits vorhandenen Globalen Variablen mit ihren Eigenschaften aufgelistet werden.



Die Parameter der „Globals“ sind:

- Name
- Wert des Globalen Wertes
- Minimaler Wert des Globalen Wertes
- Maximaler Wert des Globalen Wertes

Wenn ein Globalen Wertes außerhalb der Grenzwerte liegt, wird er farbig markiert. Es kann aber jederzeit weiter mit dem Globalen Wert gearbeitet werden. In einer Formel steht der Wert zur weiteren Verwendung immer zur Verfügung.

Ein Wert für den Globalen Speicher kann in der Tabelle eingetragen oder in einer Formel zugewiesen werden. Übliche Verwendung von globalen Speicherwerten sind Blindwerte oder andere Werte, die zwischen Methoden übertragen werden sollen.

	Wert	Min	Max
Blindwert	0,02	0	0,05
Einwaage			

Wenn „Sample Data“ oder Probenvariable auf der linken Seite markiert werden, erscheint auf der rechten Seite eine Übersichtstabelle, in alle bereits vorhandenen Probenvariablen mit ihren Eigenschaften aufgelistet werden.



Die Parameter der „Sample Data“ sind:

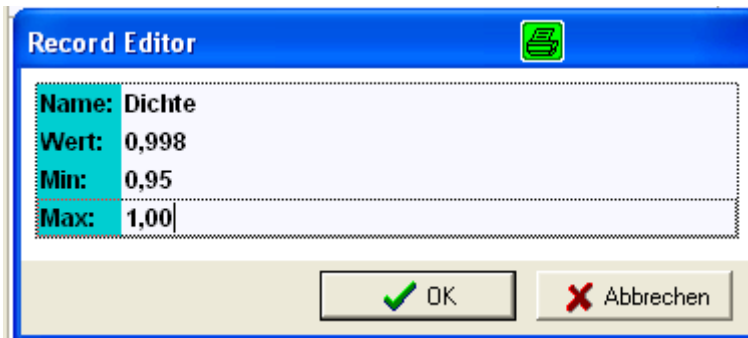
- Name
- Wert des der Probenvariablen
- Minimaler Wert der Probenvariablen
- Maximaler Wert der Probenvariablen

Wenn eine Probenvariablen außerhalb der Grenzwerte liegt, wird sie farbig markiert. Es kann aber jederzeit weiter mit der Probenvariablen gearbeitet werden. In einer Formel steht der Wert zur weiteren Verwendung immer zur Verfügung.

Ein Wert für eine Probenvariable kann auf verschiedene Weise eingetragen werden:

- Er kann direkt in der Liste eingegeben werden.
- Er kann in einer Formel zugewiesen werden
- Er kann, nachdem die Variable manuell zu einer Probenliste hinzugefügt wurde, in dieser Probenliste eingetragen und bei der Berechnung dieser Probe verwendet werden

Beispiele für Probenvariable sind Dichte, Feststoffanteile, variable Probenvolumina oder ähnliches.



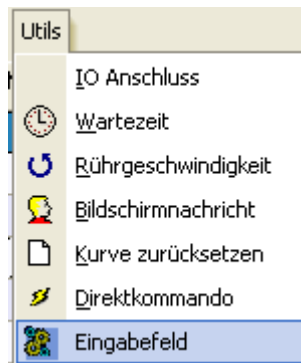
Record Editor

Name: Dichte
 Wert: 0,998
 Min: 0,95
 Max: 1,00

OK Abbrechen

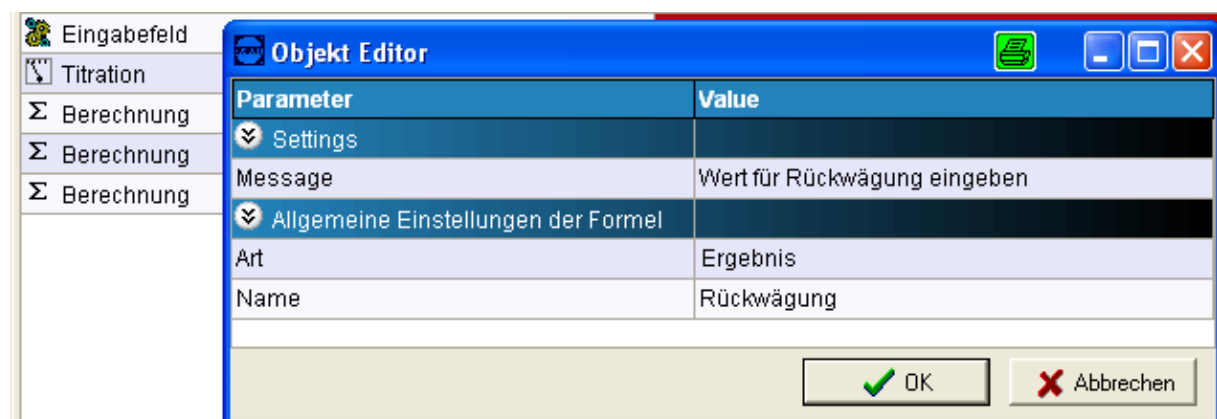
Eine weitere Möglichkeit, probenspezifische Werte für eine Berechnung einzugeben, ist das Eingabefeld. Dies bietet die Möglichkeit während des Methodenablaufs einen Wert zu dieser Probe einzugeben. So kann z.B. vor der Berechnung noch ein Wert für eine Einwaage aus einer Rückwägung eingetragen werden. Der Inhalt wird in einer Ergebnisvariablen gespeichert.

Der Eintrag kann ein Zahlenwert sein oder auch ein Kommentar, je nach Verwendung der Variablen. Wenn die Eingabe mit der ENTER-Taste abgeschlossen wird, findet einer Überprüfung der Eingabe als Zahlenwert statt. Wird die ENTER-Taste nicht betätigt, sondern mit OK abgeschlossen, sind auch Kommentare als Eingabe möglich, die auch entsprechend dokumentiert werden können.



Das Eingabefeld kann an beliebiger Stelle in einem Ablauf stehen. Wenn die Eingabe jedoch in einer Formel verwendet werden soll, muss der Baustein vor der Formel stehen. Die Eigenschaften sind:

- Eine Nachricht, die während der Titration angezeigt wird.
- Die Art der Variablen, in der die Information abgespeichert werden soll.
- Der Wert der Variablen, in der die Information abgespeichert werden soll.



Objekt Editor

Parameter	Value
Settings	
Message	Wert für Rückwägung eingeben
Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	Rückwägung

OK Abbrechen

4.3.3. Berechnen eines EQs einer potentiometrischen Kurve

Ein Äquivalenzpunkt kann nur über eine Formel berechnet werden. Dazu wird nach der Titration ein Baustein „Berechnung“ eingefügt. Mit einem Doppelklick wird der Baustein geöffnet und kann konfiguriert werden.

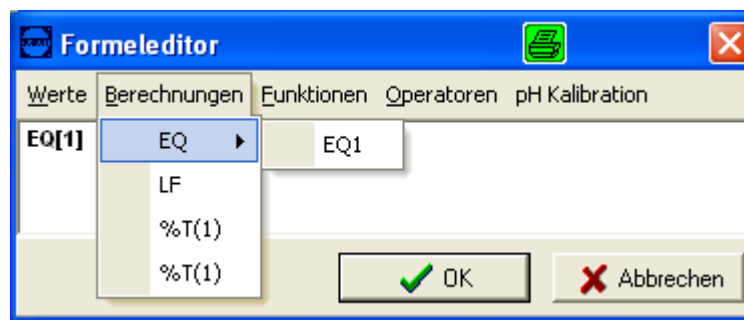
Die Eigenschaften einer Formel sind schon beschrieben. Für eine EQ Berechnung werden eingegeben:

- Die Variablenart kann nicht ausgewählt werden, sondern wird je nach Auswahl angezeigt.
- Der Name für das Ergebnis
- Die Anzahl der Dezimalstellen
- Die Anzahl der Äquivalenzpunkte (von 1 bis 5)
- Die Formel

Der Formeleditor wird durch Anklicken der drei Punkte geöffnet, die erscheinen, wenn die Zeile markiert ist.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	EQ in ml
Anzahl Dezimalstellen	3
Anzahl EQ's	1
Formel	EQ[1] ...

In der Formel wird unter Berechnung der Menüpunkt „EQ“ ausgewählt. Es kann dann aus so vielen EQs ausgewählt werden, wie in den allgemeinen Einstellungen angegeben wurden. Der EQ wird dann in der Formel dargestellt und kann allen Stellen innerhalb der Berechnungsformel verwendet werden.



Der Algorithmus basiert auf der Berechnung der ersten Ableitung. Deren Maximum wird als Wendepunkt und Äquivalenzpunkt angenommen.

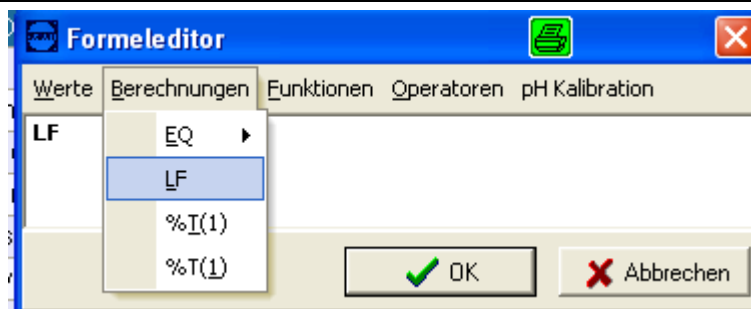
Die Ableitung der Titrationskurve wird dabei schrittweise auf Maxima überprüft. Ein Maximum wird erkannt, wenn zwei Datenpunkte vorher und nachher kleiner sind. Die so erkannten Maxima werden nach der Größe des Zahlenwertes sortiert und von einem Polynom zweiten Grades durchlaufen. Dieses Polynom wird explizit ausgerechnet, sein Maximum muss die Kriterien erfüllen, das heißt, seine Ableitung, eine Geradengleichung, muss Null sein.

4.3.4. Berechnen eines EQs einer Leitfähigkeits-Kurve

Ein Äquivalenzpunkt auf Basis einer Leitfähigkeits-Titration wird auf andere Art und Weise berechnet. Die Auswahl erfolgt im Formeleditor unter „Berechnung“ und „LF“. Die Titrationskurve wird auf einen Knickpunkt untersucht und anschließend wird eine Gerade vom Anfang der Titrationskurve berechnet und eine weitere Gerade vom Ende der Titrationskurve. Der Schnittpunkt der beiden Geraden ist der LF-Äquivalenzpunkt. Wenn ein Auswertefenster gesetzt ist, werden nur die Daten innerhalb des Auswertefensters berücksichtigt.

4.3.
4.3.5.

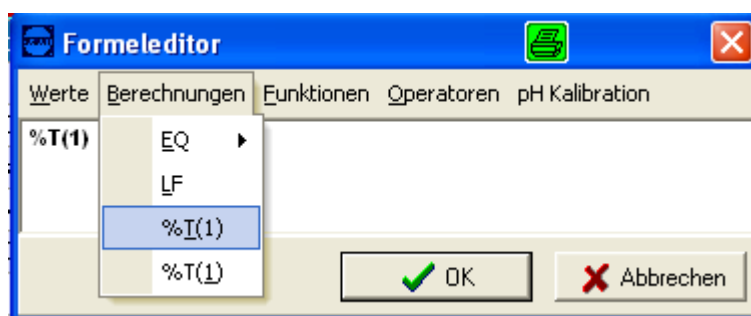
Berechnung eines Ergebnisses
Berechnen eines EQs einer photometrischen Kurve



4.3.5. Berechnen eines EQs einer photometrischen Kurve

Photometrische Titrationskurven können in vielen Fällen auch durch normale EQ-Berechnungen ermittelt werden. In einer Reihe von Fällen wird der photometrische EQ jedoch auf andere Art genauer berechnet und stimmt dann auch besser mit dem optisch erkannten EQ überein. Es wird der steilste Teil der Titrationskurve ermittelt und eine (vertikale) Gerade durch diesen Teil berechnet. Dann werden vom Anfang und auch vom Ende der Kurve Ausgleichsgeraden berechnet, die mit der vertikalen Gerade Schnittpunkte bilden. Der erste Schnittpunkt mit dem kleineren Volumen ist „%T (1)“ und der zweite Schnittpunkt ist „%T(2)“.

Anschaulich kann der erste Schnittpunkt verglichen werden mit einer Farbe die gerade eben erscheint, der zweite Schnittpunkt mit einer Farbe die gerade verschwindet. Da dieser subjektive Eindruck aber auch von der Wellenlänge abhängt, müssen durch Experimente die optimalen Einstellungen für eine Applikation erarbeitet werden.



4.3.6. Erstellen einer Formel

Für eine Formel stehen die folgenden Menüs zur Verfügung:

- Werte für Variablen in den Formeln
- Berechnung für die Berechnung von Äquivalenzpunkten
- Funktionen wie z.B. Klammern oder logarithmische Funktionen
- Operatoren wie plus und minus
- pH-Kalibration um aktuelle Steilheit und Nullpunkt einer Elektrode dokumentieren zu können.

Zahlenwerte werden direkt eingegeben. Variable sollten direkt aus dem Menü ausgewählt werden, da sonst Fehleingaben leicht möglich sind. Operatoren können ausgewählt oder auch eingegeben werden.

HINWEIS:

Formeln lassen sich mit der Tastenkombination <Strg> + <c> in die Zwischenablage von WINDOWS kopieren. Sie können dann z.B. mit den Tasten <Strg> + <v> in einen Editor oder eine andere Formel kopiert werden.

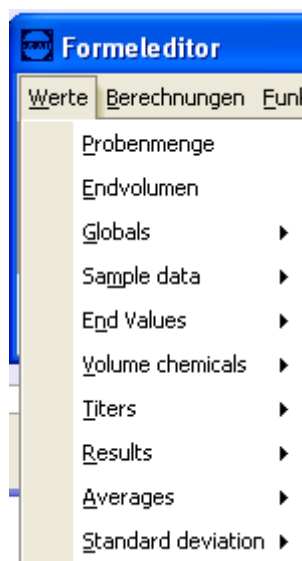
Als Werte stehen folgende Variablen zur Verfügung:

Bezeichnung	Bedeutung	Erklärung
Einwaage	Auch „amount“	Jede Form der Probenmenge, sei es Probenvolumen oder Einwaage. Der Wert kann im Titrations – Center für jede Probe eingegeben werden.

4.3.
4.3.6.

Berechnung eines Ergebnisses
Erstellen einer Formel

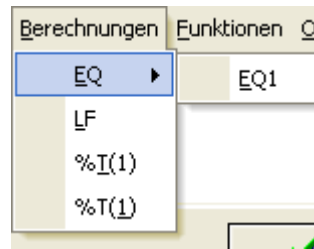
Endvolumen		Endvolumen aller Reagenzien, wurde mit zwei Reagenzien titriert, werden die Volumina addiert.
Globals	Globale Variable	Globale Variablen werden verwendet, um zwischen Methoden Werte auszutauschen. Das können z.B. Blindwerte sein, Zähler oder anderes.
Sample Data	Probenvariable	Probenvariable verhalten sich wie Globale Variable können aber zusätzlich als Werte in den Probenlisten im Titrations – Center eingetragen werden, z.B. probenspezifische Dichte.
End Values	Endwert	Die letzten Messwerte einer Messung oder Titration. Wenn in einer Methode mehrere Messwerte aufgenommen werden, stehen auch mehrere Endwerte zur Verfügung.
Volume Chemicals	Endvolumen Reagenz	Hier stehen die Endvolumina aller in der Methode verwendeten Reagenzien zur Verfügung,
Titers	Titer	Der Titer der Reagenzien. Er verhält sich wie die Globalen Variablen hat als zusätzliche Eigenschaft das Datum der letzten Bestimmung.
Results	Ergebnis	Ergebnisvariablen sind mit ihren Zahlenwerten nur in der aktuellen Methode bekannt.
Averages	Mittelwert	Der Mittelwert einer in der Methode verwendeten Variablen. Typische Verwendung ist die Berechnung des Mittelwertes einer Titerstellung. Dazu wird ein Ergebnis „Einzeltiter“ berechnet, die Variable Titer dann als Average dieses Ergebnisses abgelegt.
Standard deviation	Standardabweichung	Berechnung der Standardabweichung als Grundgesamtheit nach der Formel: $\sqrt{\frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n^2}}$



Als Berechnungen stehen Äquivalenzpunktberechnungen zur Verfügung für:

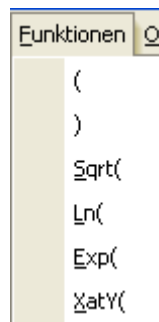
- S-förmige Titrationskurven
- Leitfähigkeitskurven
- Photometrische Titrationskurven

Bei den Äquivalenzpunkten können bis zu fünf EQs berechnet werden, in Abhängigkeit von dem Wert bei den allgemeinen Einstellungen einer Formel.



Bei den Funktionen können verwendet werden:

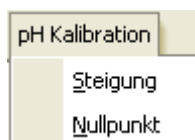
- Klammer auf
- Klammer zu
- Wurzel aus einer positiven Zahl
- Der natürliche Logarithmus
- Die Exponentialfunktion e hoch eine Zahl
- X at Y berechnet den x-Wert (in der Regel das Titrationsvolumen) bei einem bestimmten Messwert.



Bei den Operatoren stehen die vier Grundrechenarten zur Verfügung und eine Reihe von Vergleichsoperatoren. Die Vergleichsoperatoren werden in der Regel in einer „if“-Anweisung eingesetzt. Z. B. eine Titration soll stattfinden, wenn ein bestimmter Messwert größer oder kleiner als ein Vergleichswert ist.



Die Steilheit und Nullpunkt einer Elektrode werden nicht automatisch dokumentiert. Es besteht aber die Möglichkeit ein Ergebnis mit dem Namen „Steilheit“ zu definieren und die variable Steilheit darin zu verwenden. Das gleiche ist mit dem Nullpunkt der verwendeten Elektrode möglich.



Das Beispiel zeigt eine Formel für die Berechnung des Chloridgehaltes in %. Dabei bedeuten:

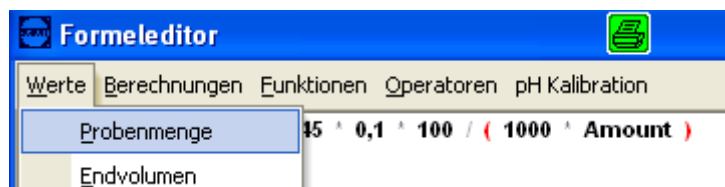
- EQ[1] Ein Äquivalenzpunkt ausgewählt, bei mehreren ausgewählten der erste.
- 35,45 Atomgewicht des Chlors
- 0,1 Molarität der Silbernitratlösung, des Titrierreagenzes.
- 100 Umrechnung in %
- / Bruchstrich
- Amount Probenmenge
- 1000 Umrechnung von g in mg
- () Die Klammern

Es gelten die normalen mathematischen Rechenregeln. So würde z.B. das Weglassen der Klammern bedeuten, dass der Ausdruck vorher durch die Probenmenge geteilt wird und das erhaltene Wert mit 1000 multipliziert wird, was zu einem anderen Ergebnis führen würde.

Die Werte innerhalb der Formel können mit der „Hand“ eingetragen werden, oder aus den Menüs ausgewählt werden. Üblicherweise empfiehlt es sich, die Zahlenwerte manuell einzutragen und die Variablen aus den Menüs auszuwählen.



Die Variablen werden immer aus den Menüs des Formeleditors ausgewählt. In dieser Formel sind das der EQ und die Probenmenge auch Amount genannt. Hinter der Probenmenge kann sich eine Einwaage verbergen oder auch ein Probenvolumen. In einer Probenliste kann eine Einwaage manuell eingetragen werden oder durch eine angeschlossene Waage automatisch übertragen werden.



Die Variablen sind in der Probenliste sichtbar. Sie werden automatisch angezeigt, können aber konfiguriert werden, ob sie dargestellt werden sollen. Wenn ein Ergebnis „EQ in ml“ genannt wird, erfolgt die gleiche Bezeichnung in der Probenliste, sie kann aber auch genauso gut umbenannt werden und einen beliebigen anderen Namen erhalten.

Probenliste Drucken Pdf							
Probenliste Einstellungen Eigenschaften							
	Position	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ in ml
1		Fertig	Chlorid	HCl about 0,1 mol/l	5	09.03.2006 16:04:17	4,988
2		Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (2)	5	09.03.2006 16:14:34	4,977
3		Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (3)	5	14.03.2006 11:45:27	4,882
4		Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (4)	5	16.03.2006 14:10:48	5,451
5		Fertig	Chlorid	Chlorid new	100	28.03.2006 10:54:59	0,019
6		Fertig	Chlorid	Chlorid new 2	100	28.03.2006 11:15:46	0,901
7		Fertig	Chlorid	Bromid	5	03.04.2006 10:27:46	0,030
8		Fertig	Chlorid	Bromid/KBr(01 mol)	2	03.04.2006 11:10:15	2,606

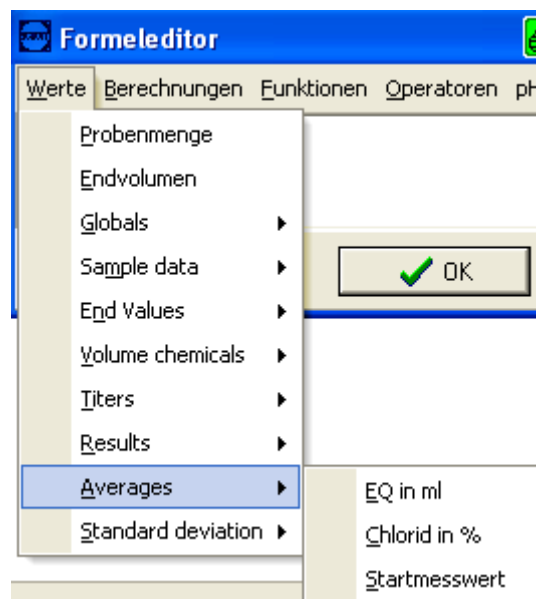
Es können mehrere typischen Formel unterschieden werden:

- **Blindwerte:** Blindwert (als Globale Variable) = Endwert[ml]. Der Blindwert wird in einer globalen Variablen gespeichert, damit er auch anderen Methoden zur Verfügung steht.
- **Berechnete Ergebnisse:** Zum Beispiel der Chloridgehalt in %: (als Ergebnisvariable) = EQ1 (in ml) * Molgewicht * Molarität der Titrierlösung * Titer * 100 / (1000 * Einwaage). Der Titer kann aus den Variablen der Reagenzien entnommen werden, es muss darauf geachtet werden, dass der Wert vor Verwendung entweder automatisch ermittelt wurde oder entsprechend eingetragen wurde.
- **Titer:** Bei einem Titer steht der EQ in Nenner und die Einwaage im Zähler. Eine Formel lautet dann: Titer (einer Reagenzes) = (Einwaage in g * 1000) / (EQ in ml * Molgewicht in g * Molarität der Lösung)

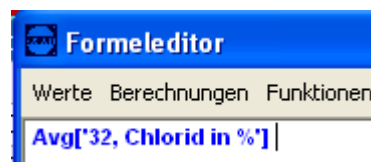
4.3.7. Berechnung Mittelwert und Standardabweichung

Der Mittelwert kann nur von schon berechneten Ergebnissen oder Variablen ermittelt werden. In der Methode verfügbare Ergebnisse und Variable werden angezeigt, wenn die Mittelwert oder Averages unter dem Menüpunkt „Werte“ angeklickt werden.

Die Berechnung erfolgt aber erst dann, wenn in einer Probenliste einer Methode mehrere identische Probenbezeichnungen eingetragen werden. Wenn drei identische Probenbezeichnungen in einer Arbeitsliste stehen, wird von diesen drei Proben der Mittelwert bestimmt. Allerdings reicht schon ein Leerzeichen oder auch ein Zusatz „a“, „b“ oder auch „1“, „2“, um die Probenbezeichnung für die Software unterschiedlich werden zu lassen. Eine klare Unterscheidung bei gleichen Probennamen ist in jedem Fall durch unterschiedliche Titrier-Uhrzeiten möglich.



Der Mittelwert wird im Formeleditor als „Avg[Variable oder Ergebnis] dargestellt.

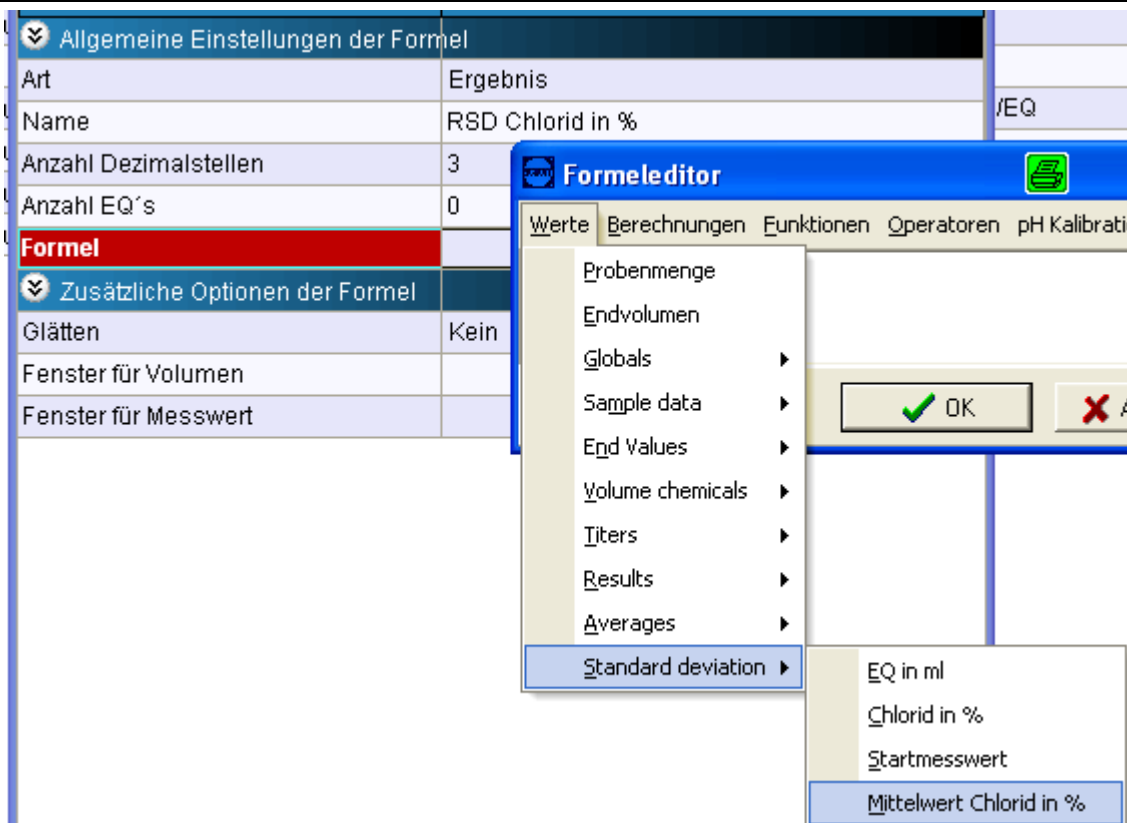


Die zugehörige Standardabweichung wird mit der Auswahl von „Standard Deviation“ unter dem Menüpunkt „Werte“ erhalten. In der gleichen Weise werden alle verfügbaren Ergebnisse und Variablen angezeigt. In aller Regel wird ein vorher berechneter Mittelwert ausgewählt.

Die Darstellung und Bezeichnung im Formeleditor lautet „StdDev“

4.3.
4.3.8.

Berechnung eines Ergebnisses
Berechnung mit Probenvariablen und Eingabevariablen



Die vielfach verwendete Größe „Relative Standardabweichung“ oder auch RSD abgekürzt, wird berechnet nach:

$$\text{RSD} = \text{Standard Abweichung} * 100 / \text{Mittelwert}$$

Im folgenden Beispiel wird die relative Standardabweichung eines vorher berechneten Mittelwertes des Chloridgehaltes ermittelt. In der Variablen 34 ist der Mittelwert des Chloridgehaltes gespeichert, in der Variablen 32 der Einzelchloridgehalt.



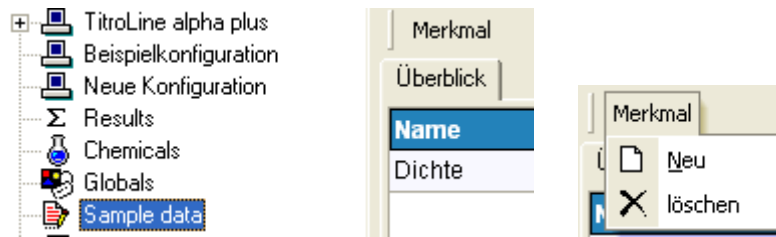
4.3.8. Berechnung mit Probenvariablen und Eingabevariablen

TitriSoft ermöglicht auf zwei verschiedenen Wegen die Eingabe von Werten zu Proben. Es wird unterschieden zwischen der „Probenvariablen“, auch „Sample Data“ genannt, die vor einer Titration eingegeben und der „Eingabevariablen“, die während einer Titration eingegeben wird. Beide Variablentypen enthalten normalerweise Zahlen, können aber unter bestimmten Bedingungen auch Texte enthalten, um z.B. Kommentare oder Beobachtungen einzugeben. Dazu darf ein eingegebener Text am Ende nicht mit einem <ENTER> abgeschlossen werden.

Eine Probenvariable wird als Sample Data auf der linken Seite der aufgelisteten Variablen markiert und dann unter dem Menüpunkt „Merkmal“ und „Neu“ angelegt. Mit dem Menüpunkt „löschen“ kann die Variable wieder gelöscht werden.

4.3.
4.3.8.

Berechnung eines Ergebnisses
Berechnung mit Probenvariablen und Eingabevariablen



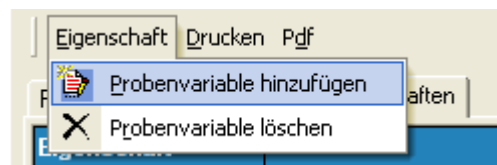
Die Eigenschaften einer Probenvariablen sind:

- Der Zahlenwert
- Ein oberer Grenzwert
- Ein unterer Grenzwert

Beim Über- oder Unterschreiten eines Grenzwertes wird der Wert der Probenvariablen gelb hinterlegt dargestellt.

Merkmal			
Überblick			
Name	Wert	Min	Max
Dichte	0,998	0,95	1
Kommentar			

Eine Probenvariable muss im Titrations-Center in der Probenliste in der Registerkarte „Eigenschaften“ manuell hinzugefügt werden. Dazu wird unter dem Menüpunkt „Eigenschaft“ der Menüpunkt „Probenvariable hinzufügen“ ausgewählt. Eine markierte Probenvariable kann unter „Probenvariable löschen“ wieder aus der Probenliste (nicht als Variable) gelöscht werden.



Die Variable kann für die Darstellung in der Probenliste unter „Titel“ mit einem anderen Namen versehen werden. Zudem kann ausgewählt werden, ob die Probenvariable in der Bildschirmdarstellung, der „Probenliste“, dem tabellarischen Ausdruck und/oder dem Textexport enthalten sein soll.



Die Probenvariable erscheint mit dem vorbelegten Wert in der Probenliste. Der vorbelegte Wert kann überschrieben werden. Wird dabei der definierte Grenzwert über- oder unterschritten, erfolgt die gelbe Markierung der Variablen. Es ist aber dennoch möglich, mit dieser Variablen weiterzuarbeiten, alle Berechnungen werden mit dem eingegeben Wert durchgeführt,

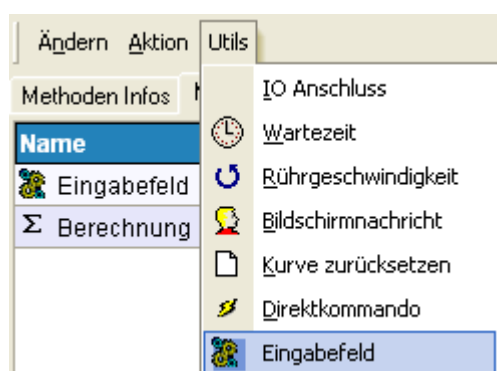
4.3.
4.3.8.

Berechnung eines Ergebnisses
Berechnung mit Probenvariablen und Eingabevariablen

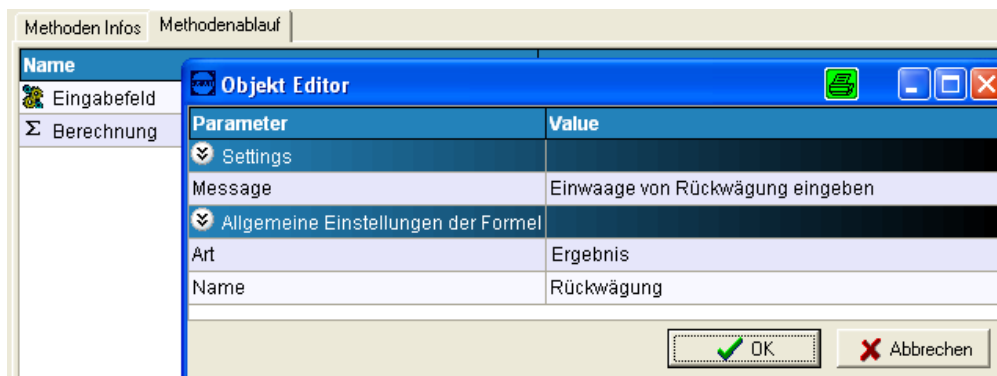
Probenliste Drucken Pdf								
Probenliste Einstellungen Eigenschaften								
Position	Status	Methode	Bezeichnung	Probenmenge	Dichte	Datum	EQ in ml	
1	In Vorbereitung	Chlorid		0	0,998			
2	In Vorbereitung	Chlorid		0	0,998			

Die Eingabevariable wird nur im Methodenablauf definiert. Weitere Einstellungen im Titrations-Center sind nicht erforderlich. Im Methodencenter wird die Methode markiert und mit der Registerkarte „Methodenablauf“ die Bausteine der Methode dargestellt. Unter „Utils“ wird an der ausgewählten Stelle das Eingabefeld ausgewählt.

Wenn eine Einwaage erst durch Rückwägung des leeren Titrationsgefäßes ermittelt werden kann, wird die Eingabevariable nach der Titration, aber vor der Berechnungsformel eingefügt. An dieser Stelle wird im Ablauf der Methode oder Analyse ein Fenster eingeblendet, in dem der Zahlenwert eingegeben werden kann. Es sind auch Kommentare möglich, wenn die Eingabe nicht mit <ENTER> abgeschlossen wird.



Das Eingabefeld besteht aus einer Bildschirmnachricht und einer Variablen, in die Eingabe gespeichert wird. Es kann eine Ergebnisvariable neu angelegt werden oder ein bereits bestehender anderer Variablentyp ausgewählt werden. In diesem Beispiel wird die Ergebnisvariable „Rückwägung“ neu angelegt.



Um diesen Wert weiter zu verwenden, muss eine Formel erstellt werden, in der diese Variable verwendet wird. In dem folgenden Beispiel wird nur die Ergebnisvariable „Rückwägung“ in der Formel aufgerufen, in praktischen Methoden würde hier eine Formel mit der Verwendung des Wertes z.B. als Einwaage stehen. Wie alle Ergebnisvariablen wird der Wert in der Probenliste automatisch dargestellt und auch in der Datenbank dokumentiert.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	Rückwägung
Anzahl Dezimalstellen	4
Anzahl EQ's	0
Formel	Result[36, Rückwägung]

In der Probenliste erscheint als Spalte in diesem Beispiel die „Rückwägung“. Wenn eine Methode gestartet ist, der Status ist dann „aktiv“ erscheint an der definierten Stelle im Methodenablauf eine Input-Box mit dem eingegebenen Kommentar und er Möglichkeit die erforderliche Eingabe zu machen. Am Ende des Methodenablaufs wird die Eingabe in der Probenliste, wie auch alle anderen Ergebnisse angezeigt.

Position	Status	Methode	Bezeichnung	Datum	Rückwägung
1	Fertig	Test Einwaagevariable	Wert ist 1,2345 g	16.07.2006 21:19:35	1,2345
2	Aktiv	Test Einwaagevariable	Wert ist 5,4321 g	16.07.2006 21:19:46	

Input box

Einwaage von Rückwägung eingeben

OK Abbrechen

In der Datenbank ist die Eingabe unabhängig von einer weiteren Verarbeitung gespeichert.

Methodenergebnisse	
Name	Wert
Rückwägung	1,2345

Ein Kommentar wird auf die gleiche Art und Weise in der Datenbank gespeichert.

Methodenergebnisse	
Name	Wert
Kommentar	Info!
Rückwägung	3,4567

4.3.9. Berechnungen für ISE Kalibrierung und Messung

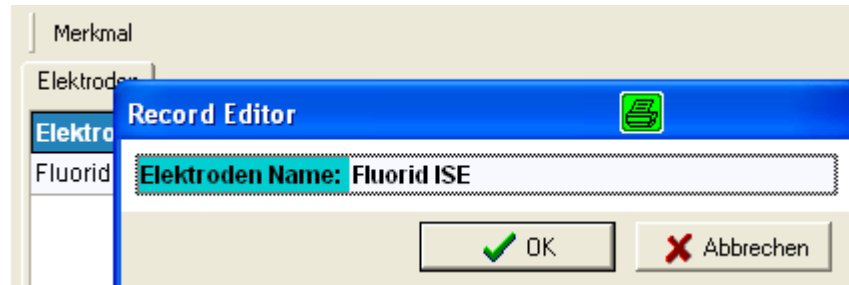
Ionensensitive Elektroden (ISE) ermöglichen neben der Titration auch die Direktmessung oder Standardadditionsmethode. Die Bedingungen sind dabei von Elektrode und Anwendung unterschiedlich.

Bei der **Direktmessung** wird eine ISE zunächst kalibriert. Auf die praktische Handhabung, auch auf die unterschiedlichen Bauformen – mit oder ohne einbaute Bezugselektrode – soll hier nicht eingegangen werden. Die Kalibration erfolgt mit Standards, die bei genau bekannter Konzentration mit TISAB (Total Ionic Strength Adjustment Buffer) oder ISA (Ionic Strength Adjustment) auf eine möglichst konstante Ionenstärke gebracht werden. Es werden beliebig viele Standards oder Puffer verwendet, die sich in der Praxis meist um eine Zehnerpotenz in der Konzentration unterscheiden. Dies ist für TitriSoft nicht unbedingt erforderlich, hier sind auch andere Konzentrationen wählbar. Die Messung erfolgt dann von kleinen zu großen Konzentrationen, um eine Kontamination der gering konzentrierten Standards zu vermeiden. Es muss jedoch berücksichtigt werden, dass bei kleinen Konzentrationen die Einstellzeit der Elektroden zunimmt und durchaus im Minutenbereich liegen kann.

In TitriSoft wird eine ISE-Elektrode wie eine Variable definiert. Der Elektrode wird neu hinzugefügt, indem „Electrodes“ auf der linken Seite des Bildschirms markiert werden und als neues Merkmal eine Elektrode hinzugefügt wird.



Eine Elektrode sollte mit einem Namen versehen sein, die eindeutig ihre Eigenschaften kennzeichnet.



Die Eigenschaften einer ISE sind:

- Name
- Datum und Uhrzeit der letzten Kalibration
- Temperatur der letzten Kalibration
- Die vier Koeffizienten, die ein Polynom dritten Grades definieren, das aus den Kalibrationsdaten errechnet wird. Sind weniger als vier Messwerte aufgenommen worden, reduziert sich die Anzahl der Koeffizienten.
- Der ermittelte Korrelationskoeffizient des Ausgleichspolynoms.
- Die Anzahl der Standards oder Puffer wird beim Einsatz der ISE Kalibration mit dem Probenwechsler zwischengespeichert.
- Die Anzahl der Stellen nach dem Komma für die Dokumentation.

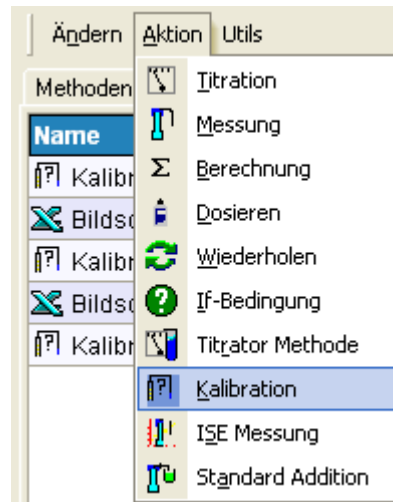
Parameter	Value
Elektrodenparameter	
Name Elektrode	Fluoride ISE
Zuletzt verändert	13.03.2006 10:48:16
Temperatur	0
Koeffizient A	-9,60478150668207E-7
Koeffizient B	0,000219435558845247
Koeffizient C	-0,0326310647912747
Koeffizient D	-2,84335487155765
Korrelationskoeffizient	1
Aktuell gespeicherte Werte	0
Kommastellen	0
Konzentration Puffer	
LOG(Concentration)	mV

Eine Methode wird aus mindestens zwei Bausteinen mit ISE Kalibration aufgebaut. Die Bausteine für die Kalibration sind aus dem Menü Aktion auszuwählen. Zwischen den Bausteinen wird aus dem Menü „Utils“ eine Bildschirmmeldung eingefügt, um den Standard zu wechseln.

Der Ablauf stellt sich dann (beispielhaft) wie folgt dar:

- Elektrode wird in den Standard mit der kleinsten Konzentration getaucht, die Methode gestartet. Der erste mV-Messwert wird aufgenommen, bis die Kriterien für einen stabilen Messwert erfüllt sind.
- Eine Bildschirmnachricht wird angezeigt, damit der Anwender die Elektrode spülen und in den nächsten Standard tauchen kann.
- Die Elektrode wird in den nächsten Standard getaucht.

Diese Abfolge wird solange weitergeführt, bis alle Standards gemessen sind.



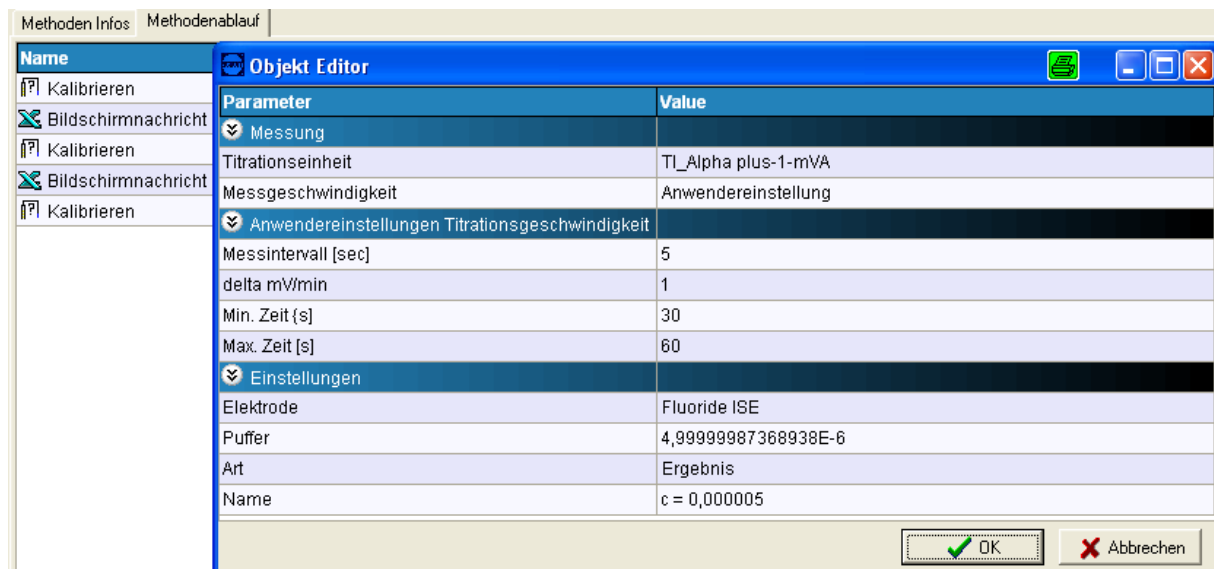
Die Eigenschaften einer ISE-Kalibration sind zum einen die Eigenschaften eines jeden Messwerts bezüglich der Drift:

- Die Standardparameter für schnell, normal und genau oder in diesem Fall besser
- Messintervall für Driftkontrolle
- Driftkriterium in mV/min
- Minimale Wartezeit
- Maximale Wartezeit

Dazu kommen die speziellen Eigenschaften für den ISE Kalibrationsmesswert:

- Name der Elektrode, mit der gemessen wird und unter deren Namen später die Kalibrationswerte gespeichert werden.
- Die Konzentration des Standards oder Puffers in mol/l oder auch einer anderen Konzentrationseinheit wie mg/l. Diese müssen jedoch in Kalibration und Messung einheitlich gehalten werden.
- Name des Ergebnisses, in dem der V-Wert für diese Konzentration später gespeichert wird.

Im unteren Beispiel ist die tatsächliche Konzentration unter „Puffer“ gespeichert und im Ergebnis „c= 0,000005“ wird der mV-Messwert für diesen Puffer gespeichert.



Im folgenden Beispiel wird mit drei Standards kalibriert, nach jeder Messung erscheint eine Meldung „Next Standard“.

4.3.
4.3.9.

Berechnung eines Ergebnisses
Berechnungen für ISE Kalibrierung und Messung

Methoden Infos Methodenablauf	
Name	Kommentar
Kalibrieren	
Bildschirmnachricht	
Kalibrieren	
Bildschirmnachricht	
Kalibrieren	

Objekt Editor	
Parameter	Value
Settings	
Message	Next Standard

Die Konzentration im ersten Standard war $5 \cdot 10^{-6}$ mol/l, die des folgenden ist $5 \cdot 10^{-5}$ mol/l und die des letzten $5 \cdot 10^{-4}$ mol/l.

Einstellungen	
Elektrode	Fluoride ISE
Puffer	4,99999987368938E-5
Art	Ergebnis
Name	c = 0,00005

Einstellungen	
Elektrode	Fluoride ISE
Puffer	0,00100000004749745
Art	Ergebnis
Name	c = 0,0005

In der folgenden Probenliste wird in der ersten Position eine Kalibration einer Fluorid-Elektrode durchgeführt und in den folgenden Positionen eine Kontroll-Messung mit diesen Standards durchgeführt.

Probenliste Einstellungen Eigenschaften					
Position	Status	Analysis	Ident	Date	
1	Fertig	Calibration Fluoride	Calib 1	13.03.2006 10:45:49	
2	Fertig	Measure Fluoride	0,000005 mol/l	13.03.2006 10:50:02	
3	Fertig	Measure Fluoride	0,00005 mol/l	13.03.2006 10:50:59	
4	Fertig	Measure Fluoride	0,0005 mol/l	13.03.2006 10:53:17	

Die Probenliste zeigt für jeden der gemessenen Standards den ermittelten mV-Messwert und für jede ISE Messung, basierend auf dieser Kalibration die ermittelte Konzentration. Deutlich ist die starke Abhängigkeit von sehr genauen mV-Messwerten zu sehen. Die Messwerte sind durch exaktere Driftbedingungen sicherlich noch etwas zu verbessern.

c = 0,0005	c = 0,00005	c = 0,000005	mV-wert	Concentration Fluoride mol/l
4,9625	65	121,94		
			121,1	5,22803137726187E-6
			64,4	5,11626113678323E-5
			6,2	0,000914825391484174

Für die ISE-Messung werden die letzten abgespeicherten Messwerte der ISE-Kalibration mit der ausgewählten Elektrode verwendet. Neben den üblichen Eigenschaften für einen Messwert, hier die gleichen wie bei der Kalibration, kommen noch folgende Eigenschaften hinzu:

- Variablentyp
- Name der Variablen, in der berechnete Konzentrations-Ergebnis abgelegt werden soll.
- Name der aus einer Liste der verfügbaren Elektrode ausgewählt werden kann.
- Anzahl der Dezimalstellen für das Ergebnis in mol/l oder der Einheit, die bei der Kalibration verwendet wurde.
- mV statt Konzentration lässt die Möglichkeit den Messwert anzuzeigen anstelle der berechneten Konzentration.

4.4.

4.4.1.

Beispiele von Methoden

Dynamische Säure Base Titration Salzsäure/Natronlauge

Methoden Infos		Methodenablauf	
Name	Kommentar		
ISE Messung	Objekt Editor		
Σ Berechnung			
Parameter	Value		
▼ Messung			
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA		
Messgeschwindigkeit	Anwendereinstellung		
▼ Anwendereinstellungen Titrationsgeschwindigkeit			
Messintervall [sec]	5		
delta mV/min	1		
Min. Zeit [s]	30		
Max. Zeit [s]	60		
▼ Allgemeine Einstellungen der Formel			
Art	Ergebnis		
Name	Concentration Fluoride mol/l		
Elektrode	Fluoride ISE		
Anzahl Dezimalstellen	5		
mV statt Konzentration	☐		
OK Abbrechen			

Wenn das berechnete Ergebnis dargestellt wird sollte der zugehörige Messwert zusätzlich in einer Formel als Endwert in mV dokumentiert werden.

Parameter	Value
▼ Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	mv-value Fluoride
Anzahl Dezimalstellen	1
Anzahl EQ's	0
Formel	EndValue[mV]

4.4. Beispiele von Methoden

Im Folgenden werden einige Beispiele aufgeführt, die eine Hilfestellung für eigene Methoden sind. Eigene Methoden können anderen Zwecken dienen und daher können nicht alle Einstellungen ohne eine Prüfung für eigene Anwendungen übernommen werden. Zudem können sich Elektroden Eigenschaften unterscheiden und eine Modifikation der Parameter erforderlich machen. Eine Garantie, dass sich gewünschte Resultate mit den hier angegebenen Parametern erzielen lassen, kann nicht gegeben werden.

4.4.1. Dynamische Säure Base Titration Salzsäure/Natronlauge

Die dynamische Titration, hier am Beispiel der Säure/Base Titration, ist die wichtigste Methode zur Bestimmung der genauen analytischen Mengen. Die äquivalente Umsetzung wird durch den Wendepunkt der Titrationskurve genau berechnet. Es kommt deshalb darauf an, im Äquivalenzpunktbereich möglichst kleine Schrittweiten zu haben, ohne dass die Kurve unruhig wird, was sich leicht in der ersten Ableitung in Form von Zacken erkennen lässt. Solche Zacken können zu einer falschen Äquivalenzpunkt Erkennung führen. Gute und schnelle Elektroden in Kombination mit nicht zu schneller Titration und fachgerechtem Rühren führen in aller Regel zu optimalen Ergebnissen.

Die Einstellungen für dieses Beispiel der dynamischen Titration sind:

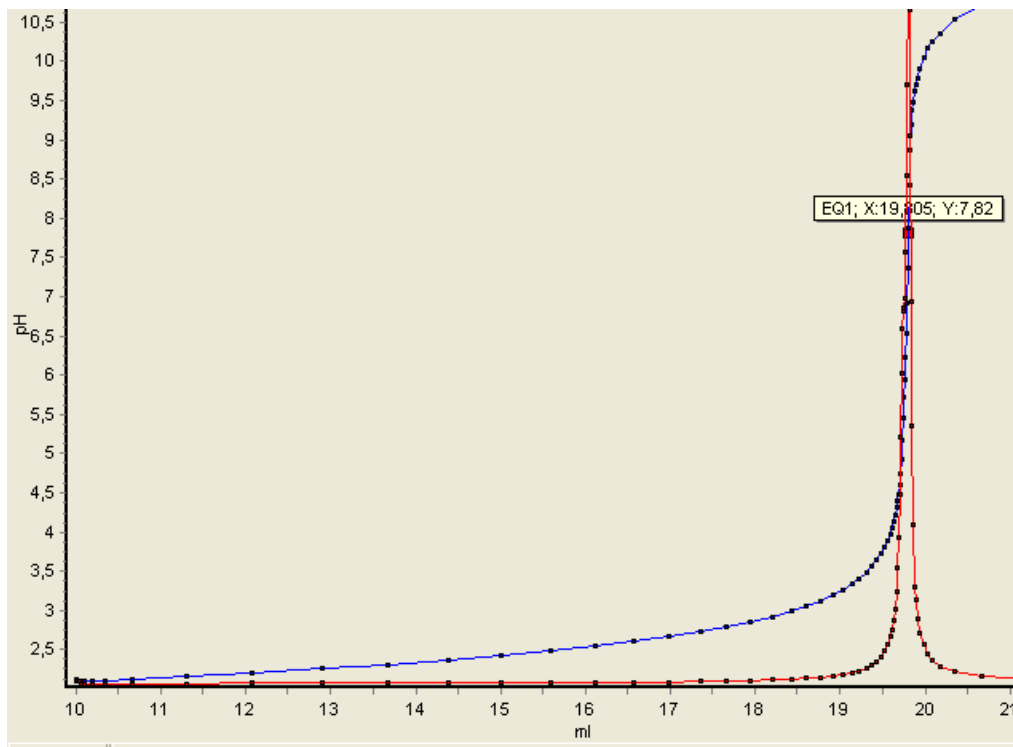
- Auswahl des Titrators, an dem die Elektrode angeschlossen ist, in diesem Fall ein TitroLine alpha plus mit der Adresse 1 und einer pH-Elektrode angeschlossen an Messeingang A.
- Die Titrationsart ist dynamisch.
- Die Rührgeschwindigkeit wird nur im Falle eines Probenwechslers unterstützt, direkt am TL alpha plus nicht.
- Das Reagenz wird vom TL alpha plus dosiert, dort befindet sich der Dosieraufsatz mit der Natronlauge.
- Das Reagenz wird aus der Liste ausgewählt oder neu eingetragen, in diesem Falle 0,1 mol/l NaOH
- Der Aufsatz wird nach der Titration gefüllt, damit er nach der Titration leicht gegen einen anderen ausgetauscht werden kann, wenn erforderlich. Besondere Bedeutung hat dieser Punkt im Falle mehrerer Titrationsbausteine in einer Methode.
- Die Titration soll bei einem bestimmten pH-Wert aufhören, damit nicht zu viel titriert wird. Ohne eine Markierung in diesem Feld wird ein eventuell eingetragener Messwert als Endkriterium nicht ausgewertet.
- Der pH-Wert, bei dem diese Titration aufhören soll, wird hier eingetragen. Bei Titrationen mit 0,1 mol/l NaOH sind in aller Regel in wässrigen Systemen alle Titrationssprünge bis pH 10,5 erfolgt.
- Als Sicherheitskriterium wird ein Verbrauch von 25 ml gesetzt, damit das Becherglas nicht überlaufen kann und die Titration auch bei defekter Elektrode aufhört oder bei leerer Reagenzflasche die Methode auch beendet wird.
- Die Titration soll nach dem ersten EQ aufhören. Dieses Kriterium kann bei einigen Anwendungen zu einem zu frühen Abbruch führen. Das Beispiel der folgenden Titrationskurven wurde deshalb ohne dieses EQ-Kriterium durchgeführt. Dies wird bei den Titrationskurven erläutert.
- Die Berechnung der Schrittweite erfolgt dynamisch mit den Einstellungen für eine steile ansteigende Titrationskurve.
- Die Titration wird schnell durchgeführt. Üblicherweise dauert eine solche Titration um die drei Minuten. Wenn jedoch die Kurvenform zu sehr vielen kleinen Titrationsschritten führt, kann die Titration auch wesentlich länger dauern.
- Die Titrationsgrafik zeigt auf der x-Achse die ml-Werte des Titriermittels und auf der abhängigen y-Achse der pH-Werte. Eine zweite y-Achse ist hier nicht definiert.

Parameter	Value
▼ Titration	
Titrationseinheit	TL_Alpha plus-1-pHA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	6
▼ Büretteneinstellungen	
Bürette	TL_Alpha plus-1
Reagenz	NaOH 0,1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
▼ Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	10,5
Endvolumen	25
Anzahl EQ's	1
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Schnell
▼ Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit
y-Achse 2	Kein

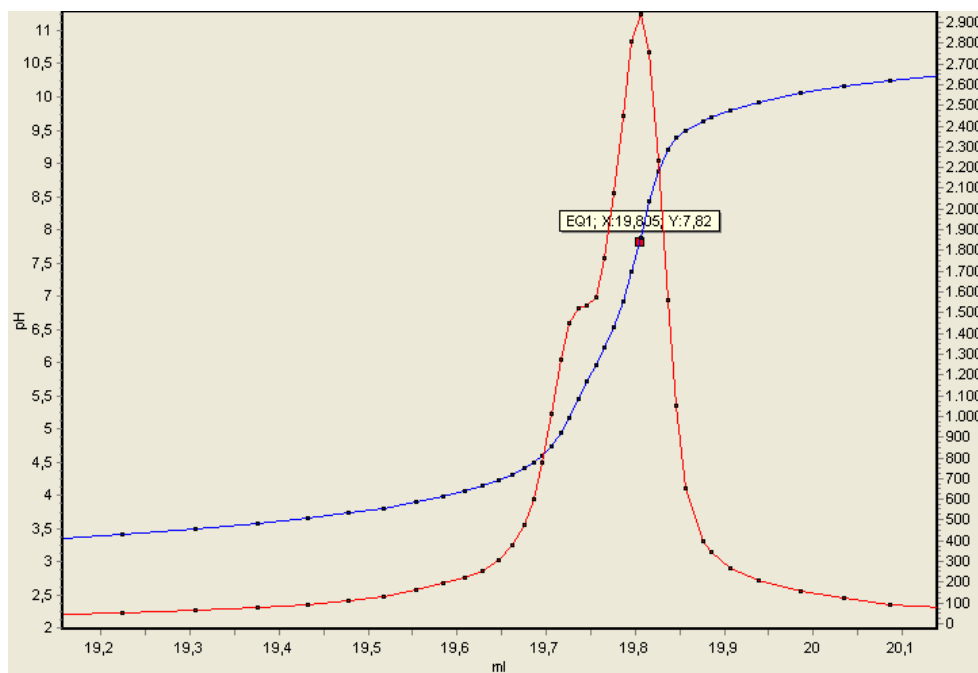
4.4.
4.4.1.

Beispiele von Methoden
Dynamische Säure Base Titration Salzsäure/Natronlauge

Die Titrationskurve zeigt auf den ersten Blick den erwarteten Verlauf. Ein starker Sprung der blauen pH-Kurve führt zu einem schmalen Peak oder Maximum in der ersten Ableitung, der Äquivalenzpunkt wird im steilen Bereich der Titrationskurve richtig gesetzt. Oder doch nicht? Der pH-Wert ist mit pH 7,82 etwas weit von dem erwarteten Neutralpunkt von pH 7 entfernt.



Durch herauszoomen wird deutlich, dass der Sprung aus zwei Teilen besteht. Dies ist ein häufiges Problem bei Säure/Base-Titrations und zeigt deutlich das Vorhandensein von Carbonat im Titrimittel oder im Wasser an. Eine etwas langsamere Titration würde den ersten Sprung noch etwas besser herausarbeiten und bei etwas kleineren Schritten könnte der Carbonatgehalt auch quantitativ bestimmt werden.



4.4.2. Dynamische Säure Base Titration Phosphorsäure / Natronlauge

Die Phosphorsäure ist eine dreibasige Säure, bei der in wässrigen Lösungen die ersten beiden Äquivalenzpunkte erfasst werden. Der pKs-Wert des dritten Protons ist so groß, dass er in Wasser nicht titriert werden kann. Bei Applikationen zur Bestimmung von Phosphat kann der Gehalt als Differenz der beiden Äquivalenzpunkte bestimmt werden. Diese Methode setzt voraus, dass keine Metallhydroxide oder andere Säuren in dem pKs-Gebiet von pH 6 bis pH 10 vorliegen.

In diesem Beispiel wurde ebenfalls die dynamische Titration eingesetzt. Im Unterschied zum Beispiel vorher wird mit 0,5 statt mit 0,1 molarer NaOH gearbeitet. Das hängt aber nur von der Konzentration der Probe ab. Die Titration endet ebenfalls bei pH 10,5 oder maximal bei 25 ml, je nachdem welches Kriterium zuerst erreicht wird.

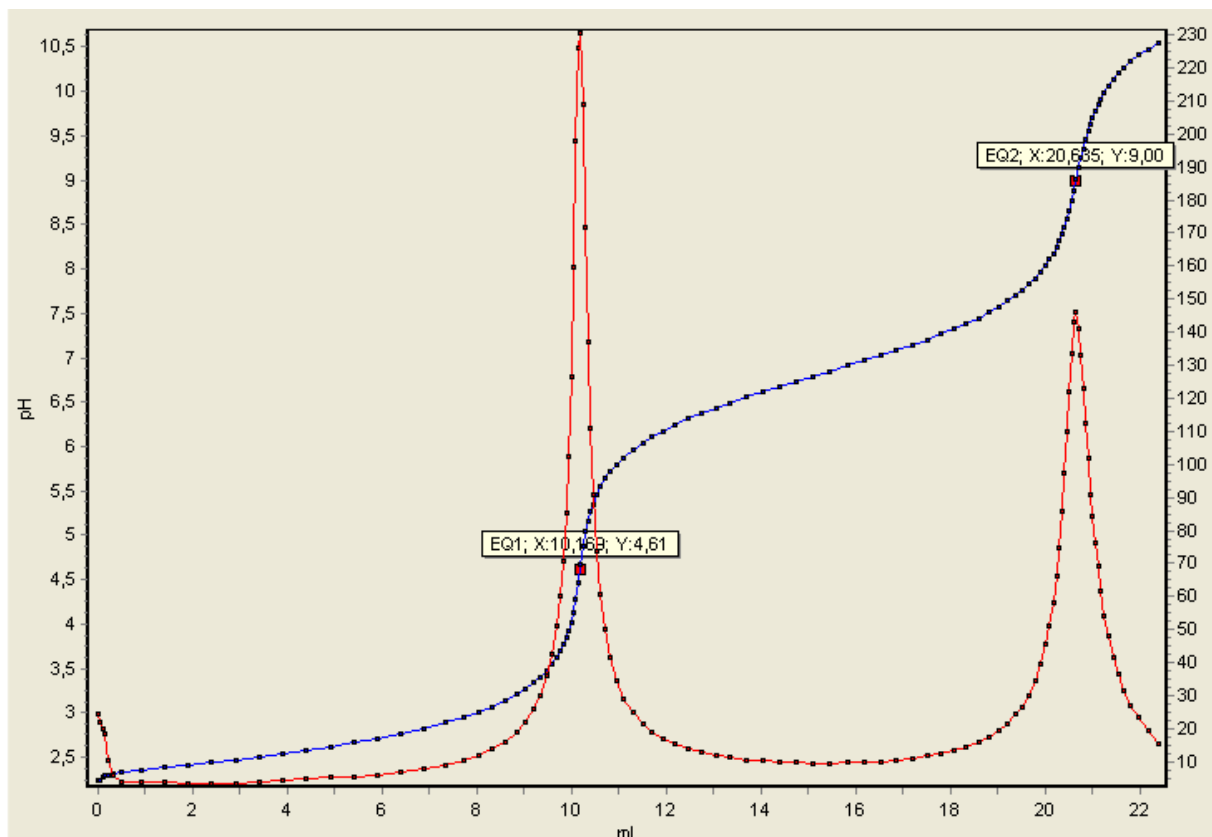
Die Dynamikparameter sind manuell festgelegt. Als wesentliches Merkmal ist die übliche minimale Schrittweite auf 0,05 ml vergrößert worden, um eine gewisse chemische Glättung durchzuführen. Die größte Schrittweite ist auf 0,5 ml reduziert worden. Die Dynamikparameter sind mit $a = 2,7$ und $b = 0,9$ ermittelt worden, wie das im Kapitel über die Dynamik beschrieben ist.

Parameter	Value
Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-pHA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	6
Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	NaOH 0,5 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	10,5
Endvolumen	25
Anzahl EQ's	0
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Genau
Anwendereinstellungen für Dynamik	
Min. Dosiervolumen	0,05
Max. Dosiervolumen	0,5
Kurvenform (a)	2,7
Kurvensteilheit (b)	0,9
EQ sensibility	0
Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit
y-Achse 2	Kein

Die Methode enthält drei Formeln, in der ersten und zweiten Formel werden die beiden Äquivalenzpunkte ermittelt. Hier kann in einzelnen Fällen die Festlegung von Auswertefenstern erforderlich sein. In diesem Beispiel würde der erste EQ zwischen pH 3,5 und 7 liegen und der zweite pH zwischen pH 7 und pH 10. Die Grenzen können auch kleiner und enger festgelegt werden, es besteht dann jedoch das Risiko, dass für einen EQ nicht genügend Datenpunkte vorhanden sind. In einer dritten Formel wird dann die Differenz der beiden EQs als $(EQ[2] - EQ[1])$ berechnet.

Kurve	Probeninformation	Datenpunkte	Methode	Methodenablauf
Parameter		Value		
Eigenschaft Messung				
Methode		Phosphorsäure		
Datum Messung		12.04.2006 16:04:57		
Status		Fertig		
Bezeichnung		Einwaage 1		
Probenmenge		10,0365		
Position		1		
Anwender		ad: Administrator		
Methodenergebnisse				
Name		Wert		
NaOH 0,1 mol/l		22,38		
EQ 1 in ml		10,164		
EQ 2 in ml		20,631		
EQ2-EQ1		10,467		

Die Titrationsgrafik zeigt die beiden gut heraustitrierten Sprünge mit den korrekt gesetzten Äquivalenzpunkten. In den Sprüngen wird die kleinste Schrittweite erreicht, es tritt auch kein Rauschen auf. Die größte Schrittweite von 0,5 ml wird jedoch nach dem ersten Sprung nicht wieder erreicht, hier könnten die Dynamikparameter noch ein wenig optimiert werden.



4.4.4. Säure/Base Kapazität

Eine typische Anwendung bei Trinkwasser und Abwasser ist die Bestimmung der Säure- und Basenkapazität. Es handelt sich um eine Titration von meist 100 ml Wasser mit 0,1 molarer Salzsäure bis zu einem Endpunkt von 4,3 für den $K_{S\ 4,3}$ Wert.

Die Titration wird als Endpunkt-Titration durchgeführt. Die letzten Titrationsschritte ab einem pH von 4,7 werden mit 0,01 ml-Schritten titriert. Zu kleine Schritte führen zu einem schleppenden Ende, zu große Schritte sind ungenau. Die Methode ist mit den folgenden Bausteinen aufgebaut:

Methoden Infos Methodenablauf	
Name	Kommentar
 Messung	Start pH messen
 Berechnung	Start pH-Wert dokumentieren
 Messung	Temperatur messen
 Berechnung	Temperatur dokumentieren
 Titration	Ks Titration mit Salzsäure
 Berechnung	Verbrauch dokumentieren
 Berechnung	Ks 4,3 in mmol/l berechnen

Die einzelnen Parameter sind:

Parameter	Value
Titration loop	
Unit/Titrator	TI_Alpha plus-1-pHA
Loop type	Endpunkt
Stir speed	6
Buret settings	
Buret	TI_Alpha plus-1
Chemical	HCl 0,1 mol/l
Fill buret	Nach der Titration
Loop settings	
End Value (Unit)	4,3
End Volume	30
End delay	10
Linear step	0,01
Delta value	0,2
Titration slope	
Titration speed	Schnell
Display settings	
xAxis	ml
yAxis	Einheit
zAxis	Kein

Der Überblick über die Methode:

Methoden Infos		Methodenablauf	
Parameter	Value		
▼ Analysis settings			
Analysis Name	Ks 4,3		
Last modified	09.08.2006 13:31:55		
Status	Entwicklung		
Created by	Konrad Batko		
▼ Measured values			
UOM	Titrator		
°C	TI_Alpha plus-1-°C		
pH	TI_Alpha plus-1-pHA		
▼ Used chemicals			
Chemicals	Buret		
HCl 0,1 mol/l	TI_Alpha plus-1		
▼ Calculations			
Type	Name		
Ergebnis	Start pH		
Ergebnis	Temperatur		
Ergebnis	Endvolumen [ml]		
Ergebnis	Ks 4,3 [mmol/l]		
▼ Analysis comment			
Comment			
▼ Electronic signature			
Reviewing user			
Reviewing user function			
Review date	30.12.1899		
Approving user			
Approving user function			
Approval date	30.12.1899		

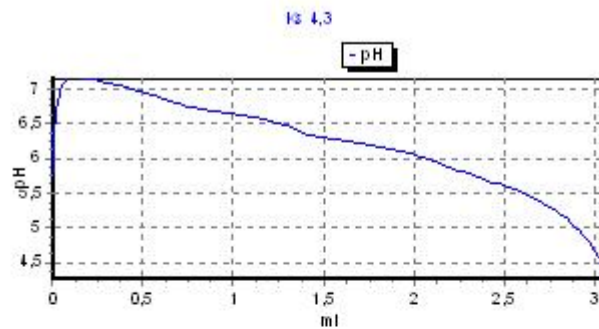
Die Probenliste wird automatisch konfiguriert, wenn die Methode ausgewählt wird. In diesem Beispiel wurde nur der Anwender aus der Tabellenansicht entfernt.

Probenliste Drucken Pdf									
Probenliste Einstellungen Eigenschaften									
Position	Status	Methode	Bezeichnung	Einwaage	Datum	Start pH	Temperatur	Ks 4,3 [mmol/l]	
1	Fertig	Ks 4,3	Trinkwasser 1	100	09.08.2006 13:34:27	5,18	25,0	3,074	
2	Fertig	Ks 4,3	Trinkwasser 2	100	09.08.2006 13:42:19	6,25	24,8	3,236	

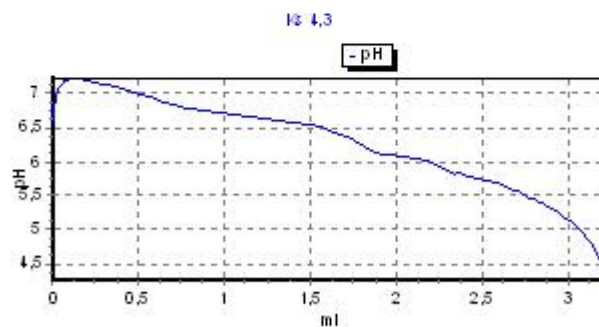
Der Ausdruck erfolgt oft mit der Abbildung der Titrationskurve zu mehreren Ergebnissen auf einer Seite als Kurvenliste.

KS

Property Value
Position 1
Status Fertig
Methode Ks 4,3
Bezeichnung Trinkwasser 1
Probenmenge 100
Analysendatum 09.08.2006 13:34:28
Anwender Konrad Batko
Verantwortlicher Prüfung
Prüfdatum 01.01.1980
Verantwortlicher Freigabe
Freigabedatum 01.01.1980
Start pH 5,18
Temperatur 25,0
HCl 0,1 mol/l 3,074
Endvolumen [ml] 3,074
Ks 4,3 [mmol/l] 3,074



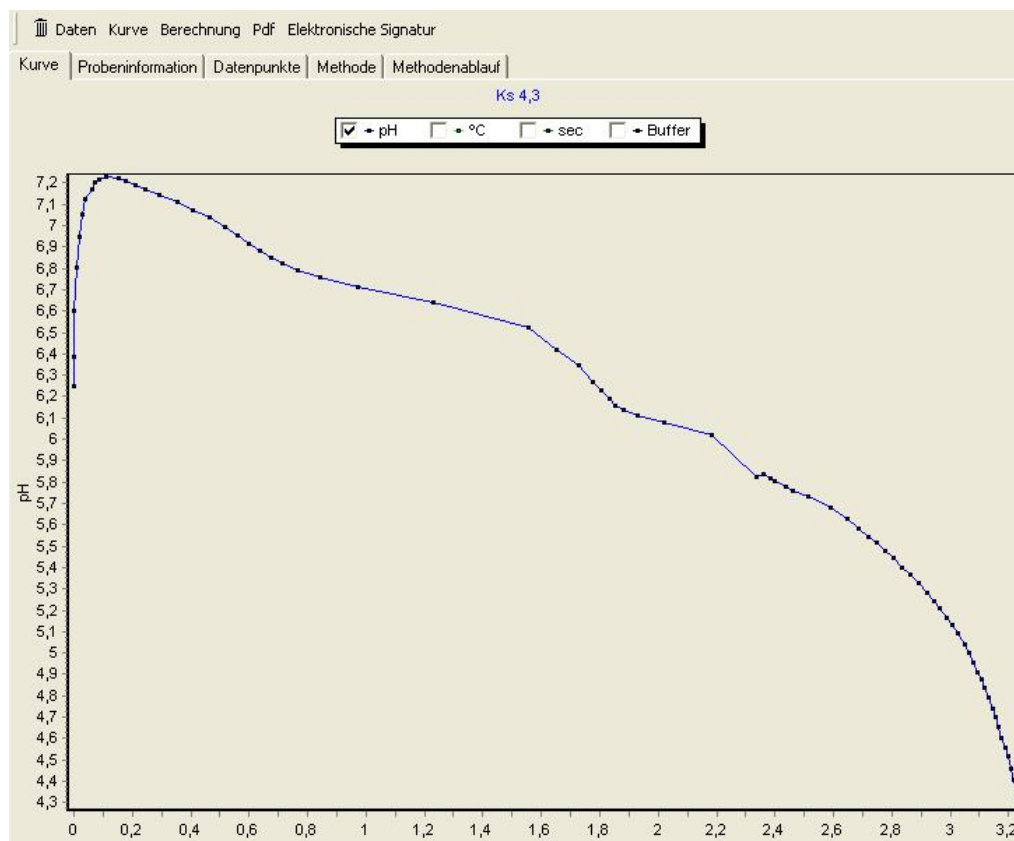
Property Value
Position 2
Status Fertig
Methode Ks 4,3
Bezeichnung Trinkwasser 2
Probenmenge 100
Analysendatum 09.08.2006 13:42:20
Anwender Konrad Batko
Verantwortlicher Prüfung
Prüfdatum 01.01.1980
Verantwortlicher Freigabe
Freigabedatum 01.01.1980
Start pH 6,25
Temperatur 24,8
HCl 0,1 mol/l 3,236
Endvolumen [ml] 3,236
Ks 4,3 [mmol/l] 3,236



In der Datenbank werden die Ergebnisse automatisch gespeichert und können jederzeit neu dokumentiert werden.

Daten Kurve Berechnung Pdf Elektronische Signatur	
Kurve Probeninformation Datenpunkte Methode Methodenablauf	
Parameter	Value
Measurement properties	
Analysis	Ks 4,3
Measurement date	09.08.2006 13:42:19
Status	Fertig
Identification	Trinkwasser 2
Amount	100
Position	2
User	Konrad Batko
Measurement results	
Name	Wert
Start pH	6,25
Temperatur	24,8
HCl 0,1 mol/l	3,236
Endvolumen [ml]	3,236
Ks 4,3 [mmol/l]	3,236

Je nach Wasser und Elektrodeneigenschaften unterscheidet sich die Kurvenform. Die Abgebildete Titrationsschritt wurde mit einer alten und zu trägen Elektrode titriert, die Titrationsschritt würde sonst glatter und gleichmäßiger aussehen. Eine langsamere Titration würde die Kurve verbessern. Da aber nur der Endpunkt ausgewertet wird, spielt das in diesem Fall keine große Rolle.



In der Datenliste ist deutlich zu erkennen, dass die letzten Titrationsschritte mit kleinen 0,01 ml Zugaben erfolgten, um ein genaues Ergebnis sicherzustellen.

Kurve	Probeninformation		Datenpunkte
pH	°C	sec	ml
5,3275	24,8	269	2,89
5,281	24,8	273	2,918
5,2415	25	278	2,944
5,207	25	283	2,964
5,1615	24,8	287	2,986
5,1315	24,8	292	3,006
5,0895	24,8	297	3,026
5,0395	25	302	3,048
4,9985	24,8	306	3,066
4,954	25	311	3,08
4,9075	24,8	316	3,094
4,8755	24,8	320	3,106
4,8345	24,8	325	3,118
4,794	25	330	3,132
4,7385	24,8	334	3,146
4,699	25	339	3,156
4,6555	24,8	344	3,166
4,601	25	348	3,176
4,558	24,8	353	3,186
4,5145	25	358	3,196
4,46	24,8	362	3,206
4,4055	25	367	3,216
4,3545	24,8	372	3,226
4,296	25	377	3,236
4,2815	25,1	380	3,236
4,276	25,1	384	3,236

4.4.5. Chloridtitration

Die Chloridtitration ist eine weit verbreitete Anwendung in allen Bereichen, sei es Chemie, Pharma oder Lebensmittel. Die Titration ist eine Fällungstitration und darf nicht zu schnell durchgeführt werden. Dafür ist sie so genau, dass sie auch als Prüfmethode für das richtige Volumen von Büretten nach ISO 8655 Teil 7 verwendet werden kann.

Die Titration funktioniert im allgemeinen sehr gut, wenn man sorgfältig arbeitet und in einigen Fällen noch ein paar Tricks anwendet:

- Die Probe muss angesäuert werden, mit Schwefelsäure oder Salpetersäure. Die Menge hängt von der Applikation ab.
- Die kleinste Schrittweite darf nicht zu klein sein, ab 0,5% des Gesamtvolumens.
- Die Titration darf nicht zu schnell sein, etwa 3 bis 5 Minuten oder langsamer.
- In vielen Fällen hilft die Zugabe von Tensiden (nicht Chloridhaltig) oder Polyvinylalkohol die Elektrode weniger zu verschmutzen und bessere Kurven zu erhalten.

Die Titration wird dynamisch durchgeführt, wenn der Gehalt und der Verbrauch nicht zu klein sind.

Parameter	Value
Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	5
Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	AgNO3 0,1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	240
Endvolumen	15
Anzahl EQ's	0
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Genau
Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit
y-Achse 2	Kein

Neben dem eigentlichen, berechneten Ergebnis wird häufig auch der Äquivalenzpunkt mit dokumentiert, damit direkt beurteilt werden kann, ob er richtig gesetzt wurde. Mittelwert und relative Standardabweichung werden bei einer Mehrfachbestimmung ebenfalls in der Methode implementiert.

Berechnungen	
Type	Name
Ergebnis	EQ in ml
Ergebnis	Chlorid in %
Ergebnis	Startmesswert
Ergebnis	Mittelwert Chlorid in %
Ergebnis	RSD Chlorid in %

Die Formel ist schon bei der Formelerstellung ausführlich erläutert worden.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	Chlorid in %
Anzahl Dezimalstellen	1
Anzahl EQ's	0
Formel	Result['2, EQ in ml'] * 35,45 * 0,1 * 100 / (1000 * Amount) ...
Zusätzliche Op	

Formeleditor

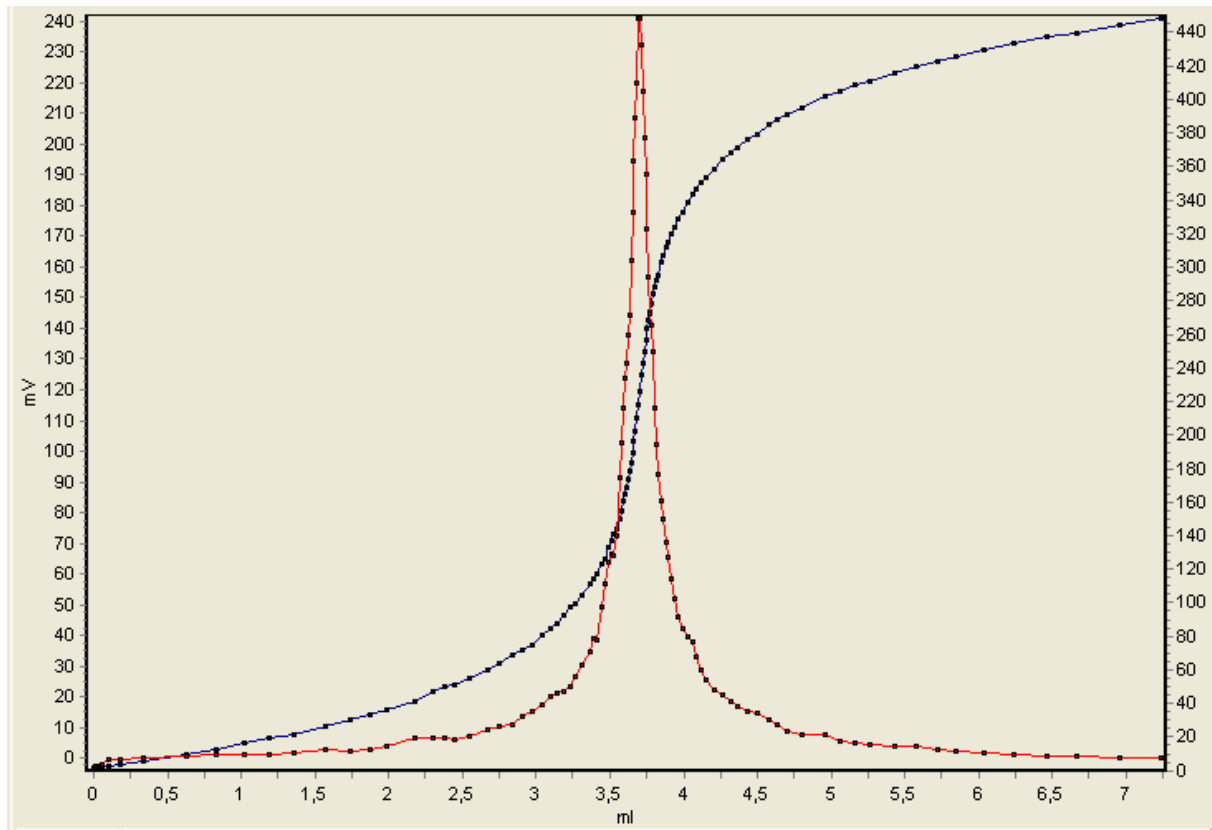
Werte Berechnungen Funktionen Operatoren pH Kalibration

Result['2, EQ in ml'] * 35,45 * 0,1 * 100 / (1000 * Amount)

OK **X** Abbrechen

Die abgebildete Titrationskurve zeigt einen glatten Verlauf. Deutlicher wird dies bei der Abbildung der ersten Ableitung (in rot). Bei einer unruhigen Titrationskurve würde man häufig mehrere Zacken sehen

können. Dies würde aber die Auswertesicherheit und Genauigkeit beeinträchtigen. Für die abgebildete Titration wurde die Elektrode AgCl 62 verwendet.



4.4.6. Redoxtitration Titration mit Thiosulfat

Die jodometrischen Applikationen beruhen oft auf einer Rücktitration mit Thiosulfat. Die Titration wird mit einer Platinelektrode indiziert (in diesem Beispiel eine Pt 62). Die Titration wird dynamisch durchgeführt und zeigt einen starken abfallenden Kurvenverlauf. Endkriterien können Anzahl der Äquivalenzpunkte, Potenzial oder auch Verbrauch sein. In der folgenden Abbildung sind die Titrationsparameter zu sehen.

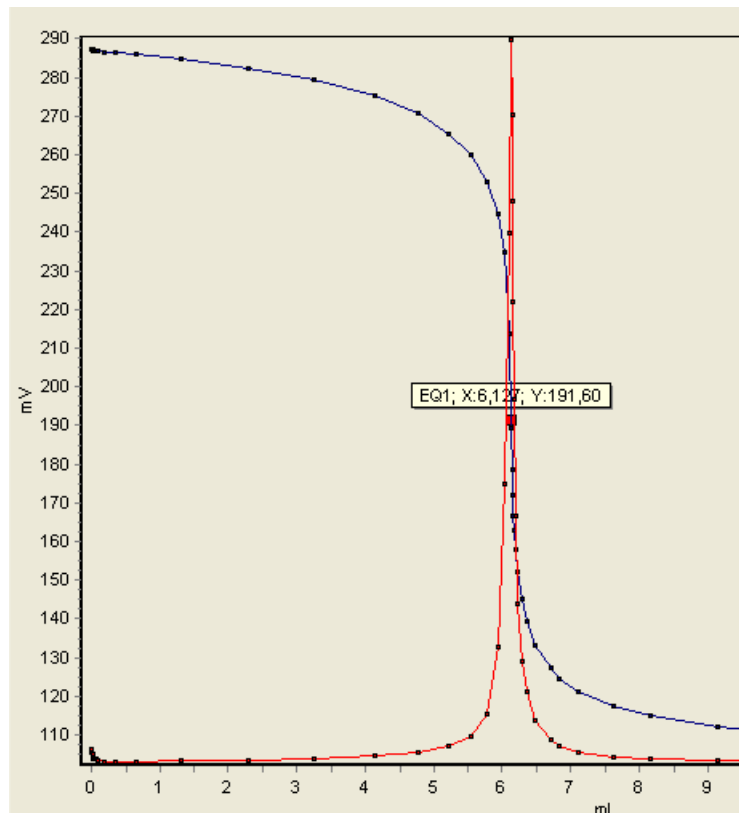
Die Titration wird üblicherweise in schwefelsaurer oder salzsaurer Lösung durchgeführt. Als Urteriter kann z.B. Bichromat eingesetzt werden.

4.4.
4.4.6.

Beispiele von Methoden
Redox Titration mit Thiosulfat

Parameter	Value
Titration	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Art der Titration	Dynamisch
Rührgeschwindigkeit	6
Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	Thiosulfate 0,1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☒
Wert für Endpunkt	- 125
Endvolumen	15
Anzahl EQ's	1
Kurvenform	
Titrationsgeschwindigkeit	Normal
Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit
y-Achse 2	Kein

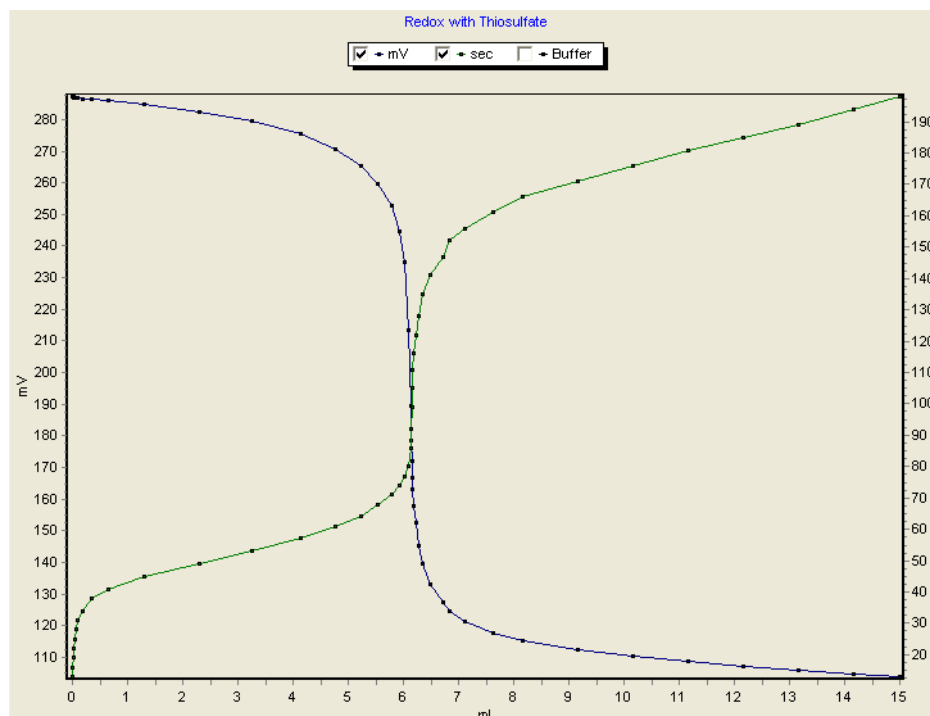
Die Titrationskurve zeigt in diesem Beispiel einen idealen dynamischen Kurvenverlauf. Als größte Schrittweite wird mit 1 ml Schritten titriert, als kleinste Schrittweite wird dynamisch auf 0,01 ml Schritte heruntergeregelt. Dadurch ist die Titration vergleichsweise schnell und genau. Die steile und spitze 1. Ableitung (in rot) verdeutlicht das.



Die Messpunktliste zeigt, dass eine genaue Titration nicht unbedingt viele Messpunkte benötigt. Im steilen Sprungbereich wird mit kleinster Schrittweite titriert, die Übergänge sind kontinuierlich und fließend.

			5,546	259,85	27,9852			
			5,78	252,816	50,1442			
			5,936	244,8	120,835			
			6,034	234,866	288,539			
			6,096	213,55	548,600	6,19	157,933	116
0	287,25	13	6,13	189,516	749,041	6,222	152,35	122
0,01	287,066	16	6,144	178,666	671,058	6,286	145,3	128
0,02	286,883	19	6,154	172,033	581,706	6,354	139,433	135
0,03	287,083	22	6,164	166,666	477,394	6,49	133	141
0,04	286,816	25	6,174	163	376,851	6,712	127,5	147
0,06	286,783	28	6,19	157,933	256,330	6,844	124,566	152
0,1	286,716	31	6,222	152,35	164,919	7,108	121,316	156
0,18	286,533	34	6,286	145,3	105,378	7,636	117,65	161
0,34	286,357	38	6,354	139,433	73,5476	8,16	115,1	166
0,66	285,933	41	6,49	133	43,3189	9,16	112,316	171
1,3	284,7	45	6,712	127,5	24,2590	10,16	110,366	176
2,3	282,316	49	6,844	124,566	18,2377	11,16	108,733	181

Die grüne Kurve in der folgenden Darstellung zeigt das Zeitverhalten. Die gesamte Titration hat etwa 190 Sekunden gedauert. Etwa die Hälfte der Zeit wurde dabei für die genaue Titration im Äquivalenzpunktbereich benötigt. Ein Vortitrieren ist bei der schnellen Titration im ersten Teil nicht erforderlich. Ein Abbruchkriterium in diesem Fall hätte die Titration natürlich beschleunigt, hätte aber nicht den kompletten Titrationsverlauf in diesem Beispiel deutlich gemacht. Wenn das Abbruchkriterium Äquivalenzpunkt bei dieser Titration verwendet worden wäre, hätte die Titration etwa 150 Sekunden gedauert.



4.4.8. TAN in Öl

Die Titration in Ölen mit Glaselektroden ist eine schwierige Anwendung. Es stehen kaum Protonen zur Verfügung und die Glaselektrode ist in ihrer Anwendbarkeit eingeschränkt.

Hier ist die TBN-Titration mit Perchlorsäure beschrieben. Nach dem gleichen Schema mit den gleichen Parametern wird auch die oft noch schwierigere Anwendung von TAN durchgeführt.

Damit die Titration reproduzierbare Ergebnisse zeigt, müssen folgende Regeln eingehalten werden:

- Es wird linear in nicht zu kleiner Schrittweite titriert. Es gilt die Regel: Nicht mehr als 50 Messwerte. Ist die Titrationskurve in ihrer Form nicht reproduzierbar, so wird die Schrittweite noch heraufgesetzt. Man spricht auch von einer „chemischen Glättung“.
- Die Titration wird langsam durchgeführt. Üblich sind feste Wartezeiten von 15 Sekunden für einen Messwert und länger. In diesem Beispiel wird driftkontrolliert zwischen 10 und 20 Sekunden gearbeitet.
- Es wird meist bei einem (auch in der Norm angegebenen) Endverbrauch von 4 oder 5 ml titriert. Die Probenmenge wird dem zu erwartenden Verbrauch angepasst.
- Nach jeder Titration muss die Elektrode sorgfältig gereinigt und konditioniert werden.
- Der Messverstärker des Titrators wird mit einer Dämpfungseinstellung auf die Titration in Lösungsmitteln mit geringer Dielektrizitätskonstanten angepasst.

Ohne die richtige Reinigung und Konditionierung zeigt die Glaselektrode nach kurzer Zeit unreproduzierbare Titrationskurven. Deshalb wird das folgende Schema dringend empfohlen:

- Reinigen eine Minute (auch länger) im sauberen Lösungsmittel der Probe.
- Konditionieren für eine Minute in Wasser
- Zweiter Reinigungsschritt in sauberem Lösungsmittel (das gleiche, wie bei der Titration)

Der Ablauf der Titration wird in der folgenden Abbildung gezeigt.

Methoden Infos Methodenablauf	
Name	Kommentar
 Kommando	Kommando 01FB3 zur Einstellung der Dämpfung des Verstärkers
 Wartezeit	Wartezeit, damit die Elektrode sich einstellen kann
 Titration	Linear Titration in 0,1 ml Schritten
Σ Berechnung	Berechnung des Äquivalenzpunktes
Σ Berechnung	Berechnung des TBN Wertes

Die Titrationsparameter sind in der nächsten Abbildung erkennbar. Wichtig ist die lineare Titration mit nicht zu kleinen Schritten und langen Wartezeiten zwischen diesen Schritten.

Parameter	Value
Art der Titration	Linear
Rührgeschwindigkeit	6
Büretteneinstellungen	
Bürette	TI_Alpha plus-1
Reagenz	Perchlorsäure 0.1 mol/l
Bürette füllen	Nach der Titration
Einstellungen für Titration	
Endpunkt auswerten	☐
Wert für Endpunkt	0
Endvolumen	4
Anzahl EQ's	0
Lineare Schrittweite	0,1
Steigend oder Fallend	Hoch
Titrationengeschwindigkeit	Anwendereinstellung
Anwendereinstellungen Titrationengeschwindigkeit	
Messintervall [sec]	5
delta mV/min	5
Min. Zeit [s]	10
Max. Zeit [s]	20
Einstellungen Bildschirm	
x-Achse	ml
y-Achse 1	Einheit

OK Abbrechen

Eine Titerstellung, hier in Chlorbenzol, zeigt die gute Reproduzierbarkeit bei richtigen Titrationsparametern.

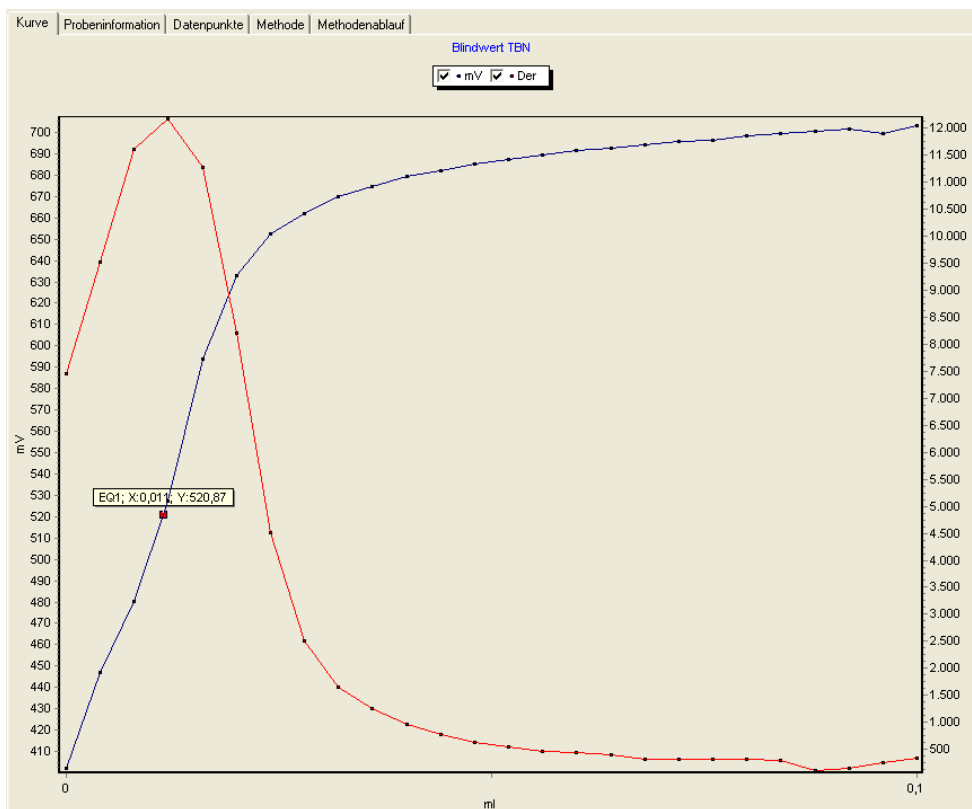
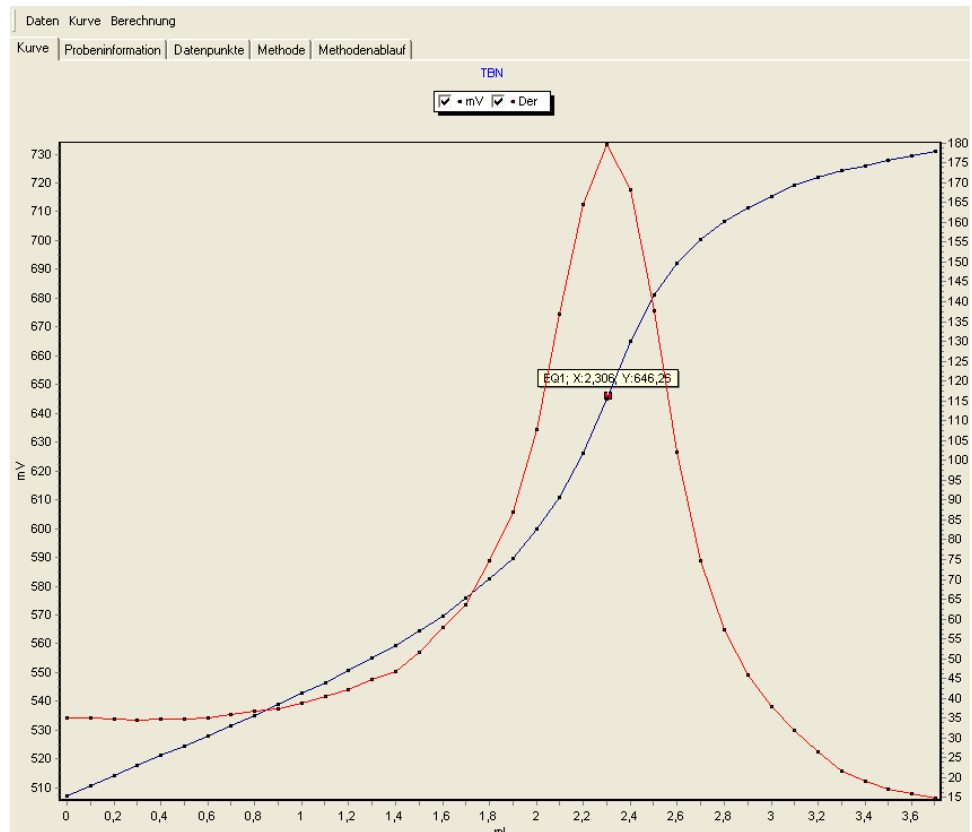
Probenliste Drucken								
Probenliste Einstellungen Eigenschaften								
Pos.	Status	Methode	Bezeichnung	Einwaage	Datum	Titer einzeln	ml	Perchlorsäure 0.1 mol/l
1	Fertig	Titer Perchlorsäure	Chlorbenzol	0,1538	28.04.2005 10:54:06	0,0995	7,58	0,0995
2	Fertig	Titer Perchlorsäure	Chlorbenzol	0,152	28.04.2005 11:10:02	0,0994	7,50	0,0995
3	Fertig	Titer Perchlorsäure	Chlorbenzol	0,1665	28.04.2005 11:26:34	0,0996	8,20	0,0995

Die beiden folgenden Titrationskurven zeigen eine Proben-Titration und eine Blindwert-Titration. Typisch ist die breite erste Ableitung durch die große Schrittweite. Da der Äquivalenzpunkt zwischen den Messwerten durch eine Approximation nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate ermittelt wird, ist die Berechnung trotz der großen Schrittweite genau.

Eine besondere Herausforderungen können unter diesen Bedingungen Blindwert-Titrations sein. In diesem Beispiel wurde langsam mit 0,004 ml Schritten bis 0,1 ml titriert (!). Der Blindwert kann einwandfrei ermittelt werden. Ist dies nicht möglich, empfiehlt sich eine manuelle Auswertung der Titrationskurve oder auch eine Titration bis zu einem bestimmten, experimentell ermittelten mV-Wert.

4.4.
4.4.8.

Beispiele von Methoden
TAN in Öl



4.4.10. Direktmessung Fluorid und Kalibrierung

Die Direktmessung mit einer Fluoridelektrode ist eine zuverlässige Methode vor allen Dingen in nicht zu komplexen Matrices. Die Fluoridelektrode verfügt über eine gute Selektivität, besser als die der meisten anderen Elektroden, außer der Glaselektrode.

Die Messung erfolgt aufgrund der Nernst'schen Gleichung:

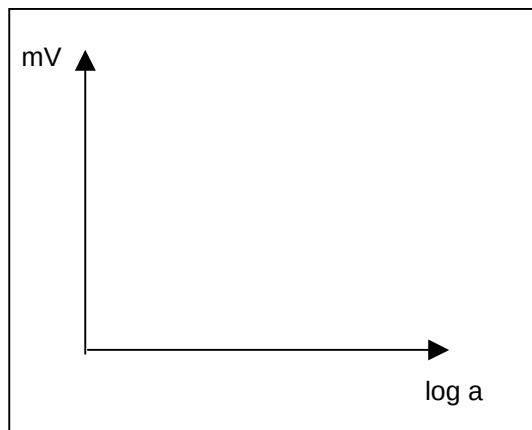
$$E = E_0 + \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \ln \frac{a_{Ox}}{a_{Red}}$$

Die Gleichung vereinfacht sich durch Verwendung des Zehnerlogarithmus zu:

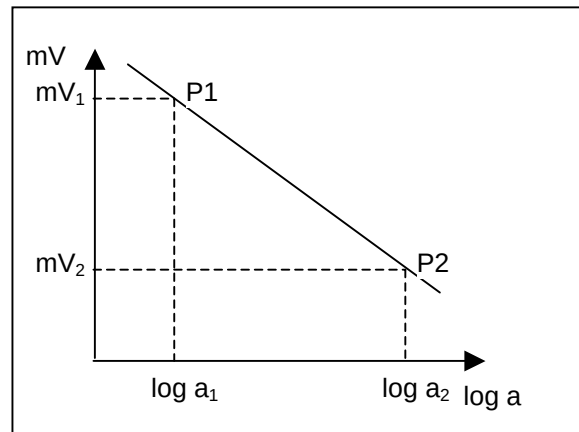
$$E = E_0 + \frac{0,05916}{n} \log \frac{a_{Ox}}{a_{Red}}$$

Das bedeutet eine theoretische Steilheit von 59,16 mV für einwertige Ionen.

In der Praxis wird der Logarithmus der Aktivität gegen das Potential aufgetragen:



Die realen Steilheiten und Nullpunkte unterscheiden sich oft erheblich von den idealen Werten. Die theoretische Steilheit bei einwertigen Ionen sollte 59,16 mV pro Zehnerpotenz mol/l Aktivität betragen, bei zweiwertigen Ionen 29,58 mV. Eine Kalibration ist daher unbedingt notwendig. Da die über die Nernst'sche Gleichung erhaltenen Potentiale nur eine Aussage über Aktivitäten und nicht über die Konzentrationen beinhalten, muss die Ionenstärke konstant gehalten werden. Zudem dürfen sich die Bedingungen bei der Kalibration und der Messung in der Probe nicht oder nur sehr wenig unterscheiden. In der Praxis wird daher mit exakt eingestellten pH-Werten und mit Ionenpuffern gearbeitet.



Wenn eine Gerade zur Berechnung zugrunde gelegt wird, werden deren Parameter Steilheit a und Nullpunkt b berechnet nach:

$$y = a * x + b$$

Bei der Kalibration mit den zwei Punkte P1(x1,y1) und P2(x2,y2) ergeben sich:

$$a = \frac{mV2 - mV1}{\log a2 - \log a1}$$

$$b = mV1 - a * \log a1$$

Der Logarithmus Aktivität der Probe kann durch einen Messwert in gleicher Matrix aus der Kalibriergeraden erhalten werden.

$$\log a(\text{Probe}) = \frac{mV(\text{Probe}) - b}{a}$$

Die Konzentration ergibt sich zu:

$$c(\text{Probe}) = 10^{\log a(\text{Probe})}$$

Bei Berechnung über natürlichen Logarithmus:

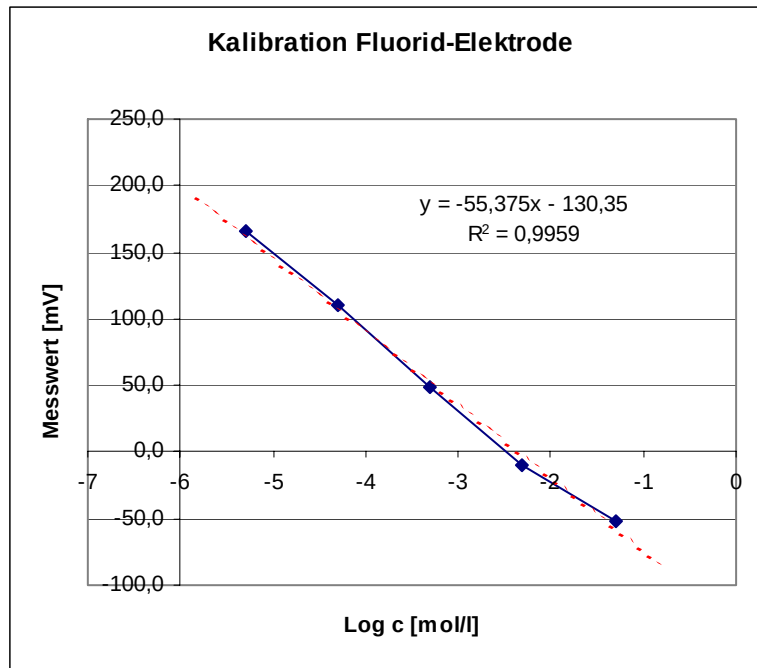
$$c(\text{Probe}) = \exp^{2,3026 * \log a(\text{Probe})}$$

Die folgende Tabelle zeigt die Werte einer Kalibration. Es sind die Konzentrationen der Standards in der ersten Spalte eingetragen und gemessenen mV-Werte in der zweiten Spalte. In der dritten Spalte sind die berechneten Logarithmen der Konzentrationen, die in die Grafik eingetragen werden.

C [mol/l]	mV	log c
0,000005	165,4	-5,30103001
0,000050	109,7	-4,30103001
0,000500	49,0	-3,30102998
0,005000	-10,5	-2,30103001
0,050000	-51,3	-1,30102999

In der folgenden Grafik sind die Logarithmen der Konzentrationen auf der x-Achse eingetragen und die gemessenen mV-Werte auf der y-Achse. Eine lineare (oder bei TitrSoft eine nichtlineare) Ausgleichsrechnung liefert eine Gleichung, aus der die Konzentration errechnet werden kann, wenn eine Messung einer unbekannten Probe erfolgt.

Um den Unterschied zwischen der Konzentration und der gemessenen Aktivität möglichst klein zu halten, wird eine TISAB (Total Ionic Strength Adjustiment Buffer) Lösung zur Probe gegeben. Diese Lösung stellt eine möglichst konstante Ionenstärke sicher und sorgt für einen annähernd stabilen pH-Wert.



In TitriSoft wird eine Kalibration in einer Methode aufgebaut. Dabei unterscheidet sich das prinzipielle Vorgehen bei einer Methode mit dem Probenwechsler oder ohne Probenwechsler. Hier ist das Vorgehen ohne Probenwechsler beschrieben.

Für jeden verwendeten Standard wird ein Kalibrationsbaustein in den Ablauf eingefügt. Zwischen den Kalibrationsbausteinen steht eine Bildschirnnachricht, die auf den nächsten Standard hinweist und einen Wechsel der Lösungen ermöglicht.

Methoden Infos Methodenablauf	
Name	Kommentar
Kalibrieren	c = 0,000005 Wert 1. Standard
Bildschirnnachricht	Hinweis zum Wechsel des Standards
Kalibrieren	c = 0,00005 Wert 1. Standard
Bildschirnnachricht	Hinweis zum Wechsel des Standards
Kalibrieren	c = 0,0005 Wert 1. Standard

In den Einstellungen für die einzelnen Messwerte wird am besten Drift kontrolliert gearbeitet. Die Messung dauert um so länger, je verdünnter die Standards oder auch später die Proben sind.

In diesem Beispiel hat die Elektrode zwischen 30 und 60 Sekunden Zeit, sich einzustellen. Diese Werte sollten für eine wirklich genaue Messung verlängert werden.

Als nächstes wird die Elektrode ausgewählt oder angelegt, wenn noch keine existiert, das heißt ein Name für eine Elektrode eingegeben. Dann wird die Konzentration des Standards eingetragen in mol/l. Für das Messergebnis, ein mV-Messwert, wird ein Namen verwendet, der später eine sichere Zuordnung ermöglicht, in diesem Beispiel die Bezeichnung der verwendeten Konzentration.

▼ Messung	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Messgeschwindigkeit	Anwendereinstellung
▼ Anwendereinstellungen Titrationsgeschwindigkeit	
Messintervall [sec]	5
delta mV/min	1
Min. Zeit [s]	30
Max. Zeit [s]	60
▼ Einstellungen	
Elektrode	Fluoride ISE
Puffer	4,99999987368938E-6
Art	Ergebnis
Name	c = 0,000005

Zwischen den Kalibrationsbausteinen ist eine Bildschirnmeldung eingebaut, damit der Standard gewechselt werden kann. Üblicherweise setzt man zuerst die verdünnten Standards ein und wechselt dann zu den konzentrierteren. Ein Spülen der Elektrode entfällt.

Objekt Editor	
Parameter	Value
▼ Settings	
Message	Next Standard

Die einzelnen Kalibrations-Bausteine unterscheiden sich durch die angegebene Konzentration des Standards und dem angepassten Namen.

▼ Einstellungen	
Elektrode	Fluoride ISE
Puffer	4,99999987368938E-5
Art	Ergebnis
Name	c = 0,00005

Die Konzentration ändert sich immer um eine Zehnerpotenz.

▼ Einstellungen	
Elektrode	Fluoride ISE
Puffer	0,00100000004749745
Art	Ergebnis
Name	c = 0,0005

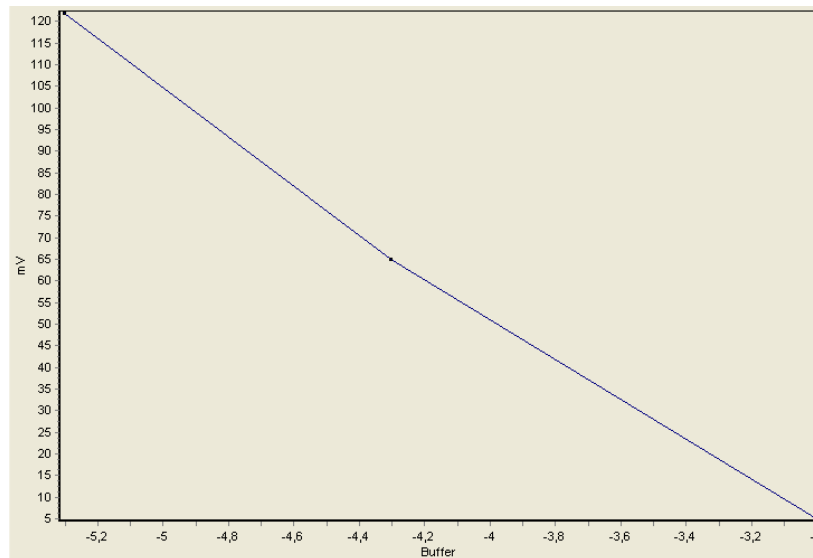
Die fertige Probenliste zeigt für jeden Standard den gemessenen mV-Wert.

Probenliste Einstellungen Eigenschaften							
Position	Status	Analysis	Ident	Date	c = 0,0005	c = 0,00005	c = 0,000005
1	Fertig	Calibration Fluoride	Calib 1	13.03.2006 10:45:49	4,9625	65	121,94

Die Werte lassen sich in einer Grafik darstellen und die Linearität auch optisch prüfen.

4.4.
4.4.10.

Beispiele von Methoden
Direktmessung Fluorid und Kalibrierung



Die Messung einer Probe erfolgt dann mit einer Methode, die den Baustein ISE-Messung enthält. Der Baustein enthält zunächst die Parameter für die Drifteinstellung der Elektrode. In diesem Fall entsprechen sie den Einstellungen bei der Kalibration.

Im zweiten Teil, den Einstellungen für die Berechnung, wird ein Namen für die berechnete Konzentration eingegeben, die Elektrode ausgewählt (natürlich die gleiche, die vorher kalibriert wurde..) und die Anzahl der Dezimalstellen angegeben. Bei kleinen zu erwartenden Konzentrationen müssen genügend Stellen definiert werden!

In einer Zusatzeinstellung kann noch definiert werden, ob statt der berechneten Konzentration der mV-Wert dargestellt werden soll.

Objekt Editor	
Parameter	Value
▼ Messung	
Titrationseinheit	TI_Alpha plus-1-mVA
Messgeschwindigkeit	AnwenderEinstellung
▼ AnwenderEinstellung Titrationgeschwindigkeit	
Messintervall [sec]	5
delta mV/min	1
Min. Zeit [s]	30
Max. Zeit [s]	60
▼ Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	Concentration Fluoride mol/l
Elektrode	Fluoride ISE
Anzahl Dezimalstellen	5
mV statt Konzentration	☐

Der mV-Wert wird üblicherweise mit einer weiteren Formel dokumentiert, indem der Endwert mV mit einer Dezimalstelle in einer Formel dargestellt wird.

▼ Allgemeine Einstellungen der Formel	
Art	Ergebnis
Name	mv-value Fluoride
Anzahl Dezimalstellen	1
Anzahl EQ's	0
Formel	EndValue[mV]

4.4.
4.4.10.

Beispiele von Methoden
Direktmessung Fluorid und Kalibrierung

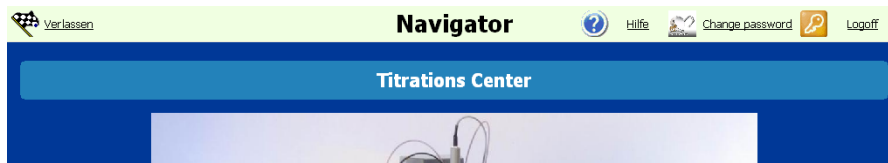
Die folgende Abbildung zeigt in einer Probenliste eine Kalibration und zwei Probenmessungen. Die Anzahl der Stellen wird nicht richtig dargestellt. In diesem Fall wurden zwei der Standards als Probe gemessen, die theoretischen Sollwerte sollten $5 \cdot 10^6$ und $5 \cdot 10^5$ mol/l sein.

Probenliste	Einstellungen	Eigenschaften				
Position	Status	Analysis	Ident	Date	mv-value Flu	Concentration Fluoride mol/l
1	Fertig	Calibration Fluoride	Calib 1	13.03.2006 10:45:49		
2	Fertig	Measure Fluoride	0,000005 mol/l	13.03.2006 10:50:02	121,1	5,22803137726187E-6
3	Fertig	Measure Fluoride	0,00005 mol/l	13.03.2006 10:50:59	64,4	5,11626113678323E-5

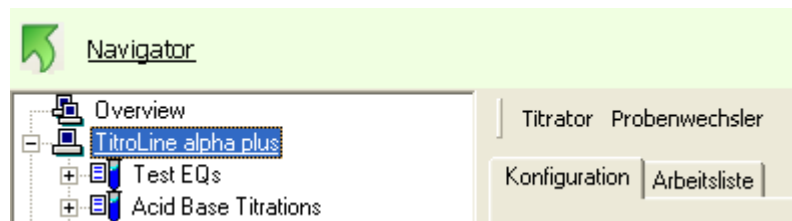
Die Kalibration kann auch in mg/Liter stattfinden, die Ergebnisse hätten dann auch die Einheit mg/Liter.

5. Titrations Center

Im Titrations-Center werden die Titrationsen durchgeführt. Jedes Arbeiten mit den Geräten findet hier statt. In das Titrations-Center gelangt man vom Navigator aus durch Klicken auf die Grafik oder die große Schaltfläche „Titrations Center“.

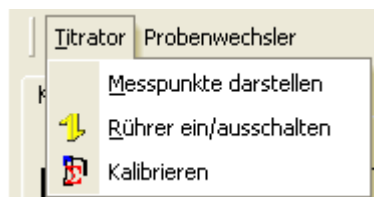


Im Überblick „Overview“ werden alle vier gleichzeitig möglichen Konfigurationen mit ihren gerade laufenden Titrationsgrafiken angezeigt. Auf der linken Seite kann eine der Konfigurationen ausgewählt werden. In der Regel steht nur eine Konfiguration zur Verfügung, eine Auswahl ist dann nicht erforderlich oder möglich. Wenn die Konfiguration auf der linken Bildschirmseite mit der Maus markiert ist, stehen direkte Funktionen der angeschlossenen Hardware zur Verfügung.



Menüpunkt Titrator:

- Messpunkte darstellen: Es wird umgeschaltet zwischen der Punktdarstellung der On-Line-Titrationskurve und der Liniendarstellung. In der Regel zeigt die Punktdarstellung deutlicher die einzelnen Titrationsschritte und ist damit für die Methodenentwicklung besonders empfehlenswert.
- Rührer ein-/ausschalten: Ein angeschlossener regelbarer Rührer, z.B. am Probenwechsler, kann eingestellt werden.
- Kalibrieren: Ein angeschlossenes TR 250 kann und muss hier kalibriert werden. Ein TL Alpha oder Alpha plus wird immer am Titrator kalibriert.

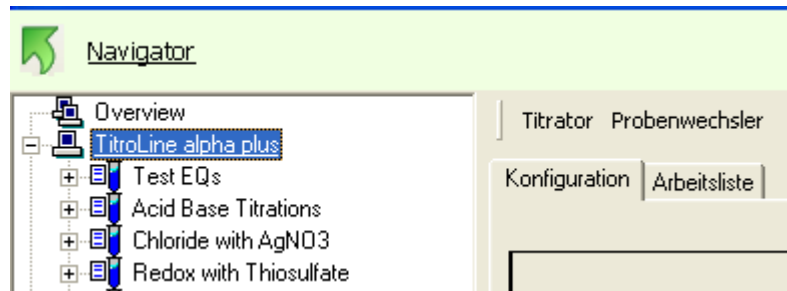


Menüpunkt Probenwechsler:

- Titrierkopf senken: Der Titrierkopf des Probenwechslers wird bis zum unteren Sensor gesenkt. Wenn kein Becherglas in der Position steht, senkt sich der Kopf nicht. Der Sensor kann jedoch für Testzwecke abgedeckt werden. Für den Routinebetrieb wird jedoch dringend davon abgeraten. Eventuell vorher eingestellte Prozentzahlen für das Senken des Titrierkopfes haben bei diesem Menüpunkt keine Gültigkeit.
- Titrierkopf heben: Der Titrierkopf des Probenwechslers wird bis zum nächsten Kopfsensor gehoben.
- Titrierkopf senken (CSB): Der Titrierkopf des Probenwechslers wird bis zur Position für die CSB-Gefäße gesenkt. Wenn kein Becherglas in der Position steht, senkt sich der Kopf nicht. Der Sensor kann jedoch für Testzwecke abgedeckt werden. Für den Routinebetrieb wird jedoch dringend davon abgeraten.
- Nächste Position: Der Teller fährt rechtsherum bis zur nächsten Position.



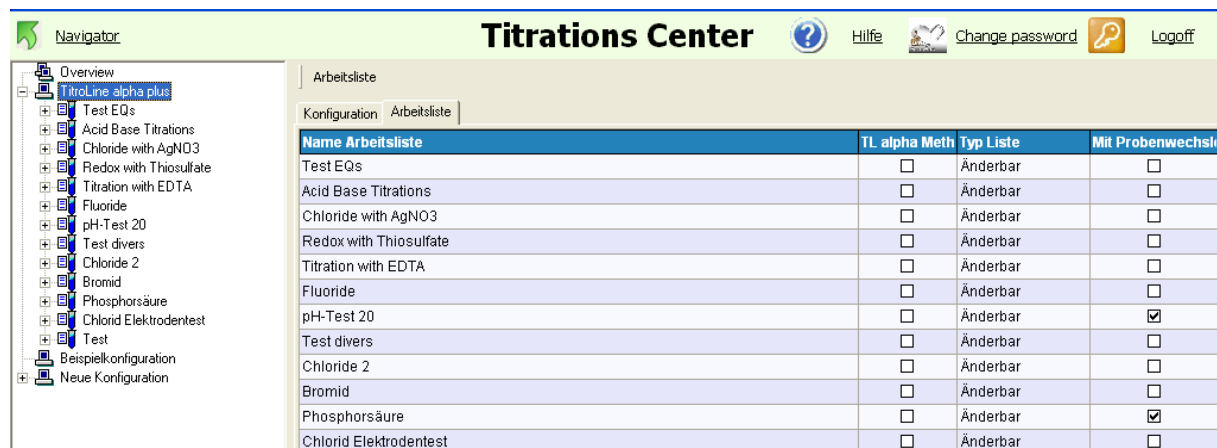
Wenn die Konfiguration auf der linken Seite des Bildschirms markiert ist, stehen die beiden Registerkarten „Konfiguration“ und „Arbeitsliste“ zur Verfügung. Unter „Konfiguration“ wird die aktuelle On-Line-Titrationskurve gezeigt. Findet gerade keine Titration statt, ist dieses Feld leer. Die andere Registerkarte zeigt alle zur Verfügung stehenden Arbeitslisten.



Die Arbeitslisten werden in tabellarischer Form angezeigt, ihre Namen können geändert werden, wenn die entsprechende Zeile markiert ist. Als Eigenschaften stehen zur Verfügung:

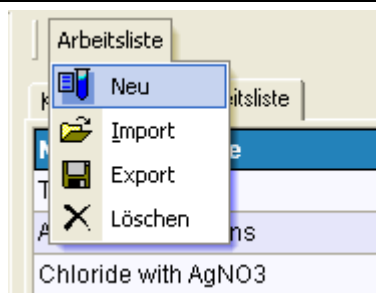
- Name
- TL alpha Methode ja/nein: Bei TL alpha Methode werden Karl-Fischer Daten und Ergebnisse in TitriSoft übernommen.
- Änderbar, teilweise änderbar oder nicht änderbar
- Probenwechsler ja/nein. Ein Probenwechsler kann in einer Arbeitsliste nicht konfiguriert werden, wenn er hier nicht markiert ist.

Auf der linken Seite sind alle existierenden Arbeitslisten aufgeführt. Sie zeigen ein Pluszeichen, wenn dieses mit der Maus angeklickt wird, werden alle Proben in dieser Arbeitsliste angezeigt und das Pluszeichen ändert sich in ein Minuszeichen.



Eine neue Arbeitsliste wird angelegt, indem die Konfiguration markiert wird und die Registerkarte „Arbeitsliste“ ausgewählt ist. Es steht jetzt eine Menü „Arbeitsliste“ zur Verfügung. Es können Arbeitslisten:

- Neu erstellt werden
- Importiert werden, es wird ein Datei-Auswahlfenster angezeigt, in dem alle Arbeitslisten-Dateien angezeigt werden und eine Datei ausgewählt werden kann.
- Markierte Arbeitslisten exportiert werden.
- Gelöscht werden.



Die Probenliste ist das Zentrum der praktischen Arbeit mit TitriSoft. Sie stellt in Tabellenform in den einzelnen Zeilen die Proben dar, die titriert werden müssen oder schon titriert wurden. In den Spalten sind die Eigenschaften dargestellt, die dargestellt werden müssen oder sollen.

Mit der Registerkarte „Einstellungen“ werden;

- Die Grenzwerte der Probeneinwaagen festgelegt.
- Die Art der Dokumentation und Ergebnisausgabe definiert.
- Ein angeschlossener Probenwechsler konfiguriert.

Mit der Registerkarte „Eigenschaften“ werden die Eigenschaften der Spalten festgelegt, welche zu sehen sein sollen und wie die Überschriften benannt werden sollen. Zusätzliche Variable können sichtbar gemacht werden.

Probenliste Drucken Pdf							
Probenliste	Einstellungen	Eigenschaften					
Position	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ in ml	
1	Fertig	Chlorid	HCl about 0,1 mol/l	5	09.03.2006 16:04:17	4,988	
2	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (2)	5	09.03.2006 16:14:34	4,977	
3	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (3)	5	14.03.2006 11:45:27	4,882	
4	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (4)	5	16.03.2006 14:10:48	5,451	
5	Fertig	Chlorid	Chlorid new	100	28.03.2006 10:54:59	0,019	
6	Fertig	Chlorid	Chlorid new 2	100	28.03.2006 11:15:46	0,901	
7	Fertig	Chlorid	Bromid	5	03.04.2006 10:27:46	0,030	
8	Fertig	Chlorid	Bromid/KBr(01 mol)	2	03.04.2006 11:10:15	2,606	
9	Fertig	Chlorid	Bromid/KBr (0,1 mol)	2	03.04.2006 11:21:59	2,977	
10	Fertig	Chlorid	Bromid/KBr (0,1 mol)	2	03.04.2006 11:44:46	2,104	
11	Fertig	Chlorid	Probe mit KBr angereichert	5	03.04.2006 12:33:53	3,973	

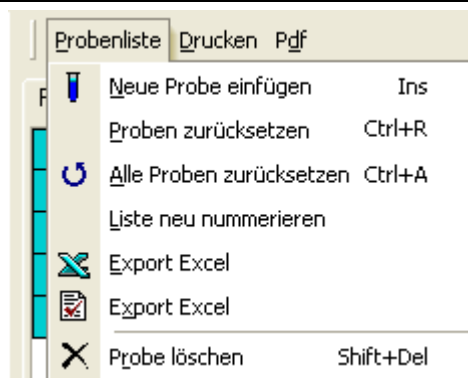
In dem Menüpunkt „Probenliste“ werden Proben in die Probenliste:

- Neu hinzugefügt (diese Funktion hat auch die Taste „EINFG“ auf der PC-Tastatur)
- Zurückgesetzt, d.h. der Status von „abgebrochen“ oder „Fertig“ wieder auf „In Vorbereitung“ zurückgesetzt
- Alle Proben einer Arbeitsliste in den Status „In Vorbereitung“ zurückgesetzt.

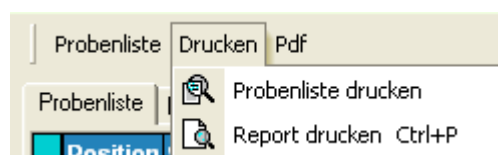
Proben können markiert und an eine andere Position verschoben und dort eingefügt werden. Sie werden dennoch in der Reihenfolge ihrer Nummern abgearbeitet. Mit dem Menüpunkt „Liste neu nummerieren“ können die Positionen wieder von Anfang bis Ende aufsteigend neu durchnummeriert werden.

Eine Arbeitsliste kann komplett in eine Excel-Datei exportiert werden. Das Aussehen entspricht komplett dem Aussehen der Arbeitsliste. Zusätzlich ist der Export einer Textdatei möglich, wenn diese unter „Einstellungen“ konfiguriert wurde.

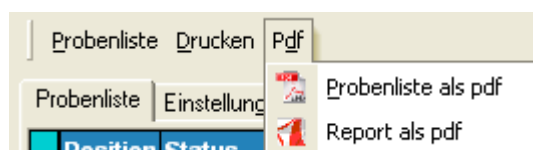
Proben in einer Arbeitsliste können auch gelöscht werden, im Gegensatz zu Titrationsergebnissen. Probeninformationen gehen dadurch nicht verloren, da alle abgeschlossenen Titrationen automatisch in der Datenbank gespeichert werden.



Beim Ausdruck einer Probenliste wird zwischen der Tabellenform und dem Report unterschieden. „Probenliste drucken“ druckt die Tabelle in der Form, in der sie auf dem Bildschirm dargestellt wird. Der Report kann auf der Registerkarte „Einstellungen“ konfiguriert werden. Dort stehen auch Ausgabeformen zur Verfügung, die Titrationskurven beinhalten.



Der Inhalt der pdf-Dateien entspricht komplett der Druckerausgabe, die Ausgabe erfolgt automatisch in das TitriSoft-Verzeichnis „PDFMethods“.



Wenn auf der linken Seite des Bildschirms auf das Plus-Zeichen einer Arbeitsliste geklickt wird, klappen die einzelnen Proben auf. Es werden die Probenbezeichnungen angezeigt.

Navigator

- Overview
- TitroLine alpha plus
 - Test EQs
 - Acid Base Titrations
 - Chloride with AgNO₃**
 - HCl about 0,1 mol/l
 - HCl About 0,1 mol/l (2)
 - HCl About 0,1 mol/l (3)
 - HCl About 0,1 mol/l (4)
 - Chlorid new
 - Chlorid new 2
 - Bromid
 - Bromid/KBr(01 mol)
 - Bromid/KBr (0,1 mol)
 - Bromid/KBr (0,1 mol)
 - Probe mit KBr angereichert
 - Probe eingedampft
 - Probe +HNO₃
 - Probe+KBr
 - Probe+Cl
 - Probe+Cl+KBr

Titration Center

Probenliste
Drucken
Pdf

Probenliste
Einstellungen
Eigenschaften

Position	Status	Analysis	Ident
1	Fertig	Chlorid	HCl about 0,1 mol/l
2	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (2)
3	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (3)
4	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (4)
5	Fertig	Chlorid	Chlorid new
6	Fertig	Chlorid	Chlorid new 2
7	Fertig	Chlorid	Bromid
8	Fertig	Chlorid	Bromid/KBr(01 mol)
9	Fertig	Chlorid	Bromid/KBr (0,1 mol)
10	Fertig	Chlorid	Bromid/KBr (0,1 mol)
11	Fertig	Chlorid	Probe mit KBr angereichert
12	Fertig	Chlorid	Probe eingedampft

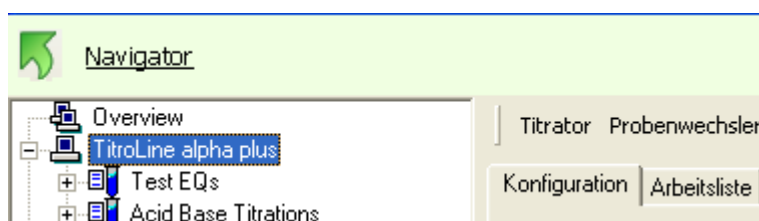
5.1. Erstellen und Modifizieren einer Arbeitsliste

Eine Arbeitsliste ist nicht wie eine Methode geschützt. Die Arbeitsliste hat keinen Einfluss auf das Analysenergebnis; eingebare Parameter wie zum Beispiel die Einwaage werden automatisch und nicht abschaltbar dokumentiert und sind damit komplett nachvollziehbar. Damit kann eine Arbeitsliste von jedem, die die Berechtigung dafür hat, erstellt und verändert werden.

Der Begriff „Probenliste“ ist ein Unterbegriff der „Arbeitsliste“, die zusätzlich alle Konfigurationsmöglichkeiten enthält.

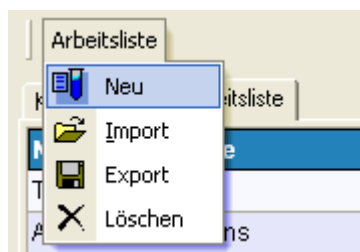
5.1.1. Erstellen einer Arbeitsliste

Eine Arbeitsliste kann erstellt werden, wenn auf der linken Bildschirmseite die Konfiguration unter der Registerkarte „Arbeitsliste“ markiert wird.



Unter dem Menüpunkt „Arbeitsliste“ stehen die folgenden Menüpunkte zur Verfügung:

- Neu: Erstellt eine neue Arbeitsliste.
- Import: Importiert eine TitriSoft Arbeitsliste; Diese Funktion beinhaltet jedoch nicht die Methoden und Variablen, die in der Arbeitsliste verwendet werden. Jedoch sind die Probenergebnisse ohne die Grafiken enthalten.
- Export: Exportiert eine TitriSoft Arbeitsliste; Die Funktion beinhaltet jedoch nicht die Methoden und Variablen, die in der Arbeitsliste verwendet werden. Jedoch sind die Probenergebnisse ohne die Grafiken enthalten.
- Löschen: Löscht eine Arbeitsliste. Das Löschen bezieht sich nur auf die Arbeitsumgebung und hat keinen Einfluss auf Analysenergebnisse und kann daher gelöscht werden.



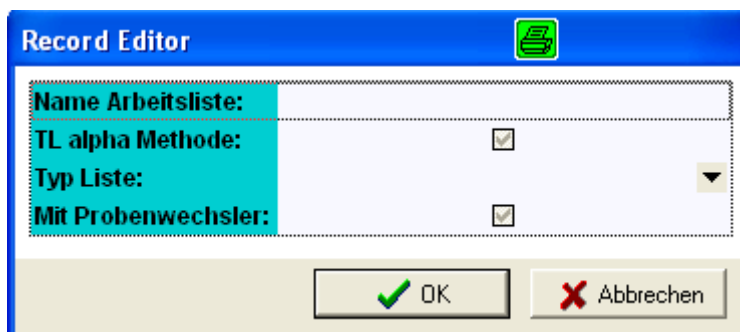
Die folgenden Eigenschaften einer Arbeitsliste werden beim Anlegen eingestellt:

Eigenschaft	Bedeutung
Name Arbeitsliste	Der Name der Arbeitsliste sollte widerspiegeln, was für Proben mit dieser Liste titriert werden sollen. Da der Name aber beim Export und bei der Erstellung von pdf-Dateien als Dateiname verwendet wird, sollte er keine Sonderzeichen beinhalten, die in einem Dateinamen nicht verwendet werden dürfen.
TL alpha Methode	Eine Markierung als TL alpha Methode bedeutet, dass nach dem Start der Arbeitsliste nur Karl-Fischer Daten von einem TL alpha plus übernommen werden. Alle Eingaben, wie Probenbezeichnung und Einwaagen erfolgen am TL alpha plus. Die Ergebnisse und die Titrationskurven werden nach der Titration in die TitriSoft Datenbank übernommen. Die Datenübertragung dauert etwa eine Minute. In dieser Zeit kann am TL alpha keine neue Methode gestartet werden.

5.
5.1.2.

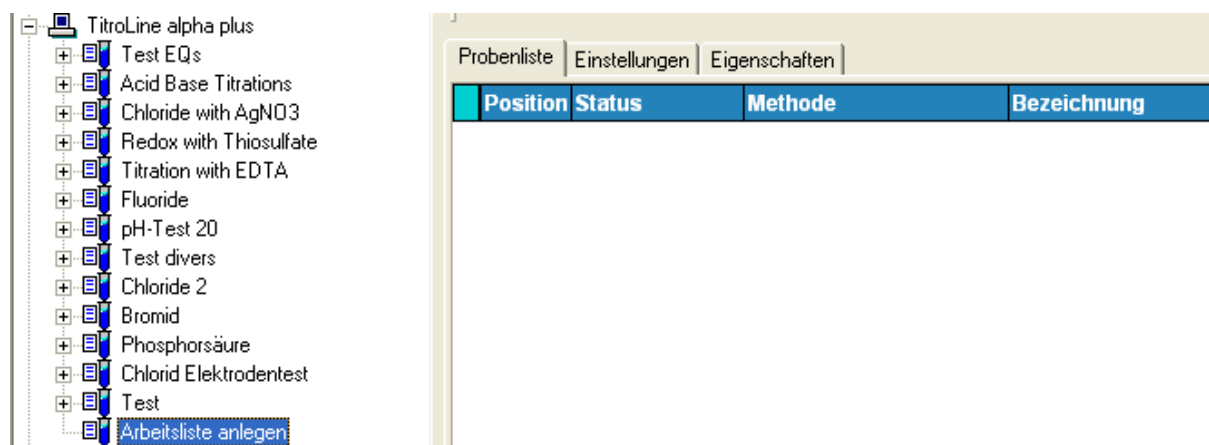
Titration Center
Hinzufügen und Löschen von Proben

Typ Liste	Der Typ einer Liste kann von veränderbar bis nicht veränderbar reichen. In der aktuellen Version von TitriSoft wird diese Funktion nicht mehr unterstützt und der Menüpunkt befindet sich nur noch aus Datenkompatibilitätsgründen in der Software.
Mit Probenwechsler	Nur wenn hier eine Markierung erfolgt, kann unter den Einstellungen ein Probenwechsler konfiguriert werden. Ein Probenwechsler muss aber in der Konfiguration erkannt sein.

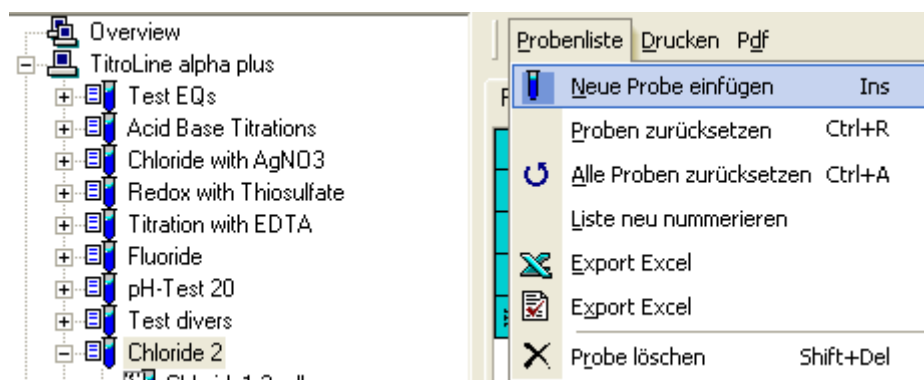


5.1.2. Hinzufügen und Löschen von Proben

Wenn die Probenliste angelegt ist, wird sie auf der linken Seite des Bildschirms markiert. Auf der rechten Seite erscheint eine leere Tabelle, von der nur die teilweise) Überschrift erkennbar ist.



Unter dem Menüpunkt „Probenliste“ können jetzt mit „Neue Proben einfügen“ so viele Proben in die Probenliste eingefügt werden, wie es für den Arbeitsablauf typisch ist. Wenn an einem Tag 10 Proben eines Typs bearbeitet werden, so sollte die Arbeitsliste diese 10 Proben beinhalten. Bei einem 16er Probensteller und drei Spülpositionen bleiben 13 leere Positionen über, eine Probenliste sollte dann 13 Positionen beinhalten. Die Proben können auch mit der <Einf>-Taste auf der PC-Tastatur eingefügt werden.



5.

5.1.3.

Titration Center

Löschen von Arbeitslisten

Im nächsten Schritt wird dann in jeder Position das Feld „Analysis“ markiert. Es erscheint ein kleines schwarzes Dreieck. Wird dieses mit der Maus angeklickt, werden alle zur Verfügung stehenden Methoden aufgelistet. Die Methode wird ausgewählt. Es werden automatisch alle Variablen, in der Regel die Ergebnisse, angezeigt.

Alle eingefügten Proben haben den Status „In Vorbereitung“,

Probenliste			
Position	Status	Analysis	Ident
1	Fertig	Chlorid	Chloride1,3 g/l
2	Fertig	Chlorid	Chloride1,3 g/l
3	Fertig	Chlorid	Chloride1,3 g/l
4	In Vorbereitung	▼	

Acid Base with NaOH
 Titer NaOH
 pH-Test 20
 Chlorid

Proben können wieder gelöscht werden, wenn sie einzeln oder zu mehreren markiert sind und der Menüpunkt „Probenliste“ – „Probe löschen“ mit Maus oder Tastatur ausgelöst wird.

Overview
 TitroLine alpha plus
 Test EQs
 Acid Base Titrations
 Chloride with AgNO3
 Redox with Thiosulfate
 Titration with EDTA
 Fluoride
 pH-Test 20
 Test divers
 Chloride 2
 Chloride1,3 g/l

Probenliste Drucken Pdf
 Neue Probe einfügen Ins
 Proben zurücksetzen Ctrl+R
 Alle Proben zurücksetzen Ctrl+A
 Liste neu nummerieren
 Export Excel
 Export Excel
 Probe löschen Shift+Del

	Date	Amount	EQ in ml
de1,3 g/l	06.04.2006 14:29:04	10	3,702
de1,3 g/l	06.04.2006 14:49:39	10	3,696
de1,3 g/l	06.04.2006 15:09:20	10	3,701

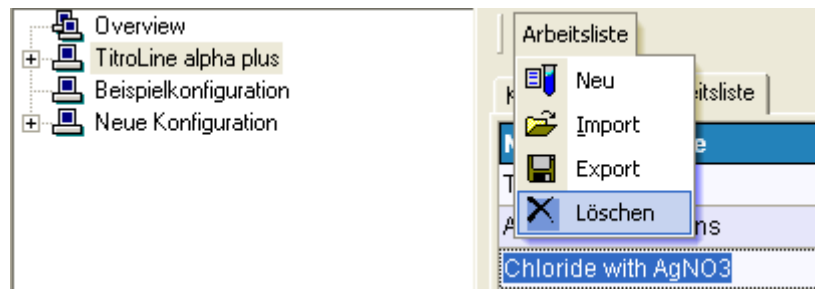
5.1.3. Löschen von Arbeitslisten

Komplette Arbeitslisten können gelöscht werden, indem die Konfiguration auf der linken Bildschirmseite markiert wird und auf der rechten Seite diejenige Arbeitsliste markiert wird, die gelöscht werden soll. Unter dem Menüpunkt „Arbeitsliste“ „Löschen“ kann die markierte Arbeitsliste gelöscht werden.

Overview
 TitroLine alpha plus
 Beispielkonfiguration
 Neue Konfiguration

Arbeitsliste
 Konfiguration Arbeitsliste
 Name Arbeitsliste
 Test EQs
 Acid Base Titrations
 Chloride with AgNO3

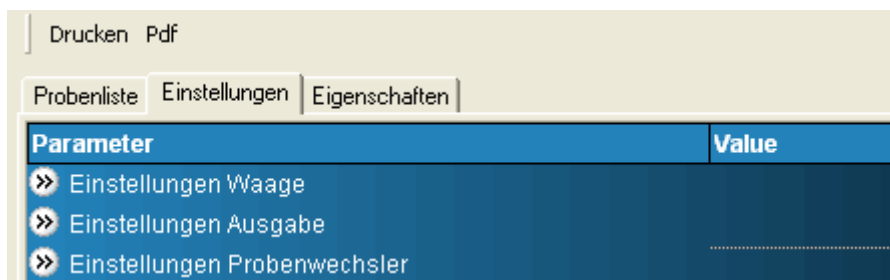
Eine gelöschte Probenliste ist unwiderruflich gelöscht und kann nicht mehr zurückgewonnen werden. Es empfiehlt sich vorher eine Sicherung der gesamten Datenbank anzulegen oder zumindest die Arbeitsliste zu exportieren und auf diese Weise eine Sicherung nur dieser Arbeitsliste durchzuführen.



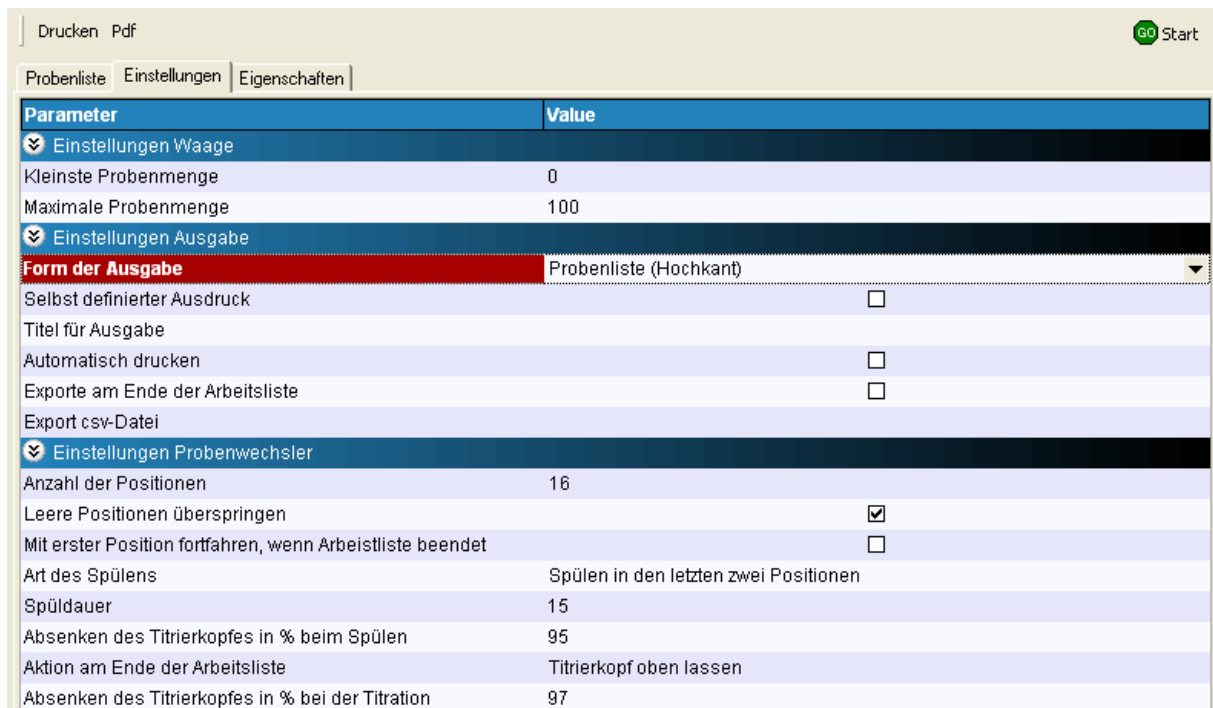
5.1.4. Konfigurieren einer Arbeitsliste

Unter „Einstellungen“ können folgende Merkmale konfiguriert werden:

- Einwaagegrenzen
- Dokumentation
- Probenwechsler



Die Doppelpfeile können mit der Maus angeklickt werden und klappen dann auf. Die Eigenschaften der drei Bereiche werden dann sichtbar.



Für Probeneinwaagen können unter „Einstellungen Waage“ die kleinste und die größte einzuwiegende Probenmenge definiert werden. Die Probenmenge kann z.B. durch Normen begrenzt sein aber auch durch Endekriterien bei den Titrationsparametern. Wenn z.B. ein maximaler Verbrauch für die Titration definiert ist, begrenzt das automatisch die maximale Einwaage, weil sonst das Titrationsende nicht erreicht wird. Wenn ein Probengewicht außerhalb der Grenzen liegt, wird es in der Probenliste gelb

markiert und fällt dadurch deutlich auf. Die Titration kann aber in jedem Fall auch dann durchgeführt werden, wenn die Einwaage außerhalb der Grenzen liegt.

Einstellungen Waage	
Kleinste Probenmenge	0,2000
Maximale Probenmenge	0,4000

Die Dokumentation wird unter „Einstellung Ausgabe“ festgelegt:

Menüpunkt	Bedeutung
Form der Ausgabe	Die Form der Ausgabe bietet die folgenden Möglichkeiten: Kurvenliste Probenliste (Hochkant) Probenliste (Quer) Kurvenliste Einzelprobe mit Kurve Die Liste kann hochkant oder quer gedruckt werden, wie sie unter „Eigenschaften“ festgelegt ist. Eine Kurvenliste enthält alle Probeninformationen und eine kleine Titrationsgrafik. Eine Einzelprobe enthält eine große Grafik mit ebenfalls allen Probeninformationen.
Selbst definierter Ausdruck	Es besteht die Möglichkeit eigene Logos in die Ausgabe einzufügen. Dies geschieht mit einem eigenen Editor, für den jedoch Schott Instruments keine Dokumentation zur Verfügung stellt. Die Verwendung erfolgt unter eigener Verantwortung.
Dateinamen für Ausgabe	Wenn der selbst definierte Ausdruck verwendet wird, muss das Formblatt als Datei gespeichert werden. Dies geschieht innerhalb des Form-Editors.
Titel für Ausgabe	Die Druckausgabe kann mit einem eigenen Titel versehen werden, der hier definiert wird.
Automatisch drucken	Am Ende der Probenliste kann automatisch der Ausdruck gestartet werden. Er kann aber auch jederzeit manuell über einen Menüpunkt ausgelöst werden.
Export am Ende der Arbeitsliste.	Bei fertig gestellter Probenliste kann automatisch eine Exportdatei erzeugt werden. An dieser Stelle wird definiert, ob ein solcher Export stattfinden soll.
Export csv-Datei	Es wird eine csv-Datei definiert, die bei jedem Start der Arbeitsliste wieder neu überschrieben wird. Wenn sie in Excel oder einem LIMS Programm übernommen werden soll, muss dies also vor dem neuen Start der Probenliste passieren.

Einstellungen Ausgabe	
Form der Ausgabe	Kurvenliste
Selbst definierter Ausdruck	☒
Dateinamen für Ausgabe	C:\JP\Firma\TitriSoft\Entwicklung\Handbuch\Eigener Report.rtf
Titel für Ausgabe	Titrationsergebnisse
Automatisch drucken	☐
Exporte am Ende der Arbeitsliste	☒
Export csv-Datei	C:\JP\Firma\TitriSoft\Entwicklung\Handbuch\Ausgabedatei.csv ...

Wenn in einer Arbeitsliste ein Probenwechsler verwendet werden soll, muss zunächst eine Markierung beim Anlegen der Probenliste in dem entsprechenden Feld erfolgt sein. Zudem muss der Probenwechsler bei der automatischen Erkennung der Hardware Komponenten auch erkannt worden sein.

Name Arbeitsliste:	Titration mit Probenwechsler
TL alpha Methode:	☒
Typ Liste:	Anderbar ▼
Mit Probenwechsler:	☒

Es stehen dann folgende Einstellungen für den Probenwechsler zur Verfügung:

Menüpunkt	Bedeutung
Anzahl der Positionen	Der Probenwechsler kann die folgende Zahl von Proben haben, die hier auch in der verwendeten Form eingestellt sein müssen: ■ 12 ■ 16 ■ 24 ■ 30 ■ 36 ■ 48 ■ 60
Leere Positionen überspringen	Wenn eine Position nicht besetzt ist, gibt es zwei Möglichkeiten: ■ Die Position soll übersprungen werden ■ Der Probenwechsler soll halten und warten Bei Markierung dieses Punktes wird die Position übersprungen. Der Status der Probe wird auf „Übersprungen“ gesetzt. Dies ist die empfohlene Einstellung. Die Erkennung erfolgt über einen Sensor, der im nahen IR-Bereich arbeitet, so dass er in der Regel von Tageslicht nicht beeinflusst wird.
Mit erster Position fortfahren, wenn Arbeitsliste beendet	Wenn die austitrierten Proben vom Teller entfernt werden und durch neue Proben ersetzt werden sollen, kann direkt mit der ersten Probe weitertitriert werden. Die Probenliste enthält in diesem Fall mehr Proben als Positionen auf dem Teller zur Verfügung stehen.
Art des Spülens	Das Spülen kann auf zwei Arten stattfinden, durch eine Anzahl von Spülpositionen oder mittels einer angeschlossenen Pumpe, mit der Elektroden und Titrierspitzen abgeduscht werden. Die Pumpe wird zusammen mit einem Titrierkopf eingesetzt, der über einen Spritzschutz verfügt. Nicht besetzte Positionen im Titrierkopf werden mit Blindstopfen verschlossen. Die Spüldüse wird mit einer Fixierung in der Mitte des Titrierkopfes angebracht. Es stehen beim Spülen in Spülpositionen auf dem Teller bis zu drei Positionen zur Verfügung, die automatisch die letzten Positionen auf dem Teller sind. Bei Anwendungen in organischen Lösungsmitteln werden die Positionen genutzt, um die Elektrode nach jeder Titration im Lösungsmittel (ca. je eine Minute), dann in Wasser oder verdünnter Säure und zuletzt wieder in reinem Lösungsmittel zu konditionieren und reinigen. Spülen in den letzten zwei Positionen ▼ Kein Spülen Mit Pumpe spülen Spülen in letzter Position Spülen in den letzten zwei Positionen Spülen in den letzten drei Positionen
Spüldauer	Die Spüldauer beträgt bei den Spülpositionen mindestens 10 Sekunden, da ein Magnetrührstäbchen vorher kaum zu rühren beginnt. Bei angeschlossener Pumpe hängt die Dauer von der Menge der Spüllösung ab, die noch in das Becherglas passt.
Absenken des Titrierkopfes in % beim Spülen	Der Titrierkopf kann über eine Zeitsteuerung in eine beliebige Zwischenposition gesenkt werden. Bei Schliffelektroden mit normaler Unterlänge von etwa 9,5 cm wird der Titrierkopf um 100% abgesenkt. Bei längeren Elektroden oder Titrierspitzen muss die Höhe angepasst werden.

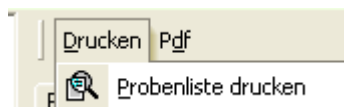
5.
5.1.5.

Titration Center
Konfigurieren der Variablen

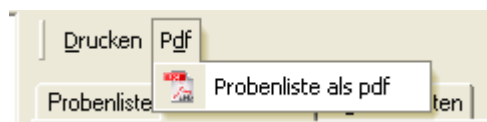
	Wenn 250 ml Bechergläser hohe Form im TW alpha plus/16 eingesetzt werden, kann der Titrierkopf nur um 40 % abgesenkt werden.
Aktion am Ende der Arbeitsliste	Am Ende einer Probenliste kann der Titrierkopf in der oberen Position stehen bleiben. Über Nacht trocknet aber das Diaphragma aus und die Elektrode ist am nächsten Morgen nicht direkt einsatzfähig. Als Alternative kann der Titrierkopf am Ende einer Arbeitsliste in die erste oder letzte Position abgesenkt werden. Dazu wird die erste Probe, direkt nachdem sie titriert wurde, aus dem Probensteller entfernt und durch z.B. eine Kaliumchloridlösung ersetzt. Es kann auch in der letzten Position ein Becherglas mit Kaliumchlorid stehen, in der Regel nur dann, wenn es nicht als Spülposition verwendet wird. Titrierkopf oben lassen Titrierkopf oben lassen Titrierkopf in erste Position senken Titrierkopf in letzte Position senken
Absenken des Titrierkopfes in % bei der Titration	Der Titrierkopf kann über eine Zeitsteuerung in eine beliebige Zwischenposition gesenkt werden. Bei Schliffelektroden mit normaler Unterlänge von etwa 9,5 cm wird der Titrierkopf um 100% abgesenkt. Bei längeren Elektroden oder Titrierspitzen muss die Höhe angepasst werden. Wenn 250 ml Bechergläser hohe Form im TW alpha plus/16 eingesetzt werden, kann der Titrierkopf nur um 40 % abgesenkt werden.

Einstellungen Probenwechsler	
Anzahl der Positionen	16
Leere Positionen überspringen	☒
Mit erster Position fortfahren, wenn Arbeitsliste beendet	☐
Art des Spülens	Spülen in den letzten zwei Positionen
Spüldauer	10
Absenken des Titrierkopfes in % beim Spülen	100
Aktion am Ende der Arbeitsliste	Titrierkopf oben lassen
Absenken des Titrierkopfes in % bei der Titration	100

Wenn die Registerkarte „Einstellungen“ markiert ist, stehen die beiden Menüpunkte „Drucken“ und „Pdf“ zur Verfügung. Unter „Drucken“ kann die Probenliste gedruckt werden, wie sie auf dem Bildschirm dargestellt wird.



Unter dem Menüpunkt „Pdf“ wird eine Pdf-Datei in das vorgegebene Verzeichnis „\PDF“, in der gleichen Form wie der Ausdruck, ausgegeben.



5.1.5. Konfigurieren der Variablen

Die Form der Tabelle wird mit der Registerkarte „Eigenschaften“ festgelegt. In der Tabelle werden alle Variablen einer Methode aufgelistet. Es werden aufgelistet:

- Die Namen der Variablen als Systemvariable oder wie sie in der Methode definiert wurden
- Der Typ der Variablen; Systemvariable stehen grundsätzlich in einer Arbeitsliste zur Verfügung.
- Der Titel, wie er auf dem Bildschirm und beim Ausdruck dargestellt werden soll.
- Die Markierung ob die Variable in dieser Zeile auf dem Bildschirm in der Probenliste dargestellt werden soll.

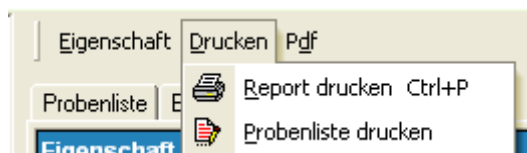
- Die Markierung ob die die Variable in dieser Zeile auf dem Bildschirm im Ausdruck in der Tabelleform dargestellt werden soll.
- Die Markierung ob die die Variable in dieser Zeile auf dem Bildschirm in der exportierten csv-Datei enthalten sein soll.

Eigenschaft Drucken Pdf					
Probenliste Einstellungen Eigenschaften					
Eigenschaft		Titel	Probenliste	Bericht	Export
Position	System	Position	☒	☐	☐
Status	System	Status	☒	☐	☐
Methode	System	Analysis	☒	☐	☐
Bezeichnung	System	Ident	☒	☐	☐
Probenmenge	System	Amount	☒	☐	☐
Analysendatum	System	Date	☒	☐	☐
Anwender	System	User	☐	☐	☐
EQ2-EQ1	Ergebnis	EQ2-EQ1	☒	☒	☐
EQ 1 in ml	Ergebnis	EQ 1 in ml	☒	☒	☐
EQ 2 in ml	Ergebnis	EQ 2 in ml	☒	☒	☐

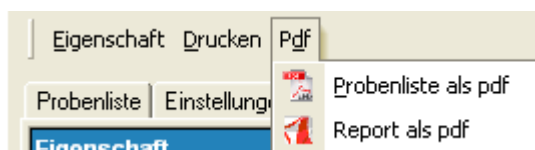
Der Titel kann anders als die ursprüngliche Variable bezeichnet werden.

Es stehen die folgenden Menüpunkte zur Verfügung:

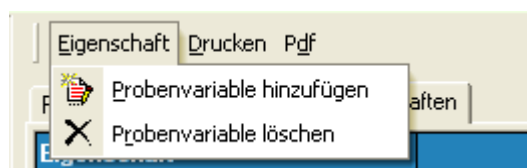
- Eigenschaften: Hier können Probenvariable hinzugefügt werden. Diese werden nicht automatisch angezeigt.
- Drucken: Wie unter der Registerkarte „Probenliste“ kann der Report oder die Tabelle in der auf dem Bildschirm angezeigten Form gedruckt werden.
- Pdf: Wie unter der Registerkarte „Probenliste“ kann der Report oder die Tabelle in der auf dem Bildschirm angezeigten Form als Pdf-Datei ausgegeben werden. Die Ausgabe erfolgt automatisch in das \PDF-Verzeichnis von TitriSoft.



Die Form der pdf-Ausgabe sieht exakt wie die Druckausgabe aus. Mit dem Menüpunkt „Drucken“ wird nicht sofort gedruckt, sondern zunächst die Druckvorschau angezeigt. Mit diesem „Trick“ kann man sich das Layout der pdf-Datei vorher anschauen



Beim Erstellen einer Arbeitsliste werden nur die Systemvariablen und die Ergebnisse automatisch dargestellt. Probenvariable werden manuell mit dem Menüpunkt „Eigenschaft“ „Probenvariable hinzufügen“ zu einer Arbeitsliste hinzugefügt und können auch dort mit „Probenvariable löschen“ wieder gelöscht werden.



In dem Eigenschafts-Fenster kann unter „Eigenschaft“ die Probenvariable durch Klicken auf das Dreieck in dem markierten Feld die Probenvariable ausgewählt werden. Wenn sie noch nicht angelegt ist, kann sie hier neu eingetragen werden. Dies bedeutet, dass sie noch nicht in einer Formel

verwendet wird. Solche Variablen können dann als Kommentare verwendet werden. Es ist aber wichtig, dass die Texteingabe nicht mit einem <Enter> abgeschlossen wird, damit keine Typprüfung stattfindet. Eine solche Prüfung würde eine Zahl an dieser Stelle erwarten.

Das folgende Beispiel zeigt eine Probenliste mit einem Feld eine Probenvariable mit dem Namen „Kommentar“, dem in der Überschrift der Name „Info“ zugewiesen wurde.

Probenliste Drucken Pdf					
Probenliste Einstellungen Eigenschaften					
Datum	Status	Methode	Bezeichnung	EQ in ml	Info
1	In Vorbereitung	Chlorid	Probe 123		Das ist ein Kommentar
2	In Vorbereitung	Chlorid	Probe 456		Die Probe ist ganz anders

Der Name der Variablen kann von dem Namen der Überschrift in der Probenliste unterschiedlich sein. So kann eine Variable in vielen Methoden eingesetzt werden, was natürlich viel übersichtlicher ist, aber für jede Probenliste den Namen haben, der am besten zeigt, was in diesem Feld eingetragen werden soll.

Eine Markierung in einem der Felder Probenliste, Bericht oder Export bedeutet, dass diese Variable am Bildschirm angezeigt, in der Tabelle ausgedruckt oder am Ende der Arbeitsliste exportiert werden soll.

In einer Arbeitsliste können mehrere Probenvariable verwendet werden. In dem unteren Beispiel wurde in der Methode eine Eingabevariable eingesetzt. Diese wird wie eine Ergebnisvariable angezeigt und ausgedruckt.

Rückwägung	Ergebnis	Rückwägung	☒	☒
Kommentar	Probenvariable	Info	☒	☒

Im unteren Beispiel wurde in der Probe mit der Bezeichnung „Test Kommentar“ in das Infocfeld „Info!“ eingetragen.

Probenliste Einstellungen Eigenschaften						
Position	Status	Methode	Bezeichnung	Datum	Rückwägung	Info
1	Fertig	Test Einwaagevariable	Wert ist 1,2345 g	16.07.2006 21:19:35	1,2345	
2	Fertig	Test Einwaagevariable	Wert ist 5,4321 g	16.07.2006 21:19:46	5,4321	
3	Fertig	Test Einwaagevariable	Test Kommentar	16.07.2006 23:32:00	1,2345	Info!

Die Information oder der Kommentar werden automatisch in der Datenbank wie alle anderen Methodenergebnisse gespeichert.

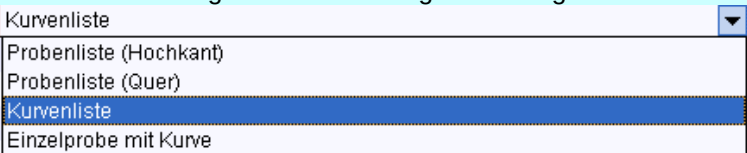
Kurve	Probeninformation	Datenpunkte	Methode	Methodenablauf
Parameter		Value		
Eigenschaft Messung				
Methode		Test Einwaagevariable		
Datum Messung		16.07.2006 23:32:00		
Status		Fertig		
Bezeichnung		Test Kommentar		
Probenmenge		10		
Position		3		
Anwender		ad: Administrator		
Methodenergebnisse				
Name		Wert		
Kommentar		Info!		
Rückwägung		1,2345		

5.2. Festlegen der Dokumentation

Die Dokumentation bezieht auf Ausdruck, der als realer Ausdruck auf einem Drucker erzeugt werden kann, auf eine Pdf-Datei und auf den Export in eine Excel lesbare Datei. Der automatische Export am Ende einer Arbeitsliste ist als csv-Datei in anderen Programmen leicht importierbar.

5.2.1. Ausdruck

Die Dokumentation wird unter „Einstellungen“ und „Einstellungen Ausgabe“ konfiguriert.

Menüpunkt	Bedeutung
Form der Ausgabe	Die Form der Ausgabe bietet die folgenden Möglichkeiten:  Die Liste kann hochkant oder quer gedruckt werden, wie sie unter „Eigenschaften“ festgelegt ist. Eine Kurvenliste enthält alle Probeninformationen, die unter „Eigenschaften“ definiert sind mit einer kleinen Titrationsgrafik. Eine Einzelprobe enthält eine große Grafik mit ebenfalls allen Probeninformationen.
Selbst definierter Ausdruck	Es besteht die Möglichkeit eigene Logos in die Ausgabe einzufügen. Dies geschieht mit einem eigenen Editor, für den jedoch Schott Instruments keine Dokumentation zur Verfügung stellt. Die Verwendung erfolgt unter eigener Verantwortung.
Dateinamen für Ausgabe	Wenn der selbst definierte Ausdruck verwendet wird, muss das Formblatt als Datei gespeichert werden. Dies geschieht innerhalb des Form-Editors.
Titel für Ausgabe	Die Druckausgabe kann mit einem eigenen Titel versehen werden, der hier definiert wird.
Automatisch drucken	Am Ende der Probenliste kann automatisch der Ausdruck gestartet werden. Er kann aber auch jederzeit manuell über einen Menüpunkt ausgelöst werden.

5.
5.2.1.

Titration Center
Ausdruck

Export am Ende der Arbeitsliste.	Bei fertig gestellter Probenliste kann automatisch eine Exportdatei erzeugt werden. An dieser Stelle wird definiert, ob ein solcher Export stattfinden soll.
Export csv-Datei	Es wird eine csv-Datei definiert, die bei jedem Start der Arbeitsliste wieder neu überschrieben wird. Wenn sie in Excel oder einem LIMS Programm übernommen werden soll, muss dies also vor dem neuen Start der Probenliste passieren.

Die Probenliste kann hochkant oder quer ausgedruckt werden. Der Bericht enthält dabei alle Informationen, die unter Bericht markiert sind

Eigenschaft		Titel	Probenliste	Bericht
Position	System	Position	☒	☒
Status	System	Status	☒	☒
Methode	System	Analysis	☒	☒
EQ in ml	Ergebnis	EQ in ml	☒	☒
Bezeichnung	System	Ident	☒	☒
Probenmenge	System	Amount	☒	☒
Analysendatum	System	Date	☒	☒
Anwender	System	User	☐	☐

Die Formatierung entspricht der Bildschirmdarstellung.

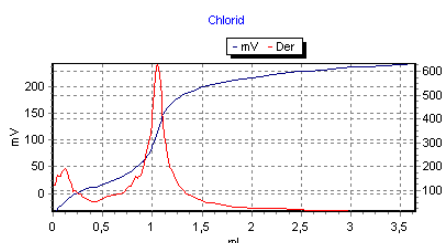
Chloride with AgNO₃

Position	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ in ml
1	Fertig	Chlorid	HCl about 0,1 mol/l	5	09.03.2006 16:04:17	4,988
2	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (2)	5	09.03.2006 16:14:34	4,977
3	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (3)	5	14.03.2006 11:45:27	4,882
4	Fertig	Chlorid	HCl About 0,1 mol/l (4)	5	16.03.2006 14:10:48	5,451
5	Fertig	Chlorid	Chlorid new	100	28.03.2006 10:54:59	10,119

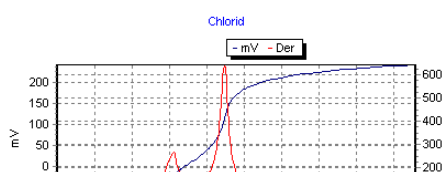
Bei der Darstellung „Probenliste“ werden alle Probeninformationen als Liste ausgedruckt, daneben eine kleine Grafik der Titrationskurve. Nach Abschluss der Probenliste und aller Berechnungen werden auch berechnete Äquivalenzpunkte dargestellt. Wenn TitriSoft verlassen wird, stehen die Darstellungen der Kurven nicht mehr zur Verfügung.

TitriSoft Report

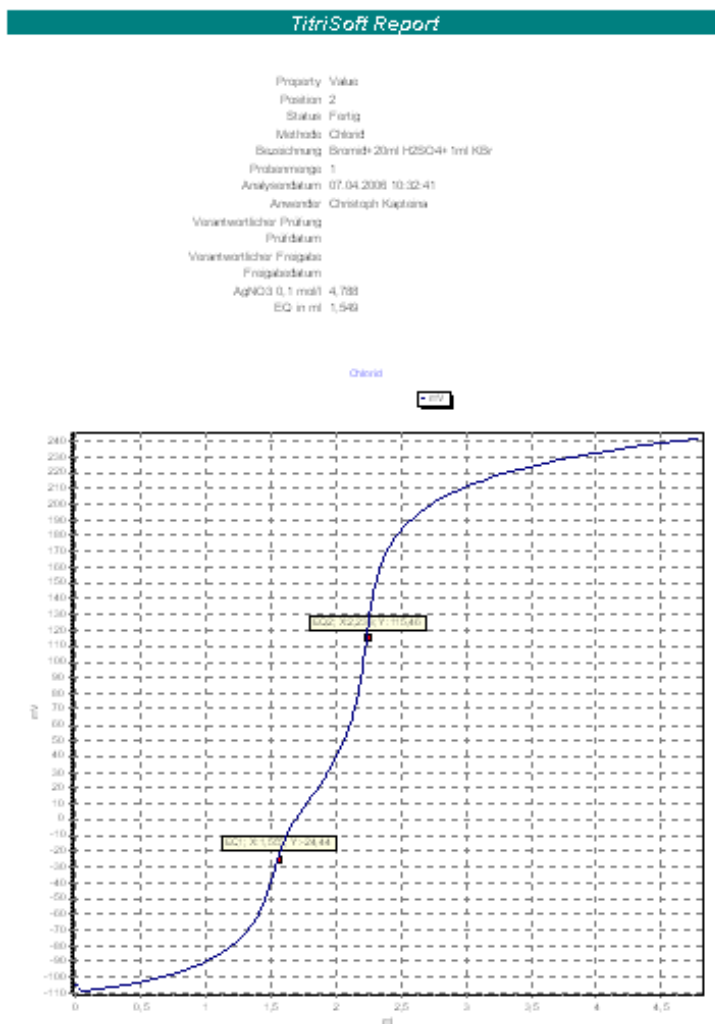
Property Value
Position 1
Status Fertig
Methode Chlorid
Bezeichnung Bromid+20ml H₂SO₄
Probenmenge 1
Analysendatum 07.04.2006 10:10:37
Anwender Christoph Kapteina
Verantwortlicher
Prüfung
Prüfdatum 01.01.1980
Verantwortlicher
Freigabe
Freigabedatum 01.01.1980
AgNO₃ 0,1 mol/l 3,65
EQ in ml 1,054



Property Value
Position 2
Status Fertig
Methode Chlorid
Bezeichnung Bromid+20ml H₂SO₄+1ml KBr
Probenmenge 1
Analysendatum 07.04.2006 10:32:41
Anwender Christoph Kapteina



Die „Einzelprobe mit Kurve“ enthält unter einem Textbereich mit allen Probeninformationen die Titrationskurve. Die Standarddarstellung nach einer Titration ist die Titrationskurve mit Äquivalenzpunkt ohne erste Ableitung.



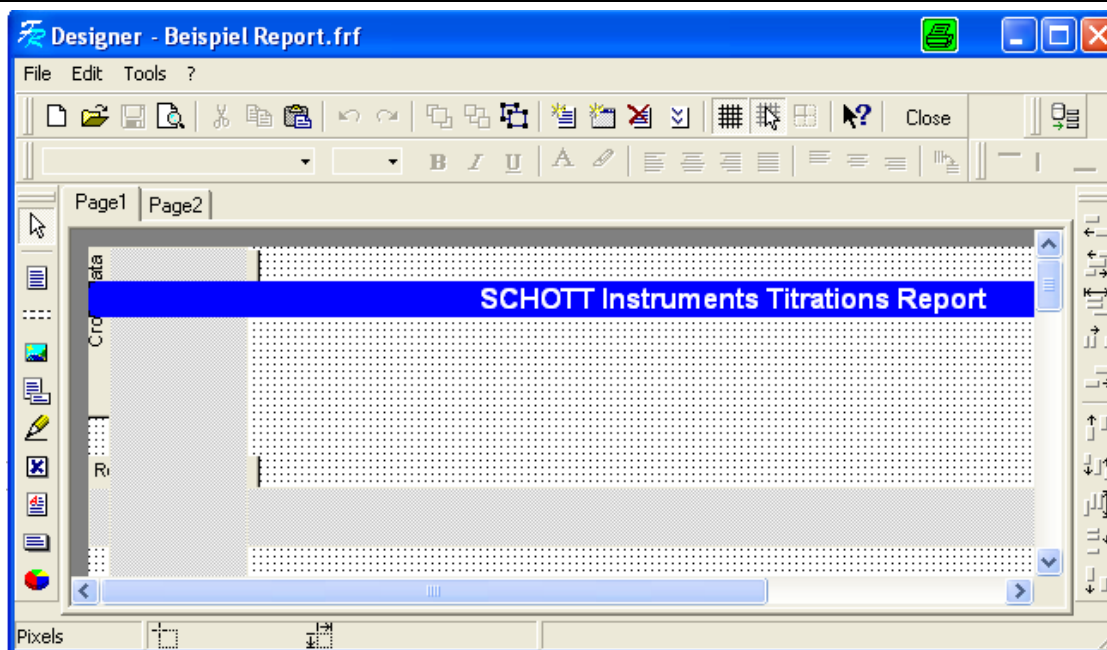
Es ist möglich einen eigenen Kopf für die Dokumentation zu definieren. Es können auch eigene Firmensymbole eingebettet werden.

Einstellungen Ausgabe	
Form der Ausgabe	Probenliste (Hochkant)
Selbst definierter Ausdruck	☒
Dateinamen für Ausgabe	Eigene Symbole eingebunden
Titel für Ausgabe	Tägliche Überprüfung Bad
Automatisch drucken	☒
Exporte am Ende der Arbeitsliste	☒
Export csv-Datei	C:\JP\Firma\TitriSoft Entwicklung\Handbuch\Ausgabedatei.csv

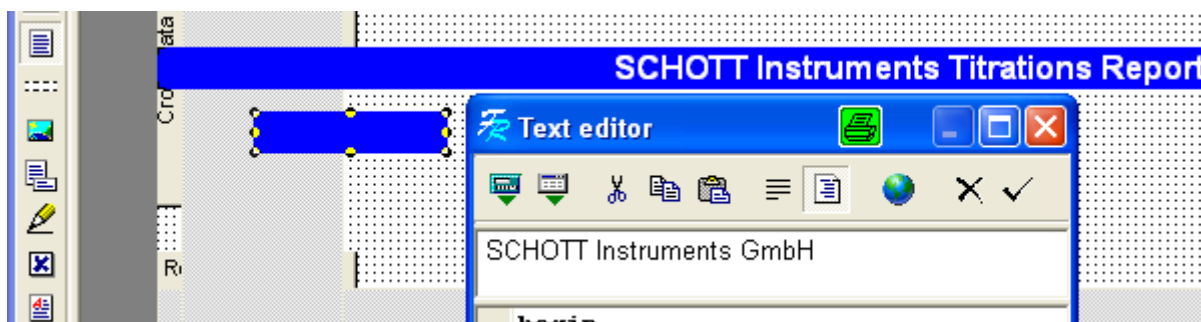
Dazu wird bei „Selbst definierter Ausdruck“ eine Markierung gemacht. Wenn jetzt die Zeile „Dateinamen für Ausgabe“ markiert wird, erscheinen drei Punkte. Werden diese angeklickt, wird der Formulareditor gestartet.

Selbst definierter Ausdruck	☒
Dateinamen für Ausgabe	C:\JP\Firma\TitriSoft Entwicklung\Handbuch\Beispiel Report.rtf

Hier soll nur ein kurzes Beispiel gezeigt werden, wie eine eigene Kopfzeile eingefügt werden kann. Die Beschreibung des Designers ist nicht Bestandteil dieser Anleitung. Die Verwendung erfolgt mit eigenem Risiko. Es kann nicht garantiert werden, dass alle gewünschten Anwendungen möglich sind. Es soll den besonders erfahrenen Anwendern die Möglichkeit bieten, nach umfangreichen und vollständigen Tests ihren Report ihren Bedürfnissen entsprechend umgestalten zu können.



Wird dort auf der linken Seite unter dem Pfeil das Textfeld angeklickt, kann ein eigener Text eingegeben werden, der mit verschiedenen Farben und Schrifttypen formatiert werden kann. In diesem Beispiel wurde das TitriSoft Logo gelöscht und ein Textfeld (wie das neben dem Text Editor markierte) eingefügt. Das dritte Symbol unter dem Pfeil ermöglicht die Einbindung eines grafischen Symbols.



Der Ausdruck enthält dann eine eigene Überschrift mit Firmenbezeichnungen.

SCHOTT Instruments Titrations Report						
Position	Status	Analysis	Ident	Date	User	EQ in ml
1	Fertig	Chlorid	Bromid+20ml H2SO4	07.04.2006 10:10:37	Christoph Kapteina	1,054
2	Fertig	Chlorid	Bromid+20ml H2SO4+1ml KBr	07.04.2006 10:32:41	Christoph Kapteina	1,549
3	Fertig	Chlorid	Bromid+20ml H2SO4+1ml HCl	07.04.2006 10:49:07	Christoph Kapteina	2,016
4	Fertig	Chlorid	Bromid+20ml H2SO4+1ml KBr+1ml HCl	07.04.2006 11:05:31	Christoph Kapteina	3,225

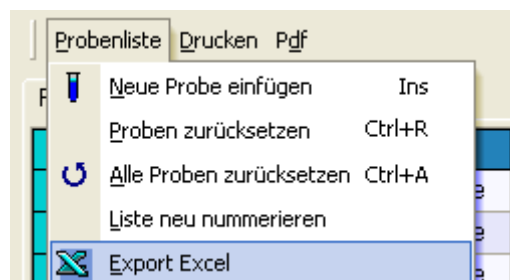
5.2.2. Export

Der Export erfolgt am einfachsten als Excel-Datei. Dieser Export kann zu jeder Zeit durchgeführt werden. Dabei wird ein Dateiname abgefragt, unter diesem Dateinamen mit der Erweiterung *.xls wird eine Excel-Datei erzeugt, die mit der Darstellung der Probenliste praktisch identisch ist.

Die folgende Probenliste soll in eine Excel-Datei exportiert werden:

Probenliste Drucken Pdf										GO Start
Probenliste Einstellungen Eigenschaften										
	Posi	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ2-EQ1	EQ 2 in ml	EQ 1 in ml	Beschreibung
	1	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 23	29,5375	25.04.2006 15:48:18	5,944	14,807	8,863	
	2	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 24	29,2047	25.04.2006 15:59:24	5,879	14,683	8,804	
	3	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 25	29,8888	25.04.2006 16:10:55	6,018	14,960	8,942	
I	4	In Vorbereitung	Phosphorsäure		29,3455					verworfen

Unter dem Menüpunkt „Probenliste“ wird der Menüpunkt „Export Excel“ ausgewählt.



Im folgenden Dateidialog wird ein Dateiname abgefragt, die Endung *.xls wird automatisch hinzugefügt.

The screenshot shows a file dialog box with the following fields:

- Dateiname: Probenliste H3PO4.xls
- Dateityp: *.xls
- Buttons: Speichern, Abbrechen

Die Zahlenfelder werden nicht automatisch als Zahlenfelder in Excel dargestellt, sie sind daher mit einer entsprechenden Markierung versehen. Bei Umrechnungen findet jedoch automatisch eine Konvertierung in eine Zahl statt.

Microsoft Excel - Probenliste H3PO4.xls										
Datei Bearbeiten Ansicht Einfügen Format Extras Daten Fenster ?										
A1 Position										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Position	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ2-EQ1	EQ 2 in ml	EQ 1 in ml	Beschreibung
2	1	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 23	29,5375	25.04.2006 15:48:18	5,944	14,807	8,863	
3	2	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 24	29,2047	25.04.2006 15:59:24	5,879	14,683	8,804	
4	3	Fertig	Phosphorsäure	Einwaage 25	29,8888	25.04.2006 16:10:55	6,018	14,960	8,942	
5	4	In Vorbereitung	Phosphorsäure		29,3455					
6										
7										

Am Ende einer Arbeitsliste kann automatisch eine csv-Datei angelegt werden. Dazu wird das Feld „Export csv-Datei“ markiert und der Dialog für den Dateinamen geöffnet.

The screenshot shows a dialog box with the following fields:

- Exporte am Ende der Arbeitsliste: ☒
- Export csv-Datei: C:\JP\Firma\TitriSoft\Entwicklung\Handbuch\Ausgabedatei.csv

Unter den Eigenschaften der Arbeitsliste müssen jedoch die gewünschten Felder auch markiert sein, damit Informationen in die Datei geschrieben werden.

5.

5.3.1.

Titration Center

Starten und Stoppen der Titration

Eigenschaft Drucken Pdf			GO Start		
Probenliste	Einstellungen	Eigenschaften			
Eigenschaft		Titel	Probenliste	Bericht	Export
Position	System	Position	☒	☒	☒
Status	System	Status	☒	☒	☒
Methode	System	Methode	☒	☒	☒
Bezeichnung	System	Bezeichnung	☒	☒	☒
Probenmenge	System	Probenmenge	☐	☒	☒
Analysendatum	System	Datum	☒	☒	☒
Anwender	System	Anwender	☐	☐	☒
Dichte	Probenvariab	Dichte	☐	☐	☐
Rückwägung	Ergebnis	Rückwägung	☒	☒	☒
Kommentar	Probenvariab	Info	☒	☒	☒

5.3. Die Durchführung der Titration

Die Titrationen können nur über eine Arbeitsliste gestartet werden. Ohne Arbeitsliste und Probenliste ist keine Titration oder Messung möglich.

5.3.1. Starten und Stoppen der Titration

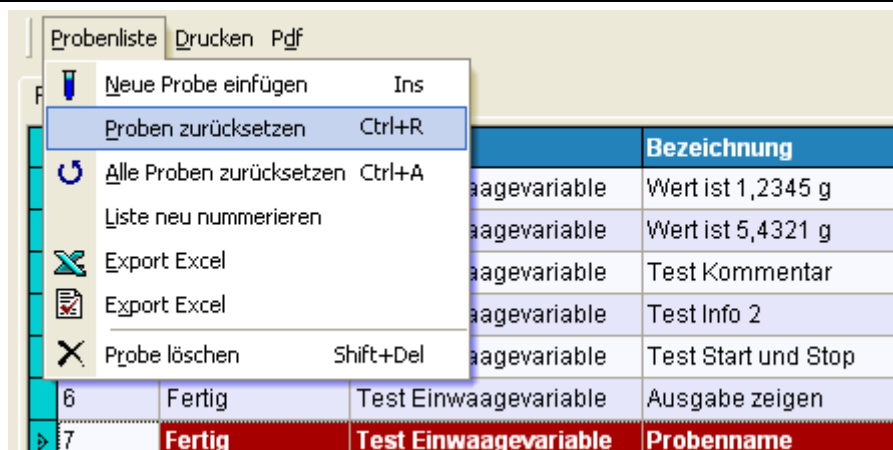
Eine Titration kann nur gestartet werden, wenn die Probe den Status „In Vorbereitung“ hat. Durch Anklicken des Start-Symbols oben rechts auf dem Bildschirm wird die Titration oder Messung gestartet.

Posi	Status
1	Fertig
2	Fertig
3	Fertig
4	In Vorbereitung

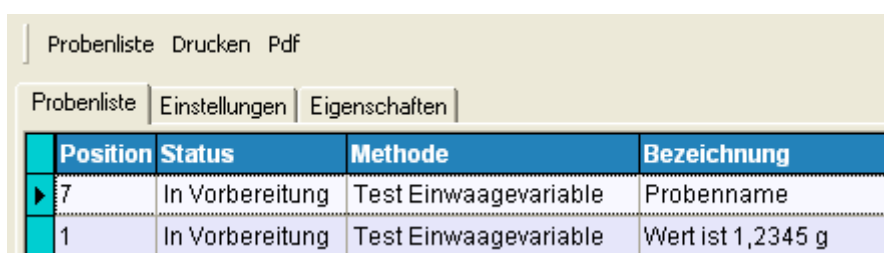
Eine fertige Probe kann zurückgesetzt werden, es gehen dann jedoch alle Ergebnisinformationen in der Arbeitsliste verloren.

Probenliste Drucken Pdf			GO Start			
Probenliste	Einstellungen	Eigenschaften				
Position	Status	Analysis	Ident	Amount	Date	EQ in ml
1	Fertig	Redox with Thiosulfate	Chromate about 0,02 mol/l	1	13.03.2006 11:32:11	1,324
2	Fertig	Redox with Thiosulfate	Chromate about 0,02 mol/l	5	13.03.2006 12:33:27	6,128

Es können alle Proben zurückgesetzt werden oder auch nur die markierte Probe.



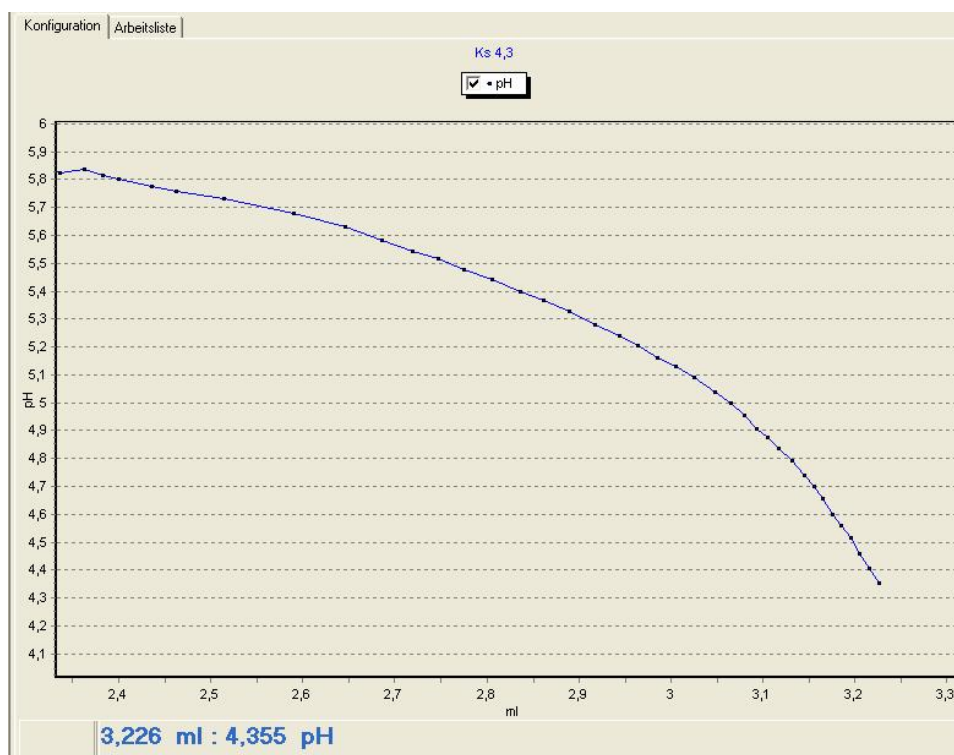
Eine besonders eilige Probe kann mit der Maus markiert und an die oberste Stelle geschoben werden.



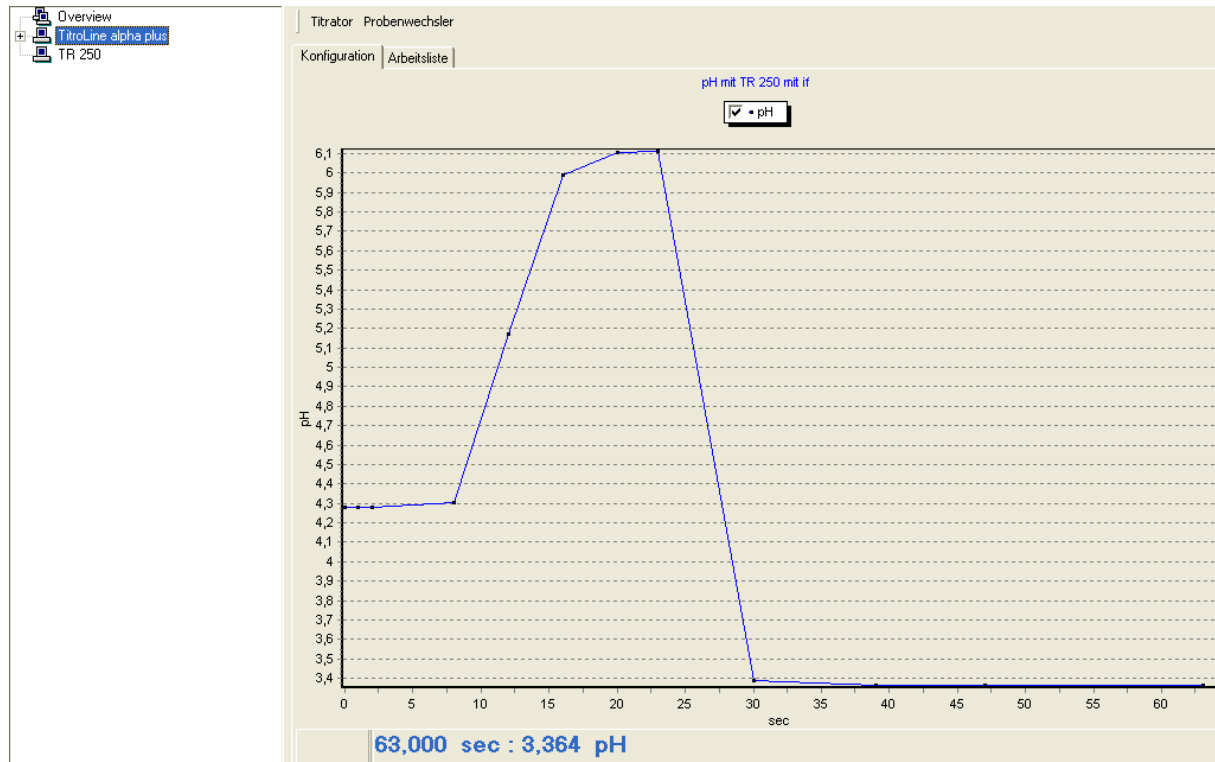
Die Probenliste kann danach wieder mit dem Menüpunkt „Liste neu nummerieren“ neu durchnummeriert werden. Es ist jedoch darauf zu achten, dass die Positionen der Proben auf dem Probenteller, den Positionen in der Liste entsprechen.

Während der Titration wird eine On-Line Messwertkurve dargestellt. Sie wird auf dem rechten Teil des Bildschirm angezeigt, wenn auf der linken Seite die Konfiguration markiert ist.

Die Online Titrationskurve kann mit der Maus gezoomt werden, indem mit gehaltener linker Maustaste ein Rechteck nach unten rechts gezogen wird. Ein entsprechendes Rechteck nach oben links stellt die Orginalkurve wieder her. Die Messwerte werden unterhalb der Titrationskurve dargestellt.



Die untere Grafik zeigt pH-Werte pro Zeit dargestellt.



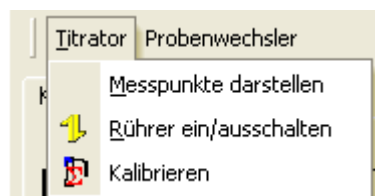
Eine Titration oder Messung kann gestoppt werden, indem das Stopp-Symbol auf der oberen linken Seite des Bildschirms mit der Maus angeklickt wird. Messpunkte bis zu diesem Zeitpunkt werden in der Datenbank gespeichert, Berechnungen werden jedoch nicht mehr durchgeführt. Die Probe bekommt den Status „abgebrochen“.



5.3.2. Die Arbeitsliste während der Titration

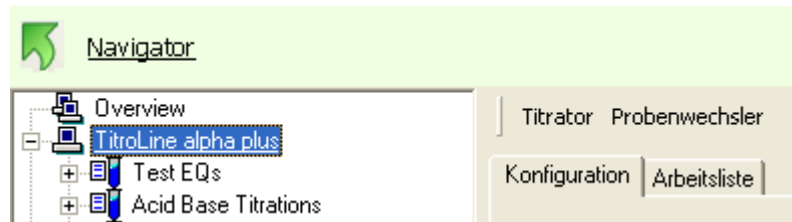
Während der Titration wird eine Online Titrationskurve gezeigt, die sichtbar wird, wenn der Konfigurationsnamen angeklickt wird.

Mit dem Menüpunkt „Titrator“ „Messpunkte darstellen“ werden die einzelnen Messpunkte und nicht nur die Kurve an sich gezeigt. Die Skalierung erfolgt automatisch. Ist die Skalierung nicht übersichtlich, wird die Tabellenform der Probenliste auf der linken Bildschirmseite angeklickt und danach wieder der Konfigurationsnamen, dadurch wird die Grafik neu skaliert.



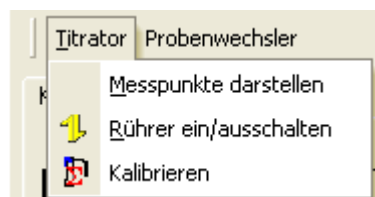
5.3.3. Direktes Arbeiten mit Titrator und Probenwechsler

Um direkt mit Rührer oder Probenwechsler zu arbeiten, wird der Konfigurationsnamen auf der linken Bildschirmseite markiert. Es sind die beiden Menüpunkte „Titrator“ und „Probenwechsler“ verfügbar.



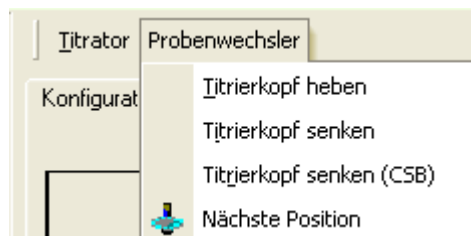
Mit dem Menüpunkt „Titrator“ „Rührer ein/ausschalten“ kann ein Rührer des Probenwechslers oder TL alpha (nicht jedoch TL alpha plus) ein- oder ausgeschaltet werden.

Ein weiterer Menüpunkt ist die Kalibration mit einem TR 250, die hier gestartet wird.



Unter dem Menüpunkt „Probenwechsler“ stehen folgende Menüpunkte zur Verfügung:

- Titrierkopf heben: Der Titrierkopf wird in die obere Position gefahren.
- Titrierkopf senken: Der Titrierkopf wird um 100% gesenkt, wenn ein Becherglas in der Position steht.
- Titrierkopf senken(CSB): der Titrierkopf wird auf die Höhe der CSB Gefäße angesenkt. Dazu muss der Titrierkopf von der obersten Position des Probenwechslers herabfahren.
- Nächste Position: Der Probensteller dreht auf die nächste Position.



Die Kalibration eines TR 250 kann nur erfolgen, wenn es im Hardware-Center in der Konfiguration als aktiv markiert ist. Unter dem Menüpunkt „Titrator“ wird die Kalibration mit Anklicken von „Kalibrieren“ gestartet.

In dem Kalibrationsfenster kann der Messeingang und die Drift eingestellt werden. Die Auswahl und die Parameter sind identisch mit den Parametern eines Messwertes in einer Methode und sind dort ausführlich beschrieben. Die Temperatur kann manuell eingegeben werden oder auch automatisch erfasst werden, sofern ein Pt 1000 angeschlossen ist. Die Werte für Steilheit in % und Nullpunkt in pH werden unter „Einstellung Kalibration“ angezeigt.

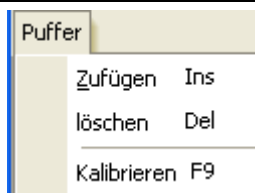
Unter „Puffer für die Kalibration“ können beliebig viele Puffer ausgewählt werden. Es wird immer eine Gerade berechnet. Bei einem Puffer wird eine Steilheit von 98% definiert und nur der Nullpunkt berechnet. Bei zwei Puffern wird eine Gerade durch die beiden Puffer berechnet, bei mehr Puffern eine Gerade nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate.

Parameter	Value
Messung	
Titrationseinheit	tr250-1-pHB
Messgeschwindigkeit	Genau
Einstellungen Kalibration	
Temperatur	25
Nullpunkt	0
Steilheit	0
Puffer für Kalibration	
Puffer	Wert
7.00	

Ein zusätzlicher Puffer kann mit dem Menüpunkt „Puffer“ „Zufügen“ hinzugefügt werden oder mit dem Menüpunkt „Löschen“ wieder gelöscht werden.

Wenn ein Puffer hinzugefügt wird, erscheint eine Listbox, aus der der gewünschte Puffer ausgewählt werden kann.

Die Kalibration wird mit „Puffer“ „kalibrieren“ gestartet.



Eine weitere Möglichkeit einen Messwert der Kalibration zu starten, ist das Symbol in der markierten aktuellen Pufferzeile anzuklicken. Es werden die aufgenommenen mV-Werte unter „Wert“ bis zur nächsten Kalibration angezeigt.

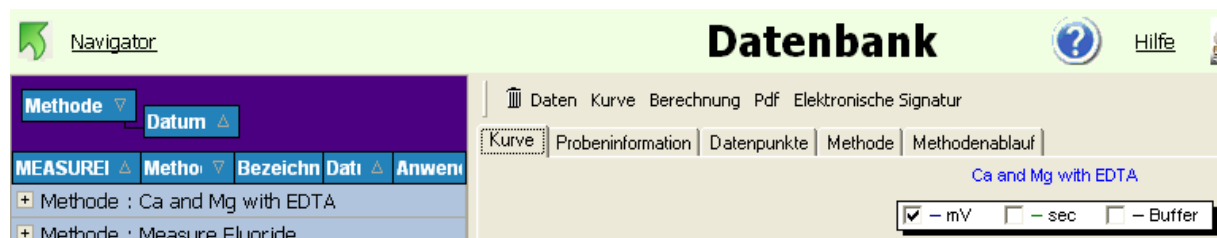
Puffer für Kalibration	
Puffer	Wert
7.00	
4.00	

6. Datenbank

Die Datenbank kann ab der Stufe „Anwender“ genutzt werden. Vom Navigator (Hauptmenü) aus wird sie über die Schaltfläche „Datenbank Center“ geöffnet.

Navigator**Datenbank Center**

Auf der linken Seite findet die Auswahl der Proben statt. Im oberen violetten Feld angezeigte Datenfelder dienen dabei als Sortierkriterium. Auf der rechten Seite des Bildschirms werden die Menüs und in Karteikarten die Eigenschaften der selektierten Probe angezeigt.



Der Menüpunkt „Daten“ beinhaltet folgende Möglichkeiten:

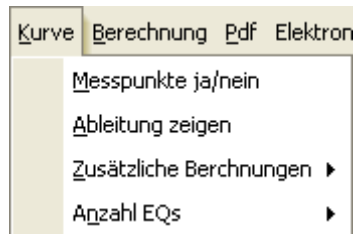
- Import ASCII: Mit dieser Funktion lassen sich TitriSoft Datensätze importieren, die mit der Funktion „Export ASCII“ exportiert wurden. Die Datensätze haben danach den Status „importiert“.
- Export ASCII: Mit dieser Funktion lassen sich einzelne Datensätze in einem eigenen TitriSoft Datenformat exportieren. Ein Teil der Information ist als Textinformation mit einem Texteditor sichtbar zu machen, die Titrationskurve ist binär gespeichert, um jede Manipulation der originalen Messdaten auszuschließen.
- Export Excel: Die Datenpunkte der Titrationskurve werden in eine Exceldatei exportiert. Das Format ist dabei das gleiche wie bei einer Probenliste. Die Zahlen werden nicht automatisch als Zahlen erkannt, sondern erst bei der Verwendung oder manuellen Zuordnung.
- Drucken: Die markierten Proben oder die markierte Probe wird gedruckt. Wird eine Probe markiert, erfolgt der Ausdruck als Einzelprobe auf einer DIN A 4 Seite, sind mehrere Proben markiert, erfolgt automatische der Ausdruck Als Kurvenliste.
- Datensätze löschen: Die markierten Proben werden gelöscht.
- Alles löschen: Alle Proben werden gelöscht.



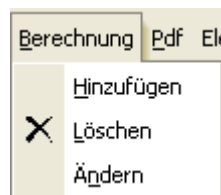
Der Menüpunkt „Kurve“ enthält die Funktionen:

- Messpunkte ja/nein: In der Titrationskurve werden die einzelnen Messwerte dargestellt oder ausgeblendet.
- Ableitung zeigen: Die erste Ableitung der Titrationskurve wird angezeigt.
- Zusätzliche Berechnungen: Auswertung für photometrische Titrationen oder LF-Titrationen (Beschreibung siehe Formeleditor)
- Anzahl EQs: Es können bis zu fünf Äquivalenzpunkte in der Titrationskurve dargestellt werden. Die Berechnung erfolgt auf Basis einer geglätteten Titrationskurve. Der Glättungsgrad hängt dabei von der Anzahl der Messpunkte ab. Die EQs in der Grafik können

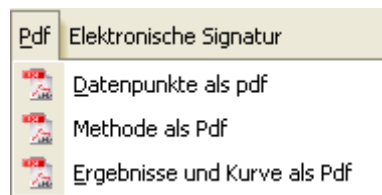
sich dadurch schon einmal von den automatisch berechneten EQs in den Methoden unterscheiden. Wird bei den in einer Formel berechneten EQs mit einer normalen oder starken Glättung gearbeitet, in Abhängigkeit von der Zahl der Datenpunkte, sind die EQs identisch.



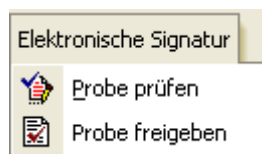
Es kann zu einer Probe eine Berechnung hinzugefügt werden. Diese Funktion wird später ausführlicher beschrieben. Nur hinzugefügte Berechnungen können nachträglich verändert werden oder auch gelöscht werden.



Von einer markierten Probe lassen sich die Datenpunkte, die Methode und die Ergebnisse mit der Titrationskurve als pdf-Datei ausgeben. Die pdf-Dateien werden automatisch im \PDF-Verzeichnis unter dem Probenamen gespeichert

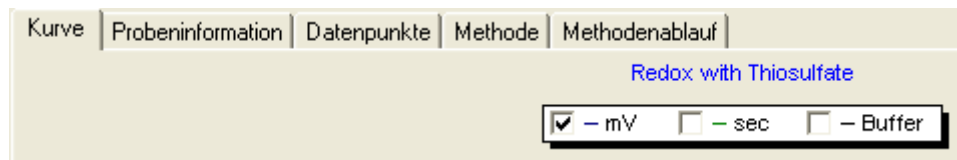


Proben können geprüft und auch freigegeben werden. Die Prüfung kann nur jemand mit mindestens der Berechtigung „Fachmann“ durchführen. Der Prüfer darf nicht identisch mit demjenigen sein, der die Titration durchgeführt hat. Für die Freigabe ist mindestens ein „Laborleiter“ erforderlich, der sich in der Person aber von demjenigen unterscheiden muss, der die Titration durchgeführt oder freigegeben hat.



Die Eigenschaften einer Probe werden in den Registerkarten angezeigt:

- Kurve: Die Titrationskurve wird dargestellt.
- Probeninformation: Die Ergebnisse der Titration werden aufgelistet, zusätzlich eventuelle Nachberechnungen.
- Datenpunkte: Die einzelnen Datenpunkte der Titration werden dargestellt.
- Methode: Die Übersicht über die Methode wird angezeigt..
- Methodenablauf: Die Methode mit ihren augenblicklichen Parametern wird gezeigt. Wenn eine Methode mit den Parametern der Probe gespeichert werden soll, muss die Methode freigegeben werden. Es lassen sich Veränderungen nur noch in einer Kopie machen.

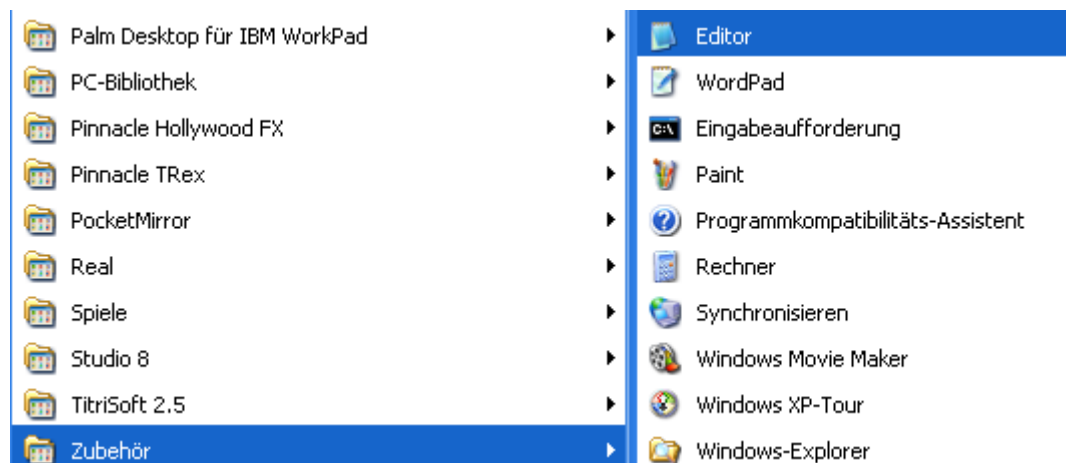


6.1 Konfigurationsdatei

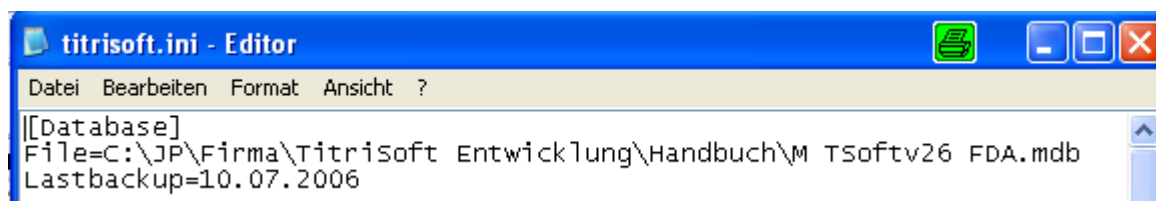
TitriSoft speichert in einer ini-Datei („titrisoft.ini“) das Verzeichnis ab, in dem die Datenbank gespeichert ist. Die Datei „titrisoft.ini“ kann mit einem Text-Editor eingesehen und verändert werden. Der Windows eigene „Editor“ ist gut dafür geeignet. Er wird gestartet über den Windows-Start „Button“.



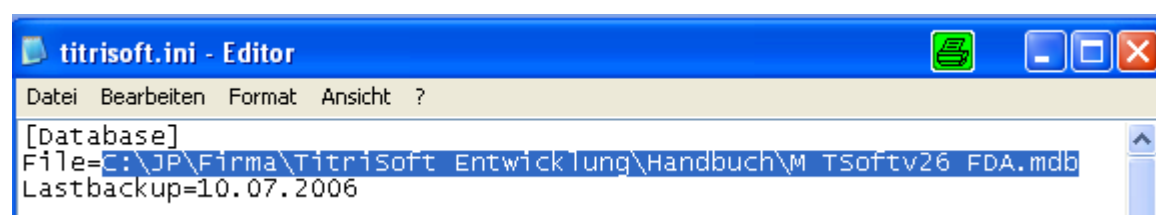
Dort kann er über das Menü „Zubehör“ „Editor“ gestartet werden. Es kann auch die ini-Datei im Windows-Explorer mit einem Doppelklick automatisch gestartet werden.



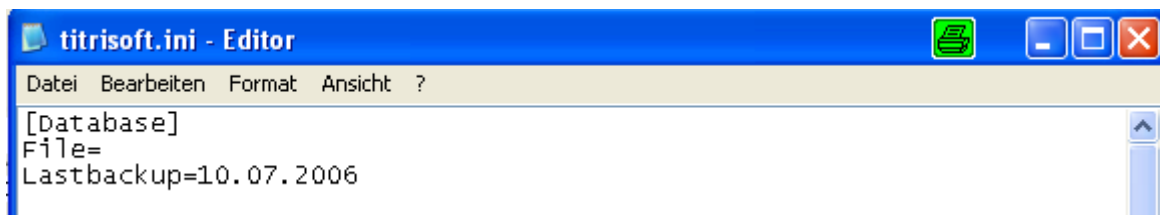
In dieser ini-Datei befindet sich die Information [Database] und direkt in der nächsten Zeile die Pfadangabe, wo die aktuelle Datenbank gespeichert ist, direkt hinter „File =“.



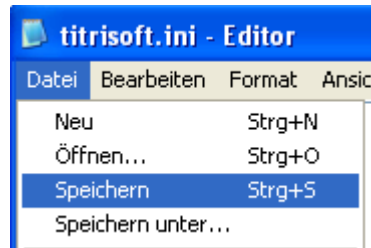
Diese Pfadangabe kann mit der Maus markiert werden, wie in der unteren Abbildung zu sehen ist und anschließend gelöscht werden.



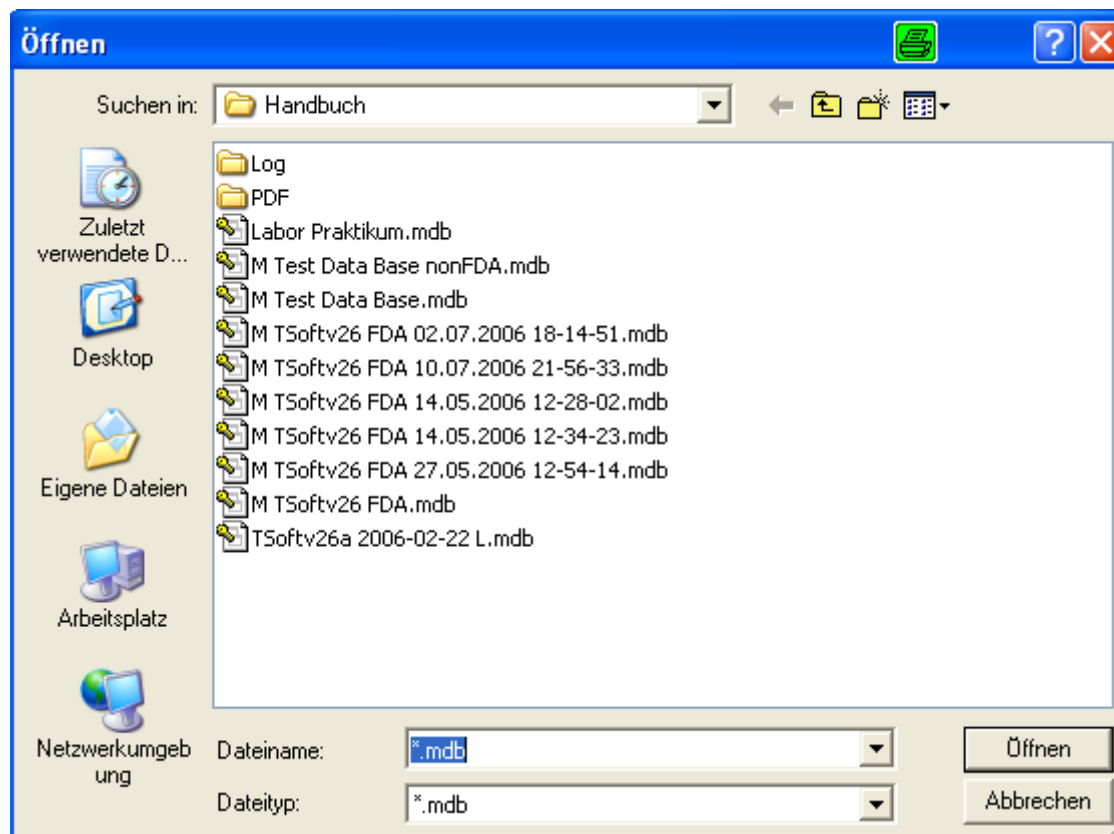
Wenn danach die Zeile bis auf „File=“ gelöscht ist, wird die ini-Datei gespeichert.



Dazu wird im Editor unter dem Menüpunkt „Datei“ „Speichern“ gedrückt. Wenn das Speichern misslingt, ist die ini-Datei möglicherweise schreibgeschützt.

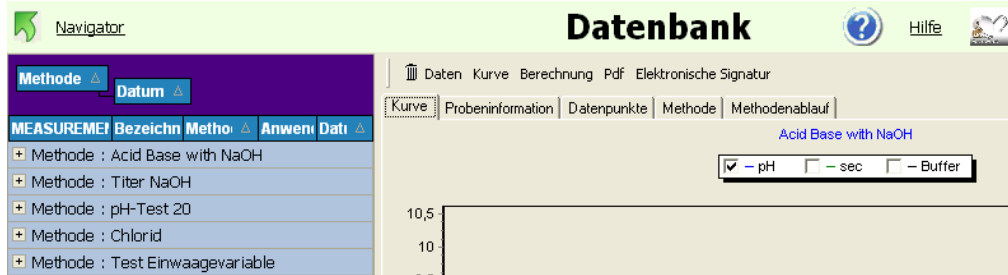


Beim folgenden Start von TitriSoft werden dann alle verfügbaren Datenbanken zunächst im TitriSoft-Verzeichnis angezeigt. Die aktuelle Datenbank kann dann ausgewählt werden.

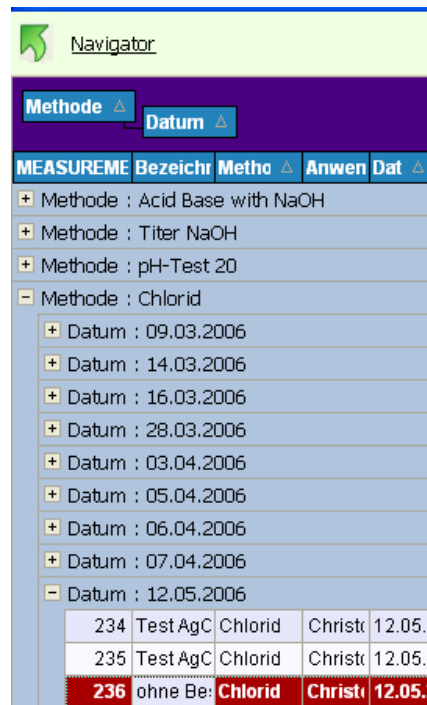


6.2. Auswahl einer Probe

Die Proben werden auf der linken Seite des Bildschirms aufgelistet. Die Sortierung erfolgt nach den Kriterien, die im Kopf festgelegt sind.

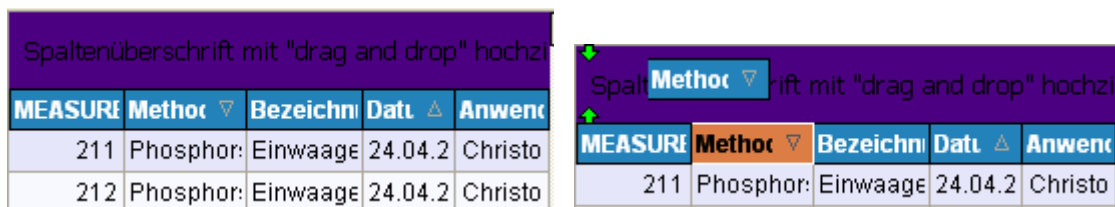


In dem Beispiel in der folgenden Abbildung wird zunächst nach Methodennamen und innerhalb der Methodennamen nach Datum sortiert.



6.2.1. Proben sortieren und auswählen

Um die Proben nach bestimmten Kriterien zu sortieren, wird das Kriterium mit der Maus markiert und mit gedrückter linker Maustaste nach oben in den violetten Bereich gezogen.



Ein zweites Kriterium kann nun ebenso nach oben gezogen werden. Wenn es direkt unterhalb des ersten Merkmals gesetzt wird, werden die Proben zunächst nach dem ersten Kriterium sortiert und innerhalb dieser Sortierung nach dem zweiten Kriterium.



Innerhalb dieser Übersichtssortierung kann immer noch nach den verbliebenen Kriterien sortiert werden.



In diesem Beispiel ist nach Methode sortiert worden, hier die Methode „Chlorid“. Innerhalb der Methode ist noch einmal nach Datum sortiert. Es verbleibt dann noch die interne TitriSoft ID-Nummer der Probe, der Name der Probe und der Name der Person, die diese Titration durchgeführt hat.

Methode : Chlorid		
+ Datum : 09.03.2006		
+ Datum : 14.03.2006		
+ Datum : 16.03.2006		
+ Datum : 28.03.2006		
+ Datum : 03.04.2006		
+ Datum : 05.04.2006		
+ Datum : 06.04.2006		
+ Datum : 07.04.2006		
- Datum : 12.05.2006		
234	Test AgCl 62	Christoph I
235	Test AgCl 62 k	Christoph I
236	ohne Beschic	Christoph I

Wenn jetzt das Feld „Measurement ID“ mit der Maus angeklickt wird, erfolgt eine Sortierung aufsteigend nach ID-Nummern. Wenn jetzt noch einmal das Feld mit der Maus angeklickt wird, kehrt sich die Sortierung um und ist dann absteigend. Auf diese Weise kann in allen Datenfeldern sortiert und die Sortierung umgekehrt werden.

Methode		
Datum		
MEASUREMENT_ID	Bezeichnung	Anwender
+ Methode : Ca and Mg with EDTA Linear		
+ Methode : test Dosierung mit 2 Büretten		
- Methode : Redox with Thiosulfate		
- Datum : 13.03.2006		
61	Chromate abo	Christoph I
62	Chromate abo	Christoph I

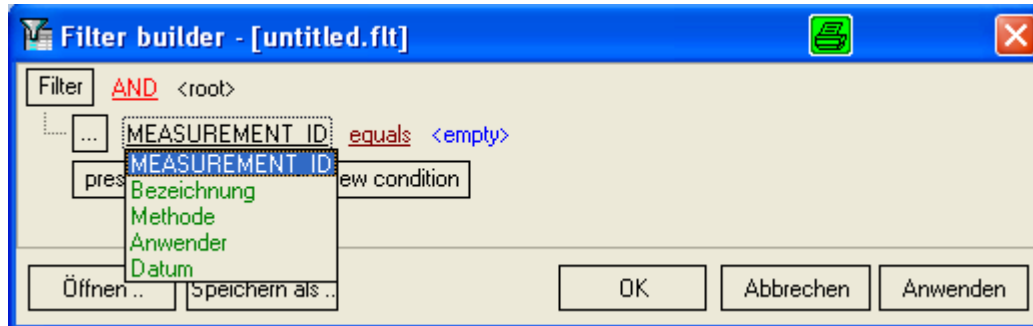
6.2.2. Selektionskriterien anpassen

Die Selektionskriterien können noch weiter festgelegt werden. Dazu wird die Funktion „Anpassung“ mit der Maus markiert.

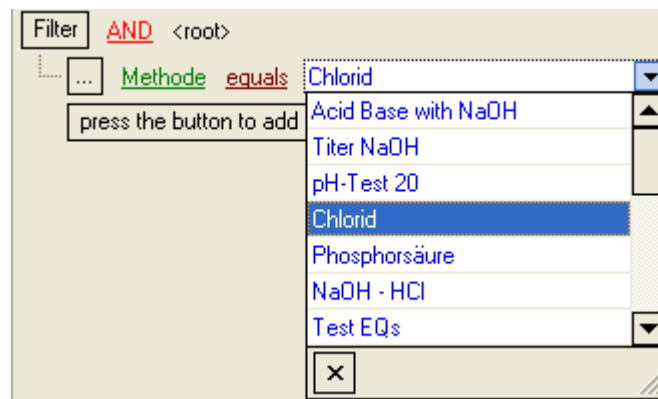


6.2.3. Selektionskriterien detaillieren

Es ist möglich, die Selektionsmerkmale explizit festzulegen.



Wenn z.B. nur Ergebnisse einer Methode „Chlorid“ angezeigt werden sollen, wird als erste selektierbare Information die Methode ausgewählt, als Verknüpfung „equals“ und als Methode „Chlorid“ ausgewählt. Die Methode kann aus einer Liste ausgesucht werden.



Diese Abfrage kann unter einem Namen gespeichert, wieder neu geladen und angewendet werden. Die Auswahl wird mit „OK“ oder „Anwenden“ umgesetzt.



Nach der Selektion werden jetzt nur noch Ergebnisse der Methode Chlorid angezeigt.

Methode	Datum	
MEASUREMENT_ID	Bezeichnung	Anwender
Methode : Chlorid		
+	Datum : 09.03.2006	
+	Datum : 14.03.2006	
+	Datum : 16.03.2006	
+	Datum : 28.03.2006	
+	Datum : 03.04.2006	
+	Datum : 05.04.2006	
+	Datum : 06.04.2006	
+	Datum : 07.04.2006	
+	Datum : 12.05.2006	

Unter Menü „Filter“ kann mit „Clear All“ die Selektion wieder rückgängig gemacht werden, es werden dann wieder alle Ergebnisse angezeigt.



Diese Festlegung ist nur für den erfahrenen Anwender zu empfehlen und wird von Schott Instruments nicht weiter unterstützt. Die Funktion darf nur nach einer Datensicherung und nach umfangreichen Tests verwendet werden.

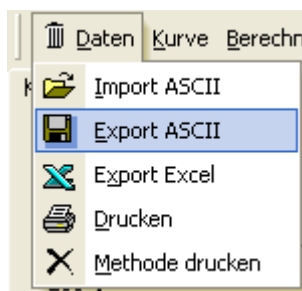
6.3. Export und Import

Die Titrations können auf zwei verschiedene Arten exportiert werden:

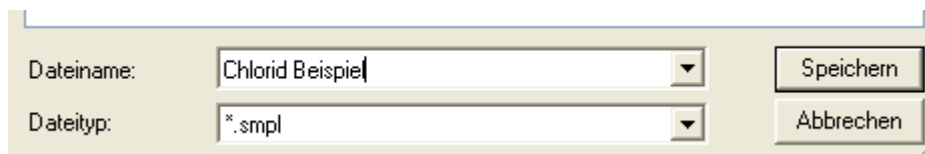
- Export als TitrSoft spezifische ASCII Datei mit binärer Information und als
- Excel-Format nur für die Messdaten der Titrationskurve.

6.3.1. Textinformation

Die Probe wird markiert und kann dann unter dem Menü „Daten“ und „Export Excel“ exportiert werden.



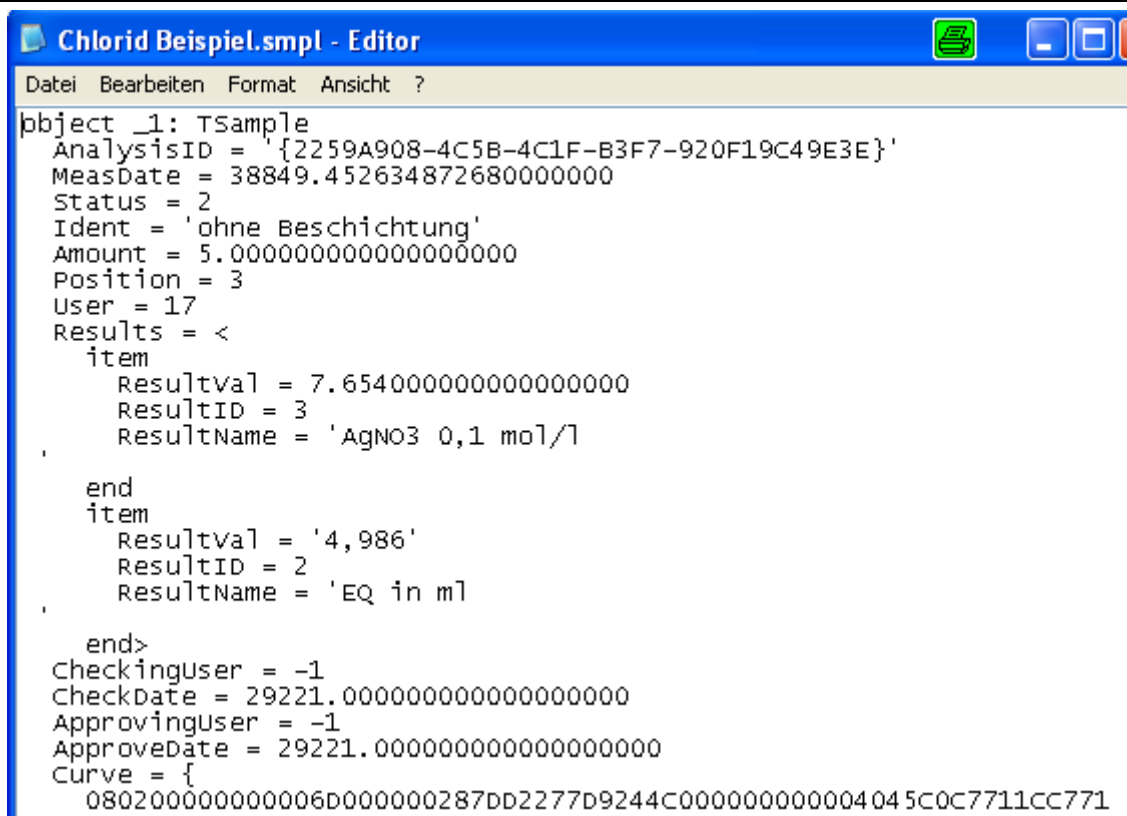
Es erscheint ein Dialog zur Eingabe eines Dateinamens. Die Datei-Endung „*.smpl“ ist automatisch festgelegt und kann nicht geändert werden.



In diesem Beispiel wurde die Datei „Chlorid Beispiel.smpl“ erzeugt.

NAME	DATEI	DATEI	DATEI
Chlorid Beispiel.smpl	9 KB	SMPL-Datei	17.07.2006 00:24

Die Datei kann mit einem Editor geöffnet werden und die Informationen in dieser Datei können korrigiert und ergänzt werden. Eine Reihe von Informationen ist jedoch im Binärformat vor Veränderungen geschützt.

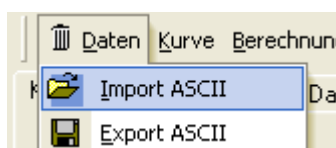


```

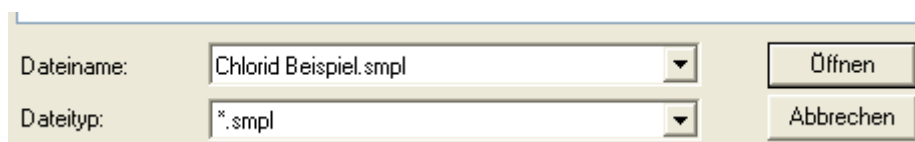
object _1: TSample
  AnalysisID = '{2259A908-4C5B-4C1F-B3F7-920F19C49E3E}'
  MeasDate = 38849.452634872680000000
  Status = 2
  Ident = 'ohne Beschichtung'
  Amount = 5.000000000000000000
  Position = 3
  User = 17
  Results = <
    item
      Resultval = 7.654000000000000000
      ResultID = 3
      ResultName = 'AgNO3 0,1 mol/l'
    ,
    end
    item
      Resultval = '4,986'
      ResultID = 2
      ResultName = 'EQ in ml'
    ,
    end>
  CheckingUser = -1
  CheckDate = 29221.000000000000000000
  ApprovingUser = -1
  ApprovedDate = 29221.000000000000000000
  Curve = {
    080200000000006D000000287DB2277D9244C00000000004045C0C7711CC771
  }

```

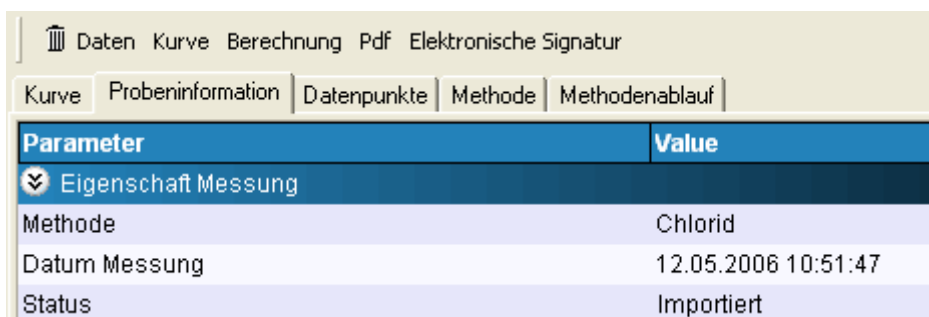
Eine solche Datei kann mit dem Menüpunkt „Daten“ und „Import ASCII“ wieder importiert werden.



Es kann die Datei ausgewählt werden und mit „Öffnen“ findet der Import statt. Der Export und Import funktioniert nur mit einer Probe.



Eine auf diese Weise importierte Methode hat den Status „Importiert“.

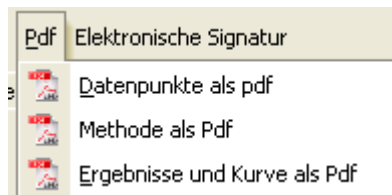


Parameter	Value
Eigenschaft Messung	
Methode	Chlorid
Datum Messung	12.05.2006 10:51:47
Status	Importiert

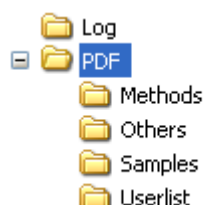
6.3.2. Pdf-Dateien

Es können pdf-Dateien von einer markierten Probe erstellt werden:

- Datenpunkte als Liste
- Methode, wie auch im Methodenausdruck
- Ergebnisse der Probe, wie auch bei der Einzeldokumentation im Titrations-Center.



Die pdf-Dateien werden automatisch erzeugt mit dem Probenamen und Datum als Bestandteil. Die pdf-Dateien werden im TitriSoft-Verzeichnis „\PDF“ im Unterverzeichnis „\Samples“ abgelegt.



Aus dem Datenamen der pdf-Datei ist eine sichere Zuordnung möglich. Die Methode „Chlorid“ liegt mit Namen und Datum der pdf-Datei-Erzeugung im Verzeichnis „\Methods“.

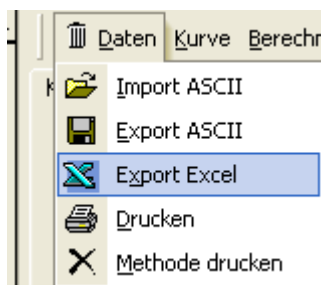
 Analysis__Chlorid_27.05.2006 17-31-23.pdf	19 KB	Adobe Acrobat-Dok...	27.05.2006 17:31
---	-------	----------------------	------------------

Proben aus der Datenbank werden als pdf-Ausdruck im Verzeichnis „\Samples“ gespeichert.

Name	Größe	Typ	Geändert am
 Analysis__Chlorid_17.07.2006 00-28-43.pdf	19 KB	Adobe Acrobat-Dok...	17.07.2006 00:28
 Data points Chlorid_17.07.2006 00-28-39.pdf	4 KB	Adobe Acrobat-Dok...	17.07.2006 00:28
 sample_17.07.2006 00-28-45.pdf	1.659 KB	Adobe Acrobat-Dok...	17.07.2006 00:28

6.3.3. EXCEL

Der Excel-Export erfolgt unter „Daten“ und „Export Excel“.



Es kann Verzeichnis und Dateinamen eingegeben werden, die Endung „*.xls“ erfolgt automatisch.

Dateiname:	Chlorid	Speichern
Dateityp:	*.xls	Abbrechen

Die Datei wird abgelegt, ohne dass Excel aufgerufen wird und ohne, dass Excel installiert sein muss.



Die Datei kann mit einem Doppelklick mit der Maus geöffnet werden. Dies geht nur, wenn Excel auf dem Rechner installiert ist. Es wird dann die Tabelle der Messdaten der Titration angezeigt. Wenn die Werte nicht als Zahlen konvertiert wurden, können mit einer einfachen Multiplikation mit 1,00 Zahlen daraus konvertiert werden.

	A	B	C	D
1	mV	sec	ml	Buffer
2	-41,14	3	0	0
3	-42,5	7	0,01	0
4	-41,72	14	0,02	0
5	-42,38	18	0,03	0
6	-42,39	22	0,04	0
7	-42,09	28	0,06	0
8	-40,81	33	0,1	0
9	-37,79	39	0,18	0
10	-37,43	48	0,25	0
11	-36,26	53	0,312	0
12	-34,52	57	0,384	0

6.4. Informationen zu einer Probe

Zu einer Probe gehören folgende Informationen:

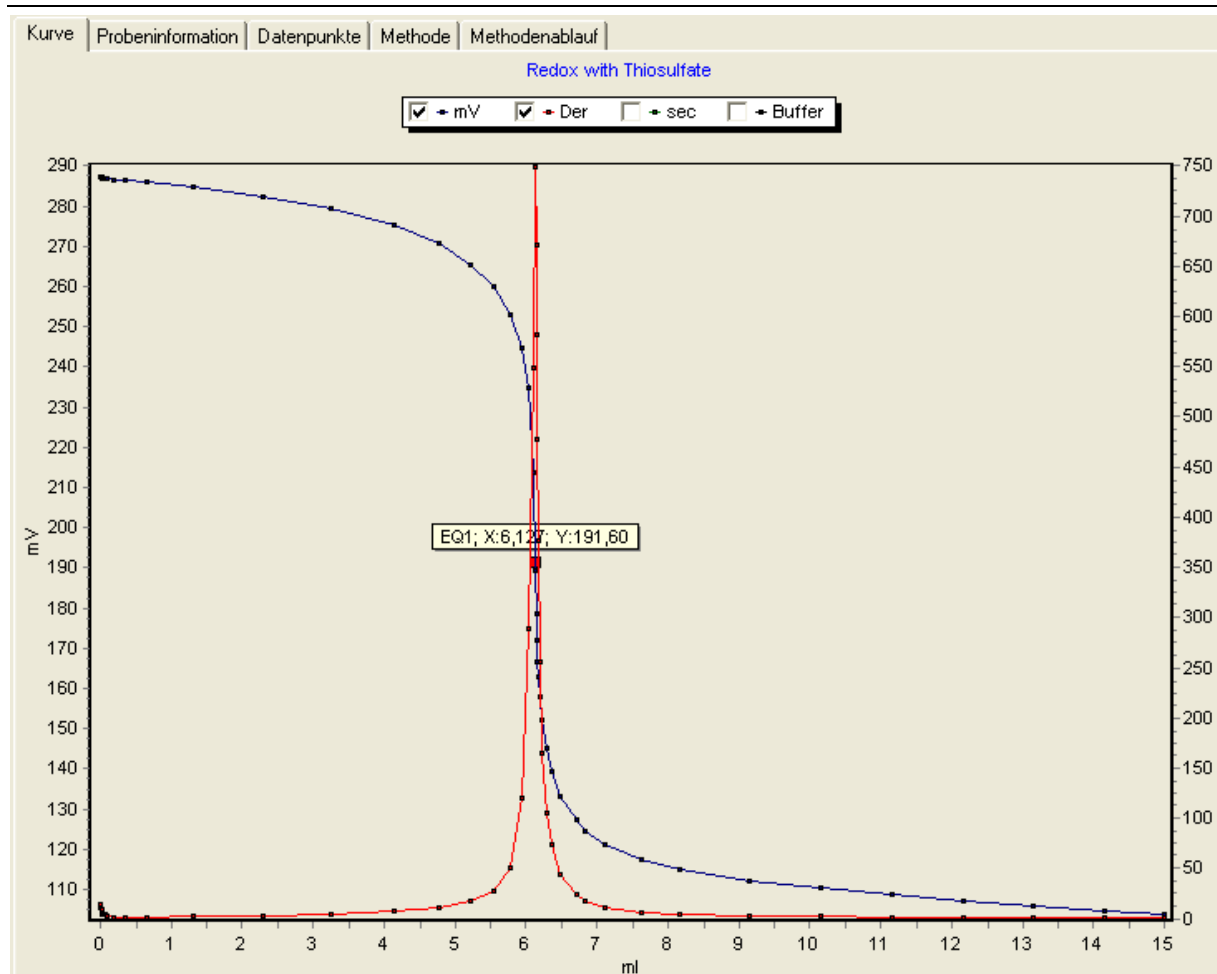
- Titrationskurve als Grafik
- Ergebnisse
- Datenpunkte
- Methode

6.4.1. Grafik

Die Grafik wird üblicherweise dargestellt auf der x-Achse mit den Verbrauchswerten und auf der y-Achse mit den Messwerten. Spezielle Titrations, wie z.B. pH-Stat können auch andere Darstellungen haben. Die möglichen Datenspalten werden oben in der Grafik dargestellt. Wenn z.B. die erste Ableitung ausgewählt wird, erscheint zusätzlich der Punkt „Der“ für „derivative“ oben in der Grafik.

Ein dargestellter Äquivalenzpunkt basiert auf einer geglätteten Titrationskurve und ist mit einem EQ in einer Formel identisch, der mit normaler oder starker Glättung ermittelt wurde. Der Glättungsgrad hängt von der Anzahl der Datenpunkte ab.

Die Kurve kann zoomt werden, indem mit der Maus ein Punkt angeklickt wird und dann mit gehaltener linker Maustaste das gewünschte Fenster nach rechts gezogen wird. Wird die Maus mit gedrückter linker Taste nach links gezogen wird die Originalgrafik wieder hergestellt.



6.4.2. Probeninformationen und Ergebnisse

Die Probeninformation beinhaltet als wichtigste Information die Ergebnisse. Die Probeninformationen beinhalten:

- Eigenschaften der Messung: Methode, Anwender etc
- Ergebnisse der Probe
- Elektronische Signatur

Die Eigenschaften sind:

- Methodennamen
- Datum und Uhrzeit der Titration
- Der Status: Fertig, abgebrochen, importiert
- Die Probenbezeichnung
- Die Probenmenge, in der Regel die Einwaage
- Die Position in der Probenliste
- Den Namen des Anwenders , der die Titration durchgeführt hat.

Die Methodenergebnisse werden in zwei Spalten aufgeführt, auf der linken Seite der Name und auf der rechten Seite der Zahlenwert.

Die elektronische Signatur besteht aus einer (technischen) Prüfung von jemand, der die Berechtigung hat und die Titration nicht durchgeführt hat. Die elektronische Freigabe muss von einer dritten Person erfolgen, die auch eine spezielle Berechtigung benötigt. Die elektronische Signatur erfolgt mit der Angabe von Datum, Uhrzeit, Namen und Funktion.

Kurve	Probeninformation	Datenpunkte	Methode	Methodenablauf
Parameter		Value		
⌵ Eigenschaft Messung				
Methode		Chlorid		
Datum Messung		09.03.2006 16:04:17		
Status		Fertig		
Bezeichnung		HCl about 0,1 mol/l		
Probenmenge		5		
Position		1		
Anwender		user: The standard user		
⌵ Methodenergebnisse				
Name		Wert		
AgNO3 0,1 mol/l		12,826		
EQ in ml		4,988		
⌵ Elektronische Signatur				
Prüfer		AdUser		
Funktion Prüfer		Laboraty Manager		
Prüfdatum		09.03.2006 16:23:12		
Freigabeperson		ad: Administrator		
Funktion Freigabeperson		Administrator		
Freigabe Datum		09.03.2006 16:23:27		

6.4.3. Datenliste

Die Datenliste enthält die Datenpunkte in einer Tabelle. Üblicherweise enthält die Tabelle die ml-Werte des Reagenzes, die Messwerte in mV oder pH oder auch einer anderen Einheit und die Zeit in Sekunden. Ein Datenfeld „Buffer“ wird für spezielle Anwendungen (ISE Messung und Gran-Additon) benötigt. Eine Ableitung „Der“ wird angezeigt, sobald sie in der Grafik aktiviert wurde.

Kurve	Probeninformation		Datenpunkte	Methode
mV	sec	ml	Buffer	Der
287,25	13	0	0	14,6904
287,066	16	0,01	0	11,5952
286,883	19	0,02	0	8,49999
287,083	22	0,03	0	5,11904
286,816	25	0,04	0	3,97518
286,783	28	0,06	0	4,69797
286,716	31	0,1	0	2,05535
286,533	34	0,18	0	1,59357
286,357	38	0,34	0	1,32627
285,933	41	0,66	0	1,56867
284,7	45	1,3	0	2,05390
282,316	49	2,3	0	2,86529
279,583	53	3,254	0	4,31869
275,4	57	4,134	0	6,89038
270,6	61	4,768	0	10,6161
265,366	64	5,228	0	16,9889
259,85	68	5,546	0	27,9852
252,816	71	5,78	0	50,1442
244,8	74	5,936	0	120,835
234,866	77	6,034	0	288,539
213,55	80	6,096	0	548,600
189,516	86	6,13	0	749,041
178,666	92	6,144	0	671,058

6.4.4. Methode

Die Methode wird in der gleichen Form dargestellt, wie im Methoden-Center. Die Methodenparameter entsprechen nur dann den Parametern, mit denen die aktuelle Titration durchgeführt wurde, wenn sie freigegeben wurde und dadurch nicht mehr verändert werden kann.

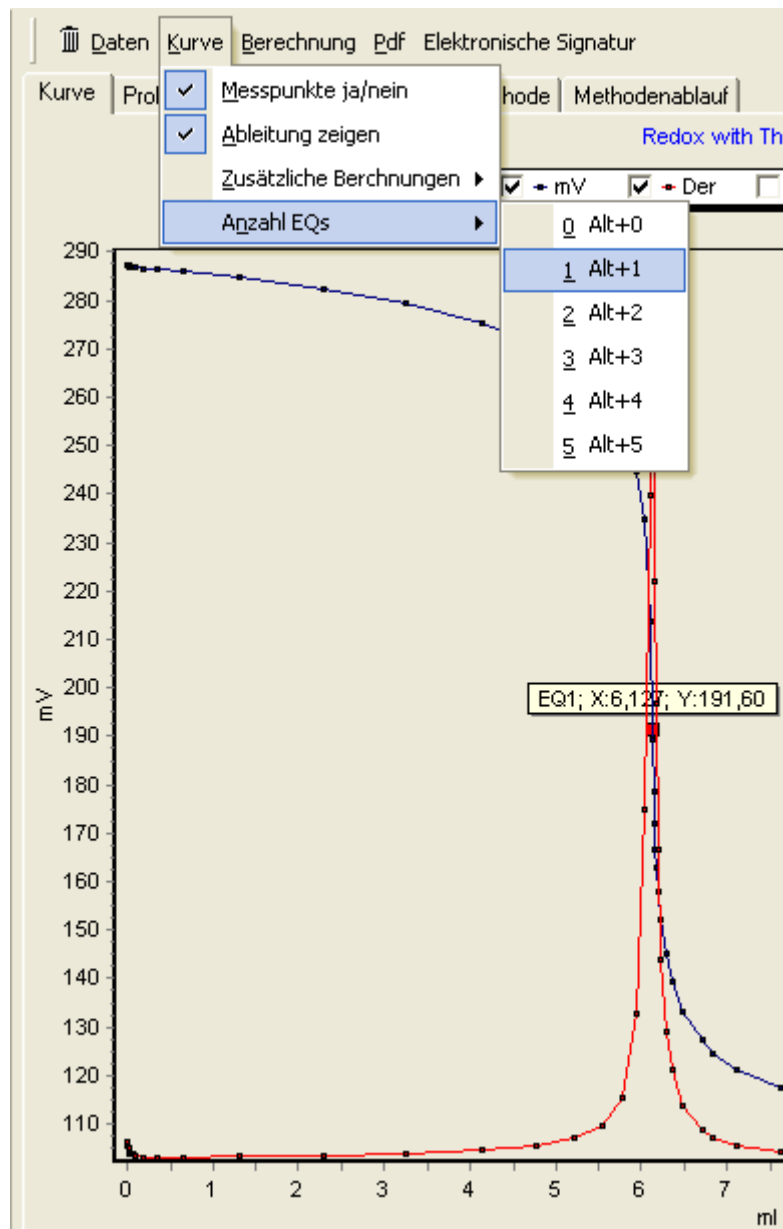
Veränderungen der Methode in der Datenbank werden nicht in der Datenbank gespeichert und gehen verloren, sobald TitriSoft verlassen wird.

6.4.5. Nachberechnung

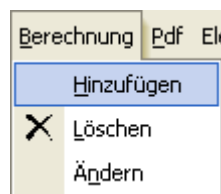
Eine Nachberechnung ist jederzeit möglich. Grundsätzlich besteht die Möglichkeit in der Grafik die erste Ableitung sichtbar zu machen und sich bis zu fünf Äquivalenzpunkte in der Grafik anzeigen zu lassen. Aufgrund der Lage der Äquivalenzpunkt kann dann entschieden werden, ob eine Glättung für eine Nachberechnung sinnvoll ist oder ein Auswertefenster.

In der Grafik sichtbar gemachte Äquivalenzpunkte entsprechen in einer Formel berechneten Äquivalenzpunkten mit einer normalen oder starken Glättung, abhängig von Anzahl der Datenpunkte. Je weniger Datenpunkte, desto weniger stark muss die Glättung sein.

Ebenso können in der Grafik auch konduktometrische oder photometrische Äquivalenzpunkte berechnet werden.



Eine Berechnungsformel wird mit Menüpunkt „Berechnung“ „Hinzufügen“ hinzugefügt. Im ersten Schritt erscheint eine neue Zeile „New result“ in der Registerkarte „Probeninformationen“. Diese kann mit „Ändern“ editiert werden. Bei der Nachberechnung stehen fast alle Variablen zur Verfügung, nicht jedoch der Titer, weil dieser seinen Wert inzwischen geändert haben könnten und die Endmesswerte. Die Werte für die Kalibration führen zu einer Fehlermeldung, da sie möglicherweise nicht mehr gültig sind.

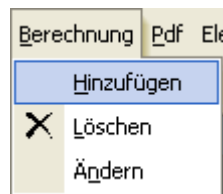


Die Formelerstellung ist in Kapitel 4 ausführlich beschrieben worden. Im folgenden Beispiel sieht man dass eine Berechnung mit einer Glättung zu einem (geringfügig) anderen Wert für den Äquivalenzpunkt führen kann.

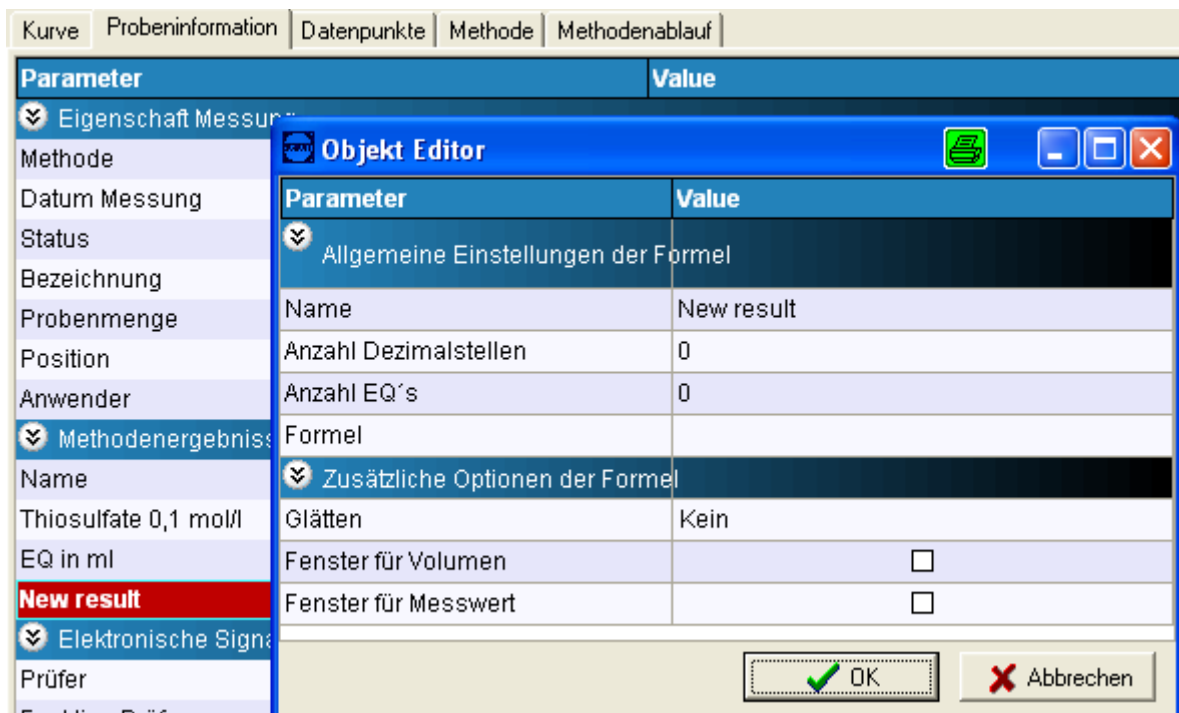
Methodenergebnisse	
Name	Wert
Thiosulfate 0,1 mol/l	15
EQ in ml	6,128
EQ geglättet	6,127

6.4.6. Hinzufügen einer Berechnung

Eine Berechnungsformel wird mit Menüpunkt „Berechnung“ „Hinzufügen“ hinzugefügt. Im ersten Schritt erscheint eine neue Zeile „New result“ in der Registerkarte „Probeninformationen“. Diese kann mit „Ändern“ editiert werden.

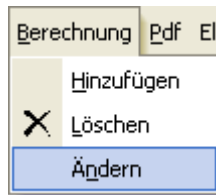


Die Formelerstellung erfolgt exakt in der gleichen Weise wie bei der Methodenerstellung. Bei der Nachberechnung können jedoch Namen für Ergebnisse eingegeben werden. Sie werden nicht den Variablen im Methoden-Center hinzugefügt! So kann z.B. kein Titer nachberechnet werden. Es müsste in einem solchen Fall ein Ergebnis berechnet werden und der Wert mit der Hand nachgetragen werden.



6.4.7. Ändern einer Berechnung

Eine Formel wird mit dem Menüpunkt „Berechnung“ und „Ändern“ editiert.



So kann ein Äquivalenzpunkt z.B. mit einer Glättung noch einmal nachgerechnet werden. Mit dem Menüpunkt „Löschen“ kann eine nachträglich hinzugefügte Formel wieder gelöscht werden.

Allgemeine Einstellungen der Formel	
Name	EQ geglättet
Anzahl Dezimalstellen	3
Anzahl EQ's	1
Formel	EQ[1]
Zusätzliche Optionen der Formel	
Glätten	Sehr stark

Originalberechnungen können nicht editiert oder gelöscht werden. Auch hinzugefügte Formeln werden im Audit Trail verfolgt.

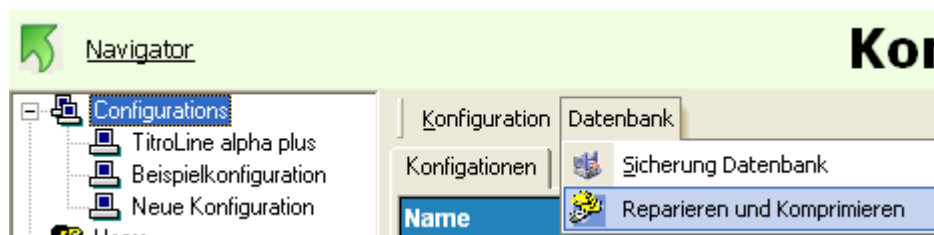
6.4.8. Proben löschen, Datenbank reorganisieren

Proben können in der Datenbank gelöscht werden. Es gelten jedoch ein paar Regeln:

- Nur Anwender mit der Stufe Administrator können Daten löschen.
- Es wird automatisch eine Kopie der kompletten Datenbank erzeugt.
- Es findet ein Eintrag im Audit Trail statt, der mit einem Kommentar versehen werden kann.

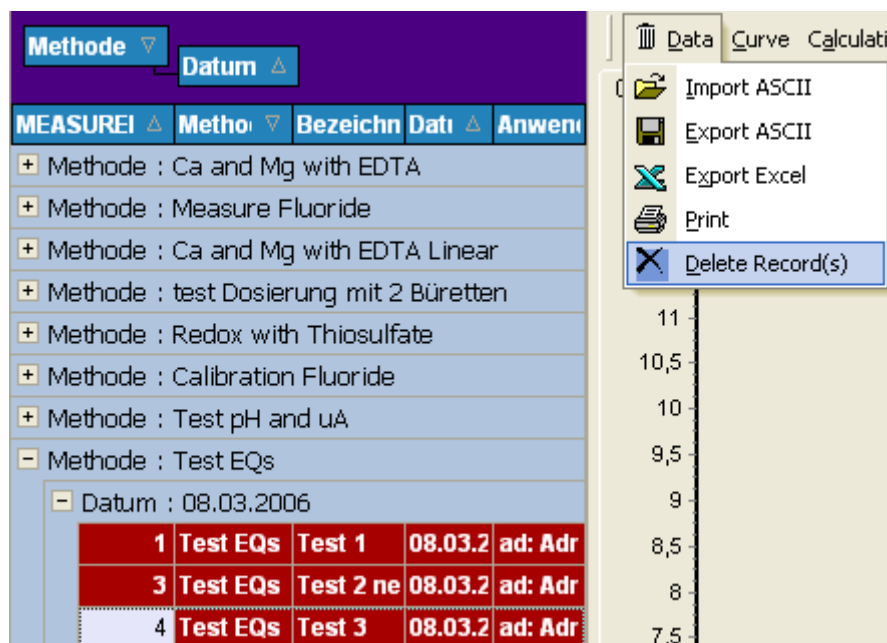
Nach dem Löschen befinden sich zahlreiche leere Felder in der Datenbank, die dadurch ihre Größe auf der Festplatte nicht ändert. Alle Dateizugriffe dauern daher immer noch genauso lange wie vor dem Löschen der Daten. Im Konfigurations-Center kann dann unter dem Menüpunkt „Datenbank“ und „Reparieren und Komprimieren“ die Datenbank komprimiert werden. Dadurch werden alle leeren Felder tatsächlich gelöscht.

Die TitriSoft Datenbank ist ab der Version 2.51 mit einem Passwort geschützt. Wird eine ältere Datenbank auf diese Art und Weise komprimiert, wird dieses Passwort automatisch hinzugefügt.



6.4.9. Proben löschen

Proben werden zunächst markiert. Es ist auch möglich, die Überschrift zu markieren um alle darunter liegenden Proben zu markieren. Es ist jedoch der sicherste Weg, eine Abfrage zu generieren, alle Sortiermerkmale zurückzunehmen (die entsprechenden Felder mit der Maus markieren, linke Maustaste gedrückt halten und mit gedrückter linker Maustaste wieder auf die Überschrift zurückführen). Die Proben können dann z.B. nach Datum oder auch anderen Merkmalen sortiert werden, indem die Überschrift mit der Maus (linke Taste) angeklickt wird. Dann wird die oberste Probe markiert und danach die mit gedrückter Umschalttaste die letzte Probe. Es werden alle Proben markiert und können dann gelöscht werden.



6.4.10. Datenbank verkleinern

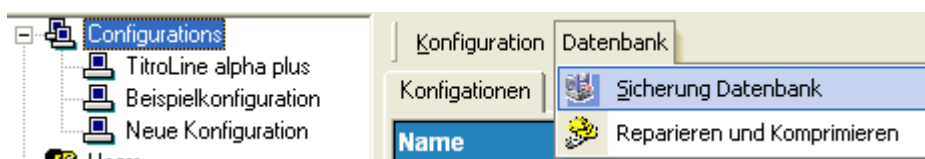
Die Datenbank kann auf folgende Arten verkleinert werden:

- Komprimieren im Konfigurations-Center
- Löschen von Ergebnissen (oder auch Methoden und Arbeitslisten) und anschließender Komprimierung
- Die Datenbank an Schott Instruments schicken und dort verkleinern lassen.

Das Einschicken an Schott Instruments ist auch der einzige Weg, ein Passwort aus einer Datenbank entfernen zu können.

6.4.11. Datensicherung

Eine Datensicherung der gesamten Datenbank mit Methoden, Ergebnisse und Arbeitslisten erfolgt im Konfigurations-Center unter dem Menüpunkt „Datenbank“ und „Sicherung Datenbank“.



Es wird eine Kopie der kompletten Datenbank im Datenbank Verzeichnis erstellt. An den Namen der Datenbank wird das Datum und die Uhrzeit angehängt.

Eine automatische Sicherung nach dem gleichen Schema erfolgt, wenn Messwerte gelöscht werden.

M TSoftv26 FDA 02.07.2006 18-14-51.mdb	1.316 KB	Microsoft Access-D...	02.07.2006 18:14
M TSoftv26 FDA 10.07.2006 21-56-33.mdb	1.348 KB	Microsoft Access-D...	10.07.2006 21:56
M TSoftv26 FDA 14.05.2006 12-28-02.mdb	1.932 KB	Microsoft Access-D...	14.05.2006 12:27
M TSoftv26 FDA 14.05.2006 12-34-23.mdb	1.932 KB	Microsoft Access-D...	14.05.2006 12:27
M TSoftv26 FDA 27.05.2006 12-54-14.mdb	1.316 KB	Microsoft Access-D...	27.05.2006 12:54

6.4.12. Datenbank ändern

Eine bestehende Datenbank kann durch hinzufügen von Konfigurationen, Methoden, Ergebnissen und Arbeitslisten verändert werden.

Alle Informationen können gelöscht werden, es müssen jedoch zwei Anwender mit Administrator rechten den Löschvorgang bestätigen. Es erfolgt zudem ein Eintrag in das Audit Trail mit einem Kommentar. Beim Löschen muss jedoch eine bestimmte Reihenfolge eingehalten werden:

1. Proben löschen
2. Arbeitslisten löschen
3. Methoden löschen
4. Konfiguration löschen

Die Reihenfolge von 1 und 2 kann auch vertauscht werden.

Bei den Proben können bestehende Ergebnisse nicht verändert werden. Es können jedoch Berechnungen hinzugefügt werden, diese können auch wieder editiert und verändert werden.

7. FDA-Anforderungen

Die FDA (Food and Drug Administration) stellt Anforderungen an Software, die in ihrem Zuständigkeitsbereich für die Speicherung von elektronischen Informationen verwendet wird. Die Anforderungen sind in 21 CFR Part 11 festgehalten. Er gilt z.B. für Pharmaunternehmen.

(b) This part applies to records in electronic form that are created, modified, maintained, archived, retrieved, or transmitted, under any records requirements set forth in agency regulations. This part also applies to electronic records submitted to the agency under requirements of the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act and the Public Health Service Act, even if such records are not specifically identified in agency regulations. However, this part does not apply to paper records that are, or have been, transmitted by electronic means.

7.1. Elektronische Datensätze

Elektronische Datensätze sind innerhalb von TitriSoft alle Methoden, Titrationsergebnisse und Variablen, die einen Einfluss auf die Ergebnisse haben. Arbeitslisten werden nicht als elektronische Datensätze betrachtet, weil sie keinen Einfluss auf die Ergebnisse haben oder sie mit den Ergebnissen entsprechend dokumentiert wurden, wenn z.B. keine Einwaage eingegeben war.

Die FDA definiert elektronische Einträge wie folgt:

(6) *Electronic record* means any combination of text, graphics, data, audio, pictorial, or other information representation in digital form that is created, modified, maintained, archived, retrieved, or distributed by a computer system.

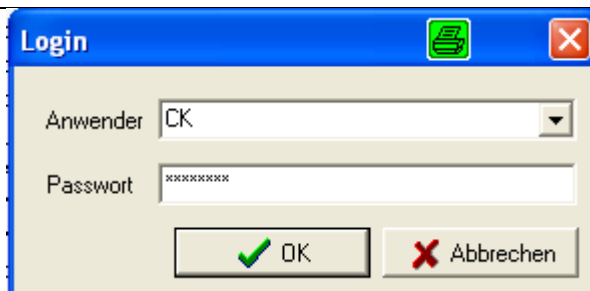
Die FDA fordert:

- Zugriffskontrolle: Es darf nicht jeder die Software nutzen, man muss Namen und Passwort eingeben, es gibt eine Reihe von Anforderungen, wie Gültigkeitsdauer eines Passworts.
- Datensicherung: Es müssen vollständige Kopien möglich sein.
- Audit Trail: Alle Veränderungen müssen gespeichert werden und für ein Audit in menschenlesbarer Form zur Verfügung gestellt werden könne.
- Elektronische Signatur: Eine „Unterschrift“ von mindestens zwei verschiedenen Personen für z.B. Löschvorgänge.

Im folgenden werden die Umsetzungen innerhalb von TitriSoft beschrieben.

7.2. Zugriffskontrolle

TitriSoft kann nur genutzt werden, wenn man sich mit dem Anmeldenamen und einem Passwort anmeldet. Meldet man sich zum ersten Mal an, wird man aufgefordert, ein neues (oder auch zum ersten Mal überhaupt) Passwort einzugeben. Alle alten Passwörter werden gespeichert und dürfen nicht wieder verwendet werden. Bei einer Neueingabe muss das neue Passwort wiederholt werden.



Anwender werden im Konfigurations-Center angelegt und verwaltet. Nur ein Administrator kann Anwender anlegen und verwalten. Wenn ein Anwender gelöscht werden soll, müssen daher zwei Administratoren beteiligt sein!

Es stehen folgende Menüs zur Verfügung:

- Anwender: Hier können Anwender definiert werden und gelöscht werden.
- Drucken: Hier können Anwenderdaten (als Übersicht) gedruckt werden (natürlich sind Passwörter nicht sichtbar...).
- Pdf: Es wird automatisch oder manuell eine Pdf-Datei erzeugt, die wie der Ausdruck aussehen.

Die Menüs stehen zur Verfügung, wenn auf der linken Seite des Bildschirms „Users“ angeklickt und die Registerkarte „Anwender“ aktiviert wird.



Mit „Drucken“ kann ein Ausdruck aller Anwender generiert werden.



Der Ausdruck enthält folgende Informationen:

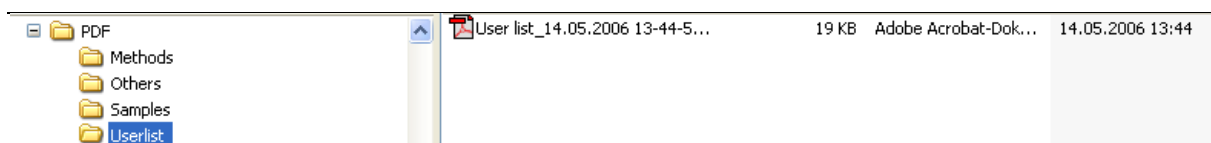
- Zugangsstufe
- Anmeldenamen
- Vollständiger Name
- Aktiv ja/nein
- Funktion

Operator	Rambo	Rita Rambach-Bosel	True	Titration-Laborantin	
Advanced operator	MML	Markwart Müller-Lüdenscheld	True	Laborant	*****

Die pdf-Datei wird in der gleichen Art und Weise über das Menü „Pdf“ im Pdf-Unterverzeichnis von TitriSoft erzeugt.



Die Form entspricht dem Ausdruck.



Neue Anwender werden unter „Anwender“ und „Neu“ erzeugt. Sie können dort auch gelöscht werden. Wenn eine Anwender sein Passwort vergessen hat, kann sein Passwort gelöscht werden mit „Passwort löschen“. Unabhängig davon, ob ein neues Passwort vergeben wird, muss der Anwender beim ersten Login sein Passwort ändern.

Anwender typ	Name	Vollständiger Name	Aktiv	Funktion	Passwort
Administrator	sysop	System Operator	☒	System Verwalter	*****
Routineanwender	system	system user	☒		*****
Fachmann	user	user: The standard user	☒	Experienced Laborant	*****
Administrator	sys	sys: The standard super user	☒	Reprove Manager	*****
Anwender	op	op: standard operator	☒	TitriSoft Operator	*****
Administrator	ad	ad: Administrator	☒	Administrator	*****
Administrator	niels	ikke	☒	Administrator	*****
Administrator	JP	Juergen Peters	☒	System Manager	*****
Laborleiter	au	AdUser	☒	Laboraty Manager	*****
Fachmann	test	Testperson	☒	Experienced Laborant	*****
Laborleiter	CK	Christoph Kapteina	☒	Advanced slave	*****
Routineanwender	Rambo	Rita Rambach-Bosel	☒	Titration-Laborantin	

Die Eigenschaften eines Anwenders sind:

- Anwender Typ oder Stufe
- (Anmelde-)Name
- Vollständiger Name
- Aktiv ja/Nein
- FunktionPasswort

Die gibt fünf Stufen für Anwender. Die Stufen sind mit bestimmten Funktionalitäten verbunden:

Stufe	Funktionen
Routineanwender	Kann im Titrations-Center titrieren
Anwender	Kann zusätzlich in die Datenbank
Fachmann	Kann zusätzlich im Methoden-Center alle Funktionen nutzen (außer Freigabe), wie Methoden erstellen und verändern, Variable anlegen. Kann Konfigurationen erzeugen, log-Dateien einstellen und ansehen. Kann das Audit Trail einsehen. Kann Proben und Methoden prüfen.
Laborleiter	Kann zusätzlich Proben und Methoden freigeben.
Administrator	Kann zusätzlich Löschen und Anwender anlegen

Der Anmeldename ist ein wichtiges Sicherheitselement für den Zugriff auf TitriSoft Funktionen. Er sollte daher nicht allgemein bekannt sein. Grundsätzlich ist natürlich ein solches Zugangskonzept nur dann sinnvoll, wenn mit einem Betriebssystem gearbeitet wird, in dem von vorneherein mit einer Zugangsberechtigung gearbeitet wird, wie z.B. mit Windows XP Professional oder Windows 2000.

Der vollständige Namen sollte dem tatsächlichen Namen entsprechen, er wird bei der Dokumentation verwendet.

Ein Anwender kann aktiv oder inaktiv sein. Inaktive Anwender können nicht mit TitriSoft arbeiten, sie sollten aber für nachträgliche Dokumentationen nicht aus der Datenbank entfernt werden.

Record Editor

Anwender Typ: Anwender
 Name: Routineanwender
 Vollständiger Name: Anwender
 Aktiv: Fachmann
 Funktion: Laborleiter
 Passwort: Administrator

OK Abbrechen

Die Funktion eines Anwenders kann als Text frei eingegeben werden, damit ist sichergestellt dass auch alle möglichen und auch ungewöhnlichen Funktionen verwendet werden können.

Anwender Typ: Anwender
 Name: MML
 Vollständiger Name: Markwart Müller-Lüdenscheid
 Aktiv: ☒
 Funktion: Laborant
 Passwort: Laborant

OK Cancel

In der Regel wird der Administrator ein Passwort vergeben, damit nicht Unbefugte mit der Software arbeiten können. Das Passwort sollte dann aber beim ersten Zugang verändert werden.

Anwender Typ: Anwender
 Name: MML
 Vollständiger Name: Markwart Müller-Lüdenscheid
 Aktiv: ☒
 Funktion: Laborant
 Passwort: *****

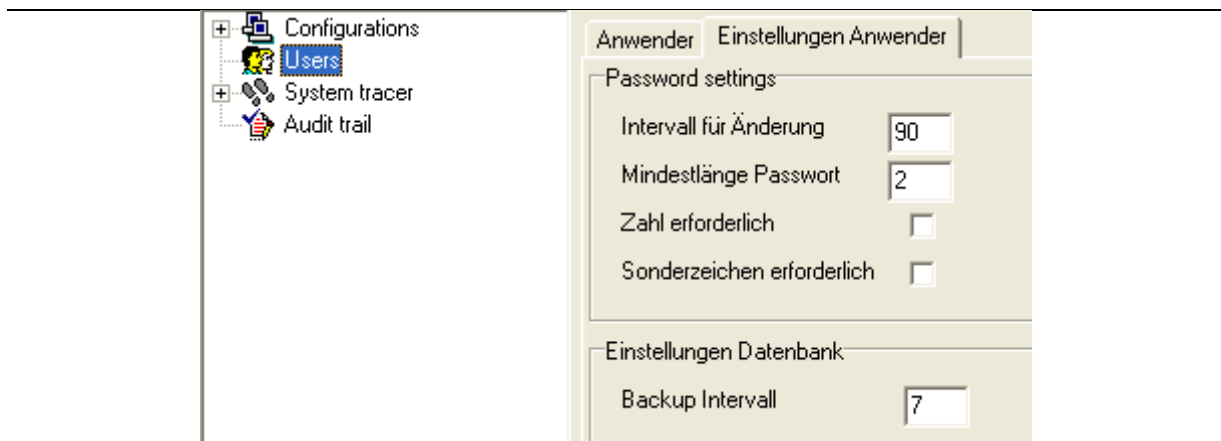
Nach der Eingabe werden die neuen Anwender der Liste hinzugefügt.

Routineanwender	Rambo	Rita Rambach-Bosel	☒	Titration-Laborantin	
Anwender	MML	Markwart Müller-Lüdenscheid	☒	Laborant	*****

Für das Passwort gibt es einige Bedingungen:

- Zeitraum für die Gültigkeit des Passwortes in Tagen
- Mindestanzahl der Zeichen für das Passwort
- Entscheidung, ob eine Zahl im Passwort vorkommen muss
- Entscheidung, ob ein Sonderzeichen im Passwort vorkommen muss

Zudem wird an dieser Stelle eingestellt, in welchen Zeitintervallen (in Tagen) die Datenbank gesichert werden soll.

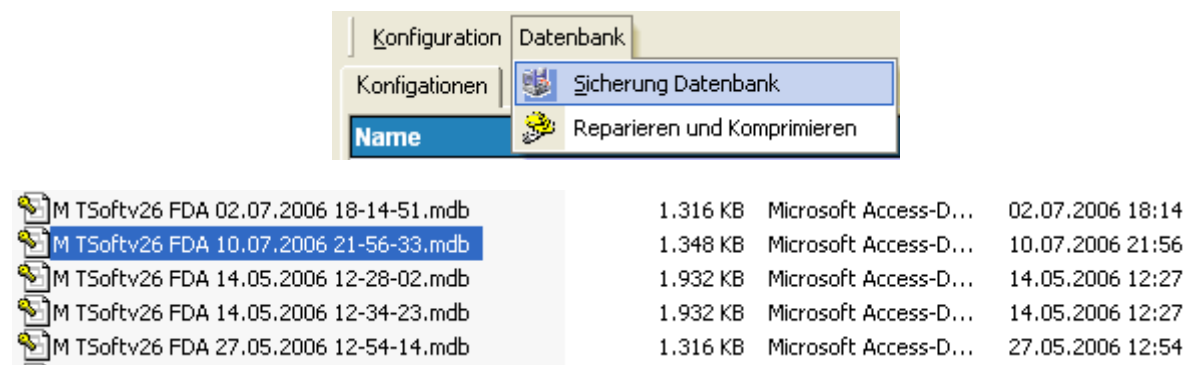


7.3. Kopien elektronischer Datensätze

Elektronische Kopien können grundsätzlich auf zwei verschiedene Arten erzeugt werden:

- Kopie der kompletten Datenbank. Diese Form benötigt aber TitriSoft oder (beschränkt wegen gespeicherter Binär-Daten) Access, um wieder auf die Daten zugreifen zu können.
- In Form von pdf-Dateien unabhängig von TitriSoft und Access.

Die Datenbank wird einfach mit einem Klick auf „Datenbank“ „Sicherung Datenbank“ gesichert. Es erfolgt eine komplette Kopie, in dem das aktuelle Datum und die Uhrzeit dem Dateinamen angehängt werden. Etwas gewöhnungsbedürftig können die Dateinamen von Kopien der Kopien werden.



Für alle weiteren folgenden Informationen können pdf-Dateien erzeugt werden, die mit automatischen Dateinamen in voreingestellte Verzeichnisse kopiert werden.

Pdf-Dateien können erzeugt werden für:

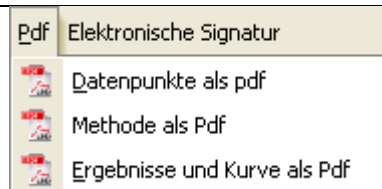
- Liste der Anwender



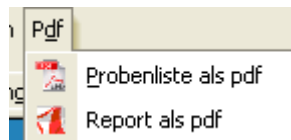
- Methodendokumentation



- Probeninformation Datenpunkte
- Ergebnisse und Kurve
- Methode im Datenbank-Center



- Probenliste vertikal in der Bildschirm Form im Titrations-Center
- Definierter Report im Titrations-Center



7.4. „Audit Trail“

Audit Trail besteht aus einer Datenbanktabelle, in der alle Veränderungen der elektronischen „Records“ gespeichert werden. Das Audit Trail kann im Konfigurations-Zentrum eingesehen und dokumentiert werden.

Auf der linken Seite des Bildschirms wird „Audit Trail“ mit der Maus angeklickt. Auf der rechten Seite wird die Tabelle dargestellt.

Kurzbezeichnung	Datum	Zeit	Zeitzon	Beschreibung	Kommentar
Datenbankaktion : Verändert					
+ Anwender : user: The standard user					
+ Anwender : ad: Administrator					
+ Anwender : Christoph Kapteina					
247	09.03.2006	17:01:29	GMT +1	An analysis with name Calibration Fluoride has been updated in configuration 1	calibration with 3 standards s...
253	09.03.2006	17:03:33	GMT +1	An analysis with name Measure Fluoride has been updated in configuration 1	Measure Fluoride finished
261	09.03.2006	17:15:04	GMT +1	An analysis with name Standard Addition Fluoride has been updated in configuration 1	Standard Addition saved and f...
272	09.03.2006	17:17:34	GMT +1	An analysis with name Standard Addition Fluoride has been updated in configuration 1	Name of variable changed in ...

Die Audit Trail Information kann auf folgende Art und Weise gesichert oder dokumentiert werden:

- Kopie der Datenbank mit Datenbank sichern.
- Inhalt oder besser markierten Inhalt drucken.
- Inhalt oder besser markierten Inhalt als pdf-Datei ausgeben. Die pdf-Datei ist inhaltlich identisch mit dem Ausdruck. Die Ausgabe erfolgt automatisch in das pdf-Verzeichnis.

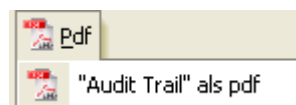
Für den Ausdruck werden zunächst die gewünschten Daten ausgewählt. Ein Ausdruck eines Audit Trails über einen längeren Zeitraum kann mehrere hundert Seiten beinhalten. Bei der Auswahl sollte man sich dessen bewusst sein. Einträge werden markiert, indem der erste Eintrag mit der Maus angeklickt wird und dann der letzte Eintrag mit gedrückter Umschalttaste und linker Maustaste markiert wird.

4351	Leonie Howind u. Chris	14:22:58	GMT +1	An analysis with name Triethanolamin with HCl has been updated in configuration 1	change of method; smaller line...
4352	Leonie Howind u. Chris	14:23:07	GMT +1	An analysis with name Triethanolamin with HCl has been updated in configuration 1	
4363	Leonie Howind u. Chris	16:51:10	GMT +1	An analysis with name HCl with Triethanolamin has been updated in configuration 1	

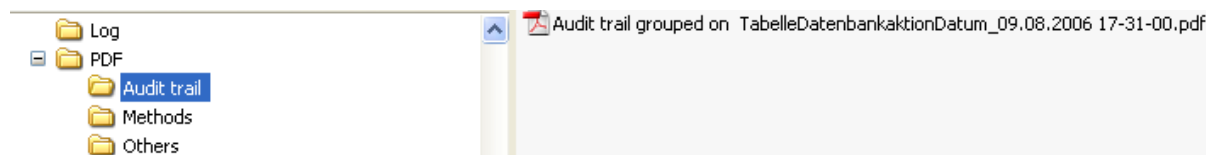
Mit dem Menü „Drucken“ und „Audit Trail drucken“ wird die Druckvorschau angezeigt, aus der heraus der Ausdruck gestartet werden kann.



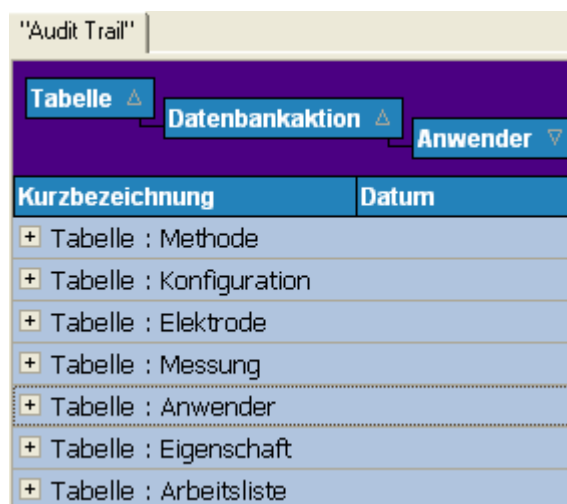
Mit dem Menü „Pdf“ und „Audit Trail als pdf“ wird die pdf-Datei automatisch ohne weitere Abfrage erzeugt.



Die Datei wird im Titrisoft-Verzeichnis „\PDF\Audit Trail“ gespeichert.



Das Audit Trail kann nach allen zur Verfügung stehenden Kriterien sortiert werden. Das Selektionskriterium wird mit linker Maustaste markiert und mit gedrückter Maustaste in den oberen violetten Bereich gezogen („Drag and drop“). Mehrere Kriterien lassen sich dabei kombinieren, wie es in der folgenden Abbildung gezeigt wird. Hier werden die zur Verfügung stehenden Tabellen angezeigt,



Die Datenbankaktion bezieht sich in aller Regel auf Hinzufügen, Ändern und Löschen. Bei den Anwendern werden noch z.B. erfolglose Logins gespeichert. Drei erfolglose Logins führen zu einer automatischen Sperrung des Anwenders.

Die folgende Abbildung zeigt die möglichen Datenbankaktionen.

"Audit Trail"		
Tabelle 	Datenbankaktion 	Anwender 
Kurzbezeichnung	Datum	Zeit
- Tabelle : Methode		
+ Datenbankaktion : Zugefügt		
+ Datenbankaktion : Verändert		
- Tabelle : Konfiguration		
+ Datenbankaktion : Zugefügt		
+ Datenbankaktion : Verändert		
- Tabelle : Elektrode		
+ Datenbankaktion : Zugefügt		
+ Datenbankaktion : Verändert		
- Tabelle : Messung		
+ Datenbankaktion : Zugefügt		
+ Datenbankaktion : Gelöscht		
+ Datenbankaktion : Verändert		
- Tabelle : Anwender		
+ Datenbankaktion : Anwender einloggen		
+ Datenbankaktion : Login Bestätigung		
+ Datenbankaktion : Login fehlgeschlagen		
+ Datenbankaktion : Zugang gesperrt		
+ Datenbankaktion : Passwortbedingungen aktualisieren		
+ Datenbankaktion : Anwender hinzugefügt		
+ Datenbankaktion : Anwender gelöscht		
- Tabelle : Eigenschaft		
+ Datenbankaktion : Zugefügt		
+ Datenbankaktion : Gelöscht		
+ Datenbankaktion : Verändert		
- Tabelle : Arbeitsliste		
+ Datenbankaktion : Verändert		

In der folgenden Abbildung wird noch zusätzlich selektiert, wer die Änderungen durchgeführt hat.

Tabelle	Datenbankaktion	Anwender
Kurzbezeichnung	Datum	
- Tabelle : Methode		
+ Datenbankaktion : Zugefügt		
- Datenbankaktion : Verändert		
+ Anwender : Leonie Howind u. Christian Funk		
+ Anwender : Rahul Deshpande		
+ Anwender : Friederike Häuser		
+ Anwender : Christoph Kapteina		
+ Anwender : ad: Administrator		
+ Anwender : sys: The standard super user		
+ Anwender : user: The standard user		

Wenn das kleine Pluszeichen vor dem Anwender mit der Maus angeklickt wird, werden die entsprechenden Einträge, in einigen Fällen mit zusätzlichem Kommentar, angezeigt.

Tabelle	Datenbankaktion	Anwender				
Kurzbezeichnung	Datum	Zeit	Zeitzone	Beschreibung	Kommentar	
- Tabelle : Methode						
+ Datenbankaktion : Zugefügt						
- Datenbankaktion : Verändert						
- Anwender : Leonie Howind u. Christian Funk						
1834	11.07.2006		13:59:26 GMT +1	An analysis with name KBr titrieren has been updated in configuration 1	Endekriterium auf 10 ml und 240 mV	
1838	11.07.2006		14:10:43 GMT +1	An analysis with name KBr titrieren has been updated in configuration 1	Ende 220 mV eingestellt	

Der Ausdruck (und die pdf-Datei) entspricht der Bildschirmformation.

Tabelle	Datenbankaktion	Anwender				
Kurzbezeichnung	Datum	Zeit	Zeitzone	Beschreibung	Kommentar	
- Anwender : Christoph Kapteina						
247	09.03.2006	17:01:29	GMT +1	An analysis with name Calibration Fluoride has been updated in configuration 1	calibration with 3 sta...	
253	09.03.2006	17:03:33	GMT +1	An analysis with name Measure Fluoride has been updated in configuration 1	Measure Fluoride fini...	
261	09.03.2006	17:15:04	GMT +1	An analysis with name Standard Addition Fluoride has been updated in configuration	Standard Addition sa...	
272	09.03.2006	17:17:34	GMT +1	An analysis with name Standard Addition Fluoride has been updated in configuration	Name of variable cha...	

Die Selektionskriterien werden mit ausgedruckt, damit nicht fälschlicherweise vermutet werden kann, dass es sich um eine vollständige Auswahl der Datenbank handelt.

Audit trail grouped on : Tabelle,Datenbankaktion,Anwender

Methode, Verändert, Christoph Kapteina

Kurzbezeichnung	Datum	Zeit	Zeitzone	Beschreibung
247	09.03.2006	17:01:29	GMT +1	An analysis with name Calibration Fluoride has been updated in configuration 1
253	09.03.2006	17:03:33	GMT +1	An analysis with name Measure Fluoride has been updated in configuration 1
261	09.03.2006	17:15:04	GMT +1	An analysis with name Standard Addition Fluoride has been updated in configuration 1
272	09.03.2006	17:17:34	GMT +1	An analysis with name Standard Addition Fluoride has been updated in configuration 1

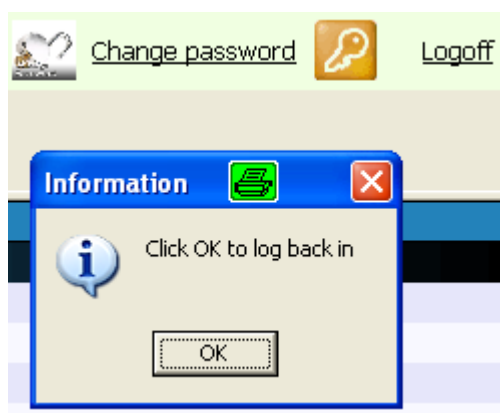
7.5. Elektronische Signatur

Die relevanten elektronischen Informationen in TitrSoft sind die Methoden und die Titrationsergebnisse. Beide können mit einer elektronischen Signatur versehen werden. Eine elektronische Signatur besteht immer aus zwei unabhängigen Elementen:

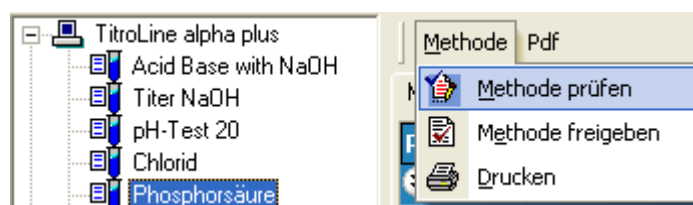
- „Technische“ Prüfung von jemand mit entsprechender Berechtigung
- „Freigabe“ nach erfolgter technischer Prüfung durch eine weitere Person mit entsprechender Berechtigung.

Dabei müssen Methodenersteller, Prüfer und Freigebender unterschiedliche Personen sein.

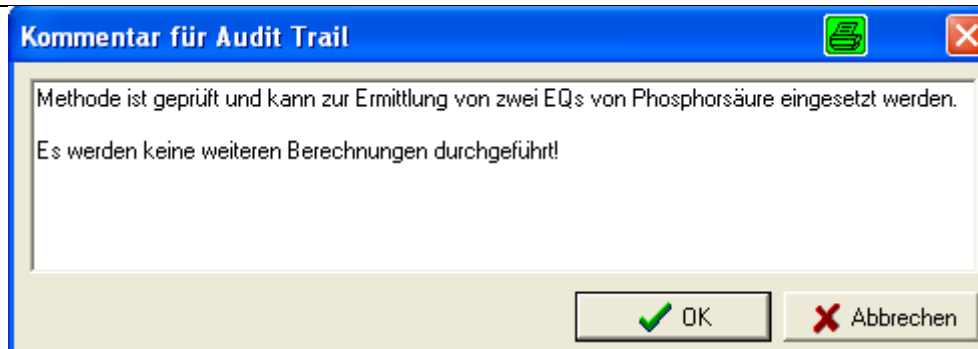
Dabei können auch mehrere Methoden hintereinander geprüft oder freigegeben werden. Es können nach dem Einloggen beliebig viele Methoden geprüft oder freigegeben werden. Nach einem „Logoff“ (oben links auf dem Bildschirm), kann der neu eingeloggte Anwender gemäß seiner Berechtigung in Serie prüfen oder freigeben.



Zur Prüfung wird die Methode auf der linken Bildschirmseite ausgewählt und dann über „Methode“ und „Methode prüfen“ geprüft.



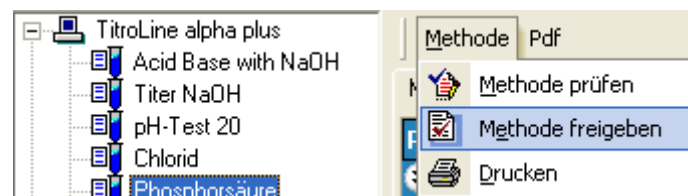
Zu jedem Vorgang ist ein Kommentar möglich, der in das Audit Trail eingetragen wird.



Die Methodeninformation wird entsprechend aktualisiert. Es werden Datum und Uhrzeit, sowie der vollständige Name der Prüfers und seine Funktion eingetragen.

Elektronische Signatur	
Prüfer	ad: Administrator
Funktion Prüfer	Administrator
Prüfdatum	17.07.2006 21:34:35

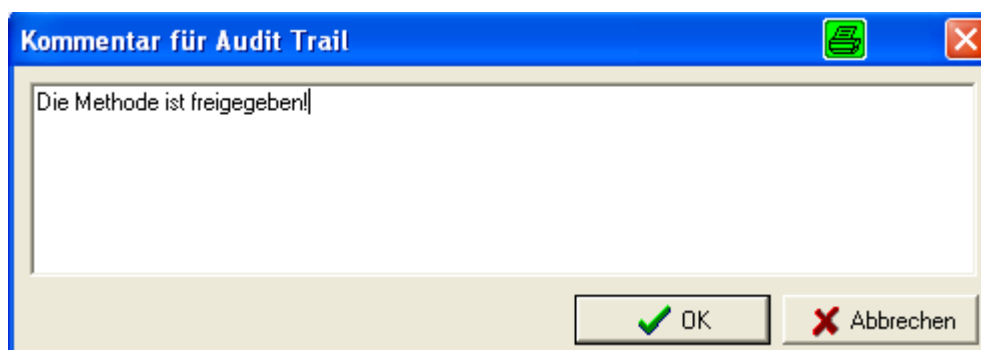
Die Freigabe erfolgt analog der Prüfung.



Ist in TitrSoft noch ein Anwender aktiv, d. h. er hat sich nicht ausgeloggt, erscheint ein Loginfenster, in dem die freigebende Person Namen und Passwort eingeben kann.



Entsprechend ist die Eingabe eines Kommentars möglich.



In der Methode werden beide Vorgänge, Prüfung und Freigabe, dokumentiert und werden auch mit ausgedruckt.

Elektronische Signatur	
Prüfer	ad: Administrator
Funktion Prüfer	Administrator
Prüfdatum	17.07.2006 21:34:35
Freigabeperson	sys: The standard super user
Funktion Freigabeperson	Reprove Manager
Freigabe Datum	17.07.2006 21:37:23

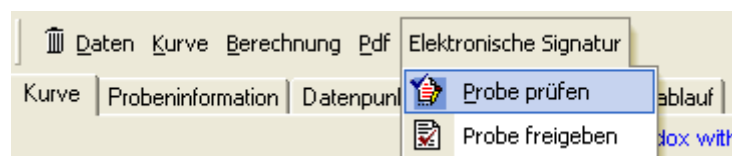
Für eine freigegebene Methode wird automatisch eine pdf-Datei des Methodenausdrucks erzeugt.

 Analysis__Chlorid_27.05.2006 17-31-23.pdf	19 KB	Adobe Acrobat-Dok...	27.05.2006 17:31
 Analysis__Phosphorsäure_17.07.2006 21-37-57.pdf	30 KB	Adobe Acrobat-Dok...	17.07.2006 21:37

In dem „Ausdruck“ ist Datum und Uhrzeit der Prüfung und Freigabe dokumentiert. Nicht geprüfte und freigegebene Methoden haben als Voreinstellung 30.12.1899 oder 01.01.1980 in der Methode stehen.

Phosphorsäure	
Phosphorsäure	
Einstellungen für die Methode	
Name der Methode	Phosphorsäure
Zuletzt verändert	17.07.2006 21:37:57
Status	Freigegeben
Erstellt von	Christoph Kapteina
Gemessene Messeinheit	
UOM	Titration
pH	TL_Alpha plus-1-pHA
Verwendete Reagenzien	
Chemicals	Buret
HCl 0,1 mol/l	T 110-2
NaOH 0,5 mol/l	TL_Alpha plus-1
Berechnungen	
Type	Name
Ergebnis	EQ2-EQ1
Ergebnis	EQ 1 in ml
Ergebnis	EQ 2 in ml
Kommentar zur Methode	
Kommentar	
Elektronische Signatur	
Prüfer	ad: Administrator
Funktion Prüfer	Administrator
Prüfdatum	17.07.2006 21:34:35
Freigabeperson	sys: The standard super user
Funktion Freigabeperson	Reprove Manager
Freigabe Datum	17.07.2006 21:37:23

Für Proben ist das Vorgehen identisch. Über den Menüpunkt „Elektronische Signatur“ und „Probe prüfen“ kann eine Methode ihr Prüfsiegel erhalten.



Bei mehreren Prüfungen oder Freigaben empfiehlt sich ein Logout, um einfacher hintereinander prüfen oder freigeben zu können.



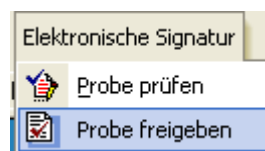
Wenn noch ein Anwender eingeloggt ist, muss für jede Probe ein neues Login erfolgen.

Jede Prüfung oder Freigabe ist mit einem Kommentar möglich, der im Audit Trail eingesehen werden kann.

Auch hier wird mit vollständigem Namen, Funktion und Datum/Uhrzeit dokumentiert.

Elektronische Signatur	
Prüfer	Juergen Peters
Funktion Prüfer	System Manager
Prüfdatum	17.07.2006 21:42:26

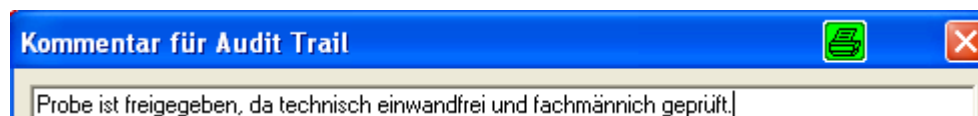
Entsprechend funktioniert die Freigabe einer Probe.



Da immer nur drei unterschiedliche Personen zu einer Freigabe führen (Ersteller, Prüfer und Freigebender) erscheint eine Fehlermeldung sobald eine Person zwei unterschiedliche Aufgaben wahrnehmen möchte.



Ein Kommentar ist auch bei der Freigabe der Probe möglich.



Die Prüfung und Freigabe werden mit der Probe gespeichert.

Elektronische Signatur	
Prüfer	Juergen Peters
Funktion Prüfer	System Manager
Prüfdatum	17.07.2006 21:42:26
Freigabeperson	sys: The standard super user
Funktion Freigabeperson	Reprove Manager
Freigabe Datum	17.07.2006 21:44:52

Notitzen, Notes

SCHOTT Instruments GmbH

Postfach 24 43
D-55014 Mainz
Hattenbergstraße 10
D-55122 Mainz

Tel.: +49 (0)6131/66-5111
Fax: +49 (0)6131/66-5001
E-Mail: titration@schottinstruments.com
www.schottinstruments.com

SCHOTT
Instruments