

**Kurz -  
Gebrauchsanleitung**

**TitroLine *alpha***

**SCHOTT**

### 1. Auspacken

Die Verpackung des Titriergerätes **TitroLine *alpha*** beinhaltet: Das Grundgerät mit Dosieraufsatz 10, 20 oder 50 ml, Betriebssoftware, Netzteil und -kabel, Rühreranschlusskabel und Mini-PC-Tastatur. Sollte die Memory-card mit der Betriebssoftware nicht eingebaut sein, so montieren Sie diese laut Gebrauchsanleitung. Danach sind das Netzteil und die Tastatur anzuschließen.

### 2. Montage des Stativs

Die im Zubehör-Set TZ 1850 enthaltene Stativstange wird mit der schwarzen Stativstangenhalterung an der Bodenplatte des TitroLine *alpha* befestigt.

### 3. Anschluss eines Rührers

Der Magnetrührer TM 125 oder der Stabrührer TM 128 werden an der Stativstange befestigt.

Die Buchse „Titrator“ des Magnetrührers TM 125 ist mit dem Kabel TZ 1583 und der Buchse „Stirrer“ des TitroLine *alpha* zu verbinden. Zusätzlich ist das Netzteil des Rührers an die Buchse „Netz/Power“ anzuschließen.

Der Drehkopf zur Einstellung der Rührgeschwindigkeit wird auf ca. halbe Geschwindigkeit voreingestellt.

Das mitgelieferte Netzteil versorgt den Stabrührer TM 128 mit Strom. Ein Steuersignal vom TitroLine *alpha* ist nicht vorhanden. Die Drehzahl des Rührers wird mit dem seitlichen Drehknopf manuell eingestellt.

### 4. Anschluss von Elektroden

Die Elektrodenklammer wird oberhalb des Rührers auf die Stativstange geschoben. Indikatorelektroden und Einstabmessketten werden mit ihrem Elektrodenkabel (bei Steckkopfelektroden mit Kabel K1A) an die DIN-Buchse „Electr.“ angeschlossen. Wird eine separate Bezugs elektrode, z. B. B 3520 mit Kabel B1N verwendet, so ist diese mit der „Ref.“-Buchse zu verbinden.

Doppel-Platinelektroden, z. B. für die Wasserbestimmung nach Karl-Fischer, werden mit Kabel K1NN an die mit „KF“ bezeichneten Buchsen angeschlossen.

Wird ein Temperaturmessfühler verwendet, ist dieser mit den „Pt 1000“ bezeichneten Buchsen zu verbinden.

### 5. Anschluss der Titrierspitze und der Vorratsflasche (TZ 1850)

Die Titrierspitze wird mit dem vom Ventil nach vorn zeigenden Titrierschlauch verschraubt. Der hintere Schlauch ist mit dem Flaschenaufsatz der Titriermittelflasche zu verschrauben. **Alle Verschraubungen nur mit der Hand anziehen.** Die Glasgewinde werden bei großer Gewalteinwirkung beschädigt. Das Ventil-Schlauch-System muss dicht sein, es darf keinesfalls Nebenluft gezogen werden. Die Beeinflussung des Titriermittels durch die Umgebungsluft wird durch ein mit Trocknungsmittel gefülltem Trockenrohr ausgeschlossen.

### 6. Erstbefüllung des Dosierkolbens

Unter die Titrierspitze ein Auffanggefäß stellen. Das Gerät einschalten. Auf dem Display wird der Aufsatzcheck gezeigt. **Während dieser Anzeige** kann mit der <Fill>-Taste das Spülprogramm gestartet werden. Es ist solange zu spülen, bis keine Luftblasen mehr aus der Titrierspitze kommen und der Zylinder restlos gefüllt ist. Die Verschraubungen jetzt auf Dichtheit prüfen und noch mal vorsichtig nachziehen.

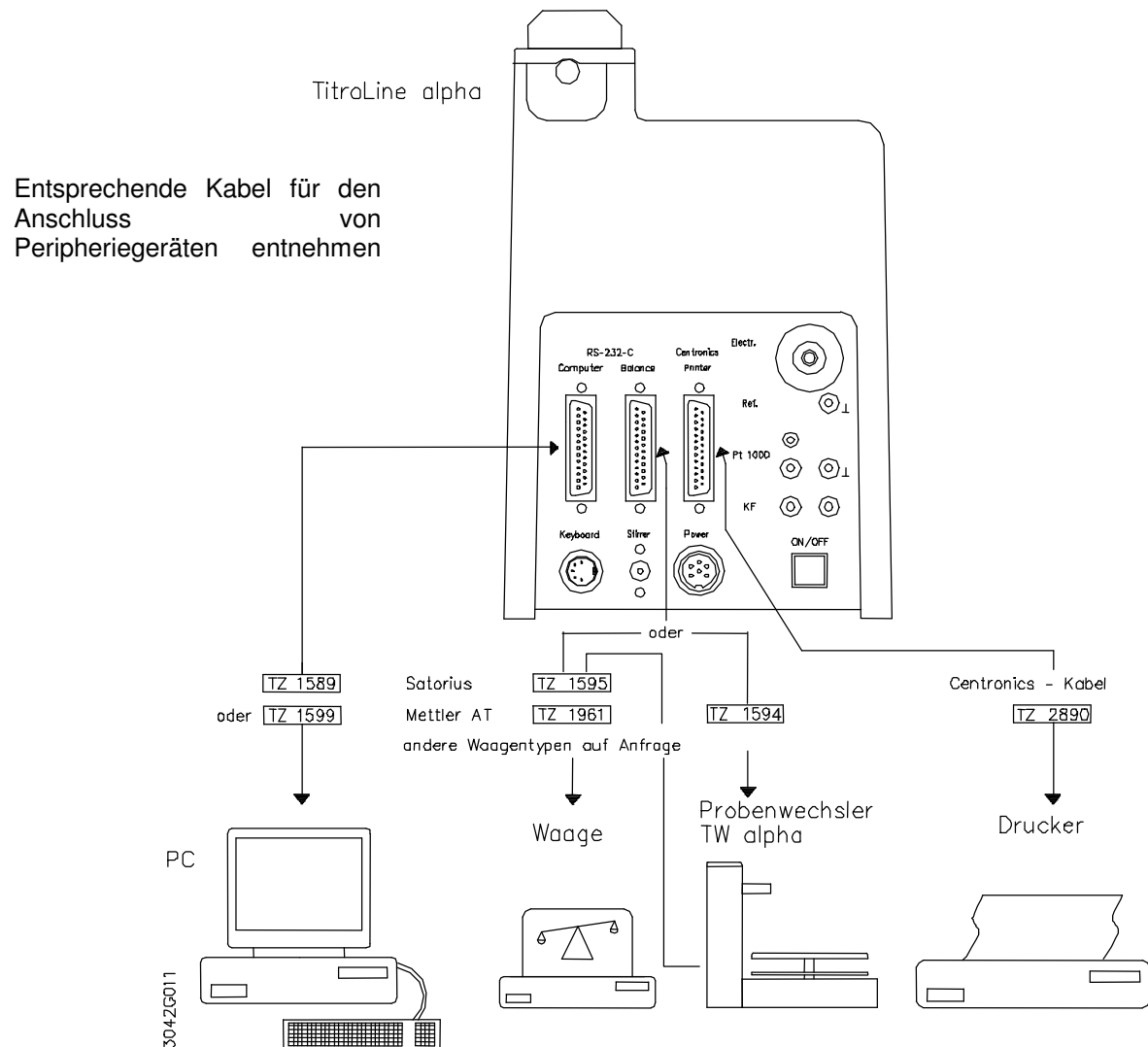
### 7. Der komplette Arbeitsplatz für pH-Titrationen sieht so aus:



TitroLine *alpha* mit Rührer, Titriermittelflasche, Tastatur und Drucker



**8. Anschluss von Drucker, Waage, Titrationsprobenwechsler TW *alpha* oder PC**



Bei Gebrauch des Probenwechslers TW *alpha* schließen Sie die Waage an seiner Schnittstelle 2 an.

Hinweis: Wenn eine Tastatur, ein Drucker oder eine Waage an den Titrator TitroLine *alpha* angeschlossen ist, muss der Titrator aus- und wieder eingeschaltet werden, um die Initialisierung des Systems zu starten.

**9. Karl-Fischer Titration mit Titrierstand TM KF und Titriergefäß TZ 1770**



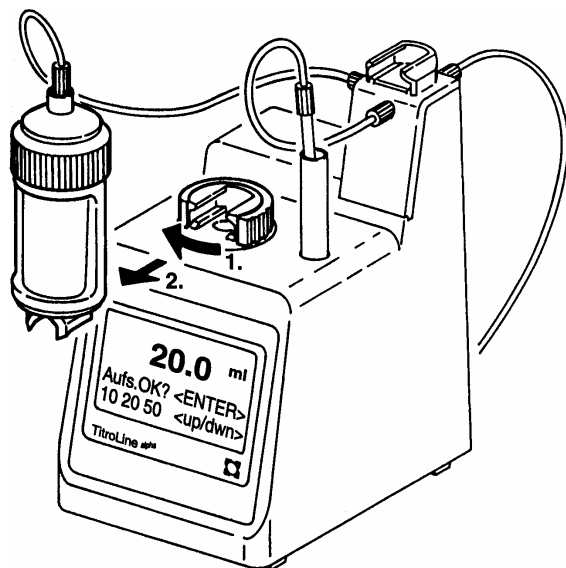
- Ersetzen Sie den am TitroLine *alpha* montierten Titrierschlauch gegen den bereits im Titriergefäß vormontierten.
- Befüllen Sie das Trockenrohr mit Molekularsieb und stecken es in die NS 14 Bohrung des Titriergefäßes.
- Schließen Sie die Doppelplatinelektrode TZ 1106 an die vorgesehenen Buchsen (KF) des Titrators TitroLine *alpha* und montieren Sie die Elektrode in die NS 7,5 Öffnung des Titriergefäßes.
- Siehe auch die Gebrauchsanleitung des TM KF.

Der komplette Karl-Fischer Arbeitsplatz sieht so aus:

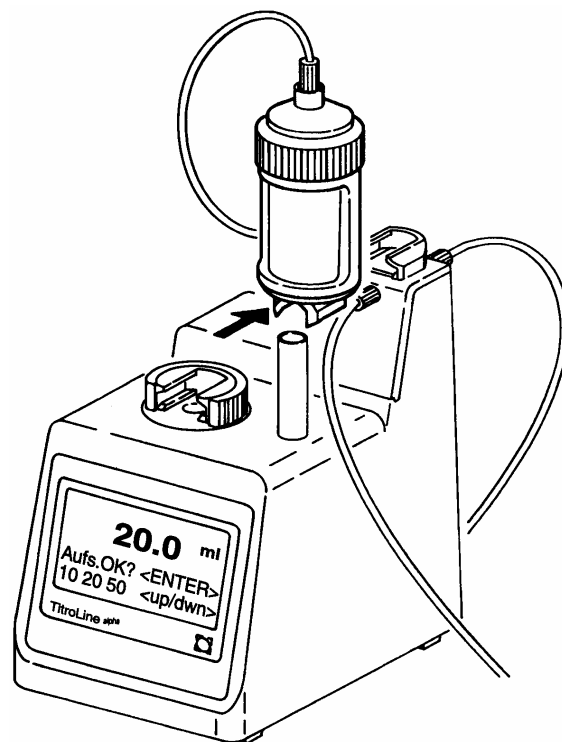


**Wechselbare Dosieraufsätze für TitroLine *alpha***

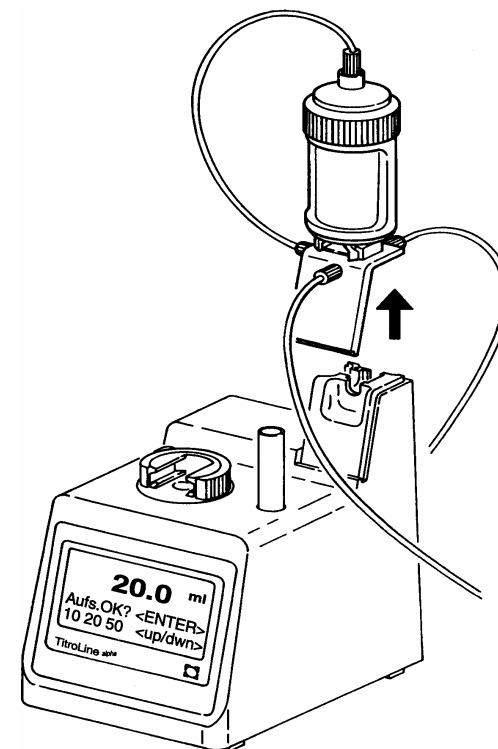
Der Titrator TitroLine *alpha* wird mit einem 10, 20 oder 50 ml Dosieraufsatz geliefert. Sollen Titrationsen mit verschiedenen Titrimitteln durchgeführt werden, lassen sich die Dosieraufsätze leicht auswechseln. Es können auch Dosieraufsätze mit unterschiedlichen Voluminen eingesetzt werden.



**Abb. 1**  
Entriegeln und Abnehmen des  
Dosieraufsatzes vom Antrieb



**Abb. 2**  
Schieben des Dosieraufsatzes auf den Ventilsitz



**Abb. 3**  
Wechsel des Dosieraufsatzes mit Ventilsitz und daran  
befestigtem Ventil

Danach kann der neue Dosieraufsatz aufgesetzt werden. Wird eine andere Volumengröße verwendet, muss diese über das Menü des Titrators TitroLine *alpha* eingegeben werden (Aufsatzcheck nach Einschalten des Titrators TitroLine *alpha*).

Das Titriergerät **TitroLine *alpha*** ist mit seinem integriertem Bürettenteil ein kompakter Titrator. Um Ihnen das Aufstellen und die Inbetriebnahme zu erleichtern, haben wir in dieser Kurzgebrauchsanleitung die wichtigsten Informationen und das schrittweise Vorgehen mit dem TitroLine *alpha* zusammen gestellt.

Zunächst erklären wir einige Begriffe, die immer wieder verwendet werden:

**Methode:**

Das Titriergerät TitroLine *alpha* besitzt 8 freie Methodenspeicher. Jede Methode besteht aus drei Bestandteilen: Titrationsparameter (MTH)  
 Kalkulation (CALC)  
 Dokumentaton (DOK)

Eine Methode beinhaltet alle notwendigen Informationen zur Durchführung einer Titration, der Berechnung des Ergebnisses und deren Dokumentation. Neue Geräte enthalten keine installierten Methoden. Diese sind vom Anwender, siehe „Erstellung einer Methode aus Standardparametern“, „Erstellung einer Kalkulation“ und „Erstellung einer Dokumentation“ zu installieren.

**Standardparameter (STD):**

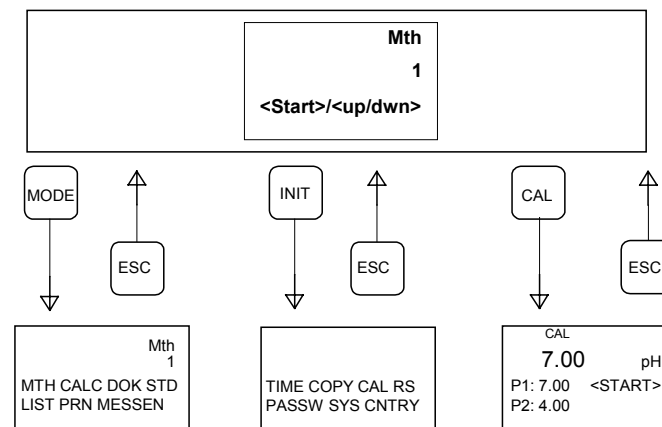
Unter Standardparametern verstehen wir die Zusammenstellung einer entsprechenden Kombination von Titrationsparametern, optimiert für eine Anwendung. Eine Übersicht der ca. 100 Standardparameter des TitroLine *alpha* finden Sie in der Tabelle „Liste der Standardparameter“. Durch Kopieren von Standardparametern in die 8 freien Methodenspeicher können Sie sich Ihre eigenen Methoden leicht erstellen.

**Titrationparameter (Mth):**

Titrationparameter geben dem Titrator die Anweisung, wie die Titration ausgeführt werden soll. Dazu gehören u. a. die Titrationsgeschwindigkeit, in welchen Schritten das Titriermittel zugegeben wird und die Bedingungen für das Ende der Titration. Für eine Reihe von Anwendungen haben wir diese Angaben in Form von Standardparametern vorgegeben, um Ihnen die Arbeit zu erleichtern.

Die vorgeschlagenen Titrationsparamter können Sie natürlich auch ändern und Ihrer Anwendung anpassen. Wie sie die Titration beeinflussen können, entnehmen Sie bitte dem Blatt „Übersicht Methodenentwicklung“.

Sollte irgendetwas nicht gleich funktionieren, finden Sie schnelle Hinweise für eine Lösung in der Übersicht „Was tun wenn...“.



MODE	Beschreibung	Kapitel
<b>MTH</b>	Erstellen der Methoden 1-8	5.3
<b>CALC</b>	Erstellen der Berechnungsformeln für jede Methode 1-8	5.4.2
<b>DOK</b>	Erstellen der Dokumentation für jede Methode 1-8	5.4.3
<b>STD</b>	Auswahl eines gespeicherten Standardparametersatzes	5.4.4
<b>LIST</b>	Drucken der Methodenübersicht, des Methodeninhaltes oder der Liste der Standardparameter	5.4.5
<b>PRN</b>	Wahl der Ausgabeinheit (Centronics oder RS) und Ausgabeart	5.4.6
<b>MESSEN</b>	Umschalten des Titrators TitroLine <i>alpha</i> auf Funktion „MESSEN“	5.4.7

INIT	Beschreibung	Kapitel
<b>TIME</b>	Setzen von Zeit und Datum	5.5.1
<b>COPY</b>	Kopieren oder Löschen von Methoden	5.5.2
<b>CAL</b>	Festlegen der Kalibrierbedingungen; Eingabe von Pufferwerten	5.5.3
<b>RS</b>	Konfigurieren der RS-Schnittstelle	5.5.4
<b>PASSW</b>	Eingabe oder Löschen eines Passwortes	5.5.5
<b>SYS</b>	Beeper, Auswahl Aufsatzgröße, Spülzyklen, Hauptanzeige, Aufsatz-Check, automatisches Füllen, Editieren von Standardparametern	5.5.6
<b>CNTRY</b>	Auswahl der Sprache des Gerätes	5.5.7

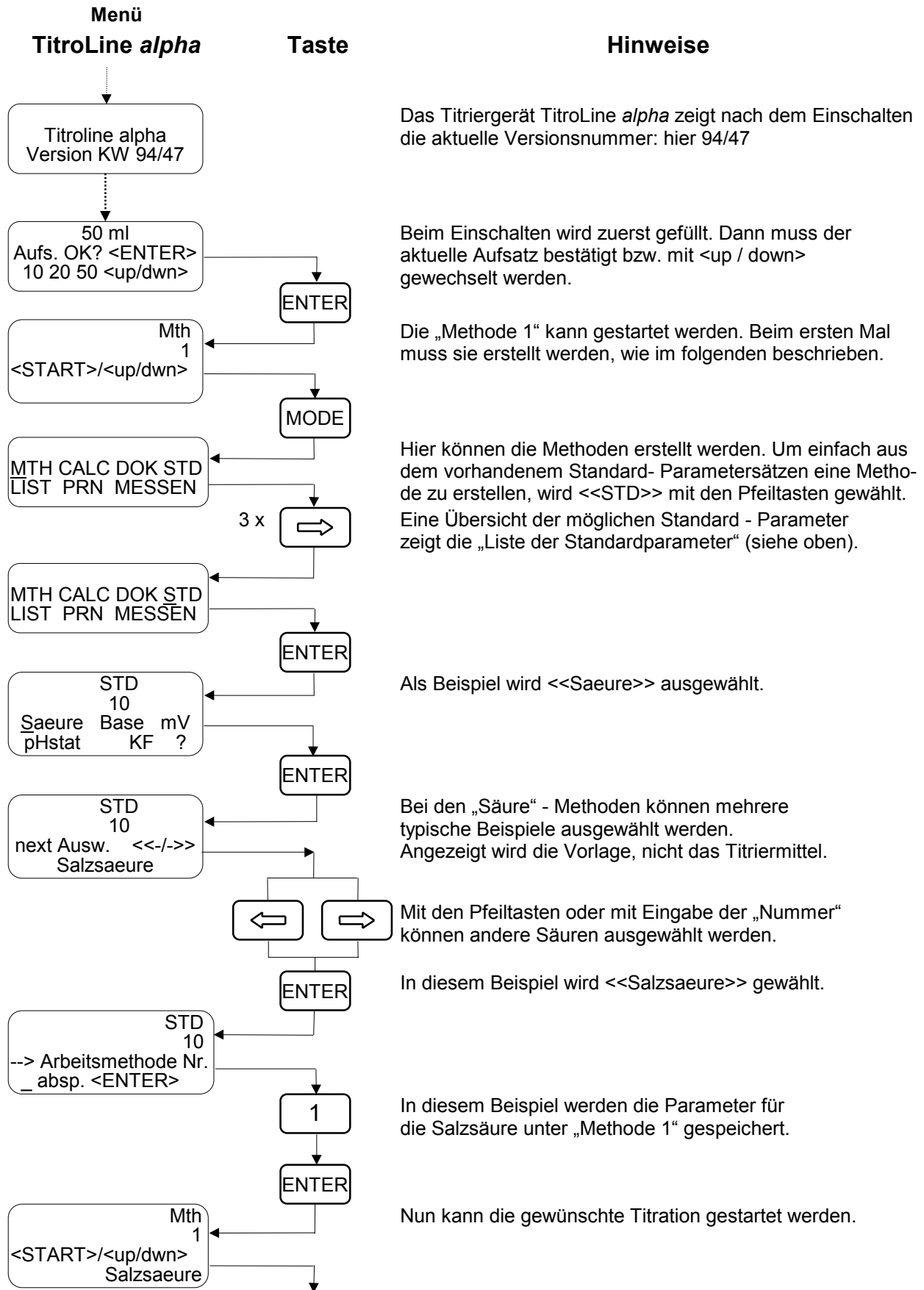
CAL	Beschreibung	Kapitel
	Durchführung der Kalibrierung von pH-Elektroden. Die unter <INIT>, <CAL> gewählten Puffer werden im Display angezeigt. Die Kalibrierung wird mit der <Start>-Taste gestartet.	5.6

Parameter-satz	Titrationstyp	Methodenname entspricht Vorlage
10	Starke Säure-Base – Titration, dynamisch mit 1 Äquivalenzpunkt	Salzsäure
		Schwefelsäure
		Salpetersäure
		Perchlorsäure
		Hydroxylzahl
		Starke Säure (1 EQ)
11	Schwache Säure-Base– Titration, dynamisch mit 1 Äquivalenzpunkt	Essigsäure
		Ameisensäure
		Borsäure
		Benzoesäure
		Carbonsäure (1 EQ)
		Zitronensäure
		Säurezahl
		Freie Fettsäure
		Carbonylzahl
		Säure allgemein (1 EQ)
12	Dynamisch mit 2 Äquivalenzpunkten	Phosphorsäure Säure allgemein (2 EQ)
13	starkes + schwaches Säure-Gemisch-Titration	Salzsäure+Essigsäure Säure-Gemisch (2 EQ)
14	Zweibasige Säure	Oxalsäure (2 EQ)
		Schwache Säure
15	Test einer Säure	Testtitration Säure
16	Endpunktstittation	Zitronensäure
17		KB 8.2 (p-Wert)
18		KB 4.3/8.2 (p+m)
19		KB 4.3 (m-Wert)
20		Weinsäure (Endpunkt)
		Gesamtsäure (Endpunkt)
21	Base-Säure –Titration mit starker Säure, 1 Äquivalenzpunkt	Natronlauge
		Kalilauge
		Verseifungszahl
		Starke Base (1 EQ)
22	Base-Säure –Titration mittlere Stärke 1 Äquivalenzpunkt	Amine (1 EQ)
		Base allgemein (1 EQ)
		Ammoniak

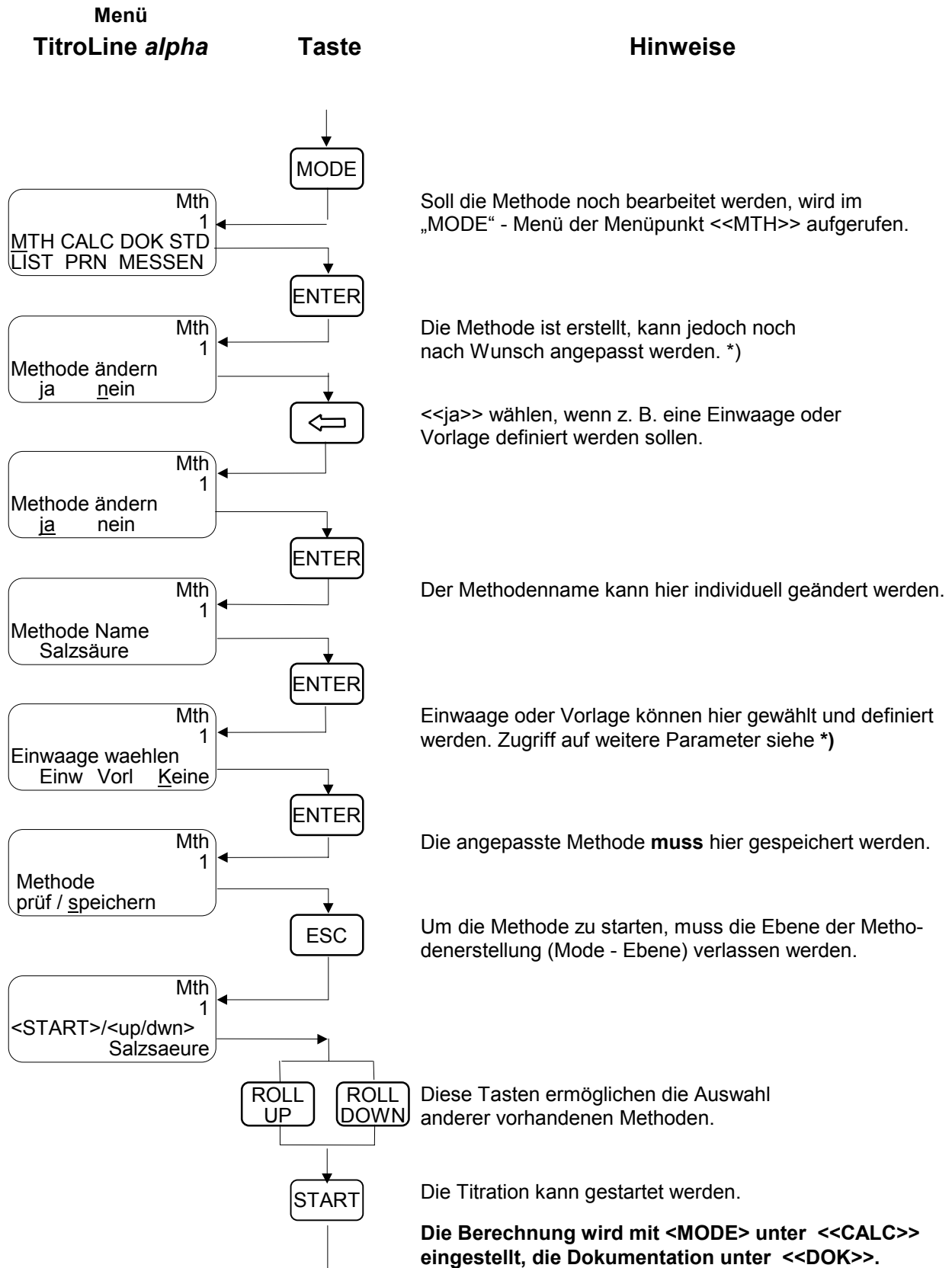
Parameter-satz	Titrationstyp	Methodenname entspricht Vorlage
23	Base-Säure –Titration schwache Base 1 Äquivalenzpunkt	Ammoniumstickstoff
		N-Kjeldahl
		Schwache Base (1 EQ)
24	Base-Säure –Titration 2 Äquivalenzpunkte	NaOH/Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
		Base allgemein (2 EQs)
25	Schwache Basen	Schwache Basen(2 EQs)
26	Test einer Base	Testtitration Base
27	Endpunktstittation	KS 4.3 (m-Wert)
28		KS 8.2/4.3 (p+m)
29		Titration in organischen Medien mit Säuren
	Epoxidz. DIN 53 188	
	TBN ASTM 664	
30	Basen in organischen Medien	Amine mit HClO <sub>4</sub>
		Gesamtbasizität
31	Säure in organischen Medien	TAN ASTM 664
32	Medien	Säurezahl in Harz
		NZ DIN 51 508 T2
33	Titrations mit Ag-Elektrode und AgNO <sub>3</sub> mittlerer Sprung	Chlorid 0,1 AgNO <sub>3</sub>
		Bromid 0,1 AgNO <sub>3</sub>
		Iodid 0,1 AgNO <sub>3</sub>
		Rhodanid 0,1 AgNO <sub>3</sub>
34	mV flacher Sprung	Cl (Trinkwasser)
		Chlorid in Spuren
35	mV mit zwei Sprüngen	Br/Cl 0,1 AgNO <sub>3</sub>
		I/Br 0,1 AgNO <sub>3</sub>
		I/Cl 0,1 AgNO <sub>3</sub>
37	mV ein Sprung	Cyanid 0,1 AgNO <sub>3</sub>
38	Redox Titration mit einem steilen Sprung	Eisen (II) Redox
		Natriumoxalat
		Cerimetrie
		Permanganometrie
39	Redox Titration	Dichromatometrie
40	Iodometrie Redox Titration mittlerer Sprung	Thiosulfat mit Iod
		Arsen (III) mit Iod
		Titration mit Iod

Parameter-satz	Titrationstyp	Methodenname entspricht Vorlage
41	Iodometrie mV-Titration fallend, ein Sprung	Iod mit Thiosulfat
		Cu(II) iodometrisch
		Zinn iodometrisch
		Sulfit iodometrisch
		Sulfid iodometrisch
		Peroxide iodometrisch
		H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> iodometrisch
Iodzahl DIN 53 241 T1		
42	Redox Titration fallend, ein Sprung	Sauerstoff
		Zucker
		Peroxid
43	Redox Titration steil fallend	CSB
44	Redox Titration langsam steigend	Diazotierung
45		Titer Bleilösung
46		Sulfat mit Pb(II)
47		Sulfat Blindwert
48		Fluorid mit La(III)
49	mV-Titration mit ionensensitiver Elektrode	Cu-ISE (Rücktitration)
		Cr(III) mit Cu-ISE
		Al Cu-ISE
		Ni Cu-ISE
50	mV-Titration mit 2 Sprüngen und ionensensitiver Elektrode	Ca/Mg mit ionensensitiver Calciumelektrode
51	mV-Titration mit ionensensitiver Elektrode	Cu mit ionensensitiver Kupferelektrode
52		Zn mit Cu-ISE Cd mit Cu-ISE
53	pH-stat-Titration	pH-stat allgemein
54		pH-stat Enzyme
55		pH-stat Bodenproben
56	KF-Titration	Wasser normal (1K)
57		Wenig Wasser (1K)
58		Verzögerte Abgabe(1K)

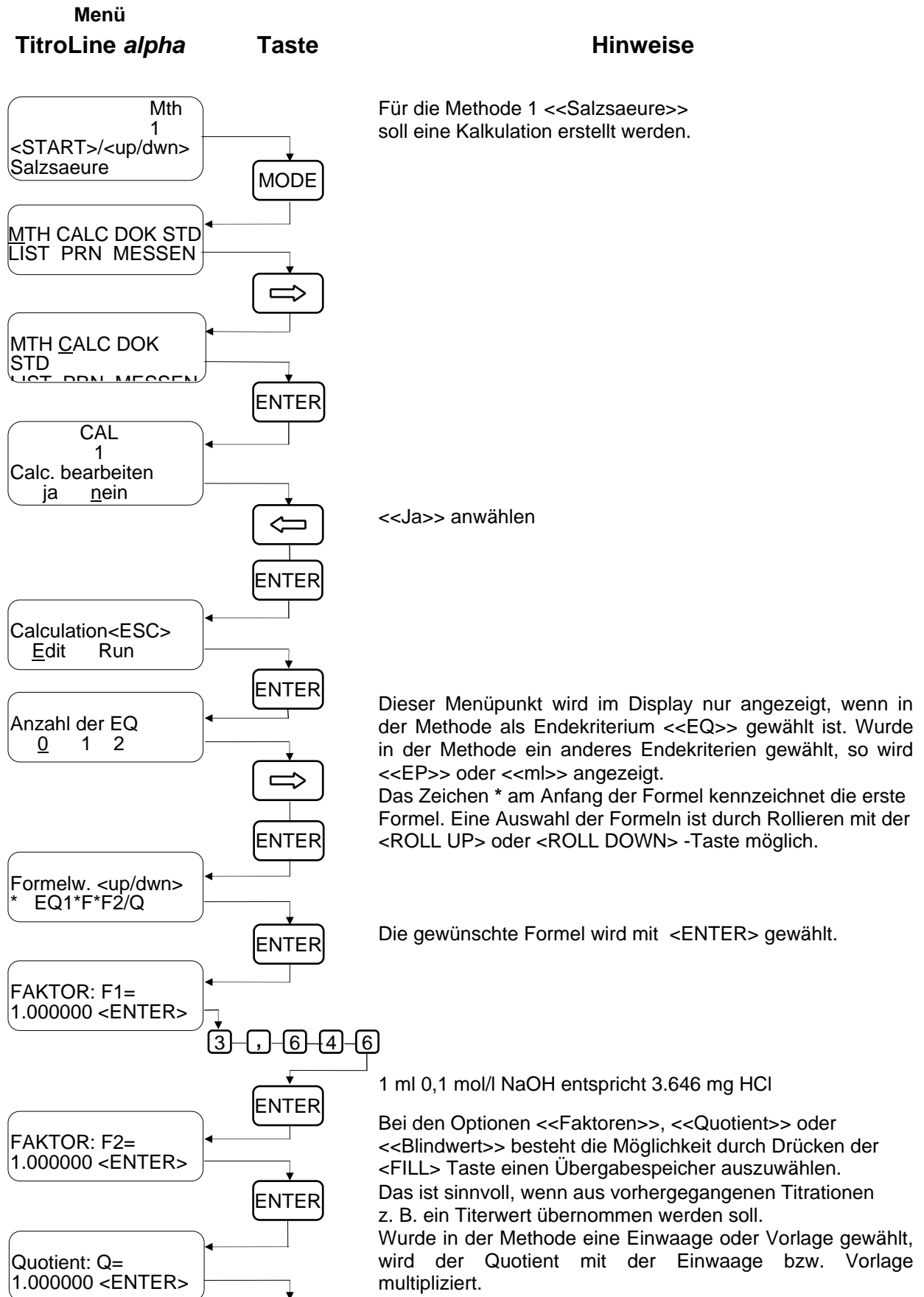
**Erstellung einer Methode aus Standardparametern**

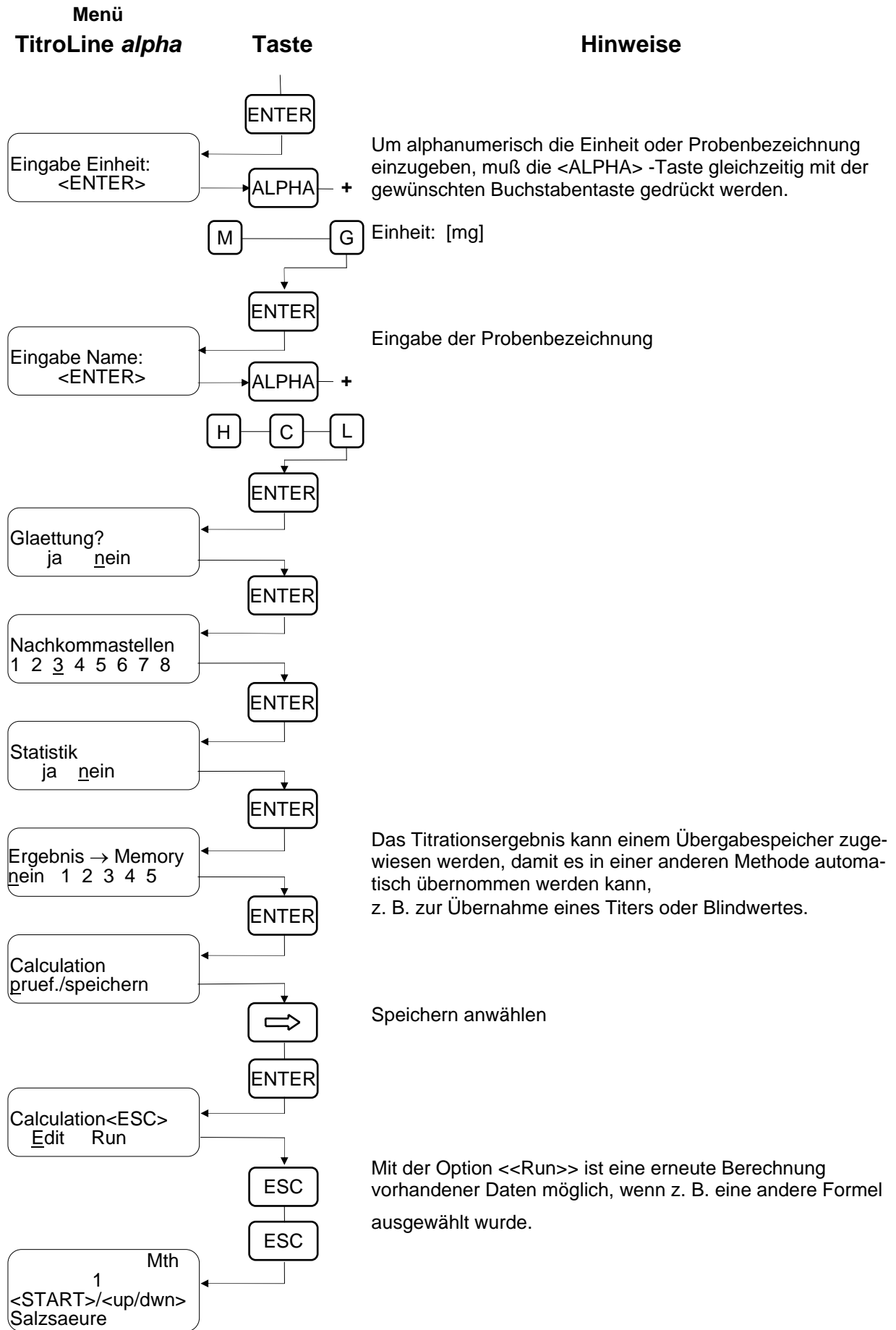


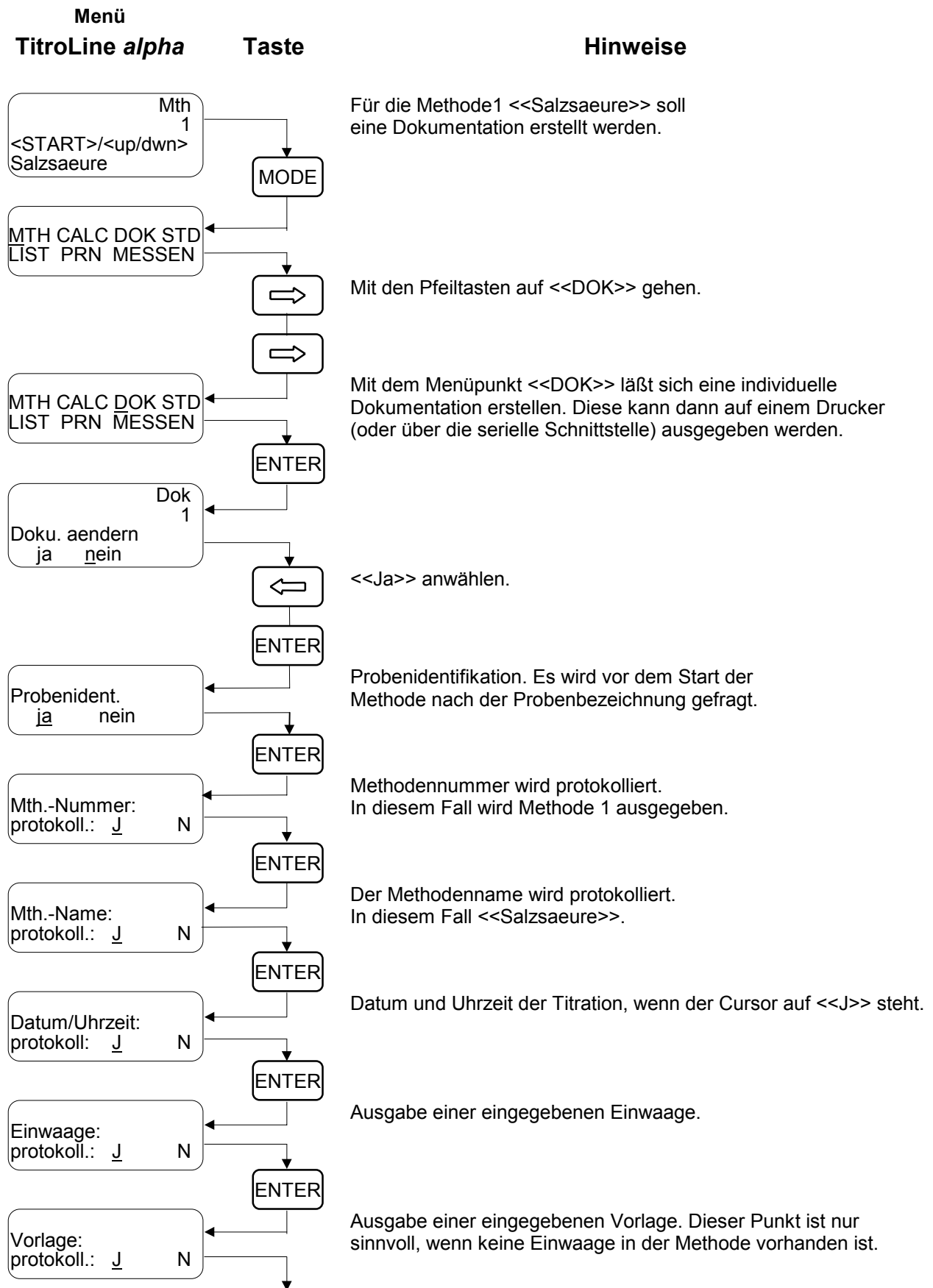
## Erstellung einer Methode aus Standardparametern



\*) Sollen die vorgeschlagenen Titrationsparameter geändert werden, muss zunächst im „INIT“- Menü unter <<SYS>> das Editieren der Standardparameter eingeschaltet werden. Danach ist ein Zugriff auf alle Parameter möglich.







Menü	Taste	Hinweise
Vortitrier-Vol.: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Ausgabe eines Vortitriervolumens. Nur wenn in der Methode vortitriert wird, ist die Auswahl sinnvoll.
Kalibrierdaten: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Ausgabe der Kalibrierdaten. Nur sinnvoll bei pH-Methoden.
Cal.-Uer-Name: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Ausgabe des Anwendernamens, der die Kalibrierung durchgeführt hat. Nur bei pH-Titrationen und angewählter Validierung sinnvoll.
Elektroden-ID: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Ausgabe einer eingegebenen Elektrodenidentifizierung. Nur bei pH-Titrationen und angewählter Validierung sinnvoll.
Ergebnisse: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Ausdruck der berechneten Ergebnisse. Dieser Punkt sollte <b>immer</b> gewählt werden, da sonst kein Ergebnis ausgegeben wird.
CALC-Parameter: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Parameter der gewählten Berechnungsformel (Faktoren usw.).
Startwert-Aufn.: protokoll.: <u>J</u> N	ENTER	Startwert-Aufnahme. Wenn zu Beginn der Titratration der Startwert des Potentials aufgenommen und protokolliert werden soll.
Daten/Grafik: protokoll.: 1 <u>N</u>	ENTER	Soll eine Titrationskurve oder eine Datenausgabe erfolgen. Wird hier <ja> gewählt, besteht die Wahlmöglichkeit einer Datenausgabe oder Grafikausgabe. Bei der Wahl einer Grafik besteht die Wahl der Meßdimension. (Meßwert, 1. Ableitung oder Zeitverhalten)
Methodenkopf: <u>n</u> ein1 2 3 4 5	ENTER	Es können bis zu 5 verschiedenen Dokumentenköpfe erzeugt werden, die zu Beginn des Protolles erscheinen und benutzerspezifische Info's enthalten.
Dokumentation pruef./speichern	ENTER	<b>Nach dem Erstellen einer eigenen Dokumentation, muss diese gespeichert werden.</b> <b>Hinweis:</b> Diese erstellte Dokumentation gilt nur für die Methode Nr. 1 <Salzsäure>. Die Dokumentation ist methodenabhängig. Für jede Methode kann eine eigene Dokumentation erstellt werden. Damit die erstellte Dokumentation komplett ausgegeben wird, muß im <MODE> Menü unter <<PRN>>, <<Centronics>> der Cursor unter <<Doku>> stehen.

## Was tun wenn...

## Gebrauchsanleitung

das Gerät sich nicht einschalten lässt, das Display dunkel bleibt?	Vor der Inbetriebnahme des Gerätes muss die „Memory-Card“ eingebaut werden. Ist das Netzteil angeschlossen?	Kapitel 2.1
die Anzeige nur schwer abzulesen ist?	Die Anzeige des TitroLine alpha lässt sich stufenlos auf verschiedene Blickwinkel einstellen. Hierzu wählt man das <INIT> Menü. Anschließend wird mit der <ROLL UP> oder <ROLL DOWN> Taste der Kontrast eingestellt.	Kapitel 5.1.1
die Aufsatzgröße der Dosiereinheit nicht mit der Anzeige im Display übereinstimmt?	Die richtige Aufsatzgröße muss neu eingegeben werden. Mit der <ROLL UP> oder <ROLL DOWN> Taste andere Größe wählen, oder im <INIT>-Mode unter <SYS> eine andere Aufsatzgröße einstellen.	Kapitel 2.2 Kapitel 5.5.6
wenn die Dosiereinheit (Aufsatz) zu wechseln ist?	Der schwarze Arretierungsring wird geöffnet, der Kolben wird entnommen und auf die violett Ventilhalterung gesteckt. Kolben und Ventilhalterung werden nach oben weggenommen.	Kapitel 2.2
die Dosiereinheit leer ist? Wie fülle ich Reagenzlösung ein?	Direkt nach dem Einschalten kann die Bürette gespült werden (Anzeige: Bürettenabfrage). Hierzu muss auf der Mini-Tastatur an dieser Stelle die <FILL> Taste gedrückt werden.	Kapitel 2.3 Austausch Dosieraufsatz Kapitel 5.5.6.3
die Erstbefüllung nicht funktioniert?	Die Verschraubungen sind zu überprüfen bzw. mit der Hand anzuziehen. Anschließend sollte die Dosiereinheit gespült werden.	Kapitel 2.3 Kapitel 5.5.6.3
keine Arbeitsmethode nach dem Einschalten vorhanden ist	Das Gerät ist neu. Es wurde noch keine STD-Methode in das Arbeitsmenü kopiert oder keine eigene Methode erstellt.	siehe Kurzanleitung Kapitel 5.4.4
nach dem Kopieren einer Standardmethode diese sich nicht verändern lässt?	Das Verändern der STD-Methoden ist gesperrt (Grundeinstellung ab Werk). Diese Sperre muss im „INIT“-Menü unter <<SYS>> <<Edit STD Methode>> aufgehoben werden. Hierzu Cursor unter <<an>> stellen.	Kapitel 5.5.6.7
sich keine Standardmethode in den Arbeitsspeicher kopieren lässt?	Es befindet sich bereits eine Methode im gewählten Arbeitsspeicher. Es erscheint die Meldung <<Meth. vorh.>>. Man muss eine anderen Arbeitsspeicher wählen. Sind bereits 8 Methoden im Arbeitsspeicher, muss eine Methode gelöscht werden um einen freien Speicherplatz zu erhalten.	Kapitel 5.4.4 Löschen Kapitel 5.5.2.2
wenn Luftblasen aus der Titrierspitze kommen?	Die Verschraubungen sind zu überprüfen bzw. mit der Hand anzuziehen. Anschließend sollte die Dosiereinheit gespült werden.	Kapitel 2.3 Kapitel 5.5.6.3

## Was tun wenn...

## Gebrauchsanleitung

die Titration zu früh beendet wird?	Es wurde ein falsches Kriterium als Titrationsende gewählt. Wurde <<EQ>> als Titrationsende gewählt, kann die EQ-Empfindlichkeit zu stark eingestellt sein, so dass ein Äquivalenzpunkt zu früh erkannt wird.	Kapitel 5.4.1.2
wenn man eine Endpunkttitration durchführen möchte und es wird übertitriert oder die Titration dauert zu lange?	Es wurde die falsche Sprungart für eine Endpunkttitration gewählt. Siehe hierzu Tabelle EP-Titration Kurventyp.	Kapitel 5.4.1.2
die Ergebnisberechnung falsch ist?	Es ist zu überprüfen, ob die verwendete Berechnungsformel mit den Faktoren der Titration übereinstimmen. Hierzu im „MODE“-Menü unter <<CALC>> die Formel und Faktoren überprüfen. Wurde eine Einwaage oder Vorlage gewählt, ist zu beachten, dass diese mit dem Faktor <<Q>> multipliziert wird.	Kapitel 5.4.2.1
nach Beenden der Titration kein Ausdruck erfolgt?	Ist der Drucker richtig angeschlossen? Ist die Ausgabe für den Drucker eingestellt? Hierzu das „MODE“ Menü wählen und unter <<PRN>> den Cursor unter <<Centronics>> stellen. Ist der Drucker auf „online“ geschaltet?	Kapitel 5.4.6
beim Grafikdruck nur „seltsame“ Zeichen erscheinen?	Der Drucker arbeitet nicht im EPSON- oder IBM- Proprinter-Mode. Das Wechseln der Modi ist im Druckerhandbuch beschrieben. Auch ein defektes Druckerkabel kann die Ursache sein.	
nach dem Anschluss einer Waage die Waagedaten nicht übernommen werden?	Ist das richtige Waagekabel verwendet? Stimmt die Einstellung der RS-232-C -Schnittstelle des TitroLine <i>alpha</i> mit der der Waage überein? Kontrollieren ist im „INIT“ -Menü unter <<RS>> die Einstellung korrekt. Die Einstellungen der Waage sind ebenfalls zu prüfen. In der aktuellen Methode wurde die Option <<Einwaage>> / <<auto>> nicht gewählt.	Kapitel 2.4 Kapitel 5.5.4 Kapitel 5.4.1.1 Kapitel 5.7
die Waagedaten zu ändern sind?	Durch Drücken der Taste <EDIT PARAM.> im „Start“ –Menü gelangt man in das Waage-Editier Menü.	Kapitel 5.7
die Geschwindigkeit bzw. Regelung der Karl-Fischer Titration nicht zufriedenstellend ist?	Es wurde die falsche Regelung gewählt. Die Regelung unterscheidet zwischen Titrationsen mit Einkomponentensystemen und Zweikomponentensystemen bzw. zwischen niedrigem oder hohem Wassergehalt.	Kapitel 5.4.1.4
die Geschwindigkeit bzw. Regelung der pH-stat Titration nicht zufriedenstellend ist?	Es wurde die falsche Regelung gewählt. Die Regelung arbeitet in Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit und Pufferung des Systems.	Kapitel 5.4.1.5

**Tastaturbelegung**

PC- / MF-2-Tastatur	Tastatur TZ 2825	Wirkungsweise beim TitroLine <i>alpha</i>
<F1>	<START>	Start der angezeigten Methode.
<F2>	<STOP>	Abbruch der Methode.
<F3>	<EDIT PARAM.>	Waagedaten editieren.
<F4>	<FILL>	Füllen des Zylinders; Aktivierung und Deaktivierung der Übergabeparamete im Menü <<CALC>>.
<F5>	<STORE PARAM.>	Nach Drücken dieser Taste wird die Endposition der Parametrierung erreicht und es wird angezeigt: <<pruef./speichern>>. Unter diesem Menüpunkt kann entschieden werden, ob gespeichert werden soll.
<F6>	<MODE>	Anzeige des Übersichtsmenüs <MODE> zur Parametrierung einer Methode.
<F7>	<INIT>	Anzeige des Übersichtsmenüs <INIT> zur Initial - Parametrierung.
<F8>	<CAL>	Anzeigen des Menüs <CAL> zur Kalibrierung des Messkanals.
<F9>	+ / -	Vorzeichenwechsel bei mV <<Titende>> und Eingabe Blindwert, Faktoren.
<ESC>	<ESC>	Mit <ESC> gelangt man in die vorherige Ebene im Menü.
ROLL DOWN	ROLL DOWN	Innerhalb eines Menüs werden die Parameter rückwärts rollierend angezeigt (vorwärts rollieren mit <ENTER>). In den Menüpunkten: Rollieren der Parameter.
ROLL UP	ROLL UP	In den Menüpunkten: Rollieren der Parameter.
< → > < ← >	< → > < ← >	Rollieren im Übersichtsmenü zur Auswahl von Menüpunkten. In den Menüpunkten: Verschieben des Cursors zur Auswahl der Parameter. Auswahl der Standardparameter im <<STD>> Menü.

PC- / MF-2-Tastatur	Tastatur TZ 2825	Wirkungsweise beim TitroLine <i>alpha</i>
0...9, Dezimalpunkt	0...9, Dezimalpunkt	Eingabe von Methodennummern, Probennummern und Parametern.
<ENTER> oder < ↵ >	<ENTER>	Bestätigung eingegebener Parameter. In dieser Gebrauchsanleitung wird für beide Tasten stets <ENTER> zitiert.
<DEL> oder < ← >	<DEL>	Löschen einer eingegebenen Ziffer / eines eingegebenen Zeichens unter dem der Cursor steht.
Buchstaben	Buchstaben und ALPHA-Taste	Alphanumerische Eingaben möglich.
Alle anderen Tasten	—	Haben keine Funktion.

**Kontrast-Dispkey einstellen**

Im Menü "INIT" mit den Tasten <Roll up> / <Roll down>!

**Titrationparameter**

Sind die vorgeschlagenen Titrationsparameter zu ändern, muss zunächst im „INIT“- Menü unter <<SYS>> das Editieren der Standardparameter eingeschaltet werden. Danach ist ein Zugriff auf alle Parameter möglich.

Die Titrationsparameter bestehen aus:

1. **Abbruchkriterien** für die Titration  
Messwert, Verbrauch, Äquivalenzpunkt, Endpunkt
2. **Titrationgeschwindigkeit**  
Driftkontrolle, feste Wartezeit
3. Steuerung der **Titrationsschrittweite**  
dynamisch, linear

**Endpunkttitration**

Titration bis zu einem eingegebenen pH- oder mV-Wert. Der Verbrauch an dieser Stelle wird ausgewertet. Steile Sprünge werden anders gerechnet als schwache Sprünge.

Richtige Kurvenanpassung → präzise Ergebnisse

	Kurventyp	Beispiel	Risiken bei Wahl des falschen Kurventyps
1	steil	HCl gegen NaOH	Übertitration
2	mittel	Essigsäure gegen NaOH	≥ 3: Übertitration zu langsam
3	schwach	Essigsäure gegen NH <sub>4</sub> OH	zu langsam
4	gepuffert	Stark carbonhaltige Gewässer	zu langsam
5	speziell	Abschalten der Automatik und Ersetzen durch eine lineare Titration	

**Äquivalenzpunktfindung einer Titration**

Um eine Titration direkt nach dem Äquivalenzpunkt abbrechen zu können, muss die Empfindlichkeit angegeben werden.

Große Zahl = starker Sprung = unempfindlich

**Hinweise:**

1. Hohe Empfindlichkeit = zu früher Abbruch der Titration ist möglich.
2. Die Kombination mit einem weiteren Abbruchkriterium (Messwert oder Verbrauch) ist sinnvoll.

Stufe	Kurvenverlauf	Beispiel
1	sehr schwacher Sprung	Essigsäure neben Salzsäure
2	schwacher Sprung	Chlorid im Spurenbereich, Ca/Mg mit ISE
3	mittlerer Sprung	Phosphorsäure, beide Sprünge
4	normaler starker Sprung	HCl/NaOH
5	sehr starker Sprung	Redox-Titration mit sehr starkem Sprung -CSB-

**Titriationsregelung**

**Titriationsgeschwindigkeit**

Feste Wartezeit Nach jedem Titriationsschritt wartet der Titriator TitroLine *alpha* eine bestimmte Zeit in Sekunden.  
**Eingabe in s**

Driftkontrolliert Der Titriator TitroLine *alpha* wartet so lange, bis der Messwert stabil ist.

**Eingabe schnell, mittel, genau**

Titriationsdauer:  
 schnell 2-3 min  
 mittel: 3-5 min  
 genau: > 5 min  
 schwankende Messwerte → sehr lang

**Schrittweise**

Linear: gleichgroße Schritte, ml sind wählbar  
 Dynamisch: Anpassen an die Kurvenform:  
 steile Kurve → kleine Schritte  
 flache Kurve → große Schritte

**Hinweis:** Die meisten Kurven werden mit Stufe 1 titriert

**Dynamikstufen**

Dynamikstufe	Applikation	Beispiel
1	Übliche pH-Titriation mit mittleren und starken Sprüngen viele mV-Titriationen	HCl mit NaOH Chlorid mit AgNO <sub>3</sub>
2	Titriationen mit mittleren oder mehreren Sprüngen	HCl und Essigsäure mit NaOH oder Chlorid und Bromid mit AgNO <sub>3</sub> , Cl in kleineren Mengen, iodometrische Titriation
3	Titriationen mit mittleren oder mehreren Sprüngen	
4	Flache Sprünge bei pH-Titriationen (bei Sonderanwendungen)	

**Karl-Fischer Regelung**

Die Karl-Fischer Wasserbestimmung muss angepasst werden an:

- Verbrauch
- Geschwindigkeit der Wasserabgabe der Probe
- Verwendetes Lösemittel

Regelstufe	Applikation
1	Normaler Wassergehalt / Einkomponentensystem
2	Niedriger Wassergehalt / Einkomponentensystem
3	Normaler Wassergehalt aber verzögerte Wasserabgabe bei Ein- und Zweikomponentensysteme
4	Normaler Wassergehalt / Zweikomponentensystem
5	Niedriger Wassergehalt / Zweikomponentensystem

**Regelung pH-stat-Titriationen**

	pH-Konstanz	pH-Konstanz
Regelstufe	$\Delta \text{pH} < 0,1$	$\Delta \text{pH} < 0,2$
1	max. 0,05 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min	max. 0,1 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min
2	max. 0,2 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min	max. 0,5 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min
3	max. 0,5 mMol H <sup>+</sup> -Ionen /min	max. 1,2 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min
4	max. 1 mMol H <sup>+</sup> -Ionen /min	max. 2,5 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min
5	max. 2,5 mMol H <sup>+</sup> -Ionen /min	max. 5,0 mMol H <sup>+</sup> -Ionen/min

Stufe 0 dient der Bestimmung kleinster Mengen an Protonen in ungepufferten Systemen.

Bei der Stufe 0 muss die Titrierbürette mit einem 10 ml-Wechselaufsatz ausgerüstet sein, um die geforderten Volumina dosieren zu können.

**Formeln**

ml = ml; hierbei wird mit den ermittelten ml-Werten gerechnet  
 E<sub>pn</sub> = EP1 bis EP2; der jeweils gefundene Endpunkt in ml  
 E<sub>qn</sub> = EQ1 und EQ2; der jeweils berechnete Äquivalenzpunkt in ml  
 F = Faktor 1 (multiplikativ)  
 F2 = Faktor 2 (multiplikativ)  
 C = Faktor 3 (multiplikativ)  
 Q = Quotient; wird bei der Berechnung automatisch mit der jeweiligen Einwaage oder Vorlage multipliziert  
 B = Blindwert (additiv)

Die Formeln lauten: (Beispiel für eine Endpunkt-Titriation):

- Formel 1:**  $EP_n \cdot F \cdot F2 / Q$
- Formel 2:**  $(EP_n - B) \cdot F \cdot F2 / Q$
- Formel 3:**  $(EP_{n+1} - EP_n) \cdot F \cdot F2 / Q$
- Formel 4:**  $(B - EP_n) \cdot F \cdot F2 / Q$
- Formel 5:**  $(Q \cdot F) / (EP_n \cdot F2)$
- Formel 6:**  $(F \cdot F2) / EP_n$
- Formel 7:**  $[(B \cdot C) - (EP_n \cdot F)] \cdot F2 / Q$
- Formel 8:**  $EP_n \cdot F \cdot F2$

**Anmerkung:** Formel 3 ist nur wählbar, wenn die Anzahl der EP/EQs größer 1 ist.  
 Formel 5 ist nur bei EQ = 0 wählbar.

**Einwaage:** Durch die Einwaage oder Vorlage wird immer dividiert.  
 Der Faktor Q ist ein zusätzlicher multiplikativer Faktor.



**SCHOTT GLAS**  
 Postfach 24 80  
 55014 Mainz  
 Hattenbergstraße 10  
 55122 Mainz

Geschäftsbereich Industrieglas  
 Laborgeschäft

Telefon (06131) 66 49 07  
 Telefax (06131) 66 40 51

Hersteller:  
**SCHOTT-GERÄTE GmbH**  
 Im Langgewann 5  
 65719 Hofheim  
 Postfach 1130  
 65701 Hofheim

**Typ / Type / Type / Tipo:**

**Serien Nr. / Serial no. / No. de série / N° de serie:**

## **Bescheinigung des Herstellers**

Wir bestätigen, daß das oben genannte Gerät gemäß DIN EN ISO 9001, Absatz 4.10.4 "Endprüfung" geprüft wurde und daß die festgelegte Qualitätsanforderung an das Produkt erfüllt wird.

Hersteller:  
SCHOTT-GERÄTE GmbH  
Postfach 11 30  
D-65701 Hofheim a. Ts.  
Im Langgewann 5  
D-65719 Hofheim a. Ts.

**SCHOTT GLAS**  
Postfach 24 80  
D-55014 Mainz  
Hattenbergstraße 10  
D-55122 Mainz

Geschäftsbereich Industrieglas  
Laborgeschäft

Telefon (06131) 66 49 07  
Telefax (06131) 66 40 51

# SCHOTT