

**Gebrauchsanleitung**

**Titратор**  
**TitroLine KF *trace***

**Operating Instructions**

**Titратор**  
**TitroLine KF *trace***

**Mode d'emploi**

**Titrateur**  
**TitroLine KF *trace***



**SCHOTT**  
Instruments

Gebrauchsanleitung ..... Seite 1 . 47

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

Bitte beachten Sie auch die Gebrauchsanleitungen für die anzuschließenden Geräte.

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

Operating Instructions ..... Page 49 .. 95

**Important notes:** Before initial operation of the Titrator TitroLine KF trace please read and observe carefully the operating instructions. For safety reasons the Titrator TitroLine KF trace may only be used for the purposes described in these present operating instructions.

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

All specifications in this instruction manual are guidance values which are valid at the time of printing. However, for technical or commercial reasons or in the necessity to comply with the statutory stipulations of various countries, SCHOTT INSTRUMENTS may perform additions to the Titrator TitroLine KF trace without changing the described properties.

Mode d'emploi ..... Page 97 .. 143

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

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

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

INHALTSVERZEICHNIS	SEITE
<b>1</b>	<b>Eigenschaften des Titrators TitroLine KF trace.....2</b>
1.1	Allgemeines.....2
1.2	Reagenzien.....2
<b>2</b>	<b>Warn- und Sicherheitshinweise .....6</b>
<b>3</b>	<b>Aufstellen und Inbetriebnahme .....7</b>
3.1	Auspacken des Titrators TitroLine KF trace .....7
3.2	Aufstellen .....8
3.3	Anschluss des Netzteiles, der Elektroden und weiteres Zubehör .....11
3.4	Montage des Titrierstandes TM KF und des Titriergefäßes .....12
3.5	Befüllen des Titrationsgefäßes .....16
3.6	Einschalten des Gerätes, Erstkonditionierung.....16
<b>4</b>	<b>Das Arbeiten mit dem Titrator TitroLine KF trace.....17</b>
4.1	Tasten und Kontrast.....18
4.2	Einschaltbild, Haupt - und Methodenauswahl.....19
4.3	Wählen der Landessprache.....19
<b>5</b>	<b>Methodenparameter .....22</b>
5.1	Allgemein .....22
5.2	Vorlage und Einwaage.....22
5.3	Ergebnis – Formel.....23
5.4	Ergebnis – Einheit.....24
5.5	Ergebnis – Dezimalstellen .....24
5.6	Ergebnis – Statistik .....24
5.7	Dokumentation.....25
5.8	Titrationsparameter.....27
5.9	Ergebnis – Neuberechnung .....29
<b>6</b>	<b>Systemeinstellungen.....30</b>
6.1	Allgemein .....30
6.2	Geräteparameter.....31
6.3	Systeminformationen .....32
6.4	Konfiguration RS-232.....32
6.5	Reset.....32
6.6	Datum und Uhrzeit .....33
6.7	Passwort .....33
<b>7</b>	<b>Grundlagen und Arbeitshinweise.....35</b>
7.1	Theorie.....35
7.2	Arbeitsablauf .....36
7.3	Handhabung.....37
7.4	Arbeitstechniken.....38
7.5	Überprüfung .....40
7.6	Tips und Tricks.....41
<b>8</b>	<b>Datenkommunikation über die RS-232-und die USB Schnittstellen .....42</b>
8.1	Allgemeines.....42
8.2	Verkettung mehrerer Titratoren TitroLine KF trace — Daisy Chain Konzept — .....42
8.3	Befehlsliste für RS-Kommunikation .....42
<b>9</b>	<b>Anschluss von Analysenwaagen und Drucker .....44</b>
9.1	Anschluss von Analysenwaagen .....44
9.2	Anschluss von Drucker .....44
<b>10</b>	<b>Beseitigen von Störungen .....45</b>
<b>11</b>	<b>Wartung und Pflege des Titrators TitroLine KF trace.....46</b>
<b>12</b>	<b>Lagerung, Transport und Umwelt .....46</b>
<b>13</b>	<b>Zubehör und Ersatzteile.....47</b>

# 1 Eigenschaften des Titrators TitroLine KF trace

## 1.1 Allgemeines

### Hinweis zu Haftungsausschluss

Die Messergebnisse oder Analyseergebnisse hängen von vielen Faktoren ab. Überprüfen Sie in regelmäßigen Abständen die Messergebnisse oder Analyseergebnisse auf Plausibilität und führen Sie entsprechende Zuverlässigkeitstests durch. Beachten Sie bitte die üblichen Validierungsverfahren.

Der Titrator TitroLine KF trace ist ein sehr kompakter, kompletter coulometrischer Titrator für die Bestimmung des Wassergehaltes nach Karl-Fischer.

Die sehr einfache Bedienung des Titrators ermöglicht Ihnen ein unkompliziertes Arbeiten. Die Anzeige fordert Sie auf, die Wahl der jeweiligen Funktion zu treffen bzw. die entsprechenden Parameter einzustellen. Auch während eines Funktionsablaufes informiert Sie die Anzeige des Titrators stets über den aktuellen Status.

Die Methoden für die Proben titration und der Blindwertbestimmung sind schon vorparametriert, so dass direkt nach dem Aufbau mit den Titrationen begonnen werden kann. Eine Änderung der Titrationsparameter ist in der Regel nur in wenigen Fällen erforderlich.

Da fast alle Teile schon vormontiert sind, ist der Aufbau des Messplatzes in wenigen Minuten ohne große Mühe zu bewerkstelligen.

Der Anschluss einer PC-Mini-Tastatur wie z.B. TZ 2835, ermöglicht eine einfachere Eingabe der Probeneinwaage und das Eingeben einer alphanumerischen Probenbezeichnung.

## 1.2 Reagenzien



### Einsetzbare Lösungen sind:

Es können alle bis dato bekannten modernen Karl-Fischer Reagenzien für die Coulometrie eingesetzt werden.

### Allgemein gilt:

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

**Hinweis:** Im Text verwendete Zeichen bedeuten:

-  = Gefahren - Hinweis
- << ... >> = Inhalt der Anzeige
- < ..... > = Taste
-  = siehe z. B. Abbildung, Kapitel, Gebrauchsanleitung

# SCHOTT Instruments

## KONFORMITÄTSERKLÄRUNG DECLARATION OF CONFORMITY DÉCLARATION DE CONFORMITÉ

Wir erklären in alleiniger  
Verantwortung, dass das Produkt

We declare under our sole  
responsibility that the product

Nous déclarons sous notre seule  
responsabilité que le produit

Titration Unit

Titration Unit

Titrateur

**TitroLine**  
***KF trace***

**TitroLine**  
***KF trace***

**TitroLine**  
***KF trace***

auf das sich diese Erklärung  
bezieht übereinstimmt mit dem  
normativen Dokument

to which this declaration relates is  
in conformity with the normative  
document

auquel se réfère cette déclaration est  
conforme au document normatif

Technische Daten

Technical data

Caractéristiques techniques

**Titration Unit TitroLine *KF trace***

15.10.2007

und / and / et

**Titration Unit TM KF**


15.10.2007

**SCHOTT Instruments GmbH**  
Hattenbergstraße 10  
55122 Mainz  
Deutschland, Germany, Allemagne

## Technische Daten TitroLine KF trace

Stand 15.10.2007

### Hardware

CE-Zeichen:		EMV - Verträglichkeit nach der Richtlinie 89/336/EWG des Rates; Störaussendung nach Norm EN 50 081, Teil 1 Störfestigkeit nach Norm EN 50 082, Teil 1 und 2 Niederspannungsrichtlinie nach der Richtlinie 73/23/EWG des Rates, zuletzt geändert durch Richtlinie 93/68/EWG des Rates, Prüfgrundlage EN 61 010, Teil 1
Ursprungsland: Anzeige:		Deutschland / Made in Germany Matrix-LCD Anzeige 69 x 39 mm, 64 x 128 Pixel mit Hintergrundbeleuchtung und Kontrasteinstellung
Anschlüsse: Elektrode:		Anschluss für Doppelplatinelektrode, 2 x 4 mm Buchsen, Farbe blau Anschluss Generatorelektrode, 2 x 4 mm Buchsen, Farben grün und schwarz
Tastatur: TM 135/TM KF:		für PC-Tastatur mit PS/2-Stecker wie z.B. TZ 2835 Buchse für Niederspannungsanschluss -Klinkenstecker-, Pluspol am Stiftkontakt, Innenkontakt $\varnothing = 2,1$ mm, USA/Japan; Niederspannungsausgang 12 V
Schnittstellen: RS-232-C		zwei bidirektionale RS-232-C- Schnittstellen (RS232-C 1 und RS232-C 2) Steckverbindungen: 4-polige Rundstecker mini DIN Konfiguration der RS-232-C- Schnittstellen 1 und 2 getrennt konfigurierbar: Baudrate: 1200, 2400, 4800, 9600 oder 19200 Baud; Wortlänge: 7 oder 8; Stoppbit 1; Parity: no, even oder odd; Adresse: 00 ... 15
	USB	Alternativ zu RS232-1 zum Anschluss eines PC's zur Steuerung des Titrators und Datenübernahme
Stromversorgung:		Mehrbereichsnetzteil 100-240 V; 50/60 Hz, Leistungsaufnahme: 30 VA entspricht der Schutzklasse II nach DIN EN 61 010, Teil 1, nicht für den Einsatz in explosionsgefährdeter Umgebung geeignet
Werkstoffe: Gehäuse: Frontfolie:		Polypropylen Polyester
Gehäuse-Abmessungen:		200 x 265 x 205 mm (H x B x T) mit Titrierstand TM 135/TM KF 310 x 135 x 205 mm (H x B x T), Höhe inklusive Titrationsgefäß
Gewicht:		ca. 1,4 kg für Modul 1 und 3, ca. 2,5 kg für komplettes Gerät mit Titrierstand TMKF (Modul 2 und 4)
Klima:		Umgebungstemperatur: + 10 ... + 40 °C für Betrieb und Lagerung Luftfeuchtigkeit nach EN 61 010, Teil 1: maximale relative Feuchte 80 % für Temperaturen bis 31 °C, linear abnehmend bis zu 50 % relativer Feuchte bei einer Temperatur von 40 °C

## Technische Daten

## Titrierstand TM KF

Stand 15.10.2007

in Verbindung mit dem Titrator TitroLine KF trace

CE -Zeichen 

EMV - Verträglichkeit nach der Richtlinie 89/336/EWG des Rates;  
Störaussendung nach Norm EN 50 081, Teil 1  
Störfestigkeit nach Norm EN 50 082, Teil 2  
Niederspannungsrichtlinie nach der Richtlinie 73/23/EWG des Rates  
zuletzt geändert durch Richtlinie 93/68/EWG; Prüfgrundlage EN 61 010,  
Teil 1

Ursprungsland:

Deutschland / Made in Germany

Pumpe:

Freier Volumenstrom - Luft-: Förderleistung 2,25 l / min  
Förderdruck max. 1,5 bar

Rührgeschwindigkeit:

Förderleistung flüssige Medien ca. 0,8 l / min  
50 ... 1000 U/min

Schläuche:

PVC- Schlauch, Außendurchmesser 6 x 1 mm  
PTFE- Schlauch, Außendurchmesser 4 x 0,5 mm

Anschlüsse

Stromversorgung (oben);:

Niederspannungseingang 12 V / – auf der Rückseite des Titrierstandes  
Steckverbindung: Buchse für Niederspannungsanschluss -Klinkenstecker-,  
Pluspol am Stiftkontakt, Innenkontakt  $\varnothing = 2,1$  mm, USA/Japan,  
Spannungsversorgung über Titrator TitroLine KF trace

Gehäuse

Werkstoff:

Polypropylen;

Abmessungen:

ca. 78 x 130 x 180 mm, H x B x T (Höhe ohne Stativstange)

Gewicht:

ca. 0,9 kg

Umgebungsbedingungen:

Nicht für den Einsatz in explosionsgefährdeter Umgebung geeignet!

Klima:

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

## Software

Messbereich

10 µg – 100 mg / 1 ppm – 5 % (empfohlen)

Messgeschwindigkeit

max. 2 mg/min

Anzahl Methoden:

10 (davon eine für Blindwertbestimmung)

Konditionierung

automatisch mit Driftbestimmung

Endpunktkriterien

Drift, Drifttoleranz

Autostart nach Probenzugabe

Ja

Statistik

Mittelwert, Standardabweichung und relative Standardabweichung (max.  
10)

Neukalkulation

nach Eingabe einer neuen Einwaage oder Vorlage

Kurvenausdruck

Messeinheit/Zeit

Dokumentation

GLP konform

## 2 Warn- und Sicherheitshinweise

Der Titrator TitroLine KF trace entspricht der Schutzklasse II. Der Titrator TitroLine KF trace ist gemäß DIN EN 61 010, Teil 1, Schutzmaßnahmen für elektronische Messgeräte, gebaut und geprüft und hat das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand verlassen. Um diesen Zustand zu erhalten und einen gefahrlosen Betrieb sicherzustellen, muss der Anwender die Hinweise und Warnvermerke beachten, die in dieser Gebrauchsanleitung enthalten sind. Die Entwicklung und die Produktion erfolgt in einem System, das die Anforderungen der Norm DIN EN ISO 9001 erfüllt.

Aus sicherheitstechnischen Gründen darf der Titrator TitroLine KF trace grundsätzlich nur von autorisierten Personen geöffnet werden; so dürfen z. B. Arbeiten an der elektrischen Einrichtung nur von ausgebildeten Fachleuten durchgeführt werden.

**⚠ Bei Nichtbeachtung kann von dem Titrator trace Gefahr ausgehen: elektrische Unfälle von Personen oder Brandgefahr. Bei unbefugtem Eingriff in den Titrator TitroLine KF trace sowie bei fahrlässiger oder vorsätzlicher Beschädigung erlischt außerdem die Gewährleistung. ⚠**

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

Wenn anzunehmen ist, dass ein gefahrloser Betrieb nicht möglich ist, ist der Titrator TitroLine KF trace außer Betrieb zu setzen und gegen ein unbeabsichtigtes Inbetriebnehmen zu sichern. Den Titrator TitroLine KF trace bitte ausschalten, den Stecker des Netzkabels aus der Steckdose ziehen und den Titrator TitroLine KF trace vom Arbeitsplatz entfernen.

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

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

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

Der Titrator TitroLine KF trace darf nicht in feuchten Räumen gelagert oder betrieben werden.

Aus Sicherheitsgründen darf der Titrator TitroLine KF trace ausschließlich nur für das in der Gebrauchsanleitung beschriebene Einsatzgebiet verwendet werden.

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

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


Bei allen Arbeiten mit Chemikalien: **⚠ Schutzbrille tragen! ⚠**

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

### 3 Aufstellen und Inbetriebnahme


#### 3.1 Auspacken des Titrators TitroLine KF trace

Alle Bestandteile des Titrators TitroLine KF trace Module 1 und 3 befinden sich einer einzigen Verpackung und sind innerhalb der Verpackung so angeordnet, dass sie sehr einfach zu entnehmen sind. Die Module 2 und 4 enthalten zusätzlich noch eine Verpackung für den Titrierstand TM KF und Zubehör.

Oben in der Verpackung befindet sich die Gebrauchsanleitung.  **Abb. 1**




**Abb. 1**

Darunter finden Sie die beiden Verpackungen für die Generator- und Indikatorelektrode  **Abb. 2**




**Abb. 2**

Wenn Sie die Elektrodenverpackungen und die Schaumstoffeinlage entnommen haben, sehen Sie den Magnetrührer TM 135 (nur bei Modul 1 und 3!), das Titrationsgefäß TZ 1751 oder TZ 1754, die Stativstange TZ 1748 und die Halteklammer TZ 1749.  **Abb. 3**




**Abb.3**

Danach finden Sie diverses Zubehör wie eine kleine Flasche mit Trockenmittel, Glaswolle, Spritzen mit Kanülen usw. und den Titrator selbst.  **Abb. 4**



**Abb. 4**

Unter der Zubehörverpackung befindet sich noch das Netzteil für den TitroLine KF trace.  **Abb. 5**





**Abb. 5**

### 3.2 Aufstellen

Der Titrator TitroLine KF trace kann auf jeder beliebigen ebenen Unterlage aufgestellt werden. Vor dem Einstecken des Netzsteckers ist sicherzustellen, dass die Betriebsspannung des Titrators TitroLine KF trace und die Netzspannung übereinstimmen. Das dürfte in der Regel kein Problem sein, da es sich um ein Mehrspannungsnetzteil mit einem Bereich von 100 – 240 V handelt. Je nach Netzdose muss der EURO-Stecker oder der US-Stecker auf das Netzteil gesteckt werden. UK-Adapter sind auf Wunsch ebenfalls erhältlich.

Die Betriebsspannung ist auf dem Typenschild auf der Geräteunterseite des Titrators TitroLine KF trace angegeben.

 Der Titrator TitroLine KF trace ist nicht für den Einsatz  
in explosionsgefährdeter Umgebung geeignet. 

Bitte achten Sie darauf, dass auch die kleinen Zusatzteile aus der Verpackung restlos entnommen werden. Den Lieferumfang entnehmen Sie bitte der beigegefügt Packliste.

Stellen Sie den Magnetrührer TM 135 neben das Grundgerät. 📖 **Abb. 6**



**Abb. 6**

Schrauben Sie die Stativstange in die dafür vorgesehene Mutter des Magnetrührers. 📖 **Abb. 7**




**Abb. 7**

Montieren Sie die Halteklammer an die Stativstange. 📖 **Abb. 8**





**Abb. 8**

Klemmen Sie das Titrationsgefäß an die Halteklammer. Befestigen Sie das Titriergefäß so, dass der Boden des Titriergefäßes direkt auf der oberen Fläche des Magnetrührers steht  **Abb. 9**



**Abb. 9**

Stecken Sie die Indikatorelektrode KF 1150 und die Generatorelektrode (TZ 1752 oder TZ 1753) in die dafür vorgesehenen Öffnungen NS 7,5 und NS 19 ( **Abb. 10**) und die Elektrodenkabel in die entsprechenden farbig gekennzeichneten Buchsen. Die Indikatorelektrode hat ein Festkabel mit 2 blauen Stecker. Das Kabel LB 04 NN wird an den Steckkopf der Generatorelektrode angeschlossen und besitzt je einen grünen und schwarzen Stecker. (siehe dazu auch nächstes  **Kap. 3.3**).



**Abb. 10**

### 3.3 Anschluss des Netzteiles, der Elektroden und weiteres Zubehör

Abb. 11 Anschlüsse auf der Rückseite des Titrators TitroLine KF trace



#### Von oben nach unten:

- Links oben „USB“: USB-Anschluss (Slave) für Anschluss an einen PC
- Rechts oben „Gen“: Anschluss der Generatorelektrode. **Bitte Farbkodierung beachten!**
- Links „12 V Out“: Anschluss Titrierstand Magnetprüher TM 135 oder Pumpe/Magnetprüher TM KF
- Rechts „Ind“: Anschluss der Indikatorelektrode KF 1150
- „PS2“: Anschluss einer PC-Tastatur mit PS/2-Stecker wie z.B. TZ 2835
- „RS1“: Drucker / PC
- „RS2“: Waage und Anschluss weiterer Titratoren, **Kap. 8.2** Verkettung von mehreren Titratoren TitroLine KF trace → Daisy-Chain
- Netzschalter An- und Ausschalter
- „12 V In“: Anschluss des externen Mehrbereichsnetzteiles

Verbinden Sie den Magnetprüher oder TMKF mit dem Kabel TZ 1577. Bitte die obere Anschlussbuchse am Magnetprüher/TMKF benutzen. Die Buchse am Titrator ist direkt unter der USB-Buchse zu finden. Siehe dazu auch die **Abb. 11**

### 3.4 Montage des Titrierstandes TM KF und des Titriergefäßes

Die Module 2 und 4 werden mit dem Titrierstand TM KF und dem Titrationsgefäß TZ 1754 ausgeliefert.

Den Titrierstand stellen Sie in der Regel direkt rechts neben dem Titrator TitroLine KF trace auf.

**Abb. 12** Anschlüsse auf der Rückseite des Titrierstandes TM KF und des KF Trace



Von vorne gesehen:

- Verbinden Sie die rechte Schlaucholive an der Rückseite des Titrierstandes und die Schlaucholive an der Trockenflasche (📖 **Abb. 12**) mit einem der beiden kurzen PVC-Schläuche (📖 **Abb. 12**).
- Verbinden Sie die andere Schlaucholive der Trockenflasche mit der Schlaucholive der braunen Vierkantflasche (->Reagenzienflasche) mit dem anderen kurzen PVC-Schlauch (📖 **Abb. 12**).
- Verbinden Sie die linke Schlaucholive an der Rückseite des Titrierstandes und die Schlaucholive an der Abfallflasche mit dem längeren PVC-Schlauch (📖 **Abb 12**).

- Stecken Sie die Stativstange (📖 **Abb. 13**) in die vorgesehene Aufnahme des Titrierstandes und drehen Sie diese mit der Hand fest.



**Abb. 13**

- Montieren Sie die Halteklammer an die Stativstange. (📖 **Abb. 14**)



**Abb. 14**

Klemmen Sie das Titrationsgefäß an die Halteklammer. Befestigen Sie das Titriergefäß so, dass der Boden direkt auf der oberen Fläche des Titrierstandes steht (📖 **Abb. 15**)



**Abb. 15**

- Stecken Sie das Gewinderohr mit NS 14/23 Kern und dem GL 14-Gewinde in eins der NS-14,5-Öffnungen. Stecken Sie die beiden PTFE-Schläuchen durch die beiden Bohrungen des Septums. Ein

Schlauch bitte bis zum Boden des Titriergefäßes durchstecken. Der andere Schlauch nur etwa 1-2 cm. (📖 **Abb. 16**)



**Abb. 16**

- Das andere Ende des PTFE-Schlauches, der den Boden des Titriergefäßes berührt, stecken Sie bitte durch die Öffnung am Deckel der klaren Vierkantflasche (-> Abfallflasche). Den anderen Schlauch stecken Sie durch die Öffnung des Deckels der braunen Reagenzienflasche. Justieren Sie die Dosier- und die Abfallschläuche so, wie in der 📖 **Abb. 17** dargestellt. Danach drehen Sie die Verschraubungen mit den Schläuchen an den Flaschen fest.



**Abb. 17**


- Befüllen Sie die Trockenflasche (📖 **Abb. 18**) zu zwei Dritteln mit dem beiliegendem Molekularsieb 0,3 nm. Verschließen Sie den Deckel und ziehen Sie ihn fest an.



**Abb. 18**

- Den KF Analyt füllen Sie in die braune 1 l-Reagenzienflasche. Sie können den GL 45 Adapter auch direkt an die Analytflasche anschließen, falls Sie ein GL-45 –Gewinde besitzt. Auch andere Reagenzienflaschen mit Gewinde GL 45, oder Gewinde S 40 (Adapter TZ 1795) können anstelle der mitgelieferten Vierkant-Laborflasche verwendet werden.


### Stromversorgung des Titrierstandes TM KF

Die Stromversorgung des Titrierstandes erfolgt über den Titrator. Verbinden Sie Titrierstand und Titrator mit dem beigefügtem Niederspannungskabel TZ 1577. Bitte die obere Anschlussbuchse am Magnetrührer/TMKF benutzen. Die Buchse am Titrator ist direkt unter der USB-Buchse zu finden. (siehe  **Abb 16**).

### Arbeiten mit dem Titrierstand

- Dosieren: Analyt durch Druck auf den vorderen Teil der Tastenwippe in das Titriergefäß pumpen. Es wird so lange zudosiert, wie Sie die Taste drücken.
- Absaugen: Lösung durch Druck auf den hinteren Teil der Tastenwippe aus Titriergefäß absaugen. Es wird so lange abgesaugt, wie Sie die Taste drücken.

**Hinweis:** Füllstand der Abfallflasche beachten. Vorm Absaugen der austitrierten Lösung achten Sie darauf, dass die Abfallflasche mindestens noch diese Lösungsmenge aufnehmen kann.

Der eingebaute Magnetrührer rührt die Flüssigkeiten im Titriergefäß. Die Rührgeschwindigkeit stellen Sie am Drehknopf auf der Vorderseite des Titrierstandes ein ( **Abb. 19**).



**Abb. 19**

### Störungen

Probleme treten auf, wenn Schläuche falsch angeschlossen wurden oder das Druck-, Unterdrucksystem eine undichte Verschraubung haben. Dies führt dazu, dass nach wenigen Sekunden des Betriebes der Pumpe keine Reagenzien - Förderung einsetzt. Achten Sie beim Prüfen der Schläuche besonders auf die Dichtheit der Flaschenverschraubungen mit ihren Adaptern. Das Gleiche gilt für die Schlauchanschlüsse der Trockenflasche.

**Hinweis:** Geknickte Schläuche führen zu nicht korrektem Zudosieren und Absaugen. Prüfen Sie die Schläuche und deren Verbindungen regelmäßig auf Dichtheit. Bei Bedarf ersetzen Sie diese.

Sollte nach dem Zudosieren Reagenz aus der Vorratsflasche nachlaufen, so stellen Sie die Flasche auf ein niedrigeres Niveau als das Titriergefäß. Läuft beim Wechseln zwischen Zudosieren und Absaugen ebenfalls Reagenz aus der Vorratsflasche nach, so legen Sie zwischen dem Wechsel eine Wartepause von einigen Sekunden ein.

**Wir empfehlen den Glasadapter mit dem Dosier- und Absaugschlauch nach dem Zugabe des KF-Analyten zu entfernen und die Schlifföffnung mit dem mitgelieferten Glasstopfen NS 14,5 zu verschließen.**

### 3.5 Befüllen des Titrationsgefäßes

Füllen Sie das Titrationsgefäß etwa zur Hälfte mit dem zur Anwendung passenden Anolyten. (Modul 1 und 3). Bei Modul 2 und 4 können Sie dazu auch die Pumpe zur Hilfe nehmen. Bei Verwendung einer Generatorelektrode mit Diaphragma (Im Lieferumfang bei Modul 3 und 4) müssen Sie noch eine Ampulle Katholyt in die Generatorelektrode hineinfüllen. Verwenden Sie dazu bitte ebenfalls einen Glastrichter oder eine Einmalspritze. (📖 **Abb. 20**).



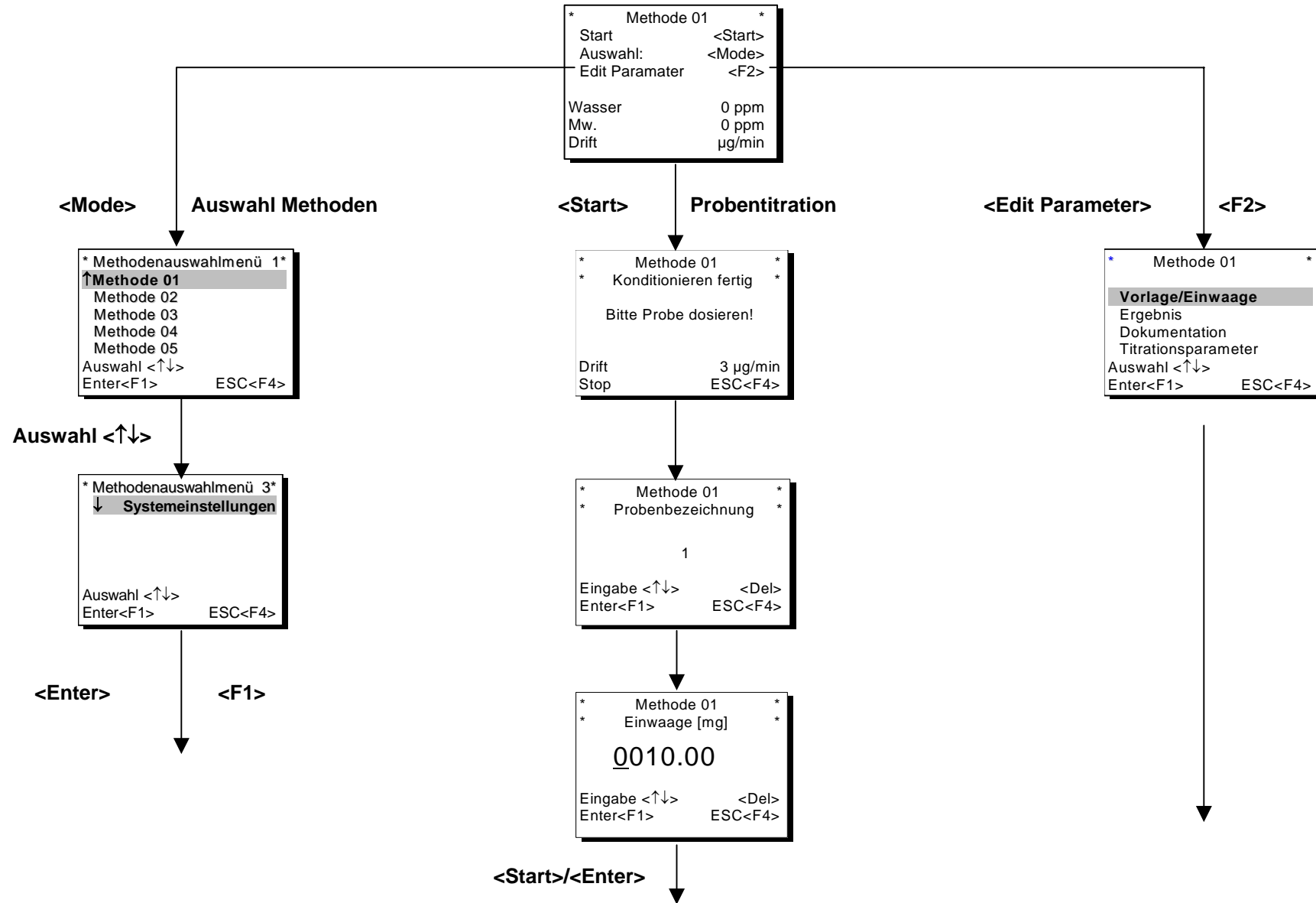
**Abb. 20**

### 3.6 Einschalten des Gerätes, Erstkonditionierung

Stellen Sie die Rührgeschwindigkeit am TM 135/TMKF zwischen 3 und 4 (Magnetührstäbchen bitte nicht vergessen!). Schalten Sie nun das Gerät ein. Der Netzschalter befindet sich rechts auf der Rückseite des TitroLine KF Trace. Der TitroLine KF trace fängt sofort an zu Konditionieren, sobald er eingeschaltet wird. Wenn der Anolyt frisch eingefüllt wurde, kann die Konditionierung 10-20 Minuten andauern. Die Driftanzeige ist dann  $> 1500 \mu\text{g}/\text{min}$ . Wenn die Drift unter  $10 \mu\text{g}/\text{min}$  gesunken ist, ist der TitroLine KF trace bereit für die ersten Messungen.

## 4 Das Arbeiten mit dem Titrator TitroLine KF trace

### Menüstruktur



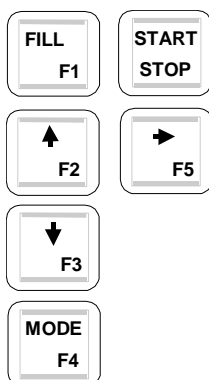
## 4.1 Tasten und Kontrast

Den Kontrast der Anzeige verändern Sie mit dem Rändelrad vorn rechts an der Unterseite des Titrators.

Der Titrator TitroLine KF trace kann mit dem Tastaturfeld vorne am Gerät **oder** mit einer angeschlossenen PC-Tastatur (PS-2 kompatibel) bedient werden.

### Tastatur am TitroLine KF trace

Abb. 21



Das Tastaturfeld vorne am Titrator TitroLine KF trace (Abb. 21) ermöglicht die vollständige Bedienung des Gerätes. Jedoch empfiehlt es sich bei der Eingabe von alphanumerischen Probenbezeichnungen eine externe PC-Tastatur zu verwenden. Wir empfehlen die Tastatur TZ 2835. (Abb. 22)

Die Tastatur am Gerät besteht aus 6 Tasten. Die Anzeige am Titrator TitroLine KF trace zeigt in jeder Situation an, welche Taste am Gerät selbst oder an der PC-Tastatur gedrückt werden muss.

Abb. 22

Tasten	Funktion
<F1>	Start einer ausgewählten Methode
<F2>	Keine Funktion
<F3>	Edit Parameter
<F4> - F 9	Haben keine Funktion
<F10>	Anzeige Onlinegrafik/Messgrafik aus Hauptmenü
Num	Keine Funktion
Lock	
Prt Sc	Keine Funktion
Sys Rq	
Scroll	Keine Funktion
Lock	
<ESC>	Anwahl des Methodenauswahlmenüs aus der Hauptmenü Sonst: Mit <ESC> wird die vorherige Ebene im Menü erreicht.
< ↑ > < ↓ > Cursor-Taste	Auswahl der Einzelmenüs. Wahl der Parameter.
0...9, Dezimalpunkt	Eingabe von Probennummern und diversen Parametern.
<ENTER> oder < ↵ >	Bestätigung eingegebener Parameter. Für beide Tasten wird stets <ENTER> zitiert.
< ←-Backspace >	Löschen einer eingegebenen Ziffer / eines eingegebenen Zeichens unter dem der Cursor steht.
Buchstaben, ASCII-Zeichen	Alphanumerische Eingaben möglich. Groß- und Kleinschreibung ist möglich
alle anderen Tasten	Haben keine Funktion.

## 4.2 Einschaltbild, Haupt - und Methodenauswahl

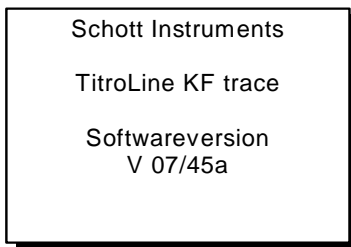


Abb. 23

Nach dem Einschalten des Titrators TitroLine KF trace zeigt das **Einschaltbild** (📖 Abb. 23) den Namen des Gerätes und die Softwareversion an. Das Einschaltbild bleibt ca. 5 s erhalten und wechselt dann automatisch in das **Hauptmenü** (📖 Abb. 24). Es erscheint die zuletzt benutzte Methode in der Anzeige.

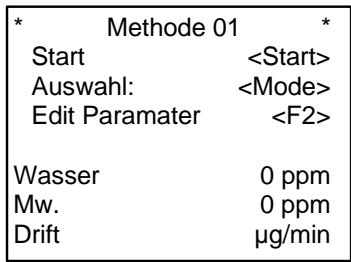


Abb. 24

Vom Hauptmenü aus startet man mit **<Start>** die aktuelle Methode. Mit **<F2>** gelangt man in die Parametereinstellungen der aktuellen Methode. Über **<Mode>/<F4>** gelangt man in die **Methodenauswahl** (📖 Abb. 25).

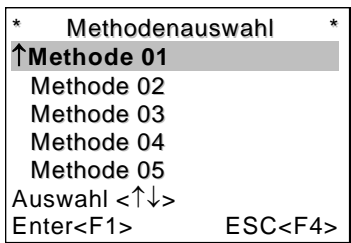


Abb. 25

Durch Betätigen der **↑** und **↓** - Tasten wählt man sich die gewünschte Methode an und bestätigt die Auswahl mit **<F1>** bzw. der **<ENTER>** - Taste. Mit **<F4>** oder **<ESC>** gelangt man wieder zurück in das Hauptmenü.

Durch mehrfaches Drücken der Pfeiltasten gelangt man zu weiteren Auswahlmöglichkeiten (📖 Abb. 26).

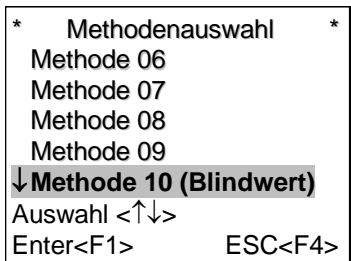


Abb. 26

Durch nochmaliges Drücken der Pfeiltasten gelangt man auch in die Systemeinstellungen. (📖 Abb. 27).

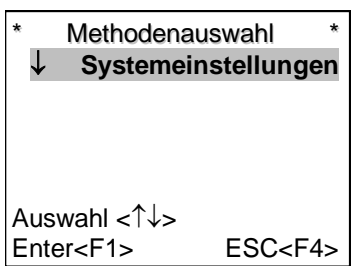


Abb. 27

In den Systemeinstellungen befindet sich z. B die Einstellung der Landersprachen (📖 Kap. 4.3).

## 4.3 Wählen der Landessprache

Der Titrator TitroLine KF trace ist ab Werk auf die Landessprache Englisch eingestellt. Um eine andere Sprache (Deutsch, Französisch, oder Spanisch) einzustellen, gehen Sie vom Hauptmenü (📖 Abb. 24) mit **<Mode>** bzw. **<F4>** über das **Methodenauswahlmenü** (📖 Abb. 25/26/27) in die **Systemeinstellungen** (📖 Abb. 28) und dann direkt in die Sprachauswahl (📖 Abb. 29)

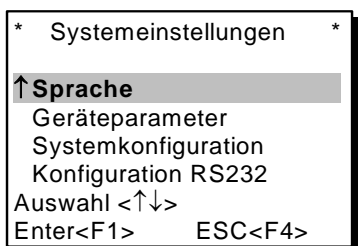


Abb. 28

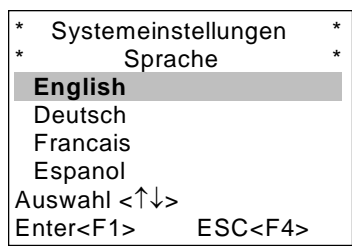


Abb. 29

Die Landessprache wird mit den Pfeiltasten  $\langle \updownarrow \rangle$  ausgewählt und mit der  $\langle \text{Enter} \rangle$  bzw.  $\langle \text{F1} \rangle$  bestätigt. Die Anzeige stellt sich nun auf die gewählte Landessprache um und springt automatisch eine Ebene zurück in die Systemeinstellungen.

#### 4.4 Starten einer Titration

Wenn alle Vorbereitungen abgeschlossen sind, können Sie jetzt mit der Titration von Proben beginnen.

Starten Sie mit der  $\langle \text{Start} \rangle$ -Taste aus dem Hauptmenü die eingestellte Methode. Der Titrator startet zuerst das Konditionieren (Abb. 30). Dabei wird die Titrierzelle trockentitriert. Alles Wasser des Analyten und anhaftende Feuchtigkeit im Titriergefäß wird dabei erfasst.

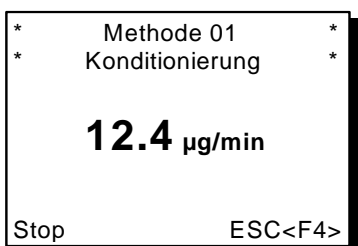


Abb. 30

Der Titrator TitroLine KF trace zeigt während des Konditionierens die aktuelle **Drift** in  $\mu\text{g}/\text{min}$  an. Wenn die Titrierzelle trocken ist, wechselt die Anzeige wie in Abb. 31 dargestellt.

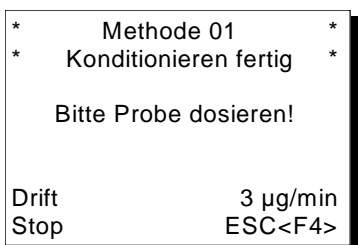


Abb. 31

Die Anzeige fordert Sie auf die Probe zu dosieren. Die flüssige Probe wird nun durch das Septum in das Titriergefäß dosiert. Hinweise zum Probenhandling und weitere praktische Hinweise finden Sie auch im Kap. 6. Die Aufforderung verschwindet nach einigen Sekunden.

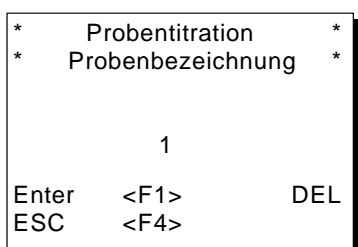


Abb. 32

Die Eingabe einer alphanumerischen Probenbezeichnung ist nur mit der angeschlossenen PC-Tastatur möglich. (Abb. 22). Es können bis zu 14 alphanumerische Zeichen eingegeben werden. Mit der  $\langle \text{Backspace} \rangle$ -Taste kann eine Eingabe wieder gelöscht werden. Die Eingabe wird mit  $\langle \text{Enter} \rangle$  oder  $\langle \text{F1} \rangle$  bestätigt. Ohne externe Tastatur wird die Probenbezeichnung automatisch mit 1 beginnend hoch gezählt.

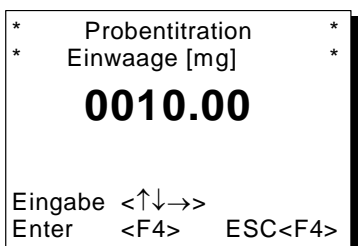


Abb. 33

Mit der Tastatur TZ 2835 oder einer anderen PC-Tastatur werden die Zahlenwerte über die Zifferntastatur direkt eingegeben. Wenn keine externe Tastatur angeschlossen ist, stellt man die Zahlenwerte mit den Pfeiltasten  $\langle \rightarrow \rangle$ ,  $\langle \uparrow \rangle$ , oder  $\langle \downarrow \rangle$  ein. Mit der Pfeiltaste  $\langle \rightarrow \rangle$  wählt man die zu betreffende Ziffer aus. Mit den Pfeiltasten  $\langle \uparrow \rangle$  und  $\langle \downarrow \rangle$  ändert man den Wert. Mit  $\langle \text{Enter} \rangle$  oder  $\langle \text{F1} \rangle$  wird die Eingabe bestätigt. Geben Sie bitte die Probenmenge in mg oder ml ein und bestätigen Sie die Eingabe mit  $\langle \text{Enter} \rangle$  oder  $\langle \text{F1} \rangle$ . (Abb. 33).

Die Messung wird nun mit den voreingestellten Parametern gestartet.

* Methode 01 *
* Messung *
Wasser 60 ppm
Drift 100 µg/min
Stop ESC<F4>

Abb. 34

Die Titration läuft solange, bis die vorgewählten Endekriterien erreicht sind. Dies ist in der Regel ein bestimmter Driftwert und eine bestimmte Driftstoptoleranz (☞ **Kap. 5.8**). Während der Messung wird das aktuelle Ergebnis in der gewünschten Einheit (ppm, %, usw.) angezeigt. Die Titration kann jederzeit mit der <ESC>-Taste abgebrochen werden. (☞ **Abb. 34**)

* Methode 01 *
Start <Start>
Auswahl: <Mode>
Edit Paramater <F2>
Wasser 220 ppm
Mw. 225 ppm
Drift 1,5 µg/min

Abb. 35

Am Ende der Titration wird das Ergebnis am Display angezeigt. Das Ergebnis ist der Wassergehalt der Probe in ppm, %, µg oder in einer anderen ausgewählten Einheit. Der Mittelwert von bis zu 10 Messungen und die aktuelle Drift in µg/min werden ebenfalls angezeigt. Falls ein Drucker angeschlossen ist, wird das Ergebnis mit weiteren Informationen auf dem Drucker ausgedruckt. Mit der <Start>-Taste kann sofort die nächste Titration gestartet werden. (☞ **Abb. 35**)

## 5 Methodenparameter

### 5.1 Allgemein

Die Methoden im Titrator TitroLine KF trace sind ab Werk mit sinnvollen Parameter vorbelegt. Jedoch kann jeder Anwender die Parameter der einzelnen Methoden an seine Bedingungen anpassen. Mit <F2> (bzw. F3 bei externer Tastatur) kommt man von dem Hauptmenü in die Methodenparameter (Abb. 36).

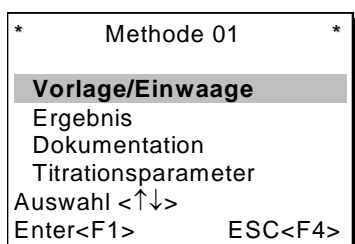


Abb. 36

Unter **Vorlage/Einwaage** wählt man aus, ob man eine Vorlage in ml oder eine Einwaage in mg eingeben möchte und ob die Einwaage manuell eingegeben werden oder automatisch über eine angeschlossene Analysenwaage erfolgen soll.

Unter **Ergebnis** kann man die Faktoren der Formel verändern, die Einheiten auswählen, die Dezimalstellen einstellen und die Statistik aktivieren.

Unter **Dokumentation** wählt man die Form der Dokumentation aus: „kurz“, „Standard mit Kurve“, „GLP“, „nur Display“.

Die eigentlichen Parameter der Titration stellt man unter „**Titrationsparameter**“ ein. Einstellbare Parameter für die Titration sind:

- Startdrift [µg/min]]
- den Stopdrift [µg/min]
- en Stopdrifttoleranz [µg/min]
- die Nachlaufzeit [s]
- min. und max. Titrationsdauer [min]

### 5.2 Vorlage und Einwaage

Ab Werk ist die Vorlage/Einwaage auf „kein“ eingestellt. Wenn das Ergebnis in ppm oder % berechnet werden soll, muss eine Probenmenge eingegeben werden. Eine Einwaage kann manuell als mg-Wert und eine Vorlage als ml-Wert eingegeben werden. Wenn eine Analysenwaage an dem Titrator angeschlossen ist, sollte die Einwaage auf „**Einwaage automatisch**“ umgestellt werden. Nun kann man die Einwaage durch einen Tastendruck an der Waage direkt an den Titrator transferiert werden. (Abb. 37)

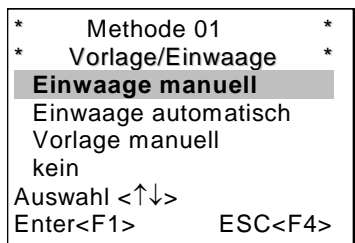


Abb. 37

Bei den Methode „**Blindwert**“ ist der Methodenparameter „**Vorlage/Einwaage**“ nicht aktiv, da ohne Probeneinwaage/Vorlage gearbeitet wird und das Ergebnis immer in µg berechnet wird.

Bei der manuellen Vorlage ist die Zugabe der Probe mit einer kalibrierten Spritze (z.B. Fa. Hamilton) notwendig.

### 5.3 Ergebnis – Formel

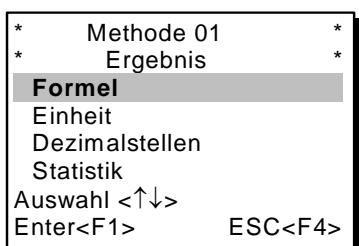


Abb. 38

Über die Methodenparameter (Abb. 36) gelangt man in das Ergebnis-Menü (Abb. 38). Mit <ENTER> bzw. <F1> gelangt man in den Formeleditor (Abb. 39).

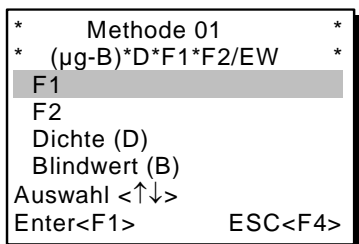


Abb. 39

In dem Titrator TitroLine KF trace werden 2 unterschiedliche Formeln verwendet. Die in Abb. 39 abgebildete Formel wird nur in den Methoden 01-09 verwendet.

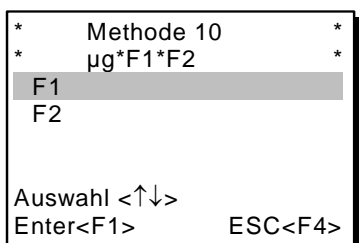


Abb. 40

Die Blindwertmethode 10 verwendet eine einfache Berechnungsformel für µg (Abb. 40).

Dabei bedeuten im einzelnen:

µg	absolut gemessener Wasserwert in µg
F1	Umrechnungsfaktor, Defaultwert = 1,000
F2	Umrechnungsfaktor, Defaultwert = 1,000
Dichte D	Dichte der Probe/Standard. Defaultwert ist 1,00 g/ml
Blindwert B	in µg. Defaultwert = 0,000 µg
EW	Einwaage in mg oder Volumen in ml, Defaultwert = 1,000

Bei dem Methoden 01-09 wird bei den gewählten Einheiten ppm und % ein interner (nicht sichtbarer!) Umrechnungsfaktor mit berechnet. Das Ergebnis wird damit gleich richtig berechnet und weitere Eingaben sind nicht notwendig.

Bei der Methode 10 (Blindwert) kann das Ergebnis nur in µg berechnet werden.

#### Eingabe Zahlenwerte

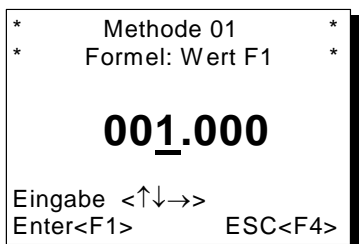


Abb. 41

#### Eingabe mit Tastenfeld am Titrator TitroLine KF trace:

Durch die → Taste wird die gewünschte Stelle angewählt. Mit ↑ und ↓ kann der Zahlenwert geändert werden. Mit <F1> wird die Eingabe bestätigt.

#### Eingabe mit angeschlossener PC-Tastatur:

Einfach den Zahlenwert mit Hilfe der numerischen Tasten eingeben. Mit <Backspace> kann ein einzelner Zahlenwert wieder gelöscht werden. Mit <ENTER> wird die Eingabe bestätigt.

## 5.4 Ergebnis – Einheit

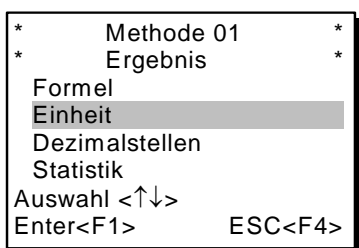


Abb. 42

Über die Methodenparameter (📖 **Abb. 36**) gelangt man in das Ergebnis-Menü (📖 **Abb. 42**). Mit <↓> und <F1> bzw. <ENTER> gelangt man in das Untermenü Einheit (📖 **Abb. 43**).

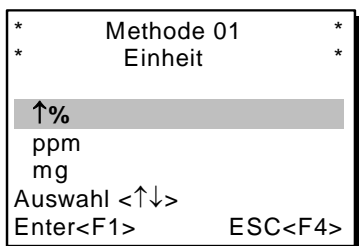


Abb. 43

Es stehen die Einheiten %, ppm, mg (📖 **Abb. 43**)

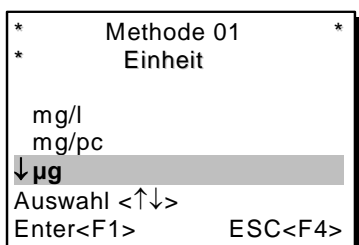


Abb. 44

mg/l, mg/pc (pc = piece, Stück) und µg zur Auswahl (📖 **Abb. 44**).

## 5.5 Ergebnis – Dezimalstellen

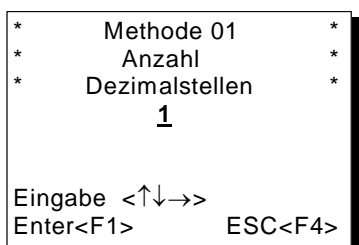


Abb. 45

Ausgehend von dem Ergebnismenü (📖 **Abb. 42**) gelangt man in die Dezimalstellen (📖 **Abb. 45**). Die Dezimalstelle eines Ergebnisses kann hier mit <↑> oder <↓> bzw. der direkten Eingabe des Zahlenwertes verändert werden. Der Defaultwert ist bei allen Methoden 1. Es sind bis zu 3 Dezimalstellen einstellbar. <F1> oder <ENTER> wird die Eingabe bestätigt.

## 5.6 Ergebnis – Statistik

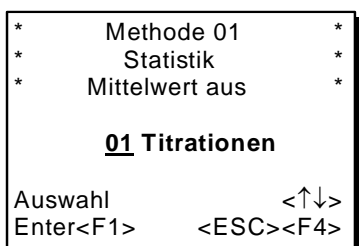


Abb. 46

Ausgehend von dem Ergebnismenü (📖 **Abb. 42**) gelangt man in die Statistik (📖 **Abb. 46**). Wenn man von einer Probe einen Mittelwert aus einer Mehrfachbestimmung berechnen lassen möchte, dann gibt man hier die Anzahl der Einzelmessungen ein. Bei einer Doppelbestimmung müsste man hier z. B den Zahlenwert 2 eingeben. Der Defaultwert ist bei der bei allen Methoden 1. Über einem angeschlossenen Drucker wird zusätzlich noch die Standardabweichung (Std. abs.) und die relative Standardabweichung (Std. rel.) mit ausgegeben.

## 5.7 Dokumentation

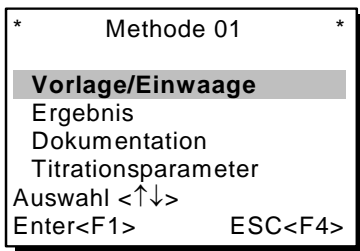


Abb. 47

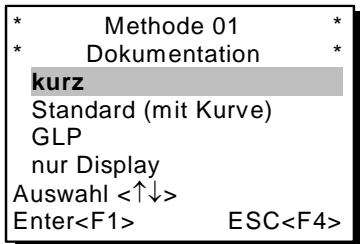


Abb. 48

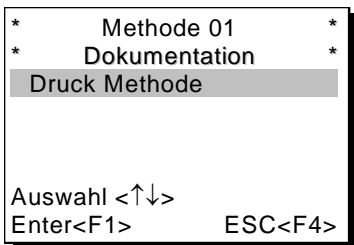


Abb. 49

Mit <F2> (bzw. <F3 bei externer Tastatur) gelangt man vom Hauptmenü in die Methodenparameter (Abb. 47). Von dort gelangt man mit 2 mal <↓> drücken und <F1> oder <Enter> in das Dokumentationsmenü (Abb. 48).

Dort kann man zwischen vier verschiedenen Formen der Dokumentation wählen. Voreingestellt ist die Ausgabe **kurz**. Auf dem Display wird immer der Wassergehalt, der Mittelwert des Wassergehaltes und die aktuelle Drift angezeigt. Das gilt auch für die anderen Dokumentationsformen.

Die aktuelle gewählte Methode kann separat ausgedruckt werden. (Abb. 49).

### Ausdruck Kurzform:

```

*****
Prob.bez.:      test 2
Wasser:         1039PPM
Mw.01/01:      1039PPM
Std. abs:       0PPM
Std. rel:       0.00%
Vorlage:       150.00ul
Geräteadresse: 01
Seriennr.:     00739001
*****
  
```

### Ausdruck Standard mit Kurve:

```

*****
Prob.bez.:      12
PPM
  
```

```

  
```

```

dy=175          dx=0.50
Wasser:         658PPM
Mw.01/01:      658PPM
Std. abs:       0PPM
Std. rel:       0.00%
Vorlage:       150.00ul
Datum:         22:11:07
Uhrzeit:       09:29:25
Blindwert:     0us
Messdrift:     1.4us/min
Messzeit:      1.62min
Geräteadresse: 01
Seriennr.:     00739001
-----
Methode 01
-----
*****
  
```

## Ausdruck GLP

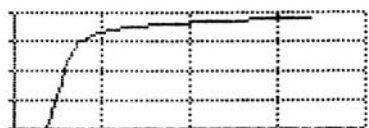
\*\*\*\*\*

Benutzer:

-----

Prob.bez.: 9

PPM



min  
 dy=25 dx=0.25

Wasser: 96PPM

Mw. 01/01: 96PPM

Std. abs: 0PPM

Std. rel: 0.00%

Vorlase: 150.00ul

Datum: 22:11:07

Uhrzeit: 09:21:55

Blindwert: 0us

Messdrift: 1.3us/min

Messzeit: 0.86min

Geräteadresse: 01

Seriennr.: 00739001

-----  
Methode 01

Startdrift: 10.00us/min

Stoppdrift: 2.00us/min

Stoppdr.tol.: 0.01us/min

Nachlaufzeit: 5s

min. Tit. Dauer: 0.5min

max. Tit. Dauer: 10.0min

---Berechnungsformel---

 $(us-B)*D*F1*F2/EW$ 

Faktor F1: 1.000

Faktor F2: 1.000

Dichte: 1.00g/ml

---letzte Änderung---

am: 22.11.07

09:21:27

\*\*\*\*\*

## Ausdruck Methode

\*\*\*\*\*

-----  
Methode 01

---Vorlase/Einwaage---

Vorlase manuell

---Berechnungsformel---

 $(us-B)*D*F1*F2/EW$ 

Faktor F1: 1.000

Faktor F2: 1.000

Dichte: 1.00g/ml

---Titrationsparameter---

Startdrift: 10.00us/min

Stoppdrift: 2.00us/min

Stoppdr.tol.: 0.01us/min

Nachlaufzeit: 5s

min. Tit. Dauer: 0.5min

max. Tit. Dauer: 10.0min

---letzte Änderung---

am: 22.11.07

09:31:52

\*\*\*\*\*

## 5.8 Titrationsparameter

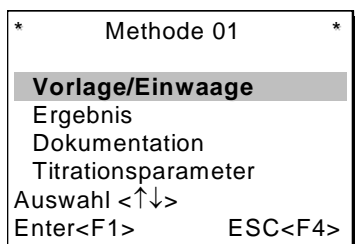


Abb. 50

Vom Hauptmenü mit F2 (bzw. F3 bei externer Tastatur) über die Methodenparameter ((Abb. 50) gelangt man mit 3 mal <↓> und <F1> oder <Enter> in die Titrationsparameter ((Abb. 51)).

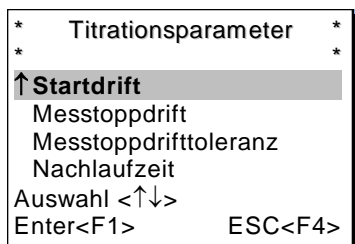


Abb. 51

Die Titrationsparameter sind die Parameter, die den Ablauf der Titration regeln. Daher kann man auch von Regelungsparameter sprechen. Abb. 51 zeigt die ersten 4 Titrationsparameter.

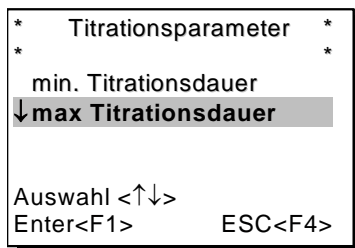


Abb. 52

Mit 1 mal <↑> oder 4 mal <↓> werden die restlichen 2 Titrationsparametern erreicht ((Abb. 52)).

### Startdrift

Der Wert der Startdrift in  $\mu\text{g}/\text{min}$  muss gleich oder kleiner sein, um eine Titration starten zu können. Wird der Wert überschritten befindet sich der TitroLine KF trace im Konditioniermodus. Der Standardwert ist  $10,00 \mu\text{g}/\text{min}$ . Der Wert lässt sich von  $0,01$  bis  $250 \mu\text{g}/\text{min}$  eingeben.

### Nachlaufzeit

Ist der Zeitraum in Sekunden, in dem die Driftstoppkriterien geprüft werden. Die Nachlaufzeit kann zwischen  $0$  und  $60$  Sekunden eingestellt werden. Als Standardwert ist  $5$  s voreingestellt.

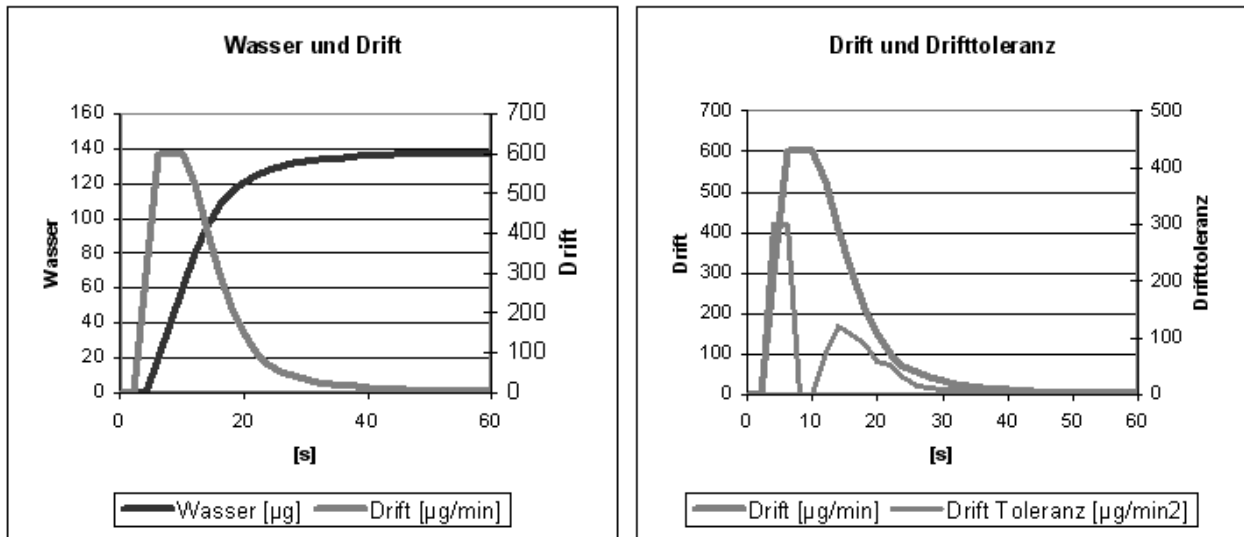
### Stoppdrift

Die Stoppdrift in  $\mu\text{g}/\text{min}$  ist kein absoluter Endwert. Als Endwert einer Titration ist immer die aktuelle gemessene Drift + Stoppdrift zu sehen. Ein Beispiel:

Zeigt die aktuelle Drift einen Wert von  $1,5 \mu\text{g}/\text{min}$  an und ist die Stoppdrift auf  $2,0 \mu\text{g}/\text{min}$  eingestellt, ist der tatsächliche zu erreichende Enddrift  $3,5 \mu\text{g}/\text{min}$ .

Das heißt, je niedriger die Stoppdrift eingegeben wird, desto länger dauert die Messung. Wenn eine hohe Stoppdrift (z. B.  $20 \mu\text{g}/\text{min}$ ) eingegeben wird ist die Messung wesentlich schneller beendet. Niedriger Wert = genauere Messung, hoher Wert = ungenauere Messung. Als Stoppdrift ist  $2 \mu\text{g}/\text{min}$  als Standardwert vorgegeben. Der Wert lässt sich von  $0,01$  bis  $25 \mu\text{g}/\text{min}$  eingeben.

Das Diagramm 1 zeigt auf der linken Seite die Titrationskurve mit der Messgröße Wasser pro Zeit und die abgeleitete Größe Drift pro Zeit.



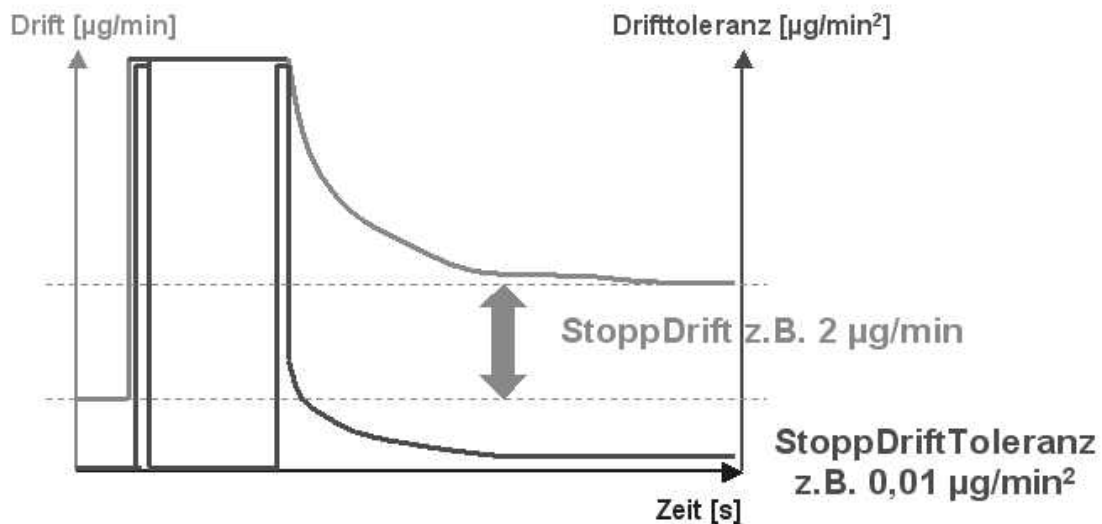
**Diagramm 1:** Wasser und Drift auf der linken Seite, auf der rechten Seite die Drift Toleranz

### Stoppdrifttoleranz

Bewegt sich die Änderung der Drift während der gesamten Nachlaufzeit innerhalb der Stoppdrifttoleranz, dann wird die Messung beendet.

Als Stoppdrifttoleranz ist  $0,01 \mu\text{g}/\text{min}$  als Standardwert vorgegeben. Der Wert lässt sich von  $0,01$  bis  $25,00 \mu\text{g}/\text{min}$  eingeben.

Für den Fall, dass die Driftstopp als Kriterium nicht erreicht wird, wird als Abbruchkriterium Stoppdrifttoleranz verwendet. Es entspricht der Ableitung der Drift mit der Zeit. In dem Diagramm 2 ist der typische Verlauf Stoppdrifttoleranz erkennbar. Dies ermöglicht auch den automatischen Abbruch von Titrationsen mit Nebenreaktionen.



**Diagramm 2:** Das Kriterium Stoppdrift als Differenz zur Startdrift, die Stoppdrifttoleranz als Stabilitätskriterium für die Drift.

Es muss nur eines der beiden Endkriterien Stoppdrift und Stoppdrifttoleranz erfüllt sein, um die Messung zu beenden

### Min. Titrationsdauer

Nach Ablauf der Mindest-Titrationsdauer werden die eingestellten Stoppkriterien geprüft. Die min. Titrationsdauer ist von  $0,1$  bis  $30,0$  min. einstellbar. Als Standardwert ist bei allen Methoden auf  $0,5$  min.

voreingestellt. Eine höhere Mindest-Titrationsdauer ist vor allen Dingen bei dem Arbeiten mit einem Ausheizofen notwendig.

### Max. Titrationsdauer

Die maximale Titrationsdauer wird z.B. bei Proben verwendet, die am Ende eine erhöhte Drift erzeugen und bei dem sich kein stabile Endwerte einstellen. Die max. Titrationsdauer ist von 0,0 bis 60,0 min einstellbar. Der Standardwert ist bei allen Methoden auf 10,0 min. voreingestellt.

## 5.9 Ergebnis – Neuberechnung

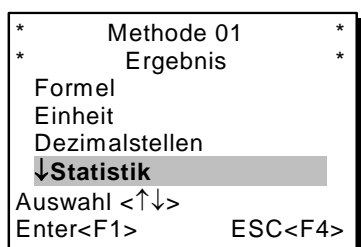


Abb. 53

Ausgehend von dem Methodenparameter und Ergebnis (Abb. 53) gelangt man auf durch mehrmaliges ↓ oder besser 1 x ↑ in das Menü Neuberechnung (Abb. 54)

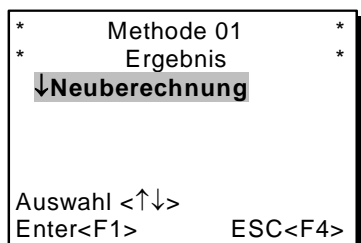


Abb. 54

Unter Neuberechnung kann man den Statistikspeicher zurücksetzen (**Reset Statistik**), ein oder mehrere Werte aus einer Mehrfachbestimmung löschen (**Korrektur Mittelwert**) und eine **neue Einwaage** oder **neue Vorlage** eingeben. (Abb. 55)

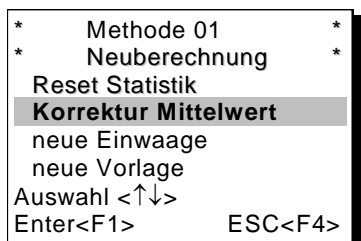


Abb. 55

Bei **Reset Statistik** kann durch Anwahl von **Ja** der Statistikspeicher zurückgesetzt werden. Bei **Nein** springt die Anzeige automatisch zurück in die Menüübersicht der Neuberechnung.

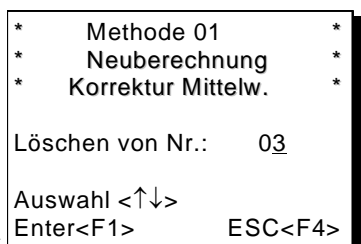


Abb. 56

Durch das Löschen eines Wertes aus einer Messreihe, wird der Mittelwert, die absolute und die relative Standardabweichung neu berechnet. Das Löschen eines einzelnen Ergebnisses aus einer Mehrfachbestimmung sollte sorgfältig abgewogen werden. Im Zweifelsfalle sollte lieber eine neue Versuchsreihe durchgeführt werden. Nachdem die Nummer des zu löschenden Wertes aus der Messreihe (1-10) eingegeben und bestätigt wurde, werden die Werte automatisch neu berechnet. (Abb. 56)

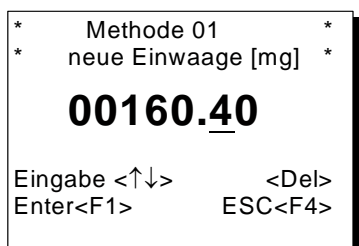


Abb. 57

Eine Ergebniskorrektur ist dann notwendig, wenn z.B. eine Einwaage oder Vorlage falsch eingegeben wurde. Nach der Eingabe (Abb. 57) der neuen Einwaage in mg oder Vorlage in ml wird automatisch ein neues Ergebnis berechnet und auf dem Display oder angeschlossenen Drucker ausgegeben (Option)

## 6 Systemeinstellungen

### 6.1 Allgemein

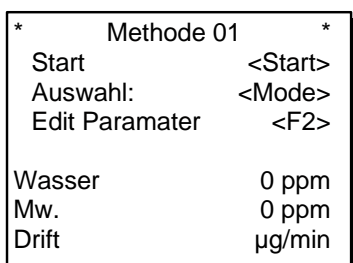


Abb. 58

Vom Hauptmenü (Abb. 58) aus kommt man mit Mode/F4 (oder ESC bei externer Tastatur) in die Methodenauswahl (Abb. 59).

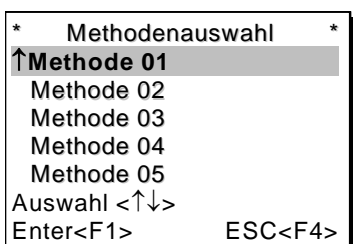


Abb. 59

Mit 1 x drücken der Pfeiltaste <↑> gelangt man in die Systemeinstellungen (Abb. 60).

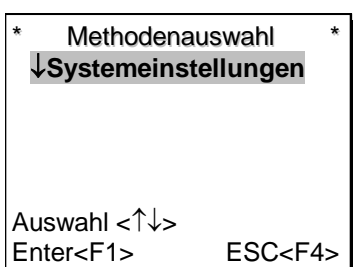


Abb. 60

Die Auswahl mit F1 oder <Enter> bestätigen. Es erscheint die 1. Auswahl der Systemeinstellungen. (Abb. 61).

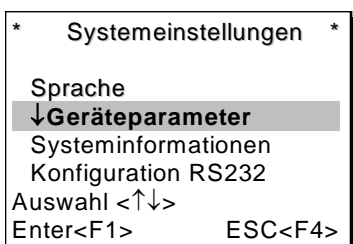


Abb. 61

Die Einstellung der Landessprachen wird im Kap. 4.3 beschrieben. Ansonsten findet man hier die Einstellung der **Geräteparameter**, die **Systeminformationen** und die Konfiguration der **RS232-Schnittstellen**. Durch mehrmaliges Drücken der Pfeiltaste <↓> gelangt man in die 2. Auswahl der Systemeinstellungen (Abb. 62).

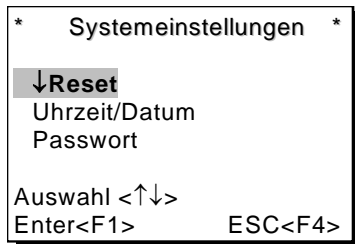


Abb. 62

Hier findet man die Möglichkeit eines **RESETS**, die Einstellung des **Datums** und der **Uhrzeit** und die Aktivierung eines **Passwortes**.

## 6.2 Geräteparameter

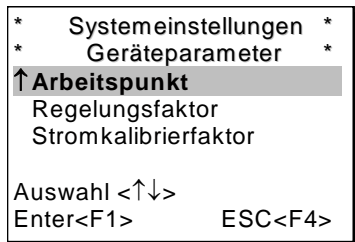


Abb. 63

Ausgehend von der 1. Auswahl Systemeinstellungen gelangt man in die sogenannten **Geräteparameter**. (📖 Abb. 63).

**Wichtig! Die Geräteparameter sollten nur bei einem Servicefall eingestellt bzw. verändert werden.**

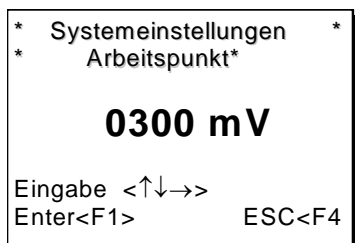


Abb. 64

Der **Arbeitspunkt** (📖 Abb. 64) in mV ist der Bezugswert für die Indikatorelektrode. Er kann von 1 bis 1000 mV eingestellt werden. Als Standardwert ist 300 mV vorgegeben.

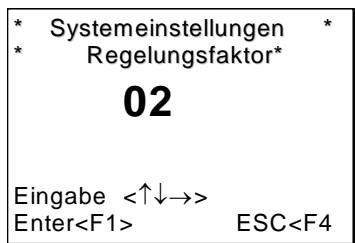


Abb. 65

Der **Regelungsfaktor** (📖 Abb. 65) ist ein Faktor für die Indikatorregelung. Er kann von 1 bis 128 eingestellt werden. Voreingestellt ist der Wert 2.

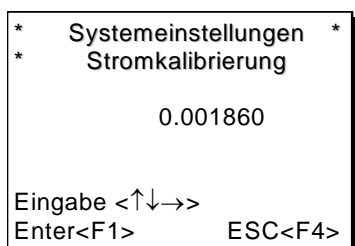


Abb. 66

Die Einstellung des **Stromkalibrierfaktors** (📖 Abb. 66) erfolgt Werkseitig.

### 6.3 Systeminformationen

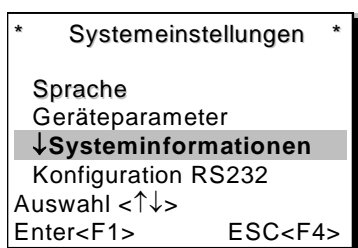


Abb. 67

Ausgehend von der 1. Auswahl Systemeinstellungen (Abb. 67) kann man die **Systeminformationen** abrufen. (Abb. 68).

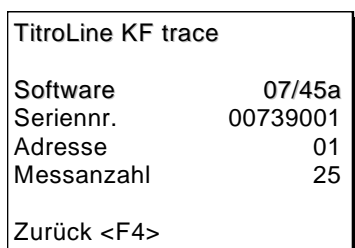


Abb. 68

Dort finden Sie die Versionsnummer der Software und die Seriennummer und physikalische Adresse des Gerätes. Die Messanzahl gibt an wie viel Titrationsen insgesamt durchgeführt wurden.

### 6.4 Konfiguration RS-232

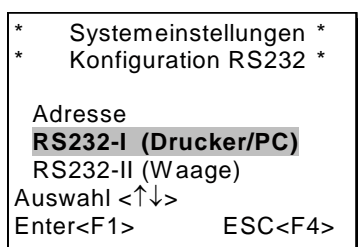


Abb. 69

Ausgehend von der 1. Auswahl Systemeinstellungen (Abb. 67) gelangt man in die Konfiguration der beiden seriellen Schnittstellen RS232. (Abb. 69) Die beiden RS-232-Schnittstellen des Titrators TitroLine KF trace lassen sich unterschiedlich konfigurieren, falls bei einer angeschlossenen Waage eine andere Konfiguration eingestellt werden muss, als bei einem gleichzeitig angeschlossenen Drucker.

Die Geräteadresse ist auf 01 voreingestellt. Sie ist von 00 bis auf Adresse 15 konfigurierbar. Sie kann verändert werden, wenn mehrere Geräte (Titrator TitroLine KF trace, Kolbenbürette TITRONIC® *universal* usw.) miteinander in einer Kette verbunden sind, siehe auch Kap. 8.2

Werkseitig sind die beiden RS-232-Schnittstellen auf folgende Parameter voreingestellt:

Baudrate: **4800**, Parity: **No**, Data: **8**.

Die **Baudrate** ist von **<1200>** bis **<19200>** einstellbar. Die **Parity** kann anstelle von **<No>** auch auf **<Even>** oder **<Odd>** umgestellt werden. Die Datenbits **Data** kann man entweder auf **<7 Bit>** oder auf **<8 Bit>** einstellen.

### 6.5 Reset

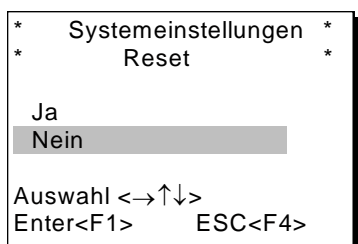


Abb. 70

Ausgehend von der 2. Auswahl (Abb. 62) Systemeinstellungen gelangt man in den **Reset** (Abb. 70). Durch bestätigen von **<Ja>** wird ein Reset durchgeführt. Das Gerät wird in den Auslieferungszustand zurückgesetzt.

## 6.6 Datum und Uhrzeit

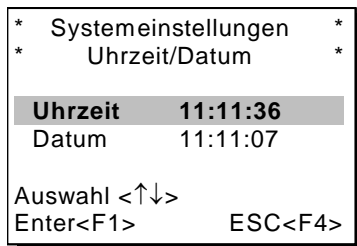


Abb. 71

Ausgehend von der 2. Auswahl (📖 **Abb. 62**) Systemeinstellungen gelangt man in die **Uhrzeit** und **Datum**seinstellungen. (📖 **Abb. 71**). Wenn die Uhrzeit oder das Datum korrigiert werden muss, wählen Sie den entsprechenden Menüpunkt an und bestätigen Sie mit <Enter> oder <F1>.

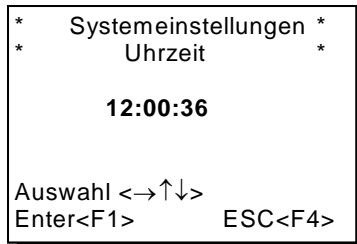


Abb. 72

Die Uhrzeit wird in der Form hh:mm:ss angezeigt. (📖 **Abb. 72**)

**Folientastatur:** Mit der → - Taste wird der zu ändernde Wert angewählt und mit den ↑↓ - Tasten geändert. Die Eingabe wird mit <F1> abgeschlossen.

**Externe Tastatur:** Die ganze Uhrzeit wird nacheinander komplett eingegeben.

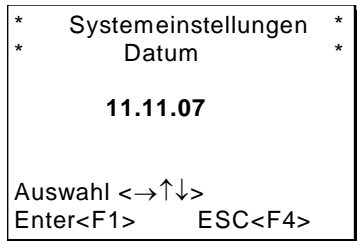


Abb. 73

Das Datum wird in der Form tt:mm:jj angezeigt. (📖 **Abb. 73**)

**Folientastatur:** Mit der → - Taste wird der zu ändernde Wert angewählt und mit den ↑↓ - Tasten geändert.

**Externe Tastatur:** Das ganze Datum wird nacheinander komplett eingegeben. Die Eingabe wird mit <Enter> abgeschlossen.

## 6.7 Passwort

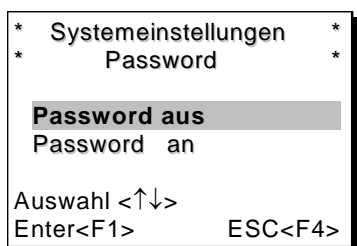


Abb. 74

Ausgehend von der 2. Auswahl (📖 **Abb. 62**) Systemeinstellungen gelangt man in die das Passwort-Menü (📖 **Abb. 74**).

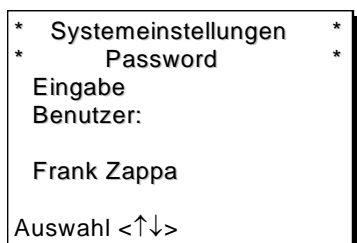


Abb. 75

Wenn man <Password an> auswählt hat, muss man zuerst einen **Benutzer** eingeben. Am einfachsten geht das mit einer angeschlossenen PC-Tastatur, aber man kann auch die Pfeiltasten ↑↓ und → dazu verwenden. Es können maximal 20 Zeichen eingegeben werden. Die Eingabe wird mit <F1> oder <Enter> betätigt.

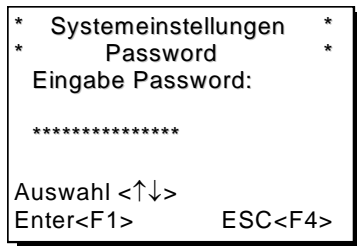


Abb. 76

Als nächstes muss ein Passwort eingegeben werden. Das Passwort muss mindestens 6 Zeichen (alphanumerisch!) lang sein. Maximale Länge ist 20 Zeichen. Die Eingabe muss 1 x wiederholt werden. Das Passwort wird bei dem Zugang in die Methodenparameter und den Systemeinstellungen abgefragt. Das Passwort kann einfach durch **Password aus** deaktiviert werden.

## 7 Grundlagen und Arbeitshinweise

### 7.1 Theorie

Bei der Coulometrie enthält die KF-Lösung Iodid. Dieses Iodid wird an der Anode der Generatorzelle zu Iod oxidiert. An der Kathode entsteht parallel dazu in erster Linie Wasserstoff, der in kleinen Blasen an die Oberfläche steigt und damit dem Gleichgewicht entzogen wird. Das entstandene Iod reagiert sofort nach der Karl Fischer Reaktion mit dem Wasser. Während der gesamten Titration liegt in der Lösung ausschließlich Iodid vor. Dies ändert sich schlagartig, wenn kein Wasser mehr in der Titrationszelle vorhanden ist. Durch die weitere Zugabe von Iod existieren Iod und Iodid nebeneinander und bilden ein reversibles Redoxpaar.

An der Indikatorelektrode wird eine Spannung angelegt, dadurch gibt das Iodid an der positiven Anode sein Elektron ab, es entsteht Iod. Das Elektron wird an der Kathode wieder an das Iod abgegeben und es entsteht wieder Iodid. Auf diese Weise kann ein Strom gemessen werden, der das Ende der Reaktion detektiert. Das Iod wird bei der volumetrischen Titration mit einer Motorkolbenbürette dosiert, die Detektion des Titrationsendes ist identisch. (📖 **Abb. 77**)

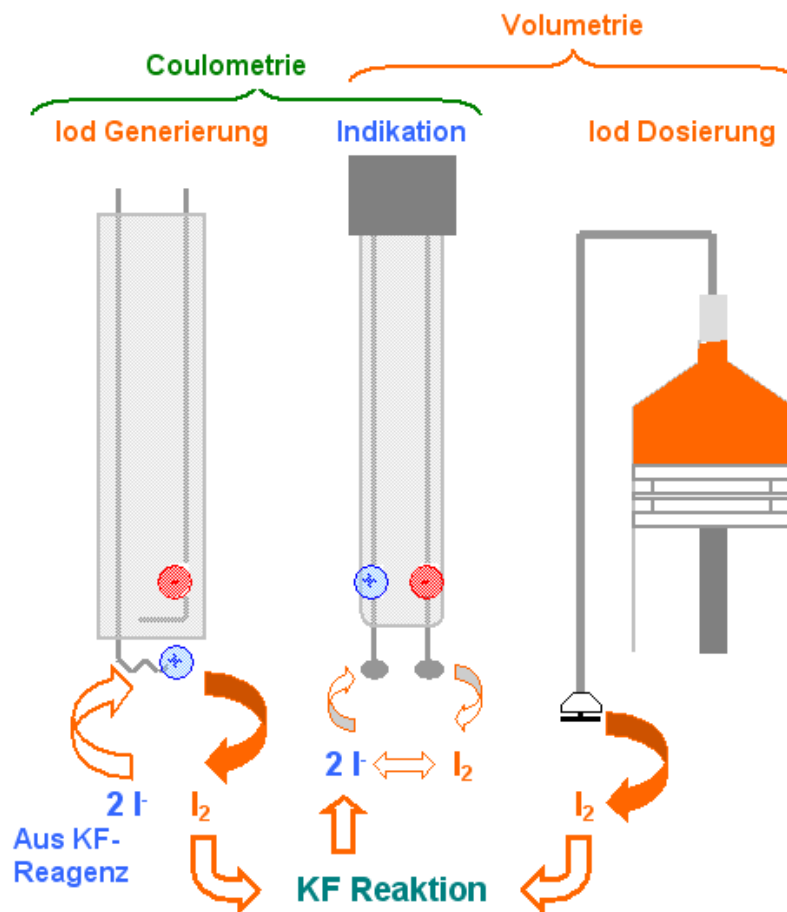

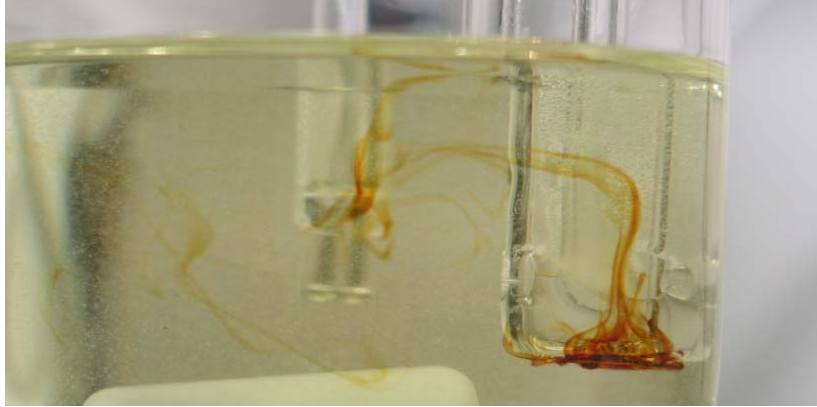



Abb. 77

## 7.2 Arbeitsablauf

Das Coulometer beginnt direkt nach dem Einschalten mit dem Konditionieren des Reagenzes in der Titrationszelle. Deshalb ist zunächst vor dem Einschalten stets der Anolyt in das Titrationsgefäß zu füllen. In der Generatorelektrode entsteht an der Kathode Wasserstoff und unten an der Generatorelektrode Iod ( **Abb. 78**)



**Abb. 78**

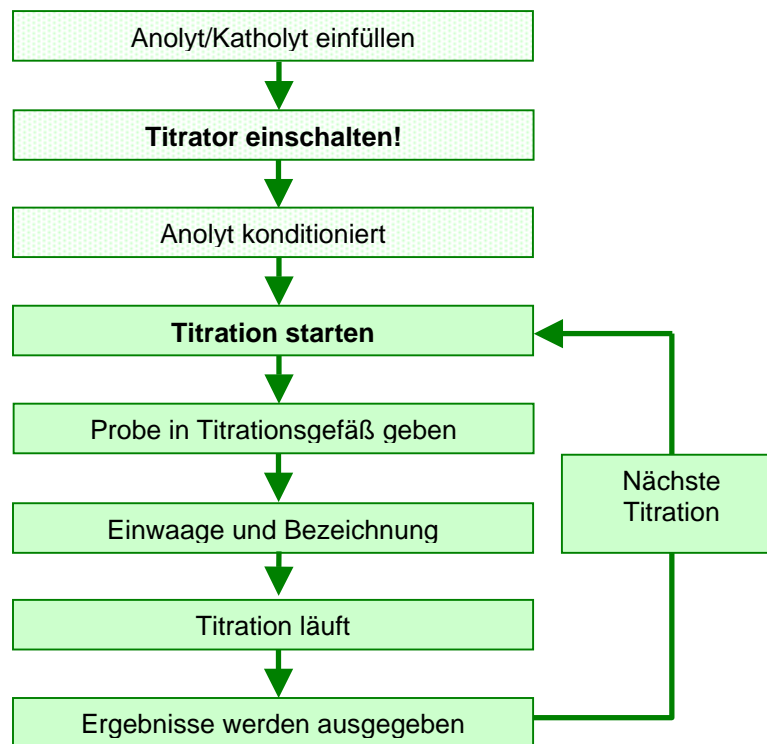
Die Füllhöhe im Titrationsgefäß sollte mindestens 2 cm betragen, so dass die Generatorelektrode richtig eingetaucht ist ( **Abb. 79**): Die maximale Füllhöhe ist 1 cm unter der Oberseite des Gefäßes. Die Rührgeschwindigkeit muss manuell der Füllhöhe angepasst werden. Die Geschwindigkeit sollte aber mindestens auf Stufe 2,5- 3 gestellt sein



**Abb 79.**

Die Drift erreicht nach kurzer Zeit, abhängig davon, wie viel Feuchtigkeit in der Zelle ist, einen stabilen Wert. Dieser liegt unter normalen Bedingungen zwischen  $0,5 \mu\text{g}/\text{min}$  und  $10 \mu\text{g}/\text{min}$ . Eine Drift unter  $0,5 \mu\text{g}/\text{min}$  deutet auf eine vorherige Überreaktion (z.B. durch zu langsames Rühren) hin, eine zu hohe Drift deutet auf Feuchtigkeitseinbruch oder auf Nebenreaktionen einer vorherigen Probe hin. Sofern eine höhere Drift über mehrere Minuten stabil ist, ist gleichwohl eine Titration möglich, da als Abbruchkriterium der Titration ein Deltakriterium zur Anfangsdrift eingegeben wird (siehe Titrationsparameter).

Abb. 80 Schematischer Ablauf



### 7.3 Handhabung

In das Titrationsgefäß wird die Indikatorelektrode in die Öffnung mit dem NS 7,5 eingesetzt und mit den beiden blauen Steckern am Gerät angeschlossen. Mit einem Trichter wird das Reagenz mit einer Füllhöhe von mindestens zwei Zentimeter eingefüllt. Nun wird die Generatorelektrode eingesetzt. Auf die Generatorelektrode wird ein Trockenrohr mit frisch getrocknetem Molekularsieb (0,3 nm) gesetzt. Das Molekularsieb wird vorher bei mindestens 250 °C sechs Stunden getrocknet. Die Generatorelektrode wird mit dem mitgelieferten Kabel mit dem Titrator verbunden, der grüne Stecker mit der grünen Buchse, der schwarze Stecker mit der schwarzen Buchse. Die Probeneinfüllöffnung wird mit einem frischen Septum verschlossen. Das Septum muss undurchlässig für Luftfeuchtigkeit sein.

Wird mit einer Generatorelektrode mit Diaphragma gearbeitet, wird direkt nach dem Einsetzen der Generatorelektrode mit einem Trichter das Kathodenreagenz in die Generatorelektrode eingefüllt. Ansonsten unterscheidet sich die Arbeitsweise nicht.

#### Handhabung der Probe mit einer Einwegspritze

Proben werden üblicherweise mit einer Einwegspritze oder kalibrierten Glasspritze aufgezogen und in das Titrationsgefäß eingespritzt. Die absolute Wassermenge pro Probe sollte dabei in einem Bereich von 20 µg bis 2000 µg Wasser liegen. Ist die Wassermenge kleiner nimmt die „Genauigkeit“ ab, ist die Wassermenge größer nimmt die Titrationsdauer zu. Eine Wassermenge von 2000 µg wird in weniger als zwei Minuten titriert. Es werden die folgenden Einwaagen bei den entsprechenden Wassermengen in der Probe empfohlen:

Wassermenge in der Probe	Einheit	Einwaage	Einheit	Wassermenge [µg]
10	ppm	1,0 - 10	g	10 - 100
100	ppm	0,5 - 5,0	g	50 - 500
1000	pm	0,1 - 1,0	g	100 - 1 000
1	%	50 - 500	mg	500 - 5 000
10	%	5 - 100	mg	500 - 10 000
100	%	1 - 10	mg	1 000 - 10 000

### Probe einwiegen, zugeben und zurückwiegen

Wenn eine Probe mit einer Einwegspritze aufgezogen wird, muss darauf geachtet werden, dass keine Luft durch die Probe gezogen wird. Luft enthält in Abhängigkeit von der Luftfeuchtigkeit viel Wasser, möglicherweise mehr als in der Probe ist. Die Spritze kann vorher mit der Probe gespült werden. Der Durchmesser der Nadel wird dabei der Viskosität der Probe angepasst. Bei niedrigviskosen Flüssigkeiten wird mit einem Durchmesser von 0,6 mm gearbeitet. Bei höherviskosen Proben eher mit 0,8 oder sogar mit 1,0 mm Nadel. Je größer der Durchmesser der Nadel ist, desto häufiger muss das Septum ausgewechselt werden. Die niedrige Drift ist ein guter Indikator für ein dichtes Septum. Unter normalen Bedingungen (kleiner Nadeldurchmesser) können etwa 20-30 oder mehr Proben mit einem Septum titriert werden.

Die Spritze mit der Probe wird auf die Waage gestellt und die Waage wird tariert. Die Probe wird in das Titrationsgefäß dosiert, die Spritze wieder auf die Waage gestellt und zurückgewogen (Differenzwägung). Die jetzt mit einem negativen Vorzeichen versehene Einwaage wird als Absolutwert in den Titrator eingegeben oder automatisch transferiert.

Wenn eine Mehrfachbestimmung durchgeführt wird, hat es sich bewährt, die Probenmenge vollständig in die Spritze aufzuziehen und davon Teilmengen in das Titrationsgefäß zu spritzen. Dies führt in der Regel zu kleineren Standardabweichungen als jede kleine Teilmenge neu aufzuziehen. Der Grund liegt hauptsächlich in dem Risiko Luftfeuchtigkeit aus der Luft aufzunehmen.

Grundsätzlich können auch Proben als Volumen mit Hilfe einer kalibrierten Spritze (z. B. Hamilton) zugegeben werden. Falls das Ergebnis in ppm oder % berechnet werden soll, muss natürlich die Dichte der Flüssigkeit berücksichtigt werden. Sie kann in der Berechnungsformel eingegeben werden.

## 7.4 Arbeitstechniken

Es werden folgende Arbeitstechniken unterschieden:

- Direktes Zugeben einer flüssigen Probe mit einer Spritze.
- Externe Extraktion
- Arbeiten mit dem Ofen

Feste Proben werden üblicherweise nicht in das Titrationsgefäß gegeben, denn dann müsste das Reagenz sehr häufig gewechselt werden.

### Direktes Zugeben einer flüssigen Probe mit einer Spritze



Abb. 81

Am Beispiel eines Standards soll die Arbeitsweise verdeutlicht werden. Die Ampulle wird geöffnet, indem ihre Spitze abgebrochen wird (vom Anwender weg...). Die geöffnete Ampulle wird wieder mit der Öffnung nach oben in die Verpackung gestellt. Mit einer 5 ml Einwegspritze werden jetzt ca. 5 ml Standard mit einer 80 mm langen Nadel mit einem Durchmesser von 0,8 mm aufgezogen.

(📖 **Abb. 81**)



Abb. 82

Die gefüllte Spritze wird auf die Waage gestellt und Waage wird tariert. (📖 **Abb. 82**).

Die Methode wird am TL KF trace durch drücken der Start-Taste gestartet.

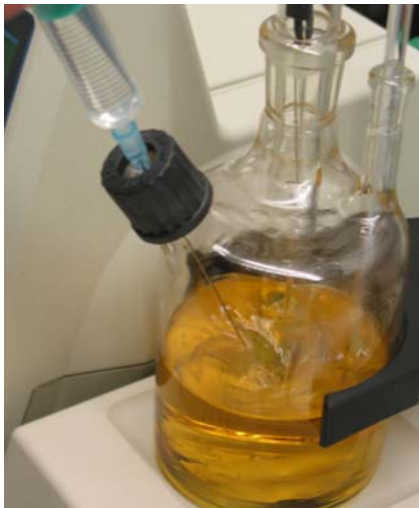


Abb. 83

Anschließend wird ein Teil der Spritzenfüllung, z.B. etwa 1 ml, in die Titrierzelle eingespritzt. (📖 **Abb. 83**).

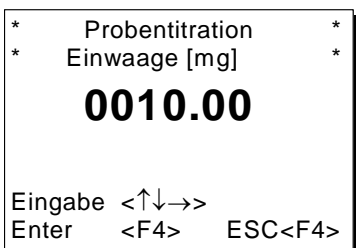


Abb. 84

Die Spritze mit der Restmenge an Standardlösung wird zurück gewogen und die angezeigte Menge als Einwaage am Coulometer eingegeben. (📖 **Abb. 84**).

Wenn die Analysenwaage am KF Trace angeschlossen ist, wird die Einwaage durch drücken der Print-Taste automatisch übertragen.

Die Titration beginnt anschließend automatisch.



Abb. 85

Am Ende der Titration wird das Ergebnis automatisch gemäß Einstellung ausgedruckt. (📖 **Abb. 85**).

#### Die externe Extraktion wird angewendet:

- Wenn das Wasser aus der Probe nur langsam abgegeben wird.
- Wenn mit Nebenreaktionen zu rechnen ist.
- Häufig bei festen Proben.
- Wenn ein spezielles Lösungsmittel eingesetzt werden muss.

Die Beschreibung der externen Extraktion haben wir in einem weiteren Dokument beschrieben. Bei Bedarf können Sie das bei uns anfordern.

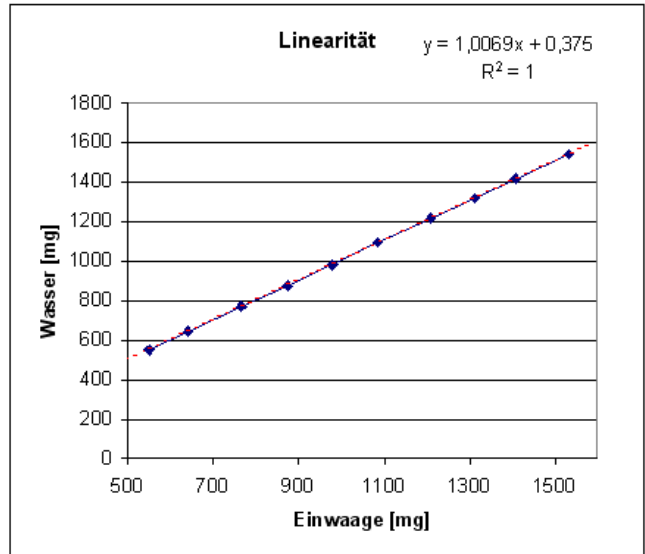
## 7.5 Überprüfung

Die Überprüfung des Coulometers erfolgt mit einem Standard. Empfohlen werden flüssige Standards mit Gehalten von 0,1 mg Wasser pro Gramm bis 1 mg Wasser pro Gramm.

Die **Wiederfindung** wird ermittelt durch eine Mehrfachbestimmung eines Standards. Der Mittelwert und die relative Standardabweichung wird ermittelt. Üblich sind Dreifach- bis Zehnfachbestimmungen. Der Mittelwert gibt den wiedergefundenen Wert des Standards an. Die relative Standardabweichungen zeigt die Zuverlässigkeit der Bestimmung an. Typische Werte für einen Standard mit 1 mg Wasser / g Standard mit einer Einwaage von 0,5000 g bis 2,0000 g sind:  
 Wiederfindung: 950 - 1050 ppm (97% - 103%)  
 Reproduzierbarkeit: +/- 30 ppm (SD); +/- 3 % (RSD)

Die **Linearität** kann im gleichen Arbeitsschritt erfolgen, wenn die Einwaagen mit unterschiedlichen Mengen gemacht werden. Mit dem Standard 1 mg Wasser / g können die Einwaagen bei 0,5 g beginnen und in z.B. sechs Schritten bis 2,0 g gesteigert werden. Als Kontrollparameter dienen Korrelationskoeffizient und Nulldurchgang. Das folgende Beispiel zeigt Einwaagen von ca. 500 bis 1500 mg Wasserstandard. Die Wiederfindung und die relative Standardabweichung liegen innerhalb des Akzeptanzbereiches.

Einwaage [mg]	Wasser [mg]	Wasser [%]
550	552	100,4
640	646	100,9
765	772	100,9
873	878	100,6
979	985	100,6
1085	1096	101,0
1209	1219	100,8
1312	1320	100,6
1408	1418	100,7
1532	1542	100,7
<b>Mittelwert</b>		<b>100,7</b>
<b>RSD</b>		<b>0,2</b>



## 7.6 Tips und Tricks

### ***Es dauert lange bis die Drift kleine Werte (< 8 µl/min) zeigt.***

Der TL KF trace ist eingeschaltet, die Drift zeigt Werte unter 100 µl/min an. Der Rührer wird abgestellt. An der Anode wird nach etwa 5 Sekunden Iod erzeugt. Da nicht gerührt wird, kommt von der Indikatorelektrode keine Nachricht, die Iodproduktion zu stoppen. Nach wenigen Sekunden wird der Rührer gestartet, ggf. das Titrationsgefäß geschüttelt. Nach der Verteilung und Reaktion des Iods mit dem Restwasser sollte die Drift auf 0 µl/min abgefallen sein. Achtung: Diese Drift ist natürlich nicht „echt“, d.h. es muss ein wenig gewartet werden, bis die reale Drift zwischen 0,5 und 5 µg/min angezeigt wird.

### ***Titrationgefäß schneller trocknen.***

Um schneller zu trocknen wird mit in einer Einwegspritze so viel KF Einkomponentenreagents 5 mg/ml zugetropft, bis eine leicht gelbliche Farbe erzeugt wird. Die Drift fällt auf einen typischen Wert unter 100 µl/min ab. Wenn eine Drift von 0 µl/min abgezeigt wird, ist übertitriert worden. Mit der Zugabe von ein paar Tropfen Methanol oder Ethanol kann wieder eine kleine Menge Wasser zugegeben werden.

### ***Drift zu hoch (permanent Werte > 10 µl/min)***

- Molekularsieb trocknen und erneuern
- Alle Schläufe reinigen , am oberen Rand leicht fetten.
- Septum erneuern
- Anolyt und ggf. Katholyt erneuern



Befehl	Beschreibung	Antwort
aaKA	welche Taste ist gedrückt?	AaKey: "Text"
aaKD	Keyboard disable /Tastatur gesperrt	aaY
aaKE	Keyboard enable / Tastatur freigegeben	aaY
aaMC1...XX	Auswahl einer Methode	aaY
aaM	Messwert in ug Wasser	aaM108.5ug
aaMT	Messwert Zeit ab Start konditionieren bzw. Titration für online Grafik	aaMT108.5ug,10s
aaLD	Ausgabe Messwerte (Indikator, Strom, Drift, Stromrohdatenwert)	aaLD298.4mV, 0.5mA, 2.7ug/min,272 aa0,5 ug/min
aaDV	Ausgabe aktuelle Drift	
aaLI	Ausgabe Methodeninhalt	
aaLO	Ausgabe Dokumentation	
aaLR	Ausgabe Ergebnis (Kurzform)	
aaLDP	Ausgabe der Geräteparameter (Kalibrierfaktor, Arbeitspunkt, Regelfaktor)	aaLDP0.00186, 300.0mV,4
aaSAM10.05mg	Probenmenge senden	aaY
aaRH	Anforderung der Identifikation	aaIdent:TL KFC
aaRC	sende letzten Befehl	aa"letzter Befehl"
aaRS	Report Status <i>Mögliche Statusantworten sind: titration, kond, ready,</i>	aaStatus:"text"
aaSC	Continue nach Stopp / Fortfahren der Funktion nach Stopp	aaY
aaSM	Start ausgewählte Methode	aaY
aaSCAL0,00186	Kalibrierfaktor senden	aaY
aaSWP300.0mV	Arbeitspunkt einstellen	aaY
aaSCF4	Regelfaktor einstellen	aaY
aaGEN1000	Stromgenerator durch Vorgabe eines Stellwertes testen	aaY
aaCOD	Konditionierung deaktivieren	aaY
aaCOE	Konditionierung aktivieren	aaY
aaSD1..8	schreibe String in nte Matrixzeile: der zu schreibende String mit „TEXT“ (Anzahl der Zeichen auf 21 begrenzen) als Delimiterzeichen an den Befehl anhängen: z. B.: 01SD1"Bitte Titration starten"	aaY
aaST0	Anzeige vollständig löschen	aaY
aaST1	Anzeige vollständig einschalten	aaY
aaSEEPROM	EEPROM auf Werksdaten zurücksetzen	aaY
aaSR	Stopp der laufenden Funktion	aaY
aaSYS5	Sprache der Anzeige auf Deutsch einstellen	aaY
aaSYS1	Sprache der Anzeige auf Englisch -english- einstellen	aaY
aaSYS2	Sprache der Anzeige auf Französisch -français- einstellen	aaY
aaSYS3	Sprache der Anzeige auf Spanisch -español- einstellen	aaY
aaVE	Versionsnummer der Software	aaVersion:07.01
aaSS00625521	Seriennummer einstellen	aaY
aaGS	Seriennummer anfordern	aaGS00625521

## 9 Anschluss von Analysenwaagen und Drucker

### 9.1 Anschluss von Analysenwaagen

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

Waage	TZ-Nummer
Sartorius (alle Typen), teilweise Kern	TZ 3092
Mettler AT, PR, PM	TZ 3093
Mettler, AB-S, AG, PG	TZ 3099
Precisa XT-Serie	TZ 3183
Kern mit 9 poliger RS232	TZ 3180

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

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

Damit Waagedaten an den Titrator gesendet werden können, müssen die Datenübertragungsparameter des Titrators und der Waage übereinstimmen. Es müssen zusätzlich noch ein paar andere Grundeinstellungen an den Waagen vorgenommen werden:

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

Nachdem Sie die Waage mit dem richtigen Kabel an den Titrator TitroLine KF trace angeschlossen und alle Einstellungen in der Software der Waage und gegebenenfalls im Titrator TitroLine KF trace angepasst haben, kann man die Waagedatenübertragung sehr einfach überprüfen. Starten Sie die eine Methode. Bestätigen Sie die Probenbezeichnung. Die Anzeige fordert Sie danach auf:

- a) Die Print-Taste an der Waage zu drücken → Parameter auf „automatische Einwaage“
- b) Die Einwaage einzugeben → dann sind die Parameter noch auf „manuelle Einwaage“ eingestellt

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

- a) die übertragenen Waagedaten erscheinen ca. 5 sec. im Display. Die Anzeige wechselt danach automatisch zur Messanzeige.
- b) die Einwaage muss manuell eingegeben und mit <Enter> oder <F1> bestätigt werden.

### 9.2 Anschluss von Drucker

An die serielle Schnittstelle 1 des Titrators TitroLine KF trace können Drucker mit einer RS-232-C-Schnittstelle, wie z.B. der Epson LQ 300, angeschlossen werden. Für den Anschluss wird ein Datenkabel TZ 3095 (25-polige Schnittstelle) benötigt. Damit die Ergebnisse und weitere Daten an den Drucker gesendet werden können, müssen die Datenübertragungsparameter des Titrators und des Druckers übereinstimmen. Die Übertragungsparameter des Druckers TZ 3461/TZ 3466 von SCHOTT Instruments sind bereits richtig konfiguriert und das Datenkabel TZ 3090 ist im Lieferumfang des Druckers bereits enthalten.

## 10 Beseitigen von Störungen


Das Gerät reagiert nicht auf Tastendruck, die Anzeige ist dunkel.

Störung	Lösung
Das interne Programm ist gestört (z. B. durch elektrostatische Aufladung oder Netzüberspannung)	Gerät ausschalten und nach 10 s wieder einschalten
Der Kontrast der Anzeige ist verstellt	Kontrast an der Rändelschraube rechts unten einstellen

Die Datenübertragung zum Drucker / Rechner funktioniert nicht.

Störung	Lösung
Übertragungsparameter richtig einstellen	Einstellung: 4800 Baud, 7 Datenbits, no Parity,
Nicht passendes Kabel verwendet	TZ 3090 für Drucker TZ 3461/TZ 3466 bzw. TZ 3097/TZ 3091 für PC verwenden
Kabel nicht korrekt angeschlossen	Die <b>obere</b> 4-polige Buchse ist die RS-232-C-Schnittstelle 1 Kabelanschluss prüfen, Schrauben auf PC Seite angezogen Beim PC sind möglicherweise „COM 1“ und „COM 2“ vertauscht
Kabel defekt	Kabel ersetzen
Drucker / PC oder TitroLine KF trace ist gestört	Geräte ausschalten und nach 10 s wieder einschalten

Es wird zu langsam oder überhaupt nicht titriert

Störung	Lösung
Es wird kein oder zu wenig Iod an der Generatorelektrode erzeugt	Prüfen, ob die Generatorelektrode richtig angeschlossen ist. Farbkodierung der Stecker beachten
	Anolyt austauschen. Eventuell auch Katholyt austauschen
	Generatorelektrode mit Wasser und/oder einem geeigneten Lösungsmittel (z.B. Alkohol) reinigen. Bei starker Verschmutzung kann auch mit Chromschwefelsäure verwendet werden. <b>(siehe auch  Kap. 7 und 11)</b>
	Prüfen ob Indikatorelektrode richtig angeschlossen ist und ob die beiden Platinstifte nicht zusammenstoßen.
Iod wird innerhalb der Generatorelektrode erzeugt und nicht unten am Platindraht	Prüfen, ob die Generatorelektrode richtig angeschlossen ist. Farbkodierung der Stecker beachten

## 11 Wartung und Pflege des Titrators TitroLine KF trace

Zur Erhaltung der Funktionsfähigkeit des Titrators TitroLine KF trace müssen folgende Hinweis beachtet werden:

### Generatorelektrode

Bei starker Verschmutzung empfiehlt sich eine Reinigung in konz. Salpetersäure (65 %). Anschließend mit dest. Wasser und Alkohol abspülen und im Trockenschrank trocknen.

### Benutzungspausen

- ☞ Bei längeren Benutzungspausen (ab ca. 1 Woche) wird empfohlen das Titrationsgefäß und gegebenenfalls die Generatorelektrode zu entleeren und mit Alkohol zu reinigen.
- ☞ Bei stärkerer Verschmutzung des Titrationsgefäßes kann das Gefäß auch mit üblichen Laborglasreiniger gereinigt werden. Anschließend mit dest. Wasser spülen und trocknen lassen.

### Reinigung des Titrators

- ☞ Der Titrator TitroLine KF trace wird mit einem feuchten Tuch mit normalen Haushaltsreinigungsmitteln gereinigt.
- ☞ Die Unter- und die Rückseite müssen trocken behandelt werden. Auf keinen Fall darf Flüssigkeit in das Innere des Titrators TitroLine KF trace eindringen.

## 12 Lagerung, Transport und Umwelt

Soll der Titrator TitroLine KF trace zwischengelagert oder transportiert werden, bietet die Verwendung der Originalverpackung die beste Voraussetzung für den Schutz des Gerätes. In vielen Fällen ist diese Verpackung jedoch nicht mehr zur Hand, so dass ersatzweise eine gleichwertige Verpackung zusammengestellt werden muss.

**Vorher muss sichergestellt sein, dass das KF-Reagenz aus dem Titrationsgefäß/Generatorelektrode entfernt wurde. Anschließend wird mit Alkohol (Ethanol, Isopropanol) gespült und dieser ebenfalls entfernt.**

Als Lagerort ist ein Raum zu wählen, in dem folgende Bedingungen herrschen:

- ☞ Temperatur zwischen + 10 und + 40 °C für Betrieb und Lagerung,
- ☞ Luftfeuchtigkeit nach EN 61 010, Teil 1:  
maximale relative Feuchte 80 % für Temperaturen bis 31 °C,  
linear abnehmend auf 50 % relativer Feuchte bei einer Temperatur von 40 °C

Ihr Titrator TitroLine KF trace wird zwar sehr lang einsatzfähig sein, so dass dieser Hinweis viel zu früh kommt:

Wenn aber einmal das Ende der Lebensdauer gekommen sein sollte, beachten Sie bitte bei der Entsorgung die für Ihr Land und Ihre Stadt geltenden behördlichen Vorschriften.

## 13 Zubehör und Ersatzteile

### Zubehör

- TZ 1052 Trockenofen für die Wasserbestimmung nach KF  
 TZ 1060 Zubehörset für Trockenofen TZ 1052  
 TZ 1751 Titriergefäß mit 3 Öffnungen  
 TZ 1752 Generatorelektrode ohne Diaphragma  
 TZ 1753 Generatorelektrode mit Diaphragma  
 TZ 1754 Titriergefäß mit 5 Öffnungen für TMKF und/oder Anschluss KF Ofen  
 TZ 1795 Adapter für Solvent- und Abfallflasche mit S 40 Gewinde  
 TZ 2835 PC-Tastatur  
 TZ 3461 Drucker mit RS-232-C- Schnittstelle, einschließlich 1,5 m Druckerkabel TZ 3090, 230 V  
 TZ 3466 Drucker mit RS-232-C- Schnittstelle, einschließlich 1,5 m Druckerkabel TZ 3090, 115 V
- TZ 3090 1,5 m Datenkabel RS-232-C mit Stecker für Druckeranschluss des Druckers TZ 3461/66:  
 1. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN  
 2. Seite: Westernstecker
- TZ 3092 1,5 m Datenkabel RS-232-C für den Anschluss an Sartorius Waagen  
 1. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN  
 2. Seite: 25-poliger Stecker (Waage)
- TZ 3093 1,5 m Datenkabel RS-232-C für den Anschluss von Mettler AT, PR, PM Waagen  
 1. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN  
 2. Seite: 15-poliger Stecker (Waage)
- TZ 3099 1,5 m Datenkabel RS-232-C für den Anschluss von Mettler PG, AB-S, AG Waagen  
 1. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN  
 2. Seite: 9-poliger Stecker (Waage)
- TZ 3094 1,0 m Datenkabel RS-232-C: TitroLine KF trace→  
 TitroLine KF trace– Daisy Chain Konzept–  
 1. Seite und 2. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN
- TZ 3095 1,5 m Datenkabel RS-232-C mit Stecker für Druckeranschluss (z. B Epson LQ 300):  
 1. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN  
 2. Seite: 25-poliger Stecker sub-Miniatur-D  
 2. Seite: 9-polige Buchse sub Miniatur
- TZ 3098 1,5 m Datenkabel RS-232-C: 1. Seite: 4-poliger Stecker mini DIN  
 2. Seite: 9-polige Buchse sub Miniatur D  
 Adapter: 9poliger Stecker → 25-polige Buchse

### Ersatzteile

- KF 1150 Mikro-Doppel-Platin-Elektrode

**Notes**

**Typ / Type / Type / Tipo:            Titrator TitroLine KF trace**

### **Bescheinigung des Herstellers**

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

### **Supplier's Certificate**

We certify that the equipment was verified according DIN EN ISO 9001, part 8.2.4 "Monitoring and measurement of product" and that the specified requirements for the product are met.

### **Certificat du fournisseur**

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

### **SCHOTT Instruments GmbH**

Postfach 24 43  
55014 Mainz  
Hattenbergstraße 10  
55122 Mainz

Tel.: +49 (0)6131/66-5111  
Fax: +49 (0)6131/66-5001  
E-Mail: [titration@schottinstruments.com](mailto:titration@schottinstruments.com)  
[www.schottinstruments.com](http://www.schottinstruments.com)

**SCHOTT**  
Instruments