

METROHM AG CH-9100 Herisau (Schweiz)

Titroprocessor

686

Serie 04 ...

686 /b
87.03 Ti/mm

C

C

Grundmethoden		Methodenaufruf		
SET	Titration auf vorgegebenen Endpunkt	Methode durch Drücken der entsprechenden Taste anwählen (Taste sofort drücken bis die gewünschte Messgröße erscheint) und mit <enter> bestätigen. Im Arbeitsspeicher befindet sich nun die gewünschte Methode mit ihren Standardparametern.		
GET	Titration mit kontinuierlicher Dosierung und automatischer Auswertung			
MET	Titration mit inkrementeller Dosierung und automatischer Auswertung			
MEAS	Messung von pH/ U/ Temperatur	Gewünschte Messgröße durch mehrmaliges Drücken aufrufen.		
Parameter		Änderung: - zu ändernden Parameter aufrufen - neuen Wert eingeben - mit <enter> bestätigen		
Methode	Abfrage	Bedeutung	Initialwert	Eingabebereich
SET	EP1 pH EP1 U	1. Endpunkt: Spannung, bei der nach Ablauf von t-delay die Titration abgebrochen wird	OFF	pH: 0... ± 20.00 U: 0... ± 2000 mV
	dyn. ΔpH 1 dyn. ΔU 1	Regelbereich: Entfernung vom EP, bei der vom Dauerimpuls in die Pulsregelung geschaltet wird	OFF	pH: 0...20.00; OFF U: 0...2000 mV; OFF
	drift 1	Drift: Im Regelbereich keine Reagenzzugabe wenn Drift überschritten ist	10 mV/s	0.3...99.9 mV/s
	t(delay) 1	Abschaltverzögerung	10 s	0...99 s; INF
	EP2 pH EP2 U	2. Endpunkt: dyn. ΔpH 2/U 2; drift 2; t(delay) 2 werden nur abgefragt wenn EP2 gesetzt ist	OFF	pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF
	temp.	Titrationstemperatur	25.0 °C	-20.0...200.0 °C
	stop V	Stoppvolumen: Titrationsstopp wenn vorgegebenes Volumen erreicht	99.99 ml	0...999.99 ml; OFF
GET	titr.rate	Titriergeschwindigkeit: Reagenzzugabe in ml/min	1.00 ml/min	V _{min} : 0.01 ml/min V _{max} : V _B *0.3 ml/min
	anticip.	Anpassung: Verlangsamung der Titriergeschwindigkeit in Abhängigkeit der Steilheit der Titrationskurve	0	0...99
	stop V stop pH stop U stop #EP	Abbruchkriterien { Titrationstopp auf Volumen Titrationstopp auf Spannung Titrationstopp auf Anzahl EP	99.99 ml OFF OFF OFF	0...999.99 ml; OFF pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF 1...9
	start V start pH start U start slope	Startkriterien { Startvolumen Reagenzzugabe bis Spannungswert erreicht Reagenzzugabe bis Kurvensteilheit erreicht	0.00 ml OFF OFF OFF	0...999.99 ml pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF pH: 0...9.99 /ml; OFF U: 0...999 mV/ml; OFF
	temp.	Titrationstemperatur	25.0 °C	-20.0...200.0 °C
	EPA/B pH EPA/B U	Fix-Endpunkt A resp. B	OFF OFF	pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF
	EP crit.	Empfindlichkeit der Äquivalenzpunktsuche; OFF keine Auswertung	3	1...8; OFF
MET	vol.step	Volumeninkrement. Analog einstellbare Ausstossgeschwindigkeit.	0.10 ml	0.01...9.99 ml
	drift oder Δt(wait)	Drift für die Erfassung von Messwerten. Feste Wartezeit für die Erfassung von Messwerten.	100 mV/min 5 s	1...999 mV/min; OFF 1...999 s
	stop V stop pH stop U stop #EP	Abbruchkriterien { Titrationstopp auf Volumen Titrationstopp auf Spannung Titrationstopp auf Anzahl EP	99.99 ml OFF OFF OFF	0...999.99 ml; OFF pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF 1...9
	start V start pH start U start slope	Startkriterien { Startvolumen Reagenzzugabe bis Spannungswert erreicht Reagenzzugabe bis Kurvensteilheit erreicht	0.00 ml OFF OFF OFF	0...999.99 ml pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF pH: 0...9.99 /ml; OFF U: 0...999 mV/ml; OFF
	temp.	Titrationstemperatur	25.0 °C	-20.0...200.0 °C
	EPA/B pH EPA/B U	Fix-Endpunkt A resp. B	OFF OFF	pH: 0... ± 20.00; OFF U: 0... ± 2000 mV; OFF
	EP crit.pH EP crit. U	Empfindlichkeit der Äquivalenzpunktsuche.	0.50 30 mV	pH: 0.10...20.00 U: 1...999 mV
MEAS	temp. auto	Automatische Temperaturmessung mit Pt100		
	temp.	Wählbare Temperatur wenn kein Pt100 angeschlossen ist	25.0 °C	-20.0...200.0 °C

prep steps

Methode	Abfrage	Bedeutung	Initialwert	Eingabebereich
SET GET MET	add V	Hilfslösung: Zugabe einer Hilfslösung	0.00 ml	0...999.99 ml
	pause	Wartezeit	0 s	0...9999 s
	electr.input	Messeingang; 1;2 → hoch- und niederohmig geschaltet 12 → 2 mal hochohmig geschaltet	1	1;2;12
MEAS	t(print)	Zeitintervall: Ausdruck von Messwerten (pH/U/temp) im Mode MEAS	OFF	0...9999 s; OFF
	el.cal. 0/1?	Kalibrierung: 1 → ja; 0 → nein	0	1; 0
	t.cal t.cal.m	Kalibrier- } Temperatureingabe ohne Pt100 temp. } Automatische Übernahme mit Pt100	25.0 °C	-20.0...200.0 °C
	pH(S) 1	1. Puffer: Eingabe des ersten Pufferwertes	OFF	0... ± 20.00
	U cal XX	Messung: Automatische Übernahme der Spannung		
	pH(S) 2	2. Puffer: Eingabe des zweiten Pufferwertes; QUIT oder STOP → 1-Punkt-Kalibrierung	OFF	0... ± 20.00; OFF
	U cal XX	Messung → 2-Punkt-Kalibrierung		
res.cal. 0/1?	Kalibrierdaten auf Standardwerte setzen: 1 → ja; 0 → nein	0	1;0	

def records	report XX	Datenblöcke: Eingabe der Codenummern der Datenblöcke für den Ausdruck bei Titrationsende 1 Parameterreport 2 Resultatreport mit EP-Liste 3 Messpunktliste (nur GET und MET) 4 Rechenformeln und -konstanten 5 Titrationskurve mit optimierter Skala (nur GET und MET) 7 Resultatreport ohne EP-Liste
	m com.var.	Mittelwert: Berechnung von maximal 3 Mittelwerten (RS) (mean auf "on") Common Variable: Abspeichern eines Resultates (RSX) oder eines Mittelwertes (mRX)
Formel- eingabe	Aufruf	2nd fmla X X: 1...9 Fortlaufende, aufsteigende Numerierung erforderlich
	Endpunkte Resultate Konstanten	EPX X: 1...9 RSX X: 1...9 Bereits berechnete Resultate können weiter verrechnet werden CXX X: 00...20 Konstanten mit 2-stelligem Index (z.B. 5 → C05) X: 30...34 Common Variable X: 40...42 Speziell X: 51; 52 Fix-Endpunkt A resp. B
user methods	Eingabe:	FX = Formel; Nachkommastellen; Einheit (wählbar) - gewünschte Funktion (recall/store/delete) mit <user methods> anwählen - Name der Methode eingeben - <enter>
	recall: store: delete:	Laden einer Methode aus dem Anwenderspeicher in den Arbeitsspeicher Ablegen einer Methode aus dem Arbeitsspeicher in den Anwenderspeicher Löschen einer Methode im Anwenderspeicher
Silospeicher	Bei "silo on" werden die probenspezifischen Daten aus dem Silospeicher in den Arbeitsspeicher geladen und die Abfragetrommel von <smpl data> verlängert:	
	silo line method id.#1/id.#2 c20 c00	Die oberste Zeile des Silospeichers wird angezeigt. Durch die Eingabe einer kleineren Zahl als angezeigt kann der Silospeicher Zeile um Zeile gesichtet werden. Zuordnung einer Methode aus dem Anwenderspeicher Frei wählbare Probenkennzahlen Probenspezifischer Rechenwert Probeneinmass obligatorisch: Damit wird die Eingabezeile in den Silospeicher übernommen

Gebrauchsanweisung

Titroprocessor 686

Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
1. Vorbereitungen	101
1.1 Aufstellen	101
1.2 Anschluss ans Netz	102
1.3 Anschluss des (der Dosimaten)	103
1.4 Anschluss der Messfühler	104
1.5 Papier einlegen, Drucker	105
1.6 Ein- und Ausschalten	106
2. Grundlagen für die Bedienung	201
2.1 Das Tastenfeld	201
2.2 Speicherorganisation	205
2.3 Tasten für die Grundmethoden	
<MEAS>, <MET>, <GET>, <SET>	208
2.4 Hauptfunktionstasten	
<QUIT>, <HOLD>, <STOP>, <GO>	211
2.5 Der Zifferntastenblock	213
2.6 Grundlagen zum Erarbeiten einer Anwendermethode	214
2.7 Allgemeiner Ablauf einer Titrationsmethode	216
2.8 Der Routinebetrieb	218
2.9 Nützliche Hinweise	219

	<u>Seite</u>
3. Detailbeschreibung der Bedienung	301
3.1 Dateneingaben	301
3.1.1 Taste <prep steps>	301
- prep steps für Titrationsmethoden SET, GET und MET	301
- prep steps für die Messfunktion MEAS	302
3.1.2 Taste <parameters>	304
- Parameter für MEAS	304
- Parameter für GET	305
- GET (General Equivalence-point Titration)	307
- Parameter für MET	311
- MET (Monotonic Equivalence-point Titration)	313
- Parameter für SET	316
- SET (Set Endpoint Titration)	317
3.1.3 Formeleingabe und Taste <fmla const>	320
- Formeleingabe	320
- Taste <fmla const>	323
- Abfragen von Formeln	323
3.1.4 Taste <def records> und Taste <mean>	324
- Taste <def records>	324
- Mittelwertberechnung und Taste <mean>	325
- Common Variable	326
3.1.5 Taste <user methods>	329
- Abspeichern einer Anwendermethode	330
- Laden einer Anwendermethode in den Arbeitsspeicher	330
- Ausdrucken des Inhalts des Anwenderspeichers	330
3.1.6 Tasten <smpl size> und <smpl data>	331
- Taste <smpl size>	331
- Taste <smpl data>	332
3.1.7 Taste <silos>, Silospeicher	333
3.1.8 Taste <aux funcs>	340
3.2 Datenausgaben	341
3.2.1 Automatische Ausgabe von Datenblöcken	341
3.2.2 Manuelle Ausgabe von Datenblöcken, Taste <report>	345
3.2.3 Manuelle Ausgabe einzelner Datenzeilen, Taste <print>	347
3.2.4 Taste <paper>	347
3.3 Einzelabfragen	348

	<u>Seite</u>
4. Optionen	401
4.1 Probenwechsleranschluss	402
4.2 Waagenanschluss	406
4.3 Anschluss an ein Datensystem	408
4.4 Anschluss eines Schreibers	412
5. Sonder- und Fehlermeldungen, Störungen	501
5.1 Sonder- und Fehlermeldungen in der Anzeige	501
5.2 Ausgedruckte Sonder- und Fehlermeldungen	505
5.3 Diagnoseanleitung	507
6. Anhang	601
6.1 Technische Daten	601
6.2 Garantie	603
6.3 Liste der Eingabegrößen	604
6.4 Belegung der Schnittstelle 3.540.2191	607
6.5 Liste der Zubehörteile	609
6.6 Stichwortverzeichnis	610



1. Vorbereitungen

1.1 Aufstellen

Der Titroprocessor 686 wird an einem erschütterungsfreien Ort, geschützt vor korrosiver Atmosphäre und Chemikalienspritzern nach Fig. 1.1 aufgestellt.

Falls noch zusätzliche Schnittstellen eingebaut werden sollen, siehe Kapitel 4 dieser Gebrauchsanweisung.

Für den Einbau von Schnittstellen ist das Gerät stets auszuschalten.

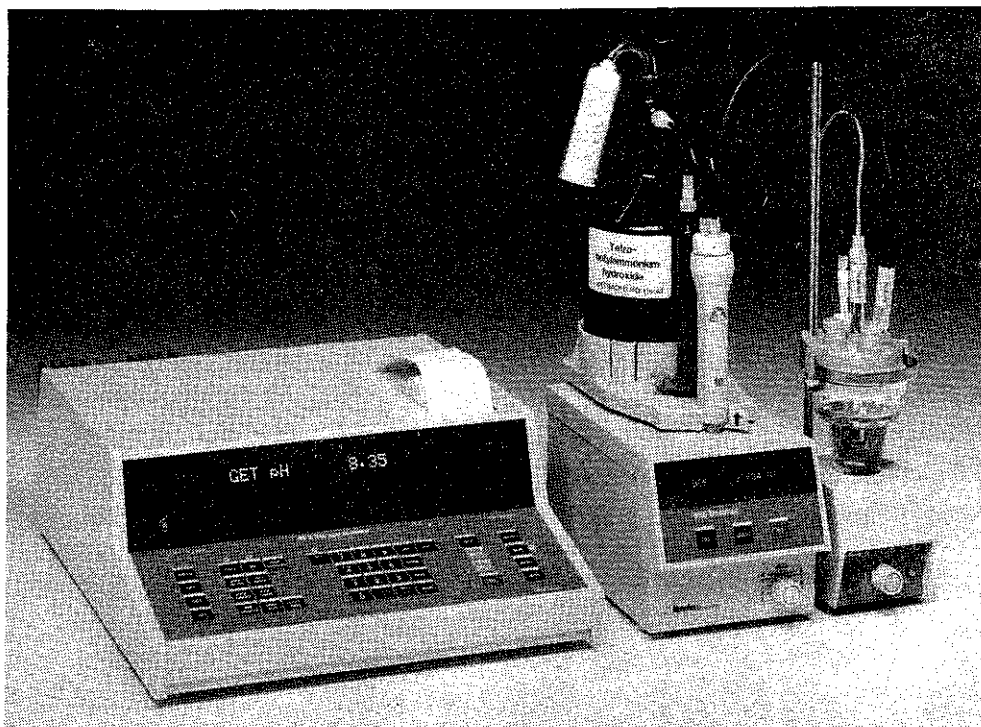


Fig. 1.1

(Der Rührer kann auch am Titroprocessor 686 montiert werden.)

1.2 Anschluss ans Netz

Vor dem erstmaligen Einschalten des Titroprocessors 686 ist zu prüfen, ob die Netzspannung mit der am Gerät eingestellten Spannung (ersichtlich im Fenster oberhalb des Netzanschlusses) übereinstimmt. Wenn dies nicht der Fall ist, wird die Spannung wie folgt umgestellt:

- Netzkabel herausziehen.
- Kunststoffdeckel oberhalb des Netzanschlusses mit Hilfe eines Schraubenziehers öffnen.
- Spannungswähltrommel herausnehmen und in die richtige Position bringen. (Niemals an der eingesetzten Trommel drehen!)
- Sicherung unterhalb der Spannungswähltrommel herausnehmen und ihre Spezifikation mit den Daten auf der Rückwand vergleichen. Wenn nötig, Sicherung ersetzen.
- Kunststoffdeckel zudrücken bis er einrastet.

Der Titroprocessor 686 ist zusätzlich noch durch eine Thermosicherung geschützt, bei deren Ansprechen der METROHM-Service angefordert werden muss.

Das mit dem Gerät gelieferte Netzkabel ist 3-adrig und mit einem Stecker mit Erdungstift versehen. Wird ein anderer Stecker montiert, so ist der gelb/grüne Leiter (IEC-Norm) mit der Schutz Erde zu verbinden.

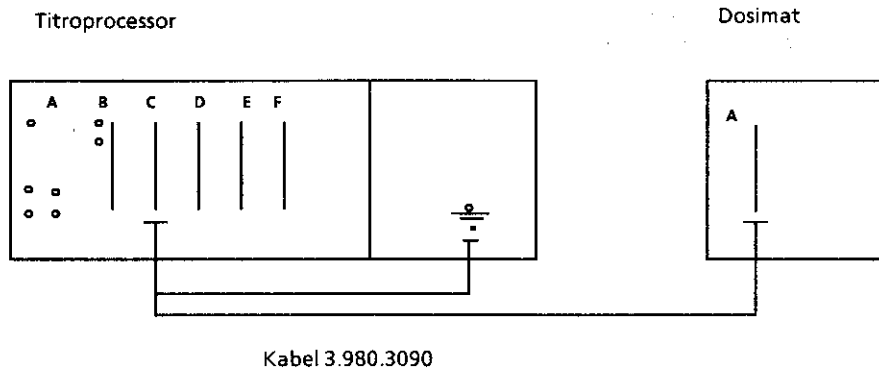
Ist keine Steckdose mit Erdung verfügbar, so muss das Gerät über die Erdungsbuchse (—|—) mit einer einwandfreien Schutz Erde verbunden werden.

Ebenso sind alle Erdanschlüsse von Verbindungskabeln an die Erdungsbuchse(—|—) anzuschließen.

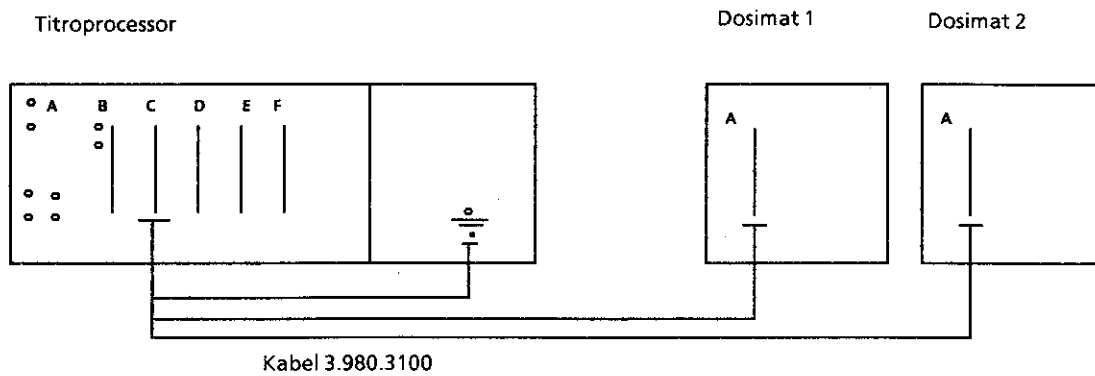
1.3 Anschluss des (der) Dosimaten

Die Titrierdosimaten 665 müssen auf "auto fill on" eingestellt werden (siehe Gebrauchsanweisung des Dosimaten 665).

Anschluss eines Dosimaten 665:



Anschluss zweier Dosimaten 665:

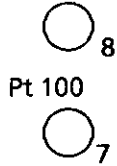


Dosimat 1: Titrierdosimat
Dosimat 2: Hilfsdosimat

Die Verbindungskabel nur bei ausgeschalteten Geräten ein- und ausstecken!

1.4 Anschluss der Messfühler

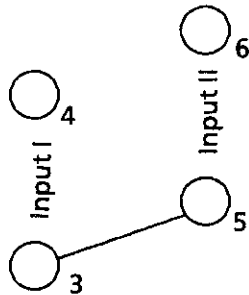
Rückwand



Buchsen (7) und (8):

Anschluss eines Widerstandsthermometers Pt 100 (METROHM-Bestellnummern: 6.1103.000 für Titriergefäße, 6.1103.040 für Probenwechsler)

Die Temperaturmessung gilt automatisch für den aktuell gewählten Messeingang



Buchse (4):

Hochohmiger Eingang I

Anschluss der Messelektrode für Messeingang I

Buchse (3):

Niederohmiger Eingang I

Anschluss der Referenzelektrode für Messeingang I

(unbenutzt, falls eine kombinierte Messkette angeschlossen wird)

Buchse (6):

Hochohmiger Eingang II

Anschluss der Messelektrode für Messeingang II

oder

Anschluss einer zweiten hochohmigen Elektrode für

Differenzpotentiometrie (siehe auch Seite 220)

Buchse (5):

Niederohmiger Eingang II

Galvanisch verbunden mit (3) (2 verschiedene Referenzsysteme können nicht gleichzeitig in der gleichen Lösung verwendet werden)

1.5 Papier einlegen, Drucker

Das Auswechseln und Einlegen des Thermopapiers hat bei eingeschaltetem Gerät zu erfolgen. Alten Thermopapierstreifen herausziehen und das Papier der neuen Rolle in eine Spitze schneiden. Beim Einschieben des Thermopapiers die bewegliche Plexiglasplatte anheben und die Rolle derart halten, dass das Papier von unten von der Rolle abläuft. Den Papierstreifen von hinten soweit unter die Transportwalze schieben, bis er bei Betätigung der Taste <paper> erfasst wird. Darauf die Thermopapierrolle mit der zugehörigen Achse versehen und diese in die entsprechenden Aussparungen legen.

- Bitte beachten:
- Für den Papiervorschub immer die Taste <paper> betätigen. Papier nicht von Hand nachziehen, weil sonst der Drucker beschädigt werden kann!
 - Thermopapier ist nur beschränkt lichtbeständig.
 - Beim Aufbewahren in Plastikmäppchen kann bedrucktes Thermopapier unleserlich werden (Weichmacher).
 - Ausschliesslich das Original-Thermopapier 6.2237.020 verwenden. (Sonst kann der Druckkopf beschädigt werden.)
 - Drucker nie ohne Thermopapier betreiben.

Arbeitet der Drucker nicht mehr richtig, so ist möglicherweise der Druckkopf verschmutzt. Die Reinigung des Druckkopfes kann so erfolgen, dass man einen genügend langen Thermopapierstreifen verkehrt in den Drucker einführt und darauf einige Male einen Report "ausdrucken" lässt.

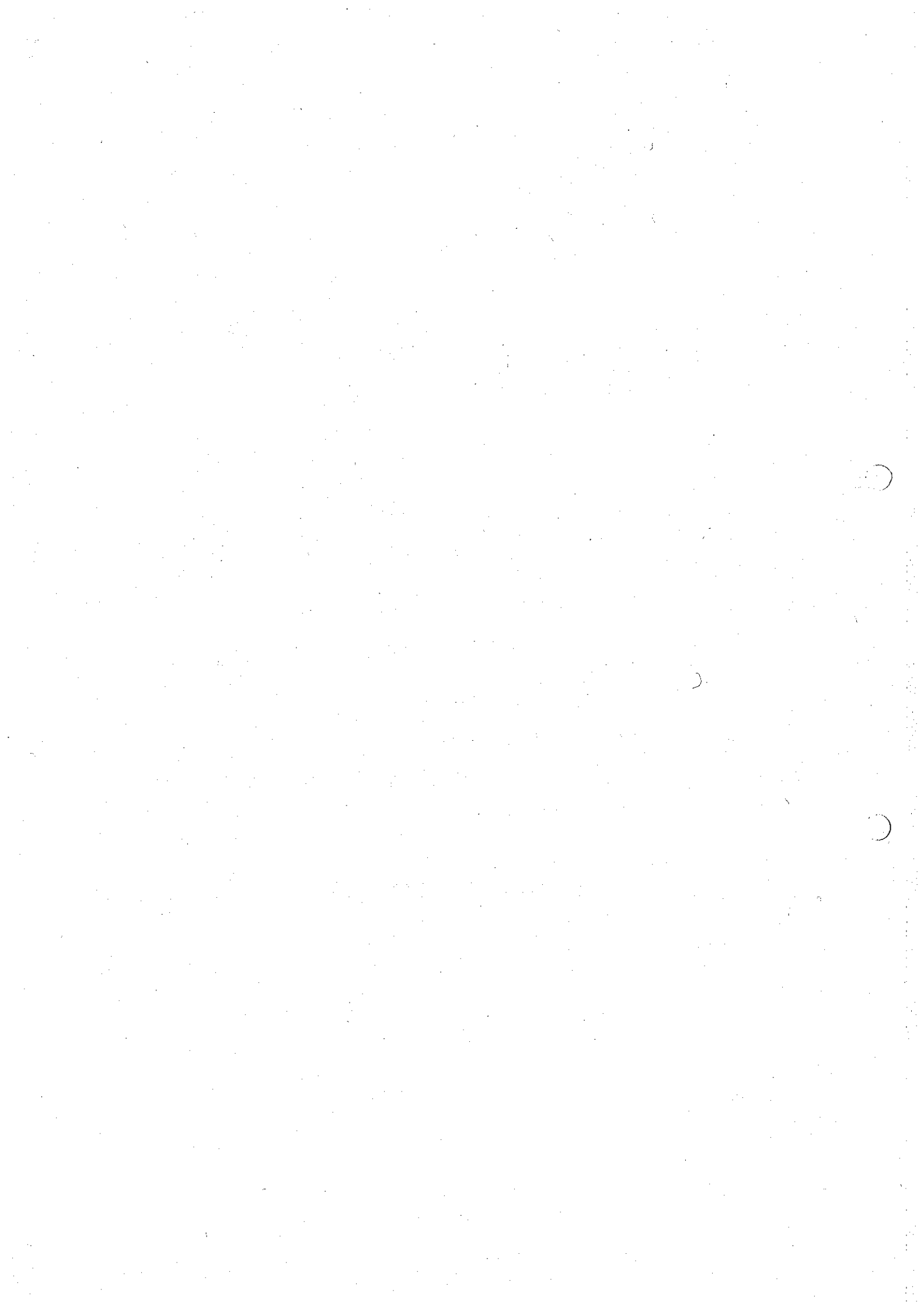
1.6 Ein- und Ausschalten

Beim Einschalten sollte die folgende Reihenfolge eingehalten werden:

- . (Peripheriegeräte)
- . Titroprocessor 686 (Netzknopf gut durchdrücken und Prüfung der Anzeige-Punkte abwarten)
- . Dosimat(en)

Das Ausschalten sollte in der umgekehrten Reihenfolge durchgeführt werden:

- . Dosimat(en)
- . Titroprocessor 686
- . (Peripheriegeräte)



2. Grundlagen für die Bedienung

2.1 Das Tastenfeld

Das Tastenfeld ist in folgende Blöcke unterteilt:

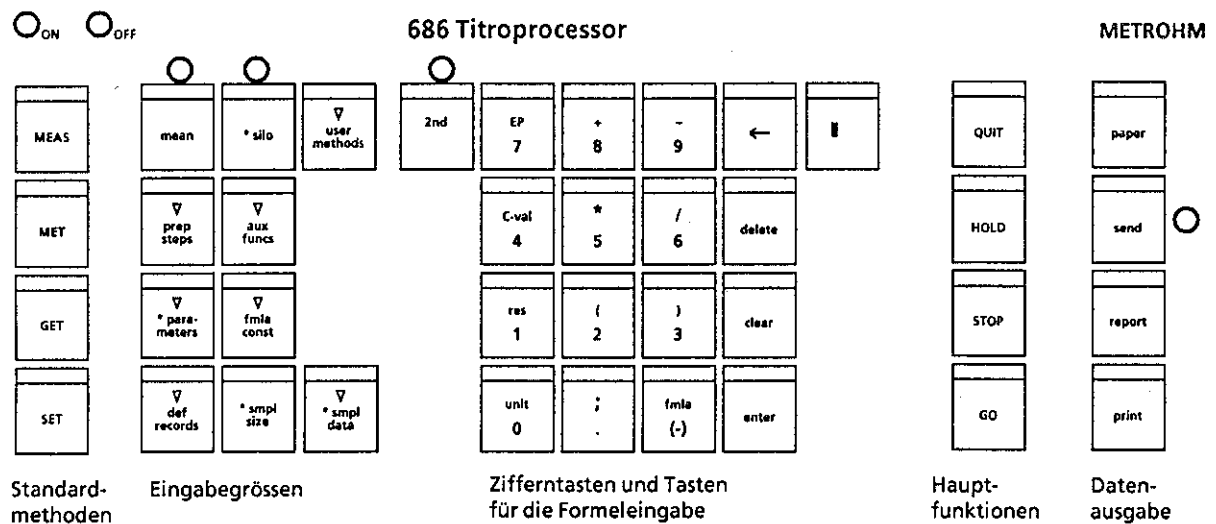


Fig. 2.1

Standardmethoden:

- . MEAS - Messung von pH, Spannung und Temperatur
- . MET - Monotonic Equivalence-point Titration: inkrementelle Reagenzdosierung und automatische Äquivalenzpunktauswertung.
- . GET - General Equivalence-point Titration: kontinuierliche Reagenzdosierung und automatische Äquivalenzpunktauswertung.
- . SET - Set Endpoint Titration

Eingabegrößen:

Bei den Tasten für die Eingabegrößen haben die angebrachten Sondermarkierungen folgende Bedeutung:

- * Tasten, welche auch live keyboard zugänglich sind, d.h. gewisse Abfragen unter diesen Tasten sind während einer Titration (ausser während dem Ablauf der "prep steps" sowie der Startbedingungen im Mode GET oder MET, siehe Seite 217) bis zur Datenausgabe zugänglich.
- ∇ Tasten mit rollenden Abfragen, d.h. wiederholtes (oder fortwährendes) Drücken dieser Tasten bringt immer wieder neue Abfragen in die Anzeige. Ein neuer Wert kann eingegeben werden mit Hilfe der Zifferntasten und der Taste <enter>. Nach Betätigung der Taste <enter> erscheint automatisch die nächste Abfrage. Am Ende einer solchen Abfragesequenz befindet man sich wieder im Ausgangszustand.

Beispiel: Taste <aux funcs>, setzen von Datum, Zeit usw.

Schalten Sie das Gerät ein. Es befindet sich nun im Gerätegrundzustand, d.h. in Titrierbereitschaft:
es ist bereit zur Titration mit derjenigen Methode, welche zuletzt benutzt wurde.

Drücken Sie <aux funcs>.

In der Anzeige steht sample # 0,
d.h. Ihre erste Titration erhält die Nummer 1. Weitere Bestimmungen werden dann fortlaufend numeriert.

Gehen Sie zur nächsten Abfrage:

Drücken Sie <aux funcs>

In der Anzeige steht beep 1,
d.h. der Titroprocessor 686 meldet sich am Ende einer Bestimmung mit einem beep-Signal.

Gehen Sie zur nächsten Abfrage:

Drücken Sie <aux funcs>

In der Anzeige steht die aktuelle Zeit, z.B. time 14:10.

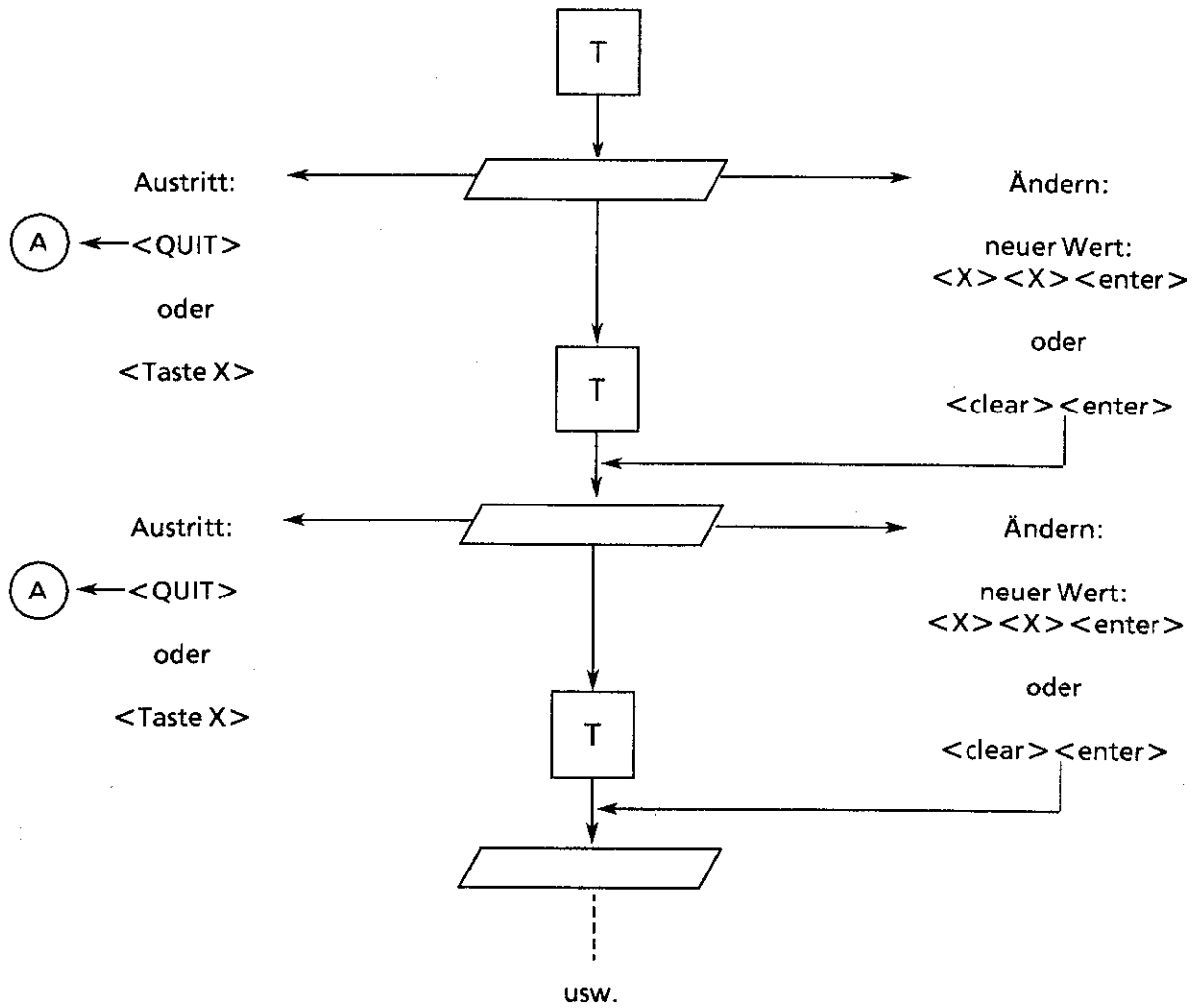
Ist diese Zeitangabe korrekt? Wenn nicht, geben Sie die richtige Zeit ein, z.B. 8:14
<0><8> <-> <1><4> <enter>.

In der Anzeige steht nun die nächste Abfrage date 87-04-23 (Jahr-Monat-Tag).

Stimmt dieses Datum? Wenn nicht, geben Sie das richtige Datum ein (JJ-MM-TT mit den Minuszeichen <-> und <enter>).

Nach dieser Eingabe oder nach Drücken der Taste <aux funcs> befindet sich das Gerät wieder im Gerätegrundzustand.

Allgemeiner schematischer Ablauf der rollenden Abfragen:



(A)

: Ausgangszustand

T

: Taste der angewählten Abfragetrommel

<Taste X>

: Tasten, die angewählt werden können (siehe Liste auf Seite 204)

Liste der Tasten X:

Taste X	zugänglich bei Abfragen im Gerätegrundzustand	live keyboard zugänglich
user methods	X	-
prep steps	X	-
parameters	X	X
def records	X	-
aux funcs	X	-
fmla const	X	-
smpl size	X	X
smpl data	X	X
report	X	-
send	X	-
GO	X	(X) nach HOLD
STOP	-	X
HOLD	-	X
MEAS	X	-
MET	X	-
GET	X	-
SET	X	-

2.2 Speicherorganisation

Der Titroprocessor 686 ist in vier verschiedene nichtflüchtige Speicherbereiche unterteilt, deren Organisation in Fig. 2.2 dargestellt ist.

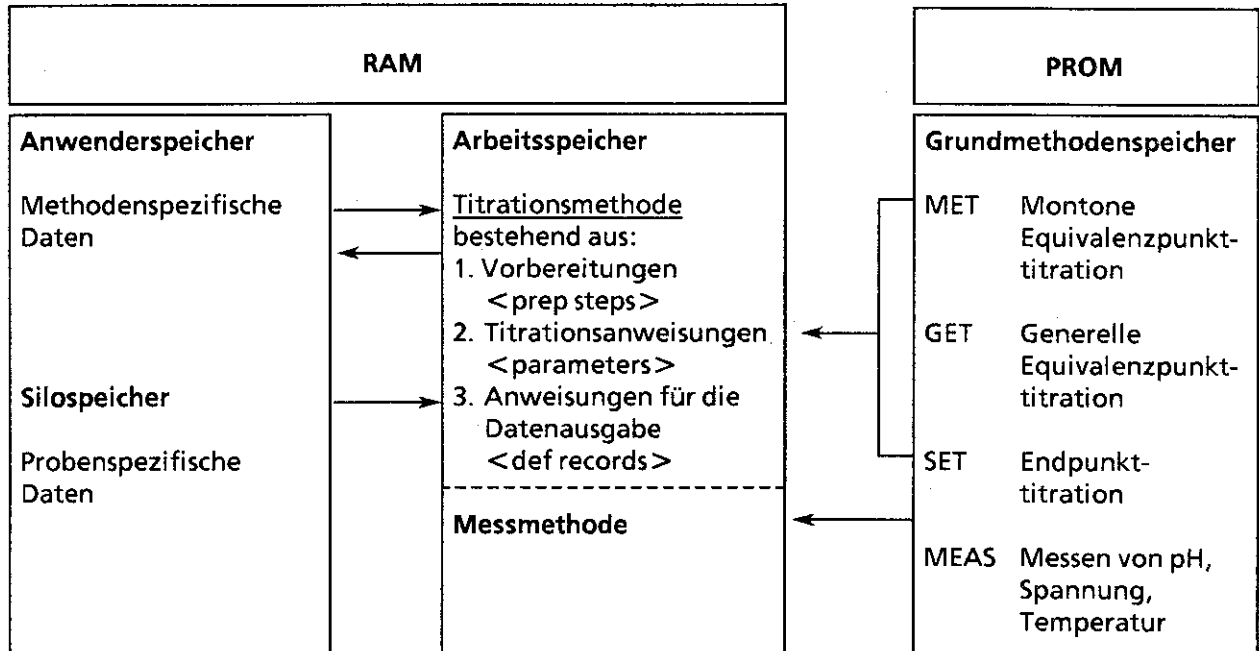


Fig. 2.2

Die Pfeile in Fig. 2.2 deuten die Kommunikationsrichtung an:

- . Aus dem Grundmethodenspeicher können Titrationsmethoden oder die Messfunktion in den Arbeitsspeicher geladen werden (siehe Seiten 208/209).
- . (Modifizierte) Titrationsmethoden mit den methodenspezifischen Daten können im Anwenderspeicher abgespeichert werden (siehe Seite 330).
- . Aus dem Anwenderspeicher können Titrationsmethoden in den Arbeitsspeicher geladen werden (siehe Seite 330).
- . Probenspezifische Daten können im Silospeicher zwischengespeichert werden (siehe Seite 333).
- . Die probenspezifischen Daten aus dem Silospeicher werden bei "silo on" zur Endverarbeitung in den Arbeitsspeicher geladen.

Der Arbeitsspeicher

Im Arbeitsspeicher werden folgende Datentypen abgespeichert:

- Kalibrierdaten
für die pH-Messkette (U(as), slope (rel)).
Kalibrierdaten werden durch eine neue Kalibrierung oder das Zurücksetzen der Kalibrierdaten (reset) überschrieben.

- Gerätespezifische Daten
Angaben unter der Taste <aux funcs>.

- Methodenspezifische Daten
1 komplette Titrationsmethode mit allen methodenspezifischen Angaben (Tasten <prep steps>, <parameters>, <fmla const>, <def records> und alle Formeln).
Eine aktuelle Titrationsmethode im Arbeitsspeicher wird überschrieben, wenn eine andere Titrationsmethode aus dem Anwender- oder Grundmethodenspeicher in den Arbeitsspeicher geladen wird.

- Probenspezifische Daten
 - Probenspezifische Angaben unter den Tasten <smpl size> und <smpl data> bzw. aus dem Silospeicher (siehe unten).
 - Messpunktliste der Titration
 - Liste der End- bzw. Äquivalenzpunkte
 - Liste der errechneten ResultateProbenspezifische Daten werden nach GO überschrieben.

Der Grundmethodenspeicher (PROM)

enthält die Grundmethoden mit je einem Satz von Standardparametern:

- Messfunktion (MEAS pH, MEAS U, MEAS temp)
- Titration mit inkrementeller Reagenzdosierung und automatischer Äquivalenzpunkt-Auswertung (MET pH, MET U)
- Titration mit kontinuierlicher Reagenzdosierung und automatischer Äquivalenzpunkt-Auswertung (GET pH, GET U)
- Endpunkttitration (SET pH, SET U)

Der Anwenderspeicher

offeriert 2800 bytes zum Abspeichern von anwenderspezifischen Methoden. Im allgemeinen können 20 bis 40 Methoden gespeichert werden, je nach ihrem Umfang. Die Verwaltung des Anwenderspeichers erfolgt mit der Taste <user methods> (siehe Seite 329).

Der Silospeicher

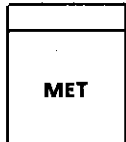
erlaubt das Abspeichern von bis zu 40 Datenzeilen mit probenspezifischen Daten. In einer solchen Datenzeile können folgende Daten enthalten sein:

- . Zeilennummer der Datenzeile.
- . Methodenkennzeichnung.
Eine Methode aus dem Anwenderspeicher kann individuell für jede Probe zugeordnet werden.
- . Zwei unabhängige Probenkennzeichnungen id.#1 und id.#2.
- . Ein probenspezifischer Rechenwert c20.
Aendert zusätzlich zum Probeneinmass noch ein anderer Rechenwert, so kann dieser individuell für jede Probe eingegeben werden.
- . Das Probeneinmass c00.

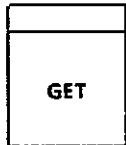
2.3 Tasten für die Grundmethoden <MEAS>, <MET>, <GET>, <SET>

Anwahl der Grundmethode und der Messgrösse. Die Methode ist sofort arbeitsbereit, ausgerüstet mit einem Satz von Standardparametern.

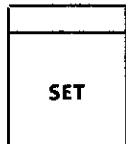
Titrieren, Tasten <MET>, <GET>, <SET>



MET: Monotonic Equivalence-point Titration
Titration mit inkrementeller Reagenzdosierung und
automatischer Äquivalenzpunkt-Auswertung,
Messgrößen: pH, U/mV



GET: General Equivalence- point Titration
(GET the endpoint!)
Titration mit kontinuierlicher Reagenzdosierung und
automatischer Äquivalenzpunktauswertung,
Messgrößen: pH, U/mV



SET: Set Endpoint Titration
(SET the endpoint!)
Titration auf vorgegebenen Endpunkt,
Messgrößen: pH, U/mV

Die gewünschte Methode wird durch Drücken der entsprechenden Taste ausgewählt, und zwar wird diese Taste sovielmals gedrückt, bis die gewünschte Messgrösse in der Anzeige steht. Mit <enter> übernehmen.

*Beispiel: GET mit Messgrösse U/mV
(Das Gerät befindet sich im Gerätegrundzustand)*

Drücken Sie <GET>.

*In der Anzeige steht GET pH,
Sie wünschen aber die Messgrösse U/mV.*

Drücken Sie deshalb erneut <GET>.

In der Anzeige steht jetzt die gewünschte Messgrösse GET U.

Laden Sie nun die Methode mit <enter> in den Arbeitsspeicher.

*In der Anzeige steht GET U *****.*

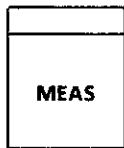
*Das Zeichen ***** sagt Ihnen, dass die Methode aus dem
Grundmethodenspeicher arbeitsbereit ist.*

Titriert wird mit einem Satz von Standardparametern.

Die Titration wird mit <GO> gestartet, mit <HOLD> unterbrochen und mit <STOP> abgebrochen.

Eventuell vorhandene Titrationsdaten werden mit dem Aufrufen einer neuen Titrationsmethode gelöscht.

Messen, Taste <MEAS>



MEAS: Messfunktion für pH, U/mV, temp/°C

Die Taste <MEAS> wird sovielmals gedrückt, bis die gewünschte Messgröße in der Anzeige steht.

Beispiel: MEAS mit Messgröße U/mV
(Gerät im Gerätegrundzustand)

Drücken Sie <MEAS>.

In der Anzeige steht **MEAS pH *******,
Ihre gewünschte Messgröße ist aber U/mV.

Drücken Sie deshalb erneut <MEAS>.

In der Anzeige steht **MEAS U *******.

Das Zeichen ***** zeigt an, dass das Gerät messbereit ist.

Die Messung wird mit <GO> gestartet. Während der Messung kann die Messgröße umgeschaltet werden durch Drücken der Taste <MEAS>.

Beispiel: Abwechslungsweise Messung von U/mV und temp/°C

In der Anzeige steht **MEAS U ******* (siehe oben).

Schliessen Sie die Elektrode(n) und den Pt100 Temperaturfühler an (siehe Seite 104).

Starten Sie die Messung mit <GO>.

In der Anzeige steht **U XXXX mV** (XXXX ist der aktuelle Messwert).

Schalten Sie um auf die Messgröße temp/°C.

Drücken Sie <MEAS>.

In der Anzeige steht **temp. XX.X °C**.

Schalten Sie um auf die Messgröße U/mV.

Drücken Sie zweimal <MEAS>.

In der Anzeige steht **U XXXX mV**.

usw.

Die Messung wird mit <HOLD> unterbrochen und mit <STOP> abgebrochen. <STOP> führt an den Anfang der Titrationsmethode im Arbeitsspeicher zurück → Gerätegrundzustand, d.h. das Gerät ist titrierbereit.

Die Messfunktion ist mit den Titrationsmethoden in der folgenden Weise verknüpft:

- . <STOP> führt aus der Messfunktion an den Anfang der Titrationsmethode im Arbeitsspeicher (Gerätegrundzustand).
- . Eventuell vorhandene Titrationsdaten werden nicht gelöscht durch die Messfunktion.
- . Der Messeingang der Titrationsmethode im Arbeitsspeicher gilt automatisch auch für die Messfunktion .
- . Die pH-Kalibrierung erfolgt in der Messfunktion unter der Taste <prep steps> und gilt für alle pH-Messungen und pH-Titrationen (Kalibrieren, siehe Seite 302).
- . Die Messfunktion kann nicht als Anwendermethode im Anwenderspeicher abgespeichert werden.

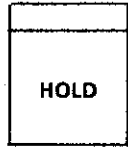
2.4 Hauptfunktionstasten <QUIT>, <HOLD>, <STOP>, <GO>



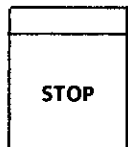
QUIT: dient zum Austreten aus einer Teilaufgabe:

- . Austritt aus den rollenden Abfragen
- . Austritt aus der Kalibrierung
- . Austritt aus der Formeleingabe
- . Austritt aus der Anwahl der Grundmethode
- . Austritt aus der Messfunktion
- . Austritt aus der Wartezeit "pause" in der Vorbereitungsphase (führt zum nächsten Schritt)
- . Austritt aus der Datenausgabe (bricht den Ausdruck eines Datenblocks ab und geht zum Ausdruck des nächsten Blocks über)

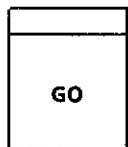
} führt in den Gerätegrundzustand



HOLD: unterbricht Gerätefunktionen. Falls bereits Titrationsdaten abgespeichert sind, werden diese nicht gelöscht und es kann vom Punkt der Unterbrechung aus weitergearbeitet werden. (Wird <HOLD> bei GET in der Nähe des Äquivalenzpunktes gedrückt, kann die Auswertung gestört werden; <HOLD> ist inaktiv beim Abarbeiten der Startbedingungen bei GET und MET.)



STOP: stoppt Gerätefunktionen und führt in den Gerätegrundzustand, d.h. an den Anfang der Titrationsmethode im Arbeitsspeicher. Eventuell vorhandene Titrationsdaten bleiben erhalten und sind z.B. für Reproduktionen verfügbar.



GO: startet Gerätefunktionen. Bei einem Neustart werden die alten Titrationsdaten gelöscht. Bei einem Start nach <HOLD> bleiben sie jedoch erhalten.

Verknüpfung der Titrationsmethoden und der Messfunktion mit den Hauptfunktionstasten:

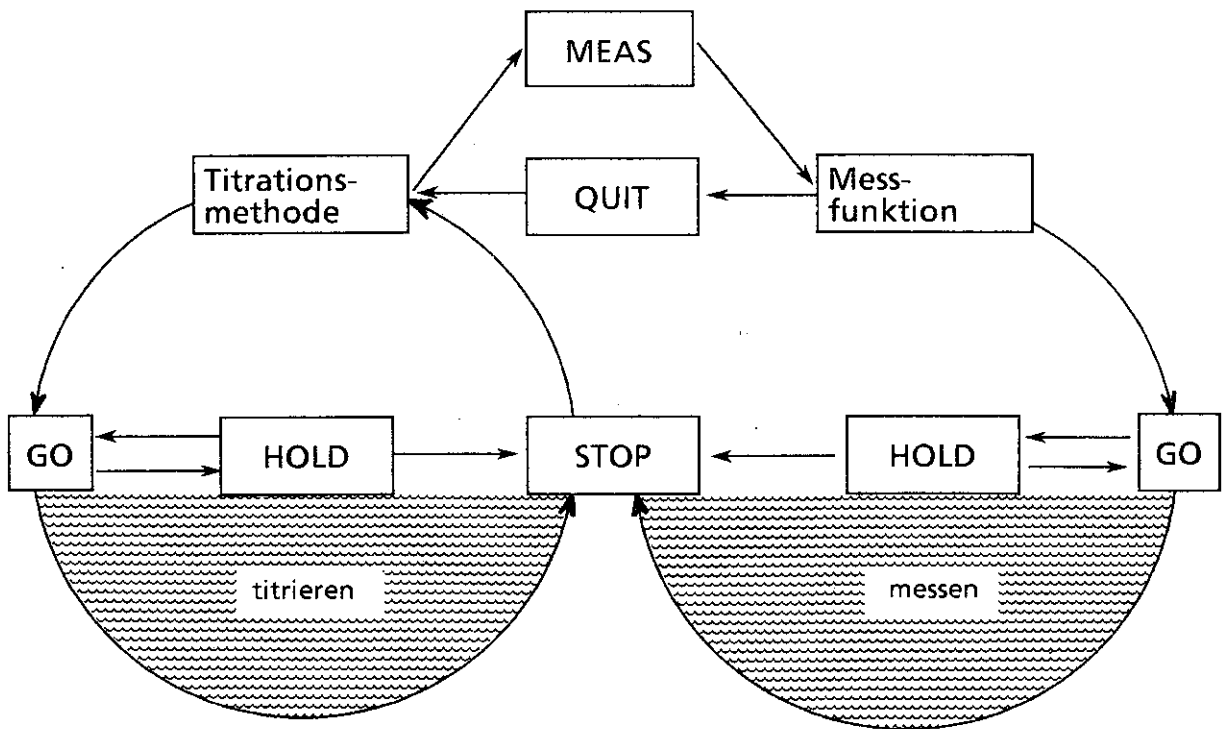
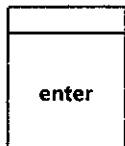
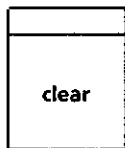
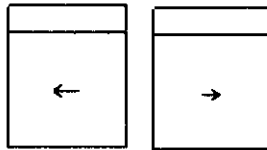
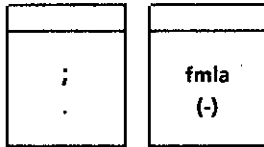


Fig. 2.3

2.5 Der Zifferntastenblock

Tasten
0,1...9

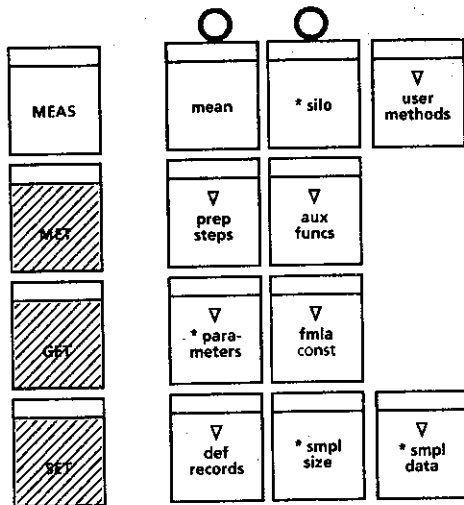
In der 1st-Funktion sind die Ziffern 0,1...9, der Dezimalpunkt <.> und das Minuszeichen<(-)> aktiv. Bei negativen Zahlen ist das Minuszeichen zuerst einzugeben (<(-)> ist keine change-sign-Taste).



- Cursor:**
- . dient zum Ueberschreiben einzelner Ziffern einer Eingabe
 - . dient zum Sichten des ganzen Anzeigepuffers, z.B. bei der Formeleingabe, bei Endpunkt- und Resultatabfragen, oder Sichten der Einheit bei gewissen Eingabegrößen
- delete:** löscht ganze Datenzeilen, z.B. ganze Formeln oder ganze Silozeilen
- clear:**
- . löscht eingegebene Werte
 - . dient zum Ausschalten ("OFF") gewisser Eingabegrößen
 - . Bei SET kann t(delay) auf unendlich ("INF") gesetzt werden, z.B. für pH-Stat-Anwendungen
- enter:**
- . Uebernahmetaste
 - Grundmethoden, Anwendermethoden, Formeln, Einzelwerte usw. werden mit <enter> quittiert und abgespeichert
 - . Taste für den Abschluss eines Befehls, z.B. <report> <user methods> <enter>

2.6 Grundlagen zum Erarbeiten einer Anwendermethode

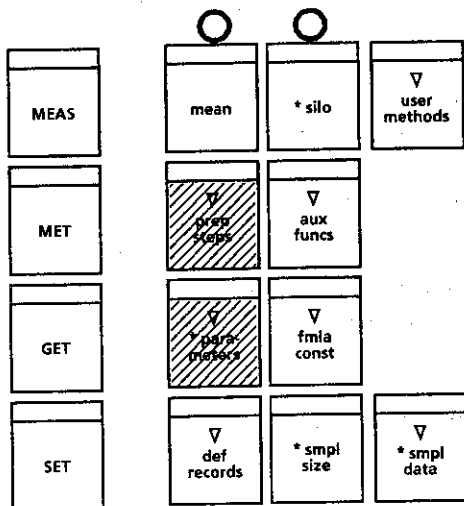
(Methodenspezifische Eingaben)



Wahl einer Grundmethode aus dem Grundmethodenspeicher.

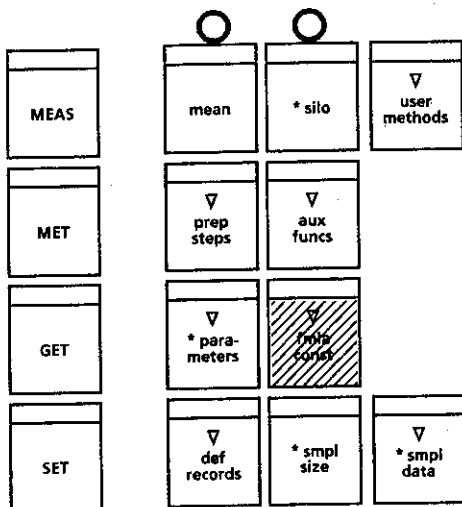
(Tasten <MET>, <GET> oder <SET> und <enter>; siehe Seite 208).

Die Methode ist arbeitsbereit, ausgerüstet mit einem Satz von Standardparametern.



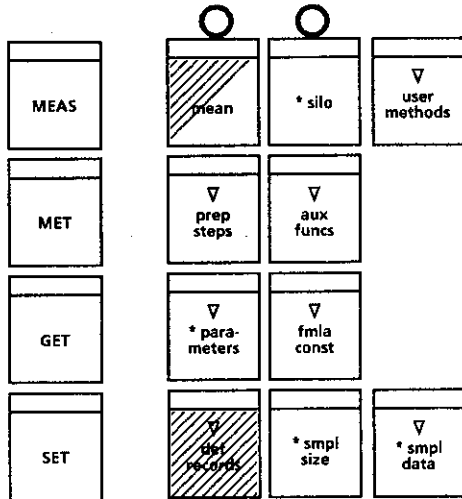
Daten für die (Proben)-Vorbereitung und Titrationsparameter werden eingegeben.

(Tasten <prep steps> und <parameters>; siehe Seite 301 ff).



Eine Formel wird definiert (2nd-Funktionen des Ziffernblocks; siehe Seite 320)

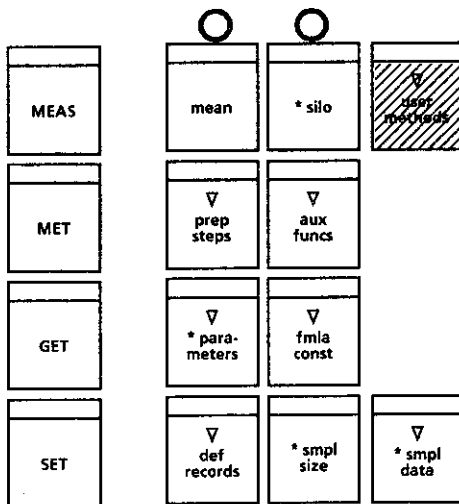
und die Formelkonstanten werden eingegeben (Taste <fmla const> siehe Seite 323).



Die Datenausgabe wird festgelegt
(Taste <def records> ; siehe Seite 324),

eventuell mit Statistikberechnungen
(Taste <mean> ; siehe Seite 325).

Haben Sie Ihre neue Methode ausgetestet und sind Sie zufrieden?
Dann speichern Sie sie im Anwenderspeicher ab:



Die Methode wird im Anwenderspeicher
gespeichert
(Taste <user methods> ; siehe Seite 329).

2.7 Allgemeiner Ablauf einer Titrationsmethode

Der Ablauf einer Titrationsmethode ist in Fig. 2.4 schematisch dargestellt.

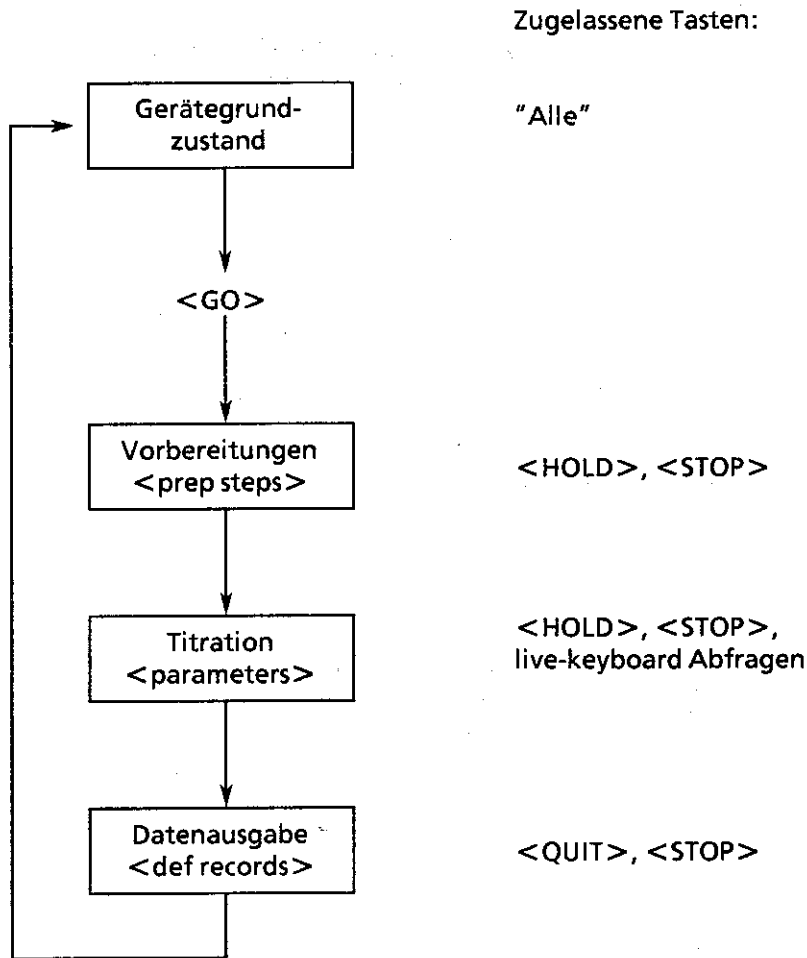


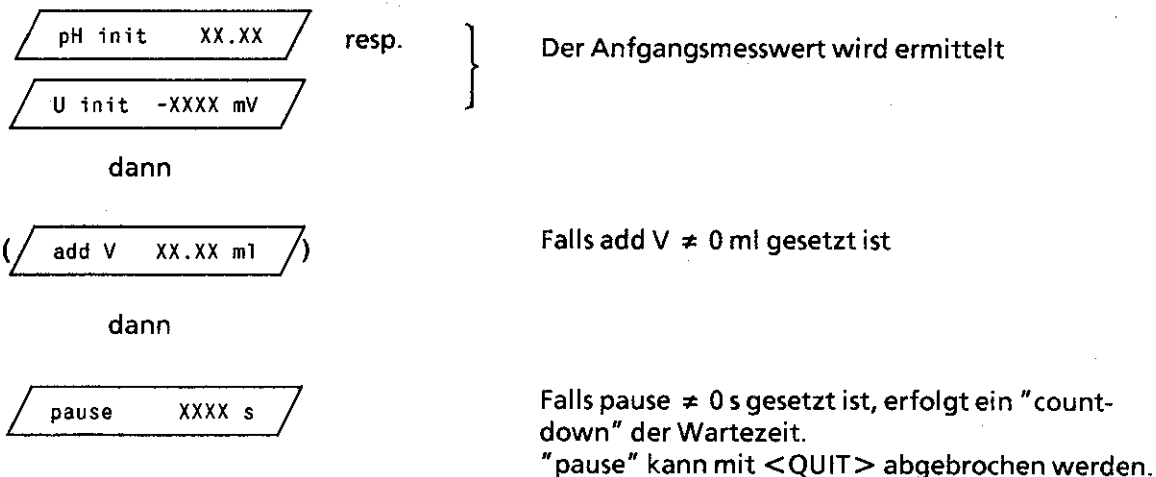
Fig. 2.4

Nach dem Einschalten befindet sich das Gerät im Gerätegrundzustand, d.h. es ist titrierbereit mit der zuletzt benutzten Methode. Nun kann, wenn nötig, eine neue Methode aus dem Grundmethodenspeicher (siehe Seite 208) oder aus dem Anwenderspeicher (siehe Seite 329) gewählt und in den Arbeitsspeicher kopiert werden. Je nach Bedarf kann die Methode im Arbeitsspeicher mit zusätzlichen Daten ergänzt oder verändert werden. (Data keys: rollende Abfragen oder Formeleingabe.) Diese Dateneingabe kann mit <QUIT> verlassen werden.

<GO> startet die Methode.

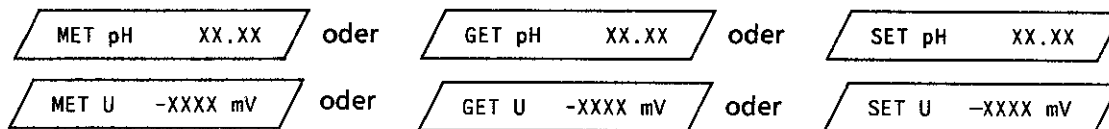
Jede Titrationsmethode besteht grundsätzlich aus 3 Blöcken:
einer Vorbereitungsphase, der eigentlichen Titration und der Datenausgabe.

Zuerst läuft die Vorbereitungsphase gemäss den Angaben unter der Taste <prep steps> ab. Dies wird wie folgt angezeigt:



Während der Vorbereitungsphase sind keine live-keyboard-Abfragen möglich.

Dann beginnt die eigentliche Titration gemäss den Eingaben unter der Taste <parameters>. Während der Titration werden die Grundmethode und der aktuelle Messwert angezeigt:



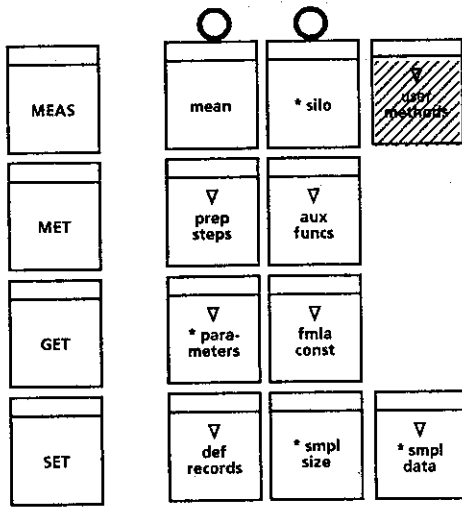
Während der Titration können alle live-keyboard-Grössen gesichtet und geändert werden (ausser beim Abarbeiten der Startbedingungen in den Modi GET und MET).

Vorbereitungs- und Titrationsphase können mit <HOLD> unterbrochen und mit <GO> wieder gestartet werden (ausser in den Modi GET und MET beim Abarbeiten der Startbedingungen). Die Taste <STOP> führt direkt zur Datenausgabe.

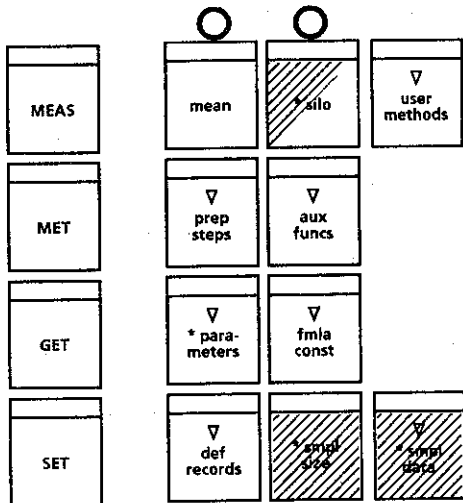
Ist die Titration beendet (entweder automatisch oder manuell mit <STOP>), erfolgt die Datenausgabe gemäss den Angaben unter der Taste <def records>. Die Datenausgabe kann mit <STOP> abgebrochen werden. Mit <QUIT> wird der Ausdruck eines Datenblocks abgebrochen und der nächste Block wird ausgegeben.

Während der Datenausgabe sind keine live-keyboard-Abfragen möglich.

2.8 Der Routinebetrieb



Eine Methode aus dem Anwenderspeicher wird in den Arbeitsspeicher geladen (Taste <user methods> ; siehe Seite 329).



Probenspezifische Daten (Probenkennzeichnungen, Probeneinmass) werden eingegeben (Tasten <smpl size> oder <smpl data>; siehe Seite 331 und eventuell Taste <silo>; siehe Seite 333).



Die Bestimmung wird gestartet.

2.9 Nützliche Hinweise

Wahl der Grundmethode MET, GET oder SET?

Wählen Sie GET

- für Ihre schnelle Routinetitration mit automatischer Äquivalenzpunktbestimmung
- für die Erarbeitung Ihrer SET-Methode (Bestimmen der Lage der Endpunkte und des Parameters "dyn.")

Wählen Sie MET

- für langsame, kinetisch gehemmte Titrationsreaktionen oder für Messketten mit langsamen Ansprechzeiten, z.B. Diazotierungen oder Kupplungsreaktionen
- für Ihre Standardmethode, die inkrementelle Reagenzdosierungen vorschreibt, z.B. für die Bestimmung der totalen Säure- und Basenzahl in Öl nach ASTM (TAN/TBN)

Wählen Sie SET

- falls Sie Ihre Routinetitration noch schneller durchführen wollen
- für Ihre Konventionsmethode, wo auf einen Endpunkt titriert werden muss
- wenn aus irgend einem Grunde ein Ueberschuss an Titriermittel nach der Titration vermieden werden muss

Wahl der Titriermittelkonzentration und der Wechseleinheit

Wählen Sie die Konzentration Ihres Titriermittels und die Grösse (V_B) Ihrer Wechseleinheit nach dem Gehalt Ihrer Proben: Der Verbrauch an Titriermittel sollte ca. $0,1 V_B$ bis $1 V_B$ betragen, wenn Sie z.B. mit einer 10 ml Wechseleinheit arbeiten, sollte der Verbrauch an Titriermittel ca. 1...10 ml betragen.

Einrichten des Titriergefässes

Für gute Titrationsergebnisse kann eine richtige Anordnung von Bürettenspitze(n) und Elektrode(n) entscheidend sein. Die Anordnung ist dann gut, wenn das Titriermittel so schnell wie möglich mit der Vorlage durchmischt wird, so dass die Elektrode die Spannung dieser durchmischten Lösung misst.

In Fig. 2.5 ist eine richtige Anordnung dargestellt:

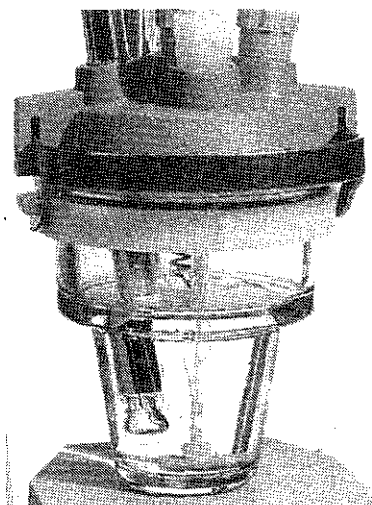


Fig. 2.5

Folgenden Punkten ist spezielle Beachtung zu schenken:

- Die Bürettenspitze sollte etwas tiefer liegen als die Messelektrode und in die Mitte, direkt oberhalb des Magnetrührstabes, zielen.
- Die Elektrode(n) nicht in den austretenden Reagenzstrom plazieren.

Die Rührung sollte effizient aber nicht allzu schnell sein, weil Rührtrichter Luftblasen ansaugen und CO₂ oder O₂ die Titration stören können.

Messungen in nicht-wässrigen Medien

- Verwenden Sie getrennte Mess- und Referenzelektroden (keine kombinierten Messketten)
- Messen Sie differenzpotentiometrisch

Differenzpotentiometrie

Bei Messungen in Titrationsmedien mit niedriger Leitfähigkeit z.B. organischen Lösungsmitteln, nimmt die Messkette, mit der die Titration indiziert wird, Störspannungen auf, die von eingekoppelten elektrostatischen und elektromagnetischen Feldern stammen.

Diese Störspannungen überlagern das Messsignal, so dass "Geister"-Äquivalenzpunkte generiert oder schwach ausgeprägte Äquivalenzpunkte nicht erkannt werden.

In diesem Fall ist auf differenzpotentiometrische Messung auszuweichen. Messanordnung siehe Fig. 2.6.

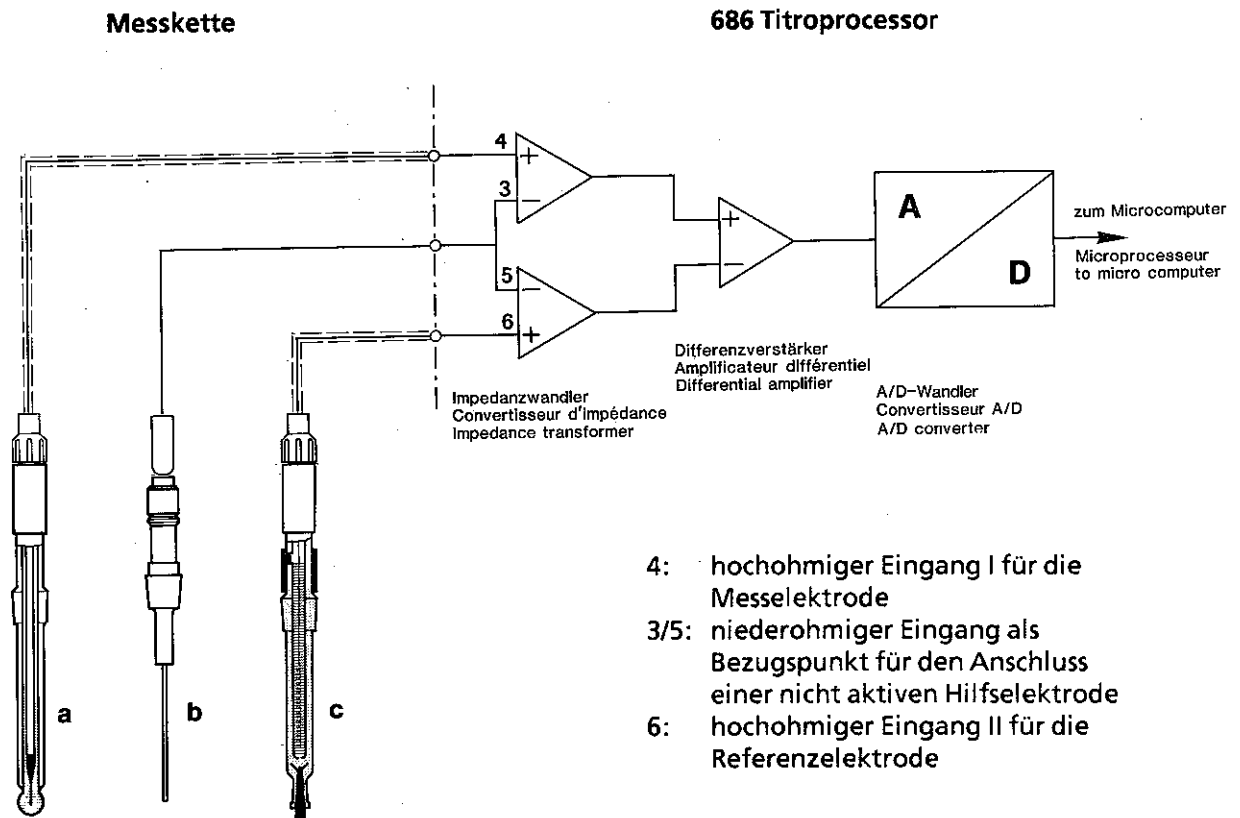


Fig. 2.6

Die Abschirmung der Mess- und Referenzelektroden sowie der Elektrodenkabel muss möglichst gleich sein. Eine geeignete Messkette für nicht-wässrige Säure-/Base-Titrationsen kann aus den folgenden METROHM-Zubehörteilen zusammengestellt werden:

Laboranwendungen

- a 6.0102.002 pH-Glaselektrode oder Typ 6.0102.100
- b 6.0808.000 Glassy-Carbon Stabelektrode resp.
6.0331.000 Massive Platinstab-Elektrode oder
6.1808.030 Schlauchkupplung für geerdete Bürettenspitze
- c 6.0729.100 Speziell abgeschirmte Ag/AgCl-Referenzelektrode

Probenwechsler Anwendungen

- a 6.0104.100 pH-Glaselektrode
- b 6.0808.010 Glassy-Carbon Stabelektrode resp.
6.0331.040 Massive Platinstab-Elektrode oder
6.1808.030 Schlauchkupplung für geerdete Bürettenspitze
- c 6.0729.110 Ag/AgCl-Referenzelektrode

"a" ist die Messelektrode.

"b" stellt die galvanisch leitende Verbindung zwischen dem Bezugspunkt der Verstärkerschaltung und der Titrationslösung her.

"c" ist die Referenzelektrode. Als Referenzelektrolyt mit konstantem "pH" kann z.B. das bei der Titration verwendete Lösungsmittel mit einem Inertsalzzusatz (LiCl oder ein quaternäres Ammoniumsalz) dienen.

Die Elektroden sollten ca. 1 Stunde im verwendeten Lösungsmittel vorkonditioniert werden. Wenn nach dem ersten Dosierschritt ein zu starker Potentialeinlauf erfolgt, kann ein kleines Startvolumen Abhilfe schaffen.

Falls ein so aufgebautes Messsystem trotzdem noch stöempfindlich ist, kann zusätzlich das Titriergefäß oder der ganze Titrierstand mit einem Faraday'schen Käfig abgeschirmt werden. Dieser Käfig wird mit der Erdungsbuchse des 686 Titroprocessor verbunden.

Für alle Verbindungen sollen nur abgeschirmte Kabel verwendet werden!

Die ausgezeichnete Serien- und Gleichtaktunterdrückung des Messverstärkers erlaubt eine problemlose Auswertung der Titrationsdaten.

Beispiel einer MET Titration:

Bestimmung der totalen Basenzahl (TBN) nach ASTM D 664-81:

Bemerkung: Hier wird Differenzpotentiometrie angewendet um Störungen von statischen Entladungen zu vermeiden. Mess- und Referenzelektrode werden an die beiden hochohmigen Eingänge des Titroprocessors 686 angeschlossen, siehe auch METROHM Information 1 (1985), Seite 4.

Elektroden: 6.0102.100 pH Glaselektrode
6.0729.100 speziell abgeschirmte Referenzelektrode
Ag/AgCl/c (KCl) = 3mol/l // c (LiCl) = sat. in Ethanol
6.0331.000 Pt Hilfelektrode

Lösungsmittel: Toluol/Isopropanol/Wasser = 500/495/5

Titriermittel: HClO₄ in Essigsäure (anstelle von alkoholischer HCl)

```
MET U      4-8 # 7
pause 1    150 s
electr. input 12
vol.step   -10 ml
dt(wait)   90 s
stop V     6.00 ml
stop U     -203 mV
EP A U     -103 mV
temp.     25.0 °C
EP crit.U  30 mV
=====
```

Parameter-Report

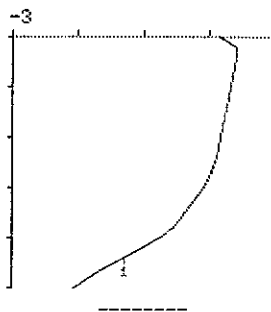
```
date 87-02-16 time 15:10
MET U      4-8 # 7
C00=       4.12 s
U(init)    14 mV
          V/ml U/mV
EP1        2.200 -128
EPR        2.112 -103
RS1        2.88
RS2        2.99
stop volt.reached
=====
```

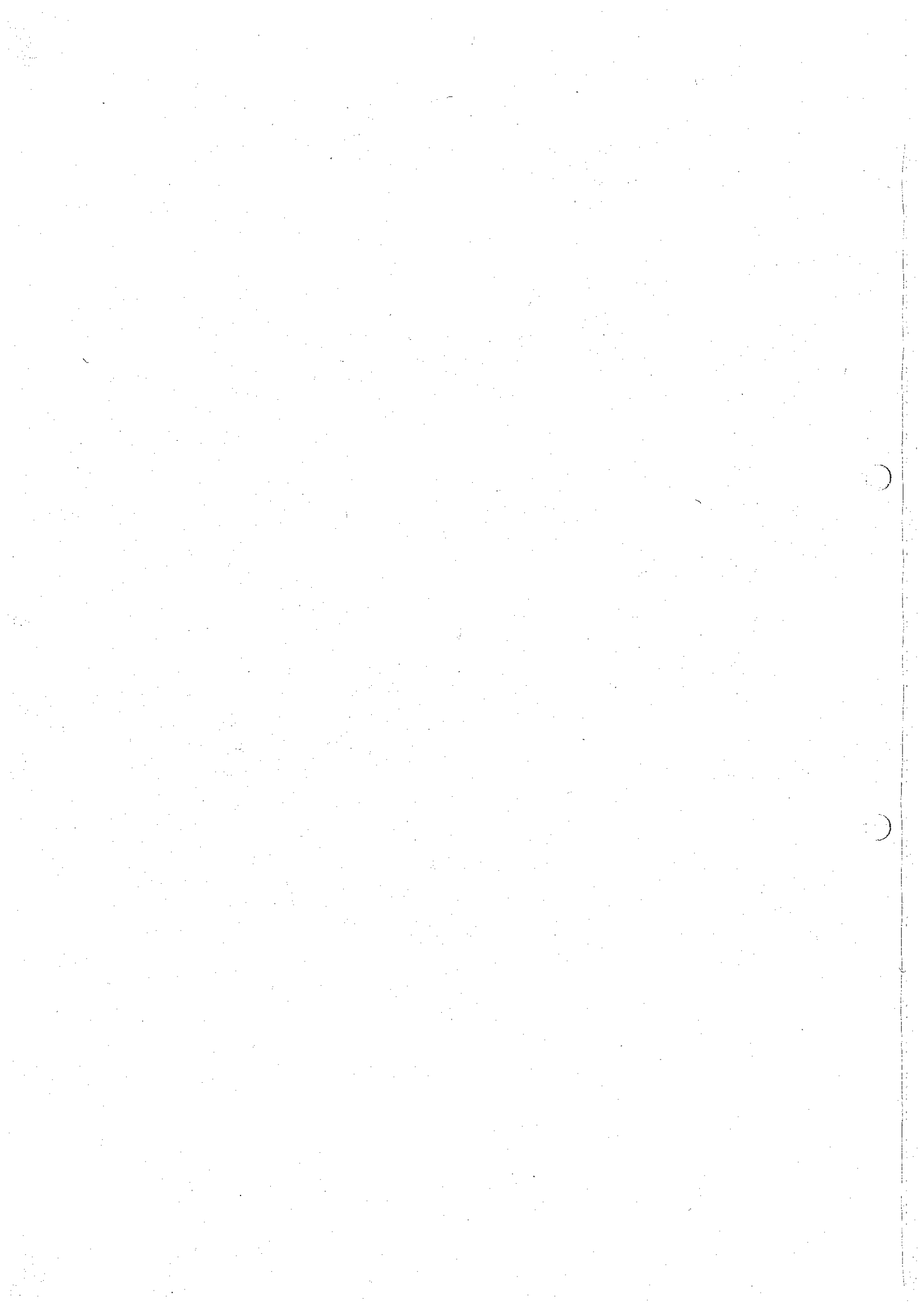
**Resultat-Report
mit Titrations-
kurve**

```
MET U      4-8 # 7
F1=(C51-C10)*C01*C02/C00
;2;
F2=(EP1-C10)*C01*C02/C00
;2;
C01=       .1
C02=      56.1
C10=       0
C51=      2.112
=====
```

**Rechenformeln und
Rechenkonstanten**

```
date 87-02-16 time 15:11
MET U      4-8 # 7
.50ml/div  ΔU=100mV/div
start V    .000 ml
```

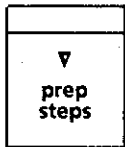




3. Detailbeschreibung der Bedienung

3.1 Dateneingaben

3.1.1 Taste <prep steps>



prep steps: für Funktionen, die vor Beginn der Titration bzw. des Messvorganges stattfinden.

Die Taste ist als rollende Abfrage organisiert.

Es gibt zwei verschiedene Abfragesequenzen: Eine für die Titrationmethoden und eine für die Messfunktion.

prep steps für die Titrationmethoden SET, GET und MET

(wenn Analogausgangs-Interface 3.540.2191 vorhanden ist, siehe Seite 402)

add V .00 ml

Zugabe einer Hilfslösung vor Beginn der Titration (.00...999.99 ml) mit einem zweiten Dosimaten 665.

pause 0 s

Wartezeit vor Beginn der Titration (0...9999 s).
Z.B. zum Abwarten der Reaktions- und Durchmischungszeit einer zudosierten Lösung.

electr. input 1

Definition des Messeinganges (1, 2, 12):

1 resp. 2 = hochohmiger Messeingang 1 resp. 2 (für Messelektrode) und niederohmiger Messeingang 1 resp. 2 (für Referenzelektrode, unbenutzt bei Verwendung einer kombinierten Elektrode). Die beiden niederohmigen Eingänge sind galvanisch verbunden. Es können deshalb nicht zwei verschiedene Referenzsysteme in der gleichen Lösung gleichzeitig verwendet werden.

12 = zwei hochohmige Eingänge (für Differenzpotentiometrie → nicht-wässrige Titrationen, siehe Seite 220).

prep steps für die Messfunktion MEAS

t(print) OFF s

Automatisches Ausdrucken eines Messwertes im angegebenen Zeitintervall (0...9999 s, OFF).

Bei der Messgröße pH folgen zusätzlich noch weitere Abfragen:

e1.cal. 0/1? 0

Frage, ob eine Kalibrierung (Eichung) der pH-Messkette gewünscht wird (0 = nein, 1 = ja). Wird 1 eingegeben, folgt die Kalibrierung (siehe unten), mit 0 folgt die nächste Abfrage:

reset cal.0/1? 0

Frage, ob die Standardkalibrierdaten gesetzt werden sollen (0 = nein, 1 = ja) (siehe unten).

Kalibrieren

Die Kalibrierdaten gelten für alle Messeingänge.

Wird die Frage e1.cal. 0/1? 1 mit 1 = ja beantwortet, beginnt der Kalibriervorgang:

pH-Messkette in den ersten Puffer tauchen <enter>.

t.cal.m 23.2 °C

oder

Falls ein Pt100-Temperaturfühler angeschlossen ist, wird die gemessene Temperatur angezeigt und die Messung driftkontrolliert abgebrochen (drift $\leq 1,2$ °C/min).

t.cal. 25.0 °C

Ist kein Pt100-Temperaturfühler angeschlossen, muss der Wert für die Kalibriertemperatur eingegeben und mit <enter> quittiert werden. Die nächste Abfrage:

pH(S) 1 OFF

Eingabe des pH-Wertes der ersten Pufferlösung, der mit <enter> quittiert werden muss. Die Messung beginnt. In der Anzeige steht die aktuelle Messkettenspannung in mV:

U cal.1 XX mV

Die Messung wird driftkontrolliert abgebrochen (drift ≤ 1 mV/min), und in der Anzeige steht die nächste Abfrage:

pH(S) 2 OFF

Die Kalibrierung kann nun entweder mit <QUIT> abgebrochen (1-Punkt-Kalibrierung) oder es kann eine 2-Punkt-Kalibrierung durchgeführt werden:

Messkette in 2. Pufferlösung tauchen. pH-Wert dieser Lösung eingeben und mit <enter> quittieren. In der Anzeige steht wieder der aktuelle Messwert:

U cal.2 XX mV

Nach dem Unterschreiten der Driftbedingung wird die Messung abgebrochen.

Am Ende jeder Kalibrierung wird der Kalibrierreport ausgedruckt.

Falls die Spannungsmessung nach ca. 3 Min. noch nicht abgebrochen sein sollte (Driftbedingung noch nicht erfüllt), kann die Kalibrierung mit <STOP> abgebrochen werden. In diesem Fall sollte die Messkette überprüft werden.

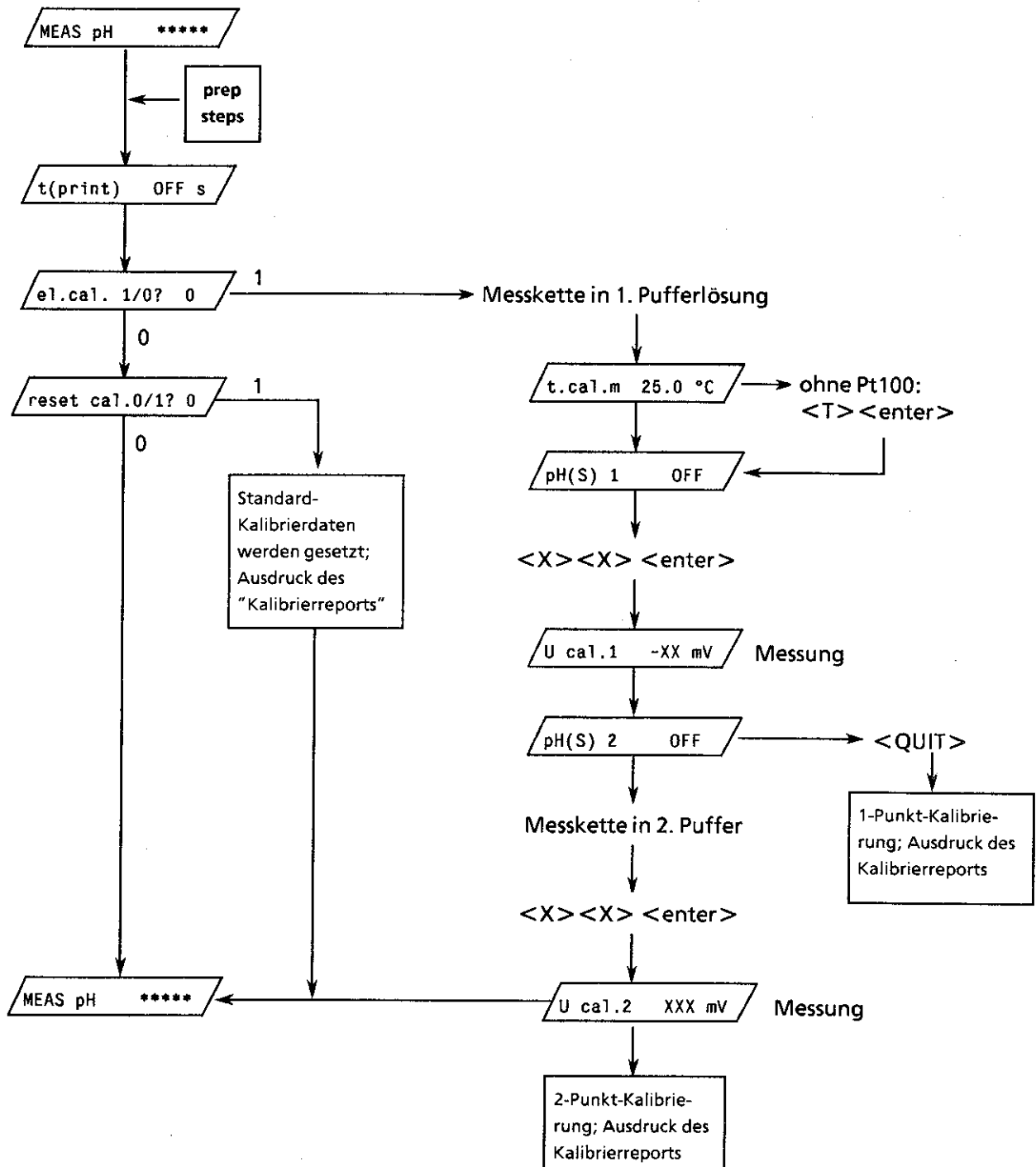
Setzen der Standardkalibrierdaten

Wird die Frage `reset cal. 0/1? 1` mit 1 = ja beantwortet, so werden folgende Standardkalibrierdaten gesetzt:

t.cal. 25.0 °C (Kalibriertemperatur)
U(as) 0 mV (Asymmetriespannung)
slope (rel) 1.000 (relative Steilheit)

und der "Kalibrierreport" wird automatisch ausgegeben.

Schematischer Ablauf der Kalibriervorgänge



3.1.2 Taste <parameters>



parameters: Parametereingabe für den gewählten Mess- bzw. Titrivorgang.

Die Taste ist als rollende Abfrage organisiert und gewisse Abfragen sind live-keyboard zugänglich.

Die Abfragen unter dieser Taste sind abhängig von der gewählten Grundmethode und der Messgröße.

Parameter für MEAS

Für die Messgrößen U/mV und Temp./°C existieren keine Abfragen unter der Taste <parameters>. Bei der Messgröße pH interessiert die Messtemperatur:

temp. auto

oder

temp. 25.0 °C

Messtemperatur wird mit Pt100 automatisch gemessen und die Elektrodensteilheit auf die Messtemperatur korrigiert. Falls kein Pt100 angeschlossen ist, wird die Messtemperatur manuell eingegeben: (-20.0... + 200.0 °C).

Hinweis:

Die Temperatur ist gerätespezifisch, d.h. der Wert gilt für alle Titrationsmethoden und für MEAS bis ein neuer Wert eingegeben oder gemessen wird.

Parameter für GET

titr.rate 1.00

< ->

titr.rate ml/min

Titrationgeschwindigkeit
(Eingabebereich je nach Volumen der Wechseleinheit:

- 1 ml WE .01... .30 ml/min
- 5 ml WE .01... 1.50 ml/min
- 10 ml WE .01... 3.00 ml/min
- 20 ml WE .01... 6.00 ml/min
- 50 ml WE .01... 15.00 ml/min

Die effektive Dosiergeschwindigkeit kann $\pm 10\%$ verschieden sein vom Sollwert.

Die Einheit ml/min kann mit dem Cursor (< ->) gesichtet werden.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

anticip. 0

Anpassung der Titrationgeschwindigkeit an die Kurvensteilheit (0...99).

Grosser Wert \rightarrow starke Verlangsamung,
0 \rightarrow keine Verlangsamung (siehe Fig. 3.2).

Abfrage live-keyboard zugänglich.

stop V 99.99 ml

Stoppvolumen (.00...999.99 ml, OFF).

Abbruch der Titration nachdem ein bestimmtes Volumen dosiert wurde.
Abfrage live-keyboard zugänglich.

Mit stop V : .00 ml besteht die Möglichkeit, den Anfangsmesswert pH (init) resp. U (init) zu messen und auszudrucken, ohne dass die Titration startet.

stop pH OFF

resp.

stop U OFF mV

Stopp pH (0... ± 20.00 , OFF).

Stoppspannung (0... ± 2000 mV, OFF).

Abbruch der Titration nachdem ein bestimmter Messwert erreicht wurde.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

stop EP# OFF

Stopp nach der Anzahl gefundener Äquivalenzpunkte (1...9, OFF).

Abbruch der Titration nachdem eine bestimmte Anzahl Äquivalenzpunkte gefunden wurde.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

start V .00 ml

Startvolumen (.00...999.99 ml).

Wird zu Beginn der Titration mit der maximalen Buretteausstoss-Geschwindigkeit zudosiert.

start pH OFF

resp.

start U OFF mV

Start pH (0... ± 20.00 , OFF).

Startspannung (0... ± 2000 mV, OFF).

Bis der gesetzte Messwert erreicht ist, wird mit maximaler Titriergeschwindigkeit für das vorliegende Zylindervolumen dosiert.

start slope OFF } Start bei einer bestimmten Kurvensteilheit
 <->
start slope /ml } für Messgrösse pH (.00...9.99 /ml, OFF).
 resp.
start slope mV/ml } für Messgrösse U/mV (0...999 mV/ml, OFF).
 Bis die gesetzte Kurvensteilheit erreicht ist, wird mit maximaler
 Titriergeschwindigkeit dosiert (siehe Fig. 3.1).
 Die Einheit /ml resp. mV/ml kann mit dem Cursor <-> gesichtet
 werden.

EPA pH OFF } (0... ± 20.00, OFF)
 resp. } Fix-Endpunkt A
EPA U OFF mV } (0... ± 2000 mV, OFF)

EPB pH OFF } (0... ± 20.00, OFF)
 resp. } Fix-Endpunkt B
EPB U OFF mV } (0... ± 2000 mV, OFF)

Für Fix-Endpunkte A und B werden aus der Titrationskurve die
 Volumenkoordinaten interpoliert und als C5X abgelegt:
 Fix-Endpunkt A als C51
 Fix-Endpunkt B als C52

temp. 25.0 °C } Titrationstemperatur (-20.0... + 200.0 °C).
 Diese Abfrage erscheint nur, wenn kein Pt100 angeschlossen ist. Mit
 Pt100 wird die Temperatur automatisch gemessen.
Hinweis:
 Die Temperatur ist gerätespezifisch, d.h. der Wert gilt für alle
 Titrationsmethoden und für MEAS bis ein neuer Wert eingegeben oder
 gemessen wird.

EP crit. 3 } Äquivalenzpunktkriterium (1...8, OFF).
 1...4 Empfindlichkeit der Äquivalenzpunkterkennung.
 Kleiner Wert → hohe Empfindlichkeit
 Grosser Wert → niedrige Empfindlichkeit
 5...8 entspricht 1...4:
 1 entspricht 5
 2 entspricht 6
 3 entspricht 7
 4 entspricht 8
 mit zusätzlicher Dämpfung für stärker verrauschte Signale.
 OFF automatische Äquivalenzpunktauswertung ausgeschaltet, z.B.
 für Indikationsarten, deren Kurven graphisch ausgewertet
 werden müssen.

GET (General Equivalence-point Titration)

Bei der Äquivalenzzpunkttitration werden zuerst die Startbedingungen abgearbeitet. Sie dienen der Verkürzung der Titrationszeiten. Sind Werte für alle drei Startkriterien - start V, start pH resp. start U und start slope - gesetzt, so ist die Priorität folgendermassen festgelegt:

1. start V

Ist der gesetzte Messwert nach dem Zudosieren des Startvolumens noch nicht erreicht, wird die zweite Startbedingung abgearbeitet.

2. start pH resp. start U

und als letzte Bedingung folgt:

3. start slope (siehe Fig. 3.1)

Achtung: start pH resp. start U darf nicht so gesetzt werden, dass der erste Messwert der Titration oder der Messwert nach dem Abarbeiten von start V bereits dahinter liegt.

Während dem Abarbeiten der Startbedingungen sind live-keyboard-Abfragen nicht zugelassen. Ebenso ist die Unterbrechung mit <HOLD> nicht möglich. Hingegen kann die Titration mit <STOP> abgebrochen werden.

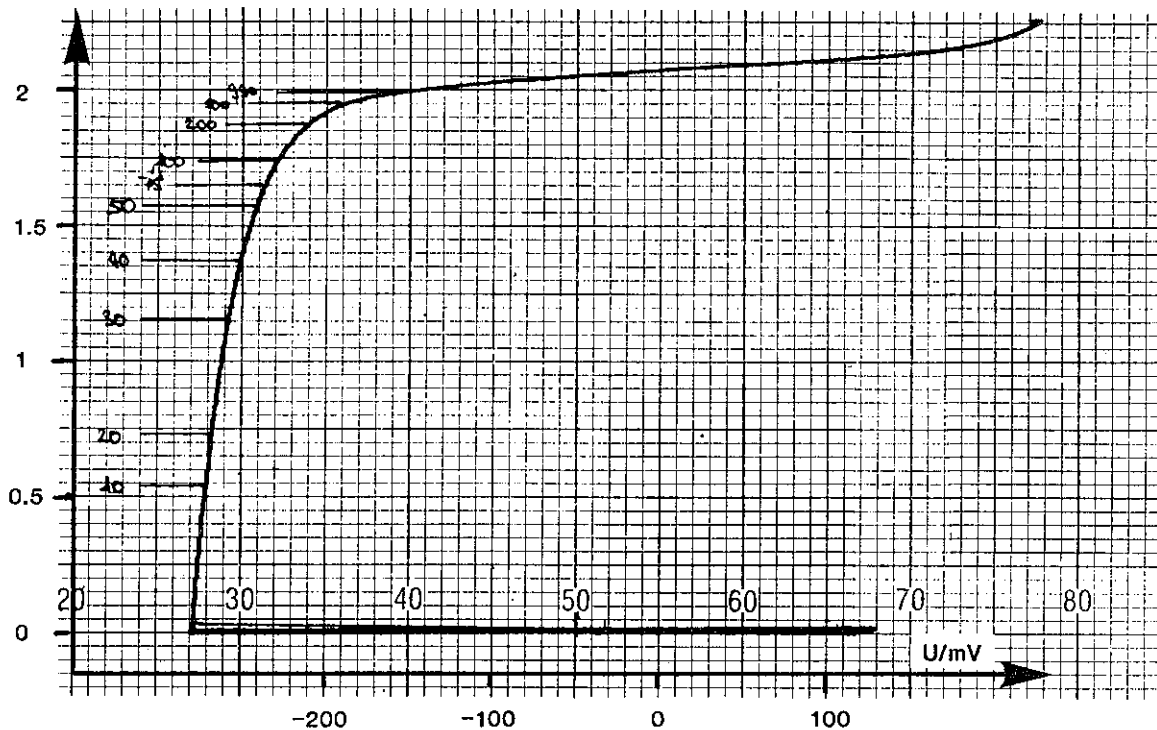


Fig. 3.1

Startpunkt der Titration mit der Datenerfassung für verschiedene Werte von "start slope XXX mV/ml"

Nachdem die Startbedingungen erfüllt sind, beginnt die Titration mit der Datenerfassung: Die Dosiergeschwindigkeit ist durch den Parameter "titr. rate" in ml/min einerseits und durch die Anpassung der Titriergewindigkeit an die Steilheit der Titrationskurve, "anticip.", andererseits gegeben (siehe Fig. 3.2).

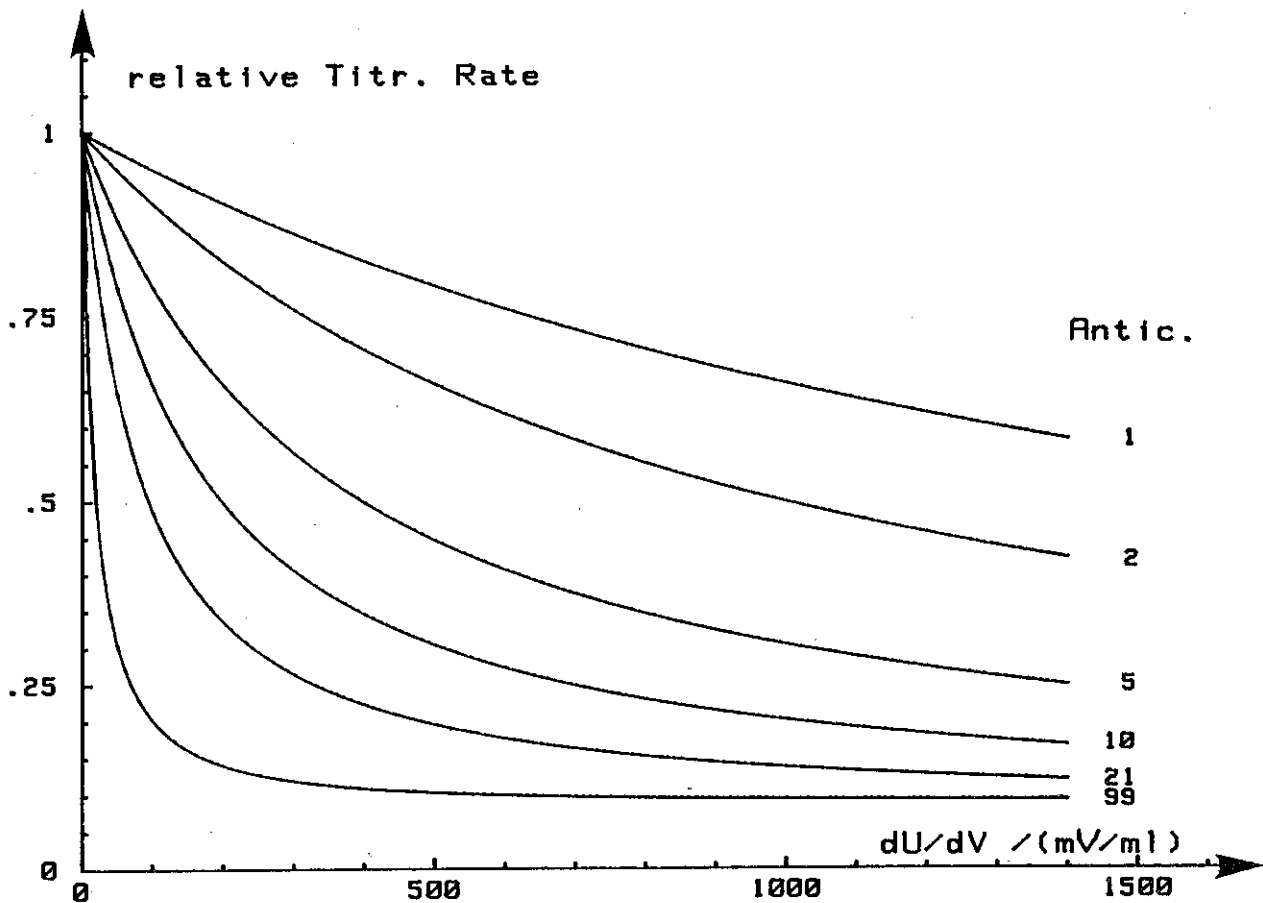


Fig. 3.2

Damit möglichst gute Titrationsergebnisse in möglichst kurzer Zeit erhalten werden, sollten die beiden Parameter "titr. rate" und "anticip." sorgfältig optimiert werden.

Faustregeln für die Optimierung dieser Parameter:

- Hohe "titr.rate" für schnelle Reaktionen, z.B. Neutralisationen mit schnell ansprechenden Elektroden
- Niedrige "titr.rate" für langsame Reaktionen
- anticip. "hilft" vor allem bei steilem Kurvenverlauf. Der Wert für anticip. soll langsam erhöht werden, bis der Titriermittelverbrauch konstant bleibt.

Einige Beispiele für die Einstellung der Parameter "titr. rate" und "anticip." sind in Fig. 3.3 gegeben.

Beispiele optimierter Titrationsbedingungen

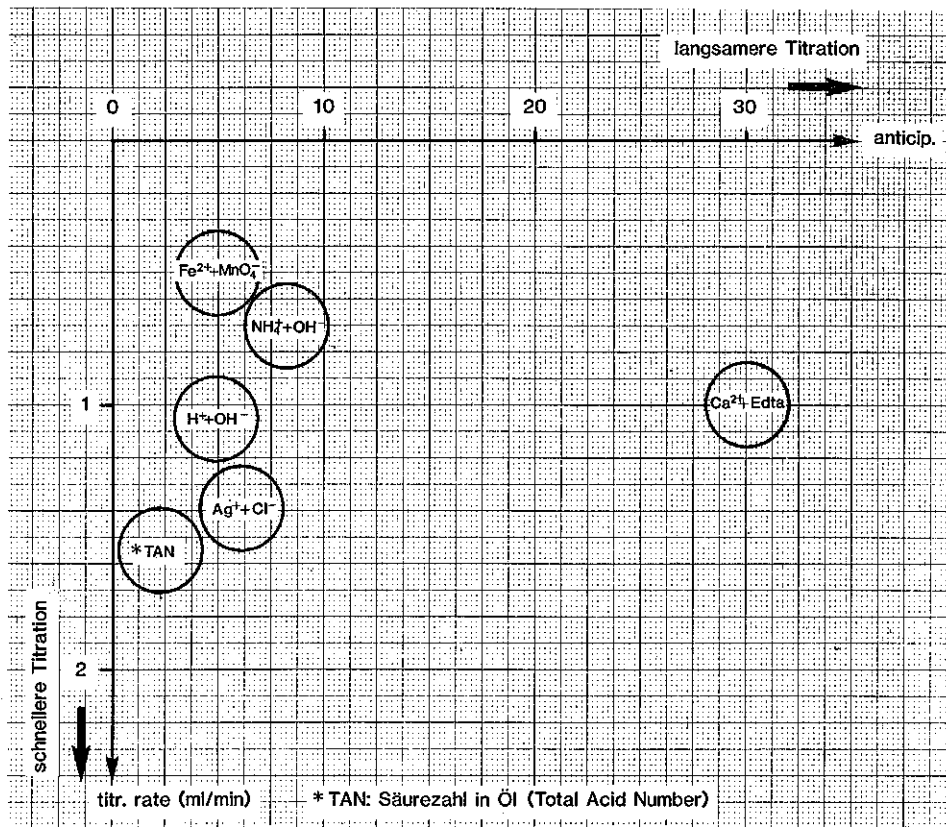


Fig. 3.3

Die Titration kann automatisch via Stoppkriterien abgebrochen werden. Sind mehrere Stoppkriterien gesetzt, dann sind alle gleichzeitig wirksam, und der Abbruch erfolgt beim ersten Kriterium, das erreicht wird. Eine Äquivalenzpunktsuche wird nur abgebrochen

beim Drücken der Taste <HOLD>

beim Drücken der Taste <STOP>

nicht aber durch ein Stoppkriterium.

Der Parameter "EP crit." bestimmt die Empfindlichkeit der Äquivalenzpunktsuche. Mit "EP crit." können "Geister"-Äquivalenzpunkte unterbunden werden.

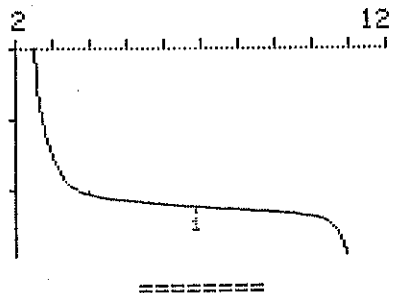
- Hinweise:**
- Für Titrations mit relativ kleinem Titrermittelverbrauch, z.B. Blindwertbestimmungen, sollte der Wert für "EP crit." auf 1 gesetzt werden.
 - Der Wert von "EP crit." kann auch nach der Titration mit Hilfe der Reproduktionen optimiert werden (siehe Fig. 3.4).

Optimieren von EP crit

EP crit = 4

```
date 86-02-25 time 15:57
GET pH ***** # 34
pH(init) 2.51
      V/ml      pH
EP1 1.122      6.89
stop volt.reached
=====
```

```
date 86-02-25 time 15:57
GET pH ***** # 34
.50ml/div ΔpH=1/div
start V .000 ml
```

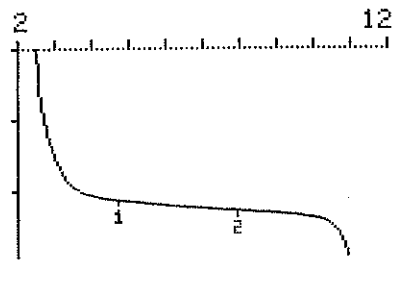


Originalreport

EP crit = 3

```
date 86-02-25 time 15:58
GET pH ***** # 34
pH(init) 2.51
      V/ml      pH
EP1 1.064      4.70
EP2 1.142      7.93
stop volt.reached
-----
```

```
date 86-02-25 time 15:58
GET pH ***** # 34
.50ml/div ΔpH=1/div
start V .000 ml
```

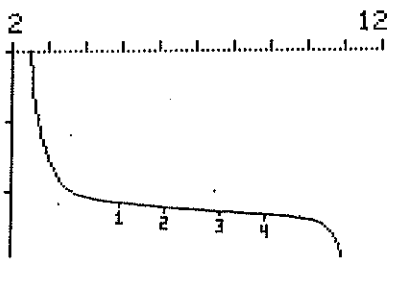


Reproduktion

EP crit = 1

```
date 86-02-25 time 15:58
GET pH ***** # 34
pH(init) 2.51
      V/ml      pH
EP1 1.072      4.96
EP2 1.106      6.16
EP3 1.136      7.62
EP4 1.158      8.87
stop volt.reached
-----
```

```
date 86-02-25 time 15:59
GET pH ***** # 34
.50ml/div ΔpH=1/div
start V .000 ml
```



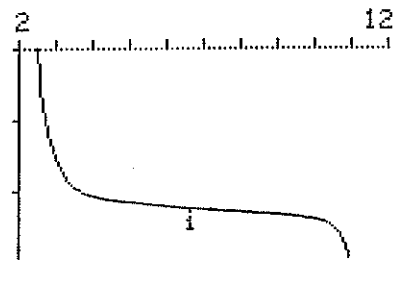
Reproduktion

EP crit = 5

(entspricht EP crit = 1 mit zusätzlicher Dämpfung)

```
date 86-02-25 time 15:59
GET pH ***** # 34
pH(init) 2.51
      V/ml      pH
EP1 1.112      6.62
stop volt.reached
-----
```

```
date 86-02-25 time 15:59
GET pH ***** # 34
.50ml/div ΔpH=1/div
start V .000 ml
```



Reproduktion

Fig. 3.4

Parameter für MET

vol.step .10 ml

Volumeninkrement (.01...9.99 ml)

Die Dosiergeschwindigkeit der Volumeninkremente kann analog mit dem Potentiometer dV/dt des Dosiamten 665 eingestellt werden.

drift 100 mV/min

Drift (1...999 mV/min, OFF)

Mit der Drift ist automatisch eine maximale Wartezeit gegeben. Falls die Drift nicht vor Ablauf dieser Wartezeit erreicht ist, wird die Messung nach dieser Wartezeit abgebrochen und das nächste Volumeninkrement dosiert.

resp.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

Falls die Drift auf "OFF" gesetzt wird, erfolgt die Abfrage der Wartezeit:

$\Delta t(\text{wait})$ 5 s

Feste Wartezeit zwischen den Volumeninkrementen (1...999 s)

Abfrage live-keyboard zugänglich.

stop V 99.99 ml

Stoppvolumen (.00...999.99 ml, OFF).

Abbruch der Titration nachdem ein bestimmtes Volumen dosiert wurde. Abfrage live-keyboard zugänglich.

Mit stop V : .00 ml besteht die Möglichkeit, den Anfangsmesswert pH (init) resp. U (init) zu messen und auszudrucken, ohne dass die Titration startet.

stop pH OFF

Stopp pH (0... \pm 20.00, OFF).

resp.

stop U OFF mV

Stoppspannung (0... \pm 2000 mV, OFF).

Abbruch der Titration nachdem ein bestimmter Messwert erreicht wurde.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

stop EP# OFF

Stopp nach der Anzahl gefundener Äquivalenzpunkte (1...9, OFF).

Abbruch der Titration nachdem eine bestimmte Anzahl Äquivalenzpunkte gefunden wurde.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

start V .00 ml

Startvolumen (.00...999.99 ml).

Wird zu Beginn der Titration mit der maximalen Bürettenausstoss-Geschwindigkeit zudosiert.

start pH OFF

Start pH (0... \pm 20.00, OFF).

resp.

start U OFF mV

Startspannung (0... \pm 2000 mV, OFF).

Bis der gesetzte Messwert erreicht ist, wird mit maximaler Titriergeschwindigkeit für das vorliegende Zylindervolumen dosiert, wie bei GET, siehe Seite 305.

start slope OFF

Start bei einer bestimmten Kurvensteilheit

< ->

start slope /ml

für Messgröße pH (.00...9.99 /ml, OFF).

resp.

start slopemV/ml

für Messgröße U/mV (0...999 mV/ml, OFF).

Bis die gesetzte Kurvensteilheit erreicht ist, wird mit maximaler Titriergeschwindigkeit dosiert, wie bei GET, siehe Seite 305.

Die Einheit /ml resp. mV/ml kann mit dem Cursor < -> gesichtet werden.

EPA pH OFF
resp.
EPA U OFF mV

Fix-Endpunkt A (0... ± 20.00, OFF)
(0... ± 2000 mV, OFF)

EPB pH OFF
resp.
EPB U OFF mV

Fix-Endpunkt B (0... ± 20.00, OFF)
(0... ± 2000 mV, OFF)

Für Fix-Endpunkte A und B werden aus der Titrationskurve die Volumenkoordinaten interpoliert und abgelegt als:

Fix-Endpunkt A als C51

Fix-Endpunkt B als C52

temp. 25.0 °C

Titrationstemperatur (-20.0... + 200.0 °C).

Diese Abfrage erscheint nur, wenn kein Pt100 angeschlossen ist. Mit Pt100 wird die Temperatur automatisch gemessen.

Hinweis:

Die Temperatur ist gerätespezifisch, d.h. der Wert gilt für alle Titrationsmethoden und für MEAS bis ein neuer Wert eingegeben oder gemessen wird.

EP crit.pH .50

(.10...20.00)

Äquivalenzpunktkriterium

resp.
EP crit.U 30 mV

(1...999 mV)

Mit diesem Parameter kann die Empfindlichkeit der Äquivalenzpunkt-Anerkennung eingestellt werden, indem die Grösse des Sprungs eingegeben wird, siehe Seite 314.

MET (Monotonic Equivalence-point Titration)

Die Startkriterien werden wie bei GET zuerst abgearbeitet, siehe Seite 307.

Danach folgt die Titration mit der Datenerfassung. Die Volumeninkremente werden mit einer analog am Potentiometer dV/dt des Dosimaten 665 einstellbaren Geschwindigkeit dosiert.

Die Messwerte werden entweder drift-kontrolliert ("Gleichgewichtstitration") oder nach einer vorgegebenen festen Wartezeit, $\Delta t(\text{wait})$, übernommen. Falls eine Drift gesetzt ist, wird automatisch eine maximale Wartezeit berechnet, nach welcher die Messung abgebrochen und das nächste Volumeninkrement dosiert werden soll. So können "nicht-endende" Titrations vermieden werden. Die maximale Wartezeit wird berechnet nach der Formel:

$$\text{Wartezeit /s} = \frac{150}{\sqrt{\text{drift} + 0.01}} + 5$$

Der Parameter "drift" sollte für gute Titrationsergebnisse sorgfältig optimiert werden.

Die Stoppkriterien sind gleich wie bei GET, nämlich stop V, stop U/pH, stop #EP, siehe Seite 309.

Der Äquivalenzpunkt wird mit einer Methode lokalisiert, welche auf dem Fortuin.-Verfahren beruht und von METROHM für die numerische Auswertung angepasst wurde (METROHM Bulletin 2, No. 10, 1971). Dabei wird die grösste Messwertänderung (delta-Wert) gesucht (Δ_n). Der Äquivalenzpunkt befindet sich hier irgendwo in der Nähe. Der exakte Ort wird mit einem Interpolationsfaktor p bestimmt, welcher abhängig ist von den delta-Werten vor und nach Δ_n :

$$V_{EP} = V_0 + p \cdot \Delta V$$

mit

V_{EP} : Volumen am Äquivalenzpunkt

V_0 : Total dosiertes Volumen vor Δ_n

ΔV : Volumeninkrement

p : Interpolationsfaktor nach Fortuin

Voraussetzung für eine gute Genauigkeit der Auswertung ist die richtige Grösse der Volumeninkremente ΔV . Ein guter Wert für ΔV ist gegeben durch

$$\Delta V = 1/20 V_{EP}$$

ΔV sollte auf jeden Fall immer zwischen ΔV_{\max} und ΔV_{\min} liegen:

$$\Delta V_{\max} = 1/10 V_{EP} \leq \Delta V \leq \Delta V_{\min} = 1/100 V_{EP}$$

Beim steilen Sprüngen soll ΔV näher bei ΔV_{\min} liegen; bei flachen näher bei ΔV_{\max} .

Die Genauigkeit der Auswertung kann nicht einfach dadurch erhöht werden, dass möglichst kleine ΔV dosiert werden, weil dann nur kleine Messwertänderungen auftreten, welche zudem durch Rauschen überlagert sein können. Bei flachen Sprüngen sind diese kleinen Messwertänderungen alle in der gleichen Grössenordnung und ein Rauschmaximum kann ein zufälliges Δ_n erzeugen, was einen "Geister-Äquivalenzpunkt" ergibt.

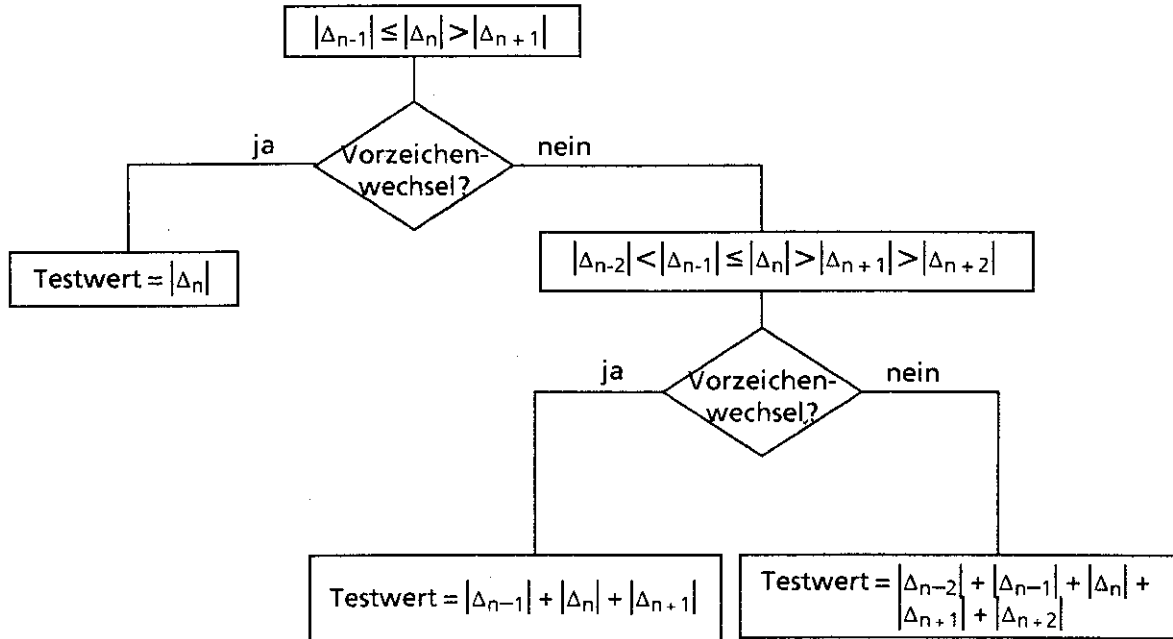
Mit dem Parameter "EP crit." kann die Empfindlichkeit der Äquivalenzpunkt-Anerkennung eingestellt werden. Sein Wert ist ein Mass für die Grösse des Sprunges. Für die meisten Fälle genügen die Standardwerte von "EP crit. pH = 0.50" resp. "EP crit. U = 30 mV" zum Unterdrücken von Rauschmaxima und zur Anerkennung der wirklichen Sprünge.

Der aktuelle Testwert jedes Äquivalenzpunktes wird mit dem gesetzten Wert von "EP crit." verglichen. Nur wenn dieser Testwert grösser ist als der gesetzte Wert für "EP crit." wird der Äquivalenzpunkt anerkannt. Der Testwert kann mit Hilfe der Messpunktliste wie folgt berechnet werden:

- Berechnen Sie die Messwertänderungen (Δ -Werte) im Bereich des erwarteten Äquivalenzpunktes.
- Bestimmen Sie den grössten Δ -Wert $\rightarrow \Delta_n$
- Bilden Sie mit den Δ -Werten vor und denjenigen nach Δ_n die Folge

$$\Delta_{n-2} \quad \Delta_{n-1} \quad \Delta_n \quad \Delta_{n+1} \quad \Delta_{n+2}$$

- Entscheiden Sie anhand des folgenden Schemas wieviele Δ -Werte Ihrer Folge für die Berechnung des Testwertes gebraucht werden:



Bemerkung: Die interne Berechnung des Testwertes erfolgt mit einer Auflösung von 0.1 mV resp. 0.001 in pH. Der Testwert des Titroprocessors und Ihr berechneter Testwert können daher unterschiedlich sein. Manchmal entscheiden Sie auch, dass nur drei Werte zu addieren sind während effektiv fünf addiert werden.

- Geben Sie einen etwas höheren Wert für "EP crit." ein als Ihr berechneter Testwert, wenn Sie einen Äquivalenzpunkt unterdrückt wollen. Umgekehrt wenn Sie einen nicht anerkannten Äquivalenzpunkt aufnehmen wollen: Geben Sie einen Wert ein, der etwas kleiner ist als Ihr berechneter Testwert.

Beispiel:
Messpunktliste

MET U	4-10	#	4
V/ml	U/mV		
.000	256		
.100	254		
.200	253		
.300	250		
.400	247		
.500	244		
.600	240		
.700	236		
.800	230		
.900	221	11	
1.000	210	16	
1.100	194	17	
1.200	177	15	
1.300	162	11	
1.400	151		
1.500	141		
1.600	132		
1.700	122		
1.800	114		
1.900	103		
2.000	90	13	
2.100	69	21	
2.200	-71	140	
2.300	-200	129	
2.400	-221	21	
2.500	-232		
2.600	-240		
2.700	-245		

=====

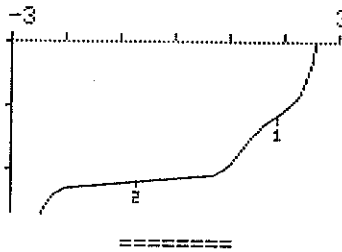
EP crit. = 30 mV

```

date 87-02-16 time 09:38
MET U 4-10 # 4
U(init) 255 mV
V/ml U/mV
EP1 1.130 189
EP2 2.200 -70
stop V reached
=====
    
```

```

date 87-02-16 time 09:38
MET U 4-10 # 4
1.0ml/div ΔU=100mV/div
start V .000 ml
    
```



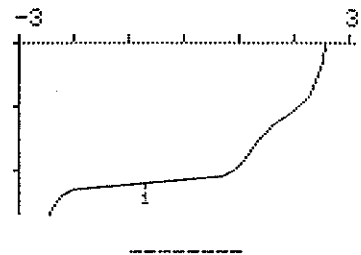
EP crit. = 71 mV

```

date 87-02-16 time 09:52
MET U 4-10 # 4
U(init) 255 mV
V/ml U/mV
EP1 2.200 -70
stop V reached
=====
    
```

```

date 87-02-16 time 09:52
MET U 4-10 # 4
1.0ml/div ΔU=100mV/div
start V .000 ml
    
```



Zwei Äquivalenzpunkte werden anerkannt mit EP crit.U = 30 mV, links. Testwerte: 70 mV für EP1 und 324 mV für EP2.

Mit EP crit.U = 71 mV, wird EP 1 von der Abbildung links unterdrückt und der ehemalige EP2 wird zu EP1.

Parameter für SET

EP1 pH OFF

Setzen des ersten Endpunktes (-20.00... + 20.00).

resp.

EP1 U OFF mV

(-2000... + 2000 mV).

Abfrage live-keyboard zugänglich (solange bis EP1 erreicht ist).

dyn. ΔpH1 OFF

Parameter der Regelcharakteristik, der den Bereich der pulsweisen Reagensdosierung bestimmt (siehe Fig. 3.5)

resp.

(.00...20.00, OFF).

dyn. ΔU1 OFF mV

(0...2000 mV, OFF).

Kleiner Wert → bei flachem Verlauf der Titrationskurve,
grosser Wert → bei steilem Verlauf der Titrationskurve
(siehe Fig. 3.6).

Abfrage live-keyboard zugänglich (solange bis EP1 erreicht ist).

drift1 10.0 mV/s

Parameter der Regelcharakteristik (0.3...99.9 mV/s).

Im Regelbereich wird ein neuer Dosierimpuls erst dann ausgegeben, wenn die gesetzte Drift unterschritten wird.

Grosser Wert → schnelle Titration

kleiner Wert → stärkere Gleichgewichtseinstellung.

Abfrage live-keyboard zugänglich (solange bis EP1 erreicht ist).

t(delay) 1 10 s

Abschaltverzögerungszeit (0...99 s, INF).

Abbruchbedingung.

Kann mit <clear> auf unendlich ("INF") gestellt werden für pH-Stat-Anwendungen.

Abfrage live-keyboard zugänglich (solange bis EP1 erreicht ist).

EP2 pH OFF

Setzen des zweiten Endpunktes (-20.00... + 20.00, OFF).

resp.

EP2 U OFF mV

(-2000... + 2000 mV, OFF).

Bei Titrationsen auf nur einen Endpunkt wird EP2 mit <clear>

ausgeschaltet ("OFF").

Wird für EP2 ein Wert eingegeben, so können die Titrationsparameter "dyn.ΔpH2" resp. "dyn.ΔU2", "drift2" und "t(delay) 2" für EP2 individuell gesetzt werden und sind live-keyboard zugänglich bis zum Ende der Titration.

EP2 wird immer nach EP1 abgearbeitet.

temp. 25.0 °C

Titrationstemperatur (-20.0... + 200.0 °C).

Diese Abfrage erscheint nur, wenn kein Pt100 angeschlossen ist. Mit Pt100 wird die Temperatur automatisch gemessen.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

Hinweis:

Die Temperatur ist gerätespezifisch, d.h. der Wert gilt für alle Titrationsmethoden und für MEAS bis ein neuer Wert eingegeben oder gemessen wird.

stop V 99.99 ml

Stoppvolumen (.00...999.99 ml, OFF).

Sicherheitsstopp, wenn keine Endpunkte erreicht wurden.

Abfrage live-keyboard zugänglich.

Mit stop V: .00 ml besteht die Möglichkeit, den Anfangsmesswert pH (init) resp. U (init) zu messen und auszudrucken, ohne dass die Titration startet.

SET (Set Endpoint Titration)

Die Reagensdosierung erfolgt in 3 Phasen (siehe Fig. 3.5):

- 1) **Anfangsdosierung:**
Während dieser Phase wird die Bürettenausstoss-Geschwindigkeit stetig gesteigert. Dies ermöglicht die Durchführung von Titrationsen mit nur kleinem Verbrauch an Titriermittel.
- 2) **Kontinuierliche Dosierung:**
Es wird solange kontinuierlich mit fixierter Bürettenausstoss-Geschwindigkeit dosiert, bis der Messwert U_1 resp. pH_1 erreicht ist. Dieser Wert wird als Abstand $\Delta U = U(EP) - U_1$ resp. $\Delta pH = pH(EP) - pH_1$ unter dem Parameter "dyn. ΔU " resp. "dyn. ΔpH " eingegeben.
- 3) **Regelung:**
Der Bereich von U_1 resp. pH_1 bis $U(EP)$ resp. $pH(EP)$ ist der Regelbereich. Nach jedem Dosierschritt wird abgewartet bis die vorgegebene Drift (Parameter "drift") unterschritten ist. Erst dann erfolgt der nächste Dosierimpuls. Die Ausstosseschwindigkeit der Bürette wird durch den Parameter "dV/dt" bestimmt, welcher am Dosimat 665 eingestellt wird.

Damit die Titration möglichst rasch und genau abläuft, müssen die folgenden Parameter für die Reagensdosierung optimiert werden:

dyn. ΔU resp. dyn. ΔpH	}	Titroprocessor 686
drift		
dV/dt	}	Dosimat 665

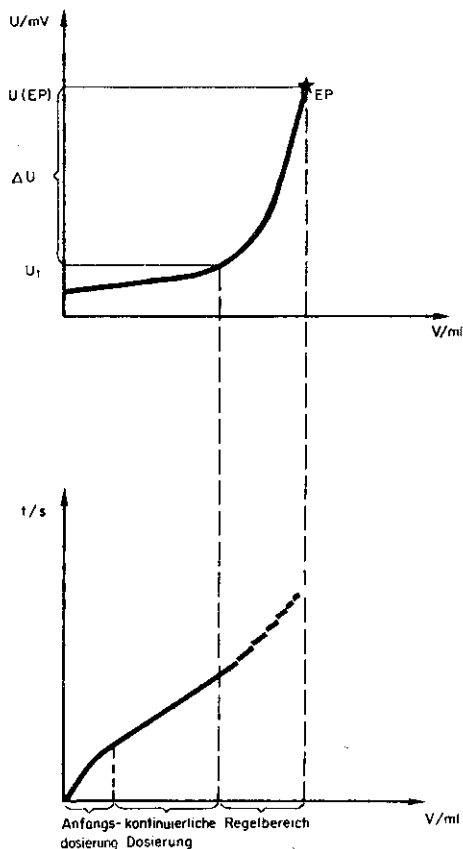


Fig. 3.5

Faustregeln für die Einstellung der Titrationsparameter:

- Zuerst Parameter "dyn. ΔU " resp. "dyn. ΔpH " optimieren, anschliessend "drift" wählen.
- Es empfiehlt sich, für "dyn." eher etwas grosse Werte zu setzen (\rightarrow "langsamere" Titration), dafür aber auch für "drift" etwas grosse Werte zuzulassen.
- Für dV/dt des Dosimaten (Ausstossgeschwindigkeit) soll eine mittlere Einstellung gewählt werden, z.B. 5.

Fig. 3.6 zeigt, wie man für den Parameter "dyn." erste Anhaltspunkte erhält, und Fig. 3.7 zeigt einige Beispiele von optimierten Titrationsbedingungen.

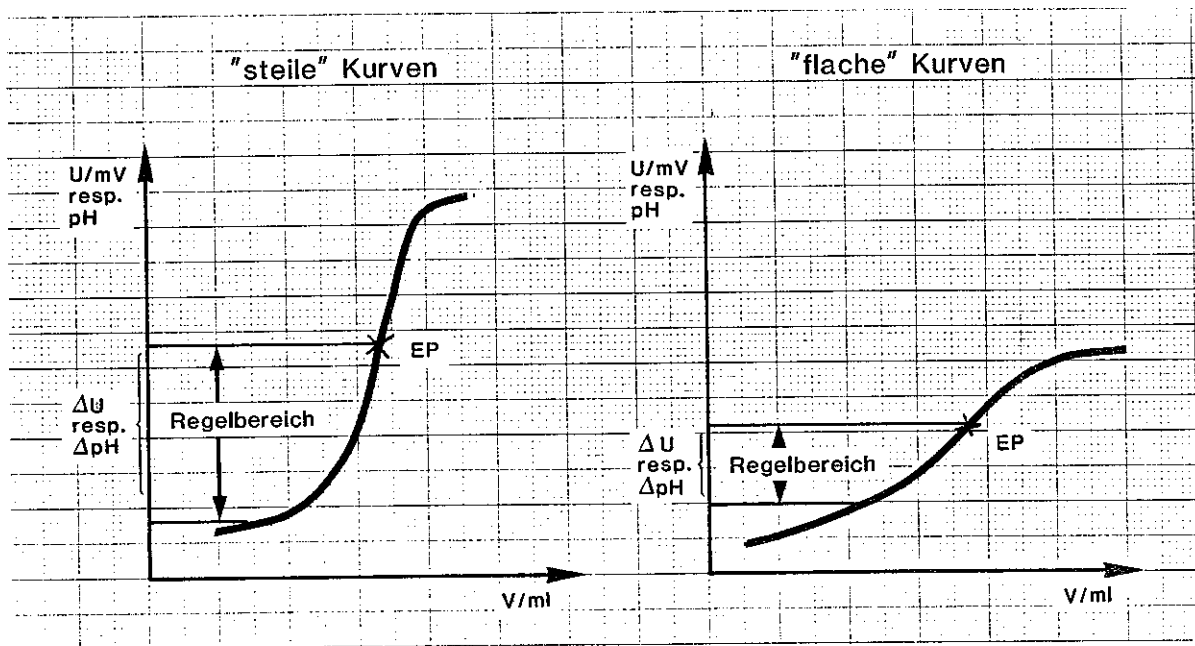


Fig. 3.6

Bei Serienanalysen muss auf die kleinste mögliche Probenvorlage optimiert werden.

Ist der Endpunkt erreicht und bleibt er während der Abschaltverzögerungszeit (" $t(\text{delay})$ ") stabil, so ist die Titration beendet.

Beispiele optimierter Titrationsbedingungen

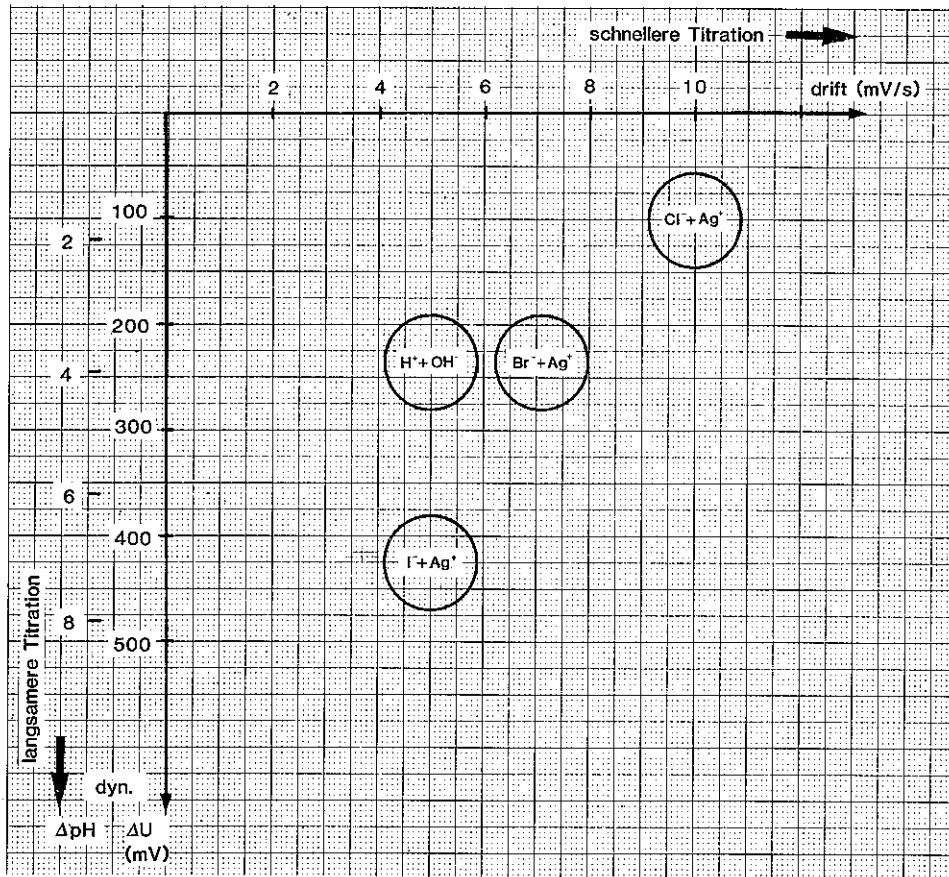


Fig. 3.7

3.1.3 Formeleingabe und Taste <fmla const>

Formeleingabe

Für die Formeleingabe werden die 2nd- und 1st-Funktionen des Zifferntastenblockes benützt.

Die Eingabe beginnt mit <2nd><fmla>. Danach braucht man sich um die "2nd"-Taste nicht mehr zu kümmern: Das Gerät schaltet automatisch um zwischen 2nd- und 1st-Funktionen. Rechenkonstanten (C), Endpunkte (EP) und Resultate (RS) können mit Rechenoperationen verknüpft werden. Die Formel wird in algebraischer Notation eingegeben und mit <enter> abgespeichert. Soll noch die Anzahl der Nachkommastellen für das Resultat definiert werden, so muss ein Trennzeichen <;> gesetzt werden, dann erfolgt die Zifferneingabe. Nach einem zweiten Trennzeichen <;>, kann eine Einheit mit der Taste <unit> für den Ausdruck des Resultats gewählt werden.

Bei der Formeleingabe sind folgende Punkte zu beachten:

- Die Rechengrößen werden folgendermassen indiziert:

FX	X = 1...9	Formeln
EPX	X = 1...9	Endpunkte, sie werden der Reihe nach durchnummeriert
RSX	X = 1...9	Resultate aus Formeln mit gleichem Index X. In einer Formel können nur Resultate mit einem niedrigeren Index X verwendet werden.
CXX		Rechenkonstanten mit zweistelligem Index XX.
	XX = 00	Probeneinmass (smpl size)
	XX = 1...19	Rechenkonstanten (fmla const)
	XX = 20	Probenspezifische Rechenkonstante
	XX = 30...34	Common variable (siehe Seite 326)
	XX = 40	Verrechenbarer Anfangsmesswert pH (init) resp. U(init)
	XX = 41	Titration-Endvolumen als verrechenbare Grösse
	XX = 42	Volumen des zudosierten Hilfsreagenses (<u>add V</u>) als verrechenbare Grösse
	XX = 51	Volumenwert des Fix-Endpunktes A
	XX = 52	Volumenwert des Fix-Endpunktes B

- Die Rechenoperationen werden in der algebraischen Hierarchie ausgeführt: * und / werden vor + und - ausgeführt.
- Klammerausdrücke werden zuerst berechnet. Mehrere Klammern ineinander (verschachtelte Klammern) sind nicht möglich.
- Nach dem ersten Trennzeichen (;) wird die Anzahl Nachkommastellen für das Resultat definiert (ohne Eingabe wird 4 gesetzt).
- Nach dem zweiten Trennzeichen (;) kann eine Einheit (unit) gewählt werden. Die Taste <unit> enthält folgende Einheiten:

%	}	Anteile, Gehalte	}	Stoffportionen
ppm				
g/l		Massenkonzentration β		
mol/l		Stoffmengenkonzentration c		
mol/kg		Molalität b		
g	}	Masse m		
mg				
ml		Volumen V		
mmol		Stoffmenge n		
-		(leer)		

- Pro Formel sind maximal 48 Zeichen zulässig; die sieben letzten Zeichen sind fest für die Einheit reserviert. Ab der 35. Stelle ertönt ein Warnbeep.
 - Eine Formel wird mit <enter> abgespeichert.
 - Austritt aus der Formeleingabe mit <QUIT>.
 - Löschen der Formeln:
 - <clear> löscht Formel, in der Anzeige steht $\boxed{\text{FX=}}$.
 - <delete> löscht Formel im Arbeitsspeicher und führt in den Gerätegrundzustand.
- Achtung:** Es werden nur Resultate von Formeln mit lückenlosen Indices berechnet. Löschen Sie deshalb immer nur die letzte Formel mit <delete>.
- Formeln können mit der Taste <print> ausgedruckt werden.

Beispiel: Eingabe der Formeln

$$F1 = (EP2 - EP1) * C01$$

$$F2 = RS1 * C02 / C00; 2; ppm \text{ (2 Nachkommastellen, Einheit ppm)}$$

$$F3 = C51 * C01 * C03; 4; mg \text{ (Berechnung mit Fixendpunkt A } \rightarrow C51)$$

Eingabe von F1:

Drücken Sie <2nd><fmla>.

In der Anzeige steht $\boxed{F?}$.

Geben Sie den Index 1 ein: <1>

In der Anzeige steht $\boxed{F1=}$.

Geben Sie nun die Formel ein:

<(> <EP><2> <-> <EP><1> <)> <*> <C><0><1>.

In der Anzeige steht $\boxed{F1=(EP2-EP1)*C01}$.

Speichern Sie die Formel mit <enter> ab.

Eingabe von F2:

Drücken Sie <2nd><fmla>

In der Anzeige steht $\boxed{F?}$.

Geben Sie den Index ein: <2>

In der Anzeige steht $\boxed{F2=}$.

Geben Sie nun die Formel ein:

<res><1> <*> <C><0><2> </> <C><0><0>.

In der Anzeige steht $\boxed{F2=RS1*C02/C00}$.

Setzen Sie nun das erste Trennzeichen und geben Sie die Anzahl Nachkommastellen ein: <;> <2>.

Nun setzen Sie das zweite Trennzeichen und wählen die Einheit: <;> <unit>.

Drücken Sie die Taste <unit> so viele Male (oder solange) bis ppm in der Anzeige steht.

In der Anzeige steht nun CO2/C00;2;ppm

Weil die Formel länger als 16 Zeichen ist, läuft sie links zum Anzeigefenster hinaus.

Kontrollieren Sie die Eingabe: Drücken Sie <print>.

Auf dem Druckstreifen steht:

F2=RS1*CO2/C00;2;PPM

Die Eingabe ist korrekt und kann mit <enter> abgespeichert werden.

Eingabe von F3:

Drücken Sie <2nd><fmla>.

Geben Sie den Index ein: <3>.

Geben Sie die Formel ein: <C><5><1> <*> <C><0><1> <*>
<C><0><3>.

Setzen Sie das erste Trennzeichen und die Zahl der Nachkommastellen: <;><4>.

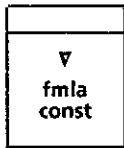
Setzen Sie das zweite Trennzeichen und wählen Sie die Einheit: <;><unit>.

Kontrollieren Sie Ihre Eingabe, drücken Sie <print>.

Wenn alles in Ordnung ist, speichern Sie die Formel ab: <enter>

Falls Sie einen Fehler entdecken, löschen Sie die Formel: <clear> und geben Sie sie nochmals neu ein.

Taste <fmla const>



fmla const: methodenspezifische Rechenkonstanten C.

Die Taste ist als rollende Abfrage organisiert.

C01= 0

C02= 0

⋮

CXX= 0

Abfrage aller Werte CXX (XX = 01,02,...19, 30...34), welche in den Formeln im Arbeitsspeicher vorkommen.

Das Probeneinmass C00 wird als probenspezifische Grösse unter der Taste <smpl size> oder unter <smpl data> abgefragt.

Abfragen von Formeln

Alle Formeln FX im Arbeitsspeicher können mit der Tastenfolge

<2nd><fmla><X>

gesichtet werden.

Hat eine Formel mehr als 16 Zeichen, so kann das Anzeigefenster mit Hilfe des Cursors verschoben werden.

Beispiel: Sichten der vorher eingegebenen Formel F2

Rufen Sie die Formel auf: <2nd><fmla><2>.

In der Anzeige steht $\overline{F2=RS1*C02/C00;2}$.

Mit Hilfe des Cursors kann die ganze Formel gesichtet werden: Drücken Sie <→> bis das Ende der Formel in der Anzeige steht.

Verlassen Sie die Formeleingabe mit <QUIT>.

3.1.4 Taste <def records> und Taste <mean>

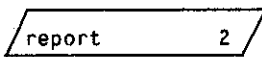
Taste <def records>

(Wenn eine Datentransfer-Schnittstelle 3.540.2210 oder 3.540.2200 vorhanden ist, siehe Seite 408).



def records: Angabe der gewünschten Datenblöcke für den automatischen Ausdruck am Ende der Titration und Definition der Grössen für die Mittelwertberechnung.

Die Taste ist als rollende Abfrage organisiert.

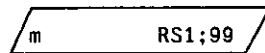


Angabe der Codenummer der gewünschten Datenblöcke für die automatische Datenausgabe auf dem eingebauten Drucker am Ende der Titration. Max. 8 Codenummern sind zulässig.

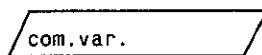
Liste der Codenummern der Datenblöcke:

- 1 Parameterreport
- 2 Resultatreport mit EP-Liste
- 3 Messpunktliste (nur bei GET und MET; für erstere Datenpunkte der Titrationskurve)
- 4 Rechenformeln mit Rechenkonstanten
- 5 Titrationskurve mit automatisch optimierter Skala (nur bei GET und MET)
- 7 Resultatreport ohne EP-Liste (kurzer Resultatreport)
- OFF keine Datenausgabe auf dem eingebauten Drucker

Siehe auch Abschnitt 3.2 "Datenausgabe", Seite 341

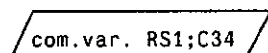


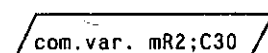
Angaben für die Berechnung von Mittelwert und Standardabweichung.
Bestimmen von Resultaten (RSX) und Endpunkten (EPX) (maximal 3 Werte), von denen Mittelwert und Standardabweichung berechnet werden sollen. Nach dem Trennzeichen kann die Anzahl n der Einzelwerte festgelegt werden, aus denen der Mittelwert bestimmt werden soll. Abfrage erscheint nicht, wenn "mean" aktiviert ist (LED leuchtet).



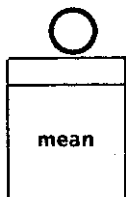
Angabe für das Abspeichern einer Common Variablen.
Ein Resultat (RSX) oder ein Mittelwert (mRX) - berechnet mit der vorliegenden Methode - wird als Rechengrösse C3Y (Y = 0...4) abgespeichert. Die Rechengrössen C3Y werden in einem Common-Bereich abgelegt, wo sie in Folgetitrationen aufgerufen und verrechnet werden können.

Eingabebeispiele:

 : Resultat RS1 wird als Rechengrösse C34 abgelegt.

 : Mittelwert aus Resultat RS2 wird als Rechengrösse C30 abgelegt.
(Tastenfolge für die Eingabe:
<2nd> <mean> <2>
<2nd> <;>
<2nd> <C-val> <3> <0>.)

Mittelwertberechnung, Taste <mean>



Die Mittelwertberechnung wird mit der Taste <mean> eingeschaltet. Die zugehörige Lampe leuchtet.

Die unter der Taste <def records> definierten Werte werden in die entsprechenden Summenspeicher für die Mittelwertberechnung abgelegt.

Die Taste <mean> ist nur im Gerätegrundzustand zugänglich.

Beispiel: Sie wollen eine Serie Doppelbestimmungen durchführen und interessieren sich für Mittelwerte und Standardabweichungen der Resultate RS1, RS2 und RS3.

Drücken Sie <def records>

In der Anzeige steht ,
d.h. am Ende der Titration wird ein Resultatreport mit EP-Liste ausgegeben.

Drücken Sie erneut <def records>.

In der Anzeige steht .

Sie wünschen jedoch Doppelbestimmungen ($n = 02$) und Mittelwerte von RS1, RS2 und RS3.

Drücken Sie deshalb <clear>.

In der Anzeige steht .

Geben Sie nun die gewünschten Größen ein: <2nd><RS><1> <2nd><;>
<2nd><RS><2> <2nd><;> <2nd><RS><3>.

Nach einem weiteren Trennzeichen setzen Sie nun die Anzahl $n = 02$: <2nd><;>
<0><2>.

In der Anzeige steht .

Speichern Sie die Eingabe ab: <enter>

Das Gerät ist nun titrierbereit.

Führen Sie zur Sicherheit eine Probetitration durch. Wenn alles in Ordnung ist, beginnen Sie mit der Mittelwertberechnung:

Drücken Sie <mean>.

Die zugehörige Lampe leuchtet und nach jeder zweiten Titration wird zusätzlich zum Resultatreport noch ein Report mit Mittelwerten und Standardabweichungen der Größen RS1 RS2 und RS3 ausgedruckt, bis Sie die Taste <mean> erneut drücken und damit die Mittelwertberechnung ausschalten.

Anmerkung: Die Mittelwertberechnung wird unterbrochen (aufgelaufene Werte verrechnet und ausgedruckt, Summenspeicher gelöscht), wenn:

- . die Anzahl der Einzelwerte n erreicht ist
- . die Methode gewechselt wird

Die Mittelwertberechnung wird abgebrochen (aufgelaufene Werte verrechnet und ausgedruckt, Summenspeicher gelöscht, mean deaktiviert) wenn

- . mean ausgeschaltet wird (LED aus)
- . der Silospeicher zu- oder weggeschaltet wird
- . die Fehlermeldung "#EP not corresponding" oder "formula missing" ausgedruckt wird

In die Summenspeicher für die Mittelwertberechnung werden nur Original-Titrationsdaten abgelegt. (Keine reproduzierten Werte!)

Wegen der beschränkten Auflösung der internen 7-stelligen Berechnung können die Standardabweichungen bei grossen Werten, welche sehr gut reproduziert sind, ungenau sein.

Common Variable

Eine Common Variable kann z.B. für folgende Anwendungen nützlich sein:

- Bestimmung eines Titers mit Methode A. Automatische Verrechnung des gefundenen Wertes in den Folgetitrationen mit Methoden B, C...
- Bestimmung eines Blindwertes mit Methode A. Automatische Verrechnung des gefundenen Wertes in den Folgetitrationen mit Methode B.
- Berechnung eines Resultates in Methode A. Automatische Verrechnung des gefundenen Wertes mit Resultaten der Methode B.

Es können maximal 5 unabhängige Common Variablen als C30...C34 abgespeichert werden. Der automatische Transfer eines Resultates oder eines Mittelwertes erfolgt bei jeder neuen Berechnung des entsprechenden Wertes. Wird bei einer Reproduktion ein Resultat neu berechnet, dann wird dieser neue Wert als C3Y abgespeichert.

C30...C34 werden in den Folgetitrationen genau wie alle andern Rechengrössen CXX (XX = 01...19) verwendet:

- Sind C3Y in einer Formel programmiert, werden sie unter der Taste <fmla const> angezeigt und können dort, auch eingegeben werden.
- C3Y können mit der Tastenfolge <2nd><C-val><3><Y> abgefragt und eingegeben werden.

Beispiel: Sie wollen vor einer Probenserie einen Blindwert aus 2 Titrationsen bestimmen und diesen Wert automatisch bei Ihren Proben verrechnen.

Sie brauchen dazu 2 Methoden:

Methode 1 für die Blindwertberechnung aus einer Doppelbestimmung
und
Methode 2 für die Titration der Proben.

Methode 1, Blindwertberechnung:

Ergänzen Sie Ihre Methode mit einer Formel für die Blindwertberechnung, z.B. $F1 = EP1;3;ml$.

Drücken Sie zweimal <def records>.

In der Anzeige steht .

Ändern Sie den Wert "99" auf "02" mit Hilfe des Cursors und drücken Sie <enter>
→ Mittelwertbildung.

In der Anzeige steht .

Geben Sie nun die gewünschte Anweisung ein:

<2nd><mean><1> <2nd><;> <2nd><C-val><3><0> <enter>.
→ Zuweisung des Blindwert-Mittelwertes von RS1 als Common Variable C30.

Speichern Sie nun die Methode im Anwenderspeicher ab (siehe Seite 329).

Drücken Sie zweimal <user methods> und geben Sie die Kennzeichnung (1) ein.

Methode 2, Folgetitration unter Berücksichtigung eines Blindwertes.

Verrechnen Sie den zuvor ermittelten Blindwert, z.B. durch Formel $F1 = EP1-C30;3;ml$.

Speichern Sie auch diese ergänzte Methode im Anwenderspeicher ab (siehe Seite 329).

Drücken Sie zweimal <user methods> und geben Sie die Kennzeichnung (2) ein.

Füllen Sie nun den Silospeicher (siehe Seite 333).

Drücken Sie <silos> (die Lampe leuchtet) und <smpl data> und geben Sie folgende Daten ein:

silos line	method	id.#1	id.#2	c20	c00
1	1				20 ml
2	1				20 ml
3	2				1.24 g
4	2				1.19 g
.	.				.
.	.				.
usw.					

Aktivieren Sie die Mittelwertberechnung:

Drücken Sie <mean> (die Lampe leuchtet).

Starten Sie Ihre Titrationsen, <GO>.

3.1.5 Taste <user methods>

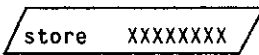


user methods: dient zur Verwaltung des Anwenderspeichers.

Die Taste ist als rollende Abfrage organisiert. Jede mit <enter> abgeschlossene Eingabe führt direkt in den Gerätegrundzustand.



Rückruf einer Anwendermethode in den Arbeitsspeicher. Eingabe der Methoden Kennzeichnung und <enter>. Ist die aufgerufene Methode nicht im Anwenderspeicher, blinkt die Kennzeichnung.



Eine im Arbeitsspeicher vorliegende Methode wird durch die Eingabe der Methoden Kennzeichnung und <enter> abgespeichert. Die Kennzeichnung besteht aus einer maximal 8-stelligen Zeichenkette. Alle im Zifferntastenblock vorkommenden Zeichen und Ziffern sind zugelassen. Nicht zugelassen sind folgende Kennzeichnungen:
***** reserviert für Grundmethoden und
(leer, keine Kennzeichnung).

Wird versucht, eine Methode unter einer bereits vorhandenen Kennzeichnung zu speichern, so blinkt die Zeichenkette nach dem ersten <enter> ; beim zweiten <enter> wird die bereits gespeicherte Methode überschrieben.



Löschen einer Methode mit der eingegebenen Kennzeichnung und <enter> .
Ist die Methode nicht im Anwenderspeicher, blinkt die Kennzeichnung.

Taste <smpl data>

Id.#1

Probenkennzeichnung Nr. 1.
Zeichenkette mit max. 8 Stellen. Alle im Zifferntastenblock
vorkommenden Ziffern und Zeichen sind zugelassen.

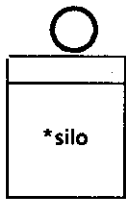
Id.#2

Probenkennzeichnung Nr. 2.
Zeichenkette mit max. 8 Stellen, wie Probenkennzeichnung Nr. 1.

C00= 0 g

Rechenwert für das Probeneinmass (sample size), siehe Taste
<smpl size>.

3.1.7 Taste <sil>, Silospeicher



(on-line Eingaben mit angeschlossener Waage siehe Seite 407)

Der Silospeicher ist ein Speicher, der nach dem FIFO-Prinzip (first in, first out) organisiert ist. Er wird mit der Taste <sil> zu- und weggeschaltet. Die Taste <sil> ist live-keyboard zugänglich. Sie ist nicht aktiv während Abfragen der Tasten <smpl data> und <smpl size>.

Die Taste <sil> leitet die probenspezifischen Daten gleich einer Weiche entweder in den Arbeitsspeicher (silo off) oder in den Silospeicher (silo on) und bestimmt zugleich, ob der Datensatz für die Titration aus dem Silospeicher geholt werden soll (silo on) oder nicht (silo off) (siehe Fig. 3.8).

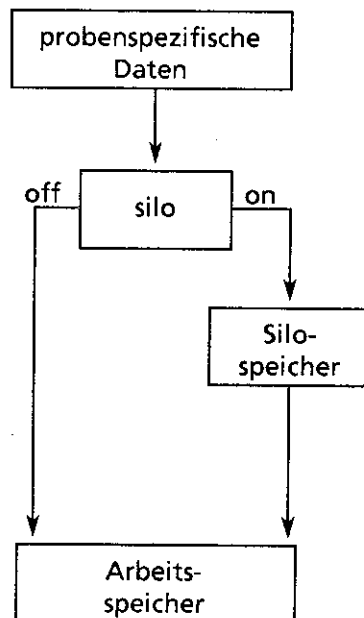


Fig. 3.8

Die Verknüpfung des Silospeichers mit der Tastatur einerseits und dem Arbeitsspeicher andererseits ist in Fig. 3.9 schematisch dargestellt (siehe auch Speicherorganisation, Seite 205).

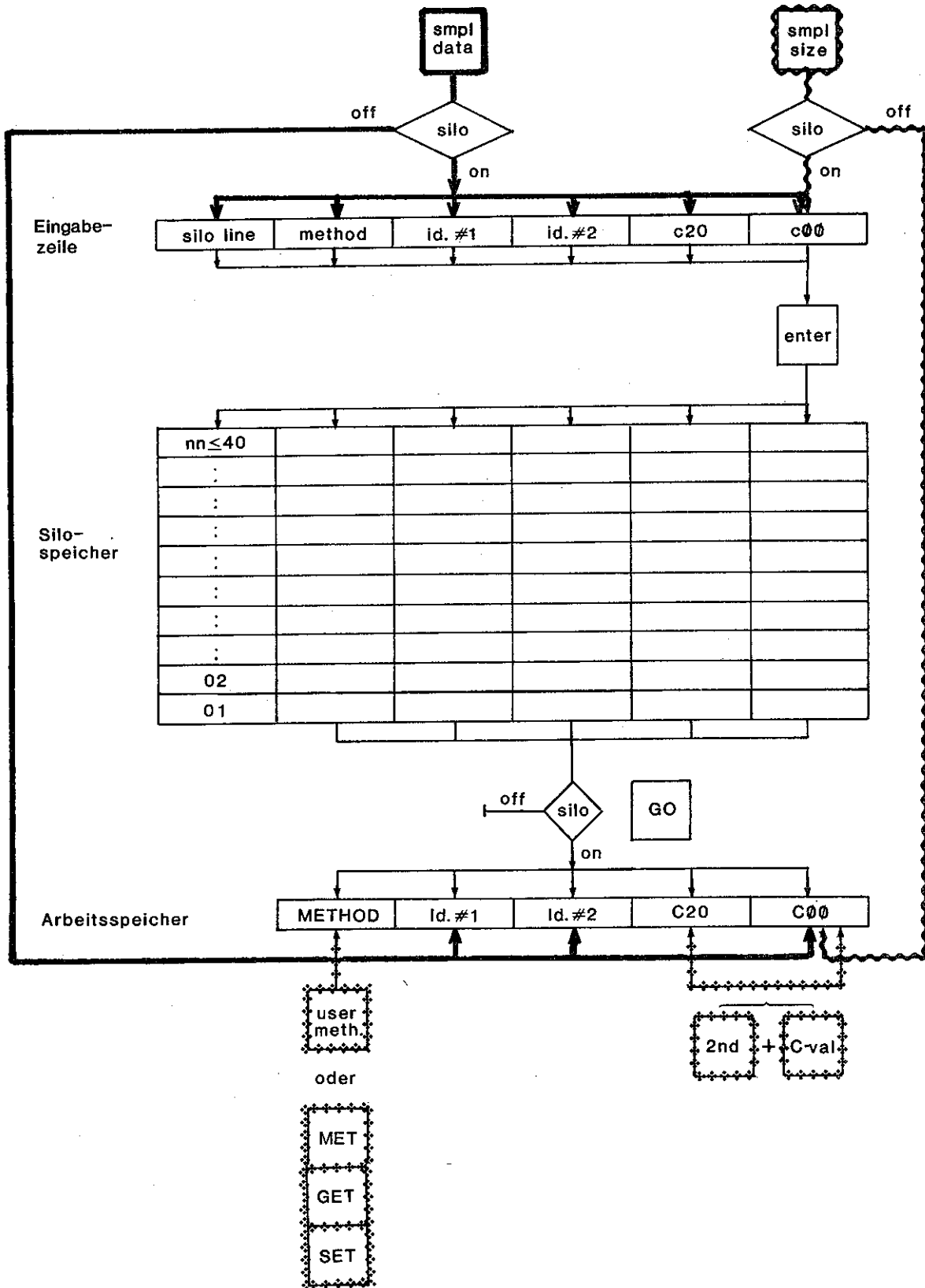


Fig.3.9

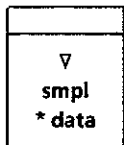
Ist der Silospeicher zugeschaltet (silo on, LED leuchtet), so werden die probenspezifischen Daten, welche mit Hilfe der Tasten <smpl data> und <smpl size> eingegeben werden in die Eingabezeile des Silospeichers geleitet. Das Probeneinmass c00 muss immer als Zeilenabschluss eingegeben werden. Mit dieser Eingabe wird die Eingabezeile in die entsprechende Zeile im Silospeicher kopiert. Bei der Eingabe der nächsten Zeile stehen noch die alten Daten in der Eingabezeile, so dass sie einfach übernommen werden können, wenn sie unverändert bleiben.

Achtung: Wird nur das Probeneinmass mit der Taste <smpl size> eingegeben, sollten die andern probenspezifischen Daten überprüft werden, ob sie noch richtig sind, insbesondere die Methodenkennzeichnung.

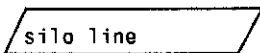
Beim Start der Titration wird die unterste Silozeile in den Arbeitsspeicher kopiert.

Bemerkungen:

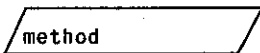
- Die wichtigsten Daten im Silospeicher können ausgedruckt werden, Tastenfolge <report><smpl data><enter> oder <report><smpl size><enter>.
- Bei Daten aus dem Silospeicher haben Probenkennzeichnungen (id.#1, id.#2) und Rechenwerte (c20, c00) kleine Anfangsbuchstaben, während diese Daten im Arbeitsspeicher mit grossen Anfangsbuchstaben bezeichnet werden: Id.#1, Id.#2, C20, C00.



Die Taste <smpl data> hat mit zugeschaltetem Silospeicher eine erweiterte Abfragesequenz:



Zeilennummer im Silospeicher (≤ 40).
Es wird automatisch die oberste zu füllende Silozeile angezeigt. Wird eine kleinere Zeilennummer eingegeben, so können die Daten dort gesichtet und gegebenenfalls geändert werden. Wird eine ganze Datenzeile mit <delete> gelöscht, so werden die Zeilen oberhalb automatisch dekrementiert (sie "rutschen" nach).



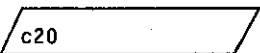
Zuordnung einer Methode aus dem Anwenderspeicher.
Die Eingabe einer Methode ist obligatorisch.



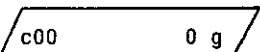
Probenkennzahl #1.
Frei wählbare, 8stellige Zeichenkette (ASCII).



Probenkennzahl #2.
Frei wählbare, 8stellige Zeichenkette (ASCII).



Probenspezifischer Rechenwert



Probeneinmass
Die Eingabe des Probeneinmasses ist obligatorisch, weil damit die Silozeile abgeschlossen und in den Speicherbereich übernommen wird.

Soll nur das Probeneinmass geändert werden (bei sonst gleichen Daten), kann dieses direkt mit der Taste <smpl size> eingegeben werden. Diese Eingabe wird in der obersten Silozeile abgespeichert (silo on).

Beispiel: Für eine Serie wird die Methode 12 aus dem Anwenderspeicher verwendet. Die Chargennummer der Serie ist 84-06. Diese Nummer soll unter der Probenkennzeichnung Id.#1 aufgeführt werden. Die Bestimmung läuft automatisch ab, wobei die probenspezifischen Daten aus dem Silospeicher geholt werden sollen.

Schalten Sie den Silospeicher zu:

Drücken Sie <silos> (die Lampe leuchtet).

Geben Sie nun die erste Silozeile ein, drücken Sie <smpl data>.

In der Anzeige steht .

Drücken Sie erneut <smpl data>.

In der Anzeige steht .

Geben Sie die Methodenkenzahl 12 ein: <1> <2> <enter>.

In der Anzeige steht .

Geben Sie Ihre Chargennummer ein:

<8><4><-><0><6><enter>.

In der Anzeige steht .

Sie wünschen keine Eingabe für die zweite Probenkennzeichnung. Ebenso haben Sie keine probenspezifische Rechenkonstante c20.

Drücken Sie deshalb zweimal <smpl data> .

In der Anzeige steht .

Geben Sie das Probeneinmass der ersten Probe ein, z.B. <1> <.> <2><3>.

In der Anzeige steht nun .

Übernehmen Sie die Datenzeile in den Silospeicher, drücken Sie <enter> .

Für alle weiteren Proben wollen Sie nur das Probeneinmass ändern.

Drücken Sie <smpl size>.

In der Anzeige steht `c00= 1.23 g`.

Geben Sie das neue Probeneinmass ein: <1> <. > <2><4> <enter>.

Drücken Sie erneut <smpl size>, geben Sie das neue Probeneinmass ein usw.

Ueberprüfen Sie am Schluss den Inhalt Ihres Silospeichers, indem Sie einen Ausdruck verlangen: <report> <smpl data> <enter>.

```
sample data
sl   id.#1   c00
1    84-06   1.23 g
2    84-06   1.24 g
3    84-06   1.15 g
4    84-06   1.40 g
5    84-06   1.11 g
6    84-06   1.16 g
7    84-06   1.44 g
8    84-06   1.26 g
9    84-06   1.35 g
10   84-06   1.28 g
```

Zugriff zu den Silodaten und Korrekturmöglichkeit:

Beispiel: Zeile 5 im vorangehenden Beispiel ist fehlerhaft, weil die dazugehörige Probe zerstört wurde und neu eingewogen werden musste.

Korrektur des Fehlers:

Drücken Sie `<smpl data>`.

In der Anzeige steht die oberste Silozeile, z.B. `siloz line 11/`.

Geben Sie `<5><enter>` ein.

In der Anzeige steht `method 12/`.

Drücken Sie nun `<smpl data>` so viele Male bis das Probeneinmass angezeigt wird:

`c00= 1.11 g/`.

Korrigieren Sie den Wert und übernehmen ihn mit `<enter>`.

Alternativ kann die 5. Silozeile gelöscht werden:

Drücken Sie nochmals `<smpl data>`.

In der Anzeige steht wieder die oberste Silozeile `siloz line 11/`.

Drücken Sie `<delete>`.

In der Anzeige steht `delete 11 ?/`.

Geben Sie Zeile 5 ein: `<5><enter>`.

In der Anzeige steht nun wieder die oberste Silozeile: `siloz line 10/`.

Lassen Sie nochmals einen Silospeicher-Report ausgeben:

`<report><smpl data><enter>`.

```
sample data
sl  id.#1      c00
1   84-06      1.23 g
2   84-06      1.24 g
3   84-06      1.15 g
4   84-06      1.40 g
5   84-06      1.16 g
6   84-06      1.44 g
7   84-06      1.26 g
8   84-06      1.35 g
9   84-06      1.28 g
```

Löschen des ganzen Silospeichers:

Beispiel: Sie wollen den ganzen Inhalt des Silospeichers löschen.

Drücken Sie `<smpl data>`.

In der Anzeige steht die oberste Silozeile, z.B. `siloline 10`.

Drücken Sie `<delete>`.

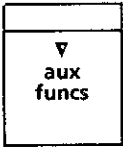
In der Anzeige steht `delete 10 ?`

Geben Sie 99 ein: `<9><9><enter>`.

Der ganze Inhalt des Silospeichers ist gelöscht und in der Anzeige steht `method` (in silo line 1).

Der Silospeicher kann neu gefüllt werden.

3.1.8 Taste <aux funcs>



auxiliary functions: Hilfsfunktionen

Die Taste ist als rollende Abfrage organisiert.

Die Abfragen unter dieser Taste sind gerätespezifisch und gelten für alle Titrationsmethoden.

sample # 1

Laufende Titrationsnummer (0...9999).
(Nach Netz ein wird der Zähler auf 0 gestellt.)
Wird nach <GO> um 1 erhöht und in allen automatischen sowie in den methodenspezifischen manuellen Reports ausgedruckt.

beep 1

Anzahl der beep-Signale am Titrationsende (OFF, 1...9; OFF heisst kein beep-Signal).

time XX:XX

Zeit (Eingabe hh-mm), keine laufende Anzeige.
Damit die Zeit nicht ungewollt verstellt werden kann, wird ein Wert nur dann mit <enter> abgespeichert, wenn er vorgängig geändert wurde (- steht anstelle von :).

date XX-XX-XX

Datum (Eingabe JJ-MM-TT), keine laufende Anzeige.
Auch diese Eingabe ist gegen ungewolltes Verstellen geschützt, so dass ein Wert mit <enter> nur dann abgespeichert wird, wenn er vorgängig geändert wurde.

3.2 Datenausgaben

(Wenn ein Datentransfer-Interface vorhanden ist, siehe Seite 408)

Die Datenausgabe kann auf drei verschiedene Arten erfolgen:

- automatischer Ausdruck von Datenblöcken am Ende einer Bestimmung
- manuelle Auslösung der Ausgabe von Datenblöcken
- manuelle Auslösung der Ausgabe von Datenzeilen

Datenblöcke, welche automatisch am Ende einer Bestimmung ausgegeben werden (Originalreports!) sind durch den Schlussstrich = = = = = gekennzeichnet. Alle Ausgaben, welche manuell ausgelöst werden (z.B. Reproduktionen), haben den Schlussstrich -----. Dies erlaubt die klare Erkennung der Originalreports, z.B. als beweiskräftige Dokumente.

3.2.1 Automatische Ausgabe von Datenblöcken

Kalibrierreport

Ausdruck automatisch am Ende der Kalibrierung

calibration data		
date	86-02-25	Datum
pH(S) 1	4.00	Puffer 1
pH(S) 2	7.00	Puffer 2
t.cal.	20.7 °C	Kalibriertemperatur
slope(rel)	.984	relative Steilheit
U(as)	-5.6 mV	Asymmetriespannung
electr. input	1	Messeingang
	=====	

Die folgenden Blöcke werden unter der Taste <def records> definiert (siehe Seite 324) und am Ende der Titration automatisch ausgegeben:

- Code 1 Parameterreport
- Code 2 Ausführlicher Resultatreport
- Code 3 Messpunktliste (nur bei GET und MET; erstere Datenpunkte der Titrationskurve)
- Code 4 Formeln und Formelkonstanten
- Code 5 Titrationskurve (nur bei GET und MET)
- Code 7 Kurzer Resultatreport

```

1. 0.000000 0.000000
2. 0.000000 0.000000
3. 0.000000 0.000000
4. 0.000000 0.000000
5. 0.000000 0.000000
6. 0.000000 0.000000
7. 0.000000 0.000000
8. 0.000000 0.000000
9. 0.000000 0.000000
10. 0.000000 0.000000
11. 0.000000 0.000000
12. 0.000000 0.000000
13. 0.000000 0.000000
14. 0.000000 0.000000
15. 0.000000 0.000000
16. 0.000000 0.000000
17. 0.000000 0.000000
18. 0.000000 0.000000
19. 0.000000 0.000000
20. 0.000000 0.000000

```

Report-Beispiele:

Code 1 Parameterreports

Die Reports sind auf das Wesentliche beschränkt. Deshalb werden die mit * bezeichneten Größen nur dann ausgedruckt, wenn ihr Wert verschieden von 0 resp. OFF ("clear-Wert") ist.

```
GET pH      12 # 17
output t1   5
pause 1     10 s
output t2   52
pause 2     60 s
electr. input 1
titr.rate   .50 ml/min
* anticip.  10
* stop V    5.00 ml
* stop pH   11.20
* stop EP#   1
* start V    .20 ml
* start pH  2.50
* start slope 2.00 /ml
* EP A pH   4.30
* EP B pH   8.30
temp.       21.1 °C
EP crit.    3
=====
```

Abfrage und Ausdruck
nur wenn Analogausgangs-
Schnittstelle eingebaut ist

```
SET U      1 # 18
* add V    1.20 ml
* pause    50 s
electr. input 2
EP1 U      230 mV
dyn.ΔU 1   100 mV
drift1     5.0 mV/s
t(delay) 1  10 s
(*)EP2 U   -125 mV
(*)dyn.ΔU 2  90 mV
(*)drift2  5.0 mV/s
(*)t(delay) 2 10 s
temp.      21.1 °C
* stop V   10.00 ml
=====
```

Ausdruck nur, wenn EP2 gesetzt ist

```
MET pH ***** # 1
electr. input 1
vol.step     .10 ml
drift        100 mV/min
*stop V      99.99 ml
*stop pH     11.50
*stop EP#    2
*start V     .50 ml
*start pH    3.80
*start slope 2.00 /ml
*EP A pH     4.50
*EP B pH     6.00
temp.        25.0 °C
EP crit.pH   .50
=====
```

Code 2 Ausführlicher Resultatreport

Auch hier wird der Report auf das Wesentliche beschränkt.
Die probenspezifischen Daten Id.#1, Id.#2 und C20 werden nur ausgedruckt, falls die entsprechenden Speicher einen Wert dafür enthalten. Ebenso wird C00 nur ausgedruckt, wenn ein Wert $\neq 0$ eingegeben wurde und wenn C00 für Resultatberechnungen gebraucht wird.

```
date 86-02-25 time 15:00
GET pH ***** # 20
pH(init) 2.62
      V/ml      pH
EP1      .772    4.80
EP2      .833    8.04
EPA      .764    4.30
EPB      .835    8.30
stop volt.reached
=====
```

Datum, Zeit
Methode mit Kennzeichnung und laufende Nr
Anfangs-Messwert

Liste der Equivalenzpunkte
mit Fixendpunkten

Methode enthält keine Formeln für
die Resultatberechnung

```
date 86-02-25 time 15:31
MET pH 234 # 29
Id.#1 85-10-05
Id.#2 *1.1*
C00= 3.451
pH(init) 2.67
      V/ml      pH
EP1      1.016    8.00
RS1      3.533 %
RS1(m)   3.526 %
(+/-)s   .0062 %
n        3
=====
```

Probenkennzeichnung 1
Probenkennzeichnung 2
Probeneinmass } proben-
spezifische
Daten

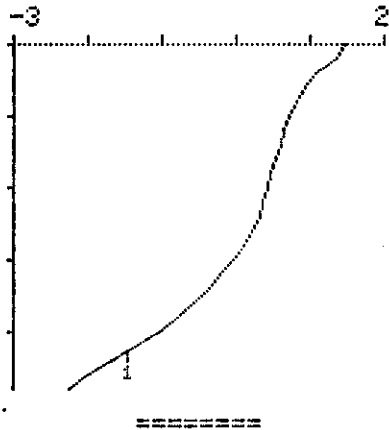
Liste der Endpunkte
Liste der berechneten Resultate

Mittelwert
Standardabweichung
Anzahl der Summanden (n) } mean

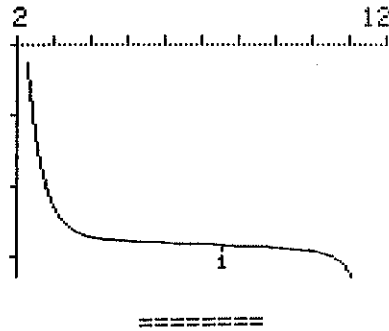
Code 5 Titrationskurve mit automatisch optimierter Skala (nur für GET und MET)

Die Volumenachse beginnt nach einem Startvolumen beim nächsten Achsenabschnitt. Das genaue Startvolumen wird oberhalb der Kurve ausgedruckt.

```
date 87-02-16 time 14:18
MET U      4-8 #    6
.50ml/div  ΔU=100mV/div
start V    .000 ml
```



```
date 86-02-25 time 08:38
GET pH ***** #    5
1.0ml/div  ΔpH=1/div
start V    2.260 ml
```



Code 7 Kurzer Resultatreport

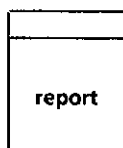
Die probenspezifischen Daten Id.#1, Id.#2, C20 und C00 werden nur ausgedruckt, falls Werte eingegeben wurden (siehe Code 2).

```
date 86-02-25 time 15:29
SET pH      234 #    28
Id.#1      85-10-05
Id.#2      +1.1*
C00=       3.451 g
pH(init)   2.67
RS1        3.522 %
=====
```

} probenspezifische Daten

Liste der berechneten Resultate

3.2.2 Manuelle Ausgabe von Datenblöcken, Taste <report>



report: Für die manuelle Ausgabe von Datenblöcken.

Reproduktionen der automatischen Reports

Der Ausdruck wird mit der Tastenfolge
<report> <Code> <enter>

ausgelöst.

Der Code der entsprechenden Blöcke ist gleich wie bei den automatischen Reports:

Code 1 Parameterreport

Code 2 Ausführlicher Resultatreport

Code 3 Messpunktliste (nur bei GET und MET; erstere Datenpunkte der Titrationskurve)

Code 4 Formeln und Formelkonstanten

Code 5 Titrationskurve (nur bei GET und MET)

Code 7 Kurzer Resultatreport

Bei Reproduktionen der Resultatreports (Code 2 und 7) werden für den Ausdruck die folgenden Aenderungen berücksichtigt:

Aenderung oder Neueingabe der Formel

Formelkonstanten CXX, mit XX = 01...19, 30...34

Probenspezifische Daten Id.#1, Id.#2, C00, C20

bei GET und MET: EP crit.
Fix-Endpunkte A und B

Diese Aenderungen werden bei der Titrationskurve (Code 5) nach einer Reproduktion des Resultatreports ebenfalls berücksichtigt.

Der Kalibrierreport kann mit <report> <MEAS> <enter> ausgedruckt werden, wenn sich das Gerät im Grundzustand befindet. (Im Mode "MEAS" ist die Taste <report> nicht aktiv.)

Manuelle Ausgabe weiterer Datenblöcke

Der Ausdruck wird mit der Tastenfolge

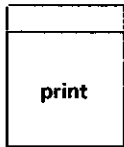
<report> <Taste(n) X> <enter>

ausgelöst.

Die folgende Tabelle gibt eine Liste der möglichen Datenblöcke und der entsprechenden Tasten für deren Ausdruck:

Report	Taste(n) X
Anwenderspeicher-Report: enthält Grundmethode, Messgrösse, Methodenkennzeichnung, Anzahl bytes pro Methode und die verbleibenden bytes	<user methods>
Silospeicher-Report: enthält silo line #, id.#1, c00	<smpl data> oder <smpl size>
Parameterliste: enthält die Liste der Parameter, welche unter der Taste <parameters> eingegeben wurden. Ausgedruckt werden nur die wesentlichen Eingaben (siehe Seite 342)	<parameters>
Prep-steps-Liste: enthält die Liste der Grössen, welche unter der Taste <prep steps> eingegeben wurden. Ausgedruckt werden nur die wesentlichen Grössen (siehe Seite 342)	<prep steps>
Formel-Liste: enthält alle Formeln	<2nd> <fmla>
Formelkonstanten-Liste: enthält alle Formelkonstanten CXX, mit XX = 01 ... 19, 30 ... 34, 40 ... 42	<fmla const>
Endpunkt-Liste/Äquivalenzpunkt-Liste: enthält die Liste der Endpunkte/Äquivalenzpunkte	<2nd> <EP>
Resultat-Liste: enthält die Liste der Resultate, wobei Änderungen von Formeln, Rechengrössen C00 ... C20, C30 ... C34 und /oder Fix-Endpunkten berücksichtigt werden.	<2nd> <res>

3.2.3 Manuelle Ausgabe einzelner Datenzeilen, Taste <print>



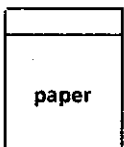
print: Ausdruck des gesamten Anzeigespeichers.

z.B. für den

- . Ausdruck einzelner Messwerte in der Messfunktion MEAS
- . Ausdruck von Formeln
- . Ausdruck einzelner Eingabegrößen
- . Ausdruck einzelner Endpunkt-Daten
- . Ausdruck einzelner Resultate

usw.

3.2.4 Taste <paper>



paper: Für den Papiervorschub

3.3 Einzelabfragen

Die 2nd-Funktionen "fmla", "EP", "res" und "C-val" können bei Bedarf einzeln abgefragt werden.

Die Abfrage von "fmla" ist beschrieben im Abschnitt "Formeleingabe", Seite 320.

Abfrage der Endpunktdaten (EP)

Endpunktdaten können einzeln gesichtet werden mit der Tastenfolge
<2nd><EP><X> (X = 1...9)

Beispiel: Sichten von EP1

Drücken Sie <2nd><EP><1>.

In der Anzeige steht EP1 V= 1.122 ml.

Der zugehörige Spannungswert kann mit dem Cursor gesichtet werden:

Drücken Sie <→>.

In der Anzeige steht EP1 pH= 7.11.

Die Werte können mit <print> ausgedruckt werden:

```
EP1 V= 1.122 ml
      pH= 7.11
```

Abfrage von Resultaten (res)

Resultate können mit der Tastenfolge
<2nd><res><X> (X = 1...9)
gesichtet werden.

Beispiel: Sichten von RS1

Drücken Sie <2nd><res><1>.

In der Anzeige steht RS1= 12.3.

Die zugehörige Einheit kann mit dem Cursor gesichtet werden:

Drücken Sie <→>.

In der Anzeige steht RS1= 12.3 %.

Das Resultat wird mit <print> ausgedruckt:

```
RS1= 12.3 %
```

Abfragen von C-Werten (C-val)

Die Einzelabfrage mit der Tastenfolge

<2nd><C-val> <X><X> (XX = 00...99)

existiert neben der Möglichkeit der Abfrage aller Rechenwerte C01...C19, C30...C34, C40...C42, unter der Taste <fmla const> einerseits und der Abfrage von C00 und C20 unter den Tasten <smpl size> und <smpl data> andererseits.

Die nachfolgende Liste zeigt die Bedeutung der einzelnen C-Werte:

C00 Probeneinmass (sample size)
(probenspezifisch)

C01 }
: } Rechenwerte
: } (methodenspezifisch)
C19 }

C20 Rechenwert aus dem Silospeicher
(probenspezifisch)

C30 }
: } Common Variable
: }
C34 }

C40 Anfangsmesswert pH(init) resp. U(init)

C41 Titrations-Endvolumen

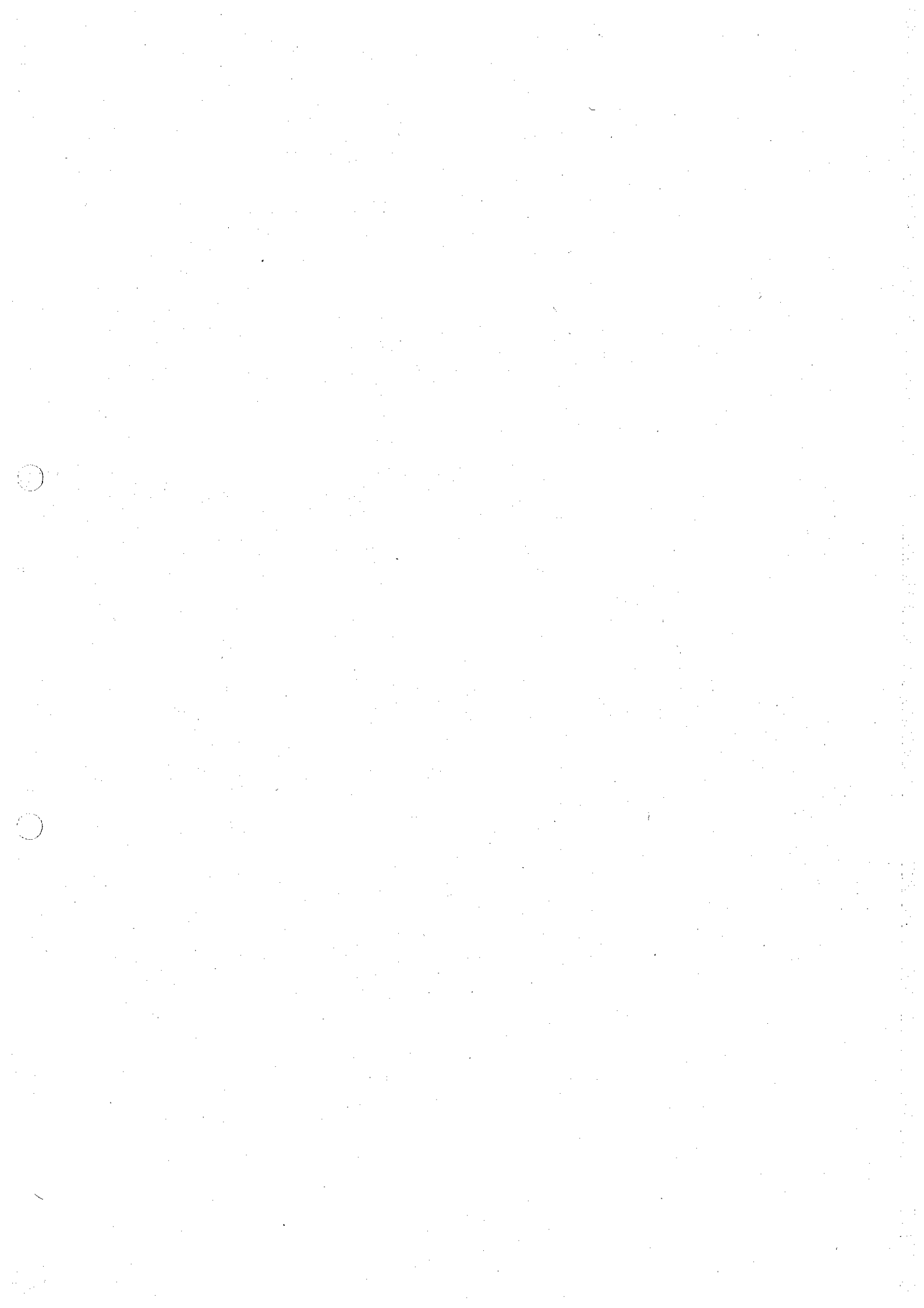
C42 Volumen des zudosierten Hilfsreagenses (add V)

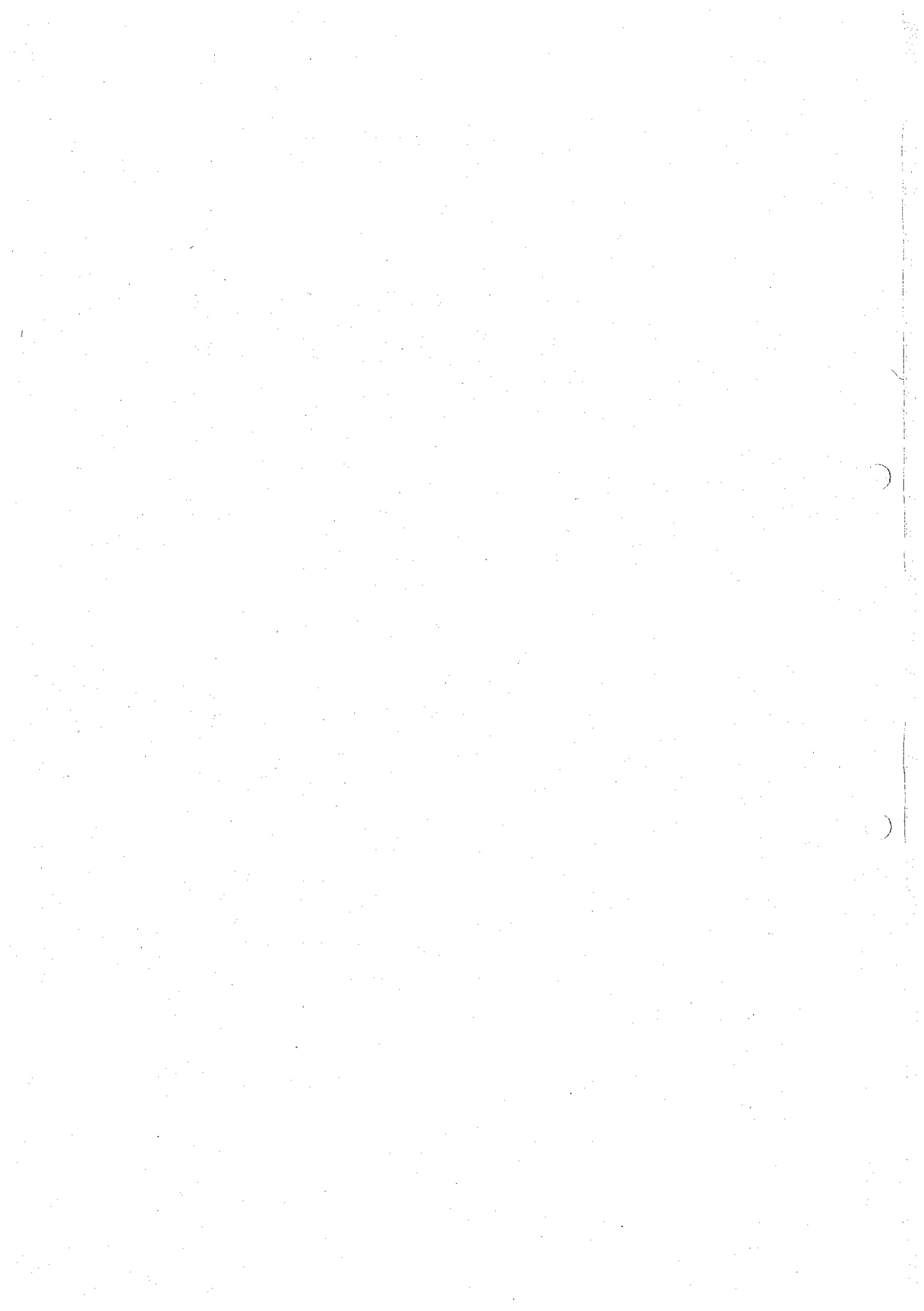
C51 Volumen des Fix-Endpunktes A

C52 Volumen des Fix-Endpunktes B

C91 output t1 { mit Hilfe dieses Aufrufes kann eine entsprechende Angabe in einer
C92 output t2 { Methode gelöscht werden, wenn die zugehörige Schnittstelle fehlt
C94 send { (siehe Seite 503).

C99 Anzeige von Datum und Zeit, laufende Anzeige (Kalenderuhr). (Änderungen sind hier nicht möglich, sie erfolgen ausschliesslich unter der Taste <aux funcs>, siehe Seite 340).

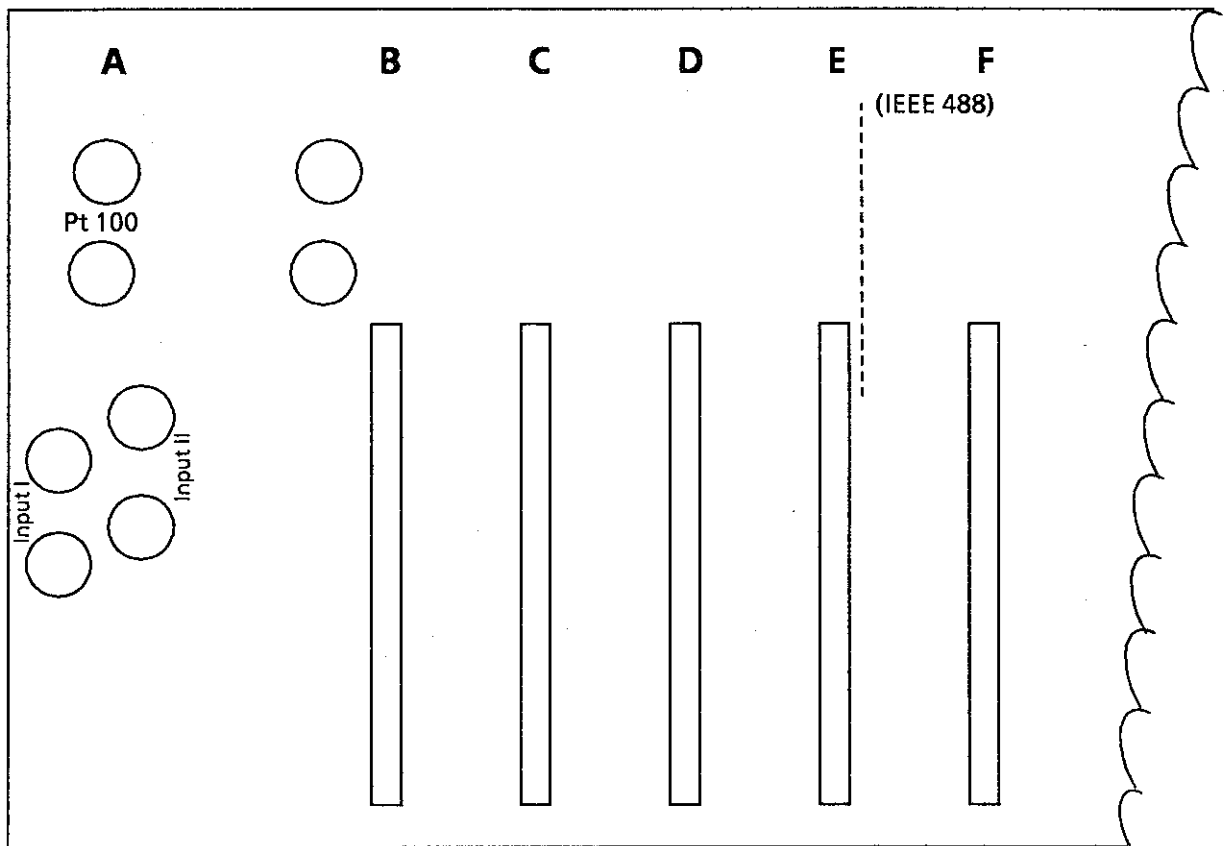




4. Optionen

Der Titroprocessor 686 kann mit den folgenden gedruckten Schaltungen bestückt werden:

Rückwand des Titroprocessor 686:



Analog-
eingang
3.540.2430
(Standard)

Analog-
ausgang
3.540.2191
für Proben-
wechsler
oder
Schreiber
(Option)

Dosimat-
Schnitt-
3.540.2170
(Standard)

Waagen-
Schnitt-
stelle
3.540.2210
(Option)

Daten-
transfer-
Schnitt-
3.540.2210
gemäss
RS 232 C
oder
3.540.2200
gemäss
IEEE 488
(Option)

leer

Fig. 4.1

Verbindungskabel nur bei ausgeschalteten Geräten ein- und ausstecken!

4.1 Probenwechsleranschluss

Für den Probenwechsleranschluss wird die Analogausgangs-Schnittstelle 3.540.2191 benötigt. Die Schnittstelle wird auf Platz B des Titroprocessors 686 eingesteckt (siehe Fig. 4.2).

Der Probenwechsler wird nach Fig. 4.2 mit dem Titroprocessor 686 verbunden:

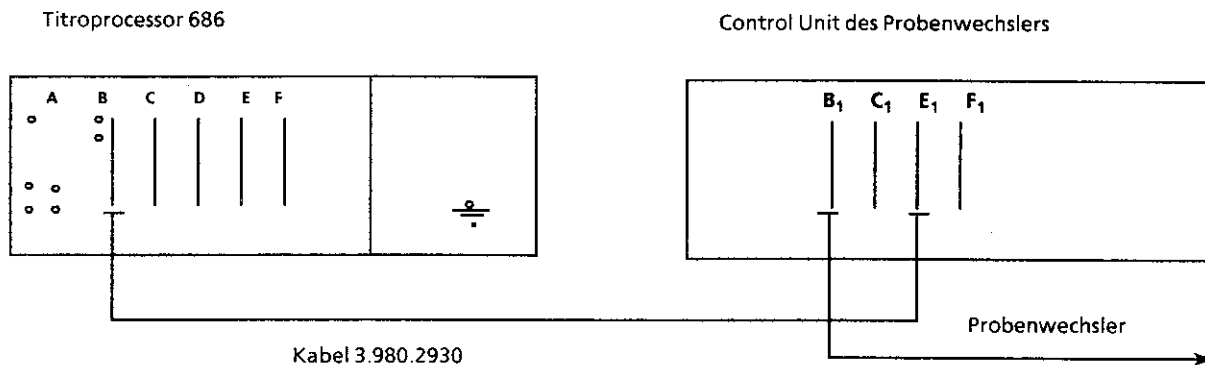


Fig. 4.2

prep
steps

Bedienung:

Die Start- und Stopp-Befehle werden von der Control Unit des Probenwechslers her ausgegeben.

Die Abfragesequenz unter der Taste <prep steps> wird wie folgt erweitert:

output t1 OFF

Signale können ausgegeben werden zum Zeitpunkt t1, d.h. unmittelbar nach <GO>, vor der Messung des Initial-Messwertes pH(init) resp. U(init).

Es stehen vier Ausgänge zur Verfügung, von denen jeder entweder mit einem Puls von 150 ms Länge oder mit einem statischen Signal belegt werden kann.

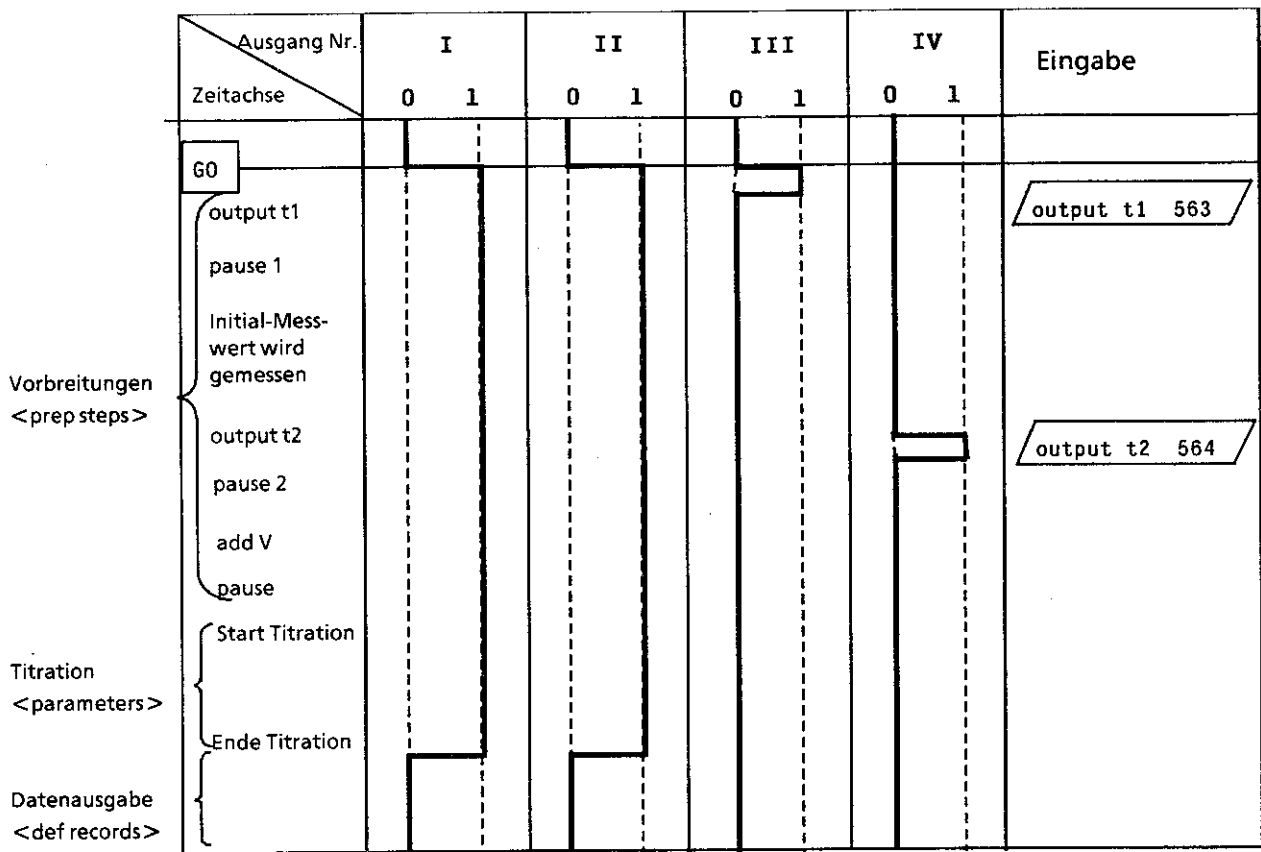
Parameterwerte für die Eingaben:

Ausgang Nr.	I	II	III	IV
Puls	1	2	3	4
statisches Signal	5	6	7	8

pause 1 0 s

Wartezeit nach dem Ablauf von output t1 (0...9999 s).

b) Statische Signale auf Ausgang I und II, Impuls zum Zeitpunkt t1 auf Ausgang III und zum Zeitpunkt t2 auf Ausgang IV



Die Belegung der Schnittstelle 3.540.2191 für die outputs t1/t2 ist auf Seite 607 zu sehen.

Die Verwendung der Signale unter den Abfragen output t1 und output t2 ist völlig frei. Es können beliebige Funktionen angesteuert werden. Die entsprechenden Verbindungskabel sind auf Anfrage erhältlich.

Beispiele:

- Auslösen eines Dosierimpulses

Nach der Messung des Anfangs-Messwertes soll mit einem Puls ein Dosimat 665 angesteuert werden.

Eingabe:

- Ansteuern der Switch-Box 671

Die Switch-Box 671 ist ein Messstellen-Umschalter mit vier Messstellen. Die Switch-Box 671 muss mit statischen Signalen angesteuert werden. Die vier Messstellen werden mit 2 Eingängen der Switch-Box 671 angesteuert:

Messstelle	Eingang e5(2 ⁰) / e2(2 ¹) der Switch-Box	
1	1	1
2	0	1
3	1	0
4	0	0

0 = nicht aktiviert, high (+ 5 V)
1 = aktiviert, low (0 V)

Wird Ausgang I und II des Titroprocessors 686 für die Steuerung der Switch-Box 671 vorgesehen (Verbindungskabel 3.980.3020), sind folgende Eingaben nötig:

Messstelle	Eingabe für output t1 und t2
1	56
2	6
3	5
4	-

4.2 Waagenanschluss

Ein Waagenanschluss ermöglicht die direkte Uebertragung probenspezifischer Daten (z.B. Probeneinmasse) von der Waage zum Titroprocessor 686.

Für den Waagenanschluss wird die serielle Schnittstelle 3.540.2210 benötigt. Beim Einbau der Schnittstelle ist gemäss der Einbauanleitung vorzugehen, die mit jeder Schnittstelle geliefert wird. Zusätzlich sind die folgenden (gerätespezifischen) Schalterstellungen auf der Printplatte vorzunehmen:

Schalter 21: ein
Schalter 22: aus

Die entsprechend vorbereitete Schnittstelle wird auf Platz D des Titroprocessors 686 eingesteckt und die Verbindung zur Waage hergestellt (siehe Fig. 4.3).

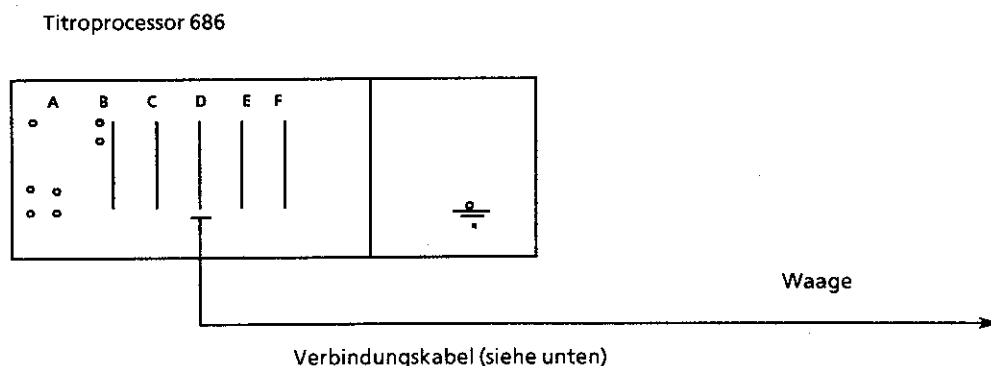


Fig. 4.3

Verbindungskabel

Sartorius-Waagen:

6/7/8-Stellen, bit-paralleler/dekaden-serieller Datenausgang	3.980.2770
Serieller Datenausgang (RS 232 C/V 24 S)	3.980.2850

Mettler-Waagen:

Anschliessbar sind Mettler-Waagen mit seriellem Datenausgang (Datenausgang 03, 05, 011, 016 oder Datenschnittstelle CL)

Datenausgang 03, 05, 011 (CL) oder 016	3.980.2780
Datenausgang 017 (CL)	3.980.2790
Datenausgang 011 (RS 232 C)	3.980.2800

Sauter-Waagen:

Anschliessbar sind Sauter-Waagen mit seriellem Datenausgang

Datenausgang 03	3.980.2780
-----------------	------------

Verbindungskabel für Waagentypen, die oben nicht aufgeführt sind, bitte anfragen!

Bedienung

Die Uebertragung wird an der Waage mit einer Uebernahmetaste ausgelöst. Der Titroprocessor quittiert jeden empfangenen Wert mit einem beep-Signal. Um Eingabefehler zu vermeiden, empfiehlt es sich, dieses beep-Signal vor der Eingabe eines neuen Wertes abzuwarten. Ist der Silospeicher zugeschaltet (silo on), werden die Daten in die oberste Silozeile gefüllt, wobei die Zeile jeweils mit der Eingabe des Probeneinmasses abgeschlossen und abgespeichert wird.

Das Probeneinmass wird 8-stellig, mit Vorzeichen und Dezimalpunkt übertragen.

Die Einheit, welche mit dem Probeneinmass übertragen wird, ist vom Waagentyp abhängig.

Falls von der Waage ausser dem Probeneinmass noch andere probenspezifische Daten übertragen werden sollen, wird eine Eingabevorrichtung benötigt, die der Waagenhersteller liefert. Die Adressstruktur sieht folgendermassen aus:

<u>Eingabevorrichtung</u>		<u>Titroprocessor 686</u>	
Sartorius...	Mettler...	Silospeicher	Arbeitsspeicher
27	D	method	- *
26	C	id.#1	Id.#1 *
24	B	id.#2	Id.#2
23	A	c20	-

* ASCII-Zeichenketten erlaubt

Bemerkung:

Soll eine Methodenkenzahl via Waagen-Eingabevorrichtung in den Silospeicher eingegeben werden, ist die Kennzahl so zu wählen, dass sie auch mit der Eingabevorrichtung aufgerufen werden kann!

Mit Hilfe des Diagnoseprogramms kann die Zeichenkette geprüft werden, welche von der Waage an den Titroprocessor 686 gesendet wird (siehe Seite 514).

4.3 Anschluss an ein Datensystem

Für den Anschluss an ein Datensystem sind folgende Schnittstellen erhältlich:

Schnittstelle 3.540.2210 für RS 232 C

Schnittstelle 3.540.2200 für IEC (Rückwand 4.686.0080 erforderlich)

Beim Einbau der Schnittstellen ist gemäss der Einbauanleitung vorzugehen, die mit jeder Schnittstelle geliefert wird.

Zusätzlich sind die folgenden (gerätespezifischen) Schalterstellungen auf der betreffenden Printplatte vorzunehmen:

Schnittstelle 3.540.2210:

Schalter 12: aus (→intern)

Schalter 21: ein

Schalter 22: aus

Schnittstelle 3.540.2200:

Schalter 11: aus

Schalter 12: ein

Schalter F2: ohne Bedeutung

Schalter F3: ohne Bedeutung

Die entsprechend vorbereitete Schnittstelle wird auf Platz E des Titroprocessors 686 eingesteckt und mit dem externen Datensystem verbunden (siehe Fig. 4.4):

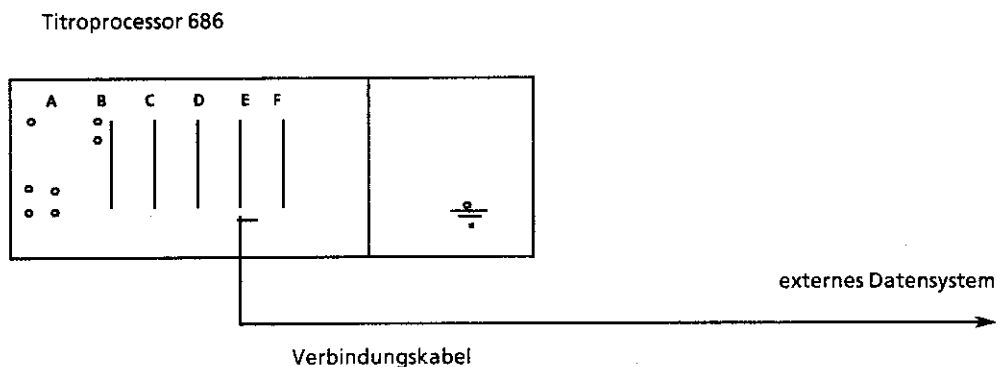


Fig. 4.4

Verbindungskabel:

Verbindung RS 232 C-DCE mit 25-poligem D-Subminiaturstecker (männlich), z.B. für Rechner HP-85

3.980.2810

Verbindungskabel IEC-Bus-Datensystem (24-poliger Amphenol-Stecker): im Fachhandel erhältlich

Bedienung

Der Titroprocessor 686 kann im Gerätegrundzustand von einem externen Controller folgende Befehle empfangen:

\$RUN	GO vom Controller
\$INT	intern definiert, siehe unten
\$EXT	extern definiert, siehe unten
\$END	Ende der Datenübertragung
\$X; X = 1,2,3,4,7	Code-Nummer des Datenblocks

Zusätzlich können von einem übergeordneten Steuergerät auch Probanddaten empfangen werden:

method:	<D> <, > <u> <u> <Kennzeichnung> (<CR>)<LF>
id.#1 resp. Id.#1:	<C> <, > <u> <u> <Kennzeichnung> (<CR>)<LF>
id.#2 resp. Id.#2:	 <, > <u> <u> <Kennzeichnung> (<CR>)<LF>
c20:	<A> <, > <Zahl> (<CR>)<LF>
c00 resp. C00:	<u> <, > <Zahl> <u> <Einheit> (<CR>)<LF>

Mögliche Einheiten:
g wird empfangen als g
m wird empfangen als mg
P wird empfangen als Pcs

Wird keine Einheit gesendet, bleibt die "alte" Einheit erhalten und der neue Wert wird abgespeichert.

<u>: Leerzeichen.

<, >: kann durch ein beliebiges Zeichen ersetzt werden.

<Kennzeichnung>: 8 Zeichen.

Bemerkung:

Die Zeichen werden immer nur überschrieben. Kennzeichnungen mit weniger als 8 Zeichen müssen mit vorlaufenden <u> ergänzt werden.

<Zahl>: 10 Zeichen; Vorzeichen oder <u>, max. 8 Ziffern, Dezimalpunkt

<CR><LF>: kann durch <LF> ersetzt werden falls die Datentransfer-Schnittstelle entsprechend eingestellt ist.

Achtung: Werden obige Bedingungen nicht eingehalten, können Fehler auftreten.

Die Probanddaten können sowohl im Gerätegrundzustand als auch während einer Titration empfangen werden.

Ist "silo off", wird eine gesendete "method" oder "c20" ignoriert. Die übrigen Probanddaten werden direkt in den Arbeitsspeicher geladen.

Bei "silo on" gelten die Regeln für das Arbeiten mit dem Silospeicher, siehe Seite 333.

Der Titroprocessor 686 sendet die formatierten Datenblöcke, wie sie in Abschnitt 3.2 definiert sind. Als erste Informationszeile wird immer

METROHM 686 TITRATOR

gesendet.

Falls nach einem send-Befehl am Titroprocessor 686 der Datenempfänger noch nicht bereit ist, kann der send-Mode am Titroprocessor 686 verlassen werden durch mehrmaliges Drücken von <STOP>.



- Automatische Datenausgabe

Die Taste <def records> wird um die Abfrage "send" erweitert, wenn eine Schnittstelle für die Datenübertragung eingesteckt ist:



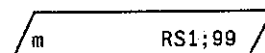
Angabe der gewünschten Datenblöcke für die automatische Datenausgabe auf dem eingebauten Drucker am Ende der Titration. Eingabe von Code-Nummern (max. 8 Ziffern) mit der folgenden Bedeutung:

- 1 Parameterreport
 - 2 Resultatreport mit EP-Liste
 - 3 Messpunktliste (nur bei GET und MET; für erstere Datenpunkte der Titrationskurve)
 - 4 Rechenformeln und Liste der C-Werte
 - 5 Titrationskurve in optimierter Normaldarstellung (nur bei GET und MET)
 - 7 Resultatreport ohne EP-Liste
 - OFF keine Datenausgabe auf dem eingebauten Drucker
- siehe auch Abschnitt 3.2, Seite 341.

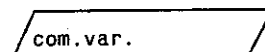


Angabe der gewünschten Datenblöcke für die automatische Datenausgabe auf einem externen Datenempfänger am Ende der Titration.

Code und Formate der Datenblöcke gleich wie oben.
Kurven (Code 5) können nicht gesendet werden, da jedes Ausgabegerät seine eigene Plotter-Steuerung hat.
OFF: keine Datenausgabe auf externem Datensystem.



Angaben für die Statistikberechnungen, siehe Seite 325.

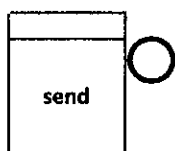


Angaben für das Abspeichern einer Common Variablen, siehe Seite 326.

Für die automatische Datenausgabe an ein externes Datensystem sind zwei Betriebsarten möglich:

intern definiert
extern definiert

- Intern definiert:
Die unter "send" definierten Datenblöcke werden am Ende der Titration nacheinander gesendet. In der Anzeige steht dabei send internal X. (X ist der Code des Blockes, der gerade gesendet wird.)
- Extern definiert:
Der Titroprocessor verlangt am Titrationsende vom Datensystem eine Codenummer (\$N) und sendet nach Empfang von \$X den gewünschten Datenblock. Dies wiederholt sich bis das Datensystem "Ende" sendet.
In der Anzeige steht dabei: send external X.
(X ist der Code des Blockes, der gerade gesendet wird.)
- Umschalten intern-extern definiert:
Nach Netz ein wird automatisch "intern definiert" gesetzt. Vom Datensystem her kann mit dem Befehl \$EXT auf "extern definiert" umgeschaltet werden.



- Manuelle Datenausgabe, Taste <send>

Die Datenausgabe an ein externes Datensystem kann mit der Taste <send> aktiviert werden, falls die Datenausgabe auf "intern definiert" gesetzt ist. (Taste <send> ist nicht aktiv wenn "extern definiert" gesetzt ist.) Die Taste <send> bietet grundsätzlich die gleichen Möglichkeiten wie die Taste <report> (siehe Seite 345) mit Ausnahme der Uebertragung der Kurven (Code 5), welche nicht an ein externes Datensystem gesendet werden können.

4.4 Anschluss eines Schreibers

Für den Anschluss eines Schreibers wird die Analogausgangs-Schnittstelle 3.540.2191 benötigt. Die Schnittstelle wird auf Platz B des Titroprocessors 686 eingebaut (siehe Fig. 4.5). (Bei eingebauter Analogausgangs-Schnittstelle wird die Abfragesequenz unter der Taste <prep steps> erweitert, siehe Seite 402).

Die Verbindung Titroprocessor 686 - Labograph 586 wird nach Fig. 4.5 hergestellt:

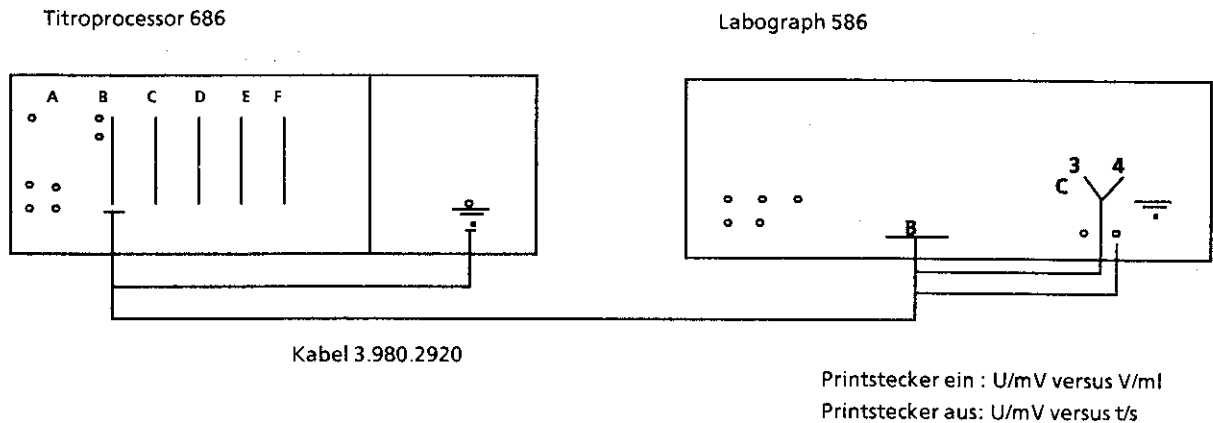


Fig. 4.5

Ist der Printstecker des Kabels 3.980.2920 auf Platz B des Labographen eingesteckt, so wird das dosierte Volumen (Papiervorschubachse) gegen den Messwert aufgetragen. Die Diagrammlänge pro $V_{\text{Bürette}}$ entspricht der eingestellten Papiervorschubgeschwindigkeit in mm. Sie kann auf maximal 200 mm/min eingestellt werden.

Ist der Stecker auf Platz B des Labographen ausgesteckt, wird die Papiervorschubachse zur Zeitachse und es werden Diagramme Messwert/Zeit aufgezeichnet.

Der Messwert kann auch über die beiden Bananenstecker des Analogausganges abgegriffen und auf einen beliebigen Schreiber übertragen werden.

Der Messwert steht am Analogausgang folgendermassen an:

Messeingang	Analogausgang
pH = 0.00	-700 mV
pH = 7.00	0 mV
pH = 14.00	+700 mV
U = +X mV	+X mV
U = -X mV	-X mV
t = 0 °C	0 mV
Δt = +1 °C	-20 mV
Δt = -1 °C	+20 mV

Eine weitere Registriermöglichkeit kann mit dem Analogausgang des Dosimaten 665 ausgenutzt werden: Aufzeichnen von V/ml versus t/s, z.B. für pH-Stat-Anwendungen. Die Geräte werden nach Fig. 4.6 verbunden.

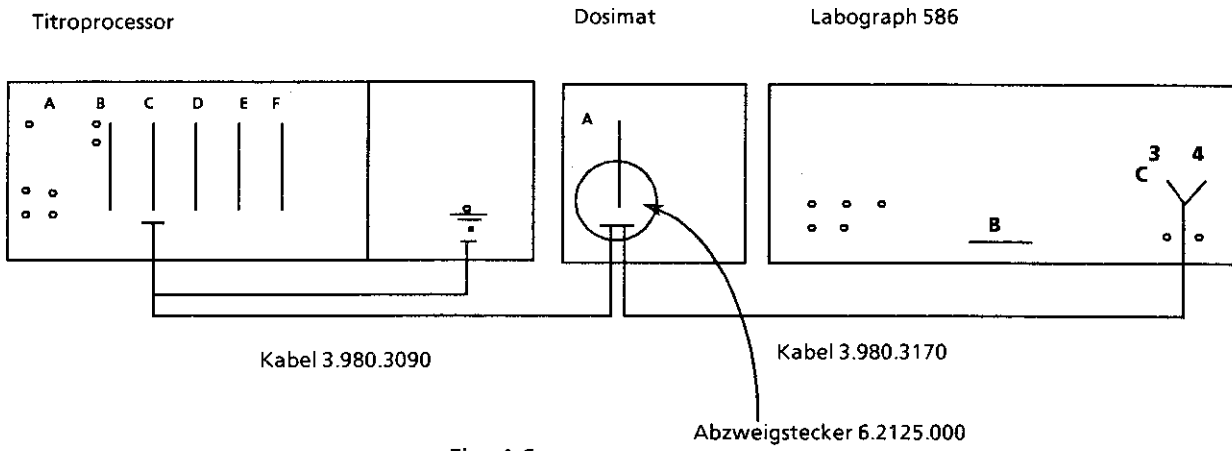


Fig. 4.6



5. Sonder- und Fehlermeldungen

Bei der Eingabe von 8-stelligen Zahlenwerten kann die letzte Ziffer verfälscht werden.

5.1 Sonder- und Fehlermeldungen in der Anzeige

Allgemeine Fehlermeldungen:

blinkender Wert Der eingegebene Wert liegt ausserhalb des erlaubten Eingabebereiches (siehe Liste der Eingabegrössen, Seite 604).

Austritt: Eingabe eines neuen Wertes oder <clear>.

Spezialfälle:

- recall XXXXXXXX/: Der Anwenderspeicher enthält keine Methode mit der eingegebenen Kennzeichnung.

- store XXXXXXXX/: Der Anwenderspeicher enthält bereits eine Methode unter dieser Kennzeichnung. Die Methode kann durch ein zweites <enter> überschrieben werden.

- delete XXXXXXXX/: Der Anwenderspeicher enthält keine Methode mit der eingegebenen Kennzeichnung.

- method XXXXXXXX/: Im Silospeicher wird eine Methode verlangt, welche nicht im Anwenderspeicher ist.

????? Ein Wert konnte nicht im gewünschten Format dargestellt werden. (Meist ist der Inhalt des RAM zerstört.)

Mögliche Abhilfe: Gerät ausschalten und wieder einschalten oder bei Messgrösse pH Kalibrierdaten auf Standardwerte setzen.

Die folgende Liste der Sonder- und Fehlermeldungen ist alphabetisch geordnet:

XXX btes missing Im Anwenderspeicher fehlen XXX bytes, damit die gewünschte Methode abgespeichert werden könnte.
Austritt: <QUIT> oder <STOP> .

change buffer Beim Kalibrieren beträgt die Spannungsdifferenz zwischen der ersten und der zweiten Pufferlösung weniger als 6 mV.
Austritt: <clear> (oder <STOP> / <QUIT> → 1-Punkt-Kalibrierung).

check dosimat 1 Titrierdosimat ist nicht (richtig) angeschlossen, nicht eingeschaltet oder die Wechseleinheit nicht (richtig) aufgesetzt.
Austritt: Fehler beheben (oder <STOP>).

- check dosimat 2 Hilfsdosimat ist nicht (richtig) angeschlossen, nicht eingeschaltet oder die Wechseleinheit nicht (richtig) aufgesetzt.
Austritt: Fehler beheben (oder <STOP> und add V unter der Taste <prep steps> auf 0 setzen).
- check electrode Fehlermeldung beim Kalibrieren:
Nach der Fehlermeldung change buffer wird nochmals eine Spannungsdifferenz von weniger als 6 mV gemessen.
Austritt: <STOP> oder <QUIT>.
- delete not acc. Unter der Taste <user methods> wurde bei der Anzeige delete <enter> gedrückt.
Austritt: <clear>
- E1 Checksumme PROM IC 1 nicht OK
E2 Checksumme PROM IC 2 nicht OK
E3 Checksumme PROM IC 3 nicht OK
E4 Checksumme PROM IC 4 nicht OK
E5 Checksumme PROM IC 5 nicht OK
E6 Checksumme PROM IC 6 nicht OK
E7 Fehler RAM TestFehler
E8 falsches Programm auf .2210 (Waageninterface) gewählt
E9 PROM Test auf .2210 (Waageninterface) nicht OK
E10 PROM Test auf .2210 (RS 232) nicht OK
E11 falsches Programm auf .2210 (RS 232) gewählt → Schalter 23 + 24?
- E12 IEC-IF: NRFD und NDAC = H
Austritt: <clear> und Fehler beheben.
- E13 Datenschnittstelle: zu viele Zeichen empfangen.
Austritt: <clear> (Zeichen wurden nicht akzeptiert).
- input overrange Der Analogeingangsbereich wurde überschritten ("Messwert" ausserhalb des Bereichs -2V... + 2V).
Austritt: <STOP>.
- method not acc. Unter der Taste <smpl data> wurde bei "silo on" und bei der Anzeige method <enter> gedrückt.
Austritt: <clear>.
- m not acc. Unter der Taste <def records> wurde bei der Anzeige m <enter> gedrückt.
Austritt: <clear>.
- no analogue input Die Analogeingangs-Schnittstelle 3.540.2430 fehlt oder ist defekt.
Austritt: Netz aus und Fehler beheben.

Austritt:
Netz aus-
schalten,
Fehler
beheben, Netz
einschalten

- no DT interface Datentransfer-Schnittstelle 3.540.2210 oder 3.540.2200 fehlt oder ist defekt. Es sind aber Eingaben unter der Taste <def records> bei "send" vorhanden. Austritt: <STOP> und Fehler beheben oder die Abfrage für "send" mit der Tastenfolge
<2nd> <C-val> <9> <4> <clear> <enter>
löschen.
(Bei Arbeiten mit dem Silospeicher muss die korrigierte Methode im Anwenderspeicher neu abgespeichert werden.)
- no EP set Bei einer SET-Methode wurde kein Endpunkt gesetzt. Austritt: <STOP> und Endpunkt setzen.
(Bei Arbeiten mit dem Silospeicher muss die korrigierte Methode im Anwenderspeicher neu abgespeichert werden.)
- no fmla const Die Taste <fmla const> enthält keine Abfragen für CXX. Austritt: <QUIT> oder eine andere erlaubte Taste bei den rollenden Abfragen.
- no man. send Taste <send> wurde gedrückt, wobei der Datentransfer aber auf "extern" definiert gesetzt war. Austritt: <STOP> oder <QUIT> .
- no meth. Taste <GO> wurde bei "silo on" gedrückt, ohne dass eine Methode definiert ist in der entsprechenden Silozeile. Austritt: <STOP> .
- no meth. XXXXXXXX Die Methode, welche verlangt wird, ist nicht mehr im Anwenderspeicher. Austritt: <STOP> .
- no printer IF Druckerschnittstelle 3.650.0030 fehlt. Austritt: Netz aus und Fehler beheben.
- no SC interface Probenwechsler-Schnittstelle 3.540.2191 fehlt oder ist defekt. Es sind aber Eingaben unter der Taste <prep steps> für "output t1", "pause 1", "output t2" und/oder "pause 2" vorhanden. Austritt: <STOP> und Fehler beheben oder die Abfragen
"output t1" mit
<2nd> <C-val> <9> <1> <clear> <enter> und
"output t2" mit
<2nd> <C-val> <9> <2> <clear> <enter> löschen.
(Bei Arbeiten mit dem Silospeicher muss die korrigierte Methode im Anwenderspeicher neu abgespeichert werden.)

offset overrange	Offsetspannungsbereich von -2 V... + 2 V ist überschritten. Austritt: <STOP>.
pH overrange	Bei MEAS pH wurde der Analogeingangsbereich überschritten ("Messwert" ausserhalb von -2 V... + 2 V). Austritt: <STOP>.
recall not acc.	Unter der Taste <user methods> wurde bei der Anzeige <input type="text" value="recall"/> <enter> gedrückt. Austritt: <clear>.
silos empty	Der Silospeicher ist zugeschaltet aber leer. Austritt: <STOP> und Silospeicher füllen oder wegschalten.
silos filled	Der Silospeicher ist voll. Austritt: <QUIT>.
store not acc.	Unter der Taste <user methods> wurde bei der Anzeige <input type="text" value="store"/> <clear> gedrückt. Austritt: <clear>.
system err. stack	Softwarefehler. Austritt: Gerät ausschalten und wieder einschalten.
system err. silo	Softwarefehler Silospeicher. Der Silospeicher wird gelöscht. Austritt: <STOP>.
t.cal.m no Pt100	Beim Kalibrieren wurde während der Temperaturmessung der Pt100 ausgesteckt. Austritt: <STOP> oder <QUIT>:
temp. no Pt100	"Temperaturmessung" ohne Pt100. Austritt: <MEAS> oder <STOP>.
U overrange	Bei MEAS U wurde der Analogeingangsbereich überschritten ("Messwert" ausserhalb von -2 V... + 2 V). Austritt: <STOP>.

5.2 Ausgedruckte Sonder- und Fehlermeldungen

Allgemeine Fehlermeldung:

????? Ein Wert konnte nicht im gewünschten Format dargestellt werden. (Meist ist der Inhalt des RAM zerstört.)
Mögliche Abhilfe: Gerät ausschalten und wieder einschalten oder bei der Messgrösse pH Kalibrierdaten auf Standardwerte setzen.

Die folgende Liste der Sonder- und Fehlermeldungen ist alphabetisch geordnet:

arithmetic overflow	Der Zahlenbereich der Rechnung wurde überschritten. Abhilfe: Werte von CXX überprüfen.
data error	Bei GET in Report 3 und/oder 5: Spikes in den Messdaten.
division by zero	Bei der Rechnung sollte eine Division durch Null durchgeführt werden. Abhilfe: Formelkonstanten CXX eingeben.
dummy sample size!	Das Probeneinmass C00 enthält den Wert 0 und wird in einer Rechnung verwendet. Der Wert von C00 wird automatisch von 0 auf 1 gesetzt. Abhilfe: Wert für C00 eingeben.
#EP not corresponding	Die Anzahl der Endpunkte aus der Titration stimmt nicht mit derjenigen in den Formeln überein. Abhilfe: <ul style="list-style-type: none">- Bei GET und MET:<ul style="list-style-type: none">. EP crit. variieren. "titr.rate" und "anticip." ändern bei GET resp. "vol. step" und "drift" bei MET. eventuell Startkriterien einführen- Formeln überprüfen
Fix-EP not corresponding	Bei GET und MET: Es ist eine Formel mit CSX vorhanden, ohne dass der entsprechende Fix-Endpunkt definiert ist. Abhilfe: Den Fix-EP definieren.
Fix-EP outside	Der gesuchte Fix-Endpunkt liegt ausserhalb des Messbereiches.
formula missing	Bei der Statistikberechnung oder für eine Common Variable wird RSX verlangt, ohne dass FX vorhanden ist.
invalid number	Rechnung konnte nicht durchgeführt werden, weil Zahlenbereich überschritten wurde. (Meist ist der Inhalt des RAM zerstört.) Mögliche Abhilfe: Gerät ausschalten und wieder einschalten.

manual quit	Datenausgabe wurde mit <QUIT> oder <STOP> abgebrochen.
manual stop	Titration wurde manuell mit <STOP> abgebrochen.
meas pt. overflow	Bei GET und MET: Ueberlauf der Messpunktliste (≥ 200 Punkte). Mögliche Abhilfe: Startkriterien einführen.
no EP1	Bei einer SET-Methode wurde kein EP1 gefunden.
no EP2	Bei einer SET-Methode wurde kein EP2 gefunden.
no new com.var.	Die Common Variable konnte nicht gemäss Anweisung abgespeichert werden, weil das entsprechende Resultat oder der entsprechende Mittelwert nicht berechnet werden konnte.
no statistic data	Statistikberechnungen werden verlangt, ohne dass Werte im Summenspeicher vorliegen.
no titration data	Bei GET und MET: Ausdruck der Titrationskurve wird verlangt, ohne dass genügend Titrationsdaten vorliegen.
stop #EP reached	Bei GET und MET: Das automatische Abbruchkriterium war die Anzahl der Äquivalenzpunkte.
stop volt. reached	Bei GET und MET: Das automatische Abbruchkriterium war der erreichte Messwert.
stop V reached	Die Titration wurde beim Erreichen des Stoppvolumens abgebrochen.
wrong sample	Bei einer SET-Methode wurde <ul style="list-style-type: none">- eine bereits titrierte Probe verwendet- eine Probe verwendet, deren erster Messwert ausserhalb des Bereiches von EP1 und EP2 liegt.
wrong titr.direction	Bei einer SET-Methode mit zwei gesetzten Endpunkten wurde in der falschen Richtung titriert. Mögliche Abhilfe: Falls die Kurve stark rückläufig ist, unter der Taste <prep steps> eine Pausenzeit eingeben.

5.3 Diagnoseanleitung

Die vorliegende Diagnoseanleitung erlaubt dem Kunden die Kontrolle sämtlicher Arbeitsfunktionen des 686 Titroprocessors ohne spezielle Hilfsmittel und Prüfgeräte. Dies versetzt ihn in die Lage, Fehlerquellen am Gerät selbst zu orten, damit Störungen rascher zu beheben oder einfach den Kundenservice genauer zu informieren.

These diagnoses instructions allow the user to check all the 686 Titroprocessor's functions without requiring any specialized auxiliary or test equipment. It is thus possible to localize instrument malfunctions and to give precise informations to the Service Agent.

Vorgehen

- Die Diagnoseschritte sind der Reihe nach auszuführen und mit den Reaktionen des Titroprocessors (eingedrückt) zu vergleichen. Im "Ja"-Fall ist mit der nächsten Anweisung weiterzufahren.
- Zeigt das Gerät nicht die erwartete Reaktion ("Nein"-Fall), so empfiehlt sich vorerst eine Wiederholung des Diagnoseschrittes, da auch ein Bedienungsfehler vorliegen könnte. Mehrmalige Falschreaktionen deuten jedoch mit grosser Wahrscheinlichkeit auf eine Störung hin.
- Die mit einem Dreieck (▷) bezeichneten Diagnoseschritte erlauben bei Wiederholungen einen Wiedereinstieg in den Testablauf unter folgender Voraussetzung:

Anzeige: Diagn. key Ø...9 (blinkt)

Wenn nicht: Taste "clear" drücken und warten oder das Netz AUS und nach einigen Sekunden wieder EIN schalten. Dabei muss innerhalb 2,5 s nach Netz EIN die Taste "0" gedrückt werden.

- Nach zweimaligem Drücken der Taste "clear" springt das Gerät ins Geräteprogramm zurück. Für den Wiedereinstieg in die Diagnose siehe vorgängigen Punkt.

Regenerieren der Anzeige

Eine einseitige Beanspruchung der Anzeige kann die Ursache für unterschiedliche Helligkeit der Leuchtpunkte sein. Die Diagnose ermöglicht deshalb ein Regenerieren der Anzeige. Dazu wird die "Diagnose Drucker, Anzeige" (Schritt 4.2) benutzt und deren letzter Teil solange laufen gelassen, bis sich ein befriedigendes Resultat einstellt.

Benötigte Geräte

- 1 (evtl. 2) Dosimat 665
- 1 Dosimatverbindungskabel:
3.980.3090 für 1 Dosimaten 665 oder
3.980.3100 für 2 Dosimaten
(kann auch für den Anschluss von nur 1 Dosimaten verwendet werden)

DVM oder Linienschreiber
(nur wenn Analoginterface eingesetzt)

- | | |
|---|--|
| 1 Eichspannungsgeber,
z. B. pH-Simulator 642 | } nicht unbedingt erforderlich, siehe Punkt 6.3 bzw. 6.6 |
| 1 Präzisionswiderstandsdekade | |
| 1 Pt 100-Simulator | |
| 1 Prüfkabel 3.496.5070 | |
| 1 " " 6.2108.060* | |

* Zubehör von 642

Procedure

- Carry out the test steps one after the other and check whether the Titroprocessor responds as described by the indented sections of the text. If this is the case, carry out the next step.
- If the instrument does not respond as expected repeat the corresponding diagnosis step to check whether it has been carried out correctly. If the instrument's response differs repeatedly from what it should be the instrument is likely to be defective.
- The diagnosis steps denoted by a triangle (▷) can be used as re-entry points for repetitions provided the display shows:

Diagn. key Ø...9 (flashing).

If the above message is not in the display, press "clear" key and wait or switch off and, after a few seconds, on again, pressing "0" within 2.5 s after switching on.

- If "clear" is pressed twice, the instrument is switched back to the Titroprocessor programme. To re-assume diagnosis, proceed as described above.

Regeneration of display

Under certain conditions the matrix points of the display may show differences in brightness. To regenerate the display, apply "Printer and display diagnosis" (step 4.2) and leave running until the result is satisfactory.

Instruments required

- 1 (or 2) 665 Dosimat(s)
- 1 Connecting cable for 665 Dosimat(s):
3.980.3090 for one Dosimat or,
3.980.3100 for two Dosimats
(can also be used to connect one Dosimat)

DVM or Yt recorder
(if analogue interface fitted, only)

- | | |
|--|--|
| 1 Calibrating voltage generator
e.g. pH Simulator 642 | } not mandatory! see item 6.3 or 6.6 resp. |
| 1 Precision resistor switch-box | |
| 1 Pt 100 Simulator | |
| 1 Test cable 3.496.5070 | |
| 1 " " 6.2108.060* | |

* accessory of 642

Für die Diagnose können die zuschaltbaren Einheiten wie Dosimat, Dateninterface und Rechner angeschlossen bleiben.

Im Störfall jedoch sind diese vom Gerät zu trennen und sukzessive wieder anzuschließen.

To carry out the diagnosis the plug-in units like Dosimat, data interface and calculator may remain connected.

In case of trouble, however, separate them from the instrument and successively connect again.

1. Programmnummer anzeigen

1.1 Netz EIN und innerhalb 2,5 s Taste "7" drücken

Anzeige: Alle Punkte leuchten.
Alle LEDs auf Tastatur "EIN"
Anzeige ändert auf: P686 XXX*

* Programmnummer der Software: Für allfällige Rückfragen beim Service notieren!

(Nach "Netz EIN" läuft automatisch ein Checksummentest (für PROM) sowie ein zerstörungsfreier RAM-Test ab!)

1. Displaying the programme number

1.1 Switch on and press "7" within 2.5 s

Display: All matrix points alight
All keyboard LEDs on
Display changes to: P686 XXX*

* Software programme number: Please indicate this number when making service inquiries!

(After the instrument has been switched on, a check sum test of the PROM as well as a non-destructive RAM test are carried out automatically!)

2. Diagnoseprogramm

2.1 Taste "clear" betätigen und innerhalb 2,5 s Taste "0" drücken

Anzeige: Alle Punkte leuchten
Alle LEDs auf Tastatur "EIN"
Anzeige ändert auf:
Diagn. key 0...9 (blinkt)

2. Diagnosis programme

2.1 Press "clear" key and, within 2.5 s, the "0" key

Display: All matrix points alight
All keyboard LEDs on
Display changes to:
Diagn. key 0...9 (flashing)



3. Diagnose Tastatur

3.1 Taste "0" drücken

Anzeige: Diagn. key 0

3.2 Taste "enter" drücken

Anzeige: Matrix code

3.3 Alle Tasten in beliebiger Reihenfolge drücken und mit dem Matrixcode (XX) für das Tastenfeld vergleichen!



3. Keyboard diagnosis

3.1 Press "0"

Display: Diagn. key 0

3.2 Press "enter" key

Display: Matrix code

3.3 Press all the keys in arbitrary sequence and compare resulting display with the keyboard's matrix code:

00	01	02	03	04	05	06	07	40	41	42	43	44	45	46	47
10	11	12	13	14	15	16	17	50	51	52	53	54	55	56	57
20	21	22	23	24	25	26	27	60	61	62	63	64	65	66	67
30	31	32	33	34	35	36	37	70	71	72	73	74	75	76	77

Achtung: Im Tastenfeld sind alle möglichen Tastenpositionen aufgeführt.

Anzeige: Matrix code XX

Please note: The above matrix code comprises all possible key positions.

Display: Matrix code XX

3.4 Austritt aus "Diagnose Tastatur": Taste "clear" zweimal betätigen und warten

Anzeige: Diagn. key 0...9 (blinkt)

3.4 Leave keyboard diagnosis by pressing "clear" key twice and wait

Display: Diagn. key 0...9 (flashing)

- ▷ 4. Diagnose Drucker, Anzeige
 - 4.1 Taste "1" drücken
Anzeige: Diagn. key 1
 - 4.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: Diagn. Printer
- Der gesamte Zeichenvorrat wird ausgedruckt (abwechselnd links- und rechtsbündig):

```
!"#$%&'()*+,-./
0123456789:;<=>?
@ABCDEFGHIJKLMNO
PQRSTUVWXYZ[\]^_`
'abcdefghijklmnop
PQRSTUVWXYZ{|}~*
x y z A
```

Anschliessend wird der ganze Zeichenvorrat als Laufschrift angezeigt (siehe: Ausdruck Printer) Anzeige inkl. Sonderzeichen! Die LEDs auf der Tastatur leuchten abwechselnd für ca. 400 ms. Nach 5 Umgängen leuchten alle Punkte der Anzeige, und ein "Space" wandert von rechts nach links.

- 4.3 Durch Drücken der Taste "5" kann in beiden Anzeigetests die Bewegung der Anzeige angehalten und wieder gestartet werden. Drücken der Taste "5" löst ein "Beep"--Signal aus.
- 4.4 Austritt aus "Diagnose Drucker, Anzeige": Taste "clear" drücken und warten
Anzeige: Diagn. key 0...9 (blinkt)

- ▷ 4. Printer and display diagnosis
 - 4.1 Press "1"
Display: Diagn. key 1
 - 4.2 Press "enter"
Display: Diagn. Printer
- The whole set of symbols available is printed out, alternately adjusted to the left or right margins:

After the printer has stopped, the whole set of symbols (including special symbols, see printer output) is shown as a moving display. The keyboard LEDs go on sporadically one after the other for approximately 400 ms. After five turns of the symbols, all points of the display come alight and a space moves from right to left.

- 4.3 By pressing "5" the moving display can be stopped and restarted during the two above display tests. Pressing "5" also triggers the KF Processor's buzzer signal.
- 4.4 Leave printer and display diagnosis by pressing key "clear" and wait
Display: Diagn. key 0...9 (flashing)

- ▷ 5. Diagnose Analogausgang (nur wenn eingebaut, sonst weiter mit Schritt 6)
DVM oder Linienschreiber an Analogausgang anschliessen
- 5.1 Taste "5" drücken
Anzeige: Diagn. key 5
- 5.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: An.out.key 1...2 (blinkt)
- 5.3 Taste "1" drücken
Anzeige: An.out.key 1
- 5.4 Taste "enter" drücken
Anzeige: An.out. 0000mV
DVM oder Linienschreiber zeigt 0 mV (Toleranz: ±0.5 mV)
- 5.4.1 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.out. 1000mV
DVM oder Linienschreiber zeigt 1000 mV (Toleranz: ±1 mV)
- 5.4.2 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.out. 2000mV
DVM oder Linienschreiber zeigt 2000 mV (Toleranz: ±1 mV)

- ▷ 5. Diagnosis of analogue output (only if fitted, otherwise go on with item 6)
Connect DVM or xy-recorder to the analogue output
- 5.1 Press key "5"
Display: Diagn. key 5
- 5.2 Press "enter"
Display: An.out.key 1...2 (flashing)
- 5.3 Press key "1"
Display: An.out.key 1
- 5.4 Press "enter"
Display: An.out. 0000mV
DVM or xy-recorder reads 0 mV (Tolerance: ±0.5 mV)
- 5.4.1 Press "clear"
Display: An.out. 1000mV
DVM or xy-recorder reads 1000 mV (Tolerance: ±1 mV)
- 5.4.2 Press "clear"
Display: An.out. 2000mV
DVM or xy-recorder reads 2000 mV (Tolerance: ±1 mV)

5.4.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.out.key 1...2 (blinkt)

5.5 Taste "2" drücken
Anzeige: An.out.key 2

5.6 Taste "enter" drücken
Anzeige: An.out. ramp
DVM zeigt eine wechselnde Anzeige von +2 - -2 V
Linienschreiber schreibt entsprechende Rampe
Anzeige wechselt anschliessend auf: An.out.key 1...2 (blinkt)

5.4.3 Press "clear"
Display: An.out.key 1...2 (flashing)

5.5 Press key "2"
Display: an.out.key 2

5.6 Press "enter"
Display: An.out. ramp
DVM reading alters stepwise from +2 V to -2 V
xy-recorder traces a ramp
Then display changes to:
An.out.key 1...2 (flashing)

5.7 Taste "clear" drücken
Anzeige: Diagn. key 0...9 (blinkt)

5.7 Press "enter"
Display: Diagn. key 0...9 (flashing)

6. Diagnose Analogeingang

6. Diagnosis of analogue input

6.1 Taste "6" drücken
Anzeige: Diagn. key 6

6.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: An.inp.key 1...6* (blinkt)

6.1 Press key "6"
Display: Diagn. key 6

6.2 Press "enter"
Display: An.inp.key 1...6* (flashing)

6.2.1 Taste "1" drücken
Anzeige: An.inp.key 1

6.2.1 Press key "1"
Display: An.inp.key 1

6.2.1 Taste "1" drücken
Anzeige: An.inp.key 1

6.2.1 Press key "1"
Display: An.inp.key 1

6.2.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: Offset 0000.0mV (Tol. 13 mV)
Offsetwert notieren oder sich merken.

6.2.2 Press "enter"
Display: Offset 0000.0mV (Tol. 13 mV)
Bear in mind or note down offset value.

6.2.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.inp.key 1...6 (blinkt)

6.2.3 Press "clear"
Display: An.inp.key 1...6 (flashing)

6.3 Messeingänge I und II prüfen
Messeingang I (4) mit in Puffer getauchter Elektrode oder über Kabel 6.2108.060 mit pH-Simulator verbinden.

6.3 To check measuring inputs I and II
Connect electrode to measuring input I (4) and immerse it into a buffer or, use pH-simulator with cable 6.2108.060.

6.3.1 Taste "2" drücken
Anzeige: An.inp.key 2

6.3.1 Press key "2"
Display: An.inp.key 2

6.3.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: Input1 XXXX.XmV
(angelegte Spannung + Offset gemäss 6.2.2, Toleranz: ± 0.5 V)
Simulator auf 1000 MOhm: Spannung muss innerhalb der Toleranz bleiben. *

6.3.2 Press "enter"
Display: Input1 XXXX.XmV
(voltage applied + offset, acc. to 6.2.2, tolerance: ± 0.5 mV)
Simulator to 1000 Mohm: voltage must remain within tolerance. *

* Diesen Test unbedingt nur mit hochohmigem Kabel, z. B. 6.2108.060, durchführen.

* Carry out this test with the high insulated cable only, e.g. 6.2108.060.

- | | |
|---|---|
| <p>6.3.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.inp.key 1...6 (blinkt)</p> <p>6.4 Messeingang II (6) mit Elektrode oder pH-Simulator verbinden</p> <p>6.4.1 Taste "3" drücken
Anzeige: An.inp.key 3</p> <p>6.4.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: Input2 XXXX.XmV
(angelegte Spannung + Offset mit umgekehrter Polarität, Toleranz: ± 0.5 mV)</p> <p>6.4.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.inp.key 1...6 (blinkt)</p> <p>6.5 Beide Messeingänge (4) + (6) mit je 1 Spannungsgeber (in Puffer getauchte Elektrode oder Simulator) verbinden. (Weitere Möglichkeit: Einen der beiden Eingänge kurzschliessen*).</p> <p>6.5.1 Taste "4" drücken
Anzeige: An.inp.key 4</p> <p>6.5.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: In1-In2 XXXX mV
(Differenz der angelegten Spannung, Anzeigeformat ist 3 1/2 stellig d. h. Wert max. 1999)</p> <p>6.5.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.inp.key 1...6 (blinkt)</p> <p>6.6 Diagnose des Pt 100-Einganges
Pt 100-Temperaturfühler, Pt 100-Simulator oder Präzisionswiderstandsdekade an den Pt 100-Eingängen (7) + (8) anschliessen.</p> <p>6.6.1 Taste "5" drücken
Anzeige: An.inp.key 5</p> <p>6.6.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: Temp. -XXXX.XmV
(entsprechend dem eingestellten Widerstandswert x 5)</p> | <p>6.3.3 Press "clear"
Display: An.inp.key 1...6 (flashing)</p> <p>6.4 Connect electrode or pH-simulator to measuring input II (6)</p> <p>6.4.1 Press key "3"
Display: An.inp.key 3</p> <p>6.4.2 Press "enter"
Display: Input2 XXXX.XmV
(voltage applied + offset, with reversed polarity, tolerance: ± 0.5 mV)</p> <p>6.4.3 Press "clear"
Display: An.inp.key 1...6 (flashing)</p> <p>6.5 Connect two voltage generators to each measuring input (4) + (6) (Use electrode(s) immersed into buffer or simulator(s)). (Further possibility: short-circuit one of the two inputs*.)</p> <p>6.5.1 Press key "4"
Display: An.inp.key 4</p> <p>6.5.2 Press "enter"
Display: In1-In2 XXXX mV
(difference of the applied voltages, 3 1/2 digit display i.e. max. value 1999)</p> <p>6.5.3 Press "clear"
Display: An.inp.key 1...6 (flashing)</p> <p>6.6 Diagnosis of Pt 100-input
Connect Pt 100-temperature sensor, Pt 100-simulator or precision resistor switch-box to Pt 100-inputs (7) + (8).</p> <p>6.6.1 Press key "5"
Display: An.inp.key 5</p> <p>6.6.2 Press "enter"
Display: Temp. -XXXX.XmV
(corresponding to selected resistance value x 5)</p> |
|---|---|

Pt 100 Einstellung/setting	Widerstandswert/resistance	Anzeige/display
0°	△ 100.0 Ohm	-0500.0 mV
20°	△ 107.79 Ohm	-0538.9 mV
40°	△ 115.53 Ohm	-0577.6 mV
60°	△ 123.23 Ohm	-0616.1 mV
80°	△ 130.89 Ohm	-0654.4 mV
100°	△ 138.50 Ohm	-0692.5 mV

- | | |
|---|---|
| <p>6.6.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: An.inp.key 1...6 (blinkt)</p> | <p>6.6.3 Press "clear"
Display: An.inp.key 1...6 (flashing)</p> |
|---|---|

* z. B. mit Prüfkabel 3.496.5070

* e.g. with test cable 3.496.5070

6.6.4 Achtung: In diesem Gerät ist keine Hardware für KF eingebaut. Die Position 6 von 'An. inp. 1..6' ist daher nicht verwendet.

6.6.4 Please mind: No hardware for KF is built-in in this instrument. The position 6 of 'An. inp. 1..6' is therefore not used.

Taste "clear" betätigen

Anzeige: Diagn. key \emptyset ...9

Press "clear"

Display: Diagn. \emptyset ...9



7. Diagnose Ein-/Ausgang-Interface



7. Diagnosis of input/output interface

7.1 Dosimat 1 und evtl. Dosimat 2 über Standardkabel (3.980.3090 bzw. 3.980.3100) anschliessen.
Dosimat betriebsbereit machen.

7.1 Connect Dosimat 1 and Dosimat 2 (if available) via standard cable (3.980.3090 or 3.980.3100).
Get dosimat ready for use.

7.2 Taste "8" drücken

Anzeige: Diagn. key 8

7.2 Press "8"

Display: Diagn. key 8

7.3 Taste "enter" drücken

Anzeige: Dosimat (1/2)? (blinkt)

7.3 Press "enter"

Display: Dosimat (1/2)? (flashing)

7.4 Taste "1" (für Dosimat 1) oder Taste "2" (für Dosimat 2) drücken

Anzeige: Dosimat 1 oder Dosimat 2

7.4 Press "1" (for Dosimat 1) or "2" (for Dosimat 2)

Display: Dosimat 1 or Dosimat 2

7.5 Taste "enter" drücken

Anzeige: Exch. Unit X ml
X entspricht der aufgesetzten Wechseleinheit

7.5 Press "enter"

Display: Exch. Unit X ml
X depending on exchange unit fitted

Fehleranzeige:

- "no Dosimat", wenn gewählter Dosimat nicht angeschlossen oder nicht eingeschaltet
- "no Exch. Unit", wenn Wechseleinheit nicht aufgesetzt

Error indication:

- "no Dosimat" if selected dosimat not connected or not switched on
- "no Exch. Unit" if exchange unit not fitted

7.6 Taste "clear" drücken und warten

Anzeige: Dosimat (1/2)? (blinkt)

7.6 Press "clear" and wait

Display: Dosimat (1/2)? (flashing)

7.7 Wenn vorhanden, zweiten Dosimaten anwählen und prüfen (7.4), wenn nicht vorhanden, weiter bei 7.8.

7.7 If available, select and check second 665 Dosimat (7.4), if not available go on with 7.8.

7.8 Taste "clear" drücken und warten

Anzeige: Diagn. key \emptyset ...9 (blinkt)

7.8 Press "clear" and wait

Display: Diagn. key \emptyset ...9 (flashing)



8. Diagnose "Batterie"



8. Battery diagnosis

8.1 Taste "9" drücken

Anzeige: Diagn. key 9

8.1 Press "9"

Display: Diagn. key 9

8.2 Taste "enter" drücken

Anzeige: bat. ready for t

8.2 Press "enter"

Display: bat. ready for t

8.3 Netz "AUS" und ca. 5 s warten, dann

8.3 Switch off and wait for appr. 5 s, then

8.4 Netz "EIN" und innerhalb 2,5 s Taste "9" (Batterietest) drücken

Anzeige: Alle Punkte leuchten

Anzeige: bat. test ok

8.4 Switch on and press "9" (battery test) within 2.5 s

Display: all matrix points alight

Display: bat. test ok

8.5 Taste "clear" drücken und innerhalb 2,5 s Taste "0" drücken

Anzeige: Alle Punkte leuchten
Alle LEDs auf Tastatur "EIN"
Anzeige ändert auf:
Diagn. key 0...9 (blinkt)

8.5 Press "clear" and, within 2.5 s, the "0" key

Display: All matrix points alight
All LEDs on keyboard on
Display changes to:
Diagn. key 0...9 (flashing)

▷ 9. Diagnose Datenschnittstelle (nur wenn ein-
gebaut, sonst weiter bei Schritt 10) ▷ 9.

Die "Diagnose Datenschnittstelle" erlaubt das Ueberprüfen des Interfaces für die Datenübertragung (3.540.2200 oder ..2210 an Platz E).

Diagnosis of data interface (if no inter-
face is installed, continue with step 10)

This diagnosis allows to check the installed interface for data transfer (3.540.2200 or ..2210 at location E).

9.1 Diagnose "Senden"

Voraussetzung: Empfänger bereit zum Empfang von Daten!

Beispiel für Listing von HP 85

9.1 Diagnosis "send"

Condition: Receivers ready to accept data!

Listing example for HP 85

686 + HP 85

```

10 STATUS 8.2 ; S
20 IF BIT(S.5)=1 THEN GOTO 40
30 GOTO 10
40 S=SPOLL(801)
50 IF BIT(S.6) <> 1 THEN GOTO 20
60 ENTER 801 ; C#
70 SEND 8 ; UNT
80 RESUME 8
90 DISP C#
100 GOTO 10
110 END
    
```

Select Code für/
for Interface
HP 82 939 A

(801)
Geräteadresse 686
device address 686
(3.540.2200)

9.1.1 Taste "3" drücken

Anzeige: Diagn. key 3

9.1.1 Press "3"

Display: Diagn. key 3

9.1.2 Taste "enter" drücken

Anzeige: Data-IF, send

9.1.2 Press "enter"

Display: Data-IF, send

9.1.3 Beliebige Zifferntaste betätigen

Anzeige: Data-IF, send ok
Empfänger zeigt an oder druckt;
TEST DATA-IF

9.1.3 Press any figure key

Display: Data-IF, send ok
Receiver displays or prints:
TEST DATA-IF

9.1.4 Schritt 9.1.4 kann beliebig oft wiederholt werden.

9.1.4 Step 9.1.4 can be repeated as often as desired

9.2 Taste "clear" drücken

Anzeige: Diagn. key 0...9 (blinkt)

9.2 Press "clear"

Display: Diagn. key 0...9 (flashing)

9.3 Diagnose Empfangen

Voraussetzung: Sender bereit zum Senden von Daten!

9.3 Receiving diagnosis

Requirement: transmitter ready for data transmission

Beispiel für Listing von HP 85

Listing example for HP 85

HP 85 → 686

```

30 DIM B#[100]
40 DISP "TEXT="
50 INPUT B#
60 OUTPUT B# USING "K" ; B#
70 GOTO 40
80 END

```

Select Code für/
for Interface
HP 82 939 A

Geräteadresse 686
device address 686
(3.540.2200)

- | | |
|---|---|
| <p>9.3.1 Taste "4" drücken
Anzeige: Diagn. key 4</p> <p>9.3.2 Taste "enter" drücken
Anzeige: Data-IF; receive</p> <p>9.3.3 Am Datensender (z. B. HP 85) beliebigen Text mit max. 24 Zeichen (incl. Begrenzungszeichen) eintippen.

Der Übertragene Text erscheint in der Anzeige des 686.</p> <p>9.4 Taste "clear" drücken
Anzeige: Diagn. key 0...9 (blinkt)</p> <p>▷ 10. Diagnose Waagenanschluss (nur wenn eingebaut, sonst weiter mit Schritt 10.2)

<i>Dieser Diagnoseschritt erlaubt das Überprüfen des Interfaces für den Waagenanschluss (GS 3.540.2210 auf Platz D)</i></p> <p>10.1 Taste "2" drücken
Anzeige: Diagn. key 2</p> <p>10.1.1 Taste "enter" drücken
Anzeige: Diagn. balance</p> <p>10.1.2 Uebernahmetaste (Waage) betätigen

686 Titroprocessor "beep"
Wägeresultat wird in die Anzeige übernommen</p> <p>10.1.3 Taste "clear" drücken
Anzeige: Diagn. key 0...9 (blinkt)</p> <p>10.2 Taste "clear" drücken

Anzeige: Gerätegrundzustand (Methode, die zuletzt im Arbeitsspeicher war)

Sämtliche Testverbindungen entfernen</p> <p>TESTENDE</p> | <p>9.3.1 Press "4"
Display: Diagn. key 4</p> <p>9.3.2 Press "enter"
Display: Data-IF; receive</p> <p>9.3.3 On data transmitter (e.g. HP 85) key in arbitrary text with max. 24 characters (incl. delimiter).

The transmitted text appears on the 686 display.</p> <p>9.4 Press "clear"
Display: Diagn. key 0...9 (flashing)</p> <p>▷ 10. Diagnosis of balance interface (if no interface is installed, continue with step 10.2)

<i>This diagnosis step allows to check the installed interface for balance connection (board 3.540.2210 at location D)</i></p> <p>10.1 Press "2"
Display: Diagn. key 2</p> <p>10.1.1 Press "enter"
Display: Diagn. balance</p> <p>10.1.2 Actuate transfer button (balance)

686 Titroprocessor "beep"
Sample weight is transferred into the display</p> <p>10.1.3 Press "clear"
Display: Diagn. key 0...9 (flashing)</p> <p>10.2 Press "clear"

Display: basic state of instrument (method that has been in the working memory before)

Remove all facility connections</p> <p>END OF TEST</p> |
|---|---|

11. RAM-Test

Falls die Diagnose Batterie (Punkt 8) negativ verläuft oder der Verdacht besteht, dass das Gerät gespeicherte Daten verliert, so kann zusätzlich der Galpat RAM-Test durchgeführt werden. Es ist aber zu beachten, dass in diesem Fall die gespeicherten Methoden im User Memory gelöscht werden!

Netz aus

Gerät Öffnen:

Netzkabel an der Rückwand herausziehen.

An der Rückwand 2 Schrauben M4 herausdrehen.

Netzschalter eindrücken und gleichzeitig das Deckblech vorsichtig nach vorne abkippen und abheben*.

Schalter S 1/1 (auf Anzeigeschaltung 3.650.0050 links oben) auf on

11. RAM test

If the battery diagnosis (item 8) is negative or if there is reason to suspect that the instrument loses stored data, the Galpat RAM-test can be carried out as additional test. However, take note that this test deletes all methods stored in the User Memory!

Power off

Open instrument:

Withdraw power connector from rear panel.

Remove 2 screws M4 at the rear panel.

Depress mains switch and simultaneously hinge the cover plate forward and lift off carefully*.

Set switch S 1/1 (on display board 3.650.0050 at the left hand-side above) to ON

normal

	1	2	3	4
ON			x	
OFF	x	x		

beliebig any

galpat
RAM Test

	1	2	3	4
ON	x		x	
OFF		x		

beliebig any

Netz ein

Auf der Anzeige erscheint zuerst der Anzeigetest (Punktemuster) und anschließend das Datum (Monat, Tag) und die Zeit (h, min, s). Alle LEDs auf der Frontplatte sind eingeschaltet: der RAM-Test läuft (Dauer ca. 46 min). Bei positivem Verlauf werden anschliessend alle LEDs gelöscht. Erscheint eine Fehleranzeige 'GTE # mit Adresse' (wird zudem jede Minute mit 'beep signalisiert), so muss der Metrohmservice angefordert werden.

Vorgehen zur Rückkehr zum normalen Programm, s. 12.

Power on

The display test (dotted pattern) is displayed first, followed by the date (month, day) and time (h, min, s). All LED's on the front panel are alight, signalling that the RAM test is in process (duration about 46 min). In case of an error message "GTE # with address", which is signalled additionally every minute by an audible "beep", call for the Metrohm service.

Procedure to return to the normal program, see 12.

12. RAM-Initialisierung

In bestimmten Fällen (z. B. beim Austausch des Programms, nach dem RAM-Test oder bei Störimpulsen) kann es passieren, dass das Programm bei 'Netz ein' nicht richtig initialisiert wird. In diesen

12. RAM initializing

It may happen in certain cases that the program is not initialized correctly after "power on" (e.g. when changing the program, after performing the RAM test or because of interferences). In such a case

* Sollte bei (unsachgemäßem) Abheben des Deckbleches die Plexiglasplatte an der Netzschalter-Drucktaste abspringen, so können die beiden evtl. herausgefallenen schwarzen Blendenteile in der Senkrechtlage (Gerät auf die Rückwand legen) wieder eingesetzt und die Kappe aufgesteckt werden.

* If the cover plate is removed without due care and the perspex cap on the mains power pushbutton jumps off, the two black partitions, should they drop out, can be replaced vertically by laying the instrument on its back and then snapping the cap in place.

Fällen soll daher das RAM wie folgt initialisiert werden:

(Schalter S 1/1 auf on, siehe Tabellen unter 11.)

Netz aus- und (nach ca. 5 s) wieder einschalten.

Abwarten, bis Uhr wieder in der Anzeige erscheint.

Netz aus

Schalter S 1/1 aus (s. oben)

Bei Wiedereinschalten erscheint das normale Programm mit 'GET pH XXXXXXXX'

Programm im User Memory sowie Datum und Zeit wieder eingeben.

the RAM can be initialized as follows:

(Switch S 1/1 to ON; see tables in item 11.)

Power off and (after about 5 s) on again.

Wait until the clock is displayed again.

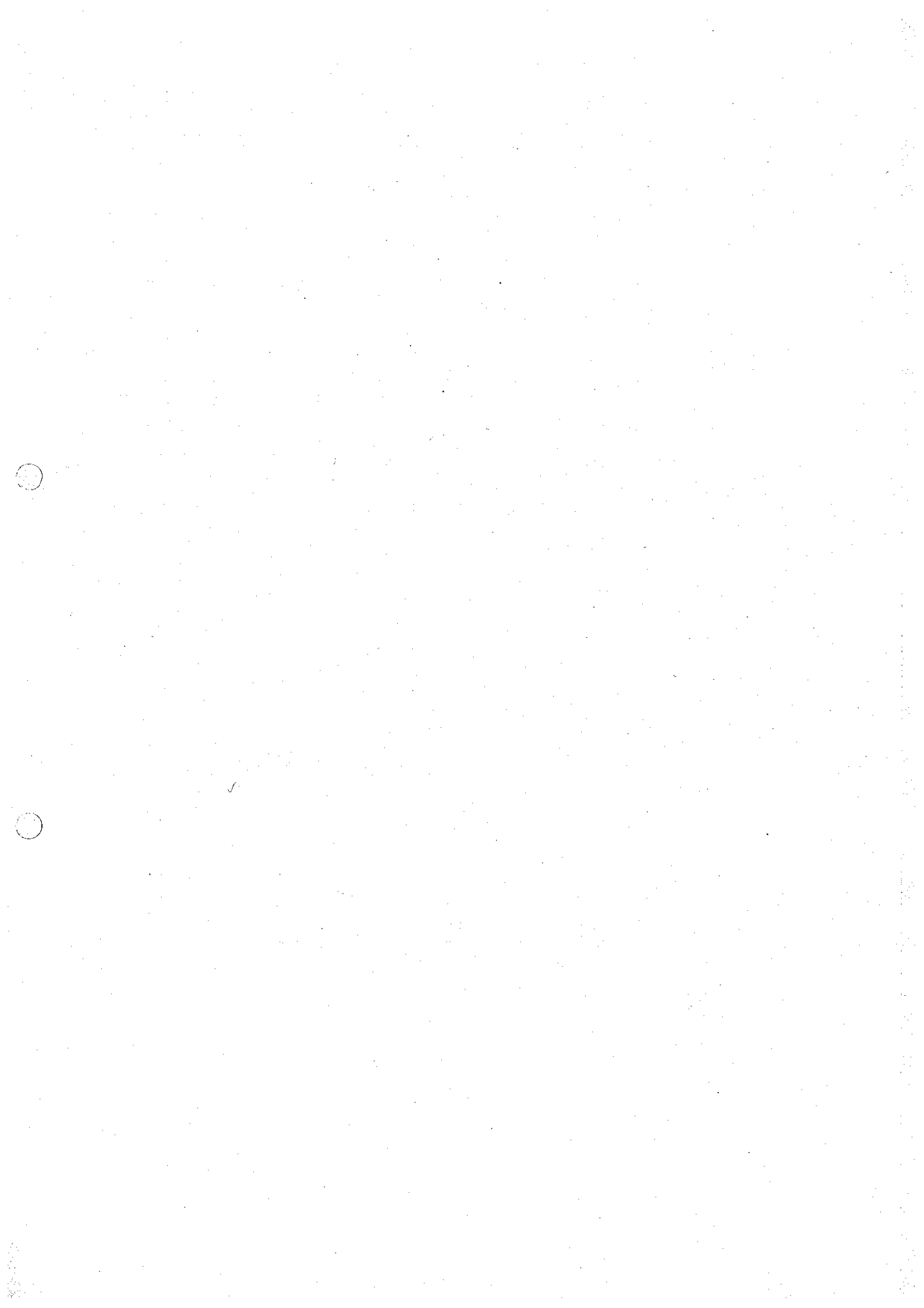
Power off

Switch S 1/1 to "off" (see above)

Power on

The normal program is displayed again (GET pH XXXXXXXX)

Enter program in user memory and also date and time again.



6. Anhang

6.1 Technische Daten

Messbereich	
pH-Wert	pH = 0,00...14,00 (pX = -20,00... + 20,00)
Spannung	U = -2000...0... + 2000 mV
Temperatur	temp = -20,0...0... + 200,0 °C
Messfehler	
pH-Wert, Spannung	
absolut	$\pm 10^{-4}$
als Funktion der	
Umgebungstemperatur	typ. 20 μ V/K
Temperatur	
absolut	$\leq 0,1$ °C
als Funktion der	
Umgebungstemperatur	typ. 0,002 °C/K
Messverstärker	
Eingangswiderstand	ca. $10^{13} \Omega$
Offsetstrom	ca. 3×10^{-13} A
Offsetspannungsabweichung	
als Funktion der	
Umgebungstemperatur	typ. 20 μ V/K
als Funktion der Zeit	0 μ V
	<u>Hinweis:</u>
	Eine eventuelle Offsetspannungsdrift wird bei jedem <STOP> oder <HOLD> automatisch erfasst und in den internen Berechnungen vom Mikroprozessor entsprechend berücksichtigt.
Serieunterdrückung 50 Hz	89 dB
Gleichtaktunterdrückung 50 Hz	115 dB
Input I parallel Input II	90 dB
Datenspeicher	nicht-flüchtig
Anzeige	Vakuumfluoreszenz-Anzeige, 16 Stellen, 5 x 7 Punktmatrix
Drucker	Thermodrucker, 24 Zeichen pro Zeile, 5 x 7 Punktmatrix
Netzanschluss	
Spannung	U = 100, 120, 220, 240 V ± 10 % (umstellbar)
Frequenz	f = 50...60 Hz
Leistungsaufnahme	S ca. 50 VA (mit laufendem Drucker)
Sicherungen	Schmelzsicherung \varnothing 5 mm, 20 mm lang für 100, 120 V: 1,6 A (träge) für 220, 240 V: 0,8 A (träge)
	Thermosicherung Beim Ansprechen METROHM-Service anfordern

Sicherheitsspezifikationen

Konstruktion gemäss den Sicherheitsspezifikationen der IEC-Publikation 348

Abmessungen

B x H x T

365 mm x 147 mm x 455 mm

Gewicht

ca. 8,3 kg

6.2 Garantie

Auf METROHM Erzeugnissen wird in der Weise Garantie geleistet, dass Defekte, die nachweisbar auf Material-, Konstruktions- oder Fabrikationsfehler zurückzuführen sind und innerhalb von 12 Monaten, vom Tage der Lieferung an gerechnet, auftreten, in unseren Werkstätten kostenlos behoben werden. Transportkosten gehen zu Lasten des Käufers.

Kontrollen, die nicht durch Material- oder Fabrikationsfehler bedingt sind werden auch während der Garantiezeit verrechnet. Für Fremdfabrikate, soweit diese einen wesentlichen Bestandteil des Gerätes ausmachen, gelten die Garantiebestimmungen des Herstellers.

Für die Genauigkeitsgarantie sind die technischen Daten dieser Gebrauchsanweisung massgebend.

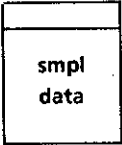

Sind beim Empfang einer Sendung an der Verpackung Beschädigungen sichtbar oder zeigen sich nach dem Auspacken Transportschäden an der Ware, ist der Zusteller unverzüglich zu benachrichtigen und die Aufnahme eines Schadenprotokolles zu verlangen. Das Fehlen einer offiziellen Tatbestandaufnahme entbindet uns von der Ersatzpflicht.

Bei der Rücksendung von Geräten und Zubehörteilen soll nach Möglichkeit die Originalverpackung verwendet werden. Vor dem Einbetten in Holzwolle oder ähnliches Material sind die Teile staubdicht einzupacken (für Apparate unbedingt einen Plastiksack verwenden). Für Schäden, welche durch unzweckmässige Verpackung entstehen, wird die Garantiepflicht abgelehnt.

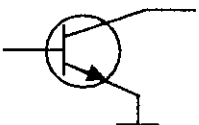
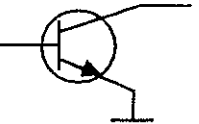
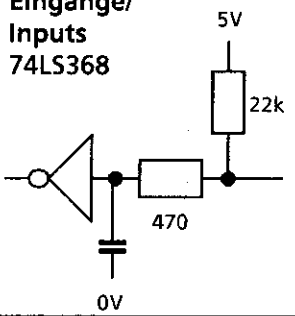

6.3 Liste der Eingabegrößen

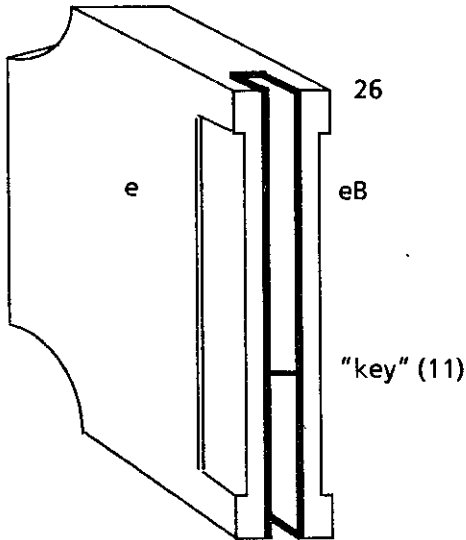

	<u>Eingabegröße</u>	<u>Eingabebereich</u>	<u>Initialwert</u>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> prep steps </div>	<u>Titrationmethoden:</u>		
	output t1	siehe Seite 402	OFF
	pause 1	0...9999 s	0 s
	output t2	siehe Seite 403	OFF
	pause 2	0...9999 s	0 s
	add V	.00...999.99 ml	.00 ml
	pause	0...9999 s	0 s
	electr. input	1; 2; 12	1
	<u>MEAS:</u>		
	t(print)	0...9999 s, OFF	OFF
	el.cal. 0/1 ?	0; 1	0
	reset cal.0/1 ?	0; 1	0
	t.cal.	-20.0... + 200.0 °C	25.0 °C
	pH(S) 1	0.00... ± 20.00	OFF
pH(S) 2	0.00... ± 20.00, OFF	OFF	
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> para- meters </div>	<u>MEAS:</u>		
	temp.	-20.0... + 200.0 °C	25.0 °C
	<u>GET:</u>		
	titr. rate	siehe Seite 305	1 ml/min
	anticip.	0...99	0
	stop V	.00...999.99 ml, OFF	99.99 ml
	stop pH	.00... ± 20.00, OFF	OFF
	stop U	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	stop #EP	1...9, OFF	OFF
	start V	.00...999.99 ml	.00 ml
	start pH	.00... ± 20.00, OFF	OFF
	start U	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	start slope	.00...9.99 /ml, OFF	OFF
	start slope	0...999 mV/ml, OFF	OFF
	EPA/B	0... ± 20.00, OFF	OFF
	EPA/B	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	temp.	-20.0... + 200.0 °C	25.0 °C
	EP crit.	1...8, OFF	3
	<u>SET:</u>		
	EP1 pH	.00... ± 20.00	OFF
	EP1 U	0... ± 2000 mV	OFF
	dyn.ΔpH1 oder 2	.00...20.00, OFF	OFF
	dyn.ΔU1 oder 2	0...2000 mV, OFF	OFF
	drift 1 oder 2	0.3...99.9 mV/s	10.0 mV/s
	t(delay)	0...99 s, INF	10 s
	EP2 pH	.00... ± 20.00, OFF	OFF
	EP2 U	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	temp.	-20.0... + 200.0 °C	25.0 °C
	stop V	.00...999.99 ml, OFF	99.99 ml

	<u>Eingabegrösse</u>	<u>Eingabebereich</u>	<u>Initialwert</u>
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;"> para- meters </div>	<u>MET:</u>		
	vol.step	.01...9.99 ml	.10 ml
	drift	1...999 mV/min, OFF	100 mV/min
	$\Delta t(\text{wait})$	1...999 s	5 s
	stop V	.00...999.99 ml, OFF	99.99 ml
	stop pH	.00... ± 20.00 , OFF	OFF
	stop U	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	stop #EP	1...9, OFF	OFF
	start V	.00...999.99 ml	.00 ml
	start pH	.00... ± 20.00 , OFF	OFF
	start U	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	start slope	.00...9.99 /ml, OFF	OFF
	start slope	0...999 mV/ml, OFF	OFF
	EPA/B pH	0... ± 20.00 , OFF	OFF
	EPA/B U	0... ± 2000 mV, OFF	OFF
	temp.	-20.0... + 200.0 °C	25.0 °C
	EP crit. pH	.10...20.00	.50
EP crit.U	1...999 mV	30 mV	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;"> def records </div>	report	siehe Seite 324	2
	send	siehe Seite 410	OFF
	m	siehe Seite 324	RS1; 99
	com. var.	siehe Seite 324	-
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;"> aux funcs </div>	sample #	0...9999	0
	beep	1...9, OFF	OFF
	time	hh-mm	
	date	jj-mm-tt	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;"> fmla const </div>	CXX	0... ± 8 stelliges Zahlenformat und Dezimalpunkt	0
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; text-align: center;"> smpl size </div>	C00	0... ± 8 stelliges Zahlenformat und Dezimal- punkt und Einheit	0

	<u>Eingabegrösse</u>	<u>Eingabebereich</u>	<u>Initialwert</u>
	silol line	1...40, 99	1
	method	Kennzeichnung, welche im Anwenderspeicher verwendet wurde	
	id.#1, Id.#1	8stellige Zeichenkette	-
	id.#2, Id.#2	8stellige Zeichenkette	-
	c20	0... ± 8stelliges Zahlenformat und Dezimalpunkt	0
	c00, C00	0... ± 8stelliges Zahlenformat und Dezimalpunkt und Einheit	0
	recall	Kennzeichnung, welche im Anwenderspeicher verwendet wurde	-
	store	8stellige Zeichenkette	-
	delete	Kennzeichnung, welche im Anwenderspeicher verwendet wurde	-

6.4 Belegung der Schnittstelle 3.540.2191

3.540.2191	extern	Funktion/Function 686
<p>Ausgänge/ outputs</p>  <p>V_{CEO} 16 V I_C 30 mA</p>	<p>e25 e22 e23 e24 e26</p>	<p>Ausgang/output Nr. I Ausgang/output Nr. II Ausgang/output Nr. III Ausgang/output Nr. IV</p> <p>} L = aktiv/active</p> <p>Impulslänge/pulse width: 240 ms ± 40 ms</p> <p>Stop = L (250 ms)</p>
<p>Ausgänge/ outputs</p>  <p>V_{CEO} 16 V I_C 30 mA</p>	<p>e13 e14 e15 e16 e17 e19 e20</p>	<p>Anschluss 586</p> <p>Schreibstift senken/ lowering of recorder-pen = L</p> <p>Schreibstift heben/ lifting of recorder-pen = L</p> <p>Papiervorschubsteuerung ext./ paper feed control extern = L</p> <p>Stand by = L</p> <p>Vorwärts/forward = L</p> <p>Rückwärts/backward = L</p> <p>Papiervorschubimpulse extern/ paper feed pulses from external</p>
<p>Analog-Signal $I \leq 5$ mA</p>	<p>e18 e21</p>	<p>0 V *</p> <p>U analog</p>
<p>Eingänge/ Inputs 74LS368</p> 	<p>e6 e7 e8 e9 e10</p>	<p>L = Stop (≥ 1.2 s)</p> <p>L = GO (≥ 1.2 s)</p>
<p>Spannungen/ voltages</p>	<p>e4/e5 e3</p>	<p>0 V</p> <p>+ 5 V</p>
<p>Datum/date 26.1.87</p>	<p>Steuer-Ein- und Ausgänge/Control Inputs and Outputs</p> <p>PSM1-Analogausgang/Fernsteuerung mit 686</p> <p>PSM1 Analogue Output/Remote Control with 686</p>	
		<p>3.540.2191/686 4 E 1</p>

3.540.2191	extern	Funktion/Function 686
		<p>Kontaktanordnung am Stecker/ Contact location at the plug</p>  <p>Bestellnummer/ordering number: 3.540.8440</p>
Nicht belegte Anschlüsse/ non-occupied pins	e1, e2, e12	
<p>Für Schäden, die durch unsachgemäßes Zusammenschalten von Geräten entstehen, wird jede Haftung abgelehnt. Any liability for damages due to wrong interconnections between instruments is refused.</p>		
<p>Datum/date 26.1.87</p> 	<p>Steuer-Ein- und Ausgänge/Control Inputs and Outputs PSM1-Analogausgang/Fernsteuerung mit 686 PSM1 Analogue Output/Remote Control with 686</p>	
		<p>3.540.2191/686 4 E 2</p>

6.5 Liste der Zubehörteile

<u>Lieferumfang des Gerätes</u>	2.686.0010
1 Verbindungskabel, Titroprocessor 686 - Multi-Dosimat 665	3.980.3090
1 Adapter-Kabel mit Buchse E und Stecker F	6.2104.000
3 Rollen Thermopapier	6.2237.020
1 Achse zu Thermopapierrolle	6.2241.000
1 Netzkabel mit Kabelsteckdose Typ CEE(22),V Kabelstecker nach Kundenangabe:	
Typ SEV 12 (Schweiz, ...)	6.2122.020
Typ CEE(7),VII (Deutschland ...)	6.2122.040
Typ NEMA/ASA (USA ...)	6.2122.070
1 Staubschutzhülle	6.2723.250
1 Gebrauchsanweisung	
 <u>Optionen:</u>	
Probenwechsler-Schnittstelle	3.540.2191
Verbindungskabel	3.980.2930
 Waagen-Schnittstelle	
Verbindungskabel:	3.540.2210
Sartorius, bit-paralleler/dekaden-serieller Datenausgang	3.980.2770
Sartorius, serieller Datenausgang (RS 232 C/V 24 S)	3.980.2850
Mettler, Datenausgang 03, 05, 011 (CL) oder 016	3.980.2780
Mettler, Datenausgang 017 (CL)	3.980.2790
Mettler, Datenausgang 011 (RS 232 C)	3.980.2800
Sauter, Datenausgang 03	3.980.2780
 Datentransfer-Schnittstelle, RS 232	
	3.540.2210
 Datentransfer-Schnittstelle, IEC	
Verbindungskabel im Fachhandel erhältlich	3.540.2200
Rückwand	4.686.0080
 Schreiber-Schnittstelle	
Verbindungskabel	3.540.2191
	3.980.2920
 Verbindungskabel	
für den Anschluss an Probenwechsler und Labograph 586	3.980.2990
für den Anschluss an Switch-Box 671	3.980.3020
für den Anschluss an Probenwechsler und Switch-Box 671	3.980.3030
für den Anschluss an Labograph 586 und Switch-Box 671	3.980.3040
für den Anschluss an Probenwechsler, Labograph 586 und Switch-Box 671	3.980.3050

6.6 Stichwortverzeichnis

Texte in der Anzeige sind mit , Ausdrücke mit " " und Tasten mit < > bezeichnet.

	<u>Seite</u>		<u>Seite</u>
Abspeichern			
Dateneingaben	213	date	340
Methoden	330	Datenausgabe	341 ff
Silozeilen	335	Dateneingabe	301 ff
add V	301	Datenpunktliste	341
Analogausgang	402, 412	Datenreproduktion	345
Analogeingang	104, 401	Datentransfer	408
Anfangsmesswert	217, 320	<def records>	324
	349, 403	<delete>	213
Anschluss		delete	
Datensystem	408	Anwendermethoden	329
Dosimaten	103	Formeln	321
Messfühler	104	Silozeilen	338, 339
Netz	102	delete not acc.	502
Probenwechsler	402	Diagnoseprogramm	507
Schreiber	412	Differenzpotentiometrie	220
Waage	406	"division by zero"	505
anticip.	305	Dosimatanschluss	103
Anwendermethoden		drift	311, 316
ausarbeiten	214	drift	
laden	330	Kalibrieren	302
löschen	329	MET	311 ff
speichern	330	SET	316 ff
Anwenderspeicher	206, 329	Drucker	105
Arbeitsspeicher	206	"dummy sample size!"	505
"arithmetic overflow"	505	dyn. ΔpH	316
Aufstellen	101	dyn. ΔU	316
Ausschalten	106		
Automatische		EX	502
Äquivalenzpunkt-Auswertung	306, 310, 312 ff	Eichung	302
	324, 341	Einheit	
Reports	340	C00	331
<aux funcs>		Formel, Resultat	320
beep	340	Einschalten	106
XXX btes missing	501	Einwaage	331 ff
Berechnungen	320	Einzelabfragen	348
		e1.cal. 0/1?	302
C00=	331 ff	electr. input	301
C20=	335	Elektroden anschliessen	104
CXX=	320, 323	Endpunkt-Titration	316
change buffer	501	Endvolumen	320, 349
check Dosimat	501, 502	<enter>	213
check electrode	502	EPA	306, 312
<clear>	213	EPB	306, 312
com. var.	324	"#EP not corresponding"	505
Common Variable	326	EP pH	316
Cursor	213	EP U	316
		Äquivalenzpunkt	
		Anzahl	305, 311
		Kriterium	306, 310, 312, 314
		Titration	307, 313

	<u>Seite</u>		<u>Seite</u>
Fehlermeldungen	501 ff	<u>m</u>	324
Fernsteuerung	402, 409	"manual quit"	506
Fix-Endpunkte	306, 312	"manual stop"	506
"Fix-EP not corresponding"	505	Manuelle Reports	345
"Fix-EP outside"	505	<mean>	325
Formel		<MEAS>	209
eingeben	320	"meas pt. overflow"	506
löschen	321	Messeingang	104
sichten	323	definieren	301
"formula missing"	505	Messen	209
Galpattest	515	Messfühler	104
Garantie	603	Messpunktliste	341
Gerätegrundzustand	202	MET	201, 208,
GET	201, 208,		313
	307	<u>method</u>	335
Gleichgewichtstitration	313	<u>method not acc.</u>	503
<GO>	211	Mittelwertberechnung	325 ff
Grundmethode	201	<u>m not acc.</u>	502
ändern	214	Netzanschluss	102
laden	208	<u>no analog input</u>	502
Grundmethodenspeicher	206	<u>no DT interface</u>	503
		<u>no EP set</u>	503
Hauptfunktionstasten	211	"no EPX"	506
Hinweise	219	<u>no fmla const</u>	503
<HOLD>	211	<u>no man. send</u>	503
		<u>no meth.</u>	503
<u>Id.#1</u>	332, 335	"no new com.var."	506
IEC-Bus	408	<u>no printer IF</u>	503
Inkrementelle Titration	313	<u>no SC interface</u>	503
<u>input overrange</u>	502	"no statistic data"	506
"invalid number"	505	"no titration data"	506
Interface	401 ff	<u>offset overrange</u>	504
		On-line-Eingaben	406
Kabel	608	Optionen	401 ff
Kalibrierdaten	302, 341,	<u>output tx</u>	402
reset	303	<paper>	347
Kalibrieren	302	Papier einlegen	105
Kalibrierreport	341	<parameters>	304
Reproduktion	345	<u>pause</u>	301, 402
Kurvenausdruck	344	Periphere Geräte	402 ff
live-keyboard	201	pH-Eichung	302
Löschen von		<u>pH overrange</u>	504
Anwendermethoden	329	<u>pH(S)</u>	302
Formeln	321	pH-Stat	316
Silozeilen	338, 339	<prep steps>	301
		<print>	347
		Probendaten	218, 331
			407, 409
		Probeneinmass	331 ff,
			407
		Probenwechsleranschluss	402
		Programmnummer	508

	<u>Seite</u>		<u>Seite</u>
<QUIT>	211	<u>stop #EP</u>	305, 311
RAM-Initialisierung	515	<u>"stop #EP reached"</u>	506
Reagensdosierung		<u>stop pH</u>	305, 311
GET	307	Stoppkriterien	309
MET	313	<u>stop U</u>	305, 311
SET	317	<u>stop V</u>	305, 311,
<u>recall</u>	329	<u>"stop volt.reached"</u>	316
<u>recall not acc.</u>	504	<u>"stop V reached"</u>	506
<report>	345	<u>store</u>	329
Report		<u>store not acc.</u>	504
automatisch	341	Störungen	501 ff
manuell	345	<u>system err.silo</u>	504
Reproduktion	345	<u>system err.stack</u>	504
Reproduktionen	345		
<u>reset cal. 0/1?</u>	302	Tastenfeld	201
Resultat		<u>t.cal.</u>	302
Berechnung	320	<u>t.cal.m no Pt100</u>	504
Report	341 ff	<u>t(delay)</u>	316
Sichten	348	Technische Daten	601
Rollende Abfragen	201	<u>temp.</u>	209, 304,
Routinebetrieb	218		306, 311,
RS 232-Datenübertragung	408	Temperaturfühler	316
		<u>temp. no Pt100</u>	104
<u>sample #</u>	340	<u>time</u>	504
Schnittstelle	401 ff	Titrationenablauf	340
Schreiberanschluss	412	allgemein	216
<send>	411	GET	307
<u>send</u>	410	MET	313
SET	201, 208,	SET	317
	316	Titrationen-Endvolumen	320, 349
Sicherung	102, 601	Titrationenhinweise	219
<silo>	333 ff	<u>titr. rate</u>	305
<u>silo empty</u>	504	<u>t(print)</u>	302
<u>silo filled</u>	504	<u>Δt (wait)</u>	311
<u>silo line</u>	335	<u>U overrange</u>	504
Silospeicher	333	<user methods>	329
<smpl data>	332		
<smpl size>	331	Verbindungskabel	608
Sondermeldungen	501 ff	<u>vol.step</u>	311
Speicherorganisation	205	Vorbereitungen	101 ff,
Standard			216, 301
Abweichung	324		
Kalibrierdaten	303	Waagenanschluss	406
Parameter	604	"wrong sample"	506
Startkriterien	307	"wrong titr. direction"	506
<u>start pH</u>	305, 311		
<u>start slope</u>	306, 311	Zifferntasten	213
<u>start U</u>	305, 311	Zubehör	608
<u>start V</u>	305, 311		
Statistikberechnung	325		
<STOP>	211		