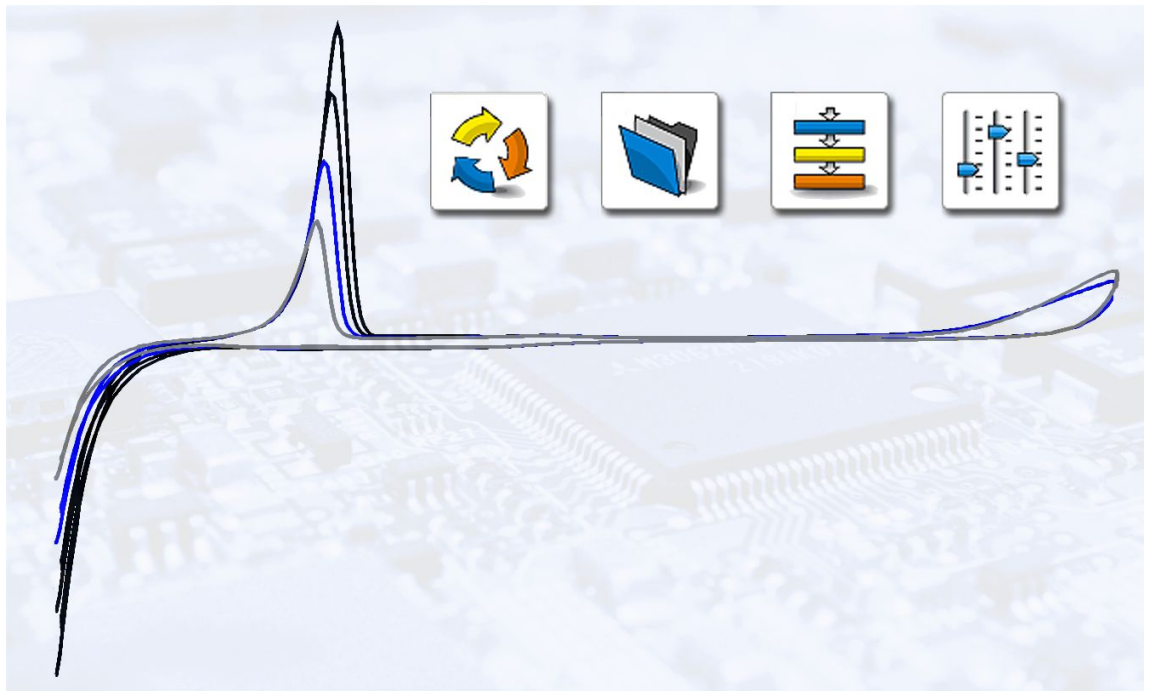




Bedienungslehrgang CVS
8.103.8010DE



Metrohm AG

CH-9100 Herisau

Schweiz

Telefon +41 71 353 85 85

Fax +41 71 353 89 01

info@metrohm.com

www.metrohm.com



Bedienungslehrgang CVS

Teachware
Metrohm AG
CH-9100 Herisau
teachware@metrohm.com

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Diese Dokumentation wurde mit grösster Sorgfalt erstellt. Dennoch sind Fehler nicht vollständig auszuschliessen. Bitte richten Sie diesbezügliche Hinweise an die obenstehende Adresse.

Dokumente in weiteren Sprachen finden Sie auf
<http://documents.metrohm.com>.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Aufbau des Bedienungslehrganges	1
1.2	Programmbeschreibung	1
1.3	Darstellungskonventionen	2
2	Vorbereitungen	3
2.1	Ausrüstung	3
2.2	Lösungen herstellen	4
3	Konfiguration	5
3.1	Software starten	5
4	Manuelle Bestimmung	7
4.1	Konfiguration	7
4.1.1	Gerät konfigurieren	7
4.1.2	Elektroden konfigurieren	8
4.2	Methoden für manuelle Bestimmung	9
4.2.1	Pt-Arbeitselektrode konditionieren	9
4.2.2	Suppressor-Konzentration bestimmen	18
4.2.3	Brightener-Konzentration bestimmen	29
5	Teilautomatisierte Bestimmung	38
5.1	Konfiguration	39
5.1.1	Gerät konfigurieren	39
5.1.2	Elektroden konfigurieren	39
5.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	39
5.1.4	Lösungen definieren	42
5.2	Methoden für teilautomatisierte Bestimmung	44
5.2.1	Pt-Arbeitselektrode konditionieren	44
5.2.2	Suppressor-Konzentration bestimmen	50
5.2.3	Brightener-Konzentration bestimmen	57
6	Automatisierte Bestimmung	63
6.1	Konfiguration	64
6.1.1	Geräte konfigurieren	64
6.1.2	Elektroden konfigurieren	67
6.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	68
6.1.4	Lösungen definieren	68
6.2	Methoden für automatisierte Bestimmung	68
6.2.1	Suppressor-Konzentration bestimmen	68

6.2.2	Brightener-Konzentration bestimmen	78
7	Bestimmungen bearbeiten	88
7.1	Bestimmungen sichten	88
7.2	Resultate anschauen	90
7.3	Bestimmungen nachbearbeiten	92
7.4	Reportvorlage bearbeiten	95
7.5	Bestimmungsreport drucken	98
	Index	100

1 Einleitung

1.1 Aufbau des Bedienungslehrganges

Der vorliegende Bedienungslehrgang beschreibt den ersten Umgang mit der Software **viva**. Anhand der manuellen, teilautomatisierten und automatisierten Bestimmung einer Suppressor-Konzentration und Brightener-Konzentration werden Sie in die wichtigsten Bedienungselemente eingeführt.

Im Programmteil **Konfiguration** definieren Sie die Geräte, Lösungen, Elektroden und Dosiereinheiten.

Im Programmteil **Methode** erstellen Sie die Methoden.

Im Programmteil **Arbeitsplatz** führen Sie die Bestimmungen durch und nehmen Live-Änderungen vor.

Im Programmteil **Datenbank** bearbeiten Sie die Bestimmungen.

1.2 Programmbeschreibung

viva besteht aus folgenden Programmteilen:

Konfiguration



- Konfiguration von Geräten, Elektroden, Lösungen, Rackdaten, Dosiereinheiten und Variablen
- Anwenderverwaltung
- Sicherheitseinstellungen
- Programmadministration

Methode



- Methoden erstellen, bearbeiten und verwalten
- Substanzen und Standards definieren
- Kalibriermethode wählen und Kalibrierparameter definieren
- Resultatdefinition

Arbeitsplatz



- Öffnen von Arbeitsplätzen, Auswählen von Methoden
- Eingabe von Probandaten
- Start von Einzel- und Mehrfachbestimmungen
- Anzeige von Live-Kurven



Datenbank



- Öffnen/Schliessen von Datenbanken
- Verwalten von Bestimmungen
- Nachbearbeiten von Bestimmungen
- Erstellen von Reports

1.3 Darstellungskonventionen

In der vorliegenden Dokumentation können folgende Symbole und Formatierungen vorkommen:

(5-12)	Querverweis auf Abbildungslegende Die erste Zahl entspricht der Abbildungsnummer, die zweite dem Geräteelement in der Abbildung.
1	Anweisungsschritt Führen Sie diese Schritte nacheinander aus.
Methode	Dialogtext, Parameter in der Software
Datei ► Neu	Menü bzw. Menüpunkt
[Weiter]	Schaltfläche oder Taste
	WARNUNG Dieses Zeichen weist auf eine allgemeine Lebens- oder Verletzungsgefahr hin.
	WARNUNG Dieses Zeichen warnt vor elektrischer Gefährdung.
	WARNUNG Dieses Zeichen warnt vor Hitze oder heißen Geräteteilen.
	WARNUNG Dieses Zeichen warnt vor biologischer Gefährdung.
	VORSICHT Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Beschädigung von Geräten oder Geräteteilen hin.
	HINWEIS Dieses Zeichen markiert zusätzliche Informationen und Ratschläge.

2 Vorbereitungen

2.1 Ausrüstung

Für die Durchführung der in diesem Bedienungslehrgang beschriebenen Bestimmungen benötigen Sie folgende Ausrüstung:

Geräte

- 894 Professional CVS
- 858 Professional Sample Processor
- 807 Dosing Unit (drei mit 2 mL und eine mit 50 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 50 mL zum Dosieren von VMS
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Suppressor-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Brightener-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Standardlösung oder Probe
- 843 Pump Station

Elektroden

- Arbeitselektrode **WE**
 - Pt-Elektrodentip (z. B. 6.1204.610)
 - Antriebsachse zu rotierender Scheibenelektrode (RDE) (z. B. 6.1204.510)
- Referenzelektrode **RE**
 - Mit Referenzelektrolyt gefüllte Referenzelektrode (z. B. 6.0728.130)
Referenzelektrolyt: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$
 - Mit Zwischenelektrolyt gefülltes Elektrolytgefäss (z. B. 6.1245.010)
Zwischenelektrolyt: $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$
- Hilfselektrode **AE** (6.0343.100)

Reagenzien

- **VMS** (Virgin make-up solution)
 $\beta(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 60 \text{ g/L}$
 $\sigma(5\text{H}_2\text{SO}_4) = 130 \text{ mL/L}$
 $\beta(\text{Cl}^-) = 50 \text{ mg/L}$
- **Suppressor-Konzentrat**
 $\sigma(\text{Suppressor}) = 1000 \text{ mL/L}$



- **Brightener-Konzentrat**

$$\sigma(\text{Brightener}) = 1000 \text{ mL/L}$$

Zubehör

- Messgefäß 10–90 mL (6.1415.210)
- Messgefäß 10–150 mL (6.1415.250)
- Zwei Glasflaschen 100 mL
- Glasflasche 2 L
- Flaschenhalter (6.2055.110)
- Drei Gewindeadapter GL 45 auf GL 45
- FEP-Schlauch / M6 / 100 cm (6.1805.120)
- Vier FEP-Schläuche / M6 / 200 cm (6.1805.530)

2.2 Lösungen herstellen

VMS

- 1 In einen 2000 mL Messkolben 120 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in ca. 800 mL deionisiertem Wasser lösen.

2



WARNING

Lösung wird heiss!

Vorsichtig 260 mL H₂SO₄ konz. und 0.165 g NaCl zugeben.

- 3** Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur mit deionisiertem Wasser auf 2000 mL auffüllen.

Suppressor-Standardlösung

Für die Herstellung der Suppressor-Standardlösung wird Suppressor-Konzentrat verwendet.

- 1 In einen 50 mL Messkolben VMS vorlegen, 0.5 mL Suppressor-Konzentrat dazugeben und mit VMS auf 50 mL auffüllen.

Standardlösung: $\sigma(\text{Suppressor}) = 10 \text{ mL/L}$.

3 Konfiguration

Die via USB-Anschluss mit dem PC verbundenen Metrohm-Geräte werden beim Programmstart automatisch erkannt, ebenso die an MSB-Anschlüssen von USB-Geräten angeschlossenen Geräte (Dosinos, Probenwechsler).

Im Programmteil **Konfiguration** wird definiert, was in einer Methode und am Arbeitsplatz verwendet wird. Dazu gehören:

- Geräte
- Dosiereinheiten
- Lösungen
- Sensoren/Elektroden
- Rackdaten
- Common Variablen/Globale Variablen

3.1 Software starten



HINWEIS

Geräte werden automatisch erkannt und können von **viva** überwacht werden.

Um das Programm **viva** zu starten, gehen Sie wie folgt vor:

- 1 Das Symbol von **viva** auf dem Desktop anklicken.
- 2 Benutzername und Passwort (falls definiert) eingeben und **[OK]** anklicken.
- 3 Das Symbol **[Konfiguration]** anklicken.



Das Dialogfenster des Programmteils **Konfiguration** wird geöffnet. Es können maximal sechs Unterfenster angezeigt werden. Zur Auswahl stehen:

Geräte

Anzeige der automatisch erkannten Geräte.

Dosiereinheiten

Anzeige der automatisch erkannten Dosiereinheiten.

Lösungen

Anzeige der Daten der definierten Lösungen.

Sensoren/Elektroden

Anzeige der Daten für alle definierten Sensoren und Elektroden.



Rackdaten	Anzeige der Daten der automatisch erkannten Metrohm-Probenracks.
Common Variablen	Anzeige der Daten aller Common Variablen.
Globale Variablen	Anzeige der Daten aller Globalen Variablen.

4 Manuelle Bestimmung

Eine manuelle Bestimmung wird mit folgendem Gerät durchgeführt:

- 894 Professional CVS

4.1 Konfiguration

4.1.1 Gerät konfigurieren

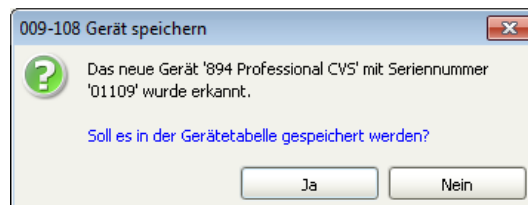
894 Professional CVS

Um das 894 Professional CVS zum ersten Mal zu starten, gehen Sie wie folgt vor:

1 Gerät anschliessen

- Mit dem Netzkabel (6.2122.0x0) das 894 Professional CVS am Stromnetz anschliessen.
- Das Controller-Kabel (6.2151.000) am Anschluss "Controller" des 894 Professional CVS anschliessen.
- Den USB-Stecker des Controller-Kabels an einem USB-Anschluss des PCs anschliessen.

Das 894 Professional CVS wird bei aktiver USB-Verbindung gestartet und von **viva** automatisch erkannt.



2 Gerät in Tabelle speichern

Die Meldung mit **[Ja]** bestätigen.

Das Dialogfenster **Eigenschaften - 894 Professional CVS - 'Gerätename'** wird geöffnet.



Eigenschaften - 894 Professional CVS - 894_1

Allgemein GLP

Gerätename 894_1

Gerätetyp 894 Professional CVS

Programmversion 5.884.0011

Geräte-Seriennummer 01109

FPGA-Version 0

Inbetriebnahme 2013-03-28 16:06:04 UTC+1

Bemerkungen

OK Abbrechen

3 Gerätenamen eingeben (optional)

Auf der Registerkarte **Allgemein** im Feld **Gerätename** einen neuen Namen für das Gerät eintragen und das Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.

Das neu erkannte Gerät wird im Unterfenster **Geräte** in der Gerätetabelle eingetragen.



HINWEIS

Um eine hohe Messgenauigkeit zu gewährleisten, muss der Kalibrator aktiviert werden (siehe Handbuch – Kurzanleitung 894 Professional CVS).

4.1.2 Elektroden konfigurieren

Die Elektroden werden im Unterfenster **Sensoren/Elektroden** konfiguriert.

Bei den hier verwendeten Methodenvorlagen werden die standardmässig aufgelisteten Elektroden verwendet.

Sensoren/Elektroden					
	Sensorname ▲	Sensortyp	Gerätename	Inbetriebnahme	Verfallsdatum
▶ 1	Auxiliary electrode	Hilfselektrode		2012-12-12	
2	RDE	RDE		2012-12-12	
3	Reference electr...	Referenzelektrode		2012-12-12	
4	Temperature sen...	Temperatursensor		2012-12-12	

Bearbeiten ▼

◀ ▶

4.2 Methoden für manuelle Bestimmung

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die zum Aufnehmen von Voltammogrammen nötig sind. Dazu gehören:

- Geräte und deren Startparameter
- Ablauf einer Methode definieren. Er besteht aus Spuren, die aus verschiedenen Befehlen aufgebaut sind.
- Parameter für die Auswertung der Voltammogramme
- Resultatdefinitionen

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

- Eine Methode zur manuellen Konditionierung der Pt-Arbeitsselektrode
- Eine Methode zur manuellen Bestimmung der Suppressor-Konzentration (Einzelbestimmung)
- Eine Methode zur manuellen Bestimmung der Brightener-Konzentration (Einzelbestimmung)

4.2.1 Pt-Arbeitsselektrode konditionieren

Die Pt-Arbeitsselektrode muss vor der Analyse konditioniert werden. Bei regelmäßigem Gebrauch muss eine Konditionierung mindestens täglich durchgeführt werden.

4.2.1.1 Methode erstellen

viva enthält Methodenvorlagen, welche alle erforderlichen Befehle enthalten, um eine Bestimmung durchzuführen. Diese Methodenvorlagen können individuell angepasst werden. Sie können z. B. Parameter ändern, eine andere Datenbank zum Speichern von Bestimmungen wählen oder zusätzliche Befehle hinzufügen.

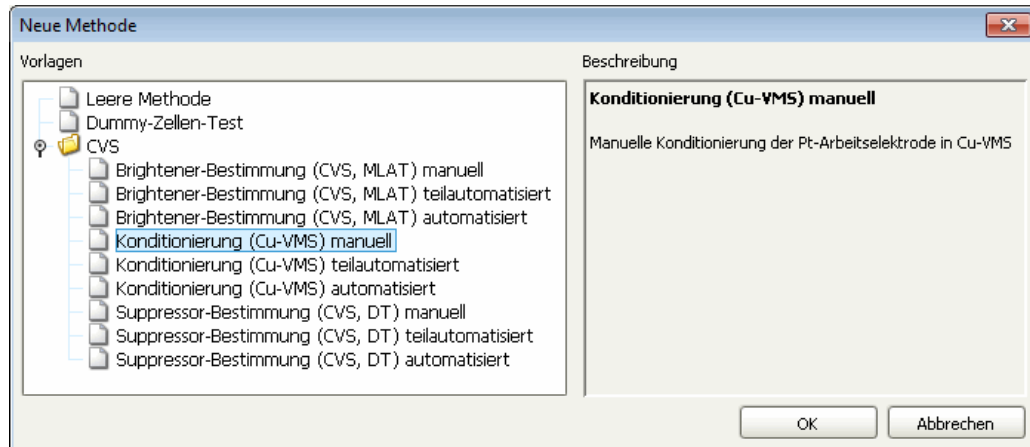
Es ist empfehlenswert, mit einer Methodenvorlage zu arbeiten, Sie haben aber auch die Möglichkeit, eine Methode komplett neu zu erstellen. Dazu wählen Sie die Methodenvorlage **Leere Methode**.

Methodenvorlage laden



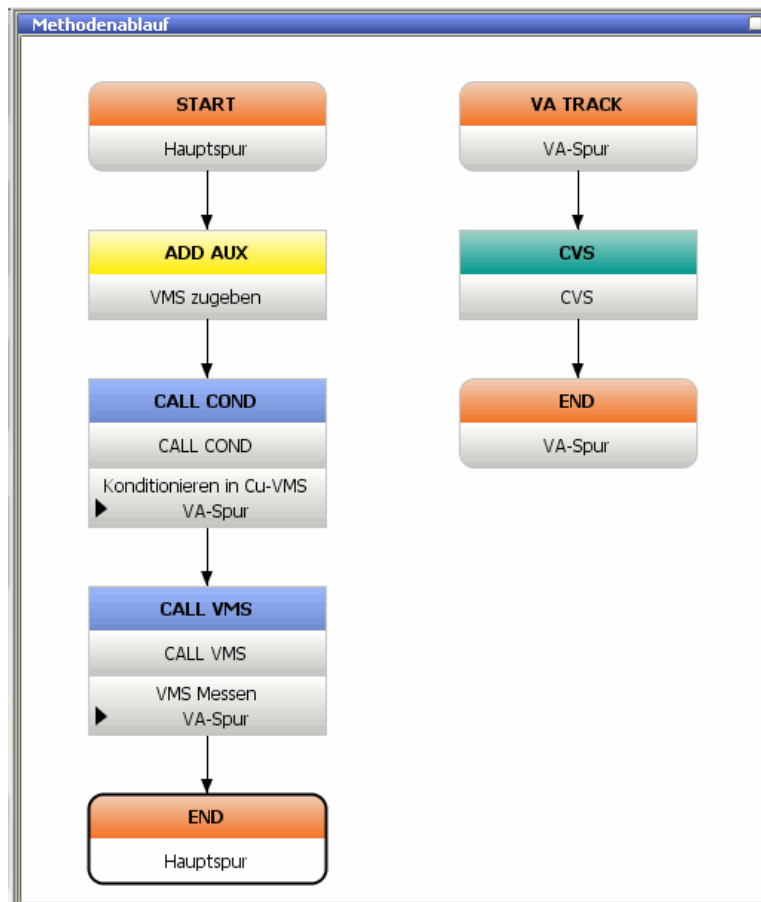
1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.

2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.



- 3 Unter **Vorlagen ► CVS**, im linken Teil des Fensters, **Konditionierung (Cu-VMS) manuell** auswählen und **[OK]** klicken.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



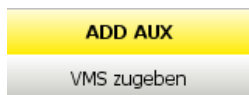
Die Methode besteht aus einer Hauptspur und einer VA-Spur. Der Befehl **CVS** ist in eine separate VA-Spur ausgelagert um sicherzustellen

len, dass bei jedem erneuten Aufruf mit denselben voltammetrischen Parametern gemessen wird.

Bedeutung der einzelnen Befehle

Für eine Konditionierung der Pt-Arbeits Elektrode werden die folgenden Befehle benötigt:

Hauptspur



Mit dem Befehl **ADD AUX** wird die Zugabe einer Hilfslösung definiert. Es wird angegeben, wie gross das zuzugebende Volumen ist, wie die Zugabe erfolgt (manuell oder mit Dosierer) und welche Meldungen angezeigt werden sollen.



Mit dem Befehl **CALL COND** wird die VA-Spur aufgerufen. Sie wird so lange ausgeführt, bis eines der definierten Stoppkriterien erfüllt ist. Dieser Befehl wird zum Konditionieren der Arbeitselektroden in der Cu-VMS verwendet.



Mit dem Befehl **CALL VMS** wird die VA-Spur erneut aufgerufen. Die in der aufgerufenen VA-Spur aufgenommenen Daten werden für die Berechnung des VMS-Wertes zur Normierung der Kalibrierkurven in der Kalibriermethode DT (Dilution Titration) verwendet.

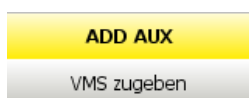
VA-Spur



Mit dem Befehl **CVS** werden CVS-Messungen (Cyclic Voltammetric Stripping) durchgeführt.

Befehlsparameter definieren

In den Methodenvorlagen müssen noch verschiedene applikationsspezifische Parameter angepasst werden. Diese Parameter entnehmen Sie der Applikationsdokumentation. Um die applikationsspezifischen Parameter anzupassen, gehen Sie wie folgt vor:



- 1 Auf Befehl **ADD AUX** doppelklicken.

Das Dialogfenster **ADD AUX - VMS zugeben** wird geöffnet.

- 2 Im Bereich **Hilfslösung** im Feld **Volumen** das applikationsspezifische Volumen eintragen.

Im Bereich **Hilfslösung** ist die Lösung **VMS** vorgegeben.

Im Bereich **Zugabe** ist die Option **Manuell zugeben** ausgewählt.

8 Die applikationsspezifischen Parameter aus der Applikationsdokumentation eintragen.

9 Das Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.

Methodentest

Um die Methode vor dem Speichern auf Plausibilität zu testen, gehen Sie wie folgt vor:

1 Das Menü **Datei ► Methodentest** oder das Icon  anklicken.

2 Meldung mit **[OK]** bestätigen.
Eventuelle Fehler korrigieren.

Methode speichern

Nachdem Sie alle relevanten Parameter für die Methode eingegeben und kontrolliert haben, speichern Sie die Methode wie folgt ab:

1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.

2 Im Feld **Methodenname** den Namen **Konditionierung (Cu-VMS) manuell** für die Methode eingeben.

3 **[Speichern]** anklicken.

4.2.1.2 Konditionierung durchführen

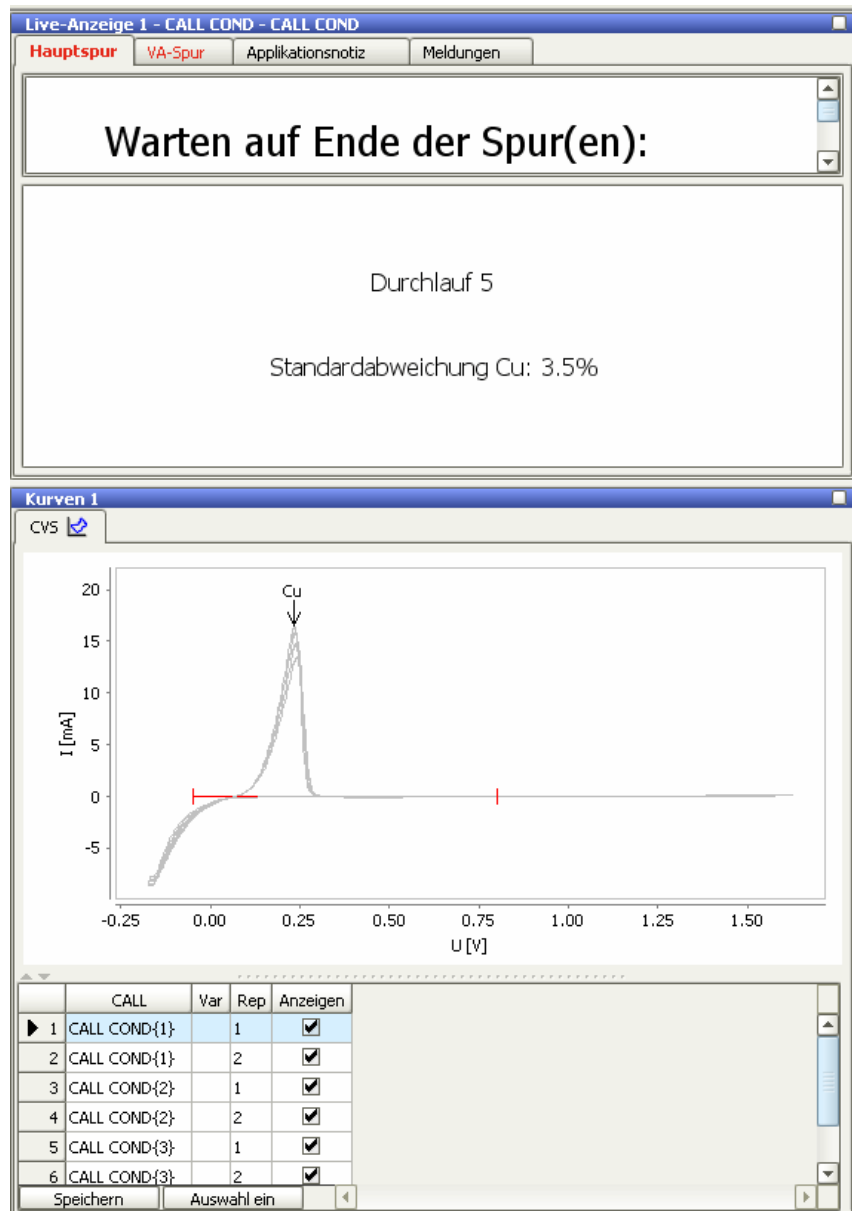
Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

Pt-Arbeitselektrode konditionieren



1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.

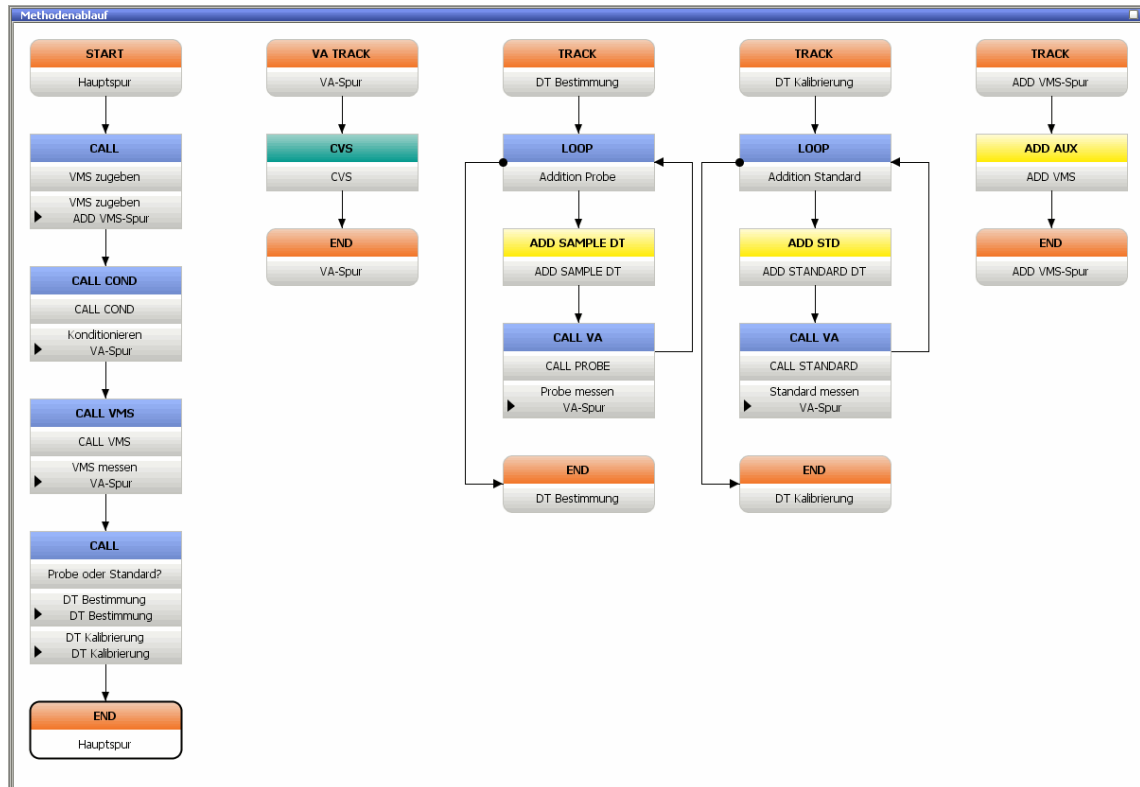
2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.



Sobald ein Stoppkriterium erreicht ist, wird die Konditionierung beendet. Anschliessend wird mit dem Befehl **CALL VMS** die VA-Spur erneut aufgerufen und die VMS gemessen. Das in der VMS gemessene Signal (die konditionierte Fläche x [C]) wird als Ergebnis in der Standarddatenbank **viva** abgelegt.

In dieser Methode entspricht ein Durchlauf drei Sweeps (Spannungsdurchläufe). Der erste Sweep (Vorbereitungszyklus) wird verworfen, der zweite und dritte Sweep (Messzyklus, Replikation) werden für die Berechnung der relativen Standardabweichung verwendet.

Die erste Berechnung erfolgt nach dem Ende des zweiten Durchlaufs.



Bedeutung der einzelnen Befehle

Für eine manuelle Bestimmung der Suppressor-Konzentration werden die folgenden Befehle benötigt:

Hauptspur



Ruft die Spur **ADD VMS-Spur** auf.



(siehe "Bedeutung der einzelnen Befehle", Seite 11)



Ruft die VA-Spur auf (siehe "Bedeutung der einzelnen Befehle", Seite 11).



CALL	
	Probe oder Standard?
▶	DT Bestimmung
	DT Bestimmung
▶	DT Kalibrierung
	DT Kalibrierung

Abhängig vom ausgewählten Probenotyp im Arbeitsplatz (**Probe** oder **Standard**) wird die Spur **DT Bestimmung** oder **DT Kalibrierung** aufgerufen.

VA-Spur

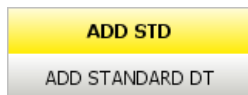


Mit dem Befehl **CVS** werden CVS-Messungen (Cyclic Voltammetric Stripping) durchgeführt.

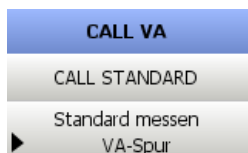
DT Kalibrierung



Nach Aufruf der Spur **DT Kalibrierung** durch den Befehl **CALL** erscheint nach jedem Messzyklus die Aufforderung **Standard zugeben**, bis das im Befehl definierte Stoppkriterium erfüllt ist.



In diesem Befehl ist die Zugabe der Standardlösung definiert (Anzahl und Grösse des Volumeninkrementes).



Ruft die VA-Spur auf, in welcher die CVS-Messungen nach der manuellen Zugabe von Suppressor-Standardlösung durchgeführt werden.

DT Bestimmung



Nach Aufruf der Spur **DT Bestimmung** durch den Befehl **CALL** erscheint nach jedem Messzyklus die Aufforderung **Probe zuzugeben**, bis das im Befehl definierte Stoppkriterium erfüllt ist.



In diesem Befehl ist die Zugabe von Probe definiert (Anzahl und Grösse des Volumeninkrements).



Ruft die VA-Spur auf, in welcher die CVS-Messungen nach der manuellen Zugabe von Probe durchgeführt werden.

ADD VMS-Spur



In diesem Befehl ist die Zugabe von VMS definiert (Volumen und Zugabeart für das Dosieren der Hilfslösung).

4.2.2.2 Auswertung definieren

Im Unterfenster **Auswertung** des Programms **Methode** werden die Parameter zur Auswertung der Voltammogramme definiert. Jede Analyse besitzt einen eigenen Satz von Auswerteparametern.

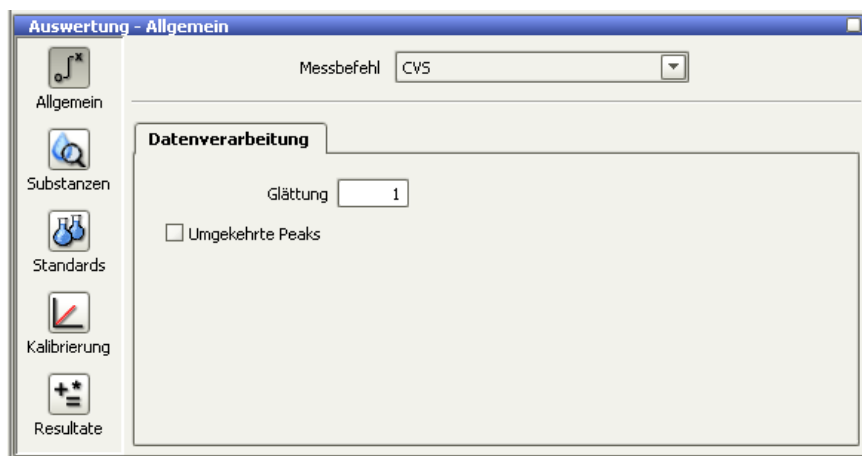
In den Methodenvorlagen sind alle relevanten Auswerteparameter vordefiniert. Die Auswerteparameter können individuell definiert werden, und die angepasste Methodenvorlage kann anschliessend neu gespeichert werden.

Allgemein

Im Bereich **Allgemein** werden diejenigen Parameter definiert, die zur Verarbeitung der aufgenommenen Daten und zur Darstellung der Messkurven für alle Substanzen verwendet werden.



- 1 Die Schaltfläche **Allgemein** anklicken.



Im Auswahlfeld ist automatisch der in der Methodenvorlage definierte VA-Messbefehl für die Datenaufnahme angegeben.

Die Einträge auf der Registerkarte **Datenverarbeitung** werden übernommen.

Substanzen

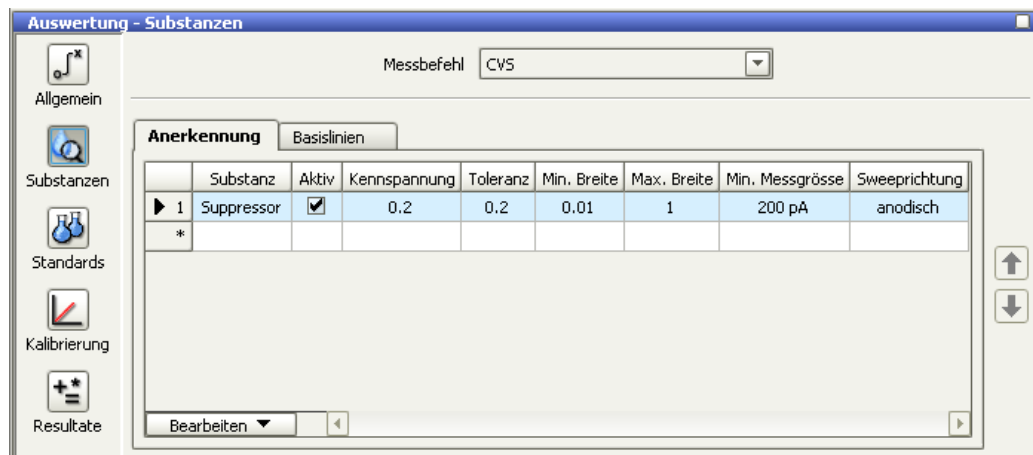
Im Bereich **Substanzen** wird definiert, welche Substanz bestimmt werden soll.

Auf der Registerkarte **Anerkennung** werden der Substanzname, die Peakposition und die Toleranzen für die Peakanerkennung parametrisiert.

Auf der Registerkarte **Basislinien** werden der Basislinientyp sowie der Startfusspunkt und Endfusspunkt definiert.



- 1** Die Schaltfläche **Substanzen** anklicken.

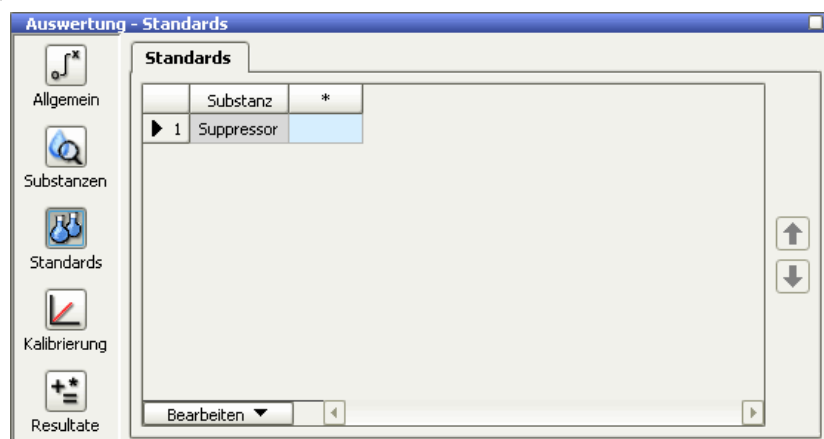


Standards

Im Bereich **Standards** werden die Standardlösungen für die Kalibrierung definiert.

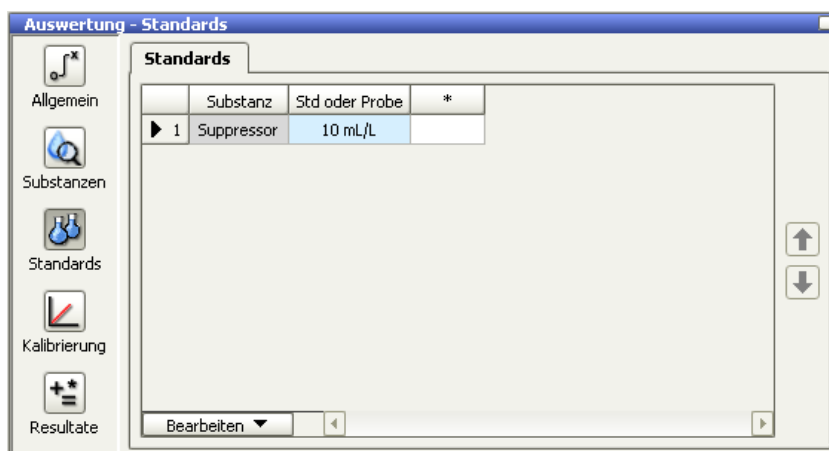


- 1** Die Schaltfläche **Standards** anklicken.



- 2 Das Menü **Bearbeiten** ► **Übernehmen aus ADD STD** anklicken.

Der im Befehl **ADD STD** im Feld **Lösungen** eingetragene Lösungsname wird in die Spalte * eingetragen.

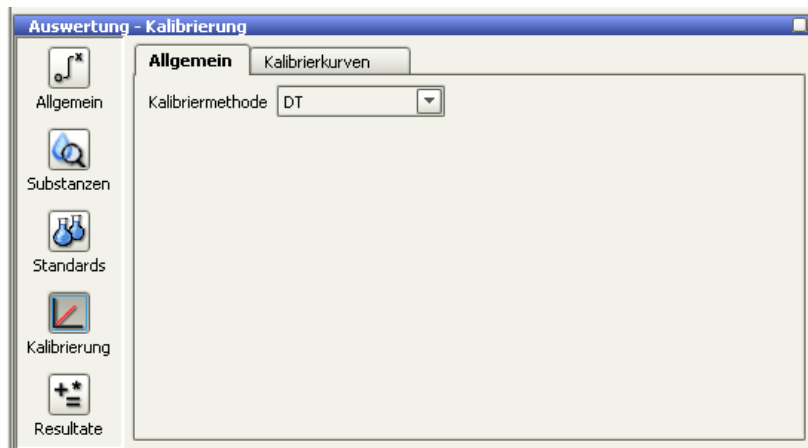


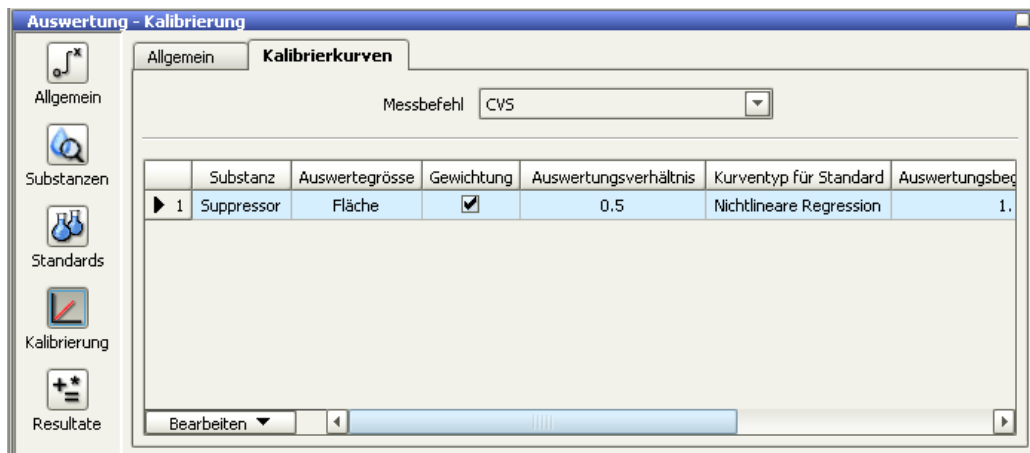
Kalibrierung

Im Bereich **Kalibrierung** wird die Kalibriermethode ausgewählt. Auf der Registerkarte **Kalibrierkurven** wird der Kalibrierkurventyp, die Auswertungsgröße (Peakfläche oder Peakhöhe), das gewünschte Auswertungsverhältnis und der Auswertungsbeginn für die Kalibrierung und Bestimmung definiert.



- 1 Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.





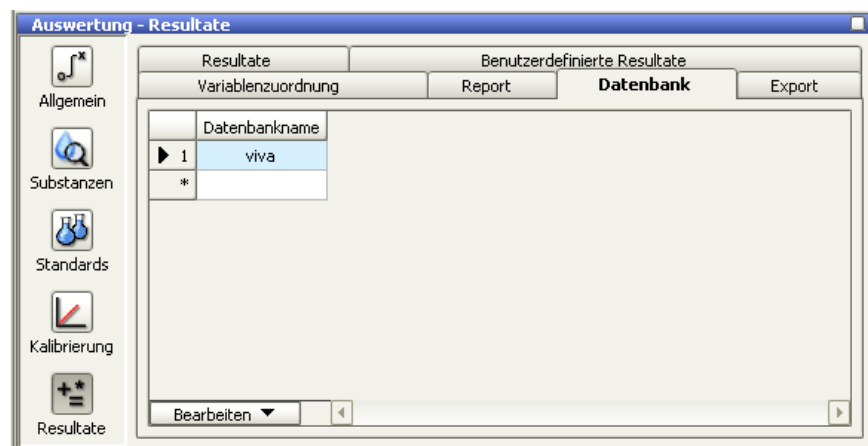
Resultate

Im Bereich **Resultate** wird die Datenbank angegeben, in der die Resultate abgelegt werden. Die Ausgabe, der Export und zusätzliche Resultate können vom Benutzer definiert werden.



1 Datenbank auswählen

- Die Schaltfläche **Resultate** anklicken.
- Die Registerkarte **Datenbank** auswählen.
- Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Datenbank wählen** öffnen.
- Im Auswahlfeld **Datenbank** die Datenbank auswählen, in welcher die Resultate gespeichert werden sollen.
- **[OK]** anklicken.



2 Report definieren

- Die Registerkarte **Report** auswählen.

- Über das Menü **Bearbeiten ► Neu...** das Dialogfenster **Ausgabe** öffnen.
- Im Auswahlfeld **Reportvorlage** eine Reportvorlage auswählen, mit der ein Report gedruckt werden soll.



- **[OK]** anklicken.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

Nachdem Sie alle relevanten Parameter für die Methode kontrolliert oder eingegeben haben, speichern Sie die Methode wie folgt ab:

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** den Namen **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) manuell** für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

4.2.2.3 Bestimmung durchführen

Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

Kalibrierkurve aufnehmen



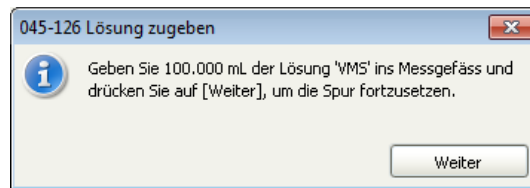
- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.



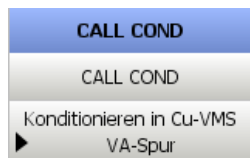
- Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT)** manuell auswählen.
- Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Standard** wählen.



- 5 **[Start]** drücken.
 - Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint.



- 6 Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.
- 7 Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



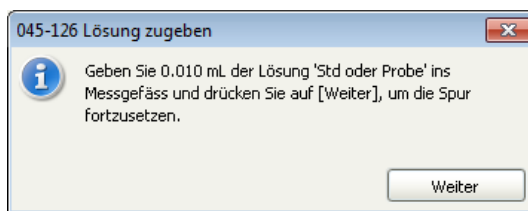
Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



HINWEIS

Ist die Messzelle noch von vorhergehenden Bestimmungen mit Suppressor verunreinigt, kann die definierte relative Standardabweichung von 0.5 % nicht erreicht werden. In diesem Fall müssen die Elektroden und das Messgefäß gründlich mit destilliertem Wasser gespült werden.

- Es wird nun das VMS-Signal gemessen.
- Die Aufforderung für die Zugabe der Lösung **Std oder Probe** erscheint.



- 10** Das der Meldung entsprechende Volumen Suppressor-Standardlösung durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.
- 11** Der Schritt **10** wird so lange wiederholt, bis das Stoppkriterium erreicht ist. Das Stoppkriterium ist im folgenden Befehl definiert:



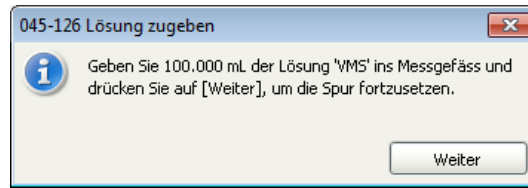
- 12** Die Kalibrierkurve wird in der Datenbank gespeichert.
- 13** Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit destilliertem H₂O gut spülen.
- 14** Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

Suppressor-Konzentration bestimmen

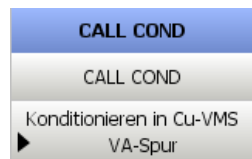


- 1** Das Symbol des Programnteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2** Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3** Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) manuell** auswählen.
- 4** Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.
- 5** **[Start]** drücken.
Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint.





- Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.
- Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



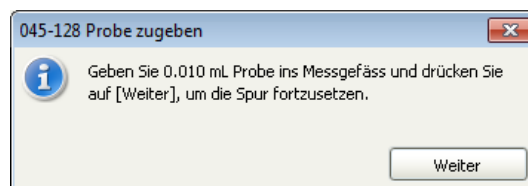
Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



HINWEIS

Ist die Messzelle noch von vorhergehenden Bestimmungen mit Suppressor verunreinigt, kann die definierte relative Standardabweichung von 0.5 % nicht erreicht werden. In diesem Fall müssen die Elektroden und das Messgefäß gründlich mit destilliertem Wasser gespült werden.

- 8** Es wird nun das VMS-Signal gemessen.
- 9** Die Aufforderung für die Zugabe der Probe erscheint.



- 10** Das der Meldung entsprechende Volumen Probe durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.
- 11** Der Schritt **10** wird so lange wiederholt, bis das Stoppkriterium erreicht ist. Das Stoppkriterium ist im folgenden Befehl definiert:



- 12** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 13** Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit destilliertem H₂O gut spülen.
- 14** Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

4.2.3 Brightener-Konzentration bestimmen

Die Zugabe von Brightener zu einer Kupferlösung erhöht die Abscheidung von Cu auf der Elektrodenoberfläche. Die Brightener-Konzentration in einem Galvanikbad wird mit der Kalibriermethode **MLAT** (Modified Linear Approximation Technique) bestimmt.

Zunächst wird die sogenannte **Intercept-Lösung** (VMS + Überschuss Suppressor) gemessen. Daraus wird die Ladung Q_0 berechnet und als Intercept-Wert gespeichert. Der Intercept-Wert (Blindwert) wird bei den nachfolgenden Messungen vom Messwert abgezogen.

Die Methode zur manuellen Bestimmung der Brightener-Konzentration beinhaltet:

- Aufnahme des Cyclovoltammogrammes der Intercept-Lösung (Ladung Q_0 von Intercept-Lösung. Q_0 = Intercept-Wert)
- Aufnahme des Cyclovoltammogrammes der Intercept-Lösung + Probe (Ladung Q von Probe)
- Aufnahme des Cyclovoltammogrammes der Intercept-Lösung + Probe + Standardaddition 1 (Ladung Q von Standard 1)
- Aufnahme des Cyclovoltammogrammes der Intercept-Lösung + Probe + Standardaddition 2 (Ladung Q von Standard 2)

Daraus kann mittels einer linearen Regression eine Kalibrierkurve berechnet werden.

4.2.3.1 Methode erstellen

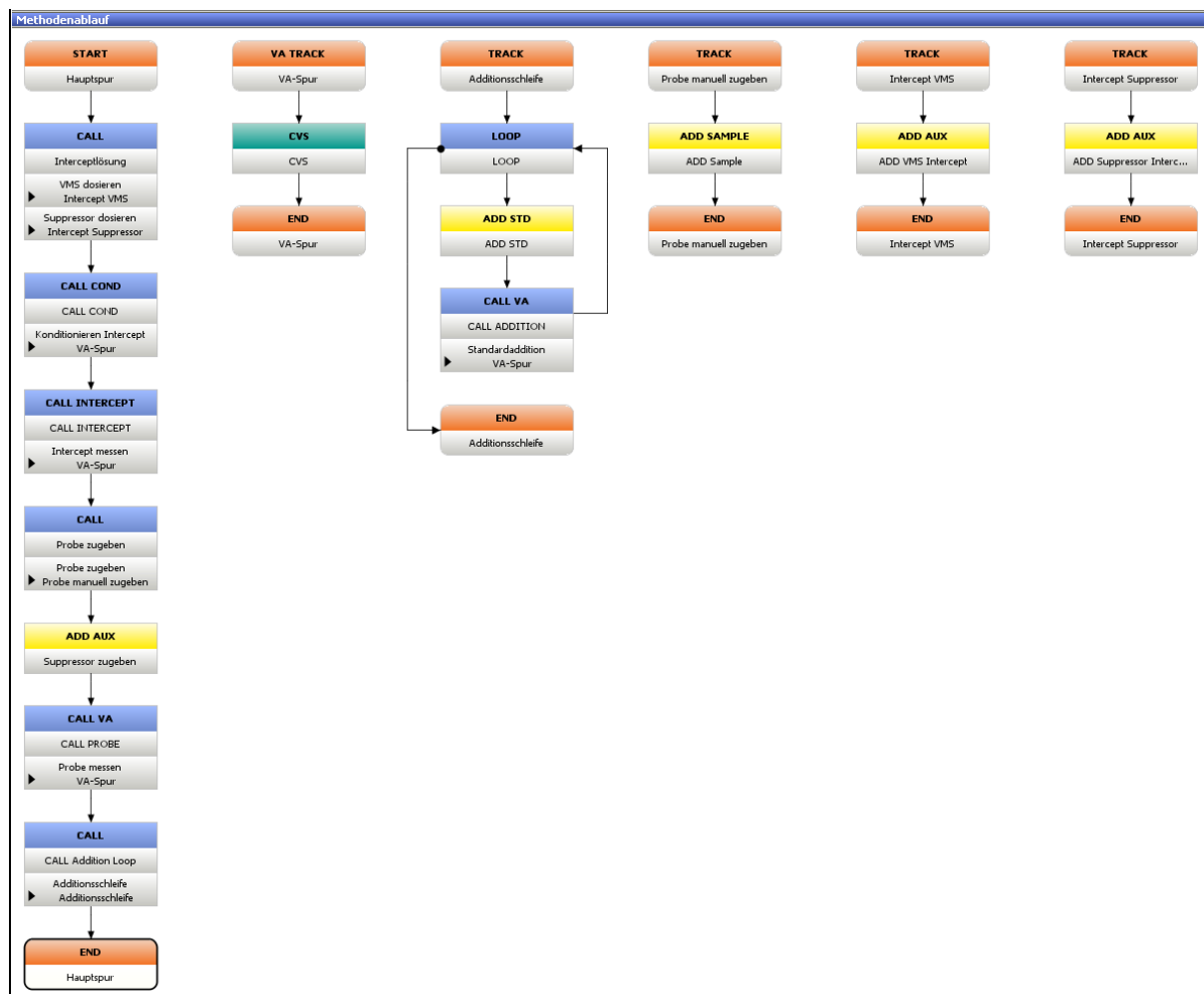
Methodenvorlage laden



- 1** Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.

- Über das Menü **Datei ▶ Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.
- Unter **Vorlagen ▶ CVS**, im linken Teil des Fensters, **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT)** manuell auswählen und mit **[OK]** bestätigen.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Bedeutung der einzelnen Befehle

Für eine manuelle Bestimmung der Brightener-Konzentration werden die folgenden Befehle benötigt:

Hauptspur

CALL	
	Interceptlösung
►	VMS dosieren Intercept VMS
	Suppressor dosieren
►	Intercept Suppressor

Ruft parallel die **Spur** zum Dosieren von VMS (**Intercept VMS**) und die **Spur** zum Dosieren von Suppressor-Konzentrat (**Intercept Suppressor**) auf.

CALL COND
CALL COND
Intercept konditionieren ▶ VA-Spur

Mit dem Befehl **CALL COND** wird die **VA-Spur** aufgerufen. Sie wird so lange ausgeführt, bis eines der definierten Stoppkriterien erfüllt ist. Dieser Befehl wird zum Konditionieren von Elektroden in der Intercept-Lösung verwendet.

- CALL INTERCEPT
- CALL INTERCEPT
 - Intercept messen
 - VA-Spur

Ruft die **VA-Spur** auf, um die Ladung Q_0 in der Intercept-Lösung zu messen.

CALL

- Probe zugeben
- Probe zugeben
- Probe manuell zugeben

Ruft die Spur **Probe manuell zugeben** auf.

ADD AUX
Suppressor zugeben

Befehl für die Zugabe von Suppressor-Konzentrat zur Intercept-Lösung + Probe. Suppressor-Konzentrat wird nochmals zugegeben, damit der Q_0 -Wert nicht erhöht wird.

CALL VA
CALL PROBE
Probe messen
▶ VA-Spur

Ruft die VA-Spur auf, in welcher die CVS-Messungen nach der Zugabe von Probe durchgeführt werden.

CALL

CALL Addition Loop

Additionsschleife

► Additionsschleife

Ruft die Spur **Additionsschleife** auf, in welcher die Zugabe von Brighter-Standardlösung definiert ist.

VA-Spur

CVS
CVS

(siehe "VA-Spur", Seite 11).

Additionsschleife

LOOP

Nach Aufruf der Spur **Additionsschleife** durch den Befehl **CALL Addition Loop** erscheint vor jedem Messzyklus die Aufforderung Brightener-Standardlösung zuzugeben, bis das im Befehl definierte Stoppkriterium erfüllt ist.



In diesem Befehl ist die Zugabe der Brightener-Standardlösung definiert (Anzahl und Grösse des Volumeninkrementes).



Ruft die **VA-Spur** auf, in welcher die CVS-Messungen nach der Zugabe von Brightener-Standardlösung durchgeführt werden, um die Ladung Q von Standardaddition 1 und die Ladung Q von Standardaddition 2 messen.

Probe manuell zugeben



Befehl zum manuellen Dosieren von Probe.

Intercept VMS



Befehl zum manuellen Dosieren von VMS der Intercept-Lösung.

Intercept Suppressor



Befehl zum manuellen Dosieren von Suppressor-Konzentrat der Intercept-Lösung.

4.2.3.2 Auswertung definieren

Neben den vordefinierten Parametern werden noch die spezifischen Parameter zur Auswertung der Voltammogramme der Brightener-Bestimmung definiert.

Substanzen

Im Bereich **Substanzen** wird die applikationsspezifische Kennspannung definiert.



- 1 Die Schaltfläche **Substanzen** anklicken.
- 2 Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Substanzen - Anerkennung** öffnen.
- 3 Im Feld **Kennspannung** den applikationsspezifischen Wert eintragen.

Kalibrierung

Im Bereich **Kalibrierung** die Kalibriermethode **MLAT** für die Brightener-Bestimmung auswählen.



- 1 Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.

Resultate

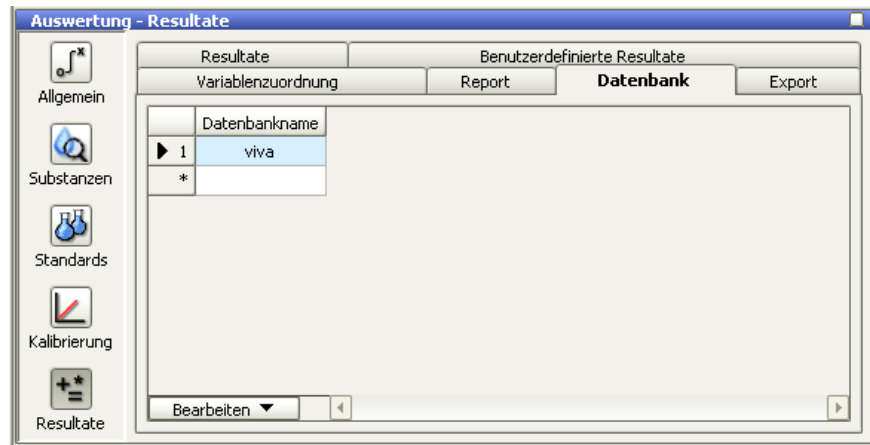
Im Bereich **Resultate** wird die Datenbank angegeben, in der die Resultate abgelegt werden. Die Ausgabe, der Export und zusätzliche Resultate können vom Benutzer definiert werden.



- 1 **Datenbank auswählen**

- Die Schaltfläche **Resultate** anklicken.
- Die Registerkarte **Datenbank** auswählen.
- Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Datenbank wählen** öffnen.

- Im Auswahlfeld **Datenbank** die Datenbank auswählen, in welcher die Resultate gespeichert werden sollen.
- **[OK]** anklicken.



2 Report definieren

- Die Registerkarte **Report** auswählen.
- Über das Menü **Bearbeiten ► Neu...** das Dialogfenster **Ausgabe** öffnen.
- Im Auswahlfeld **Reportvorlage** eine Reportvorlage auswählen, mit der ein Report gedruckt werden soll.



- **[OK]** anklicken.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

Nachdem Sie alle relevanten Parameter für eine Methode eingegeben und kontrolliert haben, speichern Sie die Methode wie folgt ab:

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** den Namen **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) manuell** für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

4.2.3.3 Bestimmung durchführen

Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

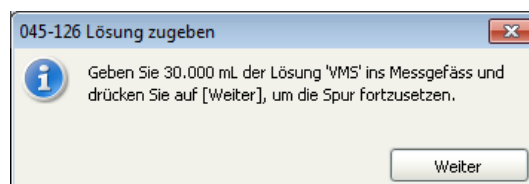
Brightener-Bestimmung durchführen



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) manuell** auswählen.
- 4 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.
- 5 Im Feld **Probenmenge** den applikationsspezifischen Wert für die Probenmenge eingeben.
- 6 **[Start]** drücken.

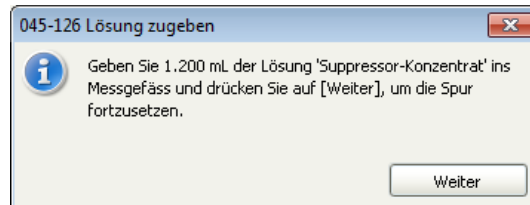


Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint.



- 7** Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Die Aufforderung für die Zugabe von Suppressor-Konzentrat erscheint.



- 8** Das in der Meldung angezeigte Volumen Suppressor-Konzentrat durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

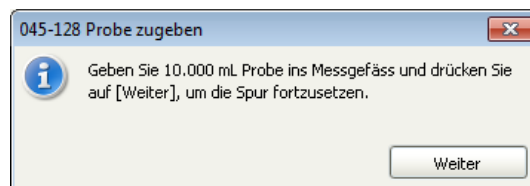
- 9** Nach den Zugaben wird der folgende Befehl ausgeführt:



Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.

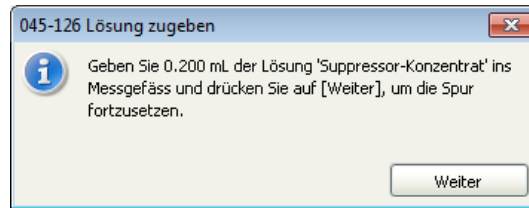
- 10** Es wird nun der Intercept-Wert gemessen.

Nachdem die Messung des Intercept-Wertes abgeschlossen wurde, erscheint die Aufforderung zur Zugabe der Probe.



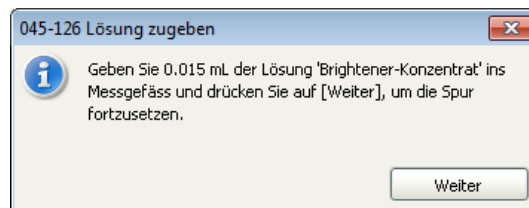
- 11** Das in der Meldung angezeigte Volumen Probe durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Die Aufforderung für die Zugabe von zusätzlichem Suppressor-Konzentrat erscheint.



- 12** Das in der Meldung angezeigte Volumen Suppressor-Konzentrat durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Nachdem die Probe gemessen wurde, erscheint die Aufforderung zur Zugabe von Brightener-Konzentrat.

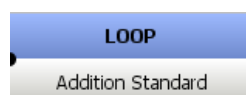


- 13** Das in der Meldung angezeigte Volumen Brightener-Konzentrat durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Das Zugabevolumen ist im folgenden Befehl definiert:



- 14** Der Schritt **13** wird ein zweites Mal wiederholt. Die Anzahl der Wiederholungen ist im folgenden Befehl definiert:



- 15** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 16** Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit destilliertem H_2O gut spülen.
- 17** Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

5 Teilautomatisierte Bestimmung

Bei einer teilautomatisierten Bestimmung können Proben, Additive und die VMS entweder automatisiert über Dosiereinheiten oder manuell über die Pipettieröffnung zugegeben werden.

Für eine teilautomatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

- 894 Professional CVS
- 807 Dosing Unit (drei mit 2 mL und eine mit 50 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 50 mL zum Dosieren von VMS
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Suppressor-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Brightener-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Probe



5.1 Konfiguration

5.1.1 Gerät konfigurieren

894 Professional CVS

(siehe Kapitel 4.1.1, Seite 7).

5.1.2 Elektroden konfigurieren

(siehe Kapitel 4.1.2, Seite 8).

5.1.3 Dosiereinheiten konfigurieren

Die am 894 Professional CVS angeschlossenen vier 807 Dosing Unit werden nach dem Start von **viva** erkannt. Nach dem Bestätigen der entsprechenden Meldungen mit **[Ja]**, werden sie in die Tabelle der Dosiereinheiten eingetragen.



HINWEIS

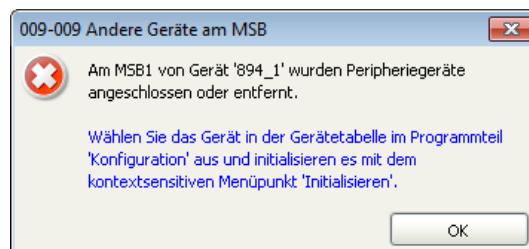
Werden mehrere Dosiereinheiten angeschlossen, werden zuerst alle Dosierer mit Dosiereinheiten an den entsprechenden MSB angeschlossen und anschliessend muss das 894 Professional CVS neu initialisiert werden.

800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen

Um einen 800 Dosino an ein 894 Professional CVS anzuschliessen gehen Sie wie folgt vor:

- 1 Das Anschlusskabel des 800 Dosino mit der 807 Dosing Unit und dem 50 mL Zylinder an MSB-Anschluss 1 des 894 Professional CVS anschliessen.

Das folgende Dialogfenster wird angezeigt:



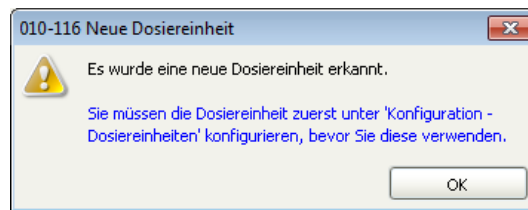
- 2 Mit **OK** bestätigen.

Dosiereinheit initialisieren

Gehen Sie wie folgt vor:

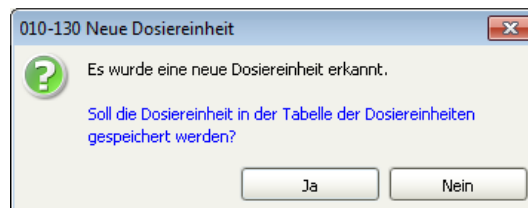
- 1 In der Gerätetabelle des Programmteils **Konfiguration** das 894 Professional CVS auswählen.
- 2 In der Gerätetabelle die Schaltfläche **Bearbeiten** anklicken und **Initialisieren** auswählen.

Das folgende Dialogfenster wird angezeigt, wenn Sie eine fabrikneue Dosiereinheit angeschlossen haben:



Oder:

Das folgende Dialogfenster wird angezeigt, wenn Sie eine bereits früher konfigurierte Dosiereinheit angeschlossen haben:



- 3 OK** anklicken, wenn Sie mit der fabrikneuen Dosiereinheit arbeiten.

Das folgende Dialogfenster wird angezeigt:

Dosiereinheit -

Dosiereinheit GLP

Hardware

Name

Kommentar

Gerätename / Dosierer

Bestellnummer

Seriennummer

Zylindervolumen mL

Zylinder-Seriennummer

Parameter für Vorbereiten

Dosierport Vorbereiten/Leeren

Dosierrate Dosierport 1 mL/min

Dosierrate Dosierport 2 mL/min

Dosierrate Füllport mL/min

Dosierrate Spezialport mL/min

Schlauchparameter

	Port	Länge	Durchmesser
Dosierport 1	Port 1	80.0 cm	0.3 mm
Dosierport 2	Port 3	0.0 cm	2.0 mm
Füllport	Port 2	25.0 cm	2.0 mm
Spezialport	Port 4	0.0 cm	2.0 mm

Hahnscheibe

Drehrichtung

Nicht über

OK Abbrechen

- 4 Im Feld **Name** den Namen **894/D1 50mL VMS** eintragen.
- 5 Im Bereich **Schlauchparameter** Länge und Durchmesser der tatsächlich angeschlossenen Schläuche und Kapillaren eintragen (siehe *Handbuch 894 Professional CVS*).
- 6 **OK** anklicken.
Die Dosiereinheit wird automatisch im Unterfenster **Dosiereinheiten** des Programnteils **Konfiguration** angezeigt.
- 7 Die anderen Dosiereinheiten mit den 2 mL Zylindern wie folgt anschliessen und benennen:

Dosier-einheit	Anschluss	Lösungsname	Name Dosiereinheit
2	MSB 2	Brightener-Konzentrat	894/D2 2mL Brightener
3	MSB 3	Suppressor-Konzentrat	894/D3 2mL Suppressor
4	MSB 4	Std oder Probe	894/D4 2mL Std or sample

Dosiereinheit vorbereiten

Bei den teilautomatisierten Bestimmungen kann in der Konfiguration zusätzlich definiert werden, dass beim Starten von **viva** der Benutzer daran erinnert wird, die Dosiereinheiten vorzubereiten.

- 1 In der Gerätetabelle im Unterfenster **Geräte** den Gerätenamen **894_1** auswählen und doppelklicken.

Das Dialogfenster **Eigenschaften - 894 Professional CVS - 894_1** wird geöffnet.
- 2 Auf den Registerkarten **MSB 1 bis MSB 4**, im Bereich **Aufforderung für Dosierervorbereitung**, die Standardeinstellungen übernehmen.



5.1.4 Lösungen definieren

Bei der teilautomatisierten oder automatisierten Aufnahme einer Kalibrierkurve und der Bestimmung der Suppressor-Konzentration in einer Probe werden die Lösungen mit einer Dosiereinheit in das Messgefäß gegeben. Die Lösungen werden im Unterfenster **Lösungen** definiert.

- Über das Menü **Bearbeiten** ► **Neu** das Dialogfenster **Lösung** öffnen.
- Die Registerkarte **Lösung** bearbeiten.

- Im Feld **Lösungsname** den Namen **VMS** eintragen.
- Im Auswahlfeld **Lösungstyp** den Eintrag **Hilfslösung** auswählen.
- Im Auswahlfeld **Dosiereinheit** den Eintrag **894/D1 50mL VMS** auswählen.

- Durch Klicken auf **[OK]** das Dialogfenster schliessen.

3 Analog die drei anderen Lösungen anlegen:

Lösungsname	Dosiereinheit	Lösungstyp
Brightener-Konzentrat	894/D2 2mL Brightener	Hilfslösung
Suppressor-Konzentrat	894/D3 2mL Suppressor	Hilfslösung
Std oder Probe	894/D4 2mL Std or sample	Standardlösung

4 Registerkarte GLP bearbeiten (optional)

- Die Registerkarte **GLP** wählen.
- Im Feld **Datum GLP-Test** die Schaltfläche anklicken und das Datum des letzten GLP-Tests auswählen.
- Das Kontrollkästchen **GLP-Gültigkeit überwachen** aktivieren.
- Im Feld **Intervall GLP-Test** einen Wert eintragen.
Beim Klicken auf die Schaltfläche wird das Datum automatisch in das Feld **Verfallsdatum** eingetragen.

- Im Bereich **Meldung** das Kontrollkästchen **Akustisches Signal** aktivieren.
- Im Bereich **Aktion** die Option **Meldung anzeigen** aktivieren.
- **[OK]** anklicken und das Dialogfenster **Lösung** schliessen.

5.2 Methoden für teilautomatisierte Bestimmung

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die für die Aufnahme von Voltammogrammen nötig sind. Dazu gehören:

- Geräte und deren Parameter
- Ablauf einer Methode definieren. Er besteht aus Spuren, die aus verschiedenen Befehlen aufgebaut sind.
- Parameter für die Auswertung der Voltammogramme
- Resultatdefinitionen

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

- Eine Methode zur teilautomatisierten Konditionierung der Pt-Arbeits-elektrode
- Eine Methode zur teilautomatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration (Einzelbestimmung)
- Eine Methode zur teilautomatisierten Bestimmung der Brightener-Konzentration (Einzelbestimmung)

5.2.1 Pt-Arbeitselektrode konditionieren

Die Pt-Arbeits Elektrode muss vor der Analyse konditioniert werden. Bei regelmässigem Gebrauch muss eine Konditionierung mindestens täglich durchgeführt werden.

5.2.1.1 Methode erstellen

viva enthält Methodenvorlagen, welche alle erforderlichen Befehle enthalten, um eine Bestimmung durchzuführen. Diese Methodenvorlagen können individuell angepasst werden. Sie können z. B. Parameter ändern, eine andere Datenbank zum Speichern von Bestimmungen wählen oder zusätzliche Befehle hinzufügen. Die ausgewählte oder geänderte Methodenvorlage muss gespeichert werden.

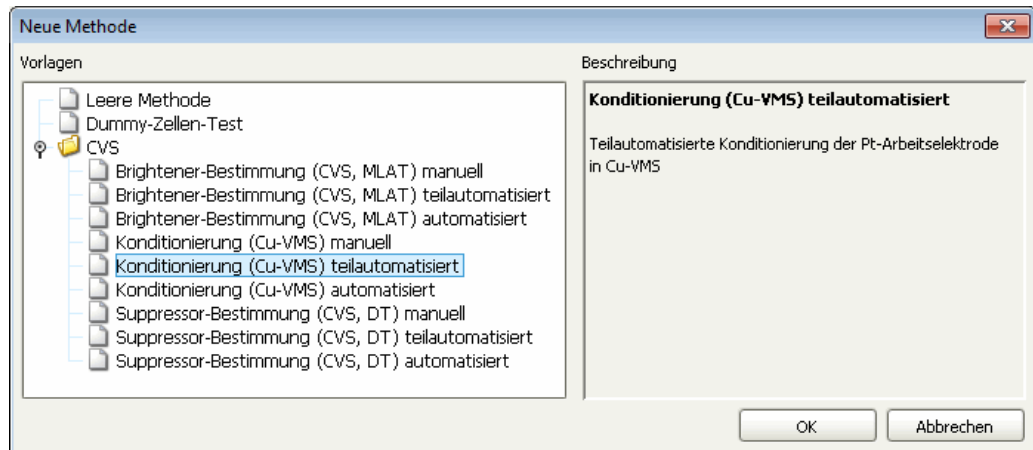
Sie haben auch die Möglichkeit, eine Methode komplett neu zu erstellen. Dazu wählen Sie die Methodenvorlage **Leere Methode**.

Methodenvorlage laden



1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.

2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.



3 Unter **Vorlagen** im linken Teil des Fensters, **Konditionierung (Cu-VMS) teilautomatisiert** auswählen und **[OK]** klicken.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



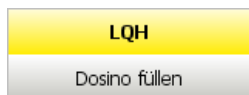
(siehe Seite 11).

VA-Spur



(siehe Seite 11).

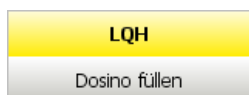
Exitspur



Die Exitspur wird am Ende der Methode ausgeführt. Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit, sobald die Bestimmung beendet ist.

Befehlsparameter definieren

Im Gegensatz zur manuellen Bestimmung wird die VMS mit einem Dosino in das Messgefäß dosiert.



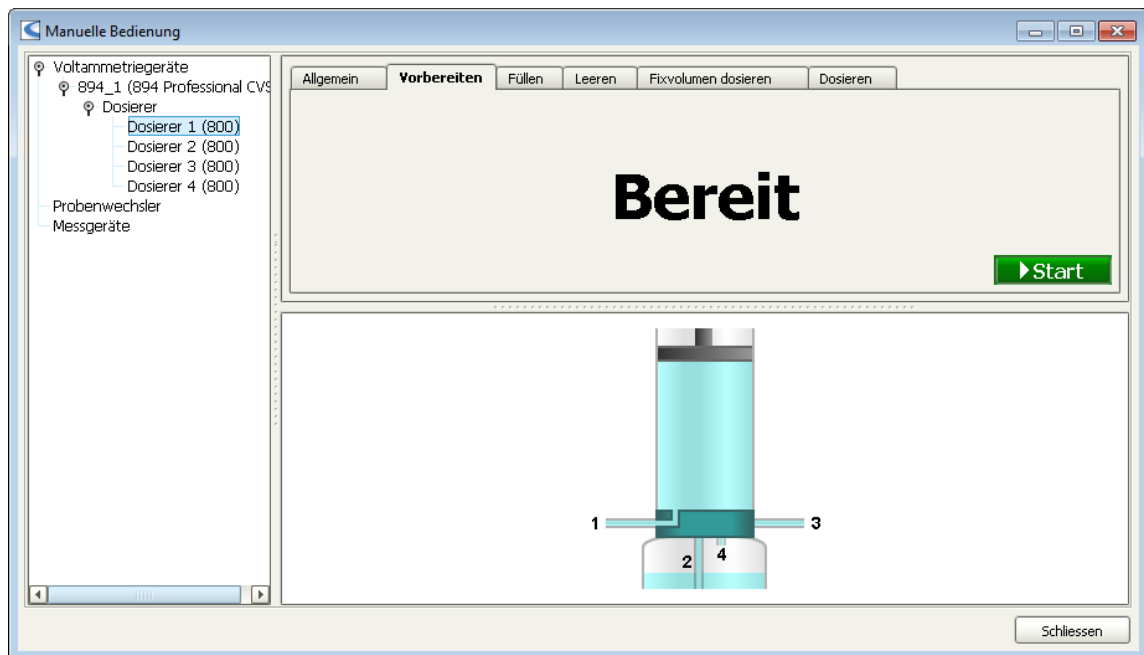
- 1 Auf Befehl **LQH** doppelklicken.

Das Dialogfenster **LQH - Dosino füllen** wird geöffnet.

- 2 Auf der Registerkarte **Allgemein/Hardware** das in der Methode verwendete Gerät und den Dosierer eintragen.

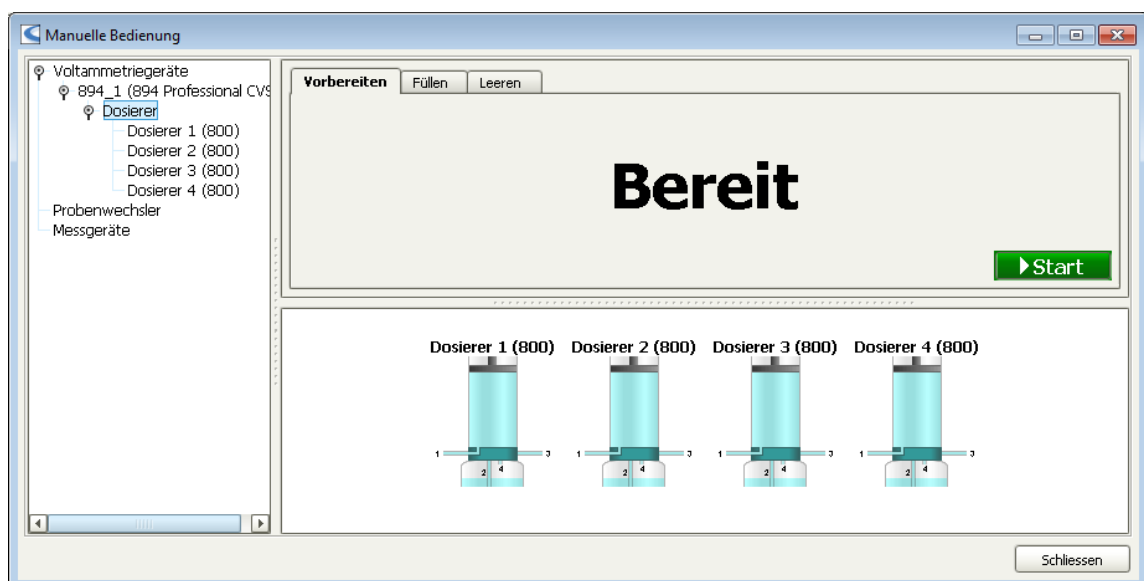
Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).



oder

Dosierer auswählen, um alle angeschlossenen Dosierer vorzubereiten.



- 3 Einen Abfallbecher unter den Messkopf in die Auffangwanne stellen.
- 4 Die Registerkarte **Vorbereiten** auswählen und **[Start]** drücken.
- 5 Schritt 4 wiederholen.

5.2.2.1 Methode erstellen

Methodenvorlage laden

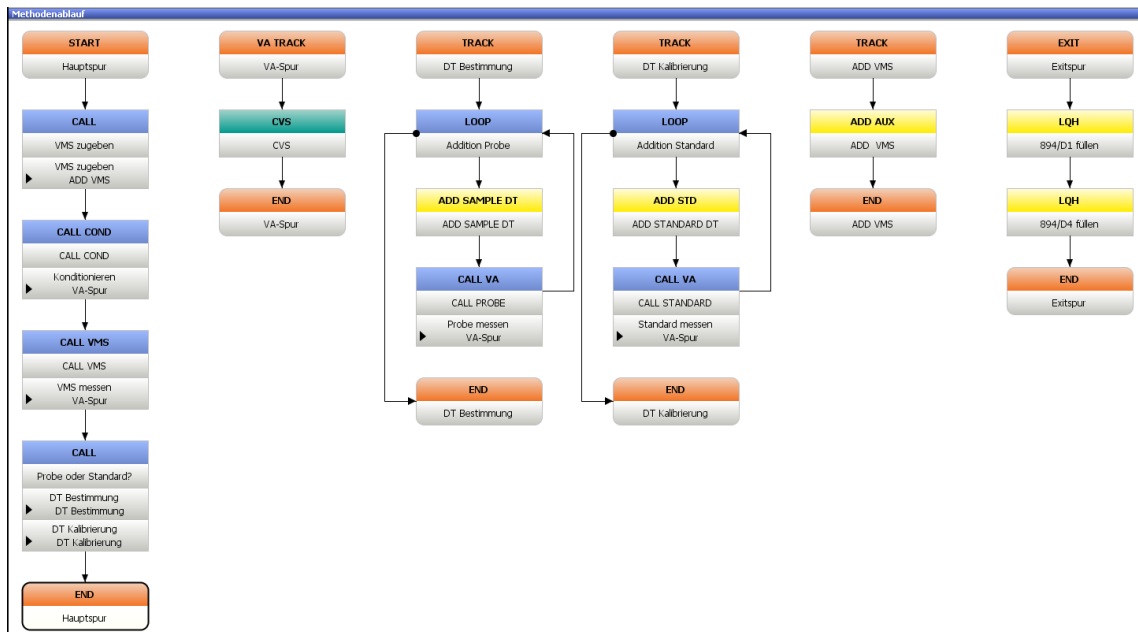


1 Das Symbol des Programmtails **Methode** anklicken.

2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.

3 Unter **Vorlagen**, im linken Teil des Fensters, **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) teilautomatisiert** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Bedeutung der einzelnen Befehle

Der Methodenablauf der teilautomatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration entspricht bis auf die **ADD**-Befehle dem Ablauf der manuellen Bestimmung. In diesen Befehlen ist für den Parameter **Zugabe** die Option **Mit Dosierer zugeben** ausgewählt.

Zur Durchführung einer teilautomatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration werden die folgenden Befehle benötigt:

Hauptspur



(siehe Seite 19).



(siehe Seite 11).



(siehe Seite 19).



Abhängig vom ausgewählten Probentyp im Arbeitsplatz, **Probe** oder **Standard**, wird die Spur **DT Bestimmung** oder **DT Kalibrierung** aufgerufen.

VA-Spur



(siehe Seite 11).

DT Bestimmung



(siehe Seite 20).

In diesem Befehl ist die automatisierte Zugabe von Probe mit Dosierer definiert.



(siehe Seite 20).



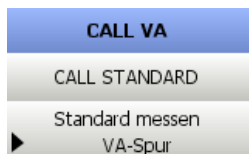
DT Kalibrierung

(siehe Seite 20).





In diesem Befehl ist die automatisierte Zugabe von Standard mit Dosierer definiert.



(siehe Seite 20).

ADD VMS



In diesem Befehl ist die automatisierte Zugabe von VMS mit Dosierer definiert.

Exitspur



Die Exitspur wird am Ende der Methode ausgeführt.

Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS**, sobald die Bestimmung beendet ist.



Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **894/D4 2mL Std or sample**, sobald die Bestimmung beendet ist.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

Nachdem Sie alle relevanten Parameter für die Methode eingegeben und kontrolliert haben, speichern Sie die Methode wie folgt ab:

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** den Namen **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) teilautomatisiert** für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

5.2.2.2 Bestimmung durchführen

Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

Kalibrierkurve aufnehmen

- 1** Die Dosiereinheit **894/D4 2mL Std or sample** mit Suppressor-Standardlösung vorbereiten und die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** mit VMS vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 48).



- 2** Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.

- 3** Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.

- 4** Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) teilautomatisiert** auswählen.

- 5** Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Standard** wählen.



- 6** **[Start]** drücken.

Das im Befehl **ADD AUX** definierte Volumen VMS wird durch die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- 7** Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



- LOOP**
- Addition Standard

- ## Suppressor-Konzentration bestimmen

- 55



- 2 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 3 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 4 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) teilautomatisiert** auswählen.



- Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.
- [Start]** drücken.
Das im Befehl **ADD AUX** definierte Volumen VMS wird durch die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- 7** Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



HINWEIS

Ist die Messzelle noch von vorhergehenden Bestimmungen mit Suppressor verunreinigt, kann die definierte relative Standardabweichung von 0.5 % nicht erreicht werden. In diesem Fall müssen die Elektroden und das Messgefäß gründlich mit destilliertem Wasser gespült werden.

- 8 Es wird nun das VMS-Signal gemessen.
- 9 Die automatische Standardaddition wird durchgeführt.

Das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Probe wird durch die Dosiereinheit **894/D4 2mL Std or sample** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- 10** Der Schritt **9** wird so lange wiederholt, bis das Stoppkriterium erreicht ist. Das Stoppkriterium ist im folgenden Befehl definiert:



- 11** Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.
- 12** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 13** Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit destilliertem H₂O gut spülen.
- 14** Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

5.2.3 Brightener-Konzentration bestimmen

Der Ablauf der teilautomatisierten Brightener-Bestimmung ist analog zum manuellen Ablauf (*siehe Kapitel 4.2.3, Seite 29*). Bei der teilautomatisierten Bestimmung werden jedoch VMS, Brightener-Konzentrat und Suppressor-Konzentrat mit Dosinos in das Messgefäß dosiert. Die Zugabe von Probe erfolgt manuell.

5.2.3.1 Methode erstellen

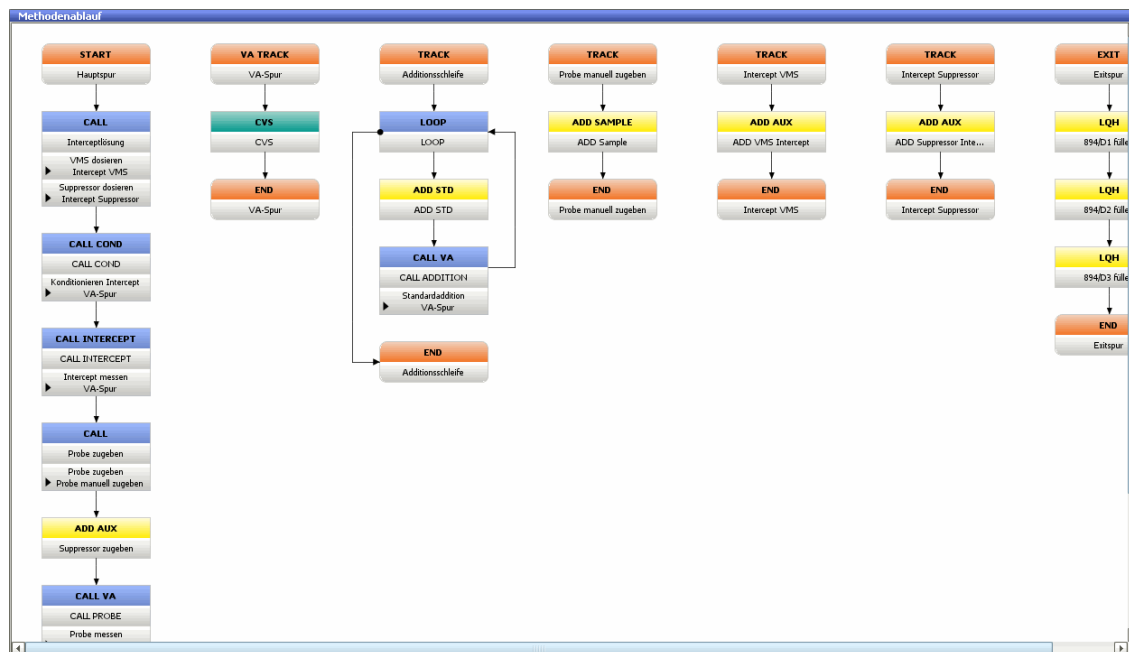
Methodenvorlage laden



- 1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
- 2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.

- 3 Unter **Vorlagen**, im linken Teil des Fensters, **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) teilautomatisiert** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



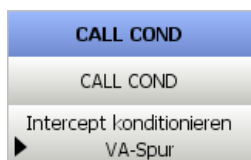
Bedeutung der einzelnen Befehle

Für eine teilautomatisierte Bestimmung der Brightener-Konzentration werden die folgenden Befehle benötigt:

Hauptspur



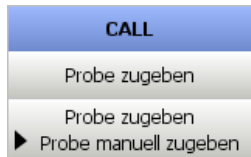
Ruft parallel die Spur **Intercept VMS** zum automatisierten Dosieren von VMS mit der Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** und die Spur **Intercept Suppressor** zum automatisierten Dosieren von Suppressor-Konzentrat mit der Dosiereinheit **894/D2 2mL Suppressor** auf.



(siehe Seite 31).



(siehe Seite 31).



(siehe Seite 31).



(siehe Seite 31).



Ruft die **VA-Spur** auf, in welcher die CVS-Messungen nach der Zugabe von Probe durchgeführt werden (siehe Seite 11).



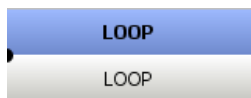
Ruft die Spur **Additionsschleife** auf.

VA-Spur

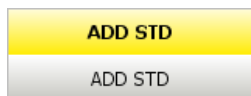


(siehe Seite 11).

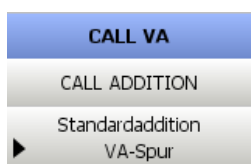
Additionsschleife



Nach Aufruf der Spur **Additionsschleife** durch den Befehl **CALL Addition Loop** wird so lange Brightener-Standardlösung zudosiert, bis nach einem Messzyklus das im Befehl definierte Stoppkriterium erfüllt ist.

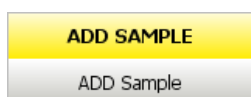


(siehe Seite 32).



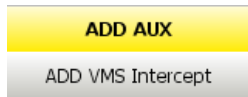
Ruft die **VA-Spur** auf, in welcher die CVS-Messung nach der automatisierten Zugabe von Brightener-Standardlösung durchgeführt wird (siehe Seite 32).

Probe manuell zugeben



Befehl zum manuellen Dosieren von Probe.

Intercept VMS



Befehl zum automatisierten Dosieren von VMS der Intercept-Lösung.

Intercept Suppressor



Befehl zum automatisierten Dosieren von Suppressor-Konzentrat der Intercept-Lösung.

Exitspur



Die Exitspur wird am Ende der Bestimmung ausgeführt.

Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS**.



Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **894/D2 2mL Suppressor**.



Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **894/D3 2mL Brightener**.

5.2.3.2 Bestimmung durchführen

Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

Brightener-Bestimmung durchführen



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die Methode **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT)** **teilautomatisiert** auswählen.
- 4 Die folgenden Dosiereinheiten vorbereiten (*siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 48*):
 - **894/D1 50mL VMS** mit VMS
 - **894/D2 2mL Brightener** mit Brightener-Konzentrat
 - **894/D3 2mL Suppressor** mit Suppressor-Konzentrat
- 5 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.

- 6 Im Feld **Probenmenge** den applikationsspezifischen Wert für die Probenmenge eingeben.

▶ Start

- 7 **[Start]** drücken.

- Das im Befehl **ADD VMS Intercept** definierte Volumen VMS wird durch die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- Das im Befehl **ADD Suppressor Intercept** definierte Volumen Suppressor-Konzentrat wird durch die Dosiereinheit **894/D3 2mL Suppressor** automatisch in das Messgefäß dosiert.

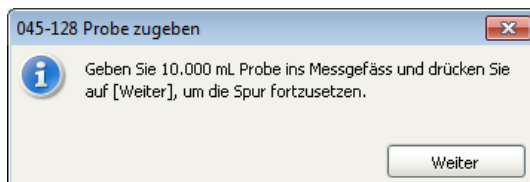
- 8 Nach den Zugaben wird der folgende Befehl ausgeführt:



Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.

- 9 Es wird nun der Intercept-Wert gemessen.

- 10 Nachdem die Messung des Intercept-Wertes abgeschlossen ist, erscheint die Aufforderung zur Zugabe der Probe.



- 11 Das in der Meldung angezeigte Volumen Probe durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Das im Befehl **ADD Suppressor Intercept** definierte Volumen Suppressor-Konzentrat wird durch die Dosiereinheit **894/D3 2mL Suppressor** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- 12 Nachdem die Probe gemessen wurde, wird das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Brightener-Konzentrat durch die Dosiereinheit **894/D2 2mL Brightener** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- 13** Der Schritt **12** wird ein zweites Mal wiederholt. Die Anzahl der Wiederholungen ist im folgenden Befehl definiert:



- 14** Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.
- 15** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 16** Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit destilliertem H₂O gut spülen.
- 17** Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

6 Automatisierte Bestimmung

Für eine automatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

- 894 Professional CVS
- 858 Professional Sample Processor
- 843 Pump Station
- 807 Dosing Unit (drei mit 2 mL und eine mit 50 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 50 mL zum Dosieren von VMS
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Suppressor-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Brightener-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Probe



Geräte					
	Gerätename ▲	Gerätetyp	Geräte-Seriennummer	Status	Inbetriebnahme
▶ 1	858 Professional Sample Processor 1	858.0010 Profession...	99001	ok	2012-12-05
2	894_1	894 Professional CVS	99999	ok	2012-12-05

5 Turmparameter definieren

- In der Gerätetabelle im Unterfenster **Geräte** das neu eingetragene Gerät auswählen und doppelklicken. Das Dialogfenster **Eigenschaften - 858 Professional Sample Processor - 'Gerätename'** wird geöffnet.
- Die Registerkarte **Turm** wählen.

Eigenschaften - 858.0020 Professional Sample Processor - 858 Professional ...

Initialposition MSB 1 MSB 2 MSB 3 GLP

Allgemein **Turm** Rack

Turmparameter

Max. Liftweg mm

Min. Becherradius mm

Liftgeschwindigkeit mm/s

Achsenabstand mm

Swing Head

Seriennummer

Schwenkposition mm

Spülposition mm

Externe Position	Winkel [°]	Arbeitsposition [mm]
1	60.0	0
2	60.0	0
3	60.0	0
4	60.0	0

- Im Feld **Max. Liftweg** den Wert **130 mm** eintragen.

6 Rackparameter definieren

- Die Registerkarte **Rack** wählen.
Im Feld **Rackname** ist die Nummer des Standardracks 6.2041.450 eingetragen.

Eigenschaften - 858.0020 Professional Sample Processor - 858 Professional ...

Initialposition	MSB 1	MSB 2	MSB 3	GLP
Allgemein		Turm		Rack
Rackname			6.2041.370	
Rackcode			000011	
Anzahl Positionen			14	
Drehgeschwindigkeit			20 °/s	

Rackdaten

Rack initialisieren

OK **Abbrechen**

- Die Schaltfläche **[Rackdaten]** anklicken.
- Die Registerkarte **Liftpositionen** wählen.

Rackdaten ✕

Rackname

Rackcode

Anzahl Positionen

Turm 1

Arbeitsposition mm

Spülposition mm

Drehposition mm

Spezialposition mm

Turm 2

Arbeitsposition mm

Spülposition mm

Drehposition mm

Spezialposition mm

- Für **Turm 1** im Feld **Arbeitsposition** den Wert **125 mm** eintragen.

Alle Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.

Arbeitsposition nachjustieren

Bei der Bestimmung der Brightener-Konzentration wird die Probe mit der im 858 Professional Sample Processor eingebauten Peristaltikpumpe zur Gänze in das Messgefäß transferiert. Damit dieser Transfer zu 100 %

1 Liftposition einstellen

- 

(siehe "800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen", Seite 39).

(siehe "Dosiereinheit initialisieren", Seite 40).

(siehe Kapitel 4.1.2, Seite 8).

6.1.3 Dosiereinheiten konfigurieren

(siehe Kapitel 5.1.3, Seite 39).

6.1.4 Lösungen definieren

(siehe Kapitel 5.1.4, Seite 42).

6.2 Methoden für automatisierte Bestimmung

In diesem Kapitel erstellen Sie Methoden aus einer Methodenvorlagen für

- eine automatisierte Bestimmung der Suppressor-Konzentration mit einem Sample Processor (Bestimmungsserie)
- eine automatisierte Bestimmung der Brightener-Konzentration mit einem Sample Processor (Bestimmungsserie)

6.2.1 Suppressor-Konzentration bestimmen

Die Suppressor-Konzentration wird mit der Kalibriermethode **DT** bestimmt.

Die Methode zur automatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration beinhaltet:

- die Aufnahme einer Kalibrierkurve mit einer Suppressor-Standardlösung
- die Bestimmung der Suppressor-Konzentration in einer Probe

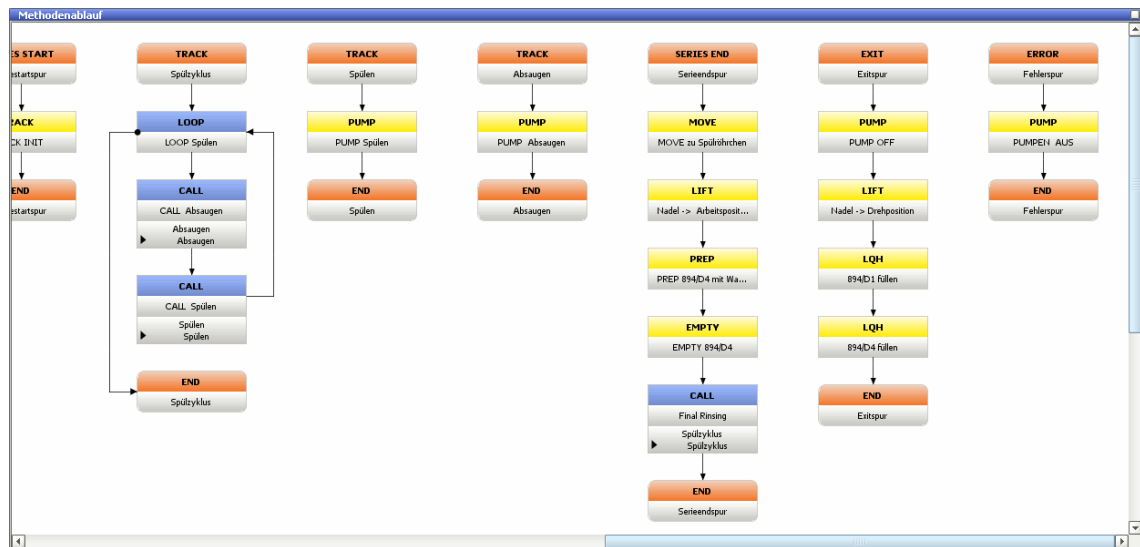
6.2.1.1 Methode erstellen

Methodenvorlage laden



- 1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
- 2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.
- 3 Unter **Vorlagen**, im linken Teil des Fensters, **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) automatisiert** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.

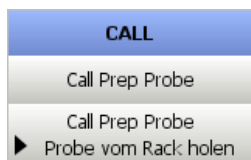


Bedeutung der einzelnen Spuren und Befehle

Der Methodenablauf der automatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration entspricht weitgehend dem Ablauf der teilautomatisierten Bestimmung. Zur Steuerung des Probenwechslers werden aber noch zusätzliche Automations- und Spüls Spuren eingesetzt. Das automatische Spülen der Messzelle wird durch PUMP-Befehle umgesetzt.

Hauptspur

Der Methodenablauf enthält im Vergleich zu der teilautomatisierten Bestimmung (siehe Seite 51) zusätzlich noch folgende Befehle:



Ruft die Spur auf, in welcher die Dosiereinheit mit der Probe gespült wird.



Ruft die Spur auf, in welcher das Messgefäß geleert wird.



Ruft die Spur auf, in welcher das Messgefäß gespült wird.

VA-Spur

(siehe Seite 52).

DT Bestimmung

(siehe Seite 52).

DT Kalibrierung

(siehe Seite 52).

Serieendspur

In dieser Spur wird der Probenwechsler zur letzten Probenposition + 1 gefahren, wo sich ein Gefäß mit Wasser befinden muss. Die Dosiereinheit für die Probe wird anschließend mit Wasser gespült und geleert und das Messgefäß wird ebenfalls geleert.

Die Serieendspur wird im Ablauf nur einmal am Schluss der letzten Bestimmung einer Serie nach der Hauptspur ausgeführt.

Exitspur

In dieser Spur werden die Pumpen ausgeschaltet, die PEEK-Hohlnadel hochgehoben und die Dosiereinheiten **894/D1 50mL VMS** und **894/D4 2mL Std or sample** gefüllt.

Die Exitspur wird am Ende der Methode oder beim manuellen Abbruch einer Bestimmung ausgeführt.

Fehlerspur

In dieser Spur werden die Pumpen ausgeschaltet.

Die Fehlerspur wird beim Auftreten eines Fehlers im Ablauf ausgeführt.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

Nachdem Sie alle relevanten Parameter für die Methode eingegeben und kontrolliert haben, speichern Sie die Methode wie folgt ab:

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.



- Im Feld **Methodenname** den Namen **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) automatisiert** für die Methode eingeben.
- [Speichern]** anklicken.

6.2.1.2 Probentabelle

Probenrack bestücken

Das verwendete Probenrack 6.2041.450 umfasst zweimal 56 Positionen. Die äusseren beiden Ringe sind für 50 mL Probenvials, die beiden inneren Ringe für 11 mL Probenvials konzipiert.

Die Methodenvorlage ist für die Verwendung des Racks 6.2041.450 mit 11 mL Probenvials erstellt worden. Es kann jede beliebige Probenposition verwendet werden. Zum besseren Verständnis werden die Proben oder Standardlösungen jedoch in aufeinander folgende Probenpositionen gestellt. In die letzte Probenposition muss in jedem Fall ein Vial mit Wasser eingesetzt werden, um die verwendete Dosiereinheit am Ende einer Probenserie mit Wasser zu spülen.

- auf Position **57** Standardlösung oder erste Probe
- auf Positionen **58** bis **60** Proben
- auf Position **61** Spüllösung (dest. Wasser)

☒ Standard oder Probe
☒ Spüllösung (dest. Wasser)
☐ nicht gebraucht

Probentabelle erstellen

- 1 In den Programmteil **Arbeitsplatz** wechseln.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.



Ablauf

Einzelbestimmung **Bestimmungsserie**

Start **Stop** **Hold** **Pause** Status

Bestimmungsparameter

Anwender Probennummer

Anmerkung

Autostart von

Probendaten

	Methode	ID1	ID2	ID3	Probentyp	Probenposition	Probenmenge	Probenmengeneinheit	Analysenvolumen
*									

Bearbeiten Geladen

- Über die Schaltfläche **[Bearbeiten]** ► **Zeile bearbeiten** das Dialogfenster **Zeile bearbeiten - Arbeitsplatzprobentabelle - Arbeitsplatz 'Name'** öffnen.

- 4** Im Feld **Methode** auf die Schaltfläche klicken.

In der Tabelle den Methodennamen **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) automatisiert** auswählen und **[Öffnen]** anklicken.

Falls bereits mehrere Methodengruppen bestehen, muss zuerst im Auswahlfeld **Methodengruppen** die Gruppe ausgewählt werden, zu der die Methode gehört.

Im Feld **Methode** wird automatisch **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT)** automatisiert eingetragen.

Zeile bearbeiten - Arbeitsprobentabelle - Arbeitsplatz Name

Methode: Suppressorbestimmung (CV5,DT) automatisiert

ID1:

ID2:

ID3:

Probentyp: Probe

Probenposition: 1

Probenmenge: 1.0

Analysenvolumen: 1.0

Verdünnungsvolumen: 1.0

Probenmengeneinheit: mL

Zeile: 1 von 1

☐ Applikationsnotiz anzeigen

Übernehmen Schliessen

5

Geben Sie in die Felder folgende Werte ein:

- Im Feld **ID1** als Beschreibung **Standard** eingeben.
- Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Standard** wählen.
- Im Feld **Probenposition** den Wert **57** eingeben.
- Die Felder **Probenmenge**, **Probenmengeneinheit**, **Analysenvolumen** und **Verdünnungsvolumen** werden nicht benötigt und können unverändert belassen werden.
- **[Übernehmen]** anklicken.
Die Parameter für den Standard werden in die erste Zeile der Proben-tabelle geschrieben und gespeichert.
- Im Feld **Zeile** auf die Schaltfläche  klicken und die nächste Zeile bearbeiten.
- Im Feld **ID1** als Beschreibung **Probe** eingeben.
- Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.
- Im Feld **Probenposition** den Wert **58** eingeben.
- Die Felder **Probenmenge**, **Probenmengeneinheit**, **Analysenvolumen** und **Verdünnungsvolumen** werden nicht benötigt und können unverändert belassen werden.
- **[Übernehmen]** anklicken.
Die Parameter für die Probe werden in die zweite Zeile der Proben-tabelle geschrieben und gespeichert.
- Im Feld **Zeile** auf die Schaltfläche  klicken und die nächste Zeile bearbeiten.
- Für die auf Position **59** und **60** befindlichen Proben wird ebenfalls der Probentyp **Probe** definiert.

6

- Über die Schaltfläche **Probentabelle ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Probentabelle speichern** öffnen.
- Im Feld **Name** den Namen **Suppressor-Bestimmung** eintragen.
- **[Speichern]** anklicken.

Die vollständige Tabelle mit Standard, Proben und Spüllösungen sieht wie folgt aus:



Ablauf

Einzelbestimmung

Bestimmungsserie

Start

Stop

Hold

Pause

Status

READY

Bestimmungsparameter

Anwender

doe

Probennummer

1

Anmerkung

Autostart

0

 von

Probentabelle

Probendaten

PDF

Print

Export

Import

Refresh

Save

	Methode	ID1	ID2	ID3	Probenotyp	Probenposition	Probenmenge	Probenm...	Analyse
1	Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Standard			Standard	57	1.0	mL	1.0
2	Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Probe			Probe	58	1.0	mL	
3	Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Probe			Probe	59	1.0	mL	
▶ 4	Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Probe			Probe	60	1.0	mL	
*									

◀

|||||

▶

Bearbeiten ▼

Probentabelle ▼

Geladen

Kupferproben (geändert)

6.2.1.3 Bestimmung durchführen

Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

Ablauf der Bestimmungsserie

- 1** Die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** mit VMS vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 48).



- 2** Das Symbol des Programnteils **Arbeitsplatz** anklicken.

- 3** Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.

- 4** Über die Schaltfläche **Probentabelle ► Laden...** die zuvor gespeicherte Probentabelle **Suppressor-Bestimmung** laden.



- 5** **[Start]** drücken.

- 6** Die **Seriensartspur** wird ausgeführt und das Rack initialisiert.

- 7** Die Spur **Probe vom Rack holen** wird aufgerufen.
- Das Messgefäß wird entleert.

- 8** Das im Befehl **ADD AUX** für die Lösung **VMS** definierte Volumen wird durch die Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- CALL COND
CALL COND
Konditionieren
VA-Spur



Ist die Messzelle noch von vorhergehenden Bestimmungen mit Suppressor verunreinigt, kann die definierte relative Standardabweichung von 0.5 % nicht erreicht werden. In diesem Fall müssen die Elektroden und das Messgefäß gründlich mit destilliertem Wasser gespült werden.

- Das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Suppressor-Standardlösung wird durch die Dosiereinheit **894/D4 2mL Std or Sample** automatisch in das Messgefäß dosiert.

- LOOP**
- Addition Standard

- 77

- 14** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 15** Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.
- 16** Die Schritte **7** bis **15** werden für jede in der Proben-tabelle definierte Position wiederholt.
- 17** Beim Erreichen der **Serieendspur** (nach der letzten Probe in der Proben-tabelle) wird die Dosiereinheit **894/D4 2mL Std oder Probe** zweimal automatisch mit destilliertem Wasser vorbereitet und die PEEK-Hohlnadel auf die Drehposition hochgehoben.
- 18** Die **Fehlerspur** wird nur im Falle eines Fehlers ausgeführt. Um ein Überlaufen des Messgefäßes zu verhindern, werden die Membran-pumpen abgestellt.

6.2.2 Brightener-Konzentration bestimmen

Der Ablauf der automatisierten Brightener-Bestimmung ist analog zum teilautomatisierten Ablauf (*siehe Kapitel 5.2.3, Seite 57*). Bei der automatisierten Bestimmung werden VMS, Brightener-Konzentrat und Suppressor-Konzentrat mit Dosinos in das Messgefäß dosiert. Die Zugabe von Probe erfolgt mittels Peristaltikpumpe.

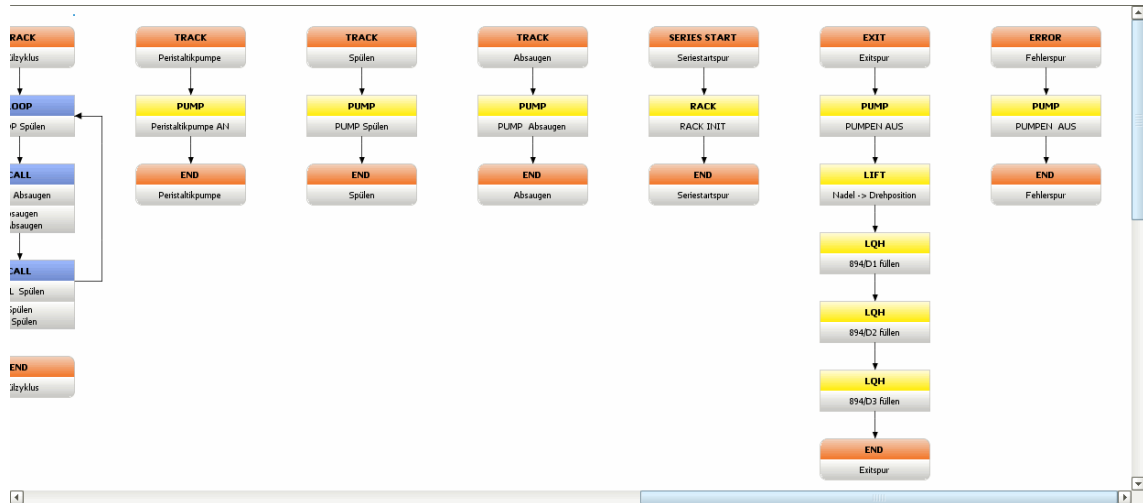
6.2.2.1 Methode erstellen

Methodenvorlage laden



- 1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
- 2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.
- 3 Unter **Vorlagen**, im linken Teil des Fensters, **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) automatisiert** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Bedeutung der einzelnen Spuren und Befehle

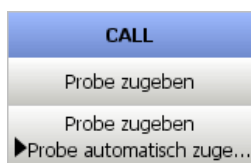
Der Methodenablauf der automatisierten Bestimmung der Brightener-Konzentration entspricht weitgehend dem Ablauf der teilautomatisierten Bestimmung. Zur Steuerung des Probenwechslers werden aber noch zusätzliche Automations- und Spüls Spuren eingesetzt. Das automatische Spülen der Messzelle wird durch PUMP-Befehle umgesetzt.

Hauptspur

Der Methodenablauf enthält im Vergleich zu der teilautomatisierten Bestimmung (siehe Seite 51) zusätzlich noch folgende Befehle:



Ruft die Spur auf, in welcher das Messgefäß geleert wird.



Ruft die Spur auf, in welcher die Probe automatisch in das Messgefäß zugegeben wird.



Ruft die Spur auf, in welcher die PEEK-Hohlnadel gespült wird.



Ruft die Spur auf, in welcher das Messgefäß gespült wird.

VA-Spur

(siehe Seite 59).

<i>Additionsschleife</i>	(siehe Seite 59).
<i>Probe automatisch zugeben</i>	In dieser Spur wird die Probe automatisch ins Messgefäß zugegeben.
<i>Nächste Probe</i>	In dieser Spur wird die PEEK-Hohlnadel des Probenwechslers in die nächste Probe abgesenkt.
<i>Gehe zu Spülposition</i>	In dieser Spur wird das Messgefäß entleert und die PEEK-Hohlnadel des Probenwechslers in die Spülposition gebracht und gespült.
<i>Intercept VMS</i>	In dieser Spur wird VMS in das Messgefäß zugegeben.
<i>Intercept Suppressor</i>	In dieser Spur wird Suppressor-Konzentrat in das Messgefäß zugegeben.
<i>Spülzyklus</i>	In dieser Spur wird definiert, wie oft das Messgefäß gespült und abgesaugt wird.
<i>Peristaltikpumpe</i>	In dieser Spur wird definiert, wie lange die Peristaltikpumpe läuft.



Die applikationsspezifische Zeit zum Betrieb der Peristaltikpumpe muss dabei im Feld **Betriebsdauer** angepasst werden.

PUMP - Peristaltikpumpe AN

Befehlsname

Gerät

Gerätename

Gerätetyp

Pumpen

Turm

Pumpe(n)

Geschwindigkeit

Aktion

☐ Einschalten

☐ Ausschalten

☒ Betriebsdauer s

OK Abbrechen

<i>Spülen</i>	In dieser Spur wird definiert, wie das Messgefäß gespült wird. Die Pumpzeit zum Spülen muss dabei an das Messgefäßvolumen angepasst werden.
<i>Absaugen</i>	In dieser Spur wird definiert, wie das Messgefäß abgesaugt wird. Die Pumpzeit zum Absaugen muss dabei an das Messgefäßvolumen angepasst werden.

Seriestartspur

In dieser Spur wird das Probenrack initialisiert. Dabei werden das Rack, der Lift und der Schwenkarm (wenn vorhanden) zurückgesetzt, der Rackcode ausgelesen und die entsprechenden Rackdaten in den Probenwechsler übertragen.

Die Seristartspur wird im Ablauf nur einmal am Anfang der ersten Bestimmung einer Serie und noch vor der Hauptspur ausgeführt.

Exitspur

In dieser Spur werden die Pumpen ausgeschaltet, die PEEK-Hohlnadel hochgehoben und die Dosiereinheiten **D1**, **D2** und **D3** gefüllt.

Die Exitspur wird am Ende der Methode oder beim manuellen Abbruch einer Bestimmung ausgeführt.

Fehlerspur

In dieser Spur werden die Pumpen ausgeschaltet.

Die Fehlerspur wird beim Auftreten eines Fehlers im Ablauf ausgeführt.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

Nachdem Sie alle relevanten Parameter für die Methode eingegeben und kontrolliert haben, speichern Sie die Methode wie folgt ab:

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** den Namen **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) automatisiert** für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

6.2.2.2 Probentabelle

Probenrack bestücken

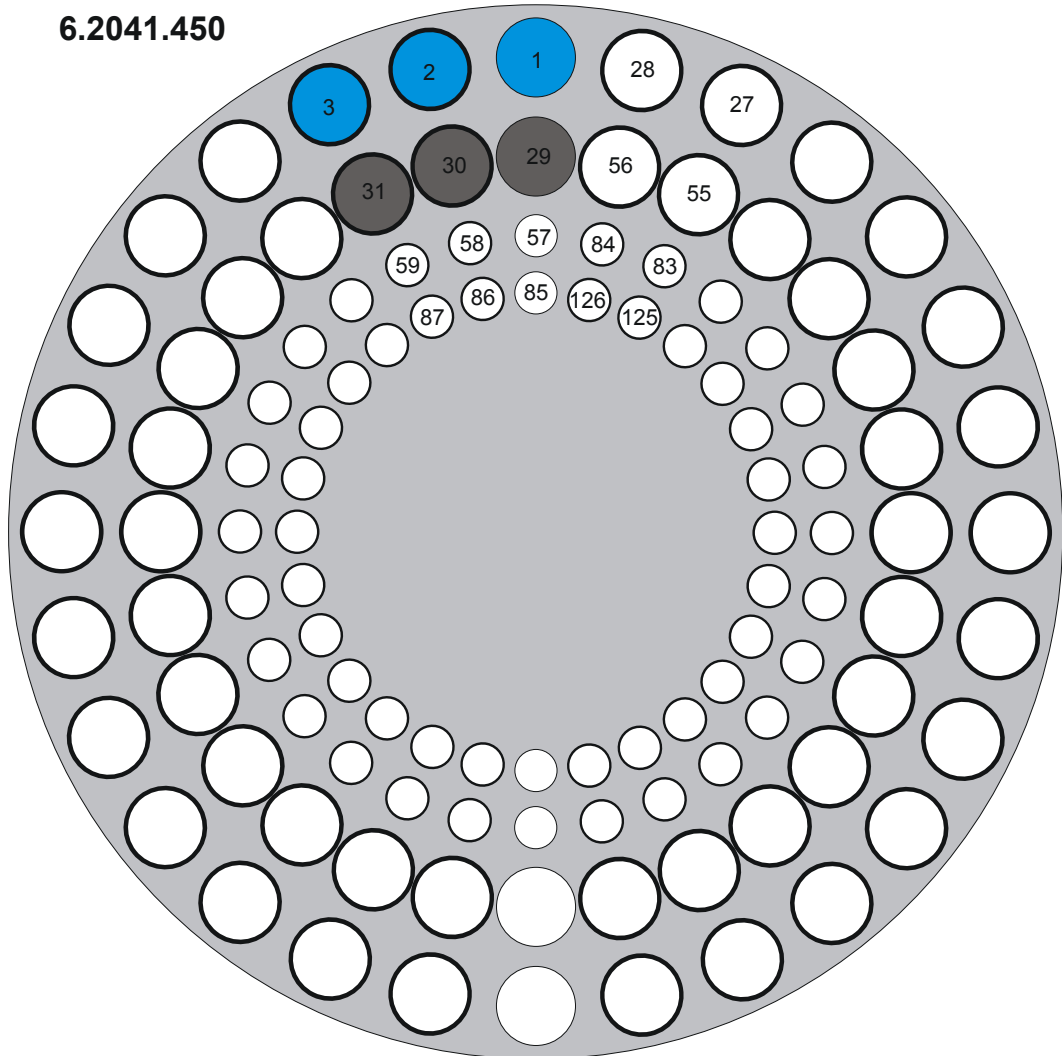
Das verwendete Probenrack 6.2041.450 umfasst zweimal 56 Positionen. Die äusseren beiden Ringe sind für 50 mL Probenvials, die beiden inneren Ringe für 11 mL Probenvials konzipiert.

Die Methodenvorlage ist für die Verwendung des Racks 6.2041.450 mit 50 mL Probenvials erstellt worden. Die Proben sind jeweils auf den äusseren Ring zu stellen. Zum besseren Verständnis werden die Proben in aufei-

einander folgende Probenpositionen gestellt. Zu jeder Probe muss ein Spülgefäß auf die benachbarte Position im inneren Ring gestellt werden.

- auf Position **1, 2** und **3** Probe
- auf Position **29, 30** und **31** Spüllösung (dest. Wasser)

6.2041.450

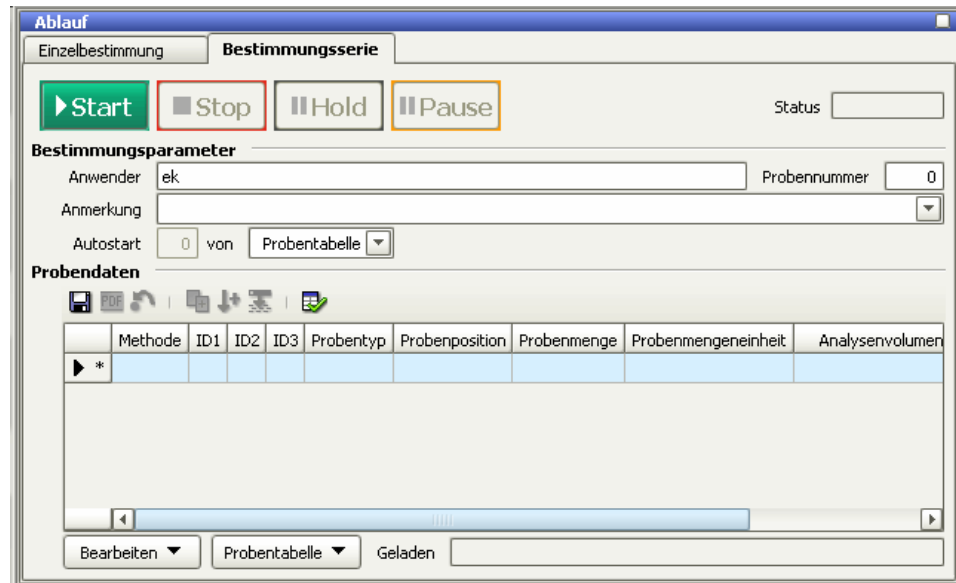


☒ Probe
☐ Spüllösung (dest. Wasser)
☐ nicht gebraucht

Probentabelle erstellen

- 1** In den Programmteil **Arbeitsplatz** wechseln.

- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.



- 3 Über die Schaltfläche **[Bearbeiten] ► Zeile bearbeiten** das Dialogfenster **Zeile bearbeiten - Arbeitsplatzprobestabelle - Arbeitsplatz 'Name'** öffnen.

- 4 Im Feld **Methode** auf die Schaltfläche  klicken.

In der Tabelle den Methodennamen **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) automatisiert** auswählen und **[Öffnen]** anklicken.

Falls bereits mehrere Methodengruppen bestehen, muss zuerst im Auswahlfeld **Methodengruppen** die Gruppe ausgewählt werden, zu der die Methode gehört.

Im Feld **Methode** wird automatisch **Brightener-Bestimmung (CVS, MLAT) automatisiert** eingetragen.

Ablauf

Einzelbestimmung **Bestimmungsserie**

Status:

Bestimmungsparameter

Anwender: Probennummer:

Anmerkung:

Autostart: von:

Probendaten

PDF | | | |

	Methode	ID1	ID2	ID3	Probentyp	Probenposition	Probenmenge	Probenm...	Analysenv
1	Brightenerbestimmung (CVS, MLAT) au...	Probe			Probe	1	1.0	mL	1.0
2	Brightenerbestimmung (CVS, MLAT) au...	Probe			Probe	2	1.0	mL	
3	Brightenerbestimmung (CVS, MLAT) au...	Probe			Probe	3	1.0	mL	
► *									

6.2.2.3 Bestimmung durchführen

Diese Schritte führen Sie im Programmteil **Arbeitsplatz** durch.

Ablauf der Bestimmungsserie

- 1 Die Dosiereinheiten **894/D1 50mL VMS** mit VMS, **894/D2 2mL Brightener** mit Brightener-Konzentrat und **894/D3 2mL Suppressor** mit Suppressor-Konzentrat vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 48).



- 2 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.

- 3 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.

- 4 Über die Schaltfläche **Probentabelle ► Laden...** die zuvor gespeicherte Probentabelle **Brightener-Bestimmung** laden.



- 5 **[Start]** drücken.

- 6 Die **Seristartspur** wird ausgeführt und das Rack initialisiert.

Spezialfilter

Mit dem Spezialfilter haben Sie die Möglichkeit, die Filterbedingungen detailliert festzulegen.

- 1 Über das Menü **Bestimmungen ► Filter ► Spezialfilter...** das entsprechende Dialogfenster öffnen.
- 2 Über das Menü **Bearbeiten ► Zeile bearbeiten** das Dialogfenster **Filterbedingung Neuer Filter bearbeiten** öffnen.

- 3 Im Auswahlfeld **Feld** den Eintrag **Methodenname** markieren.
- 4 Im Feld **Vergleichswert** den Methodennamen **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) teilautomatisiert** eintragen und [OK] anklicken.
- 5 Im Dialogfenster **Spezialfilter** die Schaltfläche **[Filter anwenden]** anklicken und das Fenster schliessen.

Im Unterfenster **Bestimmungsübersicht** erscheint die Tabelle mit allen Datensätzen der Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) teilautomatisiert**.

Die Daten eines markierten Datensatzes erscheinen in den anderen Unterfenstern:

- 2 Den kontextsensitiven Menübefehl **Alles anzeigen** anklicken.

Die Messkurve wird in ihrer ursprünglichen Grösse dargestellt.

Darstellung der Messkurve ändern

Sie haben die Möglichkeit, die Eigenschaften einer Messkurve zu bearbeiten. Sie können die Darstellung der Messkurve, die Beschriftung der Achsen oder die Skalierung ändern. Nachfolgend ändern Sie die Beschriftung der Achsen in der Messkurve und die Linienanzeige. Gehen Sie wie folgt vor:

1 Achsenbeschriftung ändern

- Mit der rechten Maustaste in die Messkurve klicken.
- Den Menüpunkt **Eigenschaften Kurve 1...** wählen.
- Im Dialogfenster **Eigenschaften - Kurve 1** die Registerkarte **x-Achse** wählen.
- In das Feld **Beschriftung** klicken und eine neue Beschriftung für die x-Achse eintragen.
- Die Registerkarte **y1-Achse** wählen.
- In das Feld **Beschriftung** klicken und eine neue Beschriftung für die y1-Achse eintragen.
- **[OK]** anklicken.

2 Linienanzeige ändern

- Mit der rechten Maustaste in die Messkurve klicken.
- Den Menüpunkt **Eigenschaften Kurve 1...** wählen.
- Die Registerkarte **y1-Achse** wählen.
- Im Auswahlfeld **Aufstockung/Standard** eine neue Farbe wählen.
- Im Auswahlfeld **Liniendicke** den Wert **2** eingeben.
- **[OK]** anklicken.

Kalibrierkurve darstellen

- 1 In der Übersichtstabelle einen Datensatz markieren.

- 2 Im Unterfenster **Kurven 1** auf das Symbol  klicken.

Die Kalibrierkurve und die Kalibrierfunktion werden dargestellt.

Messkurven darstellen

- 1 In der Übersichtstabelle einen Datensatz markieren.
- 2 Im Unterfenster **Kurven 1** auf das Symbol  klicken.

Die Messkurven werden dargestellt.

7.3 Bestimmungen nachbearbeiten

Beim Nachbearbeiten einer Bestimmung können Variablen und Auswertungen geändert und die Resultate neu berechnet werden. Anschliessend kann die nachbearbeitete Bestimmung als neue Version in der Datenbank gespeichert werden.

In diesem Kapitel lernen Sie, wie eine Bestimmung nachbearbeitet wird, anhand folgender Beispiele:

- Suppressor-Bestimmung mit einer neuen Kalibrierung nachberechnen
- Kennspannung für Brightener-Bestimmung ändern

Bestimmungen vom Typ **Probe** können mit verschiedenen Kalibrierungen nachberechnet werden (nur bei Kalibriermethode DT). Die Bestimmungen und die Kalibrierung müssen aber mit derselben Methode durchgeführt worden sein. Die Methodenversion kann verschieden sein.

Damit Bestimmungen vom Typ **Probe** mit einer neuen Kalibrierung nachbearbeitet werden können, darf die Auswahl der Bestimmungen nur **eine** Bestimmung des Typs **Standard** enthalten.

Damit die aktuellen Kalibrierdaten für die Nachberechnung der Bestimmung vom Typ **Probe** verwendet werden können, wird die Bestimmung des Probenotyps **Standard** von **viva** zuerst nachberechnet. Anschliessend greift **viva** auf die aktuellen Kalibrierdaten zu, um die Proben nachzurechnen.

Bestimmung mit neuer Kalibrierung

Um eine Suppressor-Bestimmung mit einer neu aufgenommenen Kalibrierkurve nachzuberechnen, gehen Sie wie folgt vor:



- 1** Klicken Sie auf das Symbol des Programnteils **Datenbank**.

-

- ## Auswerteparameter ändern



- 93

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken.
Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.
- Im Unterfenster **Auswertung - Substanzen** die Registerkarte **Anerkennung** wählen.

3 Kennspannung ändern

- Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Substanzen - Anerkennung** öffnen.

Substanzen - Anerkennung

Messbefehl

Substanz

☒ Aktiv

Kennspannung V

Toleranz V

Min. Breite V

Max. Breite V

Min. Messgröße

Sweeprichtung

von 1

- Im Feld **Kennspannung** einen neuen Wert für die Kennspannung eintragen und das Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.
- Das Dialogfenster **Methodeneditor** mit **[OK]** schliessen.

4 Nachberechnen

- Im Dialogfenster **Nachbearbeiten** die Schaltfläche **Nachberechnen** anklicken.
Die Bestimmung wird mit den neuen Auswerteparametern nachberechnet und das Ergebnis im Bereich **Resultatanzeige** auf der Registerkarte **Resultate** angezeigt.

7.4 Reportvorlage bearbeiten

viva enthält Beispiele für Reportvorlagen. Diese Reportvorlagen können nach Bedarf angepasst werden. Bausteine können hinzugefügt, entfernt oder ihre Eigenschaften geändert werden. Nur der Baustein **Fixreport** ist nicht editierbar. Nachfolgend tauschen Sie in der mitgelieferten Reportvorlage **DE Report kurz** ein Bild aus und fügen einen neuen Fixreport ein.

Reportvorlage öffnen

Um die Reportvorlage **DE Report kurz** zu bearbeiten, gehen Sie wie folgt vor:

- 1 Programmteil **Datenbank** auswählen.
- 2 Gewünschte Datenbank öffnen.
- 3 In der Bestimmungsübersicht eine oder mehrere Bestimmungen auswählen.
- 4 Das Symbol  oder den Menüpunkt **Extras ► Reportvorlagen ► Öffnen...** anklicken.
Das Programmfenster **Reportvorlage öffnen** wird geöffnet.
- 5 Reportvorlage **DE Report kurz** auswählen.
- 6 **[Öffnen]** anklicken.
Das Programmfenster mit der ausgewählten Reportvorlage wird geöffnet.

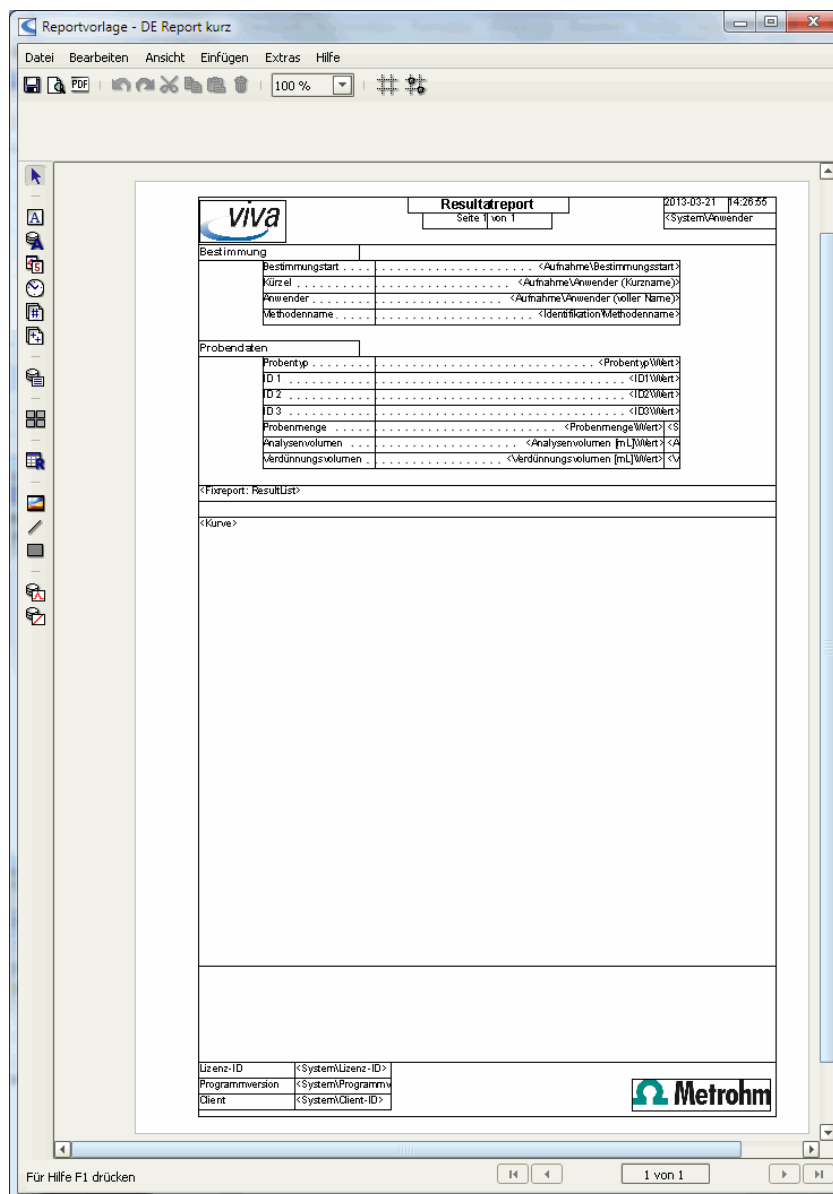


Bild austauschen

1

Das Symbol  auf der Bausteinleiste auswählen und auf das Metrohm-Logo in der rechten unteren Ecke des Reports doppelklicken.

Das Eigenschaftsfenster zum Grafikfeld wird automatisch geöffnet.

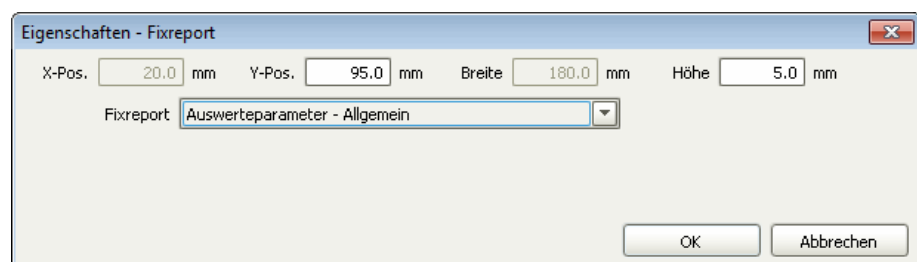


- 2 Durch Klicken auf  das Dialogfenster zur Auswahl der neuen Grafikdatei öffnen.
- 3 Die gewünschte neue Grafikdatei im Format JPG oder PNG auswählen und mit **[OK]** bestätigen.
- 4 Position, Breite, Höhe und Grösse des Bildes anpassen.
- 5 Das Eigenschaftfenster mit **[OK]** schliessen.

Neuen Fixreport einfügen

- 1 Das Symbol  auf der Bausteinleiste auswählen und durch Aufziehen eines Feldes mit der linken Maustaste auf der Reportvorlage platzieren.

Das Eigenschaftfenster zum Fixreport wird automatisch geöffnet.



- 2 Im Feld **Fixreport** die Option **Verwendete Konfiguration** auswählen.
- 3 Das Eigenschaftfenster mit **[OK]** schliessen.

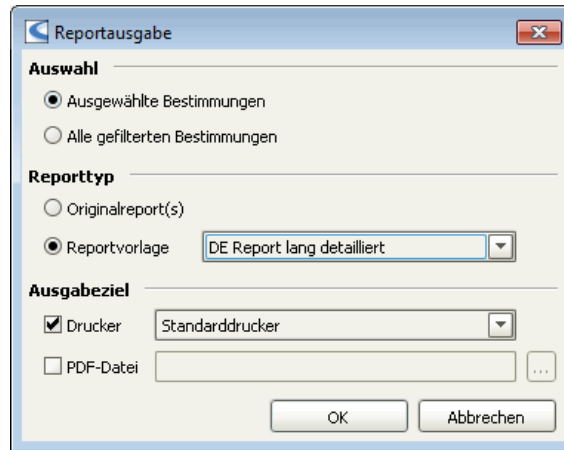
Reportvorlage speichern

- 1 Den Menüpunkt **Datei ▶ Speichern unter...** anklicken.
Das Dialogfenster **Reportvorlage speichern** wird geöffnet.
- 2 Den Namen für die neue Reportvorlage eingeben und die Schaltfläche **[Speichern]** anklicken.
Die Reportvorlage wird unter dem gewünschten Namen gespeichert.

7.5 Bestimmungsreport drucken

Um einen Bestimmungsreport zu drucken, gehen Sie wie folgt vor:

- 1 Programmteil **Datenbank** auswählen.
- 2 Das Symbol  oder den Menüpunkt **Datei ► Öffnen...** anklicken.
Das Dialogfenster **Datenbank öffnen** wird geöffnet.
- 3 Gewünschte Datenbank auswählen oder Namen im Feld **Datenbankname** eingeben.
- 4 **[Öffnen]** anklicken.
Die Datensätze der ausgewählten Datenbank werden in der **Bestimmungsübersicht** angezeigt. Der Datenbankname wird in der Titelleiste des Programms angezeigt, die Anzahl geöffneter Datenbanken in der linken oberen Ecke des Datenbanksymbols.
- 5 Gewünschte Bestimmungen auswählen.
- 6 Den Menüpunkt **Datei ► Drucken ► Report...** anklicken.
Das Dialogfenster **Reportausgabe** wird geöffnet.



- Unter **Reporttyp** die Option **Reportvorlage** und die gewünschte Reportvorlage auswählen.
- Unter **Ausgabeziel** das Kontrollkästchen **Drucker** und/oder **PDF-Datei** auswählen.



HINWEIS

Werden mehrere Reports gleichzeitig als PDF-Datei ausgegeben, wird dem Dateinamen automatisch ein Index angehängt.

- 9** Im Dialogfenster **Reportausgabe [OK]** anklicken.
Die Reports der ausgewählten Bestimmungen werden ausgegeben.

A

B

E

F

G

K

L

M

P

R

S

T

v

Z

Bedienungslehrgang CVS