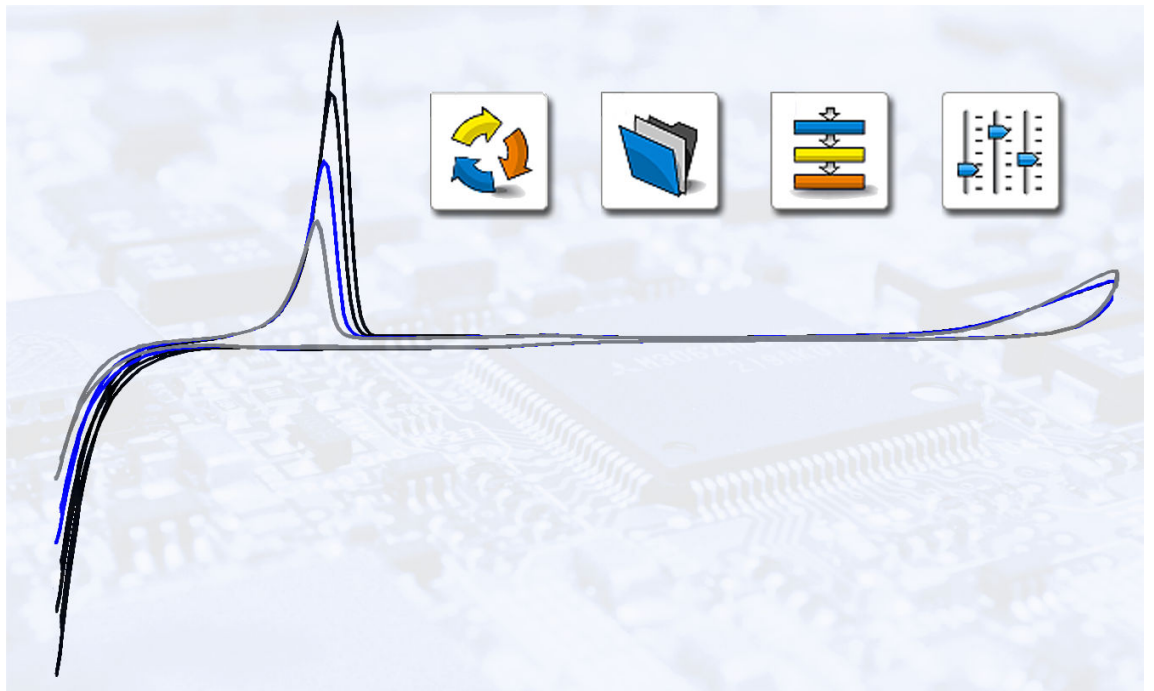




Bedienungslehrgang CVS
8.103.8010DE



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	62
6.1	Konfiguration	63
6.1.1	Geräte konfigurieren	63
6.1.2	Elektroden konfigurieren	66
6.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	67
6.1.4	Lösungen definieren	67
6.2	Methoden für automatisierte Bestimmung	67
6.2.1	Suppressor-Konzentration bestimmen	67

6.2.2	Brightener-Konzentration bestimmen	77
7	Bestimmungen bearbeiten	87
7.1	Bestimmungen sichten	87
7.2	Resultate anschauen	89
7.3	Bestimmungen nachbearbeiten	91
7.4	Reportvorlage bearbeiten	94
7.5	Bestimmungsreport drucken	97
	Index	99

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 Bedienelemente eingeführt.

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

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

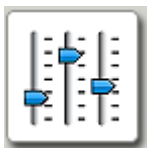
Im Programmteil **Arbeitsplatz** führen Sie die Bestimmungen durch und nehmen Live-Änderungen vor.

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 Probanddaten
- 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 Formattierungen 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 H_2SO_4 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

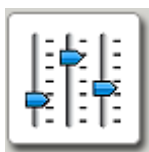


HINWEIS

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

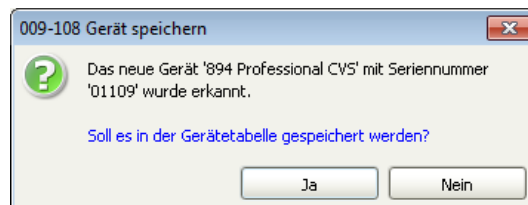
894 Professional CVS

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.

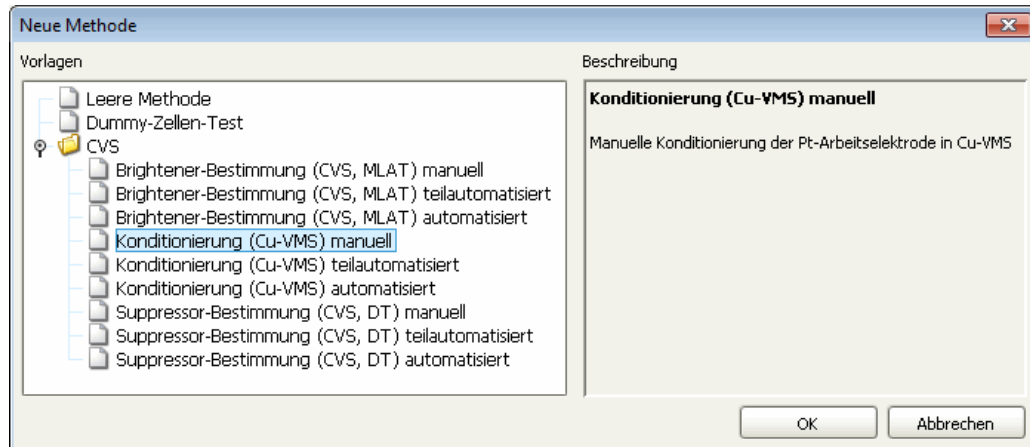
Es ist empfehlenswert, mit einer Methodenvorlage zu arbeiten, Sie haben aber auch die Möglichkeit, eine Methode komplett neu zu erstellen. Dazu wählen Sie die Methodenvorlage **Leere Methode**.

Methodenvorlage laden



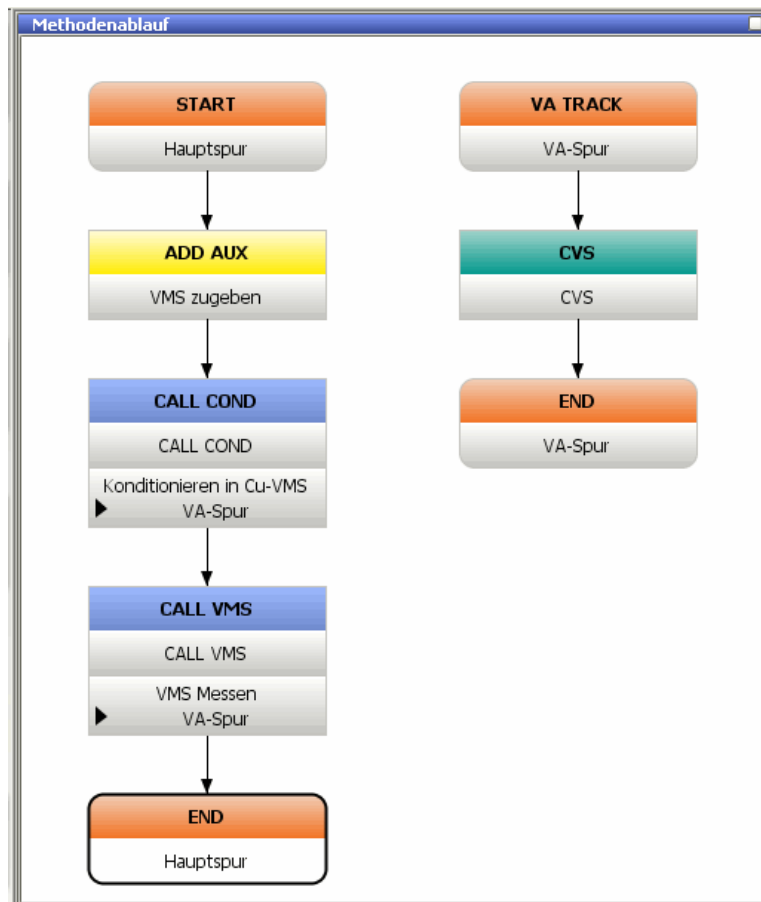
1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.

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 sicherzustel-

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.



ADD AUX - VMS zugeben

Befehlsname

Hilfslösung

Lösung

Volumen mL

☒ Volumen verrechnen

Zugabe

☒ Manuell zugeben

☐ Bereits zugegeben

☐ Mit Dosierer zugeben

Meldung

☒ Standardmeldung anzeigen

☐ Benutzerdefinierte Meldung anzeigen

T

OK Abbrechen

- 3** Mit **[OK]** das Dialogfenster schliessen.

CALL COND
CALL COND
Konditionieren VA-Spur

- 4** Auf den Befehl **CALL COND** doppelklicken.

Das Dialogfenster **CALL COND - CALL COND** wird geöffnet.

In diesem Fenster werden die applikationsspezifischen Stoppkriterien für die VA-Spur definiert. Sobald eine definierte Standardabweichung der gemessenen Ladung Q erreicht ist (oder nach einer definierten Anzahl von Durchläufen), wird die VA-Spur beendet.

CALL COND - CALL COND

Befehlsname

CALL COND

Aufrufertext

Konditionieren in Cu-VM5

Spurname

VA-Spur

Stoppkriterien

☒ Auswertegrösse

VA-Messbefehl

CV5

Substanz

Cu

Standardabweichung

0.5 %

☒ Anzahl Durchläufe

Anzahl Durchläufe

20

Aktion

Befehl abbrechen

☐ Ablaufzeit

Ablaufzeit

0.0 min

Aktion

Befehl abbrechen

☐ Bedingung

Bedingung

Aktion

Befehl abbrechen

OK

Abbrechen

CVS
CVS

- 5** Auf den Befehl **CVS** doppelklicken und die Registerkarte **Allgemein/Hardware** auswählen.



CVS - CVS

Befehlsname: CVS

Allgemein/Hardware | Vorbehandlung | Sweep | Nachbehandlung | Potentiostat

Gerät

Gerätename: nicht definiert

Gerätetyp: 894 Professional CVS

Sensoren/Elektroden

Arbeitselektrode: RDE

Sensortyp: RDE

Referenzelektrode: Reference electrode

Hilfselektrode: Auxiliary electrode

☒ Elektrodentest

Rührer

Rührgeschwindigkeit: 2500 min⁻¹

☒ Hydrodynamische Messung

OK Abbrechen

- Im Bereich **Gerät** der Methode ein in der Konfiguration vorhandenes Messgerät zuordnen (das Gerät muss in der Gerätetabelle der Konfiguration vorhanden sein).
- Die Registerkarte **Sweep** auswählen.

CVS - CVS

Befehlsname: CVS

Algemein/Hardware | Vorbehandlung | **Sweep** | Nachbehandlung | Potentiostat

Startspannung: 1.625 V

Umkehrspannung 1: -0.250 V

Umkehrspannung 2: 1.625 V

Spannungsschritt: 0.006 V

Spannungsschrittzeit: 0.060 s

Sweep-Rate: 0.100 V/s

Vorbereitungszyklen: 1

Messzyklen: 2

Sweep-Dauer: 113.76 s

OK Abbrechen

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.

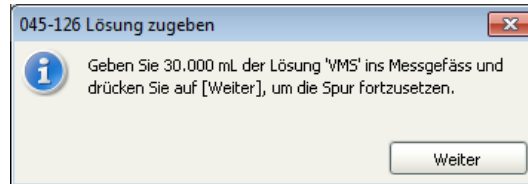
2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.

► Start

- 3** Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Konditionierung (Cu-VMS) manuell** auswählen.

- 4** **[Start]** drücken.

Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint.



HINWEIS

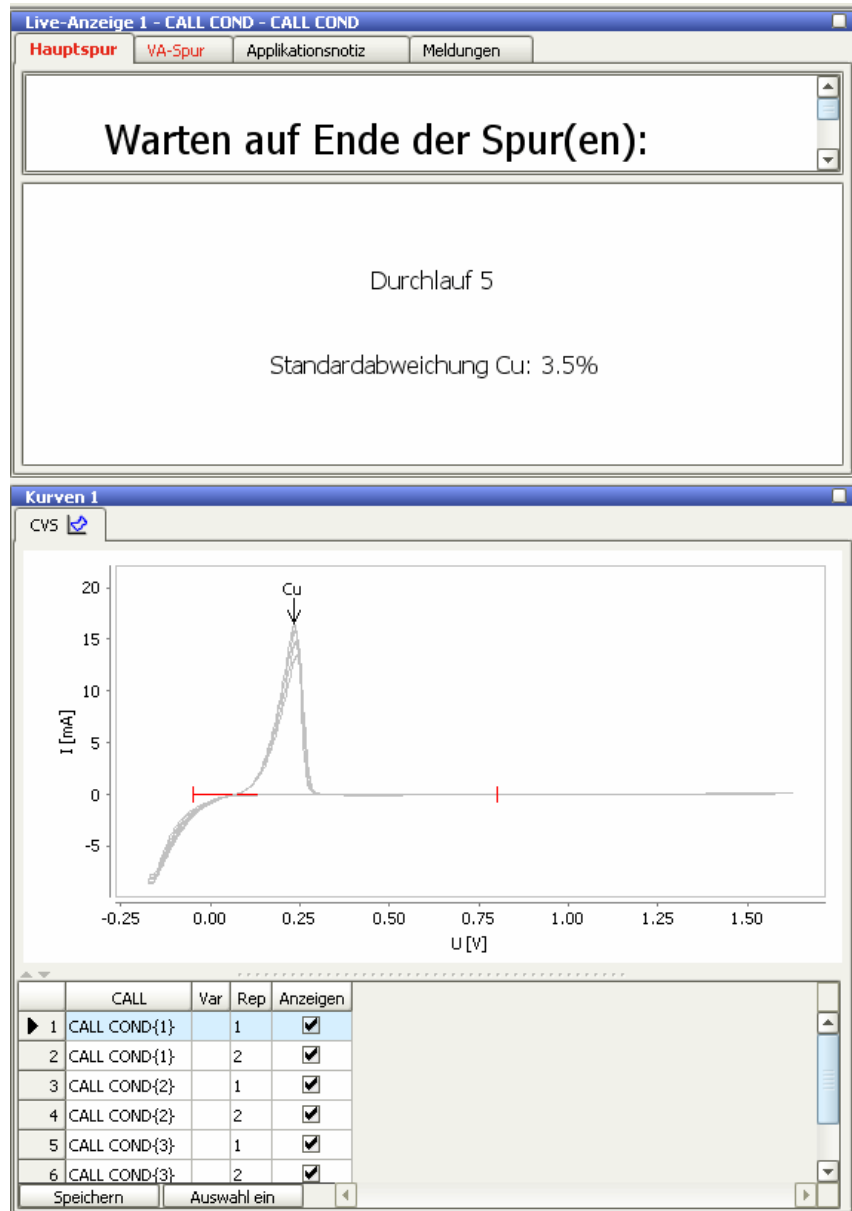
Alle Lösungen werden über die Pipettieröffnung in das Messgefäß gegeben, damit die Elektroden während der Messung nicht dem Luftsauerstoff ausgesetzt sind.

- 5** Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS in das Messgefäß pipettieren.

- 6 [Weiter]** anklicken.

Die Konditionierung beginnt.

Im Unterfenster **Live-Anzeige** auf der Registerkarte **Hauptspur** wird die Anzahl Durchläufe und der aktuelle Wert der Standardabweichung angezeigt. Das Unterfenster **Kurve** zeigt die Voltammogramme und die Tabellen der Messkurve.



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.

Die Anzahl von Vorbereitungszyklen und Messzyklen wird auf der Registerkarte **Sweep** definiert (siehe "Befehlsparameter definieren", Seite 11).

4.2.2 Suppressor-Konzentration bestimmen

Die Zugabe von Suppressor zu einer Kupferlösung verringert die Abscheidung von Cu auf der Elektrodenoberfläche. Die Suppressor-Konzentration in einem Galvanikbad wird mit der Kalibriermethode **DT** (Dilution Titration - Verdünnungstitration) bestimmt.

Die Methode zur manuellen Bestimmung der Suppressor-Konzentration beinhaltet:

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

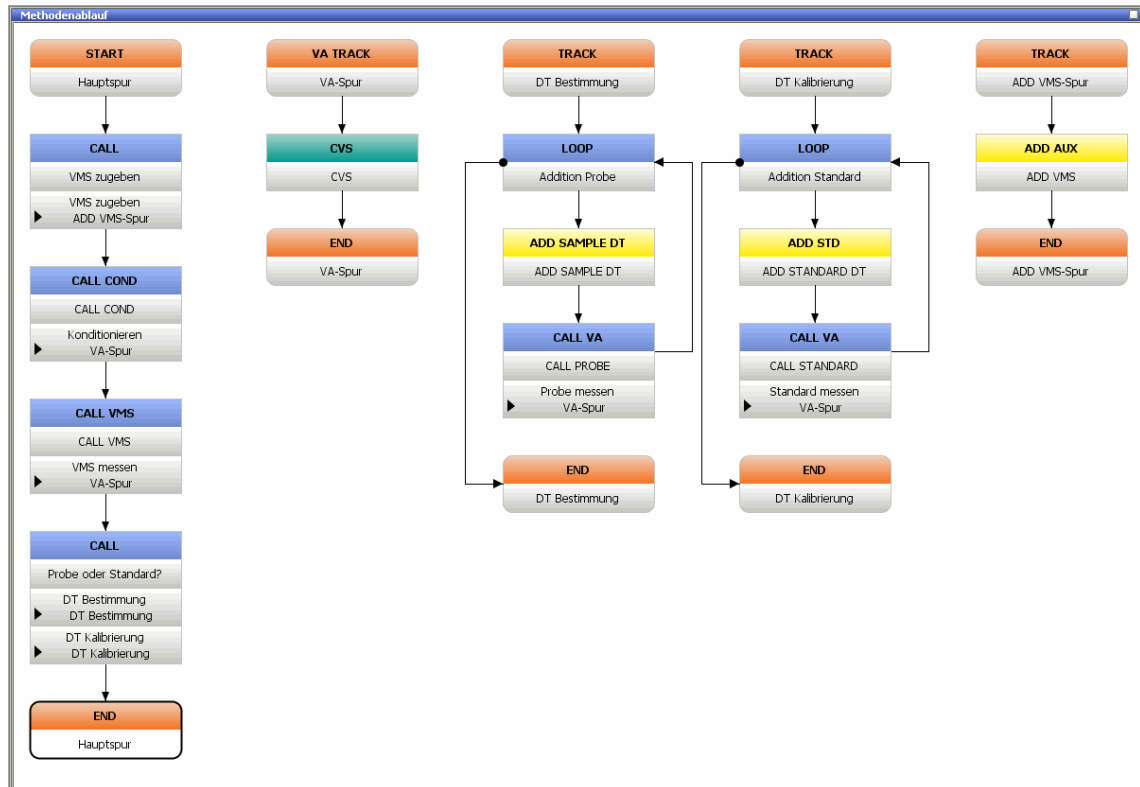
4.2.2.1 Methode erstellen

Methodenvorlage laden



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



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 Proben­typ im Arbeitsplatz (**Probe** oder **Standard**) wird die Spur **DT Bestimmung** oder **DT Kalibrierung** aufgerufen.

VA-Spur

CVS
CVS

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

DT Kalibrierung

LOOP

Addition Standard

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.

ADD STD
ADD STANDARD DT

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

CALL VA

CALL STANDARD

Standard messen
▶ VA-Spur

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

DT Bestimmung

LOOP
Addition Probe

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.

ADD SAMPLE DT

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

CALL VA

CALL PROBE

Probe messen
VA-Spur

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

ADD VMS-Spur

ADD AUX

ADD VMS

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.

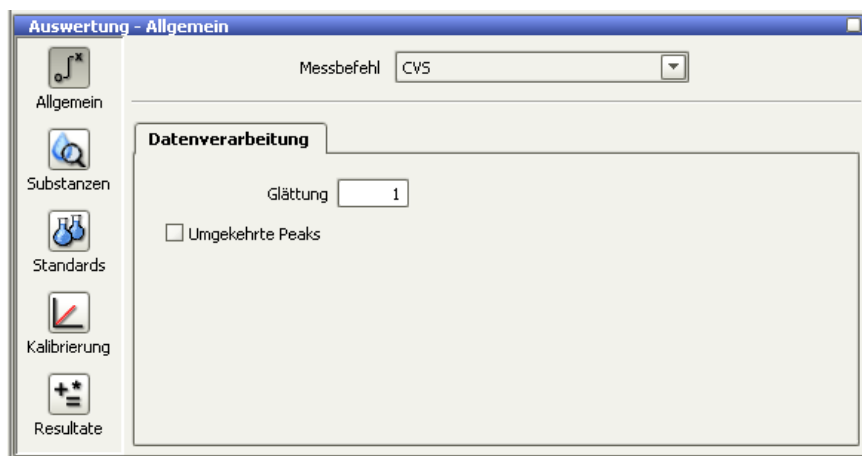
In den Methodenvorlagen sind alle relevanten Auswerteparameter vordefiniert. Die Auswerteparameter können individuell definiert werden, und die angepasste Methodenvorlage kann anschliessend neu gespeichert werden.

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

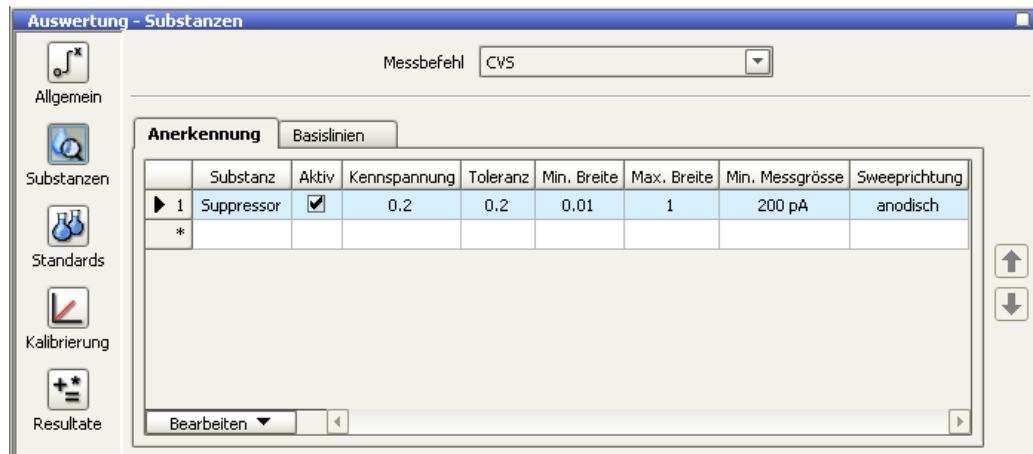
Im Bereich **Substanzen** wird definiert, welche Substanz bestimmt werden soll.

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

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



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

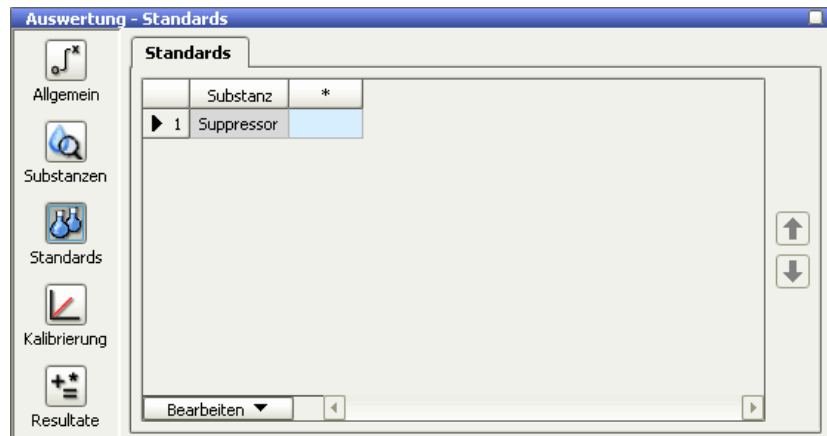


Standards

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

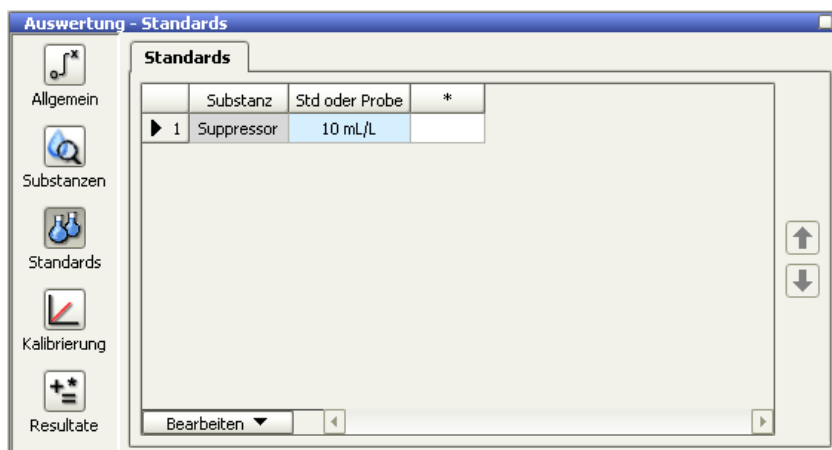


- 1** Die Schaltfläche **Standards** anklicken.



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

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

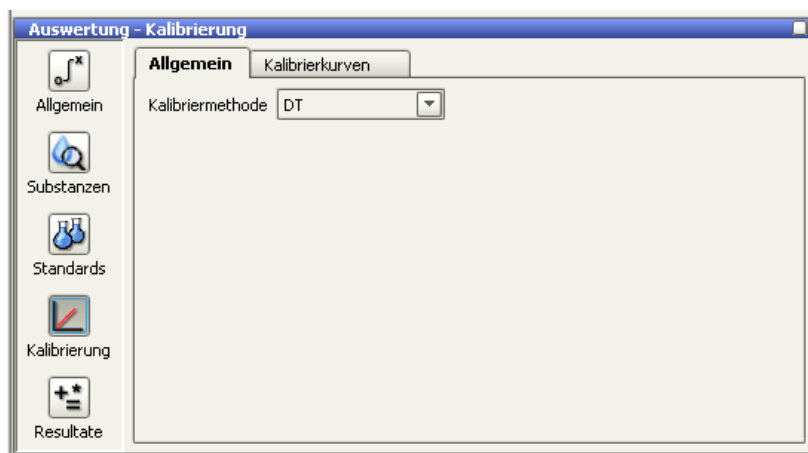


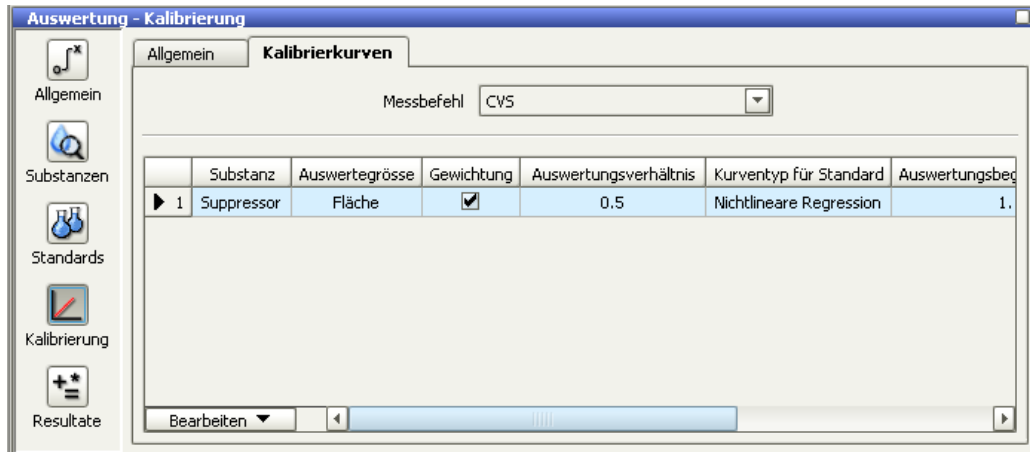
Kalibrierung

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



- 1 Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.





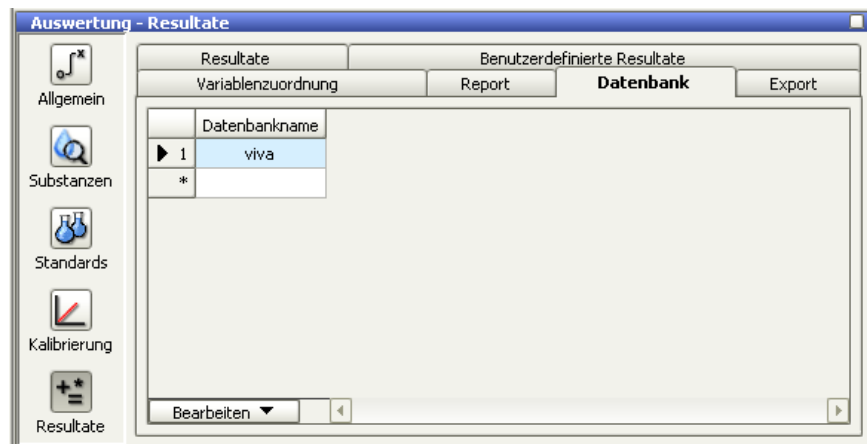
Resultate

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



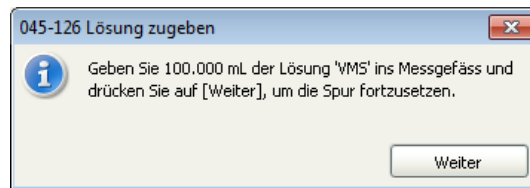
- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.



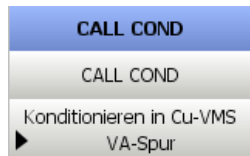
- Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT)** manuell auswählen.
- Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Standard** wählen.



- 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:



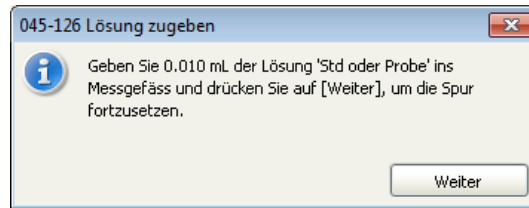
Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



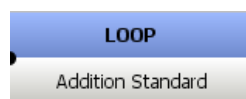
HINWEIS

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.

- 8 Es wird nun das VMS-Signal gemessen.
- 9 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.

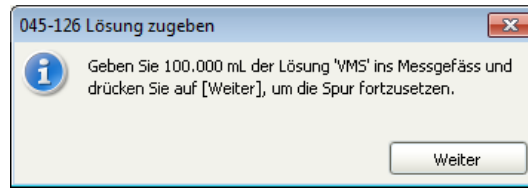
Suppressor-Konzentration bestimmen



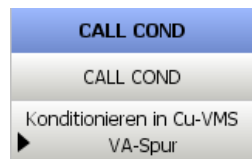
- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT)** manuell auswählen.
- 4 Im Auswahlfeld **Probentyp** den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



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



- 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:



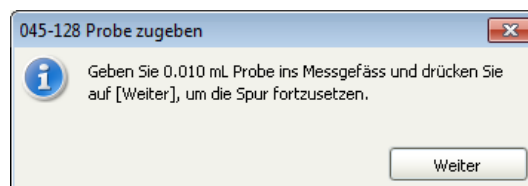
Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



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.

- 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

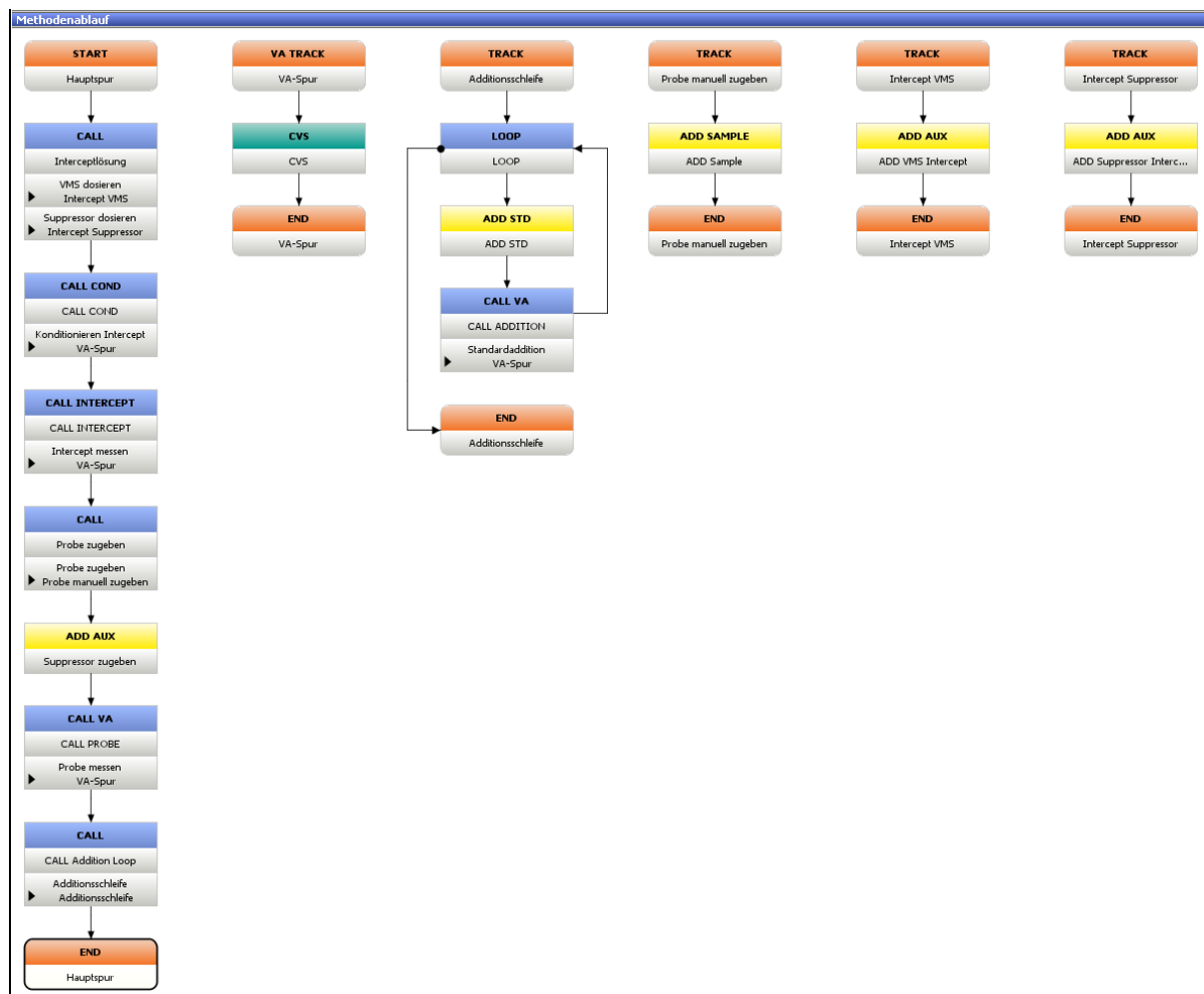
Methodenvorlage laden



- 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 Brightener-Standardlösung definiert ist.

VA-Spur

CVS
CVS

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

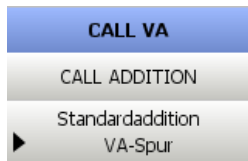
Additionsschleife

LOOP
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

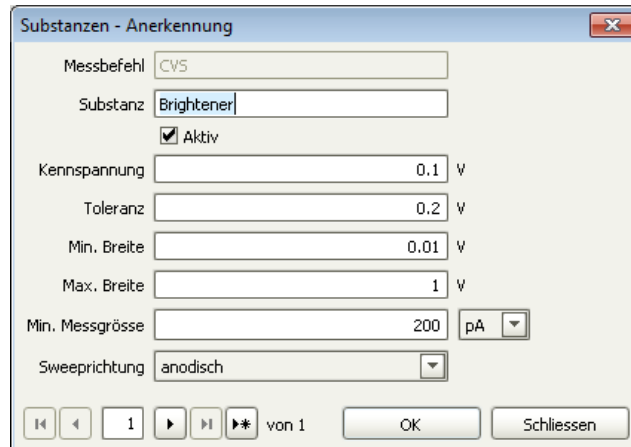
Neben den vordefinierten Parametern werden noch die spezifischen Parameter zur Auswertung der Voltammogramme der Brightener-Bestimmung definiert.

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.

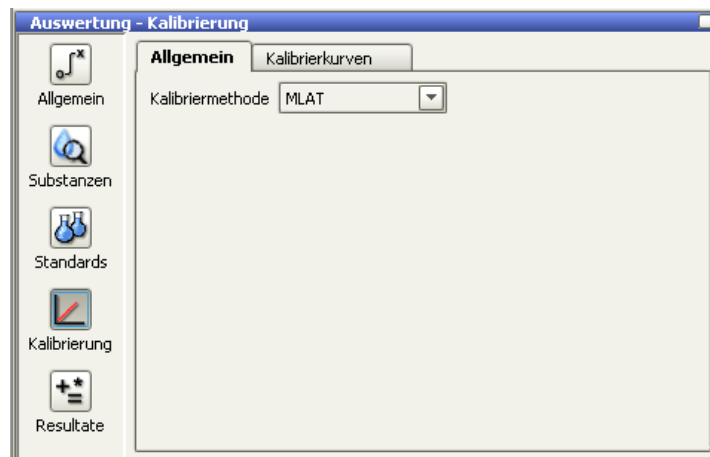


Kalibrierung

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



- 1 Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.



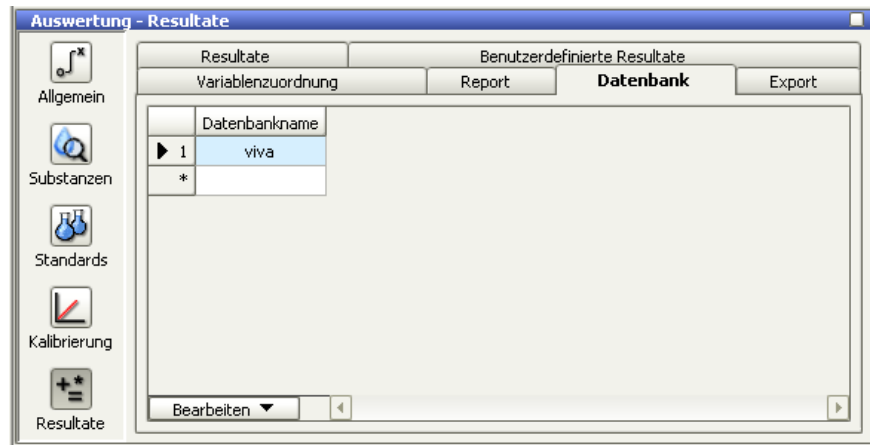
Resultate

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.

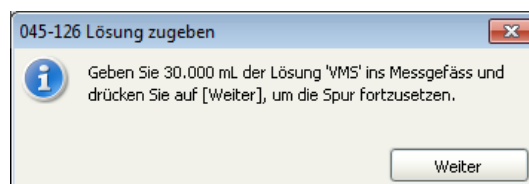
Brightener-Bestimmung durchführen



- 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.

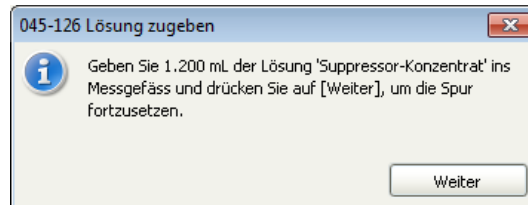


Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint.



- 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.

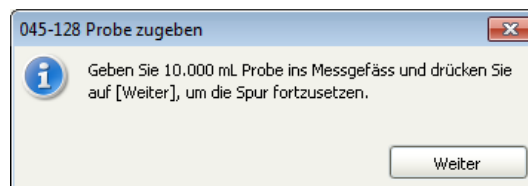
- 9** Nach den Zugaben wird der folgende Befehl ausgeführt:



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

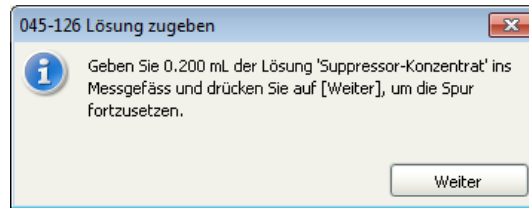
- 10** Es wird nun der Intercept-Wert gemessen.

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



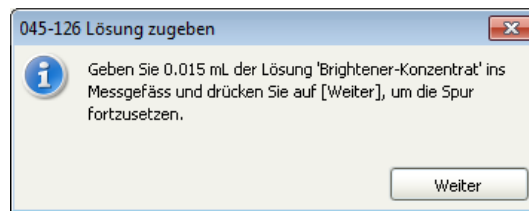
- 11** Das in der Meldung angezeigte Volumen Probe durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

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



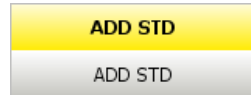
- 12** Das in der Meldung angezeigte Volumen Suppressor-Konzentrat durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

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

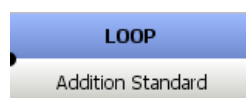


- 13** Das in der Meldung angezeigte Volumen Brightener-Konzentrat durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

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 H₂O 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

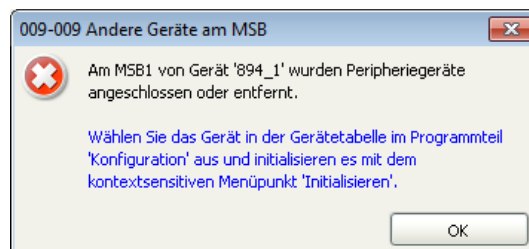
Werden mehrere Dosiereinheiten angeschlossen, werden zuerst alle Dosierer mit Dosiereinheiten an den entsprechenden MSB angeschlossen und anschliessend muss das 894 Professional CVS neu initialisiert werden.

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:



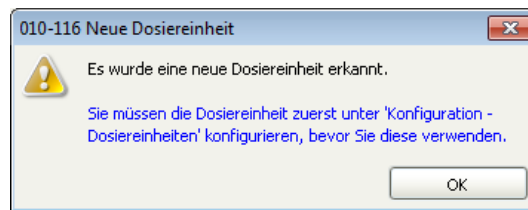
- 2 Mit **OK** bestätigen.

Dosiereinheit initialisieren

Gehen Sie wie folgt vor:

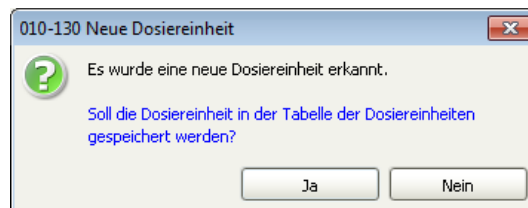
- 1 In der Gerätetabelle des Programnteils **Konfiguration** das 894 Professional CVS auswählen.
- 2 In der Gerätetabelle die Schaltfläche **Bearbeiten** anklicken und **Initialisieren** auswählen.

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

Geräte-/ 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.

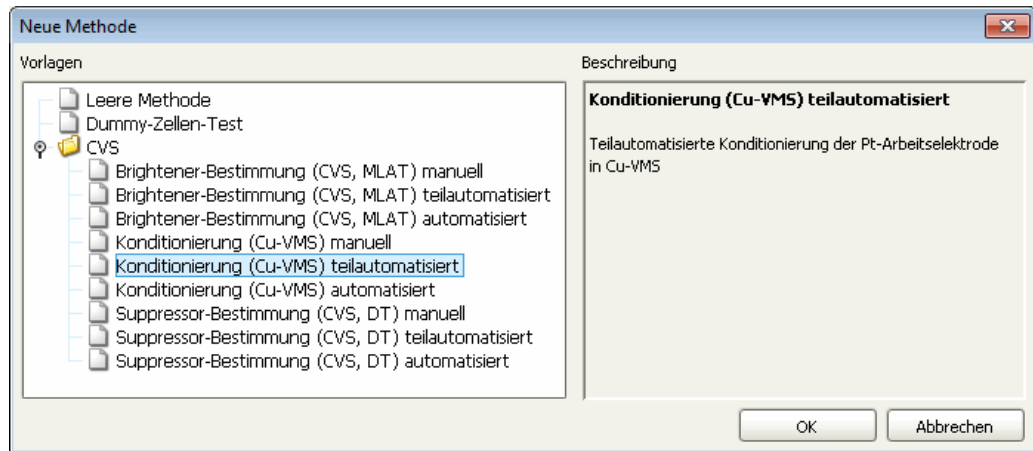
Sie haben auch die Möglichkeit, eine Methode komplett neu zu erstellen. Dazu wählen Sie die Methodenvorlage **Leere Methode**.

Methodenvorlage laden



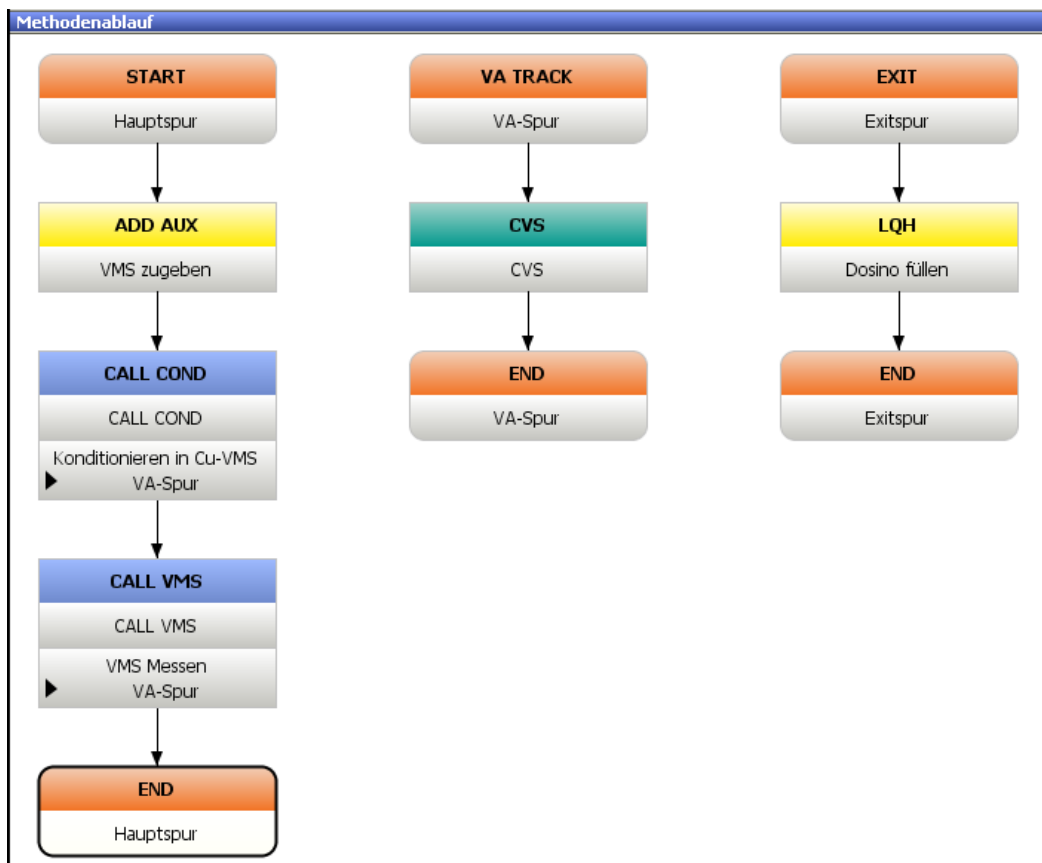
- 1** Das Symbol des Programnteils **Methode** anklicken.

- 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.



Die Methode besteht aus einer Hauptspur, einer VA-Spur und einer Exitspur. Der Befehl **CVS** ist in eine separate VA-Spur ausgelagert um sicherzustellen, dass bei jedem erneuten Aufruf mit denselben volltamtmetrischen Parametern gemessen wird.

Bedeutung der einzelnen Befehle

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

Hauptspur



Mit dem Befehl **ADD AUX** wird die automatisierte Zugabe der VMS mit der Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** definiert.



(siehe Seite 11).



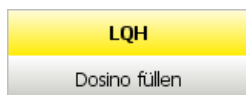
(siehe Seite 11).

VA-Spur



(siehe Seite 11).

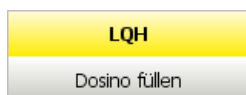
Exitspur



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).

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) teilautomatisiert** für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

5.2.1.2 Konditionierung durchführen

Dosiereinheit vorbereiten

Mit der Funktion **Vorbereiten** werden der Zylinder und die Schläuche der Dosiereinheit gespült und luftblasenfrei gefüllt. Diese Funktion sollten Sie vor der ersten Bestimmung oder einmal täglich ausführen.

Gehen Sie dazu wie folgt vor:

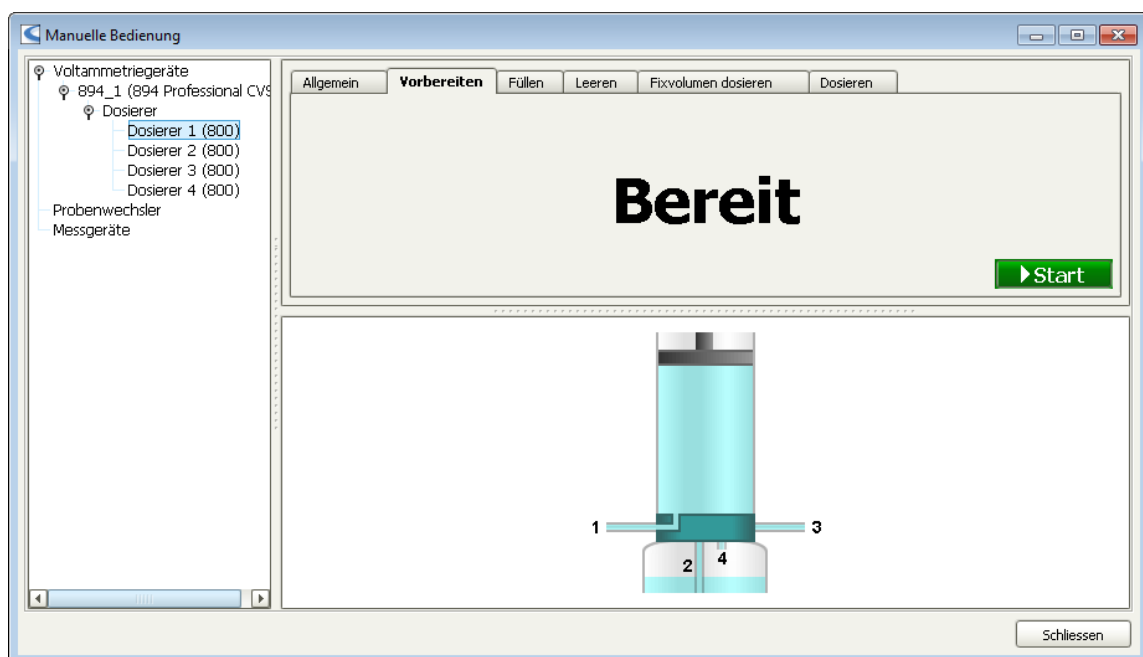


- 1** Das Symbol des Programnteils **Manuelle Bedienung** anklicken.

Das Dialogfenster **Manuelle Bedienung** wird geöffnet.

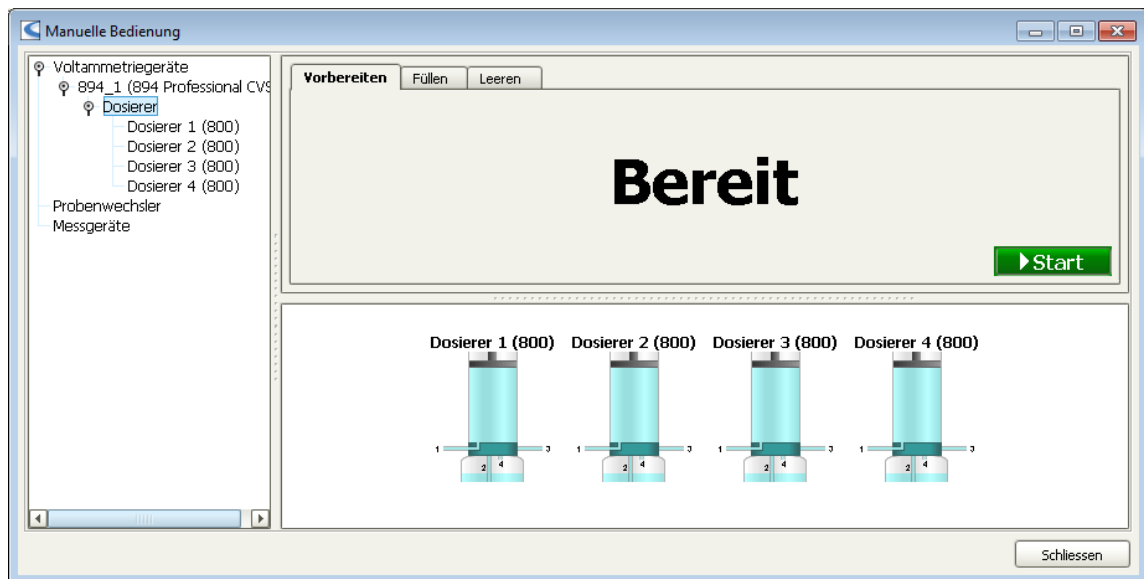
Im linken Teil des Fensters werden die angeschlossenen Geräte mit ihren Peripheriegeräten aufgelistet. Im rechten Teil des Fensters werden die Funktionen des ausgewählten Gerätes angezeigt, im folgenden Beispiel für Dosierer 1 (800), welcher der Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** entspricht.

- 2 Dosierer 1 (800)** auswählen, um den gewählten Dosierer vorzubereiten.



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.
- 6 Nachdem die Vorbereitung beendet ist, das Messgefäß in den Halter am Gerät einsetzen und den Messkopfarm absenken.

Pt-Arbeitselektrode konditionieren



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die Methode **Konditionierung (Cu-VMS) teil-automatisiert** auswählen.
- 4 **[Start]** drücken.



Das im Befehl **ADD** definierte VMS-Volumen wird von der Dosiereinheit **894/D1 50mL VMS** in das Messgefäß dosiert. Anschliessend wird die Pt-Arbeitselektrode konditioniert. Sobald das erste der bei-

den definierten Stoppkriterien (Standardabweichung $< 0.5\%$ oder 20 Durchläufen) erreicht ist, wird die Konditionierung beendet.

- 5** Mit dem folgenden Befehl wird die VA-Spur nochmals aufgerufen und das Signal der VMS gemessen.



Die Konditioniermethode ist beendet.

Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit destilliertem H_2O spülen.

5.2.2 Suppressor-Konzentration bestimmen

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

Die Methode zur teilautomatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration beinhaltet:

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

5.2.2.1 Methode erstellen

Methodenvorlage laden

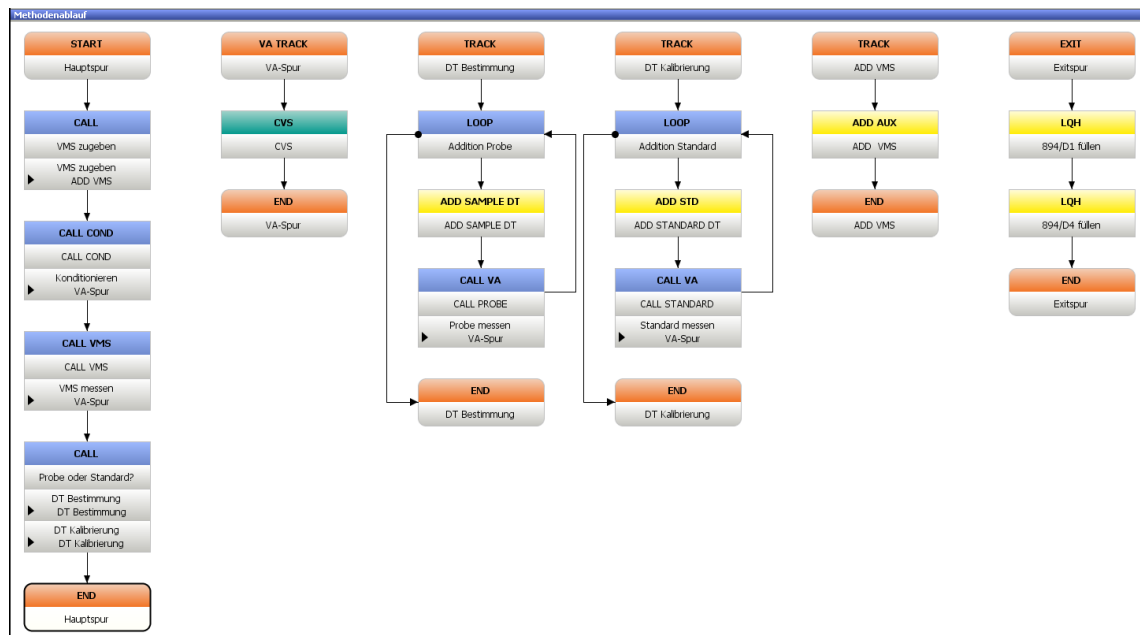


- 1** Das Symbol des Programnteils **Methode** anklicken.

- 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).



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

CVS
CVS

(siehe Seite 11).

DT Bestimmung

LOOP

Addition Probe

(siehe Seite 20).

ADD SAMPLE DT

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

CALL VA
CALL PROBE
Probe messen
VA-Spur

(siehe Seite 20).

DT Kalibrierung

LOOP

Addition Standard

(siehe Seite 20).

ADD STD

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

CALL VA

CALL STANDARD

Standard messen
▶ VA-Spur

(siehe Seite 20).

ADD VMS

ADD AUX
VMS zugeben

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

Exitspur

LQH
894/D1 füllen

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 47).
- 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.



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 Suppressor-Standardlösung 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.

- ## Suppressor-Konzentration bestimmen

- 

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



- 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.

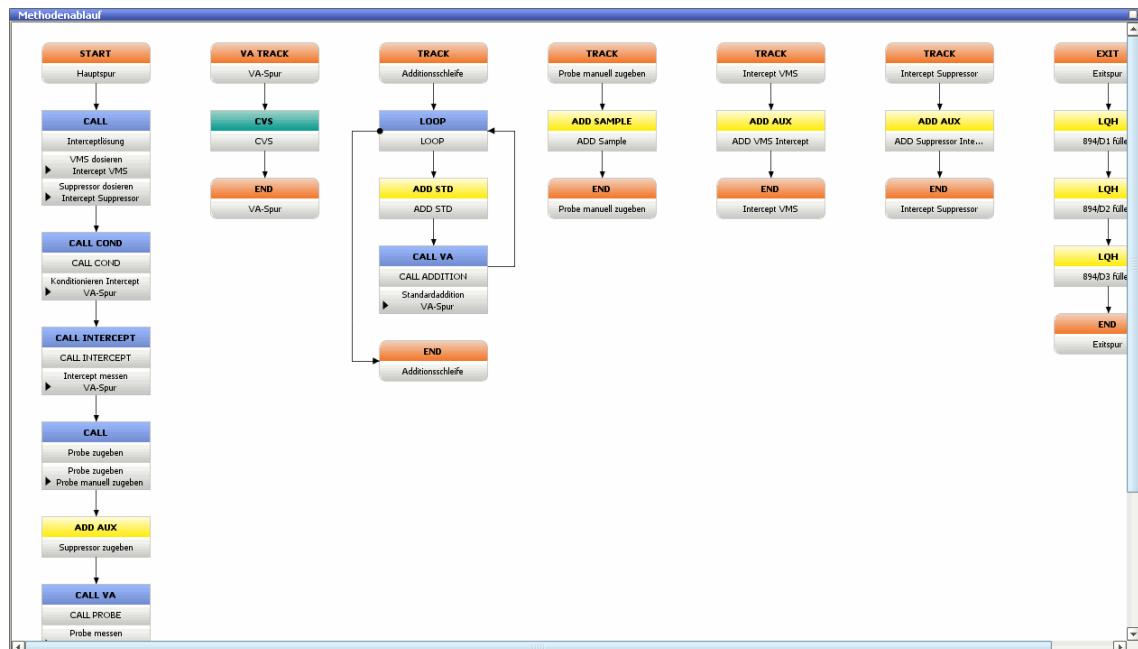
5.2.3.1 Methode erstellen

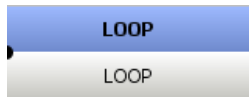
Methodenvorlage laden



- 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.





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



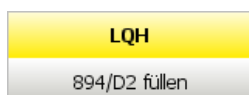
Befehl zum automatisierten Dosieren von Suppressor-Konzentrat der Intercept-Lösung.

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 47*):
 - **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.



- 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.

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



6 Rackparameter definieren

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

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

- 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 %

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

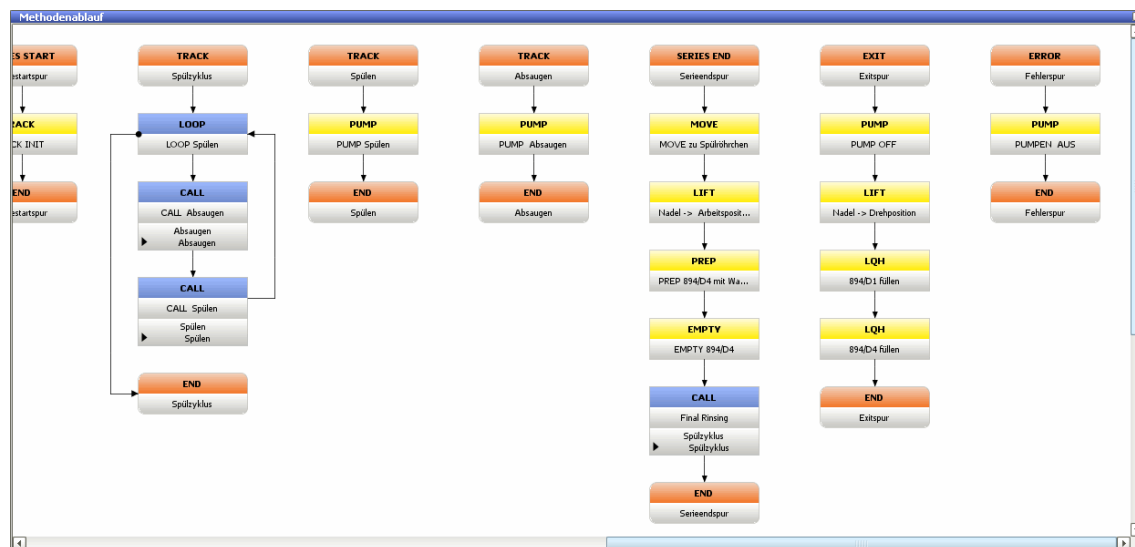


1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.

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.

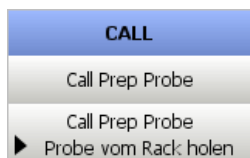


Bedeutung der einzelnen Spuren und Befehle

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).

ADD VMS

(siehe Seite 52).

Probe vom Rack
holen

In dieser Spur wird die Probe vom Rack geholt und die Dosiereinheit mit Probe gespült.

Nächste Probe

In dieser Spur wird die PEEK-Hohlnadel des Probenwechslers in die nächste Probe abgesenkt.

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.

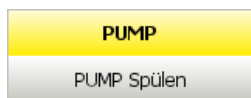
Die Seriestartspur wird im Ablauf nur einmal am Anfang der ersten Bestimmung einer Serie und noch vor der Hauptspur ausgeführt.

Spülzyklus

In dieser Spur wird definiert, wie oft das Messgefäß gespült und abgesaugt wird.

Spülen

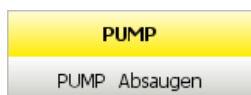
In dieser Spur wird definiert, wie das Messgefäß gespült wird.



Die applikationsspezifische Pumpzeit zum Spülen muss dabei im Feld **Betriebsdauer** an das Messgefäßvolumen angepasst werden.

Absaugen

In dieser Spur wird definiert, wie das Messgefäß abgesaugt wird.



Die applikationsspezifische Pumpzeit zum Absaugen muss dabei im Feld **Betriebsdauer** an das Messgefäßvolumen angepasst werden.

3 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.

Ablauf

Einzelbestimmung **Bestimmungsserie**

Start Stop Hold Pause Status: READY

Bestimmungsparameter

Anwender: doe Probennummer: 1

Anmerkung:

Autostart: 0 von Probentabelle

Probendaten

	Methode	ID1	ID2	ID3	Probentyp	Probenposition	Probenmenge	Probenm...	Analyse
1	Supressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Standard			Standard	57	1.0	mL	1.0
2	Supressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Probe			Probe	58	1.0	mL	
3	Supressor-Bestimmung (CVS, DT) auto...	Probe			Probe	59	1.0	mL	
4	Supressor-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 47).



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 **Suppressor-Bestimmung** laden.

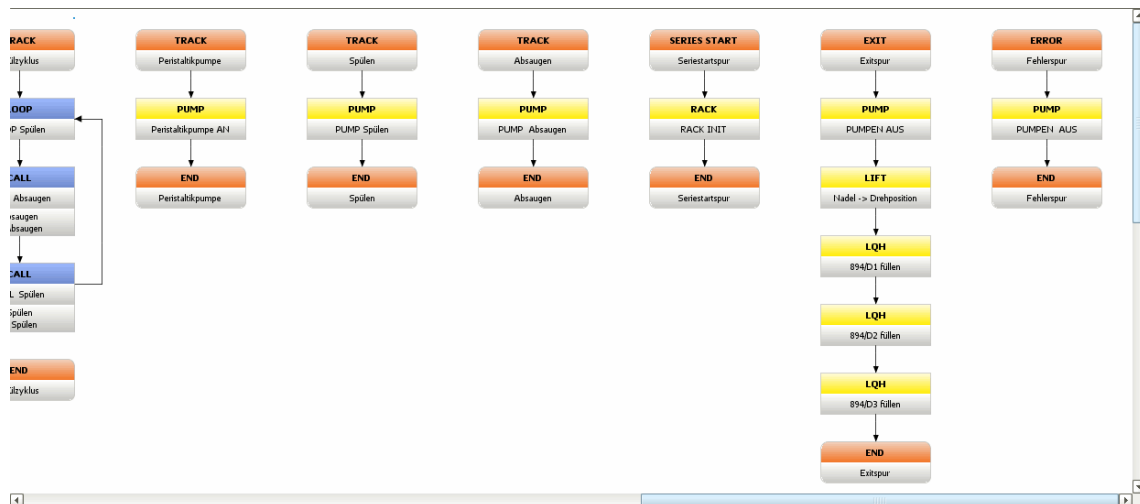


5 **[Start]** drücken.

6 Die **Seriestartspur** wird ausgeführt und das Rack initialisiert.

7 Die Spur **Probe vom Rack holen** wird aufgerufen.

- Das Messgefäß wird entleert.



Bedeutung der einzelnen Spuren und Befehle

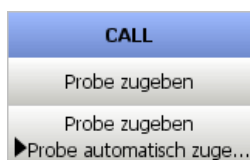
Der Methodenablauf der automatisierten Bestimmung der Brightener-Konzentration entspricht weitgehend dem Ablauf der teilautomatisierten Bestimmung. Zur Steuerung des Probenwechslers werden aber noch zusätzliche Automations- und Spülspuren eingesetzt. Das automatische Spülen der Messzelle wird durch PUMP-Befehle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



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

VA-Spur

(*siehe Seite 58*).

<i>Additionsschleife</i>	(siehe Seite 58).
<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-Hohnadel des Probenwechslers in die nächste Probe abgesenkt.
<i>Gehe zu Spülposition</i>	In dieser Spur wird das Messgefäß entleert und die PEEK-Hohnadel 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.

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

Zeile bearbeiten - Arbeitsprobentabelle - Arbeitsplatz 1

Methode: Brightenerbestimmung (CVS, MLAT) automatisiert

ID1:

ID2:

ID3:

Probenotyp: Probe

Probenposition: 1

Probenmenge: 1.0

Probenmengeneinheit: mL

Analysenvolumen: 1.0

Verdünnungsvolumen: 1.0

Zeile: 1 von 1

☐ Applikationsnotiz anzeigen

5 Probenposition für Proben definieren

Geben Sie in die Felder folgende Werte ein:

- Im Feld **ID1** als Beschreibung **Probe** eingeben.
- Im Feld **Probenposition** den Wert **1** eingeben.
- Im Feld **Probenmenge** das Probenvolumen eingeben und im Auswahlfeld **Probenmengeneinheit** die dazu passende Probenmengeneinheit wählen.
- Die Felder **Analysenvolumen** und **Verdünnungsvolumen** werden nicht benötigt und können unverändert belassen werden.
- **[Übernehmen]** anklicken.
Die Parameter für die erste Probe werden in die erste Zeile der Probentabelle geschrieben und gespeichert.
- Im Feld **Zeile** auf die Schaltfläche klicken und die nächste Zeile bearbeiten.
- Für die auf Position **2** und **3** analog vorgehen und jeweils eine neue Zeile in der Probentabelle anlegen.

6 Probentabelle speichern

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

Die vollständige Tabelle sieht wie folgt aus:

7 Bestimmungen bearbeiten

7.1 Bestimmungen sichten

Sie haben mehrere Möglichkeiten, ihre Bestimmungen auszuwählen und zu sichten:

- nach einer Spalte sortieren
- über einen Schnellfilter finden
- mit einem Spezialfilter finden
- über das Menü **Suchen**

Sortieren



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

- 2 Erster Klick in der Tabelle mit allen Datensätzen auf einen Spaltentitel, nach dem sortiert werden soll.

Die Tabelle wird nach der ausgewählten Spalte in aufsteigender Reihenfolge sortiert.

- 3 Zweiter Klick auf denselben Spaltentitel.

Die Tabelle wird nach der ausgewählten Spalte in absteigender Reihenfolge sortiert.

Schnellfilter

- 1 Das Menü **Bestimmungen ► Filter ► Schnellfilter** anklicken.

Der Cursor erhält ein spezielles Filtersymbol. Beim Navigieren innerhalb der Tabelle werden die Zellen, in denen sich der Cursor befindet, gelb hinterlegt.

- 2 Den Cursor in eine Zelle setzen, die als Filterkriterium dient, und mit der linken Maustaste doppelklicken.

Die Datensätze werden nach dem Inhalt des gewählten Tabellenfeldes gefiltert. Innerhalb der gefilterten Tabelle kann der Schnellfilter erneut angewendet werden.

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.

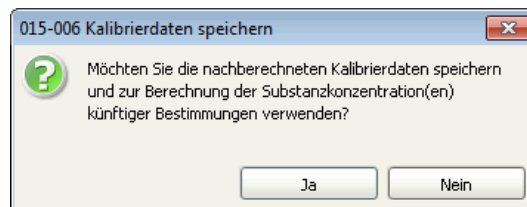
Bestimmung mit neuer Kalibrierung

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



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

- 2 Im Unterfenster **Bestimmungsübersicht** den neuen Standard und die gewünschten Proben auswählen.
- 3 Über das Menü **Bestimmungen ► Nachbearbeiten...** oder das Symbol  das Dialogfenster **Nachbearbeiten** öffnen.
- 4 Die Schaltfläche **Nachberechnen** anklicken.
Die Probe wird mit der neuen Kalibrierkurve nachberechnet. Im Bereich **Resultatanzeige** werden die neu berechneten Resultate angezeigt.
- 5 Die Schaltfläche **[OK]** anklicken.
Es erscheint die folgende Meldung:



- 6** Die Schaltfläche **[Ja]** anklicken.
- Jede durch die Nachbearbeitung modifizierte Bestimmung wird als eine neue Version mit einer um +1 erhöhten Versionsnummer in der Datenbank gespeichert.

Auswerteparameter ändern

Anhand dieses Beispiels wird erklärt, wie die Kennspannung angepasst werden kann.



- 1 Klicken Sie auf das Symbol des Programmteils **Datenbank**.
- 2 **Methode öffnen**
 - Im Unterfenster **Bestimmungsübersicht** eine Bestimmung auswählen.
 - Über das Menü **Bestimmungen ► Nachbearbeiten...** oder das Symbol  das Dialogfenster **Nachbearbeiten** öffnen.

- 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.

- 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.

Reportvorlage - DE Report kurz

Datei Bearbeiten Ansicht Einfügen Extras Hilfe

100 %

viva **Resultatreport** 2013-03-21 14:28:55
Seite 1 von 1 <System>Anwender

Bestimmung

Bestimmungstyp <Aufnahme>Bestimmungstyp
Kürzel <Aufnahme>Anwender (Kürzel)
Anwender <Aufnahme>Anwender (voller Name)
Methodenname <Identifikation>Methodenname

Probendaten

Probenart <Probenart>Wert
ID 1 <ID1>Wert
ID 2 <ID2>Wert
ID 3 <ID3>Wert
Probenmenge <Probenmenge>Wert
Analysevolumen <Analysevolumen [mL]>Wert
Verdünnungsvolumen <Verdünnungsvolumen [mL]>Wert

<Fireport: ResultList>

<Kurve>

Lizenz-ID <System>Lizenz-ID
Programmversion <System>Programmversion
Client <System>Client-ID

Metrohm

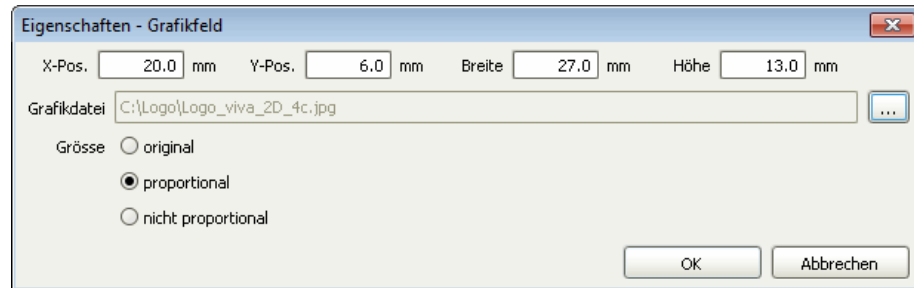
Für Hilfe F1 drücken 1 von 1

Bild austauschen

1

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

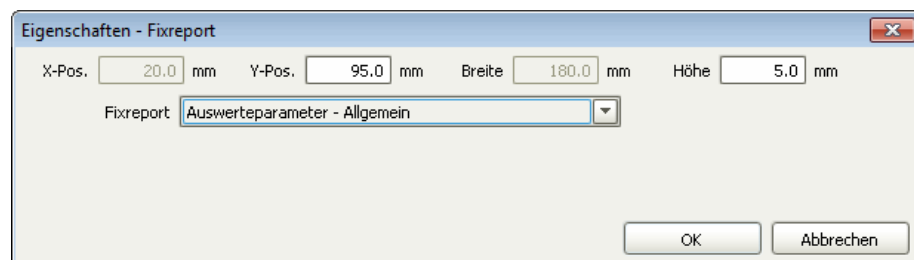
Das Eigenschaftsfenster zum Grafikfeld wird automatisch geöffnet.



- 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 Eigenschaftensfenster zum Fixreport wird automatisch geöffnet.



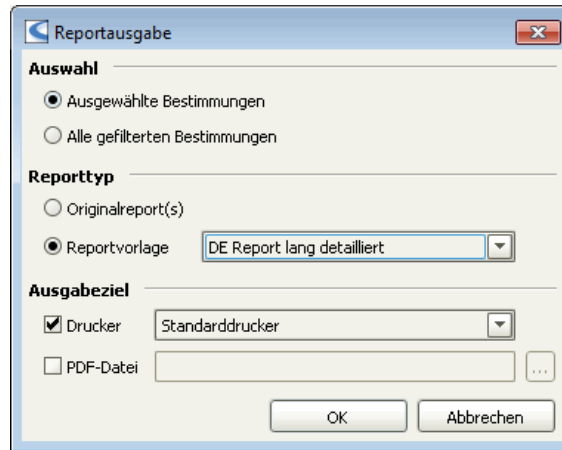
- Im Feld **Fixreport** die Option **Verwendete Konfiguration** auswählen.
- Das Eigenschaftfenster mit **[OK]** schliessen.

- 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.

Index

A

Arbeitsposition nachjustieren	65
Ausrüstung	
Elektroden	3
Geräte	3
Reagenzien	3
Zubehör	4
Automatisierte Bestimmung	
Bestimmung durchführen 75,	
84	
Brightener-Konzentration	
bestimmen	77
Dosiereinheiten konfigurieren	
.....	67
Elektroden konfigurieren	66
Gerät konfigurieren	63
Konfiguration	63
Lösungen definieren	67
Methode	67
Suppressor-Konzentration	
bestimmen	67

B

Bestimmung	
Bearbeiten	87
Nachbearbeiten	91
Report drucken	97
Schnellfilter	87
Sichten	87
Sortieren	87
Spezialfilter	88
Suchen	89

E

Einleitung	1
------------------	---

F

Filter	
Schnellfilter	87
Spezialfilter	88

G

Gerät	
Konfigurieren	7, 39, 63

K

Kalibrierkurve	
Darstellen	90
Zoom	89
Konfiguration	5

L

Lösung herstellen	
Suppressor-Standardlösung ...	4
VMS	4

M

Manuelle Bestimmung	15
Befehle	11
Befehlsparameter definieren	
.....	11
Bestimmung durchführen 25,	
35	
Brightener-Konzentration	
bestimmen	29
Elektroden konfigurieren	8
Gerät konfigurieren	7
Konfiguration	7
Methode	9
Methodenvorlage	9
Suppressor-Konzentration	
bestimmen	18
Messkurve	
Achsenbeschriftung ändern	90
Ändern	90
Darstellen	91
Linienanzeige ändern	90
Zoom	89

P

Probenrack bestücken	71, 80
Probentabelle	71, 80
Programmbeschreibung	1

R

Rackparameter definieren	65
Report	
Drucken	97
Reportvorlage bearbeiten ...	94

Resultate

Sichten	89
---------------	----

S

Software starten	5
Suchen	89
Suppressor-Standardlösung	
Lösung herstellen	4

T

Teilautomatisierte Bestimmung	
Befehle	46
Befehlsparameter definieren	
.....	46
Bestimmung durchführen 53,	
59	
Brightener-Konzentration	
bestimmen	57
Dosiereinheiten konfigurieren	
.....	39
Elektroden konfigurieren	39
Gerät konfigurieren	39
Konditionierung durchführen	
.....	47
Konfiguration	39
Lösungen definieren	42
Methode	44
Methodenvorlage	44
Suppressor-Konzentration	
bestimmen	50
Turmparameter definieren	64

V

VMS	
Lösung herstellen	4
Vorbereitungen	3
Ausrüstung	3
Lösungen herstellen	4

Z

Zoom	89
------------	----