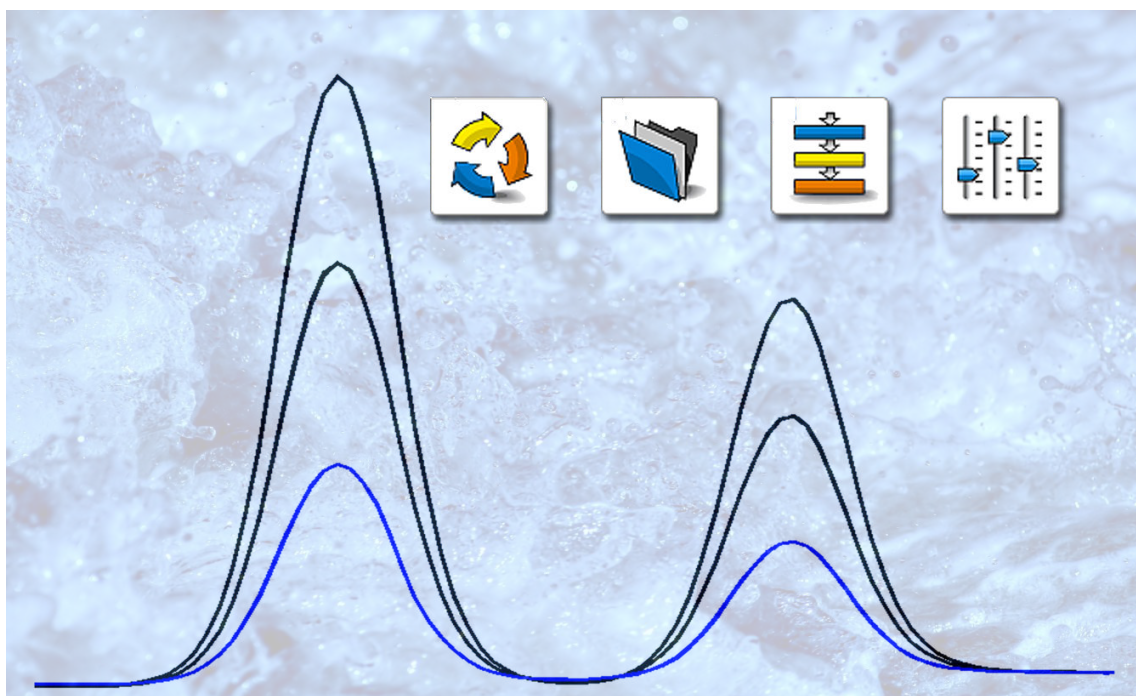




Bedienungslehrgang VA (Spurenanalytik)
8.103.8033DE / 2015-09-18



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 VA (Spuren- analytik)

Technische Dokumentation
Metrohm AG
CH-9100 Herisau
techdoc@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.

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	ASV-Bestimmung manuell mit Standardaddition	9
4.2.1	Methode erstellen	9
4.2.2	Bestimmung durchführen	23
4.2.3	Methode anpassen	24
4.3	ASV-Bestimmung manuell mit externer Kalibrierung	37
4.3.1	Methode erstellen	37
4.3.2	Bestimmung durchführen	41
5	Teilautomatisierte Bestimmung	44
5.1	Konfiguration	45
5.1.1	Gerät konfigurieren	45
5.1.2	Elektroden konfigurieren	45
5.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	45
5.1.4	Lösungen definieren	48
5.2	ASV-Bestimmung teilautomatisiert mit Standardaddition	50
5.2.1	Methode erstellen	50
5.2.2	Bestimmung durchführen	55
6	Automatisierte Bestimmung	59
6.1	Konfiguration	60
6.1.1	Geräte konfigurieren	60
6.1.2	Elektroden konfigurieren	64
6.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	64

6.1.4	Lösungen definieren	64
6.2	ASV-Bestimmung automatisiert mit Standardaddition ...	64
6.2.1	Methode erstellen	64
6.2.2	Probentabelle erstellen	73
6.2.3	Bestimmung durchführen	77
7	Bestimmungen bearbeiten	78
7.1	Bestimmungen sichten	78
7.2	Kurven anschauen	80
7.3	Bestimmungen nachbearbeiten	83
7.3.1	Nachbearbeitung öffnen	83
7.3.2	Peakerkennung anpassen	84
7.3.3	Basislinien und Fusspunkte in der Methode ändern	85
7.3.4	Basislinien und Fusspunkte für einzelne Kurven anpassen	86
7.3.5	Konzentration und Volumen von Standards anpassen	88
7.3.6	Probenmenge und Volumen von Hilfslösungen anpassen	89
7.4	Reportvorlage bearbeiten	91
7.5	Bestimmungsreport drucken	94
	Index	96

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 von Cadmium und Blei mit anodischer Stripping-Voltammetrie 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

- 884 Professional VA
- 919 IC Autosampler plus
- 807 Dosing Unit (eine mit 2 mL und eine mit 5 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren der Standardlösung
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 5 mL zum Dosieren der Hilfslösung (Elektrolyt)
- 843 Pump Station

Elektroden

- Arbeitselektrode **WE**
 - Multi-Mode-Elektrode pro (6.1246.120)
- Referenzelektrode **RE**
 - Mit Referenzelektrolyt gefüllte Referenzelektrode (z. B. 6.0728.120)
Referenzelektrolyt: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$
 - Mit Zwischenelektrolyt gefülltes Elektrolytgefäss (z. B. 6.1245.010)
Zwischenelektrolyt: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$
- Hilfselektrode **AE** (6.0343.100)

Reagenzien

- Natronlauge, Suprapur®, $w(\text{NaOH}) = 30 \%$
- Essigsäure, Suprapur®, $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100 \%$
- KCl, Suprapur®
- Cd-Stammlösung, $\beta(\text{Cd}^{2+}) = 1 \text{ g/L}$
- Pb-Stammlösung, $\beta(\text{Pb}^{2+}) = 1 \text{ g/L}$

Zubehör

- Messgefäss 10–90 mL (6.1415.210)
- Glasflasche 100 mL
- Glasflasche 250 mL
- Glasflasche 2 L
- Flaschenhalter (6.2055.110)
- Zwei Gewindeadapter GL 45 auf GL 45

- FEP-Schlauch / M6 / 100 cm (6.1805.120)
- Sechs FEP-Schläuche / M6 / 200 cm (6.1805.530)

2.2 Lösungen herstellen

- KCl-Natriumacetatlösung: $c(\text{KCl}) = 1.5 \text{ mol/L}$, $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 0.5 \text{ mol/L}$
55.9 g KCl + 25 mL NaOH + 14.2 mL CH_3COOH mit Reinstwasser auf 500 mL aufgefüllt.
- Standardlösungen:
 - $\beta(\text{Cd}^{2+}) = 0.1 \text{ mg/L}$
 - $\beta(\text{Pb}^{2+}) = 0.5 \text{ mg/L}$



HINWEIS

Verdünnte Lösungen werden mit $c(\text{HNO}_3) = 0.014 \text{ mol/L}$ hergestellt.



HINWEIS

Für detaillierte Informationen zum Herstellen der Lösungen das Application Bulletin AB 231 beachten.

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

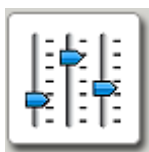


HINWEIS

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.
Kalibrierdaten	Anzeige der gespeicherten Kalibrierfunktionen.

4 Manuelle Bestimmung

Eine manuelle Bestimmung wird mit folgendem Gerät durchgeführt:

- 884 Professional VA

4.1 Konfiguration

4.1.1 Gerät konfigurieren



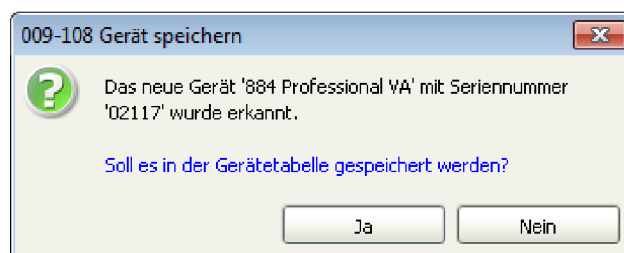
884 Professional VA

Um das 884 Professional VA zum ersten Mal zu starten, gehen Sie wie folgt vor:

1 Gerät anschliessen

- Mit dem Netzkabel (6.2122.0x0) das 884 Professional VA am Stromnetz anschliessen.
- Das Controller-Kabel (6.2151.000) am Anschluss "Controller" des 884 Professional VA anschliessen.
- Den USB-Stecker des Controller-Kabels an einem USB-Anschluss des PCs anschliessen.

Das 884 Professional VA wird bei aktiver USB-Verbindung gestartet und von **viva** automatisch erkannt.



2 Gerät in Tabelle speichern

Die Meldung mit **[Ja]** bestätigen.

Das Dialogfenster **Eigenschaften - 884 Professional VA - 'Gerätename'** wird geöffnet.



The screenshot shows a Windows-style dialog box titled "Eigenschaften - 884 Professional VA - 884_1". It has a standard Windows title bar with a close button (X) in the top right corner. The dialog contains two tabs: "Allgemein" (selected) and "GLP". Under the "Allgemein" tab, there are several labeled text input fields: "Gerätename" with the value "884_1", "Gerätetyp" with "884 Professional VA", "Programmversion" with "5.884.0012", "Geräte-Seriennummer" with "02117", "FPGA-Version" with "122", and "Inbetriebnahme" with "2015-06-23 09:26:27 UTC+2". Below these is a "Bemerkungen" label followed by a large, empty text area. At the bottom of the dialog are two buttons: "OK" and "Abbrechen".

3 Gerätenamen ändern (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 884 Professional VA).

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		2015-04-29	
2	MME	MME		2015-04-29	
3	RDE	RDE/SSSE		2015-04-29	
4	Reference electr...	Referenzelektrode		2015-04-29	
5	scTRACE Gold	scTRACE Gold		2015-04-29	
6	Temperature sen...	Temperatursensor		2015-04-29	

4.2 ASV-Bestimmung manuell mit Standardaddition

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die zum Aufnehmen und Auswerten 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
- Dokumentation der Ergebnisse

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

- Eine Methode zur manuellen Bestimmung von Cadmium und Blei mit anodischer Stripping-Voltammetrie und der Kalibriermethode "Standardaddition".

Anhand dieser Methodenvorlagen lernen Sie die grundlegenden Funktionen sowie den Aufbau einer Methode kennen.

4.2.1 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**.

4.2.1.1 Methodenvorlage laden



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

- Im Unterfenster **Methodenablauf** finden sich alle Abläufe und Parameter, die zum Aufzeichnen der Messkurven benötigt werden.
- Im Unterfenster **Auswertung** sind die Einstellungen für die automatische Auswertung der Messkurven, die Resultatberechnung und die Dokumentation zu finden.

- Orange: Start und Ende einer Spur
- Grün: Voltammetrische Befehle, bei denen der Potentiostat/Galvanostat des 884 Professional VA verwendet wird
- Gelb: Dosier-, Liquid Handling- und Automationsbefehle, die z. B. für die Zugabe von Probe, Elektrolyt und Standard verwendet werden
- Blau: Aufruf-, Kommunikations- und sonstige Befehle

Der Methodenablauf für die manuelle Standardaddition setzt sich aus folgenden Spuren zusammen:

Spur (TRACK)	Funktion
Main track	Der Main track ist die Hauptspur der Methode. Jede Analyse beginnt mit dem Main track . Die Befehle im Main track (CALL) rufen die entsprechenden Spuren auf. Sobald eine aufgerufene Spur komplett durchlaufen ist, wird automatisch der nächste Befehl im Main track ausgeführt.
VA track	Der VA track beinhaltet die eigentliche Messung. Voltammetriebefehle (Ausnahme ELECTRODE TEST) können nur in einer VA Spur eingefügt werden. Dies soll sicherstellen, dass bei jeder Messung mit denselben voltammetrischen Parametern gemessen wird.
Sample	Die Sample Spur dient zur Zugabe und zum Messen der Probe.
Standard addition	Die Standard addition Spur dient zur Zugabe der Standardlösung und zum Messen der aufgestockten Probe.

Spur (TRACK)	Funktion
Shut off	Die Shut off Spur dient zum Stoppen des Rührers sowie zum Schliessen des Hauptventils der Stickstoff-Zufuhr.
Exit track	Der Exit track dient zum Beenden der Analyse. Der Exit track wird automatisch aufgerufen, sobald der Main track abgeschlossen ist.
Error track	Der Error track definiert das Vorgehen im Falle einer Störung. Der Error track wird automatisch aufgerufen, sobald eine Störung vorliegt.

Die Auswertung beinhaltet folgende Bereiche:

Allgemein	Allgemeine Einstellung zur Verarbeitung der Rohdaten.
Substanzen	Hier werden die Substanzen, die Parameter für die Peakerkennung und die Basislinien definiert.
Standards	Hier werden die Konzentrationen der verwendeten Standardlösungen angegeben.
Kalibrierung	Hier wird die Kalibriermethode, z. B. Standardaddition, ausgewählt, sowie verschiedene Einstellungen zur Erstellung der Kalibrierkurve vorgenommen.
Resultate	Anzeige der automatisch berechneten Resultate sowie die Möglichkeit weitere benutzerdefinierte Resultate zu erstellen. Ausserdem wird hier die Datenbank definiert, in der die durchgeführten Bestimmungen abgelegt werden.

4.2.1.2 Beschreibung der Methode

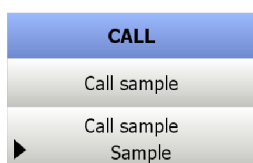
Bei Methoden mit Standardaddition wird die Probe mehrfach mit einer bekannten Menge der Analytsubstanz aufgestockt. Dies ermöglicht es, die Probe quantitativ zu bestimmen.

Die Methode zur manuellen Bestimmung von Cadmium und Blei mit Standardaddition setzt sich aus folgenden Schritten zusammen:

1. Probe manuell hinzufügen und entlüften
2. Probe messen
3. Standardlösung manuell hinzufügen und entlüften
4. Einfach aufgestockte Lösung messen
5. Erneut Standardlösung manuell hinzufügen und entlüften
6. Zweifach aufgestockte Lösung messen
7. Messung beenden

Probe hinzufügen und entlüften (manuell)

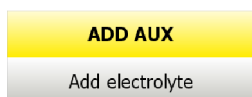
Die Analyse startet mit dem Befehl **CALL - Call Sample** im **Main track**. Der Befehl ruft die **Sample** Spur auf, welche im Grundlegenden die Schritte zum Hinzufügen und Entlüften der Probe enthält. Die **Sample**



Spur setzt sich aus folgenden Befehlen zusammen, die in der angegebenen Reihenfolge ausgeführt werden:



Fordert den Bediener auf, die Probe in das Messgefäß zu geben. Das Volumen der Probe wird im Programmteil **Arbeitsplatz** definiert (siehe Kapitel 4.2.2, Seite 23).



Fordert den Bediener auf, die Hilfslösung (Elektrolyt) hinzuzugeben. Durch einen Doppelklick auf den Befehl öffnet sich ein Fenster, in dem der Lösungsname und das Volumen definiert werden.



Startet automatisch einen Elektrodentest. Dieser dient dazu, die Funktion der Elektroden zu prüfen.



Steuert das Rühren und Entlüften der Messlösung. Durch einen Doppelklick auf den Befehl öffnet sich ein Fenster, in dem der Rührer sowie die Entlüftung parametrisiert werden.



Probe messen

Sobald die Probe hinzugegeben und entlüftet wurde, beginnt die Messung. Die Messung der Probe (**VA track**) wird durch den Befehl **CALL - Measure sample** in der **Sample** Spur aufgerufen.



Startet die Messungen im Differential-Puls-Messmodus. Dieser Befehl enthält alle voltammetrischen Messparameter. Durch einen Doppelklick auf den Befehl öffnet sich ein Fenster mit mehreren Registerkarten auf denen z. B. Anreicherungspotential und -zeit, sowie die Sweepparameter an die jeweilige Applikation angepasst werden können.

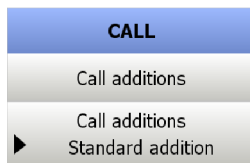


HINWEIS

Die für Ihre Applikation richtigen Parameter entnehmen Sie bitte den entsprechenden Applikationsdokumenten, wie z. B. Application Bulletins oder Application Notes (siehe <http://www.metrohm.com/en/applications/#>).



Die Messung wird so lange wiederholt, bis eines der definierten Stoppkriterien im Befehl **LOOP - Replications** erfüllt ist. In diesem Beispiel ist die maximale Anzahl Durchläufe auf zwei beschränkt. Die Messung wird somit zwei Mal durchgeführt.



Standardlösung hinzufügen und entlüften

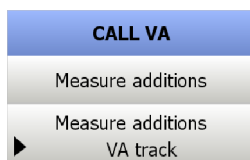
Sobald die Messung der Probe abgeschlossen ist, wird die Probe mit der Standardlösung aufgestockt. Dazu wird durch den Befehl **CALL - Call additions** im **Main track** die **Standard addition** Spur aufgerufen. Die **Standard addition** Spur beinhaltet wiederum folgende Befehle, die in der angegebenen Reihenfolge ausgeführt werden:



Fordert den Bediener auf, die Standardlösung hinzuzugeben. Durch einen Doppelklick auf den Befehl öffnet sich ein Fenster, in dem der Lösungsname und das Volumen definiert werden.

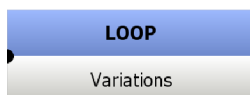


Steuert das Rühren und Entlüften der durch die Standardlösung aufgestockten Lösung. Durch einen Doppelklick auf den Befehl öffnet sich ein Fenster, in dem der Rührer sowie die Entlüftung parametrierbar werden.



Einfach aufgestockte Lösung messen

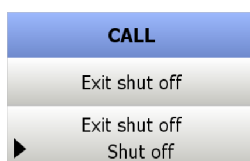
Sobald die Standardlösung hinzugegeben und entlüftet wurde, beginnt die Messung der aufgestockten Probe. Die Messung (**VA track**) wird durch den Befehl **CALL VA - Measure additions** in der **Standard addition** Spur aufgerufen. Bedingt durch den **LOOP - Replications** Befehl im **VA track** wird die Messung erneut zwei Mal durchgeführt (*siehe "Probe messen", Seite 13*).



Zweifach aufgestockte Lösung messen

Sobald die einfach aufgestockte Lösung zwei Mal gemessen wurde, wird die Lösung bedingt durch den **LOOP - Variation** Befehl in der **Standard addition** Spur erneut aufgestockt und gemessen. Das heisst, die ursprüngliche Probe wird insgesamt zwei Mal aufgestockt (**LOOP - Variations**) und die Lösungen werden jeweils zwei Mal gemessen (**LOOP - Replications**).

Messung beenden



Sobald die zweifach aufgestockte Lösung gemessen wurde, wird die Bestimmung bedingt durch den **Exit track** beendet. Der Befehl **CALL - Exit shut off** ruft die Spur **Shut off** auf. Diese definiert die Abfolge zum Ausschalten des Rührers und der Stickstoffversorgung.



Der Rührer und das Entlüften der Messlösung werden deaktiviert.



Schliesst das Hauptventil für die Stickstoff-Versorgung im 884 Professional VA.

4.2.1.3 Befehlsparameter definieren

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

- 1 In folgenden Befehlen das verwendete Gerät definieren. Dazu jeweils auf den Befehl doppelklicken und im Feld **Gerätename** das korrekte Gerät auswählen:

- **DP - ASV**
- **ELECTRODE TEST - Electrode test**
- **STIR & PURGE - Initial purge**
- **STIR & PURGE - Addition purge**
- **STIR & PURGE - STIR & PURGE OFF**
- **MAIN VALVE - N2 OFF**



- 2 Den Befehl **ADD AUX - Add electrolyte** doppelklicken.
Das Dialogfenster **ADD AUX - Add electrolyte** wird geöffnet.

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

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

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



ADD AUX - Add electrolyte

Befehlsname

Hilfslösung

Lösung

Volumen mL

☒ Volumen verrechnen

Zugabe

☒ Manuell zugeben

☐ Bereits zugegeben

☐ Mit Dosierer zugeben

Meldung

☒ Standardmeldung anzeigen

☐ Benutzerdefinierte Meldung anzeigen

7

OK Abbrechen

- 4 Mit **[OK]** das Dialogfenster schliessen.
- 5 Schritte 2 - 4 für die Standardlösung (Befehl **ADD STD - Add standard**) wiederholen.
- 6 Den Befehl **DP - ASV** doppelklicken. Auf der Registerkarte **Vorbehandlung** finden Sie **Anreicherungspotential** und **Anreicherungszeit** (Spannung # und Wartezeit #).



The screenshot shows the 'DP - ASV' software window with the 'Vorbehandlung' (Pre-treatment) tab selected. The 'Befehlsname' (Command name) is 'ASV'. The 'Rührzeit' (Stirring time) is set to 5.0 s. The 'Cyclovoltammetrische Vorbehandlung' (Cyclic voltammetric pre-treatment) section includes: 'Startspannung' (Start potential) at -1.2 V, 'Umkehrspannung' (Reverse potential) at -0.100 V, 'Sweep-Rate' at 1 V/s, 'Zyklen' (Cycles) set to 'aus' (off), and 'Dauer' (Duration) at - s. The 'Potentiostatische Vorbehandlung' (Potentiostatic pre-treatment) section includes five steps, each with a 'Spannung' (Potential) and a 'Wartezeit' (Waiting time): Step 1: -0.9 V, 60.0 s; Step 2: 'aus', 0.0 s; Step 3: 'aus', 0.0 s; Step 4: 'aus', 0.0 s; Step 5: 'aus', 0.0 s. The 'Equilibrierzeit' (Equilibration time) is 5.0 s. The 'OK' and 'Abbrechen' (Cancel) buttons are at the bottom right.

Auf der Registerkarte **Sweep** finden Sie alle Parameter für die Messung des Voltammogramms wie z. B. **Startspannung** und **Endspannung**.

The screenshot shows the 'DP - ASV' software window with the 'Sweep' tab selected. The 'Befehlsname' (Command name) is 'ASV'. The 'Sweep' section includes: 'Startspannung' (Start potential) at -0.8 V, 'Endspannung' (End potential) at -0.2 V, 'Spannungsschritt' (Potential step) at 0.006 V, 'Spannungsschrittzeit' (Potential step time) at 0.1 s, 'Sweep-Rate' at 0.060 V/s, 'Pulsamplitude' (Pulse amplitude) at 0.05 V, 'Pulszeit' (Pulse time) at 0.04 s, 'Messzeit' (Measurement time) at 0.02 s, and 'Sweep-Dauer' (Sweep duration) at 10.00 s. The 'OK' and 'Abbrechen' (Cancel) buttons are at the bottom right.

- Die applikationsspezifischen Parameter aus der Applikationsdokumentation eintragen.
- Das Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.

4.2.1.4 Auswertung definieren

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

In den Methodenvorlagen sind alle Auswerteparameter vordefiniert. Diese müssen jedoch an die jeweilige Applikation angepasst werden.

Allgemein

Im Bereich **Allgemein** werden diejenigen Parameter definiert, die der Datenverarbeitung der Rohmessdaten und der Kurvenauswertung unabhängig von einer Substanzauswertung dienen.



- 1** Die Schaltfläche **Allgemein** anklicken.



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

Die Einträge auf der Registerkarte **Datenverarbeitung** werden übernommen. Auf der Registerkarte **Kurvenauswertung** können Fixpunkte definiert werden, um einzelne Messpunkte aus einer oder mehreren Kurven auszulesen.

Substanzen

Im Bereich **Substanzen** wird definiert, nach welchen Substanzen gesucht 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 der Basislinie definiert.



- 1 Die Schaltfläche **Substanzen** anklicken.
- 2 Um einen Eintrag zu bearbeiten, den Editierdialog durch einen Doppelklick auf die Zeile öffnen oder die Zeile markieren und **Bearbeiten** anklicken.

	Substanz	Aktiv	Kennspannung	Toleranz	Min. Breite	Max. Breite	Min. Messgröße
1	Cd	☒	-0.58	0.05	0.01	0.5	200 pA
2	Pb	☒	-0.38	0.05	0.01	0.5	200 pA
*							

Standards

Im Bereich **Standards** werden die Standardlösungen inkl. deren Konzentration für die Kalibrierung definiert.



HINWEIS

Damit das System die hier eingetragenen Standardlösungen den Standardlösungen im Methodenablauf zuordnen kann, müssen die Lösungsnamen übereinstimmen (auch Gross-/Kleinschreibung beachten).



- 1 Die Schaltfläche **Standards** anklicken.

Resultate

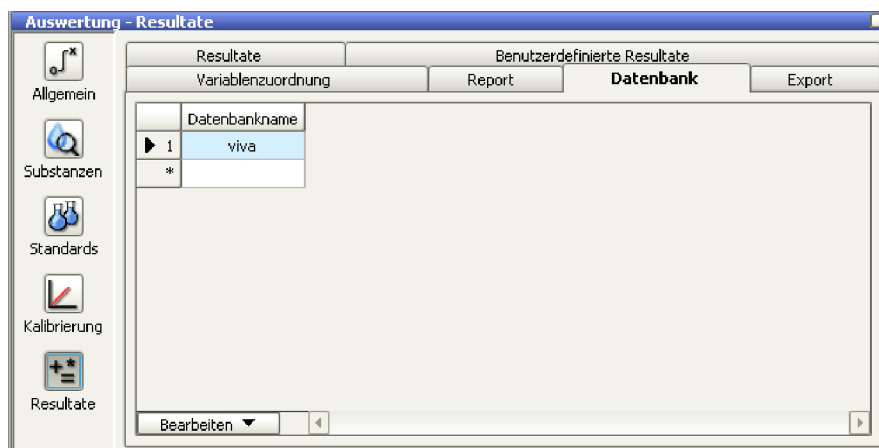
Im Bereich **Resultate** wird die Datenbank angegeben, in der die Bestimmungen abgelegt werden. Der automatische Ausdruck, der Export und zusätzliche Resultate können vom Benutzer definiert werden.



1 Datenbank ändern (optional)

Standardmässig werden Daten in der Datenbank **viva** abgelegt. Sollen die Daten in einer anderen Datenbank abgelegt werden, wie folgt vorgehen:

- Die Schaltfläche **Resultate** anklicken.
- Die Registerkarte **Datenbank** auswählen.
- Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Datenbank wählen** öffnen.
- Im Auswahlfeld **Datenbank** eine andere Datenbank auswählen, in welcher die Resultate gespeichert werden sollen. Ist an dieser Stelle keine weitere Datenbank vorhanden, muss zuerst im Datenbankmanager eine neue Datenbank erstellt werden.
- **[OK]** anklicken.



2 Report definieren (optional)

- Die Registerkarte **Report** auswählen.
- Über das Menü **Bearbeiten ► Neu...** das Dialogfenster **Ausgabe** öffnen.

4.2.2 Bestimmung durchführen

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



- 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 (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - manuell**) auswählen.
- 4 In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- 5 Im Feld **Sample type (Probentyp)** die Option **Probe** auswählen.
- 6 Im Feld **Sample amount (Probenmenge)** das Probenvolumen (z. B. **10**) eintragen und bei der **Sample amount unit (Probenmengeneinheit)** **mL** auswählen.



- 7 Um die Analyse zu starten, **[Start]** drücken.
Die Analyse wird gestartet.
- 8 Den Anweisungen der Applikation folgen, bis die Analyse abgeschlossen ist.

Nach Abschluss der Analyse wird in der vordefinierten Datenbank ein neuer Eintrag erstellt und, falls in der Methode definiert, ein Report ausgedruckt.

4.2.3 Methode anpassen

Die Methodenvorlagen können bei Bedarf angepasst und als neue Methode gespeichert werden. Die folgenden Kapitel geben Ihnen einen Überblick, wie Sie eine bestehende Methode anpassen und was Sie dabei beachten müssen.

4.2.3.1 Standards mit zwei unterschiedlichen Lösungen zugeben

In der Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition)** **manuell** wird die Aufstockung für die Standardaddition mit einem gemischten Standard, der beide Analyten enthält, vorgenommen. In bestimmten Anwendungsfällen ist es jedoch einfacher, die Standards in getrennten Lösungen zuzugeben. Dies ermöglicht eine einfachere Anpassung der Standardaddition, wenn die beiden Analyten häufig in einem unterschiedlichem Verhältnis vorliegen.

Im folgenden Beispiel lernen Sie, wie Sie eine bereits definierte Standardlösung anpassen und eine zusätzliche Standardlösung anlegen. Das Vorgehen wird anhand der Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition)** manuell gezeigt.



- 1
 - Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
 - Falls noch nicht geschehen, die Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition)** manuell laden (siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9).

2 Bestehende Standardlösung im Methodenablauf anpassen

Den Befehl für die bereits definierte Standardlösung anpassen. Dazu wie folgt vorgehen:

- Im Unterfenster **Methodenablauf** den Befehl **ADD STD - Add standard** doppelklicken.
- Den Befehlsname entsprechend anpassen (z. B. **ADD Cd**).
- Im Feld **Lösung** einen neuen Namen (z. B. **Standard Cd**) eingeben.
- Gegebenenfalls das Zugabevolumen anpassen.
- Mit **[OK]** bestätigen.

3 Neue Standardlösung im Methodenablauf hinzufügen

Um eine neue Standardlösung hinzuzufügen, im Methodenablauf einen Befehl für die neue Standardlösung einfügen. Dazu wie folgt vorgehen:

- Mit dem Mauszeiger an die Stelle im Methodenablauf fahren, an der der neue Befehl eingefügt werden soll und rechtsklicken. In diesem Fall ist dies in der Spur **Standard addition** vor dem Befehl **STIR & PURGE - Addition purge**.
- **Neuer Befehl...** anwählen.
- In der Befehlsübersicht den Befehl **Dosieren ► ADD STD** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.
- Die Parametrierung des neuen Befehls durch Doppelklicken auf den Befehl öffnen
- Den neuen Befehl benennen (z. B. **ADD Pb**).
- Im Feld **Lösung** einen Namen (z. B. **Standard Pb**) eingeben.
- Gegebenenfalls das Zugabevolumen anpassen.
- Mit **[OK]** bestätigen.



ADD STD - ADD STD 22

Befehlsname

Standard

Lösung

Zugabeinkremente

Anzahl

Zugabevolumen 1 mL

Zugabe

☒ Manuell zugeben

☐ Bereits zugegeben

☐ Mit Dosierer zugeben

Meldung

☒ Standardmeldung anzeigen

☐ Benutzerdefinierte Meldung anzeigen

4 Standards in den Auswerteparametern anpassen

Abschliessend die Definitionen der Standards in den Auswerteparametern anpassen. Dazu wie folgt vorgehen:

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Standards**  anklicken.
- Den bestehenden Standard löschen. Dazu auf die Spalte rechtsklicken und **Löschen** auswählen.
- Rechtsklicken und **Übernehmen aus ADD STD** anwählen.
- Auf die erste Spalte (**Standard Cd**) doppelklicken. Das Dialogfeld **Standard** öffnet sich.
- Den Wert für die Cd-Konzentration gemäss Applikationsdokumentation anpassen. Den Wert für die nicht enthaltene Substanz (in diesem Fall Pb) auf **0** setzen.
- Mit der Pfeiltaste [►] in der Navigationsleiste zur nächsten Spalte schalten.
- Analog wie zuvor auch die Konzentration für die zweite Standardlösung (**Standard Pb**) eingeben.
- Dialogfeld mit **[OK]** verlassen.

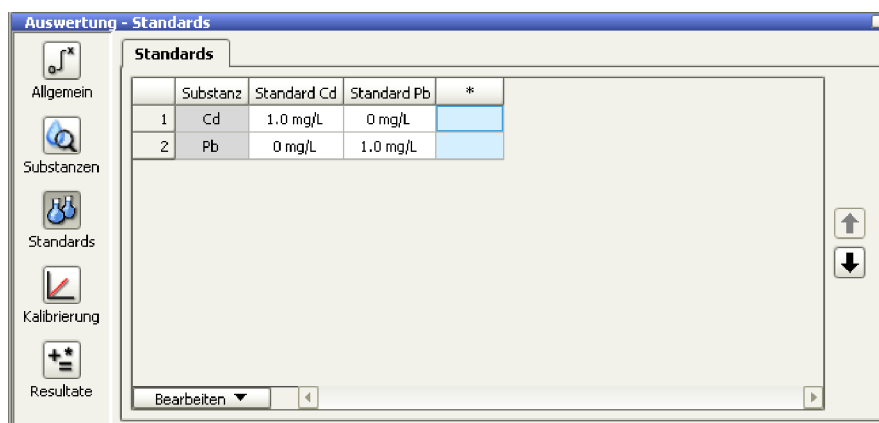




HINWEIS

Damit die Software den Substanzen die richtigen Standardlösungen zuordnen kann, müssen der Lösungsname der Standardlösung in der **Auswertung** und der Lösungsname im **ADD STD** Befehl im **Methodenablauf** identisch sein (Achtung: Gross- und Kleinschreibung sowie Leerschläge beachten). Sollen Lösungen automatisch zugegeben werden, betrifft dies auch den Lösungsnamen in der Konfiguration. Im Fall einer automatischen Lösungszugabe empfiehlt es sich daher Lösungen in folgender Reihenfolge anzulegen und auszuwählen:

- **Konfiguration:** Lösung im Unterfenster **Lösungen** definieren (siehe Kapitel 5.1.4, Seite 48).
- **Methode:** Im Unterfenster **Methodenablauf** im entsprechenden **ADD STD** Befehl den Lösungsnamen aus der Liste auswählen (siehe Kapitel 5.2.1.3, Seite 53).
- **Methode:** Im Unterfenster **Auswertung** die Lösungsnamen aus dem **Methodenablauf** mit Hilfe der Funktion **Übernehmen aus ADD STD** wie in diesem Kapitel beschrieben übernehmen.



5 Methode speichern

- Methodentest durchführen (siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 22).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 22).

4 Standardlösung anpassen

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Standards**  anklicken.
- Konzentration der Standardlösung entsprechend der Applikationsdokumentation anpassen. Soll die Standardaddition mit zwei separaten Standards erfolgen, gemäss *Kapitel 4.2.3.1 auf Seite 24* vorgehen.
- Im Unterfenster **Methodenablauf** den Befehl **ADD STD - Add standard** doppelklicken.
- Gegebenenfalls das Zugabevolumen anpassen.

5 Methode speichern

- Methodentest durchführen (*siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 22*).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (*siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 22*).

4.2.3.3 Zusätzliche Substanzen hinzufügen

Möchten Sie die Probe nach einer zusätzlichen Substanz untersuchen, können Sie in der Methodenvorlage eine weitere Substanz hinzufügen. Soll z. B. neben den in der Methodenvorlage schon definierten Cd und Pb auch noch Cu bestimmt werden, gehen Sie wie folgt vor:



- 1 ■ Das Symbol des Programnteils **Methode** anklicken.
- Falls noch nicht geschehen, die Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition)** manuell laden (*siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9*).

4 Konzentration der Standardlösung definieren

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Standards** anklicken.
- Bei einem gemischten Standard die Konzentration für die neue Substanz anpassen.
- Soll die Standardaddition mit einer separaten Standardlösung erfolgen, gemäss *Kapitel 4.2.3.1 auf Seite 24* vorgehen.

5 Methode speichern

- Methodentest durchführen (*siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 22*).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (*siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 22*).

4.2.3.4 Zusätzliche Hilfslösung hinzufügen

In bestimmten Anwendungsfällen ist es nötig, eine zusätzliche Hilfslösung in das Messgefäss zu geben (z. B. Wasser zum Verdünnen der Probe oder ein Komplexbildner für AdSV-Messungen). Um eine neue Hilfslösung hinzuzufügen, gehen Sie wie folgt vor:



- 1 ■ Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
- Falls noch nicht geschehen, die Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition)** manuell laden (*siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9*).

2 Hilfslösung im Methodenablauf hinzufügen



HINWEIS

Im Fall einer automatischen Lösungszugabe müssen der Lösungsname im **ADD AUX** Befehl und in der **Konfiguration** identisch sein (Achtung: Gross- und Kleinschreibung sowie Leerschläge beachten). In einem solchen Fall empfiehlt es sich daher, Lösungen in folgender Reihenfolge anzulegen und auszuwählen:

- **Konfiguration:** Lösung im Unterfenster **Lösungen** definieren (siehe Kapitel 5.1.4, Seite 48).
 - **Methode:** Im Unterfenster **Methodenablauf** im entsprechenden **ADD AUX** Befehl den Lösungsnamen aus der Liste auswählen (siehe Kapitel 5.2.1.3, Seite 53).
- Mit dem Mauszeiger an die Stelle im Methodenablauf fahren, an der der Befehl zum Hinzugeben der Hilfslösung eingefügt werden soll und rechtsklicken. Im Falle der Zugabe von Wasser zum Verdünnen der Probe wäre dies z. B. in der Spur **Sample** vor dem Befehl **ADD SAMPLE - Add sample**.
- **Neuer Befehl** anwählen.
- In der Befehlsübersicht den Befehl **Dosieren ► ADD AUX** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.
- Die Parametrierung des neuen Befehls durch Doppelklicken auf den Befehl öffnen.
- Den neuen Befehl benennen (z. B. **ADD H2O**).
- Im Feld **Lösung** einen Namen für die Lösung eingeben (z. B. **H2O**).
- Im Feld **Volumen** das Volumen der zuzugebenden Lösung (z. B. **10**) eintragen.
- Mit **[OK]** bestätigen.

3 Methode speichern

- Methodentest durchführen (siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 22).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 22).

4.2.3.5 Feste oder vorverdünnte Proben verwenden

Feste Proben oder flüssige Proben mit zu hohen Konzentrationen können vor der Bestimmung gelöst bzw. verdünnt werden. Das Vorgehen dazu ist in der Online-Hilfe von **viva** beschrieben.

Damit **viva** die Konzentrationen automatisch berechnen kann, müssen zusätzlich zu **Sample Amount (Probenmenge)** und **Sample amount unit (Probenmengeneinheit)** zwei weitere Variablen definiert werden. Die eine muss der **Probendatenvariablen Analysenvolumen**, die andere der **Probendatenvariablen Verdünnungsvolumen** zugeordnet werden. Die Namen sind dabei frei wählbar. Zur Vereinfachung werden hier folgende Namen gewählt:

- **Probenmenge: Probenmenge** (Menge der Probe vor dem Verdünnen)
- **Probenmengeneinheit: Probenmengeneinheit** (Einheit der Probe vor dem Verdünnen)
- **Analysenvolumen: Analysenvolumen** (Aliquot der verdünnten Probe)

- 8 Wenn sämtliche Variablen definiert sind, mit **[OK]** bestätigen und die Methode speichern.

	Name	Typ	Zuordnung	Fixwert	Kommentar	Überwachung
1	ID1	Text	ID1		Sample identification 1	☐
2	ID2	Text	ID2		Sample identification 2	☐
3	ID3	Text	ID3		Sample identification 3	☐
4	Probenotyp	Text	Probenotyp		Sample type	☐
5	Probenmenge	Zahl	Probenmenge		Sample amount	☐
6	Probenmengeneinheit	Text	Probenmengeneinheit		Sample amount unit	☐
7	Analysenvolumen	Zahl	Analysenvolumen		Analysis volume	☐
8	Verdünnungsvolumen	Zahl	Verdünnungsvolumen		Dilution volume	☐

Buttons: Neu, Eigenschaften, Löschen, OK, Abbrechen

Bestimmung durchführen

Gehen Sie wie folgt vor, um die Bestimmung der festen oder vorverdünnten Probe zu starten:



- 1 Das Symbol des Programnteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode auswählen.
- 3 Die für die Verdünnung verwendeten Mengen und Volumina in den Feldern der entsprechenden **Probendatenvariablen** eintragen (als Beispiel werden 0.5 g einer festen Probe aufgelöst und auf 100 mL aufgefüllt, 10 mL davon werden für die Bestimmung verwendet):
 - **Probenmenge:** Menge der Probe vor dem Auflösen oder Verdünnen, im Beispiel **0.5**
 - **Probenmengeneinheit:** Einheit der Probenmenge vor dem Auflösen oder Verdünnen, im Beispiel **g**
 - **Analysenvolumen:** Volumen der verdünnten Probe, das zur Analyse eingesetzt wird. Die Angabe muss in mL erfolgen, im Beispiel **10** mL.
 - **Verdünnungsvolumen:** Gesamtvolumen auf das die Probe vor der Analyse verdünnt wurde. Die Angabe muss in mL erfolgen, im Beispiel **100** mL.

4.3 ASV-Bestimmung manuell mit externer Kalibrierung

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

- Eine Methode zur manuellen Bestimmung von Cadmium und Blei mit anodischer Stripping-Voltammetrie und der Kalibriermethode "Externe Kalibrierung".

4.3.1 Methode erstellen

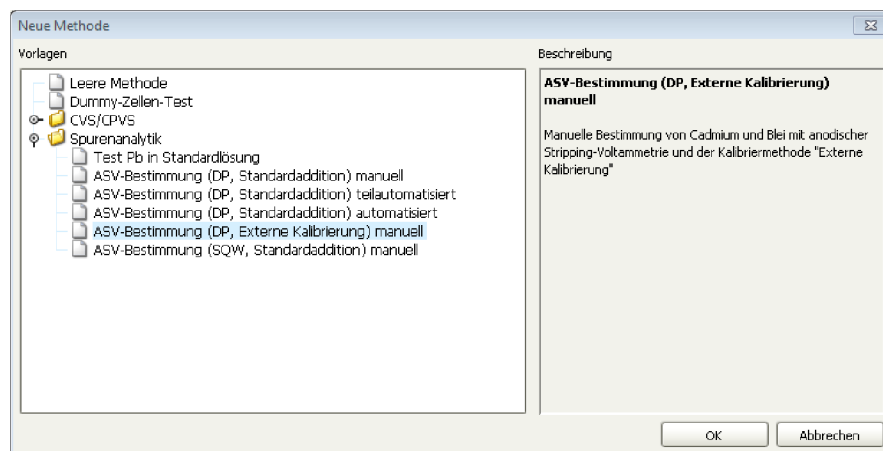
viva enthält Methodenvorlagen, welche alle erforderlichen Befehle enthalten, um eine Bestimmung durchzuführen. Diese Methodenvorlagen können individuell angepasst werden. Sie können z. B. Parameter ändern, eine andere Datenbank zum Speichern von Bestimmungen wählen oder zusätzliche Befehle hinzufügen.

4.3.1.1 Methodenvorlage laden



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

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



- 3 Unter **Vorlagen ► Spurenanalytik**, im linken Teil des Fensters, **ASV-Bestimmung (DP, Externe Kalibrierung) manuell** auswählen und **[OK]** klicken.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.

CALL	
	Calibration or sample
▶	Call sample Sample
▶	Call calibration Calibration curve

LOOP

Innerhalb dieses LOOPS wird der Standard für die Kalibrierpunkte zugegeben und deren Messung aufgerufen. Mit dem Parameter **Max. Anzahl Durchläufe** im Befehl **LOOP - Variations** wird die Anzahl Kalibrierpunkte definiert.

Bei der Kalibriermethode "Externe Kalibrierung" wird zunächst eine Kalibrierkurve mit Hilfe von Standardlösungen unterschiedlicher Konzentration aufgezeichnet. Anschliessend wird die Probe unter den selben Bedingungen gemessen. Das Signal in der Probe (Peakhöhe oder Peakfläche) wird mit der Kalibrierkurve verglichen und so die Konzentration bestimmt.

Kalibrierkurve aufzeichnen

- ### Konzentration in der Probe bestimmen

- 39



HINWEIS

Die Zuordnung der richtigen Kalibrierkurve zur Probe erfolgt über den Methodennamen. Damit diese Zuweisung funktioniert, darf zwischen der Aufzeichnung der Kalibrierkurve und der Messung der Probe der Methodenname nicht geändert werden.

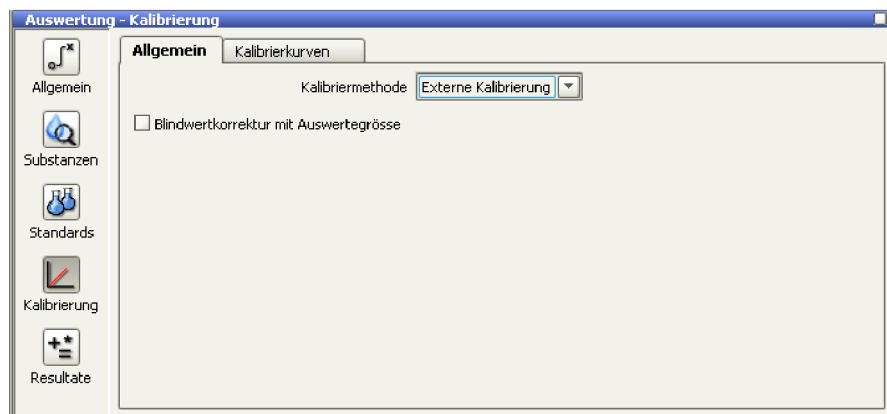
4.3.1.3 Befehlsparameter definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.3, Seite 15)

4.3.1.4 Auswertung definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.4, Seite 18)

Sicherstellen, dass unter **Kalibrierung** ► **Allgemein** die **Kalibriermethode Externe Kalibrierung** ausgewählt ist.



4.3.1.5 Methodentest durchführen

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

- 1 Das Menü **Datei ▶ Methodentest** oder das Icon  anklicken.
Die Methode wird geprüft. Nach Abschluss der Prüfung erscheint eine Meldung, die auf eventuelle Fehler hinweist.
- 2 Meldung mit **[OK]** bestätigen.
- 3 Fehler, falls vorhanden, korrigieren.
- 4 Den Methodentest so oft durchführen, bis die Meldung **013-118 Methodentest ok** erscheint.

4.3.1.6 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 für die Methode eingeben (z. B. **ASV-Bestimmung mit externer Kalibrierung**).
- 3 **[Speichern]** anklicken.

4.3.2 Bestimmung durchführen

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

4.3.2.1 Kalibrierkurve aufzeichnen



- 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 auswählen (z. B. **ASV-Bestimmung mit externer Kalibrierung**).
- 4 In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- 5 Im Feld **Sample type (Probentyp)** **Standard** auswählen.



- 6 **[Start]** drücken.
- 7 Das in der Meldung angezeigte Volumen Wasser in das Messgefäß pipettieren. Die Zugabe durch klicken auf **[Weiter]** bestätigen.
Die Aufforderung für die Zugabe der Hilfslösung erscheint.
- 8 Das in der Meldung angezeigte Volumen der Hilfslösung in das Messgefäß pipettieren.

5 Teilautomatisierte Bestimmung

Bei einer teilautomatisierten Bestimmung können Proben, Standard- und Hilfslösungen entweder automatisiert über Dosiereinheiten oder manuell über die Pipettieröffnung zugegeben werden.

Für eine teilautomatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

- 884 Professional VA
- 807 Dosing Unit (eine mit 2 mL und eine mit 5 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren der Standardlösung
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 5 mL zum Dosieren der Hilfslösung (Elektrolyt)



HINWEIS

Im folgenden Beispiel wird die Probe weiterhin von Hand hinzugegeben.



5.1 Konfiguration

5.1.1 Gerät konfigurieren

(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 884 Professional VA angeschlossenen 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

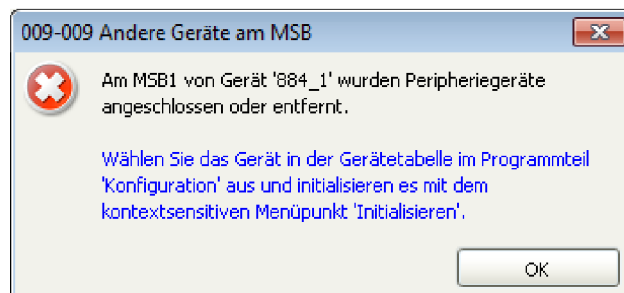
Werden mehrere Dosiereinheiten angeschlossen, werden zuerst alle Dosierer mit Dosiereinheiten an den entsprechenden MSB angeschlossen. Anschliessend muss das 884 Professional VA neu initialisiert werden.

800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen

Um einen 800 Dosino an ein 884 Professional VA anzuschliessen gehen Sie wie folgt vor:

- 1 Das Anschlusskabel des 800 Dosino mit der 807 Dosing Unit und dem 5 mL Zylinder an einem der MSB-Anschlüsse des 884 Professional VA anschliessen.

Das folgende Dialogfenster wird angezeigt:



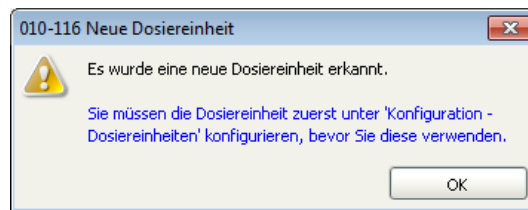
- 2 Mit **[OK]** bestätigen.

Dosiereinheit initialisieren

Gehen Sie wie folgt vor:

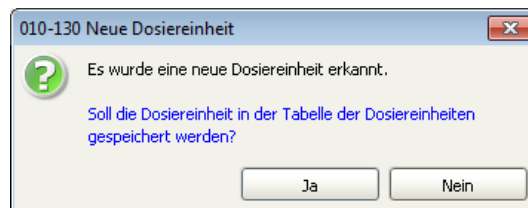
- 1 In der Gerätetabelle des Programnteils **Konfiguration** das 884 Professional VA auswählen.
- 2 In der Gerätetabelle die Schaltfläche **Bearbeiten** anklicken und **Initialisieren** auswählen.

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:

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

- 4 Im Feld **Name** den Namen **5 mL Electrolyte** eintragen.
- 5 Im Bereich **Schlauchparameter** Länge und Durchmesser der tatsächlich angeschlossenen Schläuche und Kapillaren eintragen (siehe *Handbuch 884 Professional VA* oder das Application Bulletin (z. B. AB 425 oder 426) mit der Aufbauanleitung des entsprechenden Systems).
- 6 **[OK]** anklicken.
Die Dosiereinheit wird automatisch im Unterfenster **Dosiereinheiten** des Programnteils **Konfiguration** angezeigt.
- 7 Die andere Dosiereinheit mit dem 2 mL Zylinder anschließen und **2 mL Standard** benennen. Auch für diese Dosiereinheit die entsprechenden Schlauchlängen- und durchmesser eintragen.

- Im Auswahlfeld **Dosiereinheit** den Eintrag **5 mL Electrolyte** auswählen.
- Durch Klicken auf **[OK]** das Dialogfenster schliessen.

3 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.

4 Analog die andere Lösung anlegen:

Lösungsname	Dosiereinheit	Lösungstyp
Standard	2 mL Standard	Standardlösung

5.2 ASV-Bestimmung teilautomatisiert mit Standardaddition

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 einer Methodenvorlage eine Methode zur teilautomatisierten Bestimmung von Cadmium und Blei mit anodischer Stripping-Voltammetrie und der Kalibriermethode "Standardaddition". Anhand dieser Methodenvorlage lernen Sie die grundlegenden Funktionen sowie den Aufbau einer Methode kennen.

5.2.1 Methode erstellen

5.2.1.1 Methodenvorlage laden



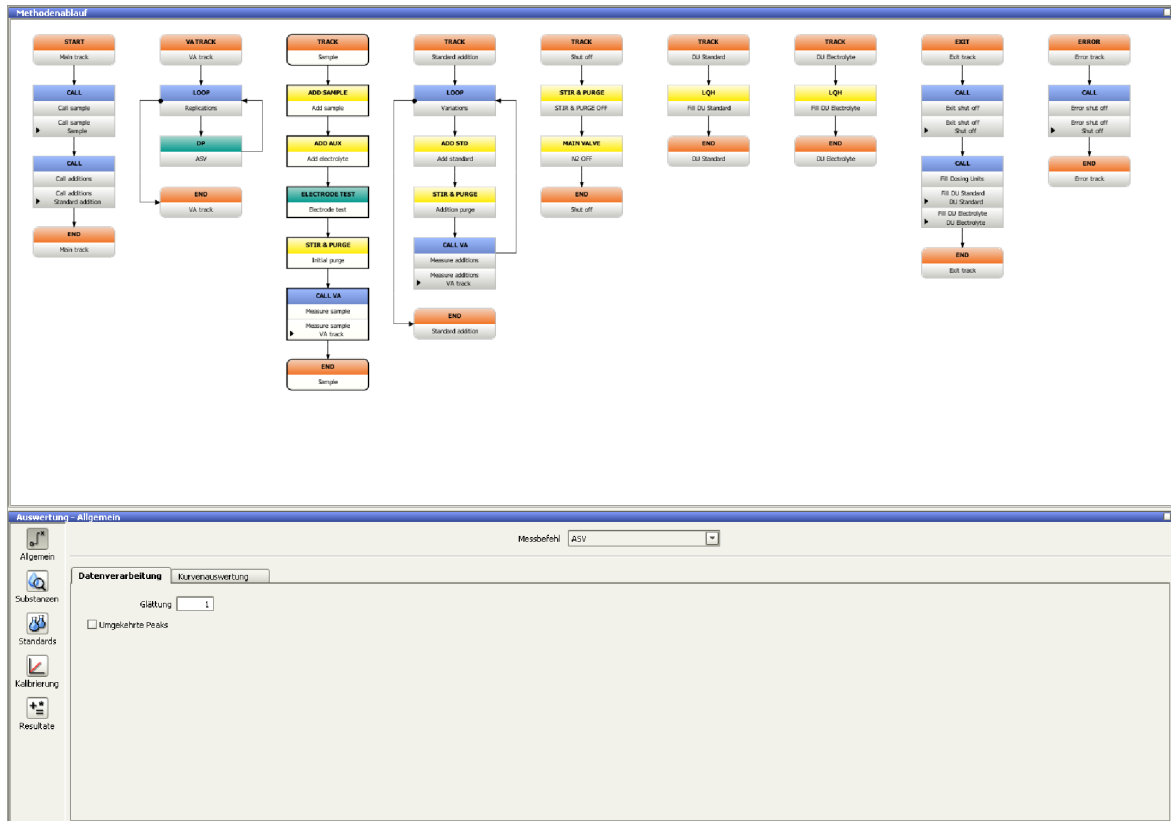
- 1** Das Symbol des Programnteils **Methode** anklicken.

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



- 3 Unter **Vorlagen ► Spurenanalytik**, im linken Teil des Fensters, **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition) teilautomatisiert** auswählen und **[OK]** klicken.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Die Auswertung unterscheidet sich nicht von der einer manuellen Bestimmung mit Standardaddition. Der Methodenablauf der teilautomatisierten ASV-Bestimmung entspricht weitgehend dem Ablauf der manuellen ASV-Bestimmung (siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9). Im Unterschied zu der manuellen ASV-Bestimmung hingegen werden die Standard- und Hilfslösungen automatisiert dosiert.

Der Methodenablauf enthält im Vergleich zu der manuellen Bestimmung zusätzlich folgende Spuren:

Tabelle 1 Spuren

Spur	Funktion
DU Standard	Die Spur DU Standard dient dazu, die Dosiereinheit der Standardlösung nach Abschluss der Bestimmung wieder mit Standardlösung zu füllen und den Kolben in die Ausgangsposition zu bringen.

Spur	Funktion
DU Electrolyte	Die Spur DU Electrolyte dient dazu, die Dosiereinheit der Hilfslösung (Elektrolyt) nach Abschluss der Bestimmung wieder mit Hilfslösung zu füllen und den Kolben in die Ausgangsposition zu bringen.

5.2.1.2 Beschreibung der Methode

Die Methode zur teilautomatisierten ASV-Bestimmung ist im Grundlegenden gleich aufgebaut wie die Methode zur manuellen ASV-Bestimmungen (*siehe Kapitel 4.2.1.2, Seite 12*). Die Probe wird weiterhin manuell hinzugegeben. Im Gegensatz zur manuellen ASV-Bestimmungen werden die Standardlösung und der Elektrolyt automatisch mit einem Dosino in das Messgefäß dosiert. Dies hat folgende Konsequenzen für die Methodenvorlage:

Zugabe der Standard- und Hilfslösungen

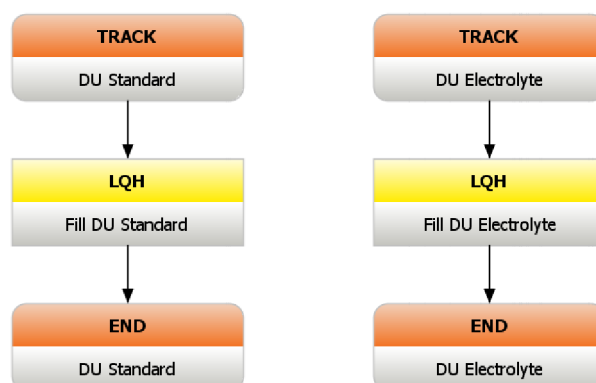
Im Befehl zur Dosierung der Standardlösung (**ADD STD - Add standard**) ist unter **Zugabe** die Checkbox **Mit Dosierer zugeben** aktiviert.

Im Befehl zur Dosierung der Hilfslösung (**ADD AUX - Add electrolyte**) ist unter **Zugabe** die Checkbox **Mit Dosierer zugeben** aktiviert.

Unter **Dosierer** beider Befehle kann die **Dosierrate** und **Füllrate** definiert werden.

Spuren DU Standard und DU Electrolyte

Die beiden Befehle **LQH - Fill DU Standard** und **LQH - Fill DU Electrolyte** füllen nach der Bestimmung die beiden Dosinos wieder mit Standardlösung bzw. Elektrolyt auf. Die beiden Spuren werden gleichzeitig durch den Befehl **CALL - Fill Dosing Units** im **Exit Track** aufgerufen.





HINWEIS

Falls die Lösung **Standard** nicht in der Liste auftaucht, wurde in der Konfiguration für diese Lösung versehentlich nicht der Lösungstyp **Standardlösung** ausgewählt.

ADD AUX

Add electrolyte

- 4** Den Befehl **ADD AUX - Add electrolyte** doppelklicken. Das Dialogfenster **ADD AUX - Add electrolyte** wird geöffnet.

- 5 Unter **Lösung Elektrolyt** auswählen.

- 6** Falls nötig das Volumen anpassen und das Dialogfeld mit **[OK]** verlassen.

LQH

Fill DU Electrolyte

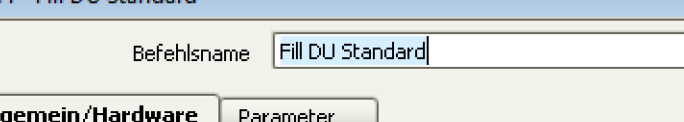
- 7** Den Befehl **Fill DU Electrolyte** doppelklicken.
- Das Dialogfenster **LQH - Fill DU Electrolyte** wird geöffnet.

- 8** Auf der Registerkarte **Allgemein/Hardware** den Namen der Dosiereinheit (in diesem Fall **5 mL Electrolyte**) auswählen.

LQH

Fill DU Standard

- 9** Das Vorgehen für die Dosiereinheit mit der Standardlösung wiederholen. Dabei die Dosiereinheit **2 mL Standard** auswählen.



LQH - Fill DU Standard

Befehlsname:

Allgemein/Hardware | Parameter

Dosierer

Dosiereinheit:

OK Abbrechen

5.2.1.4 Auswertung definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.4, Seite 18)

5.2.1.5 Methodentest durchführen

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

- 1 Das Menü **Datei ► Methodentest** oder das Icon  anklicken.
Die Methode wird geprüft. Nach Abschluss der Prüfung erscheint eine Meldung, die auf eventuelle Fehler hinweist.
- 2 Meldung mit **[OK]** bestätigen.
- 3 Fehler, falls vorhanden, korrigieren.
- 4 Den Methodentest so oft durchführen, bis die Meldung **013-118 Methodentest ok** erscheint.

5.2.1.6 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 (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - teilautomatisiert**) für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

5.2.2 Bestimmung durchführen

Dosiereinheit vorbereiten

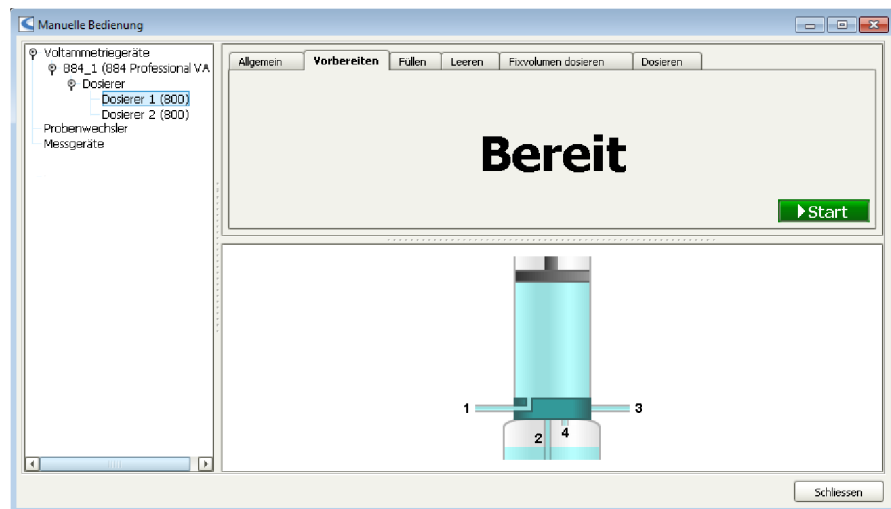
Mit der Funktion **Vorbereiten** werden der Zylinder und die Schläuche der Dosiereinheit gespült und luftblasenfrei gefüllt. Diese Funktion sollten Sie vor der ersten Bestimmung oder einmal täglich ausführen.



Gehen Sie dazu wie folgt vor:

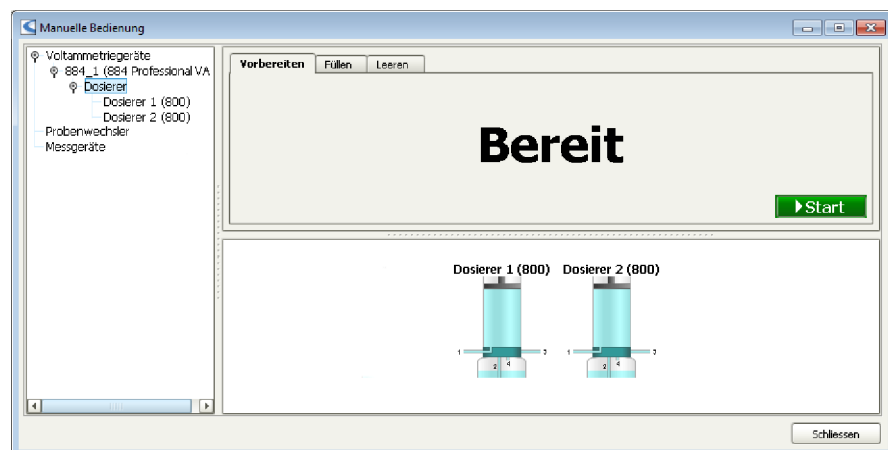


- 1 Das Symbol des Programnteils **Manuelle Bedienung** anklicken.
Das Dialogfenster **Manuelle Bedienung** wird geöffnet.
Im linken Teil des Fensters werden die angeschlossenen Geräte mit ihren Peripheriegeräten aufgelistet. Im rechten Teil des Fensters werden die Funktionen des ausgewählten Gerätes angezeigt, im folgenden Beispiel für Dosierer 1 (800).
- 2 **Dosierer 1 (800)** auswählen, um den gewählten Dosierer vorzubereiten.



oder

Dosierer auswählen, um alle angeschlossenen Dosierer vorzubereiten.



- 3 Messgefäß entfernen und einen Abfallbecher unter den Messkopf in die Auffangwanne stellen.
- 4 Die Registerkarte **Vorbereiten** auswählen und **[Start]** drücken.
- 5 Um eine Verdünnung oder Verunreinigung der Lösung im Dosierzylinder zu vermeiden, empfiehlt es sich, die Dosiereinheiten ein zweites Mal vorzubereiten. Dazu Schritt 4 wiederholen.
- 6 Nachdem die Vorbereitung beendet ist, das Messgefäß in den Halter am Gerät einsetzen und den Messkopfarm absenken.

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 (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - teilautomatisiert**) auswählen.
- 4 In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- 5 Im Feld **Sample type (Probentyp)** die Option **Probe** auswählen.
- 6 Im Feld **Sample amount (Probenmenge)** das Probenvolumen (z. B. **10**) angeben und für die **Sample amount unit (Probenmengeneinheit)** **mL** auswählen.

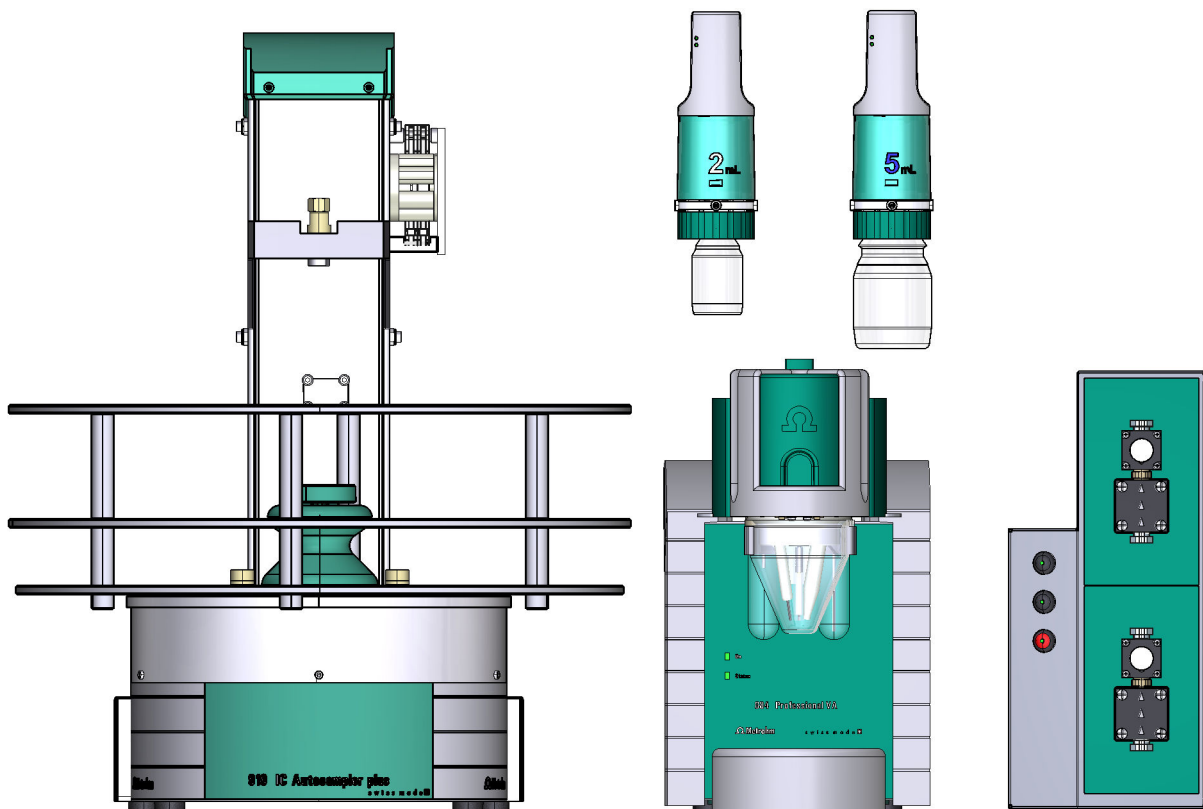


- 7 Um die Analyse zu starten, **[Start]** drücken.
Die Aufforderung für die Zugabe der Probe erscheint.
- 8 Das in der Meldung angezeigte Probenvolumen in das Messgefäß pipettieren.

6 Automatisierte Bestimmung

Für eine automatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

- 884 Professional VA
- 919 IC Autosampler plus
- 843 Pump Station
- 807 Dosing Unit (eine mit 2 mL und eine mit 5 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren der Standardlösung
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 5 mL zum Dosieren der Hilfslösung (Elektrolyt)



Geräte					
	Gerätename ▲	Gerätetyp	Geräte-Serien...	Status	Inbetriebnahme
1	884_1	884 Professional VA	02141	ok	2015-08-19
▶ 2	919 IC Autosampler plus 1	919.0020 IC Autosampler plus	02241	ok	2015-08-26

Bearbeiten ▼



5 Turmparameter definieren

- In der Gerätetabelle im Unterfenster **Geräte** das neu eingetragene Gerät auswählen und doppelklicken.
Das Dialogfenster **Eigenschaften - 919 IC Autosampler plus** '-Gerätename' wird geöffnet.
- Die Registerkarte **Turm** wählen.

Eigenschaften - 919.0020 IC Autosampler plus - 919 IC Autosampler plus 1

Ausgangsposition 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 **135** eintragen.
- Im Feld **Achsenabstand** den Wert **196** eintragen.

6 Rackparameter definieren

- Die Registerkarte **Rack** wählen.
Im Feld **Rackname** wird die Nummer des Racks angezeigt, das sich auf dem Wechsler befindet. Bei der Spurenanalytik in der Regel 6.2041.510.

Eigenschaften - 919.0020 IC Autosampler plus - 919 IC Autosampler plus 1

Ausgangsposition	MSB 1	MSB 2	MSB 3	GLP
Allgemein		Turm		Rack
Rackname 6.2041.510 Rackcode 010110 Anzahl Positionen 57 Drehgeschwindigkeit 20 %/s				
Rackdaten Rack initialisieren OK Abbrechen				

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

Rackdaten

Rackname: 6.2041.510

Rackcode: 010110

Anzahl Positionen: 57

Rackparameter **Liftpositionen** Spezialbecher

Turm 1

Arbeitsposition: 125 mm

Spülposition: 0 mm

Drehposition: 0 mm

Spezialposition: 0 mm

Turm 2

Arbeitsposition: 0 mm

Spülposition: 0 mm

Drehposition: 0 mm

Spezialposition: 0 mm

OK Abbrechen

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



HINWEIS

Turm 2 ist nicht vorhanden, daher müssen unter **Turm 2** keine Werte eingetragen werden.

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

Arbeitsposition nachjustieren

Bei der Bestimmung wird die Probe mit der im 919 IC Autosampler plus eingebauten Peristaltikpumpe zur Gänze in das Messgefäß transferiert. Damit dieser Transfer zu 100 % gewährleistet wird, ist eine korrekte Justierung der Nadel notwendig. Gehen Sie dazu wie folgt vor:



1 Liftposition einstellen

- Programmteil **Manuell** anklicken.
- Leeres Probenvial in die gewünschte Position (1 bis 56) auf dem Rack stellen.
- Im Geräteauswahlfenster **Probenwechsler** ► '**Gerätename**' (**919.0020 IC Autosampler plus**) ► **Turm 1** auswählen.
- Die Registerkarte **Bewegen** öffnen.
- Im Bereich **Rackposition** in Feld **Zielposition** die Nummer der Position eingeben, in die das Probenvial eingesetzt wurde.
- Im Bereich **Rackposition** auf **[Start]** klicken. Die eingestellte Rackposition wird angefahren.
- Im Bereich **Liftposition** in Feld **Zielposition** den Wert **125 mm** eingeben.
- Im Bereich **Liftposition** auf **[Start]** klicken. Die eingestellte Liftposition wird angefahren.
- Im Bereich **Liftposition** mit der Pfeiltaste  die Nadel langsam nach unten bewegen, bis sie nicht mehr als 0.5 mm über dem Boden des Probenvials steht.



HINWEIS

Lässt sich die Nadel nicht weit genug herunter fahren, so ist in den Geräteeigenschaften des 919 IC Autosampler plus der **Max. Liftweg** zu klein eingestellt (siehe "919 IC Autosampler plus", Seite 60).

- Wenn die Nadel richtig positioniert ist, die Registerkarte **Position zuweisen** öffnen.
Im Bereich **Liftposition** ist der neue Wert im Feld **Aktuelle Position** eingetragen.
- Im Bereich **Liftposition** die Option **Arbeitsposition für** aktivieren und **Turm** auswählen.
- Im Bereich **Liftposition** auf **[Zuweisen]** klicken.

800 Dosino mit 807 Dosing Unit anschliessen

(siehe "800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen", Seite 45)

Dosiereinheit in 884 Professional VA initialisieren

(siehe "Dosiereinheit initialisieren", Seite 46)

6.1.2 Elektroden konfigurieren

(siehe Kapitel 4.1.2, Seite 8)

6.1.3 Dosiereinheiten konfigurieren

(siehe Kapitel 5.1.3, Seite 45)

6.1.4 Lösungen definieren

(siehe Kapitel 5.1.4, Seite 48)

6.2 ASV-Bestimmung automatisiert mit Standardaddition

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 einer Methodenvorlage eine Methode zur automatisierten Bestimmung von Cadmium und Blei mit anodischer Stripping-Voltammetrie und der Kalibriermethode "Standardaddition". Anhand dieser Methodenvorlage lernen Sie die grundlegenden Funktionen sowie den Aufbau einer Methode kennen.

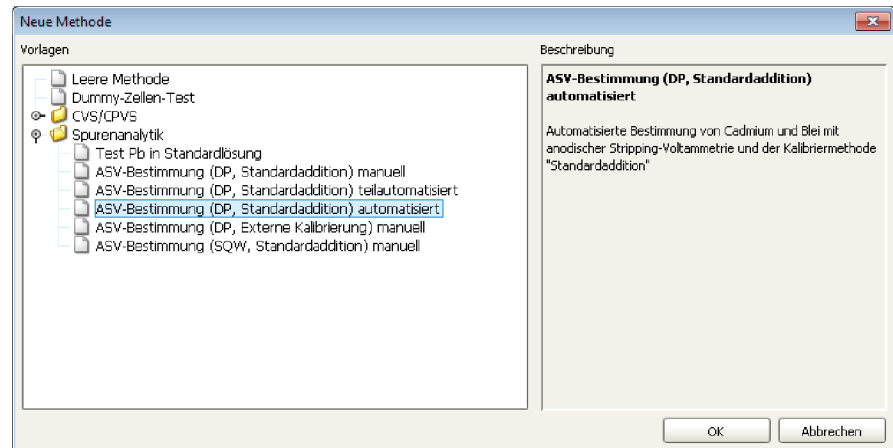
6.2.1 Methode erstellen

6.2.1.1 Methodenvorlage laden



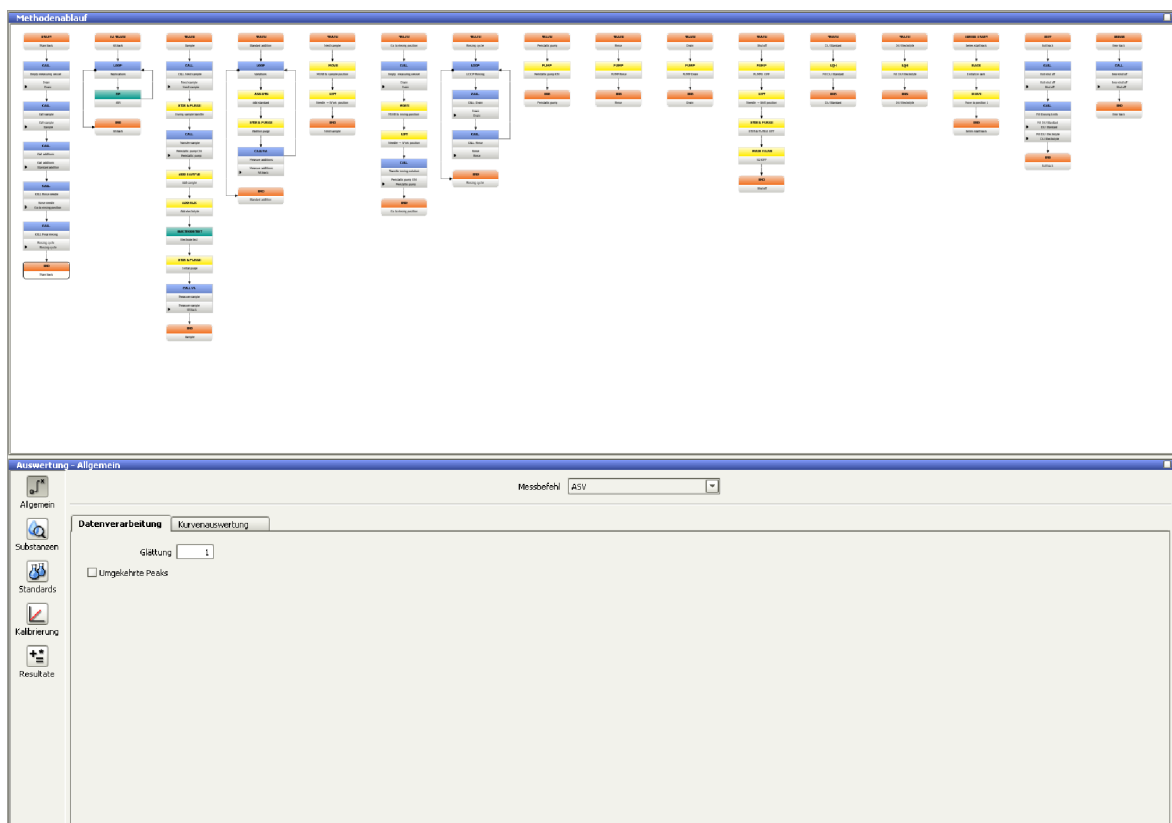
- 1** Das Symbol des Programnteils **Methode** anklicken.

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



- 3 Unter **Vorlagen ► Spurenanalytik**, im linken Teil des Fensters, **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition) automatisiert** auswählen und **[OK]** klicken.

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Die Auswertung unterscheidet sich nicht von der einer manuellen oder teilautomatisierten Bestimmung mit Standardaddition.

Der Methodenablauf der automatisierten ASV-Bestimmung entspricht weitgehend dem Ablauf der manuellen ASV-Bestimmung (*siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9*) und der teilautomatisierten ASV-Bestimmung (*siehe Kapitel 5.2.1.1, Seite 50*). Zur Steuerung des Probenwechslers, sowie zum automatischen Entleeren und Spülen des Messgefäßes werden zusätzliche Spuren und Befehle benötigt.

Der Methodenablauf enthält im Vergleich zu der teilautomatisierten Bestimmung zusätzlich folgende Spuren:

Tabelle 2 Spuren

Spur	Funktion
Next sample	Die Spur Next sample dient dazu, die nächste Probenposition auf dem Rack des Probenwechslers anzufahren und die Nadel in die Probe abzusinken.
Go to rinsing position	Die Spur Go to rinsing position dient dazu, den Transferschlauch zwischen Probenwechsler und Messgefäß zu spülen, um eine Verschleppung zwischen Proben zu vermeiden.
Rinsing cycle	Die Spur Rinsing cycle dient dazu, das Messgefäß nach Abschluss der Messung zu entleeren und zu spülen. Der Vorgang wird so oft wiederholt, wie im Befehl LOOP - LOOP Rinsing definiert.
Peristaltic pump	Die Spur Peristaltic pump dient dazu, die Probe mit Hilfe der im Probenwechsler eingebauten Peristaltikpumpe ins Messgefäß zu transferieren.
Rinse	Die Spur Rinse dient dazu, die externe Pumpe zur Spülung des Messgefäßes einzuschalten.
Drain	Die Spur Drain dient dazu, die externe Pumpe zur Leerung des Messgefäßes einzuschalten.
Shut off	Die Shut off Spur dient zum Stoppen des Rührers sowie der Stickstoff-Zufuhr. Zusätzlich werden sämtliche Pumpen deaktiviert und die Nadel des Probenwechslers wird in die Ruheposition gefahren.
Series start track	Die Spur Series start track dient dazu, das Probenrack zu initialisieren. Dabei werden das Rack und der Lift zurückgesetzt, der Rackcode ausgelesen und die entsprechenden Rackdaten in den Probenwechsler übertragen.

6.2.1.2 Beschreibung der Methode

Die Methode zur automatisierten Bestimmung von Cadmium und Blei mit Standardaddition setzt sich aus folgenden Schritten zusammen:

1. Messgefäß entleeren
2. Probe und Elektrolyt automatisiert hinzufügen und entlüften
3. Probe messen
4. Standardlösung automatisiert hinzufügen und entlüften
5. Einfach aufgestockte Lösung messen
6. Erneut Standardlösung automatisiert hinzufügen und entlüften
7. Zweifach aufgestockte Lösung messen
8. Transferschlauch spülen
9. Messgefäß spülen
10. Messung beenden

Messgefäß entleeren

Ruft die Spur auf, in welcher eventuelle Restflüssigkeiten im Messgefäß abgesaugt werden (**Drain** Spur).

CALL	
	Empty measuring vessel
▶	Drain
	Drain

PUMP
PUMP Drain

Aktiviert die Pumpe zum Absaugen der Restflüssigkeiten im Messgefäß.



HINWEIS

Die applikationsspezifische Pumpzeit zum Absaugen von Flüssigkeiten im Messgefäß muss im Feld **Betriebsdauer** an das abzusaugende Volumen angepasst werden.

Probe automatisiert hinzufügen und entlüften

Ruft die **Sample** Spur auf, welche im Grundlegenden die Schritte zum Hinzufügen und Entlüften der Probe enthält. Die **Sample** Spur setzt sich aus folgenden Befehlen zusammen, die in der angegebenen Reihenfolge ausgeführt werden:

CALL
Call sample
Call sample
Sample

CALL
CALL Next sample
Next sample Next sample

Ruft die **Next sample** Spur auf, welche das Rack und die Nadel des 919 IC Autosampler plus in die Arbeitsposition für die Förderung der nächsten Probe bringt.

MOVE
MOVE to sample position

Das Rack mit der nächsten Probe wird zur Nadel bewegt.



LIFT

Needle → Work position

Der Arm des Probenwechslers fährt in die Arbeitsposition, d.h. die Nadel wird in die Probe eingetaucht.

STIR & PURGE

During sample transfer

Schaltet den Rührer und das Entlüften ein.

CALL

Transfer sample

Peristaltic pump ON
Peristaltic pump

Ruft die **Peristaltic pump** Spur für den Probentransfer auf.

PUMP

Peristaltic pump ON

Die Peristaltikpumpe am Probenwechsler wird für eine vordefinierte Zeit eingeschaltet. Dadurch wird die Probe über die Transferschläuche vom Probenwechsler in das Messgefäß gepumpt.



HINWEIS

Die applikationsspezifische Zeit zum Betrieb der Peristaltikpumpe muss im Feld **Betriebsdauer** an das zu transferierende Probenvolumen angepasst werden. Die Zeit muss so gewählt werden, dass 100 % des Probenvolumen sicher transferiert werden können.

Die Zugabe der Hilfslösung (Elektrolyt) über den Dosino, sowie der Elektrodentest und das Entlüften der Messlösung funktionieren analog zur teilautomatisierten (*siehe Kapitel 5.2.1.2, Seite 52*), respektive manuellen Bestimmung (*siehe Kapitel 4.2.1.2, Seite 12*).

Probe messen

Das Messen der Probe funktioniert analog zur manuellen ASV-Bestimmung (siehe "Probe messen", Seite 13).

Standardlösung automatisiert hinzufügen und entlüften

Die automatische Zugabe der Standardlösung über einen Dosino funktioniert analog zur teilautomatisierten Bestimmung (siehe Kapitel 5.2.1.2, Seite 52).

Einfach aufgestockte Lösung messen

Das Messen der einfach aufgestockten Lösung funktioniert analog zur manuellen ASV-Bestimmung (siehe "Einfach aufgestockte Lösung messen", Seite 14).

DP

ASV

Transferschlauch spülen

CALL

CALL Rinse needle

Rinse needle

► Go to rinsing position

CALL

Empty measuring vessel

▶ Drain
Drain

MOVE

MOVE to rinsing position

LIFT

Needle → Work position

CALL

Transfer rinsing solution

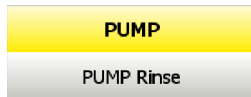
Peristaltic pump ON

▶ Peristaltic pump

CALL
CALL Final rinsing
Rinsing cycle
Rinsing cycle

CALL
CALL Drain
Drain
Drain

CALL
CALL Rinse
Rinse
Rinse

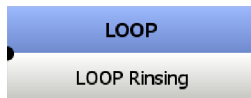


Aktiviert die Pumpe zum Spülen des Messgefäßes.



HINWEIS

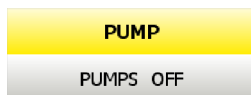
Die applikationsspezifische Pumpzeit zum Spülen des Messgefäßes muss im Feld **Betriebsdauer** an das Messgefäßvolumen angepasst werden.



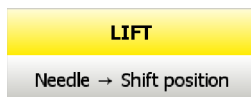
Der Vorgang zum Entleeren und Spülen des Messgefäßes wird so oft wiederholt, wie im **LOOP - LOOP Rinsing** Befehl definiert.

Messung beenden

Ruft die **Shut off** Spur auf.



Deaktiviert die beiden externen Pumpen zum Entleeren und Spülen des Messgefäßes.



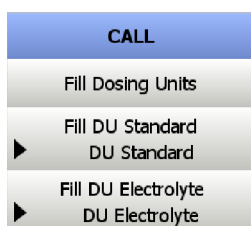
Der Arm des Probenwechslers mit der Nadel fährt in die Ruheposition.



Der Rührer und das Entlüften der Messlösung werden deaktiviert.



Schliesst das Hauptventil für die Stickstoff-Versorgung im 884 Professional VA.



Ruft die Spuren zum Befüllen der Dosinos auf (*siehe Kapitel 5.2.1.2, Seite 52*).

6.2.1.3 Befehlsparameter definieren



HINWEIS

Für weitere Informationen zu den Befehlsparametern *Kapitel 4.2.1.3 auf Seite 15* und *Kapitel 5.2.1.3 auf Seite 53* beachten.

PUMP

-
- PUMP - PUMP Drain**
- Befehlsname: PUMP Drain
- Gerät**
- Gerätename: 919 IC Autosampler plus 1
- Gerätetyp: 919.0020 IC Autosampler plus
- Pumpen**
- Turm: 1
- Pumpe(n): 1
- Aktion**
- ☐ Einschalten
- ☐ Ausschalten
- ☒ Betriebsdauer: 18 s
- OK Abbrechen

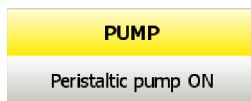
- PUMP**
- PUMP Rinse



HINWEIS

Die folgenden Pumpzeiten gelten nur als Richtwert und müssen je nach Situation individuell angepasst werden.

Volumen	10 mL	20 mL
Anzahl Spülzyklen	2	2
Pumpzeit Drain [s]	8	16
Pumpzeit Rinse [s]	4	8



- Den Befehl **PUMP - Peristaltic pump ON** doppelklicken. Das Dialogfenster **PUMP - Peristaltic pump ON** wird geöffnet.
- Im Feld **Betriebsdauer** die gewünschte Pumpzeit eintragen und mit **[OK]** bestätigen.

6.2.1.4 Auswertung definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.4, Seite 18)

6.2.1.5 Methodentest durchführen

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

- 1 Das Menü **Datei ▶ Methodentest** oder das Icon  anklicken.
Die Methode wird geprüft. Nach Abschluss der Prüfung erscheint eine Meldung, die auf eventuelle Fehler hinweist.
- 2 Meldung mit **[OK]** bestätigen.
- 3 Fehler, falls vorhanden, korrigieren.
- 4 Den Methodentest so oft durchführen, bis die Meldung **013-118 Methodentest ok** erscheint.

6.2.1.6 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 (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - automatisiert**) für die Methode eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

6.2.2 Probentabelle erstellen

Probenrack bestücken

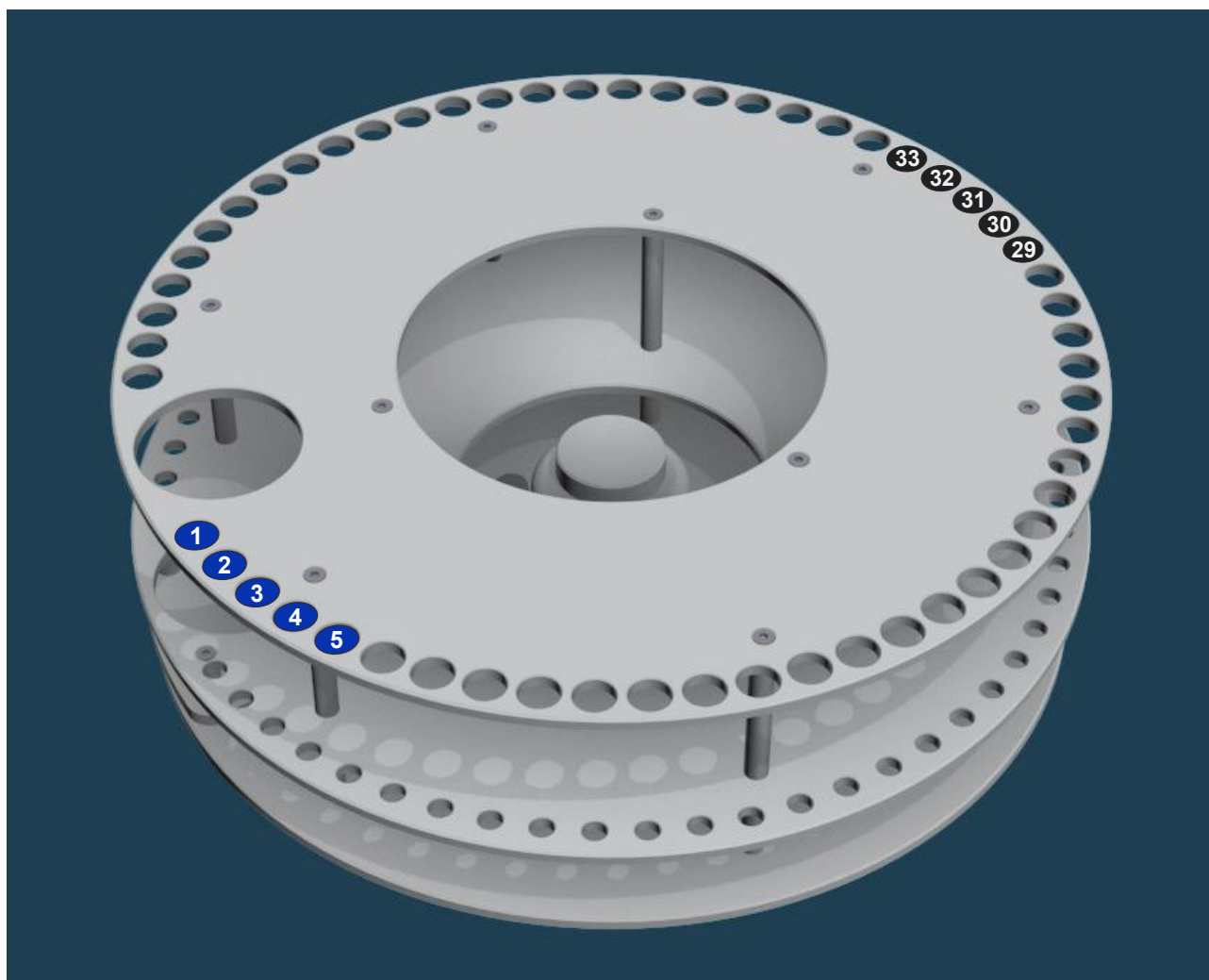
Das verwendete Probenrack 6.2041.510 umfasst 56+1 Positionen. Dabei sind die Positionen 1–28 für die Proben vorgesehen, die Positionen 29–56 für die Spüllösungen.

Die Methodenvorlage ist für die Verwendung des Racks 6.2041.510 erstellt worden. Grundsätzlich kann jede beliebige Probenposition verwendet werden. Wichtig ist, dass für jede Probe an entsprechender Position eine Spüllösung vorhanden ist. Diese muss jeweils 28 Positionen weiter als die Probe positioniert sein. Beispiel:

- Die Spüllösung für Probe 1 muss auf Position 29 sein (1+28).
- Die Spüllösung für Probe 3 muss auf Position 31 sein (3+28).

In diesem Beispiel werden die Proben und Spüllösungen in folgende Probenpositionen gestellt:

- Positionen **1–5**: Probe
- Positionen **29–33**: Spüllösung



- Probe
- Spüllösung (dest. Wasser)

Dosiereinheit vorbereiten

(siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 55)

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 - Arbeitsplatzprobentabelle - Arbeitsplatz 'Name'** öffnen.

- 4 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - automatisiert**) auswählen.

5 Probeninformationen eingeben



HINWEIS

In der Probenabelle müssen ausschliesslich die Positionen der Proben definiert werden. Die Positionen der Spüllösungen ergeben sich aus der Formel " $\text{'SD.Sample position' + 28}$ " im Befehl **MOVE - MOVE to rinsing position.**

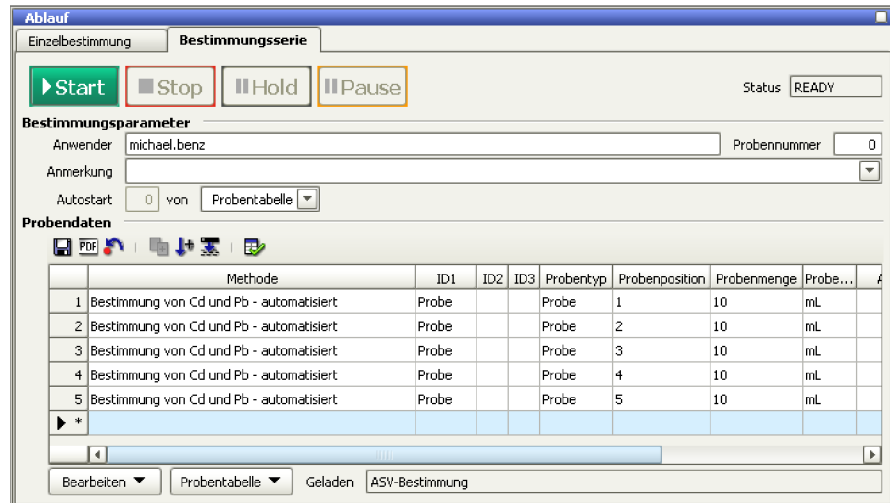
Geben Sie in die Felder folgende Werte ein:

- In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- Im Auswahlfeld **Sample type (Probentyp)** den Eintrag **Probe** wählen.
- Im Feld **Sample position (Probenposition)** den Wert **1** eingeben.
- Im Feld **Sample amount (Probenmenge)** das Probenvolumen (z. B. **10**) angeben und für die **Sample amount unit (Probenmengeneinheit)** **mL** auswählen.
- Die Felder **Analysenvolumen** und **Verdünnungsvolumen** (falls vorhanden) werden nicht benötigt und können unverändert belassen werden.
- **[Übernehmen]** anklicken.
Die Parameter für die Probe werden in die erste Zeile der Proben-tabelle geschrieben und gespeichert.
- Für die auf Position **2-5** befindlichen Proben das Vorgehen wiederholen. Um direkt eine neue Zeile anzulegen, unter **Zeile** das Symbol  anklicken.

6 Probentabelle speichern

- Über die Schaltfläche **Probentabelle** ► **Speichern unter...** das Dialogfenster **Probentabelle speichern** öffnen.
- Im Feld **Name** den Namen der Probentabelle (z. B. **ASV-Bestimmung**) eintragen.
- **[Speichern]** anklicken.

Die vollständige Tabelle sieht wie folgt aus:



6.2.3 Bestimmung durchführen

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



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

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

- 3 Über die Schaltfläche **Probentabelle ► Laden...** die zuvor gespeicherte Probentabelle **ASV-Bestimmung** laden.

- 4 Probenrack entsprechend der Probentabelle mit Probe und Spüllösung bestücken.

- 5 Sicherstellen, dass die zu verwendenden Dosiereinheiten mit den entsprechenden Lösungen (Elektrolyt, Standard) gefüllt sind.



- 6 Um die Analyse zu starten, **[Start]** drücken.

Die Analyse wird gestartet. Die Probe wird automatisch ins Messgefäß transferiert. Hilfslösung und Standard werden an der entsprechenden Stelle im Ablauf automatisch dosiert. Am Ende der Bestimmung wird das Messgefäß entleert und gespült. Nach Abschluss der Analyse wird in der vordefinierten Datenbank ein neuer Eintrag erstellt. Danach wird die nächste Probe analysiert, bis alle Proben in der Probentabelle abgearbeitet sind.

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 Programmteils **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.

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 Falls **Methodenname** bereits einmal angewählt wurde, im Auswahlfeld **Feld** den Eintrag **Methodenname** markieren. Ansonsten über **Weitere... ► Methode ► Identifikation ► Methodenname** auswählen und mit **[OK]** bestätigen.
- 4 Unter **Bedingung** im Feld **Vergleichswert** den Methodennamen **Bestimmung von Cd und Pb - manuell** eintragen und **[OK]** anklicken.
- 5 Im Dialogfenster **Spezialfilter - Datenbank 'Name'** die Schaltfläche **[Filter anwenden]** anklicken und das Fenster schliessen.
Im Unterfenster **Bestimmungsübersicht** erscheint die Tabelle mit allen Datensätzen der Methode **Bestimmung von Cd und Pb - manuell**.

Die Daten eines markierten Datensatzes erscheinen in den anderen Unterfenstern:

- Im Unterfenster **Resultate** erscheint eine Übersicht mit den Substanzkonzentrationen in der Proben sowie den benutzerdefinierten Resultaten.
- Im Unterfenster **Kurven 1** werden die Messkurven und die Kalibrierkurven dargestellt.
- Im Unterfenster **Informationen** können über die einzelnen Registerkarten Angaben zur Probe, zur Bestimmung, zu den Geräten etc. angezeigt werden.

Suchen

- 1 Über das Menü **Bestimmungen** ► **Suchen...** das Dialogfenster **Suchen - Datenbank 'Name'** öffnen.
- 2 Im Auswahlfeld **Suchen in** den Eintrag **Anwender (Kurzname)** markieren.
- 3 Im Feld **Suchbegriff** den gewünschten Kurznamen eingeben.
- 4 **[Weitersuchen]** anklicken.

Die erste Zeile, die dem Suchbegriff entspricht, wird markiert.

7.2 Kurven anschauen

Zoom mit Maus

Mit Hilfe der Zoomfunktion können einzelne Bereiche einer Messkurve oder Kalibrierkurve vergrössert dargestellt werden.

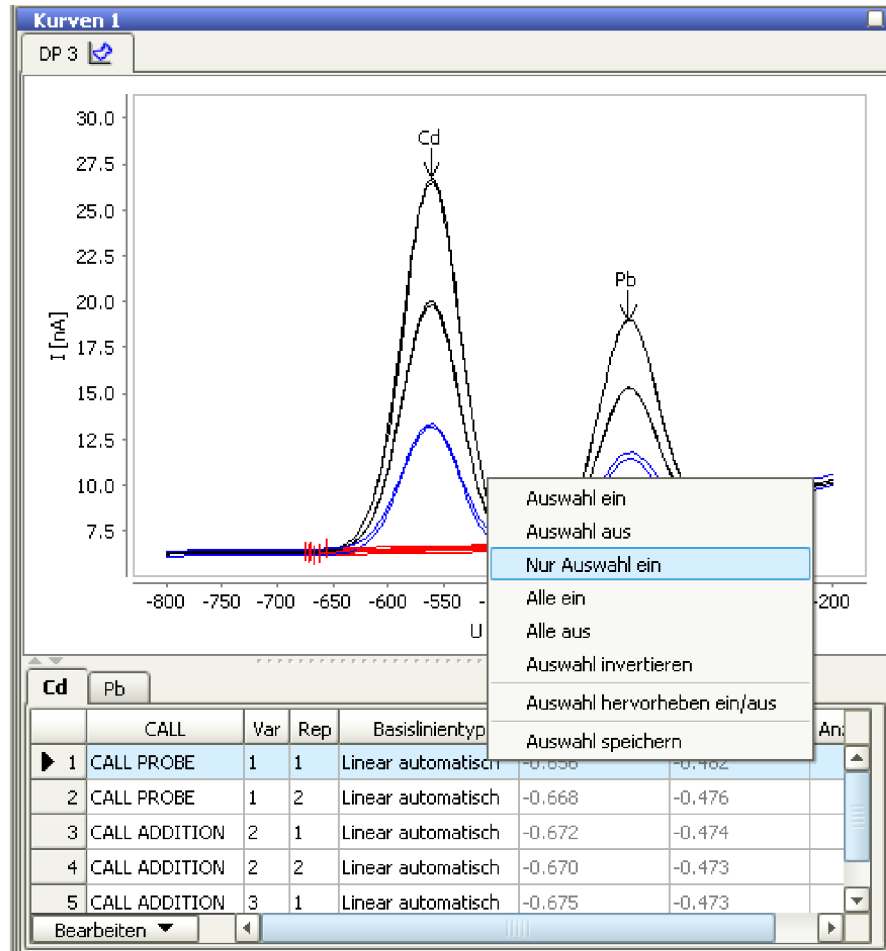
- 1 In der Übersichtstabelle einen Datensatz markieren.
Die dazugehörige Messkurve wird im Unterfenster **Kurven 1** dargestellt.
- 2 Bei gedrückter linker Maustaste den Bereich, der vergrößert werden soll, nach rechts unten aufspannen.

2 Den kontextsensitiven Menübefehl **Alles anzeigen** anklicken.
Die Messkurve wird in ihrer ursprünglichen Grösse dargestellt.

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 Einzelne Messkurven anzeigen

- Im Unterfenster **Kurven 1** in der Tabelle unterhalb der Messkurvenansicht die Kurven, die angezeigt werden sollen (eine oder mehrere sind möglich), markieren.
- Auf den markierten Bereich rechtsklicken und **Nur Auswahl ein** auswählen.
Die markierten Kurven werden angezeigt. Alle anderen Kurven werden ausgeblendet.
- Um wieder sämtliche Kurven einzublenden, rechtsklicken und **Alle ein** auswählen.



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.

3 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.

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 anhand folgender Beispiele, wie eine Bestimmung nachbearbeitet wird:

- Peakerkennung anpassen
- Basislinien und Fusspunkte anpassen
- Konzentration und Volumen von Standards anpassen
- Volumen von Hilfslösungen anpassen

7.3.1 Nachbearbeitung öffnen



- 1 Klicken Sie auf das Symbol des Programnteils **Datenbank**.
- 2 **Bestimmung zum Nachbearbeiten öffnen**
 - Im Unterfenster **Bestimmungsübersicht** eine Bestimmung auswählen.

- Über das Menü **Bestimmungen** ► **Nachbearbeiten...** oder das Symbol  das Dialogfenster **Nachbearbeiten** öffnen.

7.3.2 Peakerkennung anpassen

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 83*).
- Im Unterfenster **Änderungen** auf der Registerkarte **Methode** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken.
Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.
- Im Unterfenster **Auswertung - Substanzen** die Registerkarte **Anerkennung** wählen.

2 Peakerkennung anpassen

- Die Substanz, die angepasst werden soll, in der Tabelle markieren.
- Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Substanzen - Anerkennung** öffnen. Alternativ auf die Zeile der Substanz doppelklicken.

Substanzen - Anerkennung ✕

Messbefehl

Substanz

☒ Aktiv

Kennspannung V

Toleranz V

Min. Breite V

Max. Breite V

Min. Messgrösse pA ▾

⏮
⏪
1
⏩
⏭
⏮
⏪
1
⏩
⏭
von 2
OK
Schliessen

- Die Parametrierung nach Bedarf anpassen.
- Das Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.

3 Nachberechnen

- Das Dialogfenster **Methodeneditor** mit **[OK]** schliessen.

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

4 Änderungen in die Datenbank übernehmen

Das Dialogfenster **Nachbearbeiten** mit **[OK]** verlassen, damit die Änderungen in die Datenbank übernommen werden.

7.3.3 Basislinien und Fusspunkte in der Methode ändern

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 83*).
- Im Unterfenster **Änderungen** auf der Registerkarte **Methode** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken.
Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.
- Im Unterfenster **Auswertung - Substanzen** die Registerkarte **Basislinien** wählen.

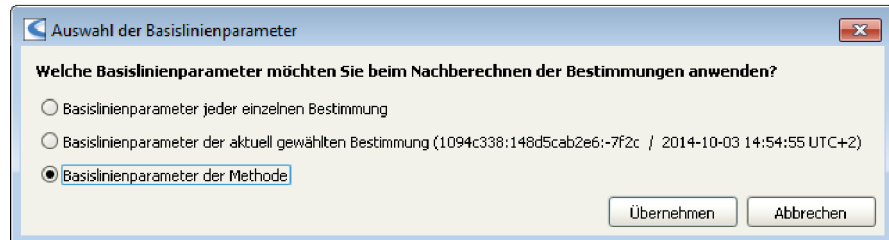
2 Basislinien und Fusspunkte anpassen

- Substanz in der Tabelle markieren. Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Substanzen - Basislinie** öffnen. Alternativ auf die Zeile der Substanz doppelklicken.

- Die Parametrierung nach Bedarf anpassen.
- Das Dialogfenster mit **[OK]** schliessen.

3 Nachberechnen

- Das Dialogfenster **Methodeneditor** mit **[OK]** schliessen.
- Im Dialogfenster **Nachbearbeiten** die Schaltfläche **Nachberechnen** anklicken.
Die Meldung **Auswahl der Basislinienparameter** erscheint.



- **Basislinienparameter der Methode** wählen und mit **[Übernehmen]** bestätigen.
Die Bestimmung wird mit den neuen Auswerteparametern nachberechnet und das Ergebnis im Unterfenster **Resultatanzeige** auf der Registerkarte **Resultatübersicht** angezeigt.

4 Änderungen in die Datenbank übernehmen

Das Dialogfenster **Nachbearbeiten** mit **[OK]** verlassen, damit die Änderungen in die Datenbank übernommen werden.

7.3.4 Basislinien und Fusspunkte für einzelne Kurven anpassen

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 83*).

2 Basislinien und Fusspunkte anpassen

- Im Unterfenster **Resultatanzeige** die Registerkarte **Kurven** öffnen.
- In der Tabelle unterhalb der Messkurven die Kurven markieren, für die die Basislinien oder Fusspunkte angepasst werden sollen. Um nur die Kurven anzuzeigen, die bearbeitet werden sollen, wie *auf Seite 81* beschrieben vorgehen.
- **Bearbeiten ► Basislinienparameter ► Eigenschaften...** auswählen. Alternativ die gewünschte Messkurve doppelklicken.
- Im Dialogfenster **Substanzen - Basislinie** die Parametrierung nach Bedarf anpassen.

Substanzen - Basislinie

Messbefehl: ASV

Substanz: Cd

Basislinie

Basislinientyp: Linear

Fusspunktermittlung

☐ Automatisch

☒ Manuell

Start-Fusspunkt: -0.67 V

End-Fusspunkt: -0.47 V

1 von 2

OK Schliessen

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

3 Nachberechnen

- Im Dialogfenster **Nachbearbeiten** die Schaltfläche **Nachberechnen** anklicken.
Die Meldung **Auswahl der Basislinienparameter** erscheint.

Auswahl der Basislinienparameter

Welche Basislinienparameter möchten Sie beim Nachberechnen der Bestimmungen anwenden?

☒ Basislinienparameter jeder einzelnen Bestimmung

☐ Basislinienparameter der aktuell gewählten Bestimmung (-4335c07e:1491ce8d0f0:-7e10 / 2014-10-17 10:56:25 UTC+2)

☐ Basislinienparameter der Methode

Übernehmen Abbrechen

- Basislinienparameter jeder einzelnen Bestimmung** wählen und mit **[Übernehmen]** bestätigen.
Die Bestimmung wird mit den neuen Auswerteparametern nachberechnet und das Ergebnis im Unterfenster **Resultatanzeige** auf der Registerkarte **Resultatübersicht** angezeigt.

4 Änderungen in die Datenbank übernehmen

Das Dialogfenster **Nachbearbeiten** mit **[OK]** verlassen, damit die Änderungen in die Datenbank übernommen werden.

7.3.5 Konzentration und Volumen von Standards anpassen



HINWEIS

Das Volumen eines Standards kann ausschliesslich bei manuellen Bestimmungen geändert werden. Wurde der Standard automatisiert dosiert, ist eine nachträgliche Änderung nicht möglich.

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 83*).
- Im Unterfenster **Änderungen** auf der Registerkarte **Methode** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken.
Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.

2 Konzentration des Standards anpassen

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Standards**  anklicken.
- Auf den zu ändernden Standard doppelklicken.
- Die Konzentration des Standards anpassen.
- Mit **[OK]** bestätigen.



3 Volumen des Standards anpassen

- Im Unterfenster **Methodenablauf** den entsprechenden **ADD STD** Befehl raussuchen und öffnen.
- Das Volumen im Feld **Zugabevolumen** ändern
- Mit **[OK]** bestätigen.

4 Nachberechnen

- Das Dialogfenster **Methodeneditor** mit **[OK]** schliessen.
- Im Dialogfenster **Nachbearbeiten** die Schaltfläche **Nachberechnen** anklicken.

Die Bestimmung wird mit den neuen Auswerteparametern nachberechnet und das Ergebnis im Unterfenster **Resultatanzeige** auf der Registerkarte **Resultatübersicht** angezeigt.

5 Änderungen in die Datenbank übernehmen

Das Dialogfenster **Nachbearbeiten** mit **[OK]** verlassen, damit die Änderungen in die Datenbank übernommen werden.

7.3.6 Probenmenge und Volumen von Hilfslösungen anpassen



HINWEIS

Das Volumen einer Hilfslösung kann ausschliesslich bei manuellen Bestimmungen geändert werden. Wurde die Hilfslösungen automatisiert dosiert, ist eine nachträgliche Änderung nicht möglich.

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 V1_1** auswählen.
- 6 **[Öffnen]** anklicken.
Das Programmfenster mit der ausgewählten Reportvorlage wird geöffnet.

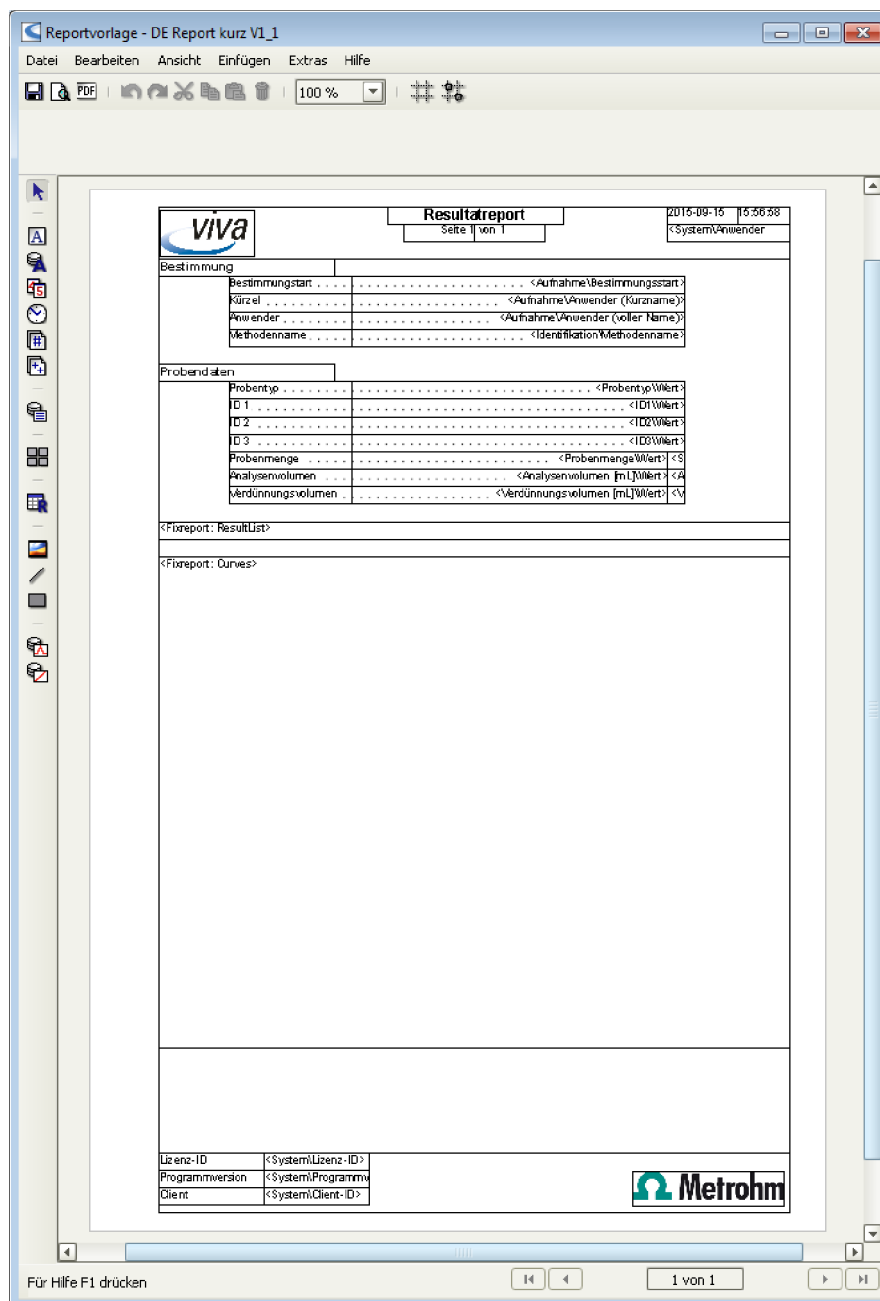


Bild austauschen

1

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

Das Eigenschaftensfenster zum Grafikfeld wird automatisch geöffnet.

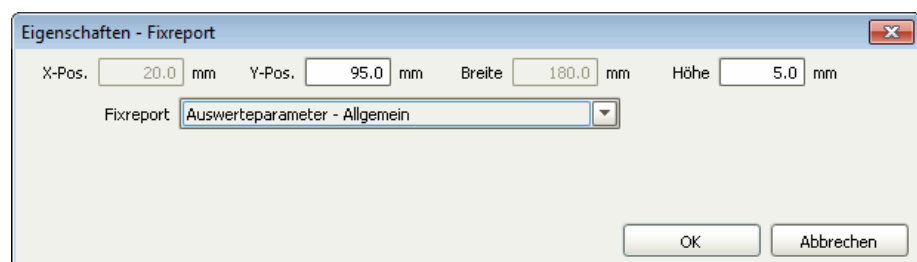


- 2 Durch Klicken auf  das Dialogfenster zur Auswahl der neuen Grafikdatei öffnen.
- 3 Die gewünschte neue Grafikdatei im Format JPG oder PNG auswählen und mit **[OK]** bestätigen.
- 4 Position, Breite, Höhe und Grösse des Bildes anpassen.
- 5 Das Eigenschaftenfenster mit **[OK]** schliessen.

Neuen Fixreport einfügen

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

Das Eigenschaftenfenster zum Fixreport wird automatisch geöffnet.



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

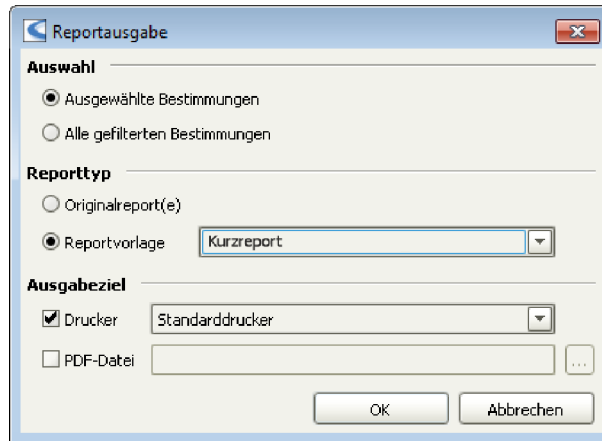
Reportvorlage speichern

- 1 Den Menüpunkt **Datei ▶ Speichern unter...** anklicken.
Das Dialogfenster **Reportvorlage speichern** wird geöffnet.
- 2 Den Namen, z. B. Kurzreport, 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.



- 7 Unter **Reporttyp** die Option **Reportvorlage** markieren und die gewünschte Reportvorlage auswählen.
- 8 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

D

EF

G

H

K

L

M

Messkurve

Methodenvorlage

N

P

R

S

T

V

Bedienungslehrgang VA (Spurenanalytik)



Standards	88
Vorbereitungen	3
Ausrüstung	3

Lösungen herstellen	4
---------------------------	---

Z	
Zoom	80