



Bedienungslehrgang CVS
8.0103.8013DE / v1 / 2024-12-24



Metrohm AG
CH-9100 Herisau
Schweiz
+41 71 353 85 85
info@metrohm.com
www.metrohm.com



Bedienungslehrgang CVS

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Bei dieser Dokumentation handelt es sich um ein Originaldokument.

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

Haftungsausschluss

Von der Gewährleistung ausdrücklich ausgeschlossen sind Mängel, die auf Umstände zurückgehen, die nicht von Metrohm zu verantworten sind, wie unsachgemässe Lagerung, unsachgemässer Gebrauch etc. Eigenmächtige Veränderungen am Produkt (z. B. Umbauten oder Anbauten) schliessen jegliche Haftung des Herstellers für daraus resultierende Schäden und deren Folgen aus. Anleitungen und Hinweise in der Produktdokumentation der Metrohm sind strikt zu befolgen. Andernfalls ist die Haftung von Metrohm ausgeschlossen.

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	6
3.1	Software starten	6
4	Manuelle Bestimmung	8
4.1	Konfiguration	8
4.1.1	Gerät konfigurieren	8
4.1.2	Elektroden konfigurieren	9
4.2	Methoden für manuelle Bestimmung	9
4.2.1	Pt-Arbeitselektrode konditionieren	10
4.2.2	Suppressor-Konzentration bestimmen	17
4.2.3	Brightener-Konzentration bestimmen	28
5	Teilautomatisierte Bestimmung	37
5.1	Konfiguration	38
5.1.1	Gerät konfigurieren	38
5.1.2	Elektroden konfigurieren	38
5.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	38
5.1.4	Lösungen definieren	41
5.2	Methoden für teilautomatisierte Bestimmung	43
5.2.1	Pt-Arbeitselektrode konditionieren	43
5.2.2	Suppressor-Konzentration bestimmen	49
5.2.3	Brightener-Konzentration bestimmen	56
6	Automatisierte Bestimmung	63
6.1	Konfiguration	64
6.1.1	Geräte konfigurieren	64
6.1.2	Elektroden konfigurieren	68
6.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	68
6.1.4	Lösungen definieren	68
6.2	Methoden für automatisierte Bestimmung	68
6.2.1	Suppressor-Konzentration bestimmen	68

6.2.2	Brightener-Konzentration bestimmen	79
7	Bestimmungen bearbeiten	90
7.1	Bestimmungen sichten	90
7.2	Resultate anschauen	92
7.3	Bestimmungen nachbearbeiten	94
7.4	Reportvorlage bearbeiten	96
7.5	Bestimmungsreport drucken	100
	Index	102

1 Einleitung

1.1 Aufbau des Bedienungslehrganges

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

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

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

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

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

1.2 Programmbeschreibung

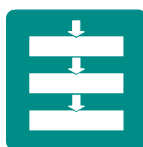
viva besteht aus folgenden Programmteilen:

Konfiguration



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

Methode



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

Arbeitsplatz



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

Datenbank



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

1.3 Darstellungskonventionen

In der vorliegenden Dokumentation können folgende Symbole und Formattierungen vorkommen:

(5-12)	Querverweis auf Abbildungslegende Die 1. Zahl entspricht der Abbildungsnummer, die 2. dem Geräteelement in der Abbildung.
1	Anweisungsschritt Schritte nacheinander ausführen.
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.
	WARNUNG Warnung vor optischer Strahlung
	VORSICHT Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Beschädigung von Geräten oder Geräteteilen hin.
	HINWEIS Dieses Zeichen markiert zusätzliche Informationen und Ratschläge.

2 Vorbereitungen

2.1 Ausrüstung

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

Geräte

- 894 Professional CVS/884 Professional VA
In diesem Tutorial wird die Verwendung des 894 Professional CVS beschrieben. Analog dazu können die Versuche auch mit dem 884 Professional VA durchgeführt werden. In diesem Fall anstelle des Geräts **894_1** das Gerät **884_1** verwenden.
- 858 Professional Sample Processor
- 807 Dosing Unit (drei mit 2 mL und eine mit 50 mL Glaszylinder)
- 800 Dosino
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 50 mL zum Dosieren von VMS
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Suppressor-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Brightener-Konzentrat
 - 800 Dosino und 807 Dosing Unit mit Zylindergrösse 2 mL zum Dosieren von Standardlösung oder Probe
- 843 Pump Station

Elektroden

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

Reagenzien

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

Zubehör

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

2.2 Lösungen herstellen

VMS

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

- 2  **WARNUNG**



Lösung wird heiss!

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

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

Suppressor-Standardlösung

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

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

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

3 Konfiguration

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

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

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

3.1 Software starten



HINWEIS

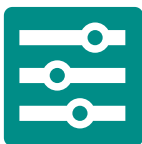
Geräte werden automatisch erkannt und können von **viva** überwacht werden.

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

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

- 3** Das Symbol **[Konfiguration]** anklicken.

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



Geräte

Anzeige der automatisch erkannten Geräte.

Dosiereinheiten

Anzeige der automatisch erkannten Dosiereinheiten.

Lösungen

Anzeige der Daten der definierten Lösungen.

Sensoren/Elektroden

Anzeige der Daten für alle definierten Sensoren und Elektroden.

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

4 Manuelle Bestimmung

Eine manuelle Bestimmung wird mit folgendem Gerät durchgeführt:

- 894 Professional CVS

4.1 Konfiguration

4.1.1 Gerät konfigurieren

894 Professional CVS

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

1 Gerät anschliessen

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

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

Die folgende Meldung erscheint:

009-108 Gerät speichern – Das neue Gerät '894 Professional CVS' mit Seriennummer 'Seriennummer' wurde erkannt. – Soll es in der Gerätetabelle gespeichert werden?

2 Gerät in Tabelle speichern

Die Meldung mit **[Ja]** bestätigen.

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

3 Gerätenamen eingeben (optional)

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

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

**HINWEIS**

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

4.1.2 Elektroden konfigurieren

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

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

Sensoren/Elektroden					
	Sensorname ▲	Sensortyp	Gerätename	Inbetriebnahme	Verfallsdatum
▶ 1	Auxiliary electrode	Hilfselektrode		2023-08-09	
2	MME	MME		2023-08-09	
3	RDE	RDE/SSE		2023-08-09	
4	Reference electr...	Referenzelektrode		2023-08-09	
5	scTRACE Gold	scTRACE Gold		2023-08-09	
6	Temperature sen...	Temperatursensor		2023-08-09	

Bearbeiten ▼

4.2 Methoden für manuelle Bestimmung

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die zum Aufnehmen und Auswerten von Messkurven 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 Messkurven
- Resultatdefinitionen

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

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

4.2.1 Pt-Arbeits Elektrode konditionieren

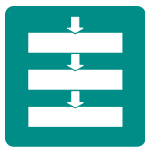
Die Pt-Arbeits Elektrode muss vor der Analyse konditioniert werden. Bei regelmässigem Gebrauch muss eine Konditionierung mindestens täglich durchgeführt werden.

4.2.1.1 Methode erstellen

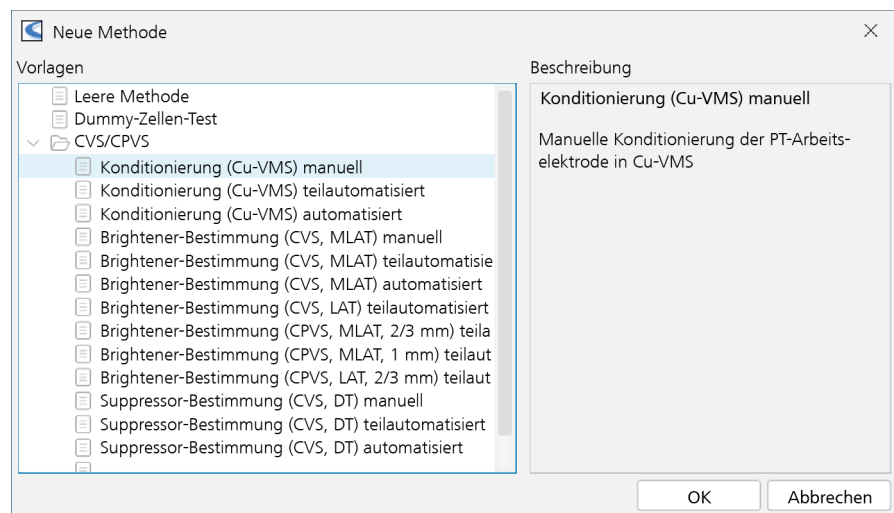
viva enthält Methodenvorlagen, die alle erforderlichen Befehle enthalten, um eine Bestimmung durchzuführen. Diese Methodenvorlagen können individuell angepasst werden. Sie können z. B. Parameter ändern, eine andere Datenbank zum Speichern von Bestimmungen wählen oder zusätzliche Befehle hinzufügen.

Metrohm empfiehlt, mit einer Methodenvorlage zu arbeiten oder eine Beispielmethode zu importieren. So wird sichergestellt, dass alle benötigten Befehle vorhanden sind und dass die Struktur der Methode korrekt ist.

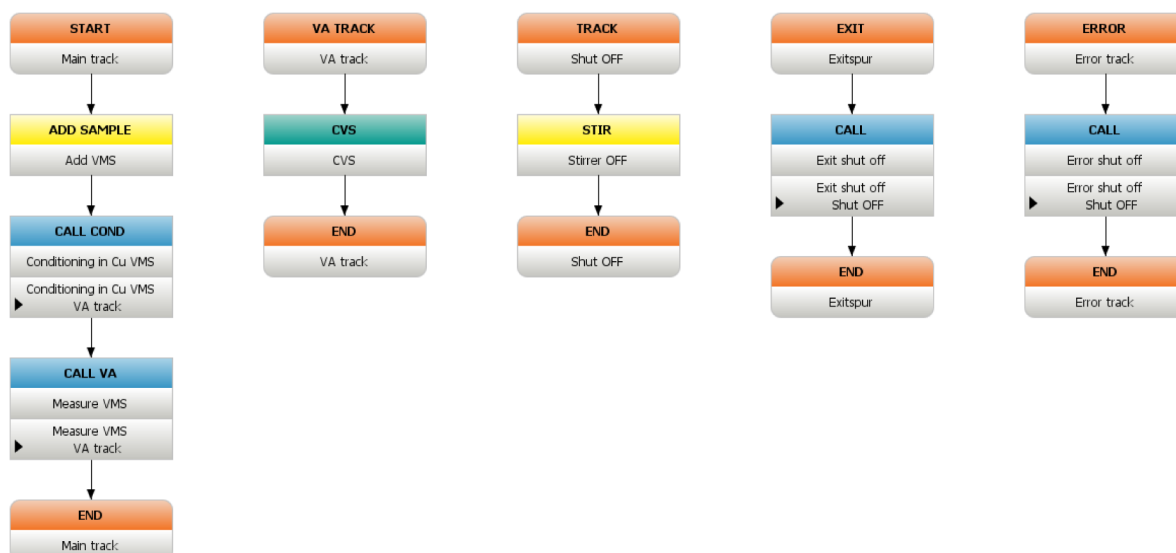
Methodenvorlage laden



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



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



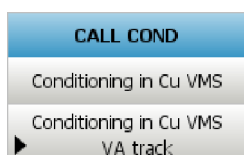
Bedeutung der einzelnen Befehle

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

Main track

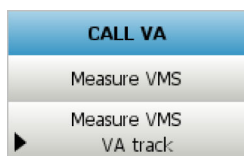


In dieser Methode wird die VMS mit dem Befehl **ADD SAMPLE** zugegeben. Normalerweise wird dieser Befehl verwendet, um eine Probe zur Resultatberechnung zuzugeben. In diesem Beispiel wird der Befehl **ADD SAMPLE** verwendet, damit die Messkurve in blauer Farbe dargestellt wird (Standardfarbe für Messkurven von Proben). Das verwendete Volumen ist die Probenmenge, die im Arbeitsplatz oder in der Methode unter **Proben-datenvariablen** definiert wird (siehe "Befehlsparameter definieren", Seite 12).



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

Messkurven, die mit dem Befehl **CALL COND** erzeugt wurden, können später nicht ausgewertet werden.



Mit dem Befehl **CALL VA** wird die VA-Spur erneut aufgerufen.

Messkurven, die mit dem Befehl **CALL VA** erzeugt wurden, können ausgewertet werden. Damit können beispielsweise die Peakfläche oder Messsignale an bestimmten Punkten ausgegeben werden.

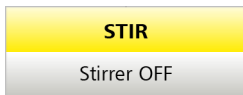
VA track



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

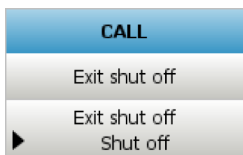
Der Befehl **CVS** ist in eine separate VA-Spur ausgelagert, um sicherzustellen, dass bei jedem erneuten Aufruf mit denselben voltammetrischen Parametern gemessen wird.

Normalspur Shut off



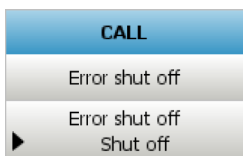
Mit dem Befehl **STIR** kann der Rührer eingeschaltet und ausgeschaltet werden. In dieser Methode wird der Befehl dazu verwendet, den Rührer am Ende der Methode oder in einem Fehlerfall auszuschalten.

Exit track



Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.

Error track

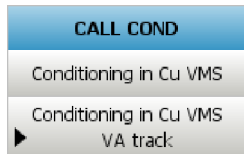


Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.

Befehlsparameter definieren

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

- 1 Auf Befehl **START** doppelklicken.
Das Dialogfenster **START - Main track** wird geöffnet.
- 2 Zur Registerkarte **Probendatenvariablen** navigieren.
In der Tabelle auf den Eintrag **Probenmenge** doppelklicken.
Das Dialogfenster **Probendatenvariable - Probenmenge** wird geöffnet.
- 3 Neben dem Kontrollkästchen **Fixwert** das Volumen definieren, das für die Konditionierung verwendet werden soll.
- 4 Mit **[OK]** das Dialogfenster schliessen.



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

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

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



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



CVS - CVS

Befehlsname

☒ Allgemein/Hardware
 ☐ Vorbehandlung
 ☐ Sweep
 ☐ Nachbehandlung
 ☐ Potentiostat

Gerät

Gerätename

Gerätetyp

Sensoren/Elektroden

Arbeitselektrode

Sensortyp

Referenzelektrode

Hilfselektrode

☒ Elektrodencheck

Rührer

Rührgeschwindigkeit min⁻¹

☒ Hydrodynamische Messung

OK Abbrechen

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

CVS - CVS

Befehlsname: CVS

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

Startspannung	1.625	V
Umkehrspannung 1	-0.250	V
Umkehrspannung 2	1.625	V
Spannungsschritt	0.006	V
Spannungsschrittzeit	0.060	s
Sweep-Rate	0.100	V/s
Vorbereitungszyklen	1	
Messzyklen	2	
Sweep-Dauer	113.76	s

OK Abbrechen

9 Die applikationsspezifischen Parameter aus der Applikationsdokumentation eintragen.

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

Methodentest

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

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

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

Methode speichern

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

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

2 Im Feld **Methodenname** einen Methodennamen eingeben, z. B. **Konditionierung (Cu-VMS) manuell**.

3 **[Speichern]** anklicken.

4.2.1.2 Konditionierung durchführen

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

Pt-Arbeitselektrode konditionieren



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

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

► *Start*

- 3** Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.

- 4 **[Start]** drücken.

Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint:

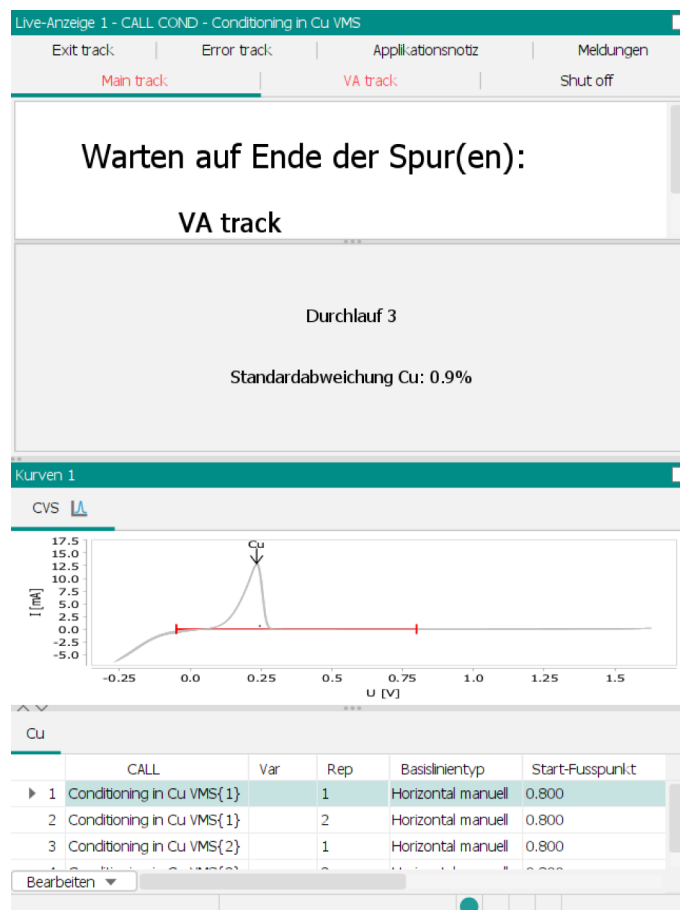
045-128 Probe zugeben – Geben Sie 30.000 mL Probe ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

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

- 6 [Weiter]** anklicken.

Die Konditionierung startet.

Im Unterfenster **Live-Anzeige** auf der Registerkarte **Main track** wird die Anzahl Durchläufe und der aktuelle Wert der Standardabweichung angezeigt. Das Unterfenster **Kurve** zeigt die gemessenen Kurven und die dazugehörigen Tabellen.



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

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

Die erste Berechnung erfolgt nach dem Ende des zweiten Durchlaufs.

Die Anzahl von Vorbereitungszyklen und Messzyklen wird auf der Registerkarte **Sweep** definiert (siehe "Befehlsparameter definieren", Seite 12).

4.2.2 Suppressor-Konzentration bestimmen

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

Die Methode zur manuellen Bestimmung der Suppressor-Konzentration beinhaltet:

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

4.2.2.1 Methode erstellen

Methodenvorlage laden



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

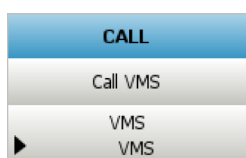
Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Bedeutung der einzelnen Befehle

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

Main track

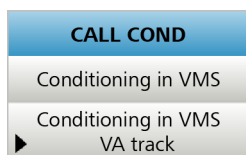


Ruft die Spur **VMS** auf.

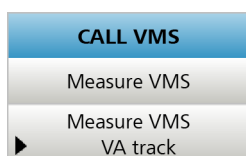
Normalspur VMS



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

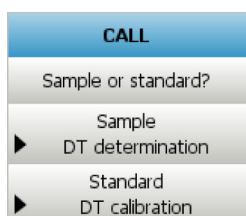


Ruft die VA-Spur auf. Sie wird so lange ausgeführt, bis eines der definierten Stoppkriterien erfüllt ist. Dieser Befehl wird zum Konditionieren der Arbeitselektroden in der VMS verwendet.



Ruft die VA-Spur erneut auf.

Die in der aufgerufenen VA-Spur aufgenommenen Daten werden für die Berechnung des VMS-Wertes zur Normierung der Kalibrierkurven in der Kalibriermethode DT (Dilution Titration) verwendet.



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

VA track



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

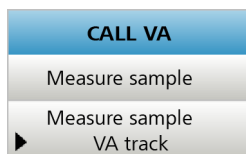
Normalspur DT determination



Nach Aufruf der Spur **DT determination** durch den Befehl **CALL - Sample or standard?** erscheint nach jedem Messzyklus die Aufforderung **Probe zuzugeben**, bis die im Befehl definierten Stoppkriterien erfüllt sind.

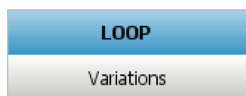


In diesem Befehl ist die Zugabe von Probe definiert (Anzahl und Grösse des Volumeninkrements).



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

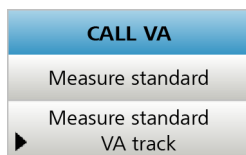
Normalspur DT calibration



Nach Aufruf der Spur **DT calibration** durch den Befehl **CALL - Sample or standard?** erscheint nach jedem Messzyklus die Aufforderung **Standard zuzugeben**, bis die im Befehl definierten Stoppkriterien erfüllt sind.

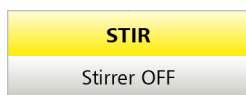


In diesem Befehl ist die Zugabe der Standardlösung definiert (Anzahl und Grösse des Volumeninkrements).



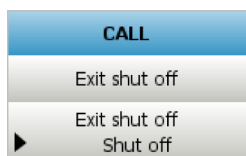
Ruft die VA-Spur auf, in der die CVS-Messungen nach der manuellen Zugabe von Suppressor-Standardlösung durchgeführt werden.

Normalspur Shut off



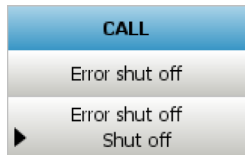
Mit dem Befehl **STIR** kann der Rührer eingeschaltet und ausgeschaltet werden. In dieser Methode wird der Befehl dazu verwendet, den Rührer am Ende der Methode oder in einem Fehlerfall auszuschalten.

Exit track



Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.

Error track



Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.

4.2.2.2 Auswertung definieren

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

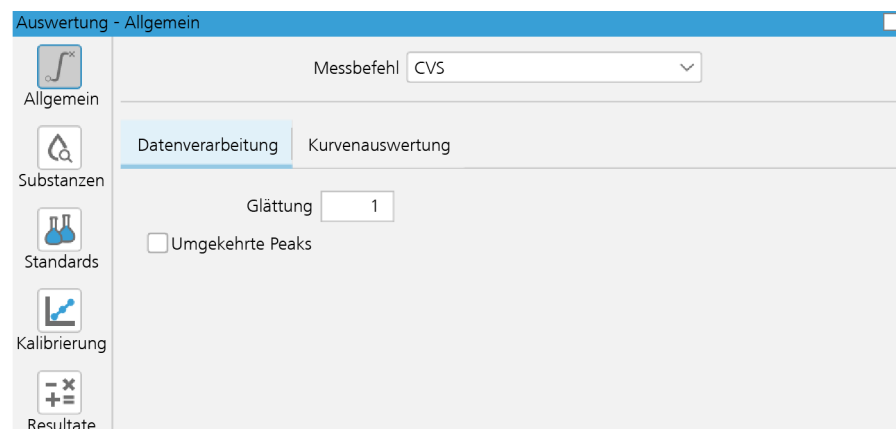
In den Methodenvorlagen sind alle relevanten Auswerteparameter vordefiniert. Die Auswerteparameter können individuell definiert werden, und die angepasste Methodenvorlage kann anschliessend neu gespeichert werden.

Allgemein

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



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



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

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

Substanzen

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

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

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



1 Die Schaltfläche **Substanzen** anklicken.

Auswertung - Substanzen

Messbefehl: CVS

Anerkennung Basislinien

	Substanz	Aktiv	Kennspannu	Toleranz	Min. Breite	Max. Breite	Min. Messg	Sweeprichtu
▶ 1	Suppressor	☒	0.2	0.2	0.01	1	200 pA	anodisch
	*							

Bearbeiten ▾

Standards

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



HINWEIS

Die beschriebene Prozedur funktioniert nur, falls keine Standardlösung definiert wurde oder falls der Name der Standardlösung im Befehl **ADD STANDARD DT** geändert wurde.



1 Die Schaltfläche **Standards** anklicken.

Auswertung - Standards

Standards

	Substanz	*
▶ 1	Suppressor	

Bearbeiten ▾

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

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

Auswertung - Standards

- Allgemein
- Substanzen
- Standards
- Kalibrierung
- Resultate

	Substanz	Std or sample	*
▶ 1	Suppressor	1.0 mL/L	

Bearbeiten ▼

Kalibrierung

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



- 1** Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.

Auswertung - Kalibrierung



Allgemein



Substanzen



Standards



Kalibrierung



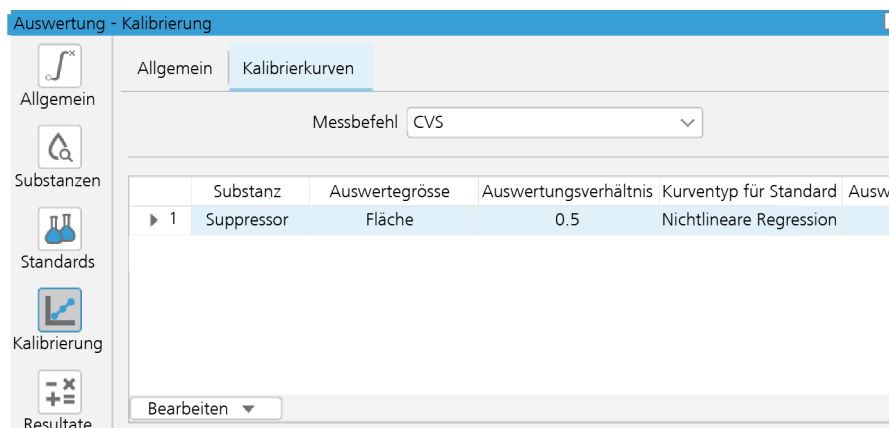
Resultate

Allgemein

Kalibrierkurven

Kalibriermethode

DT



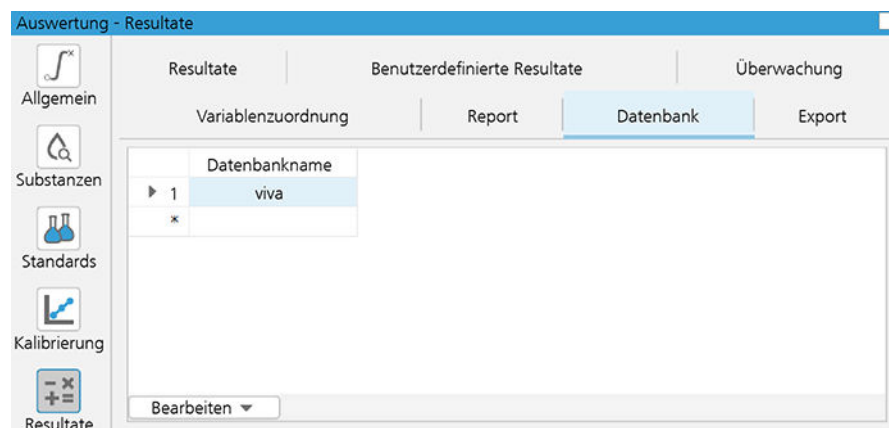
Resultate

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

– x
+ =

1 Datenbank auswählen

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



2 Report definieren (optional)

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

- Im Auswahlfeld **Reportvorlage** eine Reportvorlage auswählen, mit der ein Report gedruckt werden soll.
- **[OK]** anklicken.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

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

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

4.2.2.3 Bestimmung durchführen

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

Kalibrierkurve aufnehmen



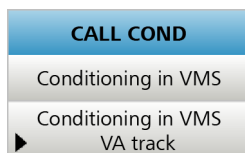
- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.
- 4 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Standard** wählen.
- 5 **[Start]** drücken.



- Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint:
045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 100.000 mL der Lösung 'VMS' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

6 Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

7 Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



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



HINWEIS

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

8 Es wird nun das VMS-Signal gemessen.

9 Die Aufforderung für die Zugabe der Lösung **Standard or sample** erscheint.

045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 0.010 mL der Lösung 'Std oder Probe' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

10

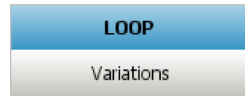


HINWEIS

Nach dem Konditionieren alle Lösungen über die Pipettieröffnung in das Messgefäß geben, damit die Elektroden während der Messung nicht dem Luftsauerstoff ausgesetzt sind.

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

- 11** Der Schritt **10** wird so lange wiederholt, bis eines der Stoppkriterien erreicht ist. Die Stoppkriterien sind im folgenden Befehl definiert:



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

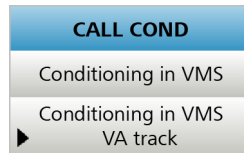
Suppressor-Konzentration bestimmen



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.
- 4 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.



- 5 [Start]** drücken.
Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint.
045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 100.000 mL der Lösung 'VMS' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.
- 6** Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.
- 7** Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



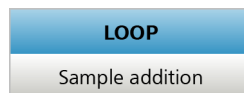
Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



HINWEIS

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

- 8** Es wird nun das VMS-Signal gemessen.
- 9** Die Aufforderung für die Zugabe der Probe erscheint:
045-128 Probe zugeben – Geben Sie 0.010 mL Probe ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.
- 10** Das der Meldung entsprechende Volumen Probe durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.
- 11** Der Schritt **10** wird so lange wiederholt, bis eines der Stoppkriterien erreicht ist. Die Stoppkriterien sind im folgenden Befehl definiert:



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

4.2.3 Brightener-Konzentration bestimmen

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

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

Die Methode zur manuellen Bestimmung der Brightener-Konzentration beinhaltet:

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

Daraus kann mittels einer linearen Regression eine Kalibrierkurve berechnet werden.

4.2.3.1 Methode erstellen

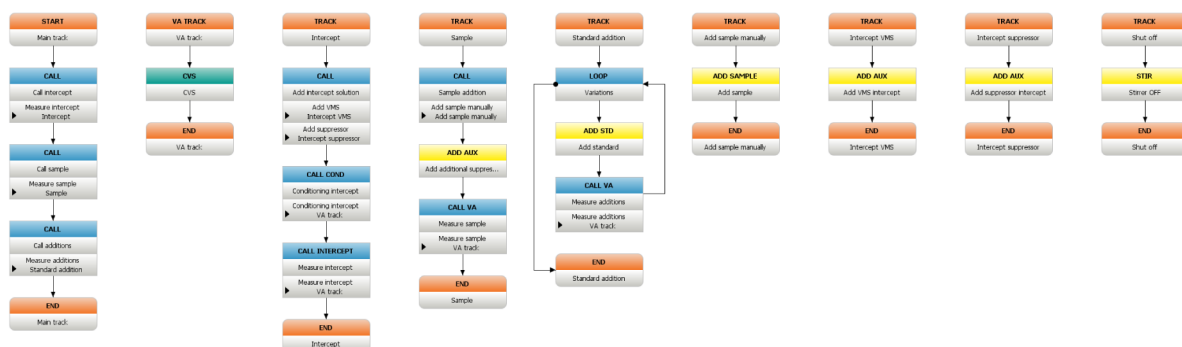
Methodenvorlage laden



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.

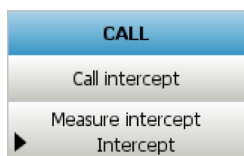
Zusätzlich zu den im Bild gezeigten Spuren enthält die Methode eine Exitspur und eine Fehlerspur.



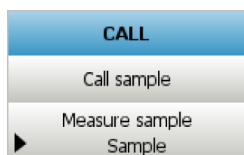
Bedeutung der einzelnen Befehle

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

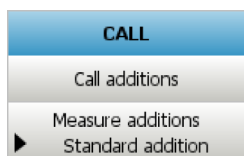
Main track



Ruft die Spur **Intercept** auf.



Ruft die Spur **Sample** auf.



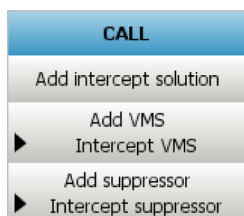
Ruft die Spur **Standard addition** auf, in der die Zugabe von Brightener-Standardlösung definiert ist.

VA track

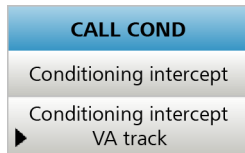


(siehe "VA track", Seite 11).

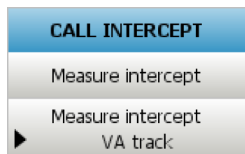
Normalspur Intercept



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

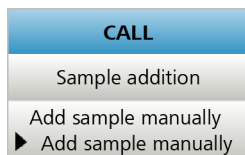


Mit dem Befehl **CALL COND** wird die **VA-Spur** aufgerufen. Sie wird so lange ausgeführt, bis eines der definierten Stoppkriterien erfüllt ist. Dieser Befehl wird zum Konditionieren von Elektroden in der Intercept-Lösung verwendet.



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

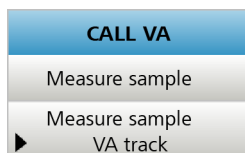
Normalspur Sample



Ruft die Spur **Add sample manually** auf.

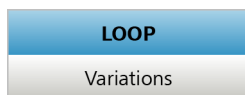


Befehl für die Zugabe von Suppressor-Konzentrat zur Intercept-Lösung + Probe. Suppressor-Konzentrat wird nochmals zugegeben, damit der Q_0 -Wert nicht erhöht wird.



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

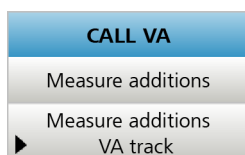
Normalspur Standard
addition



Nach Aufruf der Spur **Standard addition** durch den Befehl **Call additions** erscheint vor jedem Messzyklus die Aufforderung Brightener-Standardlösung zuzugeben, bis das im Befehl definierte Stoppkriterium erfüllt ist.



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



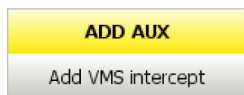
Ruft die VA-Spur auf, in der die CVS-Messungen nach der Zugabe von Brightener-Standardlösung durchgeführt werden, um die Ladung Q von Standardaddition 1 und die Ladung Q von Standardaddition 2 messen.

Normalspur Add
sample manually



Befehl zum manuellen Dosieren von Probe.

Normalspur Intercept VMS



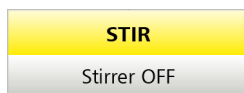
Befehl zum manuellen Dosieren von VMS der Intercept-Lösung.

Normalspur Intercept Suppressor



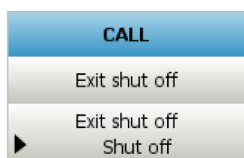
Befehl zum manuellen Dosieren von Suppressor-Konzentrat der Intercept-Lösung.

Normalspur Shut off



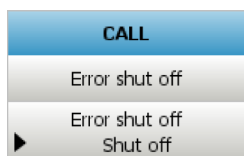
Mit dem Befehl **STIR** kann der Rührer eingeschaltet und ausgeschaltet werden. In dieser Methode wird der Befehl dazu verwendet, den Rührer am Ende der Methode oder in einem Fehlerfall auszuschalten.

Exit track



Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.

Error track



Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.

4.2.3.2 Auswertung definieren

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

Substanzen

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



- 1 Die Schaltfläche **Substanzen** anklicken.
- 2 Über das Menü **Bearbeiten ► Eigenschaften...** das Dialogfenster **Substanzen - Anerkennung** öffnen.

- 3 Im Feld **Kennspannung** den applikationsspezifischen Wert eintragen.

Substanzen - Anerkennung

Messbefehl CVS

Substanz Brightener

☒ Aktiv

Kennspannung 0.1 V

Toleranz 0.2 V

Min. Breite 0.01 V

Max. Breite 1 V

Min. Messgröße 200 pA

Sweeprichtung anodisch

OK Schliessen

Kalibrierung

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



- 1 Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.

Auswertung - Kalibrierung

Allgemein Kalibrierkurven

Kalibriermethode MLAT

Allgemein

Substanzen

Standards

Kalibrierung

Resultate

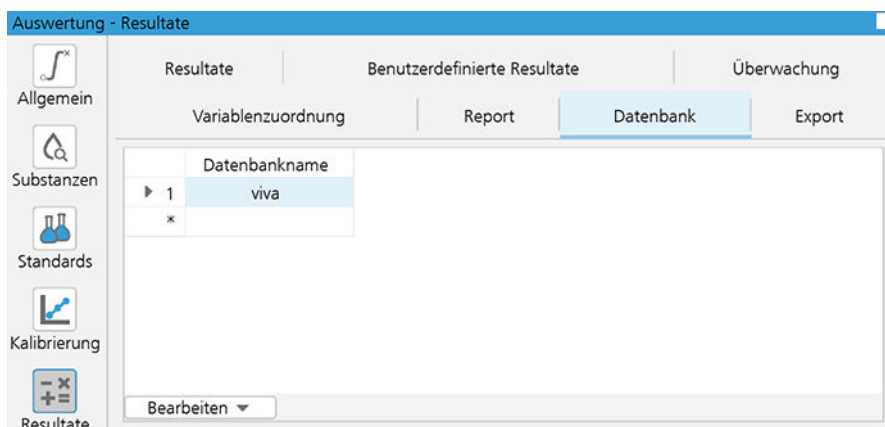
Resultate

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



- 1 **Datenbank auswählen**
 - Die Schaltfläche **Resultate** anklicken.

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



2 Report definieren (optional)

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

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

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

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

4.2.3.3 Bestimmung durchführen

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

Brightener-Bestimmung durchführen



- 1 Das Symbol des Programmtteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.
- 4 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.
- 5 Im Feld **Probenmenge** den applikationsspezifischen Wert für die Probenmenge eingeben.

► *Start*

- 6** **[Start]** drücken.

Die Aufforderung für die Zugabe von VMS erscheint:

045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 30.000 mL der Lösung 'VMS' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

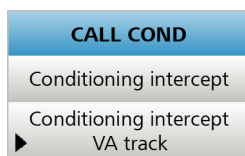
- 7** Das in der Meldung angezeigte Volumen VMS in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Die Aufforderung für die Zugabe von Suppressor-Konzentrat erscheint:

045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 1.200 mL der Lösung 'Suppressor-Konzentrat' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

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

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



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

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

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

045-128 Probe zugeben – Geben Sie 10.000 mL Probe ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

- 11**



HINWEIS

Nach dem Konditionieren alle Lösungen über die Pipettieröffnung in das Messgefäß geben, damit die Elektroden während der Messung nicht dem Luftsauerstoff ausgesetzt sind.

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

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

045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 0.200 mL der Lösung 'Suppressor-Konzentrat' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

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

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

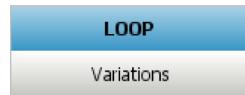
045-126 Lösung zugeben – Geben Sie 0.015 mL der Lösung 'Brightener-Konzentrat' ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.

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

Das Zugabevolumen ist im folgenden Befehl definiert:



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



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

5 Teilautomatisierte Bestimmung

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

Für eine teilautomatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

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



5.1 Konfiguration

5.1.1 Gerät konfigurieren

894 Professional CVS

(siehe Kapitel 4.1.1, Seite 8).

5.1.2 Elektroden konfigurieren

(siehe Kapitel 4.1.2, Seite 9).

5.1.3 Dosiereinheiten konfigurieren

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



HINWEIS

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

800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen

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

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

Die folgende Meldung wird angezeigt:

009-009 Andere Geräte am MSB – Am MSB1 von Gerät '894_1' wurden Peripheriegeräte angeschlossen oder entfernt. – Wählen Sie das Gerät in der Gerätetabelle im Programmteil 'Konfiguration' aus und initialisieren es mit dem kontextsensitiven Menüpunkt 'Initialisieren'.

- 2** Mit **OK** bestätigen.

Gehen Sie wie folgt vor:

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

Die folgende Meldung wird angezeigt, falls Sie eine fabrikneue Dosiereinheit angeschlossen haben:

010-116 Neue Dosiereinheit – Es wurde eine neue Dosiereinheit erkannt. – Sie müssen die Dosiereinheit zuerst unter 'Konfiguration - Dosiereinheiten' konfigurieren, bevor Sie diese verwenden.

Oder:

Die folgende Meldung wird angezeigt, falls Sie eine bereits früher konfigurierte Dosiereinheit angeschlossen haben:

010-130 Neue Dosiereinheit – Es wurde eine neue Dosiereinheit erkannt. – Soll die Dosiereinheit in der Tabelle der Dosiereinheiten gespeichert werden?

- 3 OK** anklicken, wenn Sie mit der fabrikneuen Dosiereinheit arbeiten.
Das folgende Dialogfenster wird angezeigt:

Dosiereinheit - 50 mL VMS

✕

Dosiereinheit

GLP

Hardware

Name

50 mL VMS

Kommentar

Gerätename / Dosierer

Bestellnummer

6.3032.250

Seriennummer

10860160

Zylindervolumen

50

mL

Zylinder-Seriennummer

1170

Parameter für Vorbereiten

Dosierport Vorbereiten/Leeren

Dosierport 1

Dosierrate Dosierport 1

maximal

mL/min

Dosierrate Dosierport 2

maximal

mL/min

Dosierrate Füllport

maximal

mL/min

Dosierrate Spezialport

maximal

mL/min

Schlauchparameter

	Port	Länge	Durchmesser
Dosierport 1	Port 1	138.0 cm	2.0 mm
Dosierport 2	Port 3	0.0 cm	2.0 mm
Füllport	Port 2	25.0 cm	2.0 mm
Spezialport	Port 4	0.0 cm	2.0 mm

Hahnscheibe

Drehrichtung

automatisch

Nicht über

Port 4

OK

Abbrechen

- 4 Im Feld **Name** den Namen **50 mL VMS** eintragen.
- 5 Im Feld **Dosierrate Dosierport 1** den Wert **maximal** wählen.
- 6 Im Bereich **Schlauchparameter** Länge und Durchmesser der tatsächlich angeschlossenen Schläuche und Kapillaren eintragen (siehe *Handbuch 894 Professional CVS*).
- 7 **OK** anklicken.

Die Dosiereinheit wird automatisch im Unterfenster **Dosiereinheiten** des Programnteils **Konfiguration** angezeigt.
- 8 Die anderen Dosiereinheiten mit den 2 mL Zylindern wie folgt anschließen und benennen:

Name Dosiereinheit	Dosierrate Dosierport 1
2 mL Brightener	2.0 mL/min
2 mL Suppressor	2.0 mL/min
2 mL Standard or sample	2.0 mL/min

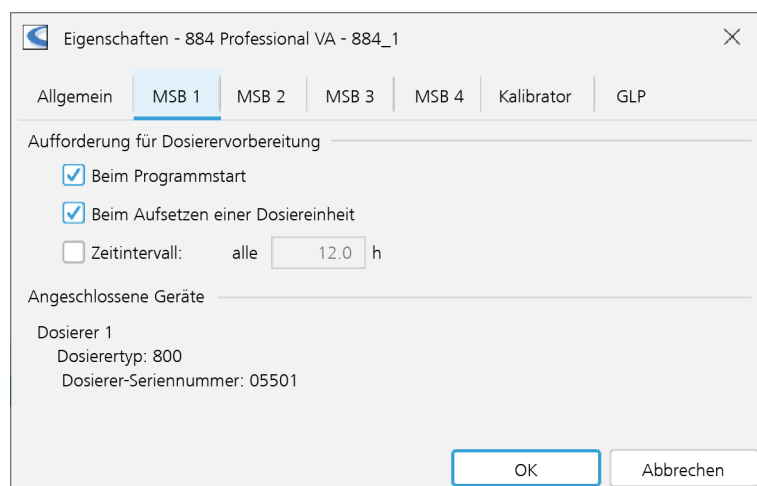
Dosiereinheit vorbereiten

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

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

Das Dialogfenster **Eigenschaften - 894 Professional CVS - 894_1** wird geöffnet.

- 2 Auf den Registerkarten **MSB 1 bis MSB 4**, im Bereich **Aufforderung für Dosierervorbereitung**, die Standardeinstellungen übernehmen.



5.1.4 Lösungen definieren

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

- 1 Über das Menü **Bearbeiten ► Neu...** das Dialogfenster **Lösung** öffnen.

2 Die Registerkarte **Lösung** bearbeiten.

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

Lösung -

×

Lösung

GLP

Lösungsname

VM5

Lösungstyp

Hilfslösung

▼

Dosiereinheit

50 mL VMS

▼

Kommentar

Hersteller

Herstellungsdatum

2023-08-15

▼

☐ Lösung überwachen

Nutzungsdauer

999

Tage

Verfallsdatum

2026-05-10

▼

Meldung

☐ Meldung per E-Mail

E-Mail...

☐ Akustisches Signal

AKtion

☐ Meldung dokumentieren

☒ Meldung anzeigen

☐ Bestimmung abbrechen

OK

Abbrechen

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

3 Analog die drei anderen Lösungen anlegen:

Lösungsname	Dosiereinheit	Lösungstyp
Brightener concentrate	2 mL Brightener	Standardlösung
Suppressor concentrate	2 mL Suppressor	Hilfslösung
Standard or sample	2 mL Standard or sample	Standardlösung

4 Registerkarte GLP bearbeiten (optional)

- Die Registerkarte **GLP** wählen.
- Im Feld **Datum GLP-Test** die Schaltfläche  anklicken und das Datum des letzten GLP-Tests auswählen.
- Das Kontrollkästchen **GLP-Gültigkeit überwachen** aktivieren.

- Im Feld **Intervall GLP-Test** einen Wert eintragen.
Beim Klicken auf die Schaltfläche  wird das Datum automatisch in das Feld **Verfallsdatum** eingetragen.
- Im Bereich **Meldung** das Kontrollkästchen **Akustisches Signal** aktivieren.
- Im Bereich **Aktion** die Option **Meldung anzeigen** aktivieren.
- **[OK]** anklicken und das Dialogfenster **Lösung** schliessen.

5.2 Methoden für teilautomatisierte Bestimmung

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die zum Aufnehmen und Auswerten von Messkurven 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 Messkurven
- Resultatdefinitionen

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

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

5.2.1 Pt-Arbeitselektrode konditionieren

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

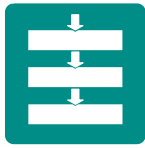
5.2.1.1 Methode erstellen

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

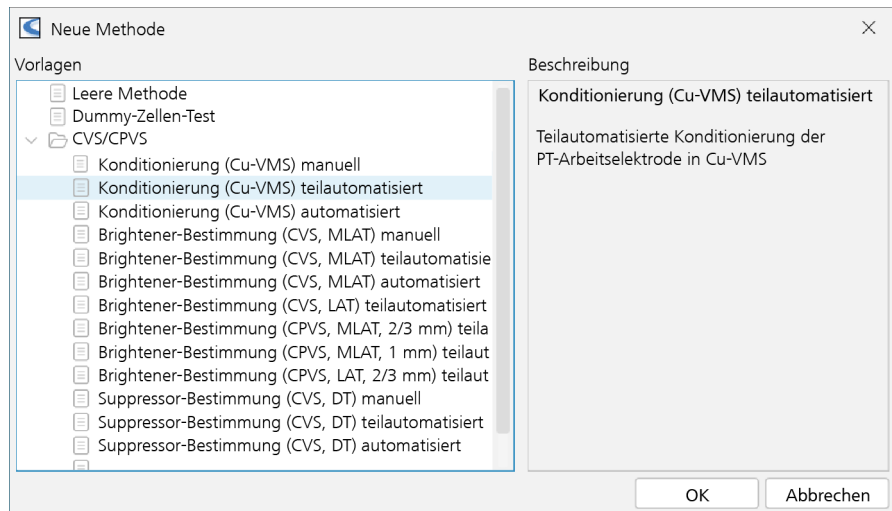
Metrohm empfiehlt, mit einer Methodenvorlage zu arbeiten oder eine Beispielmethode zu importieren. So wird sichergestellt, dass alle benötigten Befehle vorhanden sind und dass die Struktur der Methode korrekt ist.



Methodenvorlage laden

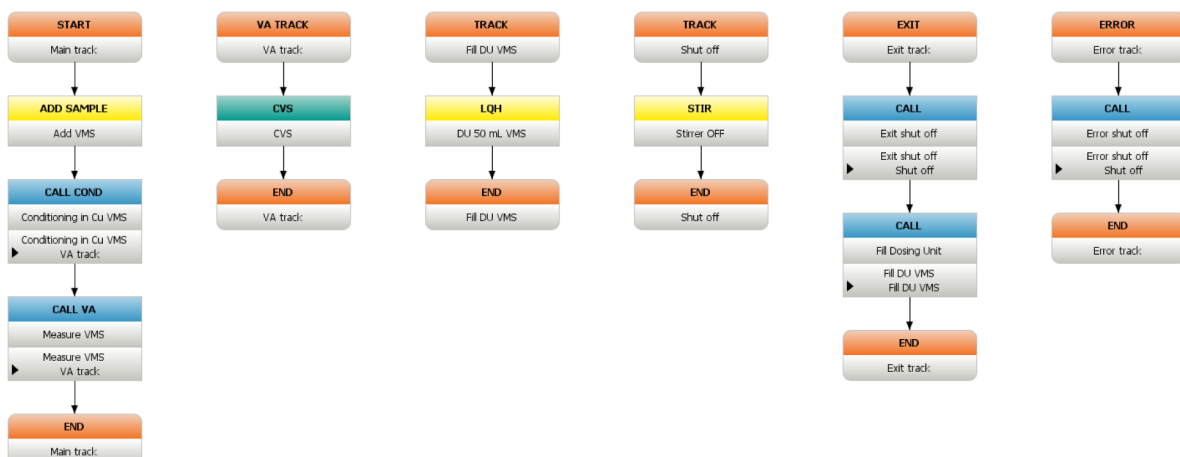


- 1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
- 2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



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

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

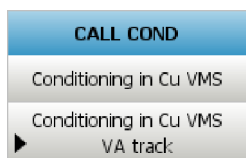
Bedeutung der einzelnen Befehle

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

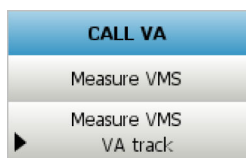
Main track



In dieser Methode wird die VMS mit dem Befehl **ADD SAMPLE** mit der Dosiereinheit **50 mL VMS** zugegeben. Normalerweise wird dieser Befehl verwendet, um eine Probe zur Resultatberechnung zuzugeben. In diesem Beispiel wird der Befehl **ADD SAMPLE** verwendet, damit die Messkurve in blauer Farbe dargestellt wird (Standardfarbe für Messkurven von Proben). Das verwendete Volumen ist die Probenmenge, die im Arbeitsplatz oder in der Methode unter **Probendatenvariablen** definiert wird (siehe "Befehlsparameter definieren", Seite 12).



(siehe Seite 11).



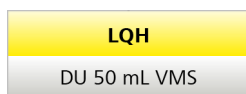
(siehe Seite 11).

VA track



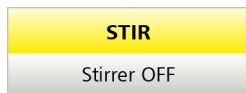
(siehe Seite 12).

Normalspur Fill DU VMS



Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit, sobald die Bestimmung beendet ist.

Normalspur Shut off



Mit dem Befehl **STIR** kann der Rührer eingeschaltet und ausgeschaltet werden. In dieser Methode wird der Befehl dazu verwendet, den Rührer am Ende der Methode oder in einem Fehlerfall auszuschalten.

Exit track

Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.



CALL

Exit shut off

Exit shut off

▶ Shut off

Ruft die Spur **Shut off** auf.

- CALL
- Fill Dosing Unit
- Fill DU VMS
- Fill DU VMS

Ruft die Spur **Fill DU VMS** auf.

Error track

Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.

CALL

Error shut off

Error shut off

Shut off

Ruft die Spur **Shut off** auf.

Befehlsparameter definieren

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

LQH
DU 50 mL VMS

- 1** Auf Befehl **LQH** doppelklicken.

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

 LQH - DU 50 mL VMS ✕

Befehlsname

Allgemein/Hardware Parameter

Dosierer

Dosiereinheit

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

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

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

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** einen Methodennamen eingeben, z. B. **Konditionierung (Cu-VMS) teilautomatisiert**.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

5.2.1.2 Konditionierung durchführen

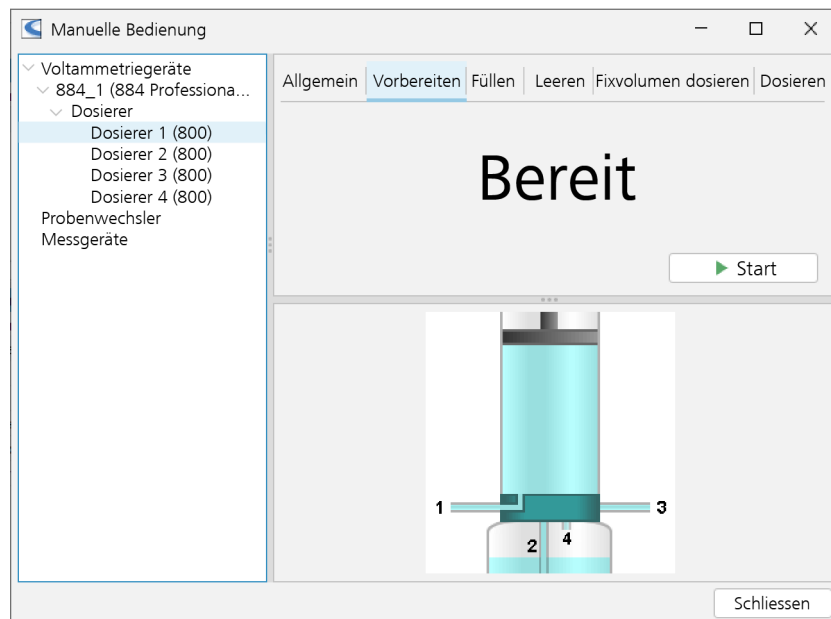
Dosiereinheit vorbereiten

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

Gehen Sie dazu wie folgt vor:

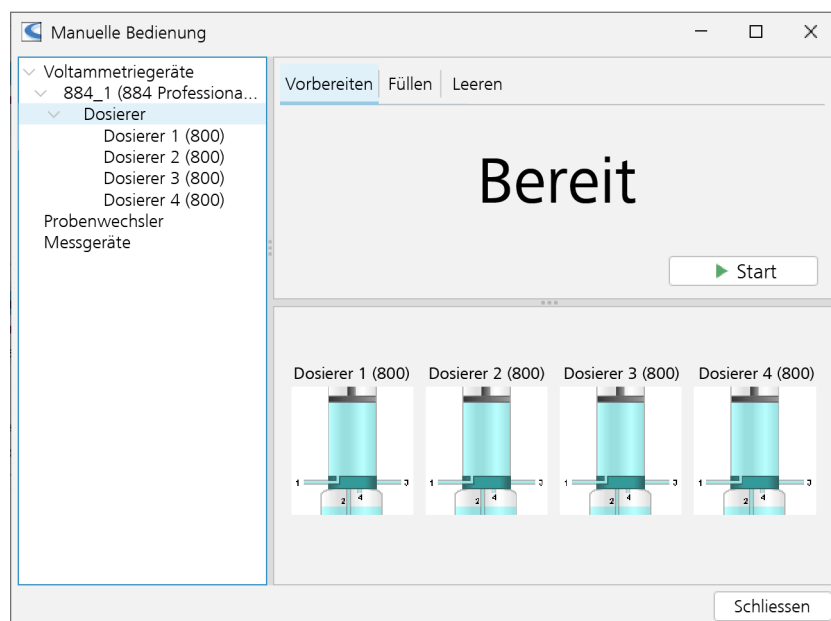


- 1 Das Symbol des Programmteils **Manuelle Bedienung** anklicken.
Das Dialogfenster **Manuelle Bedienung** wird geöffnet.
Im linken Teil des Fensters werden die angeschlossenen Geräte mit ihren Peripheriegeräten aufgelistet. Im rechten Teil des Fensters werden die Funktionen des ausgewählten Gerätes angezeigt, im folgenden Beispiel für Dosierer 1 (800), welcher der Dosiereinheit **50 mL VMS** entspricht.
- 2 **Dosierer 1 (800)** auswählen, um den gewählten Dosierer vorzubereiten.



oder

Dosierer auswählen, um alle angeschlossenen Dosierer vorzubereiten.



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

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

Pt-Arbeitselektrode konditionieren



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

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

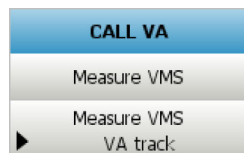
- 3 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.

► Start

- 4 **[Start]** drücken.

Das im Befehl **Add VMS** definierte VMS-Volumen wird von der Dosiereinheit **50 mL VMS** in das Messgefäß dosiert. Anschliessend wird die Pt-Arbeitselektrode konditioniert. Sobald das erste der beiden definierten Stoppkriterien (Standardabweichung < 0.5 % oder 20 Durchläufen) erreicht ist, wird die Konditionierung beendet.

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



Die Konditioniermethode ist beendet.

Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit deionisiertem Wasser spülen.

5.2.2 Suppressor-Konzentration bestimmen

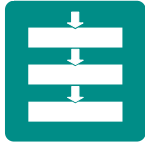
Die Suppressor-Konzentration wird mit der Kalibriermethode **DT** bestimmt.

Die Methode zur teilautomatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration beinhaltet:

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

5.2.2.1 Methode erstellen

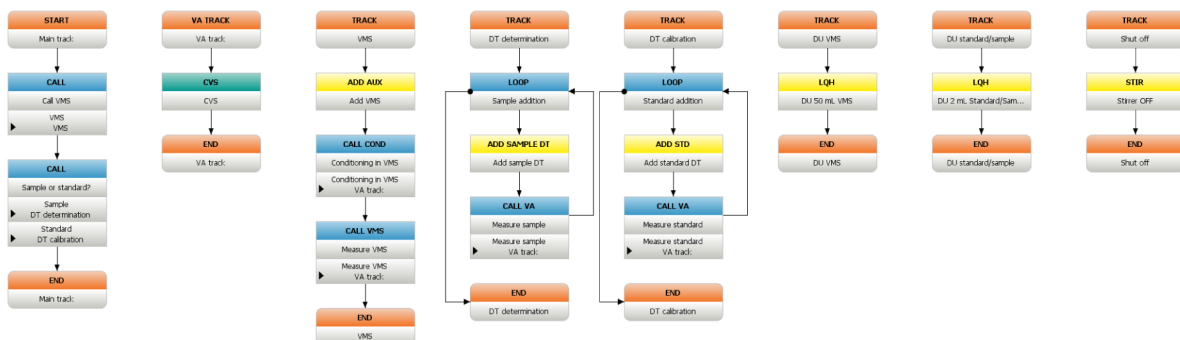
Methodenvorlage laden



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.

Zusätzlich zu den im Bild gezeigten Spuren enthält die Methode eine Exitspur und eine Fehlerspur.

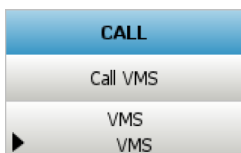


Bedeutung der einzelnen Befehle

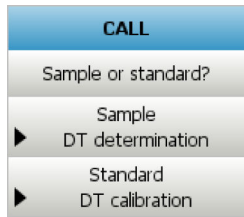
Der Methodenablauf der teilautomatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration entspricht bis auf die **ADD**-Befehle dem Ablauf der manuellen Bestimmung. In diesen Befehlen ist für den Parameter **Zugabe** die Option **Mit Dosierer zugeben** ausgewählt.

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

Main track



(siehe Seite 18).

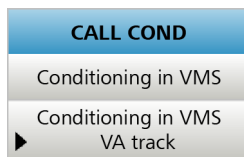


Abhängig vom ausgewählten Probentyp im Arbeitsplatz, **Probe** oder **Standard**, wird die Spur **DT determination** oder **DT calibration** aufgerufen.

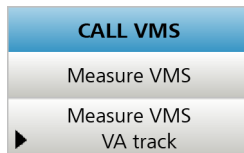
Normalspur VMS



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



(siehe Seite 11).



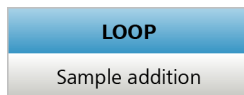
(siehe Seite 18).

VA track



(siehe Seite 12).

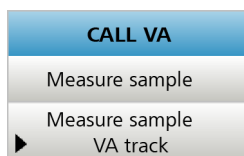
Normalspur DT determination



(siehe Seite 19).



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



(siehe Seite 19).

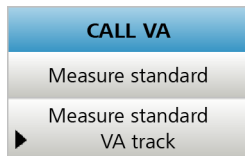
Normalspur DT calibration



(siehe Seite 19).

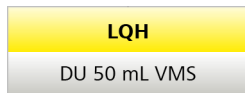


In diesem Befehl ist die automatisierte Zugabe von Standard mit Dosierer definiert.



(siehe Seite 19).

Normalspur Fill DU
VMS



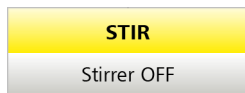
Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **50 mL VMS**, sobald die Bestimmung beendet ist.

Normalspur Fill DU
standard/sample



Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample**, sobald die Bestimmung beendet ist.

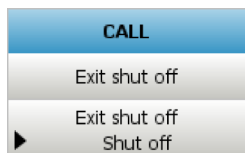
Normalspur Shut off



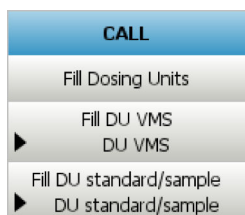
Mit dem Befehl **STIR** kann der Rührer eingeschaltet und ausgeschaltet werden. In dieser Methode wird der Befehl dazu verwendet, den Rührer am Ende der Methode oder in einem Fehlerfall auszuschalten.

Exitspur

Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.



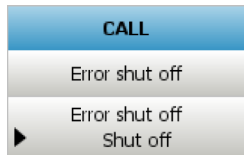
Ruft die Spur **Shut off** auf.



Ruft die Spuren **Fill DU VMS** und **Fill DU standard/sample** auf.

Error track

Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.



Ruft die Spur **Shut off** auf.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

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

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

5.2.2.2 Bestimmung durchführen

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

Kalibrierkurve aufnehmen

- 1 Die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample** mit Suppressor-Standardlösung vorbereiten und die Dosiereinheit **50 mL VMS** mit VMS vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 47).
- 2 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 3 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 4 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.
- 5 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Standard** wählen.

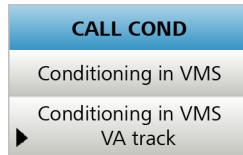


► *Start*

6 **[Start]** drücken.

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

7 Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



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



HINWEIS

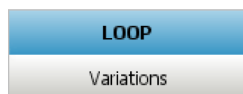
Ist die Messzelle noch von vorhergehenden Bestimmungen mit Suppressor verunreinigt, kann die definierte relative Standardabweichung von 0.5 % nicht erreicht werden. In diesem Fall müssen die Elektroden und das Messgefäß gründlich mit deionisiertem Wasser gespült werden.

8 Es wird nun das VMS-Signal gemessen.

9 Die automatische Standardaddition wird durchgeführt.

Das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Suppressor-Standardlösung wird durch die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample** automatisch in das Messgefäß dosiert.

10 Der Schritt **9** wird so lange wiederholt, bis eines der Stoppkriterien erreicht ist. Die Stoppkriterien sind im folgenden Befehl definiert:



11 Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.

12 Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.

- 13 Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit deionisiertem Wasser gut spülen.
- 14 Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

Suppressor-Konzentration bestimmen

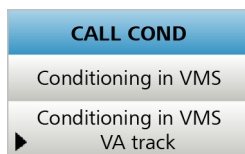
- 1 Die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample** mit Probe vorbereiten und die Dosiereinheit **50 mL VMS** bei Bedarf mit VMS vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 47).
- 2 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.



- 3 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 4 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.
- 5 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.

► Start

- 6 **[Start]** drücken.
Das im Befehl **ADD AUX** definierte Volumen VMS wird durch die Dosiereinheit **50 mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- 7 Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:

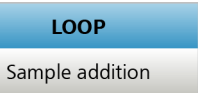


Sobald eines der in der Methode definierten Stoppkriterien erreicht ist, ist die Konditionierung beendet.



HINWEIS

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

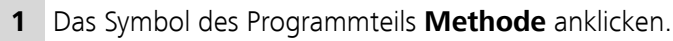
- 8 Es wird nun das VMS-Signal gemessen.
- 9 Die automatische Standardaddition wird durchgeführt.
Das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Probe wird durch die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- 10 Der Schritt 9 wird so lange wiederholt, bis eines der Stoppkriterien erreicht ist. Die Stoppkriterien sind im folgenden Befehl definiert:


The screenshot shows a software interface with two buttons. The top button is blue with the text 'LOOP' in white. The bottom button is grey with the text 'Sample addition' in black.
- 11 Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.
- 12 Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 13 Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit deionisiertem Wasser gut spülen.
- 14 Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

5.2.3 Brightener-Konzentration bestimmen

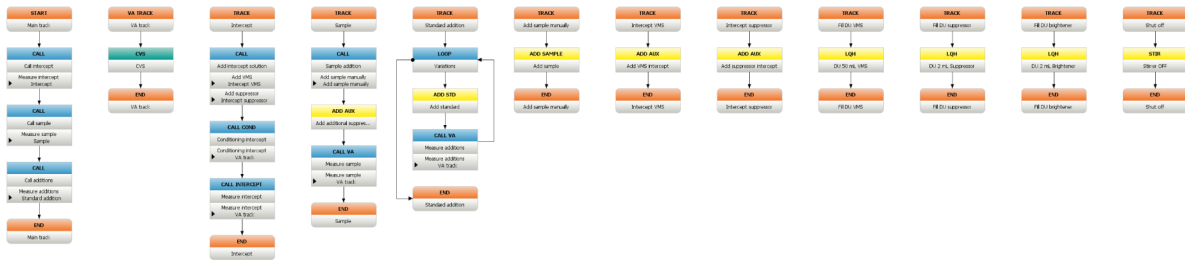
Der Ablauf der teilautomatisierten Brightener-Bestimmung ist analog zum manuellen Ablauf (*siehe Kapitel 4.2.3, Seite 28*). Bei der teilautomatisierten Bestimmung werden jedoch VMS, Brightener-Konzentrat und Suppressor-Konzentrat mit Dosinos in das Messgefäß dosiert. Die Zugabe von Probe erfolgt manuell.

Methodenvorlage laden



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

Zusätzlich zu den im Bild gezeigten Spuren enthält die Methode eine Exitspur und eine Fehlerspur.



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

- CALL
- Call intercept
- Measure intercept
- Intercept

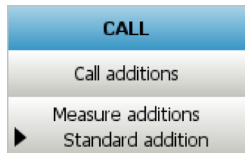
CALL

Call sample

Measure sample

Sample

Bedienungslehrgang CVS



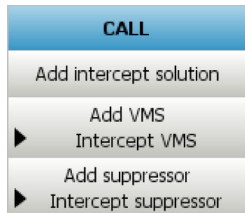
Ruft die Spur **Standard addition** auf, in der die Zugabe von Brightener-Standardlösung definiert ist.

VA track

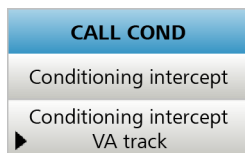


(siehe Seite 12).

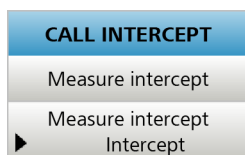
Normalspur Intercept



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

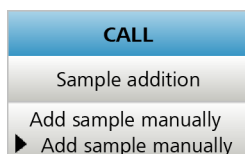


(siehe Seite 30).



(siehe Seite 30).

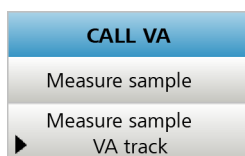
Normalspur Sample



(siehe Seite 30).

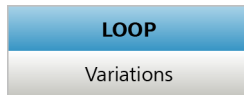


(siehe Seite 30).



Ruft die VA-Spur auf, in der die CVS-Messungen nach der Zugabe von Probe durchgeführt werden (*siehe Seite 12*).

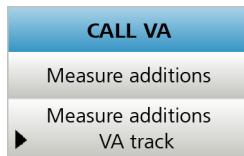
Normalspur Standard
addition



Nach Aufruf der Spur **Standard addition** durch den Befehl **Call additions** wird so lange Brightener-Standardlösung zudosiert, bis nach einem Messzyklus das im Befehl definierte Stoppkriterium erfüllt ist.



(siehe Seite 30).



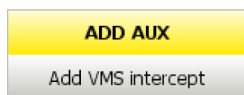
Ruft die VA-Spur auf, in der die CVS-Messung nach der automatisierten Zugabe von Brightener-Standardlösung durchgeführt wird (siehe Seite 30).

Normalspur Add sample manually



Befehl zum manuellen Dosieren von Probe.

Normalspur Intercept VMS



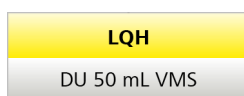
Befehl zum automatisierten Dosieren von VMS der Intercept-Lösung.

Normalspur Intercept suppressor



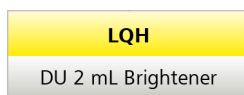
Befehl zum automatisierten Dosieren von Suppressor-Konzentrat der Intercept-Lösung.

Normalspur Fill DU VMS



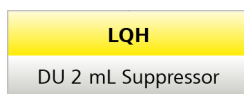
Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **50 mL VMS**, sobald die Bestimmung beendet ist.

Normalspur Fill DU brightener



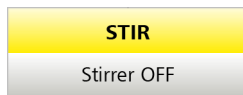
Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **50 mL Brightener**, sobald die Bestimmung beendet ist.

Normalspur Fill DU suppressor



Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **2 mL Suppressor**, sobald die Bestimmung beendet ist.

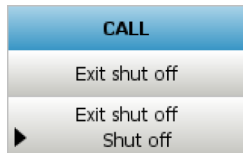
Normalspur Shut off



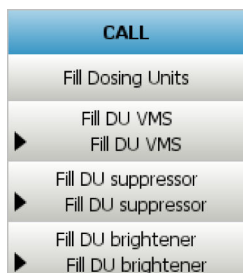
Mit dem Befehl **STIR** kann der Rührer eingeschaltet und ausgeschaltet werden. In dieser Methode wird der Befehl dazu verwendet, den Rührer am Ende der Methode oder in einem Fehlerfall auszuschalten.

Exit track

Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.



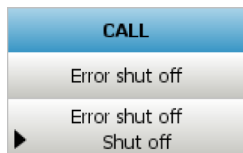
Ruft die Spur **Shut off** auf.



Ruft die Spuren **Fill DU VMS**, **Fill DU brightener** und **Fill DU suppressor** auf.

Error track

Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.



Ruft die Spur **Shut off** auf.

5.2.3.2 Bestimmung durchführen

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

Brightener-Bestimmung durchführen

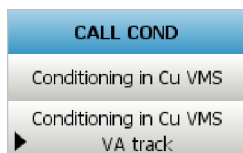


- 1 Das Symbol des Programnteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.

- 3 Im Feld **Methode** die zuvor erstellte Methode auswählen.
- 4 Die folgenden Dosiereinheiten vorbereiten (*siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 47*):
 - **50 mL VMS** mit VMS
 - **2 mL Brightener** mit Brightener-Konzentrat
 - **2 mL Suppressor** mit Suppressor-Konzentrat
- 5 Im Auswahlfeld **Probentyp** den Eintrag **Probe** wählen.
- 6 Im Feld **Probenmenge** den applikationsspezifischen Wert für die Probenmenge eingeben.

► **Start**

- 7 **[Start]** drücken.
 - Das im Befehl **Add VMS intercept** definierte Volumen VMS wird durch die Dosiereinheit **50 mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.
 - Das im Befehl **Add suppressor intercept** definierte Volumen Suppressor-Konzentrat wird durch die Dosiereinheit **2 mL Suppressor** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- 8 Nach den Zugaben wird der folgende Befehl ausgeführt:



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

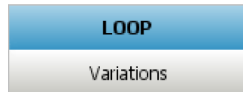
- 9 Es wird nun der Intercept-Wert gemessen.
- 10 Nachdem die Messung des Intercept-Wertes abgeschlossen ist, erscheint die Aufforderung zur Zugabe der Probe:

045-128 Probe zugeben – Geben Sie 10.000 mL Probe ins Messgefäß und drücken Sie auf [Weiter], um die Spur fortzusetzen.
- 11 Das in der Meldung angezeigte Volumen Probe durch die Pipettieröffnung in das Messgefäß pipettieren und **[Weiter]** anklicken.

Das im Befehl **Add suppressor intercept** definierte Volumen Suppressor-Konzentrat wird durch die Dosiereinheit **2 mL Suppressor** automatisch in das Messgefäß dosiert.

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

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



- 14** Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.

- 15** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.

- 16** Das Messgefäß leeren und die Elektroden und das Messgefäß mit deionisiertem Wasser gut spülen.

- 17** Das Messgefäß wieder in die Halterung am 894 Professional CVS einsetzen und den Messkopfarm absenken.

6 Automatisierte Bestimmung

Für eine automatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

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



6.1 Konfiguration

6.1.1 Geräte konfigurieren

894 Professional CVS

(siehe Kapitel 4.1.1, Seite 8).

858 Professional Sample Processor

1 Gerät anschliessen

Das Gerät mit dem Controller-Kabel 6.2151.000 am PC anschliessen.

2 Gerät einschalten

Die Geräteparameter des **858 Professional Sample Processors** werden automatisch erkannt.

Die folgende Meldung erscheint:

009-108 Gerät speichern – Das neue Gerät '858.0020' mit Seriennummer 'Seriennummer' wurde erkannt. – Soll es in der Gerätetabelle gespeichert werden?

3 Gerät in Tabelle speichern

Die Meldung mit **[Ja]** bestätigen.

Das Dialogfenster **Eigenschaften - 858 Professional Sample Processor - 'Gerätename'** wird geöffnet.

4 Gerätenamen eingeben (optional)

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

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

5 Turmparameter definieren

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

- Die Registerkarte **Turm** wählen.

The screenshot shows the 'Eigenschaften - 858.0020 Professional Sample Processor' dialog box with the 'Turm' tab selected. The 'Ausgangsposition' is set to 'MSB 1'. The 'Turmparameter' section includes: 'Max. Liftweg' (130 mm), 'Min. Becherradius' (aus), 'Liftgeschwindigkeit' (25 mm/s), and 'Achsenabstand' (166.0 mm). The 'Swing Head' section includes: 'Seriennummer' (2342), 'Schwenkposition' (0 mm), and 'Spülposition' (0 mm). A table shows 'Externe Position' (1-4) with 'Winkel [°]' (60.0) and 'Arbeitsposition [mm]' (0). Buttons for 'Bearbeiten', 'OK', and 'Abbrechen' are at the bottom.

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

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

6 Rackparameter definieren

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

The screenshot shows the 'Eigenschaften - 858.0020 Professional Sample Processor' dialog box with the 'Rack' tab selected. The 'Ausgangsposition' is set to 'MSB 3'. The 'Rack' section includes: 'Rackname' (6.2041.450), 'Rackcode' (000011), 'Anzahl Positionen' (112), and 'Drehgeschwindigkeit' (20 °/s). Buttons for 'Rackdaten', 'Rack initialisieren', 'OK', and 'Abbrechen' are at the bottom.

- Die Registerkarte **Liftpositionen** wählen.

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


Rackdaten
✕

Rackname

Rackcode

Anzahl Positionen

Rackparameter

Liftpositionen
Spezialbecher

Turm 1

Arbeitsposition

mm

Spülposition

mm

Drehposition

mm

Spezialposition

mm

Turm 2

Arbeitsposition

mm

Spülposition

mm

Drehposition

mm

Spezialposition

mm

OK

Abbrechen

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

Arbeitsposition nachjustieren

Bei der Bestimmung der Brightener-Konzentration wird die Probe mit der im 858 Professional Sample Processor eingebauten Peristaltikpumpe zur Gänze in das Messgefäß transferiert. Damit dieser Transfer zu 100 % gewährleistet wird, ist eine korrekte Justierung der PEEK-Hohlnadel notwendig. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1 Liftposition einstellen

- Leeres 10 mL Probenvial in die gewünschte Position (57 bis 126) auf dem Rack stellen.
- Programmteil **Manuell** anklicken.
- Im Geräteauswahlfenster **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** die Position **Arbeitsposition** wählen.

- Im Bereich **Liftposition** auf **[Start]** klicken. Die eingestellte Liftposition wird angefahren.
- Im Bereich **Liftposition** mit der Pfeiltaste  die PEEK-Hohlnadel langsam nach unten bewegen, bis sie nicht mehr als 0.5 mm über dem Boden des Probenvials steht.

Allgemein | **Bewegen** | Position zuweisen | Pumpen

Rackposition

Aktuelle Position: ----- Start

Zielposition: 1 ▾ Drehgeschwindigkeit: 20 ▾ %s ◀ ▶

Liftposition

Aktuelle Position: 0 mm Start

Zielposition: Arbeitsposition ▾ mm Liftgeschwindigkeit: 25 ▾ mm/s ▲ ▼

Schwenkarmposition

Aktuelle Position: 108.5 ° Start

Zielposition: 0.0 ▾ ° Schwenkgeschwindigkeit: 55 ▾ %s ◀ ▶

Bereit

- Sobald die PEEK-Hohlnadel 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** wählen und in der Auswahlliste **Turm** wählen.
- Im Bereich **Liftposition** auf **[Zuweisen]** klicken.

Allgemein | Bewegen | **Position zuweisen** | Pumpen

Rackposition

Aktuelle Position: 1 Spezialbecher: 1 ▾ Zuweisen

Liftposition

Aktuelle Position: 0 mm

☒ Arbeitsposition für: Turm ▾
☐ Spülposition für: Turm ▾
☐ Drehposition für: Turm ▾
☐ Spezialposition für: Turm ▾
☐ Schwenkarmpos...: Externe Positio... ▾ Zuweisen

Schwenkarmposition

Aktuelle Position: 108.5 ° Externe Position: 1 ▾ Zuweisen

800 Dosino mit 807 Dosing Unit anschliessen

(siehe "800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen", Seite 38).

Dosiereinheit in 894 Professional CVS initialisieren

(siehe "Dosiereinheit initialisieren", Seite 39).

6.1.2 Elektroden konfigurieren

(siehe Kapitel 4.1.2, Seite 9).

6.1.3 Dosiereinheiten konfigurieren

(siehe Kapitel 5.1.3, Seite 38).

6.1.4 Lösungen definieren

(siehe Kapitel 5.1.4, Seite 41).

6.2 Methoden für automatisierte Bestimmung

In diesem Kapitel erstellen Sie Methoden aus einer Methodenvorlagen für

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

6.2.1 Suppressor-Konzentration bestimmen

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

Die Methode zur automatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration beinhaltet:

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

6.2.1.1 Methode erstellen

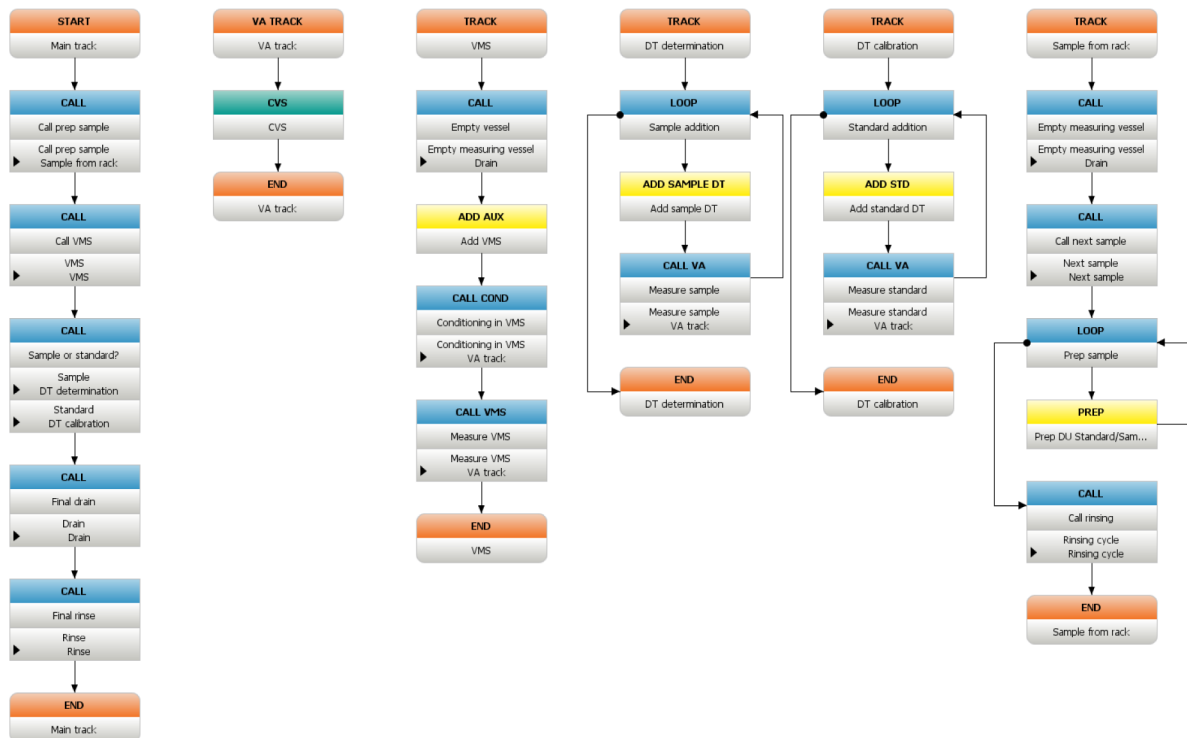
Methodenvorlage laden



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

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

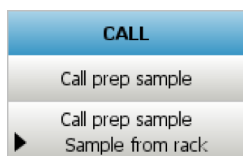
Die Methodenvorlage wird geöffnet. Die folgende Abbildung enthält nur einen Teil der kompletten Methode.



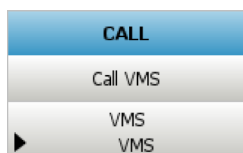
Bedeutung der einzelnen Spuren und Befehle

Der Methodenablauf der automatisierten Bestimmung der Suppressor-Konzentration entspricht weitgehend dem Ablauf der teilautomatisierten Bestimmung (*siehe Seite 50*). Zur Steuerung des Probenwechslers werden aber noch zusätzliche Automations- und Spüls Spuren eingesetzt. Das automatische Spülen der Messzelle wird durch PUMP-Befehle umgesetzt.

Main track



Ruft die Spur auf, in der die Dosiereinheit mit der Probe gespült wird (**Sample from rack**).



Ruft die Spur auf, in der die VMS automatisch mit dem Dosierer zugegeben wird (**VMS**).

Normalspur Next sample

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

Normalspur Rinsing cycle

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

Normalspur Rinse

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



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

 A screenshot of a software dialog box titled "PUMP - PUMP Rinse". The dialog has several sections:

- Befehlsname:** A text field containing "PUMP Rinse".
- Gerät:**
 - Gerätename:** A dropdown menu showing "858 Professional Sample Processor 1".
 - Gerätetyp:** A dropdown menu showing "858.0020 Professional Sample Processor".
- Pumpen:**
 - Turm:** A dropdown menu showing "1".
 - Pumpe(n):** A dropdown menu showing "2".
- Aktion:**
 - ☐ Einschalten
 - ☐ Ausschalten
 - ☒ **Betriebsdauer**: A numeric field with "18" and a unit dropdown with "s".

 At the bottom right are "OK" and "Abbrechen" buttons.
Normalspur Drain

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



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

PUMP - PUMP Drain

Befehlsname

Gerät

Gerätename

Gerätetyp

Pumpen

Turm

Pumpe(n)

Aktion

☐ Einschalten

☐ Ausschalten

☒ Betriebsdauer s

Normalspur Fill DU
VMS

LQH

DU 50 mL VMS

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

Normalspur Fill DU
standard/sample

LQH

DU 2 mL Standard/Sam...

Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample**, sobald die Bestimmung beendet ist.

Normalspur Shut off

In dieser Spur werden die Pumpen und der Rührer ausgeschaltet und die PEEK-Hohl­nadel hochgehoben

Series start track

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

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

Series end track

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

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

Exit track

Falls während einer laufenden Bestimmung auf **[Stop]** gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf.

Ruft die Spuren **Shut off**, **Fill DU VMS** und **Fill DU standard/sample** auf.

Error track

Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

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

- 1 Über das Menü **Datei ► Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** einen Methodennamen eingeben, z. B. **Suppressor-Bestimmung (CVS, DT) automatisiert**.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

6.2.1.2 Probentabelle

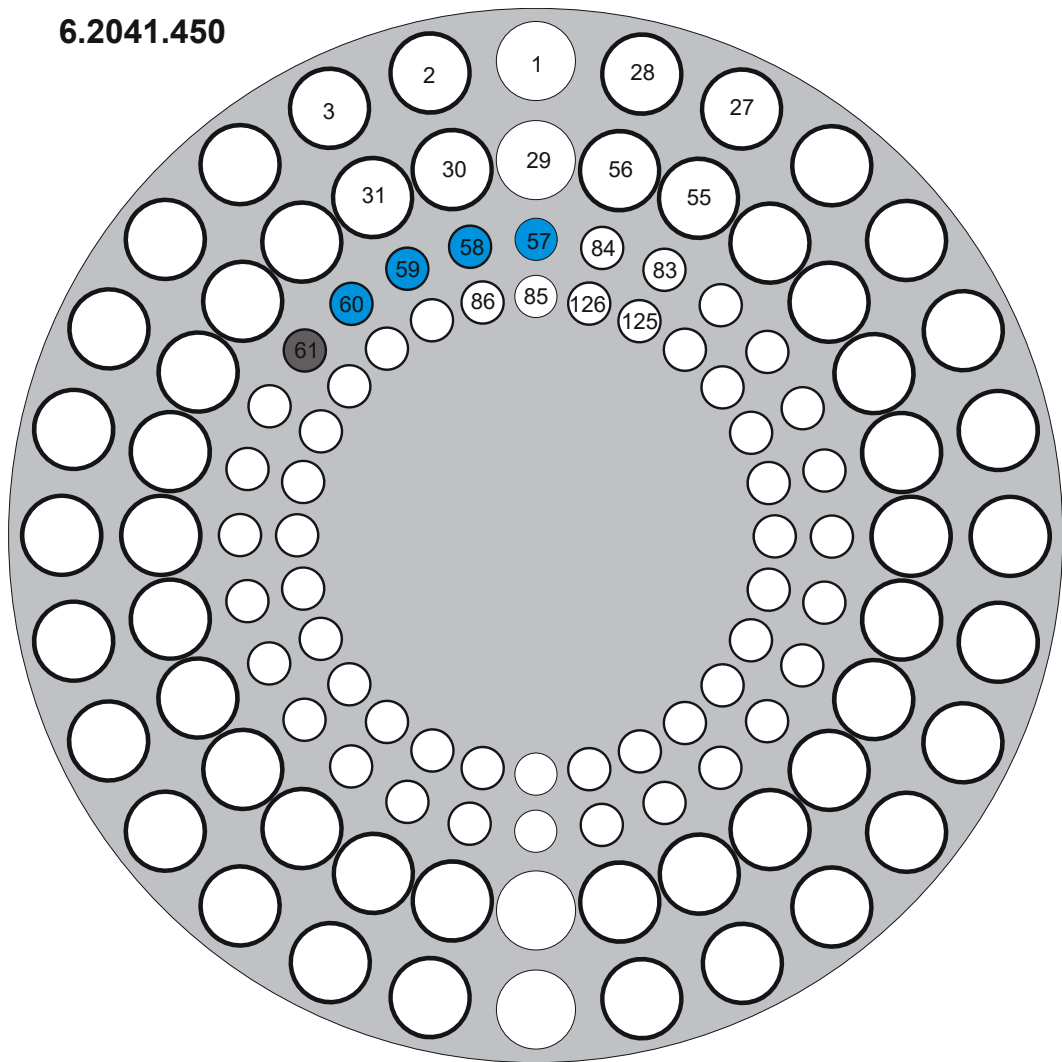
Probenrack bestücken

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

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

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

6.2041.450



- ☒ Standard oder Probe
☐ Spüllösung (deionisiertes Wasser)
☐ nicht gebraucht

Probentabelle erstellen

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

Ablauf

Einzelbestimmung Bestimmungsserie

Status: READY

Bestimmungssparameter

Anwender: Probennummer:

Anmerkung:

Autostart: von

Probandaten

	Methode	ID 1	ID 2	ID 3	Probentyp	Probenposition	Proben
▶ *							

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

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

In der Tabelle die zuvor erstellte Methode auswählen und **[Öffnen]** anklicken.

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

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

Zeile bearbeiten - Arbeitsprobentabelle - Arbeitsplatz

Methode:
ID1:
ID2:
ID3:
Probentyp:
Probenposition:
Probenmenge:
Analysenvolumen:
Verdünnungsvolumen:

Sample amount unit:
mL
mL

Zeile: von 1

5 **Probenposition für Standard und Proben definieren**

Geben Sie in die Felder folgende Werte ein:

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

6 Probentabelle speichern

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

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

Ablauf

Einzelbestimmung | **Bestimmungsserie**

Status: READY

Bestimmungsparemeter

Anwender: Probennummer:

Anmerkung:

Autostart: von ▼

Probendaten

	Methode	ID 1	ID 2	ID 3	Probentyp	Probenposition	Probenmenge	Probenmeng
1	Suppressor d... Std				Standard	1	1.0	mL
2	Suppressor d... Probe				Probe	2	1.0	mL
3	Suppressor d... Probe				Probe	3	1.0	mL
4	Suppressor d... Probe				Probe	4	1.0	mL
5	Suppressor d... Probe				Probe	5	1.0	mL
▶ *								

▼
 ▼

6.2.1.3 Bestimmung durchführen

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

Ablauf der Bestimmungsserie

- 1 Die Dosiereinheit **50 mL VMS** mit VMS vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 47).
- 2 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 3 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.
- 4 Über die Schaltfläche **Probentabelle ▶ Laden...** die zuvor gespeicherte Probentabelle **Suppressor-Bestimmung** laden.
- 5 **[Start]** drücken.
- 6 Der **Series start track** wird ausgeführt und das Rack initialisiert.
- 7 Die Spur **Sample from rack** wird aufgerufen.

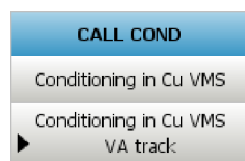


▶ Start

- Das Messgefäß wird entleert.
- Die PEEK-Hohlnadel wird zur ersten Probenposition bewegt und in das Vial in die Arbeitsposition abgesenkt.
- Die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample** wird zweimal automatisch vorbereitet.
- Das Messgefäß wird automatisch zweimal mit Spüllösung gespült und daraufhin entleert.

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

9 Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:



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



HINWEIS

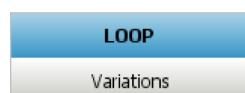
Ist die Messzelle noch von vorhergehenden Bestimmungen mit Suppressor verunreinigt, kann die definierte relative Standardabweichung von 0.5 % nicht erreicht werden. In diesem Fall müssen die Elektroden und das Messgefäß gründlich mit deionisiertem Wasser gespült werden.

10 Es wird nun das VMS-Signal gemessen.

11 Die automatische Standardaddition wird durchgeführt.

Das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Suppressor-Standardlösung wird durch die Dosiereinheit **2 mL Standard or sample** automatisch in das Messgefäß dosiert.

12 Der Schritt **11** wird so lange wiederholt, bis eines der Stoppkriterien erreicht ist. Die Stoppkriterien sind im folgenden Befehl definiert:

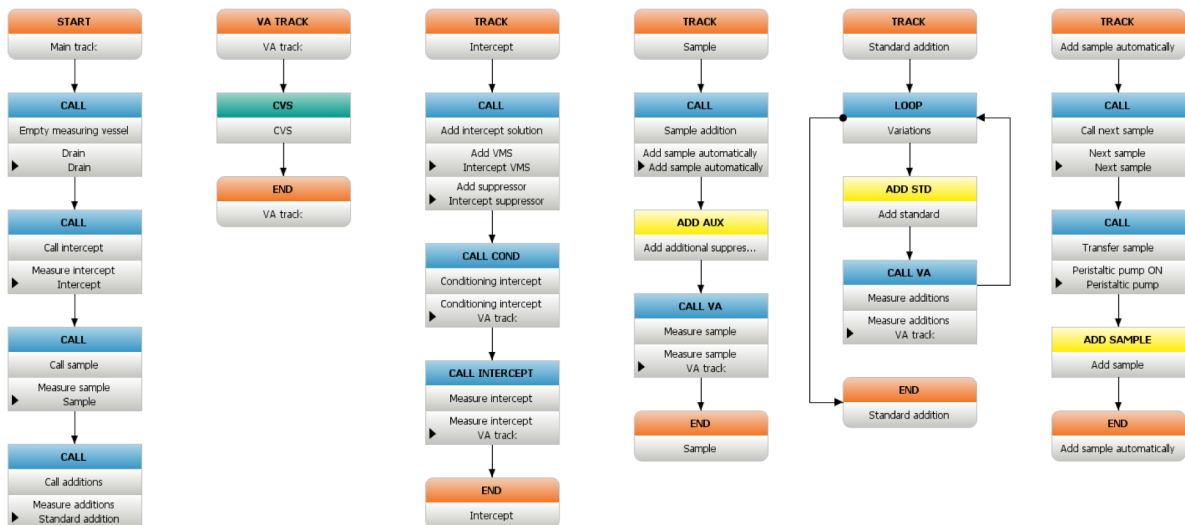


- ### 6.2.2 Brightener-Konzentration bestimmen

6.2.2.1 Methode erstellen

- 79

Die Methodenvorlage wird geöffnet. Die folgende Abbildung enthält nur einen Teil der kompletten Methode.

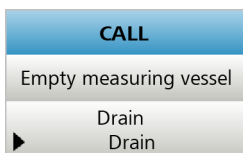


Bedeutung der einzelnen Spuren und Befehle

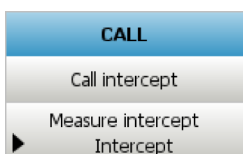
Der Methodenablauf der automatisierten Bestimmung der Brightener-Konzentration entspricht weitgehend dem Ablauf der teilautomatisierten Bestimmung. Zur Steuerung des Probenwechslers werden aber noch zusätzliche Automations- und Spülschritte eingesetzt. Das automatische Spülen der Messzelle wird durch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

Main track

Der Methodenablauf enthält im Vergleich zu der teilautomatisierten Bestimmung (*siehe Seite 50*) zusätzlich noch folgende Befehle:



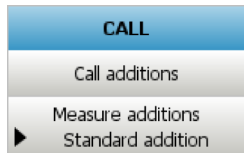
Ruft die Spur auf, in der das Messgefäß geleert wird (**Drain**).



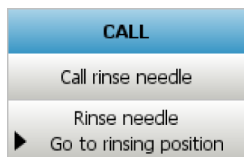
Ruft die Spur **Intercept** auf.



Ruft die Spur **Sample** auf.



Ruft die Spur **Standard addition** auf.



Ruft die Spur auf, in der die PEEK-Hohlnadel gespült wird (**Go to rinsing position**).



Ruft die Spur auf, in der das Messgefäß gespült wird (**Rinsing cycle**).

VA track

(siehe Seite 58).

Normalspur Standard addition

(siehe Seite 58).

Normalspur Add sample automatically

In dieser Spur wird die Probe automatisch ins Messgefäß zugegeben.

Normalspur Next sample

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

Normalspur Go to rinsing position

In dieser Spur wird das Messgefäß entleert und die PEEK-Hohlnadel des Probenwechslers in die Spülposition gebracht und gespült.

Normalspur Intercept VMS

In dieser Spur wird VMS in das Messgefäß zugegeben.

Normalspur Intercept suppressor

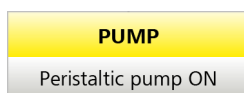
In dieser Spur wird Suppressor-Konzentrat in das Messgefäß zugegeben.

Normalspur Rinsing cycle

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

Normalspur Peristaltic pump

In dieser Spur wird definiert, wie lange die Peristaltikpumpe läuft.



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

PUMP - Peristaltic pump ON

Befehlsname

Gerät

Gerätename

Gerätetyp

Pumpen

Turm

Pumpe(n)

Rate

Aktion

☐ Einschalten

☐ Ausschalten

☒ Betriebsdauer s

Normalspur Rinse

In dieser Spur wird definiert, wie das Messgefäß gespült wird. Die Pumpzeit zum Spülen muss dabei an das Messgefäßvolumen angepasst werden.

Normalspur Drain

In dieser Spur wird definiert, wie das Messgefäß abgesaugt wird. Die Pumpzeit zum Absaugen muss dabei an das Messgefäßvolumen angepasst werden.

Normalspur Fill DU
VMS

LQH
DU 50 mL VMS

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

Normalspur Fill DU
suppressor

LQH

DU 2 mL Suppressor

Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **2 mL Suppressor**, sobald die Bestimmung beendet ist.

*Normalspur Fill DU
brightener*

LQH
DU 2 mL Brightener

Der Befehl **LQH** füllt die Dosiereinheit **50 mL Brightener**, sobald die Bestimmung beendet ist.

Normalspur Shut off

In dieser Spur werden die Pumpen und der Rührer ausgeschaltet und die PEEK-Hohlneedle hochgehoben

<i>Series start track</i>	In dieser Spur wird das Probenrack initialisiert. Dabei werden das Rack, der Lift und der Schwenkarm (wenn vorhanden) zurückgesetzt, der Rackcode ausgelesen und die entsprechenden Rackdaten in den Probenwechsler übertragen. Die Seristartspur wird im Ablauf nur einmal am Anfang der ersten Bestimmung einer Serie und noch vor der Hauptspur ausgeführt.
<i>Exit track</i>	Falls während einer laufenden Bestimmung auf [Stop] gedrückt wird, wird die Exitspur durchlaufen und die Bestimmung anschliessend beendet. Dasselbe passiert im normalen Methodenablauf. Ruft die Spuren Shut off, Fill DU VMS, Fill DU suppressor und Fill DU brightener auf.
<i>Error track</i>	Falls während einer laufenden Bestimmung ein Fehler auftritt, der zum Abbruch der Bestimmung führt, wird die Fehlerspur aufgerufen und die Bestimmung anschliessend beendet.

Methodentest

(siehe "Methodentest", Seite 15).

Methode speichern

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

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

6.2.2.2 Probentabelle

Probenrack bestücken

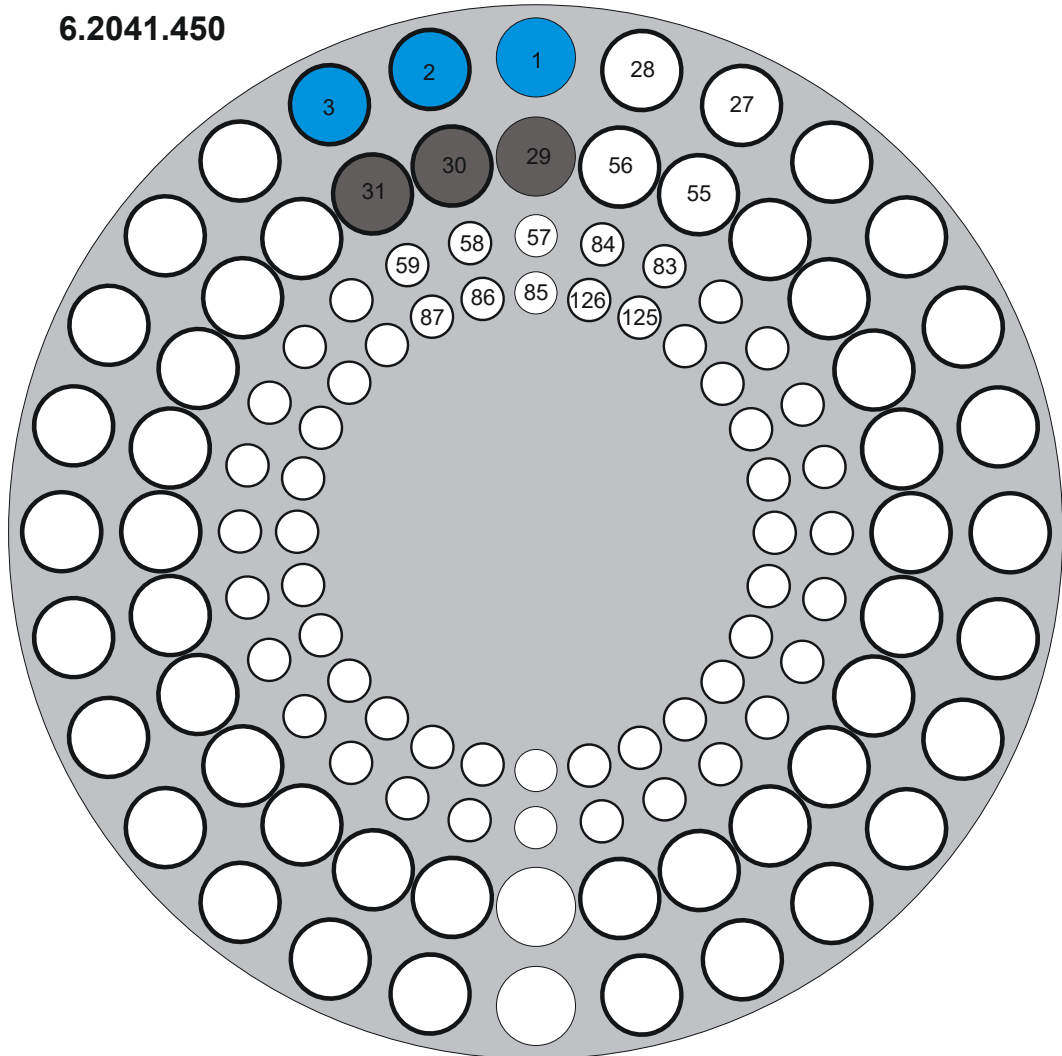
Das verwendete Probenrack 6.2041.450 umfasst zweimal 56 Positionen. Die äusseren beiden Ringe sind für 50 mL Probenvials, die beiden inneren Ringe für 11 mL Probenvials konzipiert.

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

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

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

6.2041.450

 Probe

● Spüllösung (deionisiertes Wasser)

☐ nicht gebraucht

Probentabelle erstellen

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

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

Ablauf

Einzelbestimmung | **Bestimmungsserie**

Start Stop Hold Pause Status: READY

Bestimmungsparameter

Anwender: _____ Probennummer: 0

Anmerkung: _____

Autostart: 0 von Proben-tabelle

Probenparameter

Methode	ID 1	ID 2	ID 3	Probenposition	Proben
* *					

Bearbeiten Proben-tabelle Geladen

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

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

In der Tabelle die zuvor erstellte Methode auswählen und **[Öffnen]** anklicken.

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

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

Zeile bearbeiten - Arbeitsplatzproben-tabelle - Arbeitsplatz

Methode: Brightenerbestimmung (CVS, MLAT) automatisiert

ID1: _____

ID2: _____

ID3: _____

Proben-typ: Probe

Probenposition: 1

Probenmenge: 1.0

Analysenvolumen: 1.0

Verdünnungsvolumen: 1.0

Sample amount unit: mL

Zeile: 1 von 1

Übernehmen Schließen

6.2.2.3 Bestimmung durchführen

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

Ablauf der Bestimmungsserie



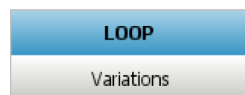
► Start

- 1 Die Dosiereinheiten **50 mL VMS** mit VMS, **2 mL Brightener** mit Brightener-Konzentrat und **2 mL Suppressor** mit Suppressor-Konzentrat vorbereiten (siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 47).
- 2 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 3 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.
- 4 Über die Schaltfläche **Probentabelle ► Laden...** die zuvor gespeicherte Probentabelle **Brightener-Bestimmung** laden.
- 5 **[Start]** drücken.
- 6 Der **Series start track** wird ausgeführt und das Rack initialisiert.
- 7 Der Befehl **Pump Drain** wird ausgeführt und das Messgefäß entleert.
- 8 Die Intercept-Lösung wird automatisch zugegeben:
 - Das im Befehl **Add VMS intercept** definierte Volumen VMS wird durch die Dosiereinheit **50 mL VMS** automatisch in das Messgefäß dosiert.
 - Das im Befehl **Add suppressor intercept** definierte Volumen Suppressor-Konzentrat wird durch die Dosiereinheit **2 mL Suppressor** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- 9 Nach der Zugabe wird der folgende Befehl ausgeführt:

CALL COND	
Conditioning intercept	
Conditioning intercept	
► VA track	

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

- 10** Es wird nun der Intercept-Wert gemessen.
- 11** Die automatische Probenzugabe wird durchgeführt.
 - Die PEEK-Hohlnadel wird zur ersten Probenposition bewegt und in das Vial in die Arbeitsposition abgesenkt.
 - Die Peristaltikpumpe am Probenwechsler transferiert die gesamte Probe in das Messgefäß.
 - Das im Befehl **Suppressor zugeben** definierte Volumen Suppressor-Konzentrat wird durch die Dosiereinheit **2 mL Suppressor** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- 12** Nachdem die Probe gemessen wurde, wird das im Befehl **ADD STD** definierte Volumen Brightener-Konzentrat durch die Dosiereinheit **2 mL Brightener** automatisch in das Messgefäß dosiert.
- 13** Der Schritt **12** wird ein zweites Mal wiederholt. Die Anzahl der Wiederholungen ist im folgenden Befehl definiert:



- 14** Die Probentransferverschlauchung wird gespült:
 - Die PEEK-Hohlnadel wird zu der Rackposition bewegt, die der aktuellen Probenposition gegenüberliegt (Probenposition + 28), und in die Arbeitsposition gesenkt.
 - Die Peristaltikpumpe am Probenwechsler transferiert die gesamte Spüllösung in das Messgefäß.
- 15** Das Messgefäß wird automatisch durch den Aufruf der Spur **Rinsing cycle** zweimal mit Spüllösung gespült.
- 16** Sobald die Messung beendet ist, wird die Bestimmung in der Datenbank gespeichert.
- 17** Beim Erreichen der Exitspur werden alle eingesetzten Dosiereinheiten gefüllt.
- 18** Die Schritte **7** bis **17** werden für jede in der Probentabelle definierte Position wiederholt.

- 19 Beim Erreichen des **Series end track** (nach der letzten Probe in der Proben­tabelle) wird die PEEK-Hohlnadel auf die Drehposition hochge­hoben.
- 20 Der **Error track** wird nur im Falle eines Fehlers ausgeführt. Um ein Überlaufen des Messgefäßes zu verhindern, werden die Membran­pumpen abgestellt.

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

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



Die Daten eines markierten Datensatzes erscheinen in den anderen Unterfenstern:

- Im Unterfenster **Resultate** erscheint eine Tabelle 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 Resultate 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.

Zoom zurücksetzen

- 1 Mit rechter Maustaste in die Messkurve klicken.
- 2 Den kontextsensitiven Menübefehl **Alles anzeigen** anklicken.
Die Messkurve wird in ihrer ursprünglichen Grösse dargestellt.

Darstellung der Messkurve ändern

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

1 Achsenbeschriftung ändern

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

2 Linienanzeige ändern

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

Kalibrierkurve darstellen

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

Die Kalibrierkurve und die Kalibrierfunktion werden dargestellt.

Messkurven darstellen

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

Die Messkurven werden dargestellt.

7.3 Bestimmungen nachbearbeiten

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

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

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

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

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

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

Bestimmung mit neuer Kalibrierung

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

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



- Die Probe wird mit der neuen Kalibrierkurve nachberechnet. Im Bereich **Resultatanzeige** werden die neu berechneten Resultate angezeigt.

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



- Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.

- Im Unterfenster **Auswertung - Substanzen** die Registerkarte **Anerkennung** wählen.

3 Kennspannung ändern

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

 Substanzen - Anerkennung ✕

Messbefehl

Substanz

☒ Aktiv

Kennspannung V

Toleranz V

Min. Breite V

Max. Breite V

Min. Messgröße ▾

Sweeprichtung ▾

von 1

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

4 Nachberechnen

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

7.4 Reportvorlage bearbeiten

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

Reportvorlage öffnen

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

- 1** Programmteil **Datenbank** auswählen.

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

Resultatreport

Seite 1 von 1

2023-08-16 11:36:05 UTC+2
<System\Anwender

Bestimmung

Bestimmungssstart	<Aufnahme\Bestimmungssstart>
Kürzel	<Aufnahme\Anwender (Kurzname)>
Anwender	<Aufnahme\Anwender (voller Name)>
Methodenname	<Identifikation\Methodenname>

Probendaten

Probentyp	<Probentyp\Wert>
ID 1	<ID1\Wert>
ID 2	<ID2\Wert>
ID 3	<ID3\Wert>
Probenmenge	<Probenmenge\Wert> <S
Analysenvolumen	<Analysenvolumen [mL]\Wert> <A
Verdünnungsvolumen	<Verdünnungsvolumen [mL]\Wert> <V

<Fixreport: ResultList>

<Fixreport: Curves>

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

Metrohm

Bild austauschen

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

Das Eigenschaftenfenster zum Grafikfeld wird automatisch geöffnet.

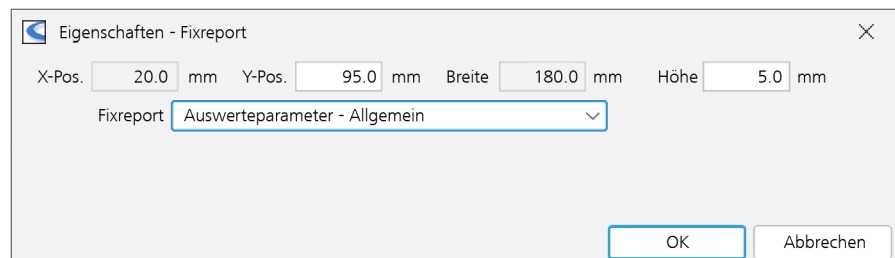


- 2 Durch Klicken auf  das Dialogfenster zur Auswahl der neuen Grafikdatei öffnen.
- 3 Die gewünschte neue Grafikdatei im Format JPG oder PNG auswählen und mit **[OK]** bestätigen.
- 4 Position, Breite, Höhe und Grösse des Bildes anpassen.
- 5 Das Eigenschaftfenster mit **[OK]** schliessen.

Neuen Fixreport einfügen

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

Das Eigenschaftfenster zum Fixreport wird automatisch geöffnet.



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

Reportvorlage speichern

- 1 Den Menüpunkt **Datei ► Speichern unter...** anklicken.

Das Dialogfenster **Reportvorlage speichern** wird geöffnet.

- 2** Den Namen für die neue Reportvorlage eingeben und die Schaltfläche **[Speichern]** anklicken.

Die Reportvorlage wird unter dem gewünschten Namen gespeichert.

7.5 Bestimmungsreport drucken

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

- 1 Programmteil **Datenbank** auswählen.
- 2 Das Symbol  oder den Menüpunkt **Datei ► Öffnen...** anklicken.
Das Dialogfenster **Datenbank öffnen** wird geöffnet.

- 3** Gewünschte Datenbank auswählen oder Namen im Feld **Datenbankname** eingeben.

- 4 **[Öffnen]** anklicken.

Die Datensätze der ausgewählten Datenbank werden in der **Bestimmungsübersicht** angezeigt. Der Datenbankname wird in der Titelleiste des Programms angezeigt, die Anzahl geöffneter Datenbanken in der linken oberen Ecke des Datenbanksymbols.

- 5** Gewünschte Bestimmungen auswählen.

- 6** Den Menüpunkt **Datei ► Drucken ► Report...** anklicken.

Das Dialogfenster **Reportausgabe** wird geöffnet.

 Reportausgabe ✕

Auswahl

☒ Ausgewählte Bestimmungen

☐ Alle gefilterten Bestimmungen

Reporttyp

☐ Originalreport

☒ Reportvorlage DE Report lang detailliert V2_0 Hoehe ▾

Ausgabeziel

☒ Drucker Standarddrucker ▾

☐ PDF-Datei ...

OK Abbrechen

- 

