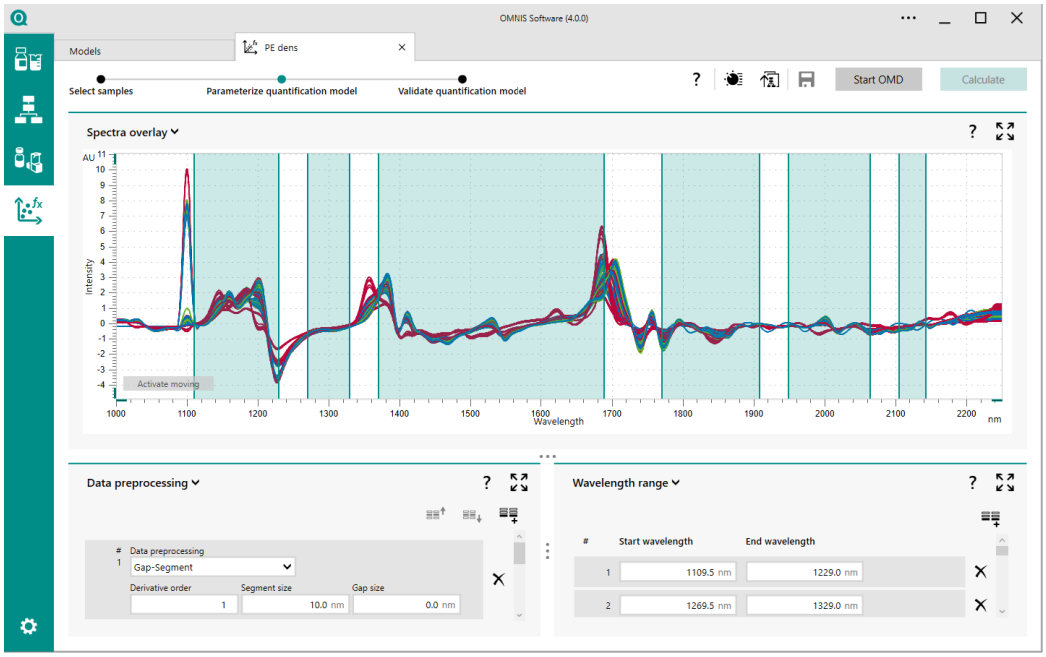
OMNIS NIR (Lab)



OMNIS-Spektroskopie Schritt für Schritt

Tutorial

8.0600.8202DE / v7 / 2026-02-17

Metrohm

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

OMNIS NIR (Lab)

OMNIS Software-Version 4.7

Tutorial

8.0600.8202DE / v7 /
2026-02-17

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

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 Überblick 1

1.1 Einleitung 1

1.2 Angaben zur Dokumentation 1

1.3 OMNIS-Lizenzen 1

1.4 Benutzerrechte 2

1.5 Weiterführende Informationen 2

2 Kurzübersicht über die OMNIS Software 4

2.1 Aufbau und Funktionen 4
2.1.1 Arbeitsbereiche 4
2.1.2 Registerkarten und Unterbereiche 4
2.1.3 Arbeitsbereich Proben 6
2.1.4 Arbeitsbereich Prozesse 7
2.1.5 Arbeitsbereich Equipment 8
2.1.6 Arbeitsbereich Kalibrierung und Auswertung 9

2.2 Praktische Einführung 11

2.3 OMNIS Befehle 18
2.3.1 Spektrenaufnahme 19
2.3.2 Prädiktion 21
2.3.3 Berechnungen und Statistik 26
2.3.4 Wellenlängenkalibrierung 27
2.3.5 Geräteleistungstests 27

2.4 Geräte reservieren und freigeben 28

2.5 Temperaturregelung (Liquid Sample Presentation) 30

3 Gerät vorbereiten 32

3.1 Arbeitssystem erstellen 32

3.2 Wellenlängenkalibrierung 34
3.2.1 Wellenlängenkalibrierung vorbereiten 34
3.2.2 Wellenlängenkalibrierung starten 38

3.3 Geräteleistungstests 40
3.3.1 Interne Geräteleistungstests vorbereiten 41
3.3.2 Interne Geräteleistungstests ausführen 44
3.3.3 Externe Geräteleistungstests (optional) 46

4 Modellentwicklung vorbereiten 49

4.1 Spektrenaufnahme vorbereiten 50

4.2 Spektren aufnehmen 61

5 Quantifizierungsmodell 67

5.1 Quantifizierungsmodell erstellen ... 67

5.2 Automatische Modellentwicklung – OMD ... 69

5.3 Manuelle Modellentwicklung ... 72
5.3.1 Proben auswählen und Datensatz aufteilen ... 72
5.3.2 Quantifizierungsmodell berechnen ... 78
5.3.3 Quantifizierungsmodell validieren ... 79
5.3.4 Quantifizierungsmodell parametrieren ... 87

5.4 Quantifizierungsmodell publizieren ... 95

5.5 Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur ... 96

6 Identifizierungsmodell 105

6.1 Identifizierungsmodell erstellen ... 105

6.2 Proben auswählen und Datensatz aufteilen ... 106

6.3 Identifizierungsmodell berechnen ... 113

6.4 Identifizierungsmodell validieren ... 114

6.5 Identifizierungsmodell parametrieren ... 117
6.5.1 Wellenlängenauswahl ... 118
6.5.2 Datenvorbehandlung ... 121

6.6 Identifizierungsmodell publizieren ... 122

7 Qualifizierungsmodell 124

7.1 Qualifizierungsmodell erstellen ... 124

7.2 Proben auswählen und Datensatz aufteilen ... 125

7.3 Qualifizierungsmodell berechnen ... 132

7.4 Qualifizierungsmodell validieren ... 133

7.5 Qualifizierungsmodell parametrieren ... 135
7.5.1 Wellenlängenauswahl ... 136
7.5.2 Datenvorbehandlung ... 138

7.6 Qualifizierungsmodell publizieren ... 139

8 Modellhierarchie 141

8.1 Modellhierarchie entwickeln ... 142
8.1.1 Modelle entwickeln ... 142
8.1.2 Modelle in Modellhierarchie einfügen ... 143

8.2 Modellhierarchie validieren ... 150

8.3 Modellhierarchie publizieren ... 152

9 Prädiktion **154**

9.1 Prädiktion vorbereiten **154**

9.1.1 Mehrere Analyseparameter (Quantifizierung) 161

9.2 Prädiktion starten **163**

9.3 Prädiktionsresultate **166**

10 Test- und Wartungsintervalle **170**

10.1 Geräteleistungstests **170**

10.2 Wellenlängenkalibrierung **171**

10.3 Gerätewartung **171**

11 Anhang **172**

11.1 Reporte **172**

11.2 Tabellen handhaben **172**

11.3 Diagramme handhaben **173**

11.4 PREDICT -Befehlsvariablen **177**

11.4.1 Modellhierarchie – Index für Quantifizierungsmodelle 182

11.5 Modelle exportieren und importieren **184**

11.6 Wechsel von XDS/DS Analyzer (Quantifizierung) **185**

11.7 Workflows für OMNIS NIR Analyzer **189**

1 Überblick

1.1 Einleitung

Dieses Tutorial beschreibt die Bedienung von Geräten der Produktfamilie **OMNIS NIR Analyzer**, basierend auf der OMNIS Software-Version 4.7.

Das Tutorial gibt einen kurzen Überblick über die OMNIS Software und beschreibt die Geräteeinrichtung, die Modellentwicklung und die Prädiktion.

1.2 Angaben zur Dokumentation

Mögliche Darstellungen in der Dokumentation:

(**1**)	Verweis auf Positionsnummer in der Abbildung
1	Anweisungsschritt
Methode	Parameter, Menüpunkte, Registerkarten und Dialoge
Prozesse ▶ Arbeitsvorschriften	Menüpfad
[Weiter]	Schaltfläche oder Taste
i	Ergänzende Informationen zum beschreibenden Text

1.3 OMNIS-Lizenzen

OMNIS ist eine modulare Plattform. Gerätefunktionen und Softwaremodule sind frei kombinierbar:

- Gerätefunktionen sind als Lizenzpakete verfügbar (siehe *Metrohm Knowledge Base*).
  Für dieses Tutorial wird die folgende Funktionslizenz benötigt:
  - Funktionslizenz Lab NIR Spectroscopy

- Softwaremodule können einzeln lizenziert und aktiviert werden (siehe *Metrohm Knowledge Base*).
  Für dieses Tutorial werden die folgenden Softwarelizenzen benötigt (Beispiel für OMNIS Stand-Alone):
  - Softwarelizenz OMNIS Stand-Alone
  - Für die Entwicklung von Quantifizierungsmodellen: Softwarelizenz Quant Development
  - Für die Entwicklung von Identifizierungsmodellen und Qualifizierungsmodellen: Softwarelizenz Ident Development

Weitere Informationen zu Lizenzen sind unter *Metrohm Knowledge Base* oder beim regionalen Metrohm-Vertreter erhältlich.

1.4 Benutzerrechte

Falls die Benutzerverwaltung aktiviert ist, kann ein Administrator weitere Benutzer anlegen und Benutzerrechte zuweisen. Benutzerrollen fassen eine Reihe einzelner Rechte zusammen und erleichtern somit die Rechteverwaltung (siehe *Metrohm Knowledge Base*).

Falls die Benutzerverwaltung aktiviert ist, wird für die vollständige Durchführung dieses Tutorials die Benutzerrolle **Methodenentwickler** oder **Laborleiter** benötigt.

Alternativ kann die OMNIS Software ohne aktivierte Benutzerverwaltung genutzt werden.

1.5 Weiterführende Informationen

Die OMNIS-Hilfe kann aus der OMNIS Software oder über einen Webbrowser aufgerufen werden.

Hilfe aus der OMNIS Software heraus aufrufen

- **Online- oder Offline-Zugriff festlegen**
  - Online-Zugriff (Internetzugang erforderlich): In der Titelleiste unter ••• die Option **Metrohm Knowledge Base** aktivieren.
  - Offline-Zugriff: In der Titelleiste unter ••• die Option **Metrohm Knowledge Base** deaktivieren.
- **Startseite der Hilfe aufrufen**
  - In der Titelleiste unter ••• auf **Hilfe** klicken.
  - Oder auf die **[F1]**-Taste drücken.
- **Kontextabhängige Hilfe aufrufen**
  - Im betreffenden Bereich oder Fenster auf ? klicken.
    Hinweis: Beim Offline-Zugriff erscheint immer die Startseite.

Hilfe über einen Webbrowser aufrufen

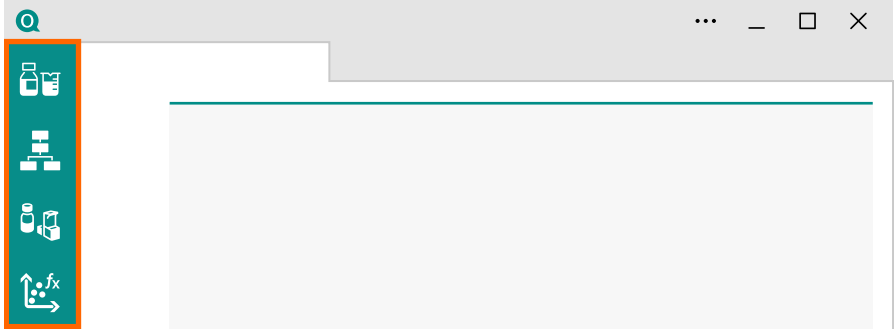
- *https://guide.metrohm.com/* aufrufen.
- Auf **OMNIS Software** klicken.
- Unter dem Filter **Release** die gewünschte Version der OMNIS Software auswählen.
- Für die aktuellste Version der OMNIS Software und für Long-term support-Versionen steht die Hilfe auch als PDF zur Verfügung: Filter **Informationen** ► **Publikation** ► **Handbuch** verwenden.

2 Kurzübersicht über die OMNIS Software

2.1 Aufbau und Funktionen

2.1.1 Arbeitsbereiche

Die OMNIS Software teilt die Benutzeroberfläche in mehrere Arbeitsbereiche ein. Die Icons auf der linken Bildschirmseite öffnen jeweils einen bestimmten Arbeitsbereich.



Arbeitsbereiche

	Im Arbeitsbereich **Proben** können Proben organisiert und Teilproben analysiert werden.
	Im Arbeitsbereich **Prozesse** können Arbeitsvorschriften und Methoden für die Analyse von Proben festgelegt werden.
	Im Arbeitsbereich **Equipment** können Geräte und Zubehör verwaltet werden.
	Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** können spektroskopische Modelle entwickelt werden. Ein Modell ermöglicht die Prädiktion von Probeneigenschaften.

Ausserdem gibt es den Arbeitsbereich **Einstellungen**.

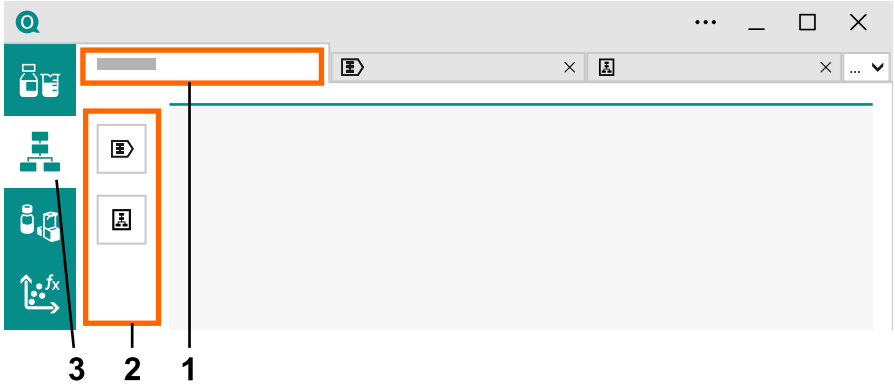
Je nach System sind auch die Arbeitsbereiche **Benutzerverwaltung** und **Audit Trail** vorhanden.

2.1.2 Registerkarten und Unterbereiche

Ein Arbeitsbereich enthält eine oder mehrere **Registerkarten**. Jede Registerkarte erfüllt einen bestimmten Zweck. Im Arbeitsbereich Prozesse kann eine Registerkarte z. B. die Bearbeitung einer Arbeitsvorschrift ermöglichen.

Jeder Arbeitsbereich hat seine eigenen Registerkarten. Die Registerkarte ganz links (**1**) dient der Organisation des ausgewählten Arbeitsbereichs.

Von hier aus können andere Registerkarten zur Ausführung bestimmter Aufgaben geöffnet werden.



Arbeitsbereiche sind weiter in **Unterbereiche** unterteilt. Die Registerkarte ganz links (**1**) zeigt die Unterbereiche (**2**) des ausgewählten Arbeitsbereichs (**3**) an.

Relevante Unterbereiche

Die folgende *Abbildung 1* zeigt eine schematische Darstellung. Der Arbeitsbereich Proben enthält eine Probenliste. Die Probenliste enthält Proben und Teilproben. Jeder Teilprobe ist eine Arbeitsvorschrift zugewiesen.

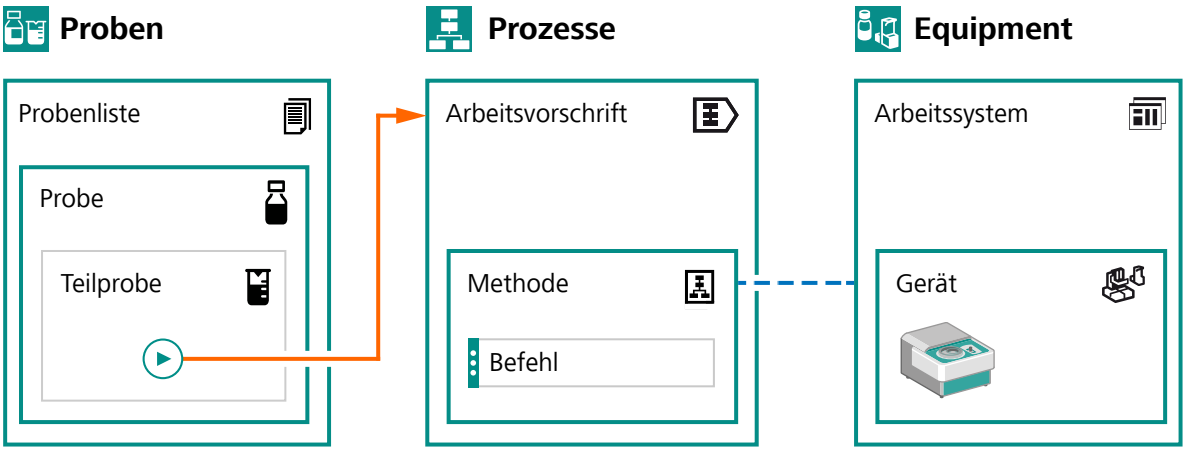


Abbildung 1 3 Arbeitsbereiche mit relevanten Unterbereichen

→	Eine Teilprobe ruft eine Arbeitsvorschrift auf.
- - - -	Der Methode ist ein Arbeitssystem zugewiesen.

Wird eine Teilprobe analysiert, startet die OMNIS Software die zugewiesene Arbeitsvorschrift und führt die darin enthaltenen Methoden und Befehle aus.

Der Methode ist ein Arbeitssystem zugewiesen. Dadurch können Befehle auf das Arbeitssystem und die darin enthaltenen Funktionseinheiten zugreifen.

2.1.3 Arbeitsbereich Proben

Eine **Probe** ist die zu analysierende Substanz. Eine Probe wird in eine oder mehrere Teilproben unterteilt.

Einer **Teilprobe** ist eine Arbeitsvorschrift zugewiesen. Bei einer Analyse der Teilprobe wird die zugewiesene Arbeitsvorschrift ausgeführt.

Eine **Probenliste** organisiert Proben und Teilproben. Eine Probe oder Teilprobe kann in einer oder mehreren Probenlisten enthalten sein.

Ein **Probenprofil** ist eine Vorlage für das Erstellen von Proben.

Proben – Überblick

Im Arbeitsbereich **Proben** können Proben organisiert und Teilproben analysiert werden.

Die folgende *Abbildung 2* zeigt ein vereinfachtes Beispiel einer Probenliste mit einer Probe, die wiederum eine Teilprobe enthält.

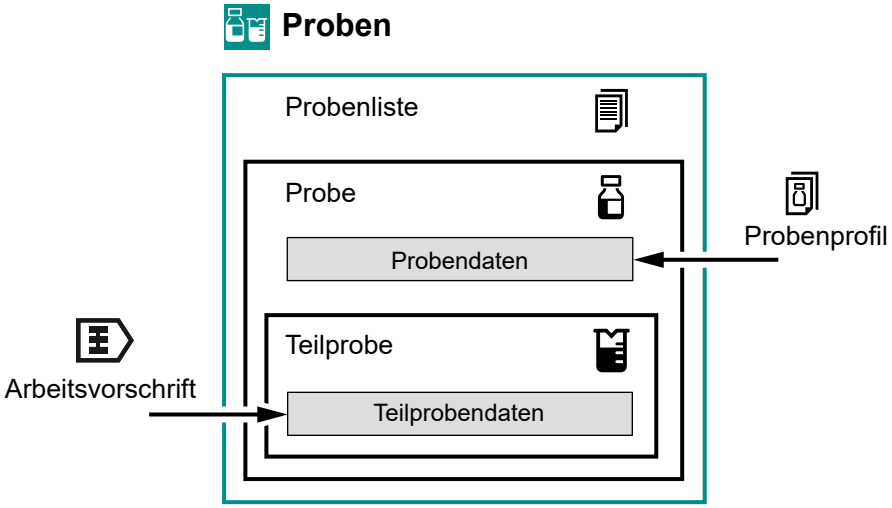


Abbildung 2 Arbeitsbereich Proben

→ Spezifikation von Datenfeldern.

Für Proben und Teilproben können Datenfelder angelegt werden. Zum Beispiel Probendaten für Referenzwerte oder Teilprobendaten für Analyseresultate.

Abbildung 2 zeigt auch, wie Datenfelder erstellt werden:

- Mit einem Probenprofil können Felder für Probendaten vorgegeben werden.
- Mit einer Arbeitsvorschrift können Felder für Teilprobendaten vorgegeben werden.

Datenfelder können manuell oder automatisch (z. B. durch einen Befehl) mit Daten befüllt werden.

Proben – Unterbereiche

Der Unterbereich **Probenlisten** bietet die folgenden Funktionen:

- Probenlisten erstellen und verwalten.
- In einer Probenliste:
  - Neue Proben oder Teilproben hinzufügen.
  - Teilproben verarbeiten, wodurch für jede Teilprobe die ihr zugewiesene Arbeitsvorschrift ausgeführt wird.
    Die Arbeitsvorschrift kann z. B. eine Probenanalyse oder eine Wellenlängenkalibrierung durchführen.

Im Unterbereich **Suchabfragen** können mit Suchabfragen alle Proben und Teilproben in der Datenbank nach verschiedenen Kriterien gefiltert werden.

Die Filterkriterien können als Suchabfrage gespeichert werden.

Die gefundenen Proben können als Probenliste gespeichert werden.

Im Unterbereich **Probenprofile** legt ein Probenprofil Folgendes für eine Reihe ähnlicher Proben fest:

- Struktur der Probendaten, d. h. Anzahl und Typ der Felder für Probendaten.
- Standardwerte für Felder für Probendaten.
- Eine oder mehrere Standardarbeitsvorschriften, die jeweils für eine Standardanzahl an Teilproben gelten.

2.1.4 Arbeitsbereich Prozesse

Prozesse – Überblick

Im Arbeitsbereich **Prozesse** können Arbeitsvorschriften und Methoden für die Analyse von Proben festgelegt werden.

Die folgende *Abbildung 3* veranschaulicht die Bausteine für Prozesse:

- **Arbeitsvorschriften**
- **Methoden**
- **Befehle** (z. B. **MEAS SPEC**)

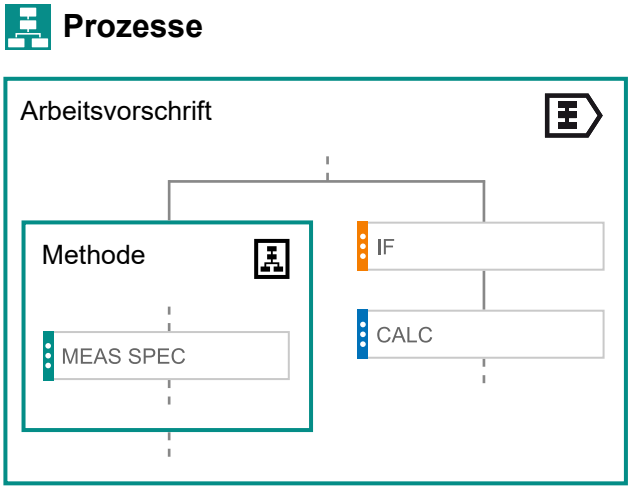


Abbildung 3 Arbeitsbereich Prozesse

Prozesse – Unterbereiche

	Im Unterbereich **Arbeitsvorschriften** können Arbeitsvorschriften aus Methoden und Befehlen zusammengestellt werden. Die Methoden und Befehle können für eine sequentielle oder gleichzeitige Ausführung angeordnet werden.
	Im Unterbereich **Methoden** können Methoden aus Befehlen zusammengestellt werden. Die Befehle können für eine sequentielle oder gleichzeitige Ausführung angeordnet werden. Eine Methode kann Befehle zur Steuerung der Aktionen eines Arbeitssystems enthalten. Diese Befehle werden in dem der Methode zugewiesenen Arbeitssystem ausgeführt.

2.1.5 Arbeitsbereich Equipment

Equipment – Überblick

	Im Arbeitsbereich **Equipment** können Geräte und Zubehör verwaltet werden.

Die folgende *Abbildung 4* zeigt, wie ein Gerät zugänglich gemacht wird:

1. Im Unterbereich **Geräte** werden in einem Inventar alle verfügbaren Netzwerk- und USB-Geräte aufgeführt.
2. Über das **Inventar** kann ein Gerät reserviert werden. Dadurch werden die Funktionseinheiten des Geräts für den Benutzer verfügbar.
3. Im Unterbereich **Arbeitssysteme** kann ein Arbeitssystem mit allen für die Bestimmung benötigten Funktionseinheiten zusammengestellt werden.

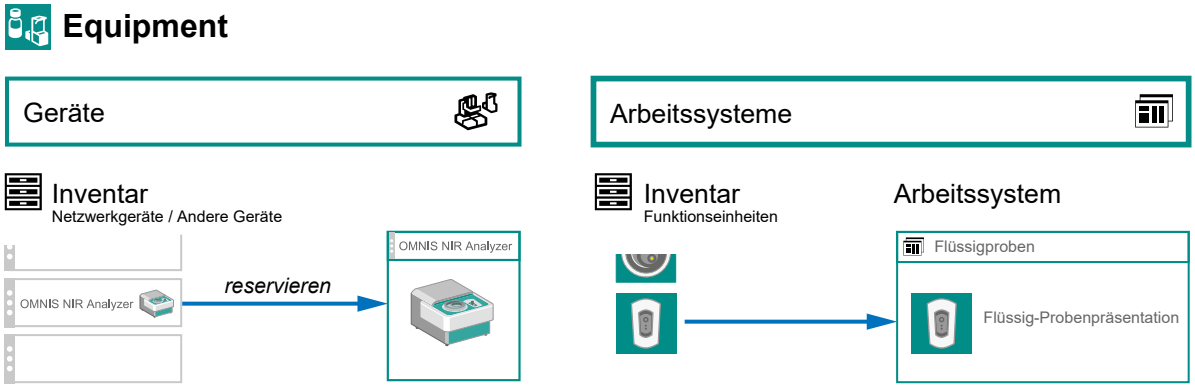


Abbildung 4 Arbeitsbereich Equipment

Equipment – Unterbereiche

	Im Unterbereich **Geräte** können Geräte reserviert und freigegeben werden. Ist ein Gerät reserviert, stehen seine Funktionseinheiten dem Benutzer zur Verfügung. Nach der Analyse kann das Gerät wieder freigegeben werden, damit andere Benutzer darauf zugreifen können.
	Im Unterbereich **Arbeitssysteme** können Arbeitssysteme aus einer oder mehreren Funktionseinheiten zusammengestellt werden. Die gleiche Funktionseinheit kann in mehreren Arbeitssystemen enthalten sein. Um Proben zu analysieren, greift eine Methode auf ein Arbeitssystem zu und nutzt die darin enthaltenen Funktionseinheiten. Ein Arbeitssystem kann mehreren Methoden zugewiesen sein. **Hinweis**: Die Funktionseinheiten im Arbeitssystem können bei Bedarf einfach ausgetauscht werden. Auf diese Weise lassen sich Analysen auf unterschiedlichen Geräten ausführen, ohne die Methoden ändern zu müssen.

2.1.6 Arbeitsbereich Kalibrierung und Auswertung

Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** können spektroskopische Modelle entwickelt werden. Ein Modell ermöglicht die Analyse einer Probe auf Basis des aufgenommenen Spektrums:

- **Quantifizierungsmodell**: Prädiktion eines quantitativen Analyseparameters (z. B. Wassergehalt 5.1 %)
- **Identifizierungsmodell**: Identifizierung oder Verifizierung einer Probe (z. B. Fruktose)
- **Qualifizierungsmodell**: Qualifizierung einer Probe (z. B.: die Probe entspricht den Spezifikationen)

Kalibrierung und Auswertung – Überblick

	Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** können Modelle und Modellhierarchien entwickelt werden.

Der Arbeitsbereich ist in Unterbereiche unterteilt.

Kalibrierung und Auswertung – Unterbereiche

	Im Unterbereich **Quantifizierungsmodelle** können Quantifizierungsmodelle entwickelt werden. Ein Quantifizierungsmodell beschreibt die Abhängigkeit eines quantitativen Analyseparameters von den aufgenommenen Spektren der Proben.
	Im Unterbereich **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen** können Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen erstellt werden. Damit lassen sich systematische Fehler bei der Anwendung eines bestimmten Quantifizierungsmodells korrigieren. Systematische Fehler können z. B. bei Änderungen in den Proben oder in der Probenhandhabung auftreten.
	Im Unterbereich **Identifizierungsmodelle** können Modelle für die Identifizierung und die Verifizierung von Proben entwickelt werden. Ein Identifizierungsmodell unterteilt Proben anhand der aufgenommenen Spektren in verschiedene Produkte (z. B. Fruktose, Glukose und Laktose).
	Im Unterbereich **Qualifizierungsmodelle** können Modelle für die Qualifizierung von Proben entwickelt werden. Ein Qualifizierungsmodell unterteilt Proben anhand der aufgenommenen Spektren in positive (verwendbare) und negative (nicht verwendbare) Proben.
	Im Unterbereich **Modellhierarchien** können Modellhierarchien entwickelt werden: ▪ Falls sich die Proben nicht durch ein einziges Identifizierungsmodell unterscheiden lassen, kann eine Modellhierarchie mehrere Identifizierungsmodelle hierarchisch verknüpfen. ▪ Falls für identifizierte Proben quantitative Analysen durchgeführt werden sollen, kann eine Modellhierarchie Quantifizierungsmodelle mit Produkten verknüpfen. ▪ Falls für ein Quantifizierungsmodell präzisere Resultate erforderlich sind, können untergeordnete Quantifizierungsmodelle erstellt und verknüpft werden. Jedes dieser untergeordneten Modelle wird für einen Teil des Referenzwertbereichs des übergeordneten Modells optimiert.

2.2 Praktische Einführung

Die folgende Einführung bietet einen ersten Einblick in die OMNIS Software.

Arbeitsbereiche

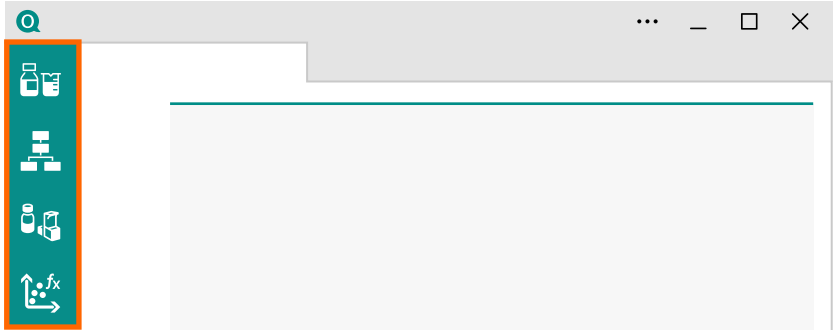
Die OMNIS Software teilt die Benutzeroberfläche in mehrere Arbeitsbereiche ein. Arbeitsbereiche können verschiedene Unterbereiche haben.

In diesem Tutorial werden Unterbereiche durch einen Menüpfad angegeben. Beispiel: Der Unterbereich **Methoden** im Arbeitsbereich **Prozesse** wird angegeben mit **Prozesse** ▶ **Methoden**.

Im Folgenden wird gezeigt, wie ein solcher Unterbereich eines Arbeitsbereichs geöffnet wird.

1 Einen Arbeitsbereich öffnen

Auf die Icons auf der linken Bildschirmseite klicken, um zwischen verschiedenen Arbeitsbereichen zu wechseln.

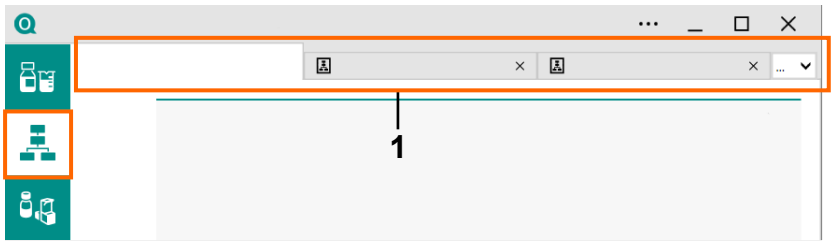


Für das obige Beispiel den Arbeitsbereich **Prozesse** durch Anklicken des entsprechenden Icons öffnen.

Tooltips

Wird der Cursor über ein Icon platziert, erscheint ein Tooltip mit dem Namen des Arbeitsbereichs, einer kurzen Erklärung und einem Link zu weiterführenden Informationen. Auf die gleiche Weise lassen sich Tooltips zu anderen Elementen der Benutzeroberfläche anzeigen.

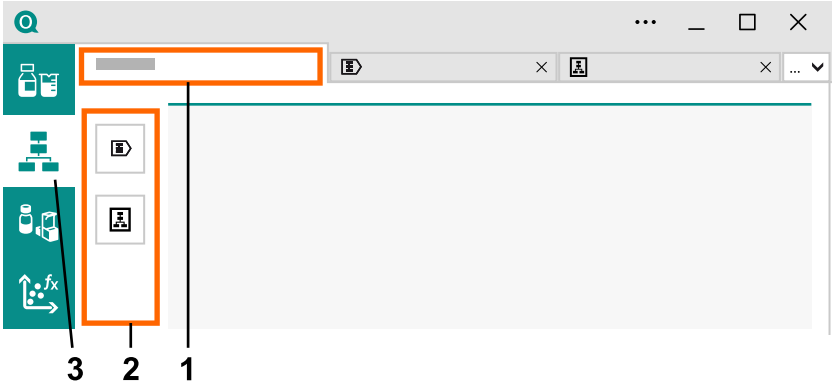
Zum Anzeigen von Tooltips auf einem Touchscreen das Element länger berühren.



Der Arbeitsbereich kann eine oder mehrere Registerkarten (**1**) enthalten.

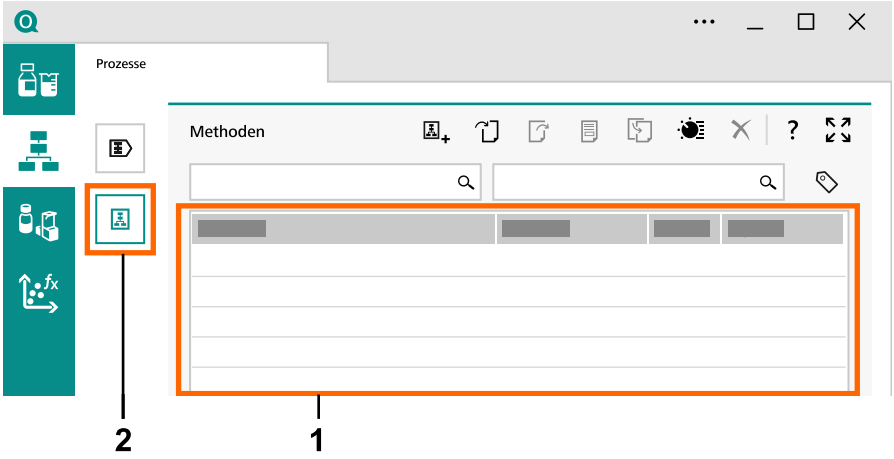
2 Registerkarte Unterbereich öffnen

Auf die Registerkarte ganz links (**1**) klicken, um die Unterbereiche (**2**) des ausgewählten Arbeitsbereichs (**3**) anzuzeigen.



3 Einen Unterbereich öffnen

Den Unterbereich **Methoden** durch Anklicken von (**2**) öffnen.



Der Unterbereich **Methoden** enthält eine Übersichtsliste mit allen Methoden in der Datenbank (**1**).

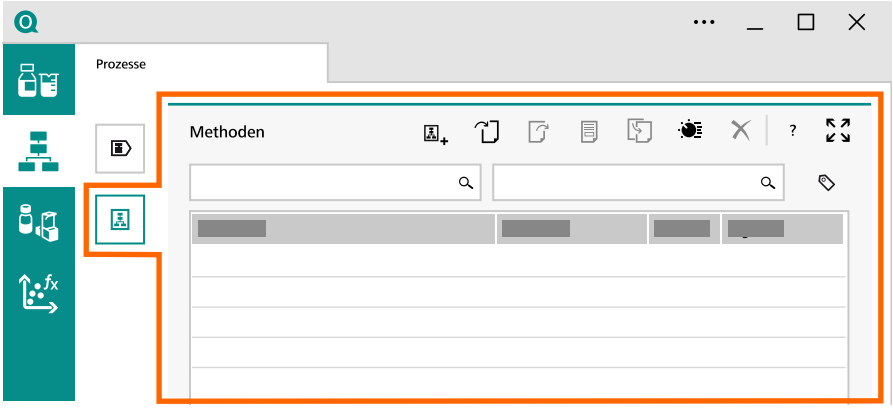
Registerkarten

Wie oben in Schritt 3 dargestellt, kann der Unterbereich eines Arbeitsbereichs eine Übersichtsliste enthalten. Wird ein Eintrag in der Liste geöffnet oder ein neuer Eintrag erstellt, wird er in einer eigenen Registerkarte dargestellt.

Im Folgenden wird beispielhaft die Erstellung einer neuen Methode beschrieben.

1 Den Unterbereich Methoden öffnen

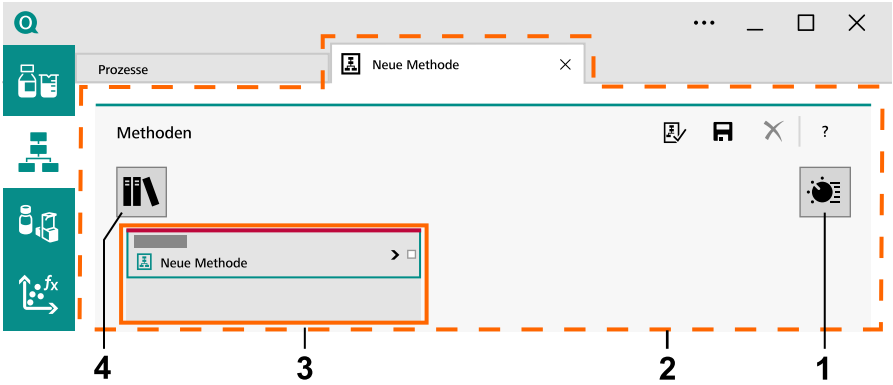
Prozesse ▶ **Methoden** wie oben beschrieben öffnen.



2 Methode erstellen

- Auf ➕ klicken.

Es erscheint eine neue Registerkarte namens *Neue Methode* (**2**), in der die Methode erstellt werden kann (**3**).



Die Icons (**1**) und (**4**) bieten Zugriff auf andere, gegenwärtig ausgeblendete Fenster, wie im Folgenden erläutert wird.

Fenster

Fenster sind Teil einer Registerkarte oder eines Bereichs in der Registerkarte. Einige Fenster sind sichtbar, andere sind ausgeblendet und müssen über ein Icon geöffnet werden.

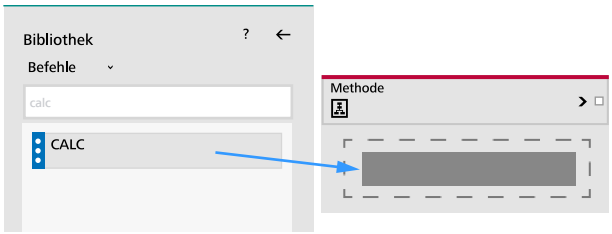
1 Bibliotheksfenster

Eine Bibliothek enthält Elemente, die in einen Prozess eingefügt werden können.

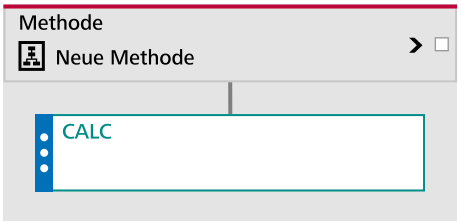
- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
  Das Bibliotheksfenster öffnet sich:

Das Bibliotheksfenster hat verschiedene **Unterbereiche**, die aus der Auswahlliste (**1**) ausgewählt werden können, z. B. **Bibliothek ▶ Befehle**.
Das Suchfeld (**2**) ermöglicht die Suche nach Elementen eines Unterbereichs, z. B. nach Befehlen (**3**).

- Als Beispiel den Befehl **CALC** in die Methode einfügen:
  - Unter **Bibliothek** ▶ **Befehle** nach dem Befehl **CALC** suchen.
  - Den Befehl **CALC** per Drag-and-drop in die Methode einfügen.



Nun enthält die Methode einen Befehl:

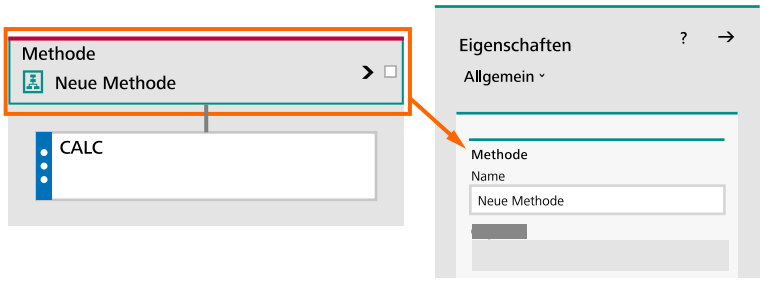


Bei Bedarf können weitere Befehle eingefügt werden. Befehle, die untereinander angeordnet werden, werden sequentiell ausgeführt. Befehle, die nebeneinander angeordnet werden, werden parallel ausgeführt.

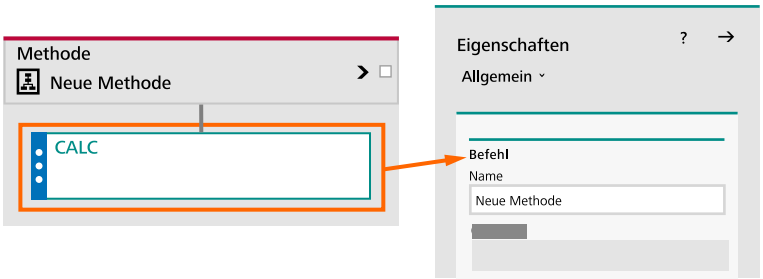
- Zum Schliessen des Bibliotheksfensters auf ← klicken.

2 Eigenschaftenfenster

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
  Der Inhalt des Eigenschaftenfensters hängt vom ausgewählten Element ab:
  - Durch Anklicken von Methode auf die Methodeneigenschaften zugreifen:



  - Durch Anklicken von CALC auf die Befehlseigenschaften zugreifen:



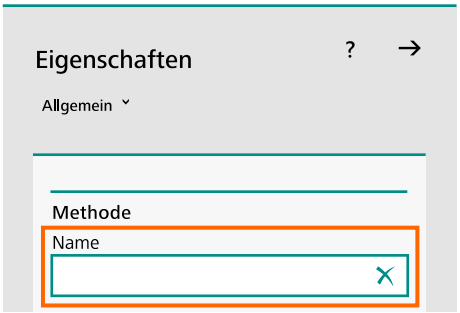
  - Ein Doppelklick auf eines der Elemente öffnet den Unterbereich **Eigenschaften** ▶ **Parameter**.
- Zum Schliessen des Eigenschaftenfensters auf → klicken.

Abschluss der Einführung

1 Methode benennen

- Auf Methode klicken.
- **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** öffnen.

- Einen Namen für die Methode eingeben:



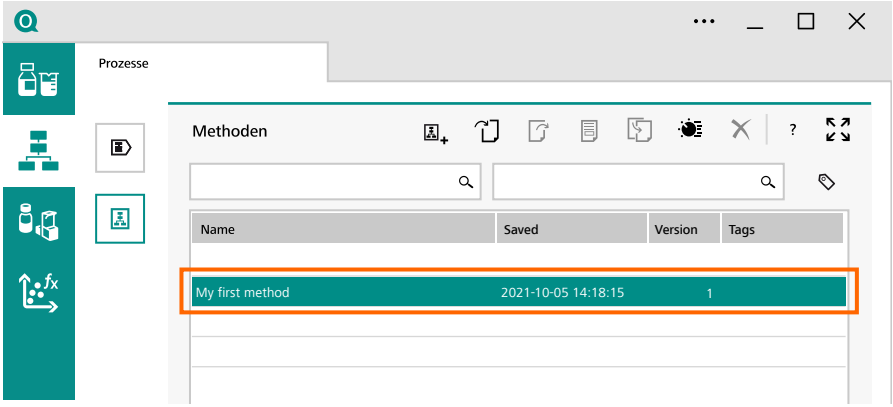
2 Methode speichern

- Die Methode durch Klicken auf oder Drücken der Tasten **[CTRL]+[S]** speichern.

3 Übersichtsliste öffnen

- Die Registerkarte schliessen und zurück zur Registerkarte des Unterbereichs (die Registerkarte ganz links) **Prozesse** ▶ **Methoden** wechseln.

Die erstellte Methode wird nun in der Übersichtsliste angezeigt:



4 Methode löschen

- Die erstellte Methode auswählen.
- Die ausgewählte Methode durch Anklicken von löschen.
  Hinweis: Solange eine Methode in einer Registerkarte geöffnet ist, kann sie nicht gelöscht werden.
- Eine Bestätigungsmeldung erscheint.
  Den Namen der zu löschenden Methode überprüfen.
- Mit **Löschen** bestätigen.

Die Methode wird aus der Datenbank und der Übersichtsliste gelöscht.

2.3 OMNIS Befehle

Befehle führen bestimmte Aufgaben aus. Mit dem Befehl **MEAS SPEC** wird z. B. ein Spektrum aufgenommen. Der Befehl **MEAS SPEC** wird in einer Methode verwendet und kann auf das der Methode zugewiesene Arbeitssystem zugreifen.

Einige Befehle können auch in Arbeitsvorschriften eingefügt werden, z. B. der **IF**-Befehl.

Befehle werden zweizeilig dargestellt. In der ersten Zeile steht der Name des Befehlstyps (z. B. **MEAS SPEC**), in der zweiten Zeile ein benutzerspezifischer Befehlsname.

Es bietet sich an, den Standard-Befehlsnamen (z. B. Spektrum 1 aufnehmen) in einen spezifischeren Namen zu ändern. Die Querverweise auf den Befehl werden automatisch angepasst.

Der linke Rand des Befehlselements hat je nach Art des Befehls eine andere Farbe:

- Messbefehle, Kalibrierbefehle und Titrationsbefehle

- Strukturbefehle, die den Methodenablauf steuern (z. B. Verzweigungen und Loops)

- Dosierbefehle, Automationsbefehle und weitere Befehle

Befehlsvariablen

Jeder Befehl besitzt mindestens eine Befehlsvariable, die im Prozessablauf erzeugt wird und unter der Bezeichnung '**Variablenname**.*Befehlsname*' in einer Formel verwendet werden kann.

Die folgende Variable ist für alle Befehle verfügbar:

'**Finished**.*Befehlsname*'

Status des Befehls.

- **Ungültig**: Der Befehl wurde (noch) nicht gestartet.
- **0**: Der Befehl läuft noch.
- **1**: Der Befehl wurde korrekt beendet.
- **2**: Der Befehl wurde nicht korrekt beendet. Ein Fehler oder eine Warnung ist aufgetreten.
- **3**: Der Befehl wurde durch einen **SKIP**-Befehl oder manuell in den **Live-Daten** übersprungen.
- **4**: Der Befehl wurde durch einen manuellen Eingriff des Benutzers (Stopp oder Nothalt), durch einen **STOP**-Befehl oder aufgrund eines Fehlers bei einem parallel ablaufenden Befehl gestoppt.

2.3.1 Spektrenaufnahme

Befehls-name	Beschreibung	Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von *.Befehlsname*)
PREP SPEC Für Funktions-einheiten vom Typ **Liquid Sample Pre-sentation**	Bereitet die Analyse flüssiger Proben vor: ▪ Stellt sicher, dass der eingesetzte Probenhalter zum vorgegebenen Probengefäss passt. Andernfalls wird die Bestimmung abgebro-chen. ▪ Stellt sicher, dass ein Probenge-fäss eingesetzt ist. Andernfalls erscheint eine Aufforderung zum Einsetzen der Probe. ▪ Ermöglicht eine Temperaturrege-lung am Probengefäss oder am Probenhalter *(siehe "Temperatur-regelung (Liquid Sample Presen-tation)", Kapitel 2.5, Seite 30)*.	

Befehls-name	Beschreibung	Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von *.Befehlsname*)
MEAS REF SPEC	Nimmt auf der zugewiesenen Funktionseinheit ein Referenzspektrum auf. Das Referenzspektrum wird auf dem Gerät gespeichert. Es gibt 1 Referenzspektrum pro Funktionseinheit. Mit jeder Ausführung des **MEAS REF SPEC**-Befehls wird das vorherige Referenzspektrum überschrieben. Das gespeicherte Referenzspektrum wird von allen **MEAS SPEC**-Befehlen verwendet, die auf der jeweiligen Funktionseinheit ausgeführt werden.	▪ **Date.Result** Zeitpunkt, an dem das Referenzspektrum aufgenommen wurde. Zusätzlich für Funktionseinheiten vom Typ **Liquid Sample Presentation**: ▪ **TemperatureControlMode.Result** Ort der Temperaturregelung – **Inactive**: Keine Temperaturregelung. – **Sample holder**: Die Temperatur wurde am Probenhalter geregelt. – **Sample vessel**: Die Temperatur wurde am Probengefäss geregelt. ▪ **CurrentTemperature.Result** Aktuelle Temperatur während der Ausführung des Befehls. Einheit: °C
MEAS SPEC	Nimmt auf der zugewiesenen Funktionseinheit ein Spektrum einer Probe auf. Anhand des Spektrums und des auf dem Gerät gespeicherten Referenzspektrums für die entsprechende Funktionseinheit wird das **Absorptionsspektrum** der Probe berechnet.	Für Funktionseinheiten vom Typ **Liquid Sample Presentation**: ▪ **TemperatureControlMode.Result** Ort der Temperaturregelung – **Inactive**: Keine Temperaturregelung. – **Sample holder**: Die Temperatur wurde am Probenhalter geregelt. – **Sample vessel**: Die Temperatur wurde am Probengefäss geregelt. ▪ **CurrentTemperature.Result** Aktuelle Temperatur während der Ausführung des Befehls. Einheit: °C

Befehls-name	Beschreibung	Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von *.Befehlsname*)
VESSEL REMOVAL Für Funktions-einheiten vom Typ **Liquid Sample Pre-sentation**	▪ Kann die Entnahme des Proben-gefässes sicherstellen. Der Pro-zessablauf wird solange unter-brochen, bis das Probengefäss entnommen ist. Dies ermöglicht einen kontrollierten Ablauf bei Serienbestimmungen. ▪ Falls die Temperatur am Proben-gefäss geregelt wird, wird der Temperatursensor vom Proben-gefäss wegbewegt. Sobald die Aufforderung zur Entnahme des Probengefässes erscheint, kann das Probengefäss ohne Beschädi-gung des Temperatursensors ent-nommen werden. ▪ Die Temperaturregelung kann deaktiviert oder am Probenhalter fortgesetzt werden.	

2.3.2 Prädiktion

PREDICT – Quantifizierung

Der **PREDICT**-Befehl wendet ein Modell auf ein Absorptionsspektrum an, das mit dem **MEAS SPEC**-Befehl aufgenommen wurde.

Ein Quantifizierungsmodell liefert eine Prädiktion eines quantitativen Analyseparameters. Optional kann eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur angewendet werden.

Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von ***.Befehlsname***)

- **Predicted.Quantification.Result**
  Vorhergesagtes Resultat für den Analyseparameter.
- **Uncorrected.Quantification.Result**
  Vorhergesagter Wert für den Analyseparameter ohne Anwendung der Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur.
- **Unit.Quantification.Result**
  Einheit des Analyseparameters.
- **IsOutlier.OutlierDetection.Result**
  Bewertung, die angibt, ob das Spektrum ein Ausreisser ist.
  0: Das Spektrum wird **nicht** als Ausreisser betrachtet.
  1: Das Spektrum wird als Ausreisser betrachtet (Hotellings T^2 oder Q-Residuen).

- **HotellingsT2.OutlierDetection.Result**
  Hotellings T^2 des Spektrums.
- **LimitHotellingsT2.OutlierDetection.Result**
  Hotellings T^2 Grenzwert für die Kennzeichnung als Ausreisser. Der Grenzwert ist abhängig vom Signifikanzniveau, das im Modell festgelegt wurde.
- **QResiduals.OutlierDetection.Result**
  Q-Residuen des Spektrums.
- **LimitQResiduals.OutlierDetection.Result**
  Q-Residuen Grenzwert für die Kennzeichnung als Ausreisser. Der Grenzwert ist abhängig vom Signifikanzniveau, das im Modell festgelegt wurde.
- **NearestNeighborDistance.OutlierDetection.Result**
  Nearest Neighbor Distance (NND) des Spektrums *(siehe "Quantifizierungsmodell publizieren", Seite 95)*.
  Falls das Modell ohne NND publiziert wurde: **Ungültig**
- **LimitNearestNeighborDistance.OutlierDetection.Result**
  NND-Grenzwert.
  Falls das Modell ohne NND publiziert wurde: **Ungültig**

PREDICT – Identifizierung und Verifizierung

Der **PREDICT**-Befehl wendet ein Modell auf ein Absorptionsspektrum an, das mit dem **MEAS SPEC**-Befehl aufgenommen wurde.

Ein Identifizierungsmodell liefert je nach Verwendung eine Identifizierung einer unbekannten Probe (z. B. Fruktose) oder eine Verifizierung der Produktzugehörigkeit einer Probe.

Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von ***.Befehlsname***)

- **Product.Identification.Result**
  Ermitteltes Produkt oder ermittelte Produktgruppe der identifizierten Probe.
  Falls die Identifizierung fehlgeschlagen ist, wird kein Resultat angezeigt.
- **Status.Identification.Result**
  - **Identified**: Identifizierung erfolgreich. Ein Produkt oder eine Produktgruppe konnte ermittelt werden.
  - **Ambiguous**: Identifizierung fehlgeschlagen. Die Wahrscheinlichkeitswerte von mehreren Produkten überschreiten die Wahrscheinlichkeitsschwelle.
  - **Unidentified**: Identifizierung fehlgeschlagen. Kein Wahrscheinlichkeitswert eines Produkts überschreitet die Wahrscheinlichkeitsschwelle.

- **Probability.Identification.Result**
  - **0.01 … 100**: Die Wahrscheinlichkeit in Prozent drückt die Plausibilität aus, mit der die Probe zum Produkt oder zur Produktgruppe gehört.
  - **Ungültig**: Identifizierung fehlgeschlagen.

Falls das Modell für die Verifizierung verwendet wurde:

- **Status.Verification.Result**
  - **1**: Verifizierung erfolgreich.
  - **0**: Verifizierung fehlgeschlagen.

PREDICT – Qualifizierung

Der **PREDICT**-Befehl wendet ein Modell auf ein Absorptionsspektrum an, das mit dem **MEAS SPEC**-Befehl aufgenommen wurde.

Ein Qualifizierungsmodell qualifiziert eine Probe als positive (verwendbare) Probe.

Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von ***.Befehlsname***)

- **Status.Qualification.Result**
  - **1**: Qualifizierung erfolgreich.
  - **0**: Qualifizierung fehlgeschlagen.

PREDICT – Modellhierarchie

Der **PREDICT**-Befehl wendet eine Modellhierarchie auf ein Absorptionsspektrum an, das mit dem **MEAS SPEC**-Befehl aufgenommen wurde.

Die Modellhierarchie liefert je nach Verwendung eine Identifizierung einer unbekannten Probe (z. B. Fruktose), eine Verifizierung der Produktzugehörigkeit einer Probe oder eine Quantifizierung von Analyseparametern einer Probe.

Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von ***.Befehlsname***)

- **Modellhierarchie (Identifizierung)**
  - **Product.Identification.Result**
    Ermitteltes Produkt oder ermittelte Produktgruppe der identifizierten Probe.
    Falls die Identifizierung fehlgeschlagen ist, wird kein Resultat angezeigt.
  - **Status.Identification.Result**
    Identified: Identifizierung erfolgreich. Ein Produkt oder eine Produktgruppe konnte identifiziert werden.
    Ambiguous: Identifizierung fehlgeschlagen. Die Wahrscheinlichkeitswerte von mehreren Produkten überschreiten die Wahrscheinlichkeitsschwelle.
    Unidentified: Identifizierung fehlgeschlagen. Kein Wahrscheinlichkeitswert eines Produkts überschreitet die Wahrscheinlichkeitsschwelle.
  - **Probability.Identification.Result**
    0.01 … 100: Die Wahrscheinlichkeit in Prozent drückt die Plausibilität aus, mit der die Probe zum Produkt oder zur Produktgruppe gehört.
    Ungültig: Identifizierung fehlgeschlagen.
- **Modellhierarchie (Verifizierung)**
  - **Status.Verification.Result**
    0: Verifizierung fehlgeschlagen.
    1: Verifizierung erfolgreich.

- **Modellhierarchie (Quantifizierung)**
  Hinweis: **x = Index des Quantifizierungsmodells** *(siehe "Modellhierarchie – Index für Quantifizierungsmodelle", Kapitel 11.4.1, Seite 182)*
  Falls kein Bezug auf ein Quantifizierungsmodell hergestellt werden kann, liefern die folgenden Variablen den Wert *Ungültig*.
  - **Predicted.Quantification{x}.Result**
    Vorhergesagter Endwert für den Analyseparameter.
  - **Uncorrected.Quantification{x}.Result**
    Vorhergesagter Wert für den Analyseparameter ohne Anwendung der Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur.
  - **Unit.Quantification{x}.Result**
    Einheit des Analyseparameters.
  - **ParameterName.Quantification{x}.Result**
    Name desReferenzparameters.
  - **IsOutlier.OutlierDetection{x}.Result**
    Bewertung, die angibt, ob das Spektrum ein Ausreisser ist.
    0: Das Spektrum wird **nicht** als Ausreisser betrachtet.
    1: Das Spektrum wird als Ausreisser betrachtet (Hotellings T^2 oder Q-Residuen).
  - **AnyOutlier.OutlierDetection.Result**
    0: Keines der Quantifizierungsmodelle stuft das Spektrum als Ausreisser ein.
    1: Mindestens ein Quantifizierungsmodell stuft das Spektrum als Ausreisser ein (Hotellings T^2 oder Q-Residuen).
  - **HotellingsT2.OutlierDetection{x}.Result**
    Hotellings T^2 des Spektrums.
  - **LimitHotellingsT2.OutlierDetection{x}.Result**
    Hotellings T^2 Grenzwert für die Kennzeichnung als Ausreisser. Der Grenzwert ist abhängig vom Signifikanzniveau, das im Modell festgelegt wurde.
  - **QResiduals.OutlierDetection{x}.Result**
    Q-Residuen des Spektrums.
  - **LimitQResiduals.OutlierDetection{x}.Result**
    Q-Residuen Grenzwert für die Kennzeichnung als Ausreisser. Der Grenzwert ist abhängig vom Signifikanzniveau, das im Modell festgelegt wurde.
  - **NearestNeighborDistance.OutlierDetection{x}.Result**
    Nearest Neighbor Distance (NND) des Spektrums *(siehe "Quantifizierungsmodell publizieren", Seite 95)*.
    Falls das Modell ohne NND publiziert wurde: **Ungültig**
  - **LimitNearestNeighborDistance.OutlierDetection{x}.Result**
    NND-Grenzwert.
    Falls das Modell ohne NND publiziert wurde: **Ungültig**

2.3.3 Berechnungen und Statistik

Befehls-name	Beschreibung	Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von *.Befehlsname*)
CALC	Führt Berechnungen durch, z. B. zur Weiterverarbeitung des vorhergesagten Resultats. Die Formel kann mithilfe des Formeleditors erstellt werden.	▪ '***Resultatname***' Resultatwert der Berechnung. Hinweis: Der '*Resultatname*' kann definiert oder in den Befehlsparametern berechnet werden. Der Standardname ist '*Resultat 1*'. ▪ '**MeanValue**.*Resultatname*' Mittelwert aller Resultate, die mit derselben Version der Arbeitsvorschrift und mit denselben Versionen der Methoden bereits zuvor bestimmt wurden. ▪ '**StandardDeviation**.*Resultatname*' Absolute Standardabweichung. Für die Berechnung werden die Werte der aktuellen Teilprobe sowie aller Teilproben verwendet, die mit derselben Version der Arbeitsvorschrift und mit denselben Versionen der Methoden bereits zuvor bestimmt wurden.
EVAL BASE STATISTICS	Ermittelt grundlegende statistische Werte eines Spektrums. Die zu verwendenden Datenvorbehandlungen und Wellenlängenbereiche können definiert werden.	▪ **Mean.Result** Mittelwert der Absorbanzwerte. ▪ **StandardDeviation.Result** Standardabweichung der Absorbanzwerte. ▪ **Minimum.Result** Minimalwert der Absorbanzwerte. ▪ **Maximum.Result** Maximalwert der Absorbanzwerte. ▪ **First.Result** Erster Absorbanzwert ▪ **Last.Result** Letzter Absorbanzwert ▪ **Integral.Result** Integralwert des Spektrums.

Darüber hinaus sind Strukturbefehle wie **IF**, **LOOP**, **SKIP**, **STOP**, **SYNC** oder **WAIT** verfügbar.

Der **EXPORT**- oder **REPORT**-Befehl kann zur Erstellung einer Ausgabe der Bestimmungsdaten verwendet werden.

2.3.4 Wellenlängenkalibrierung

Befehls-name	Beschreibung	Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von *.Befehlsname*)
CAL WL	Führt eine Wellenlängenkalibrierung des Geräts durch. Die Wellenlängenkalibrierung normiert die Wellenlängenwerte, d. h. die x-Achse der Spektren.	▪ **Date.Result** Zeitpunkt, an dem die Wellenlängenkalibrierung durchgeführt wurde.
VAL WL	Validiert die Wellenlängenkalibrierung.	▪ **Date.Result** Zeitpunkt, an dem die Wellenlängenkalibrierung validiert wurde. ▪ **OverallStatus.Result** **1**: Die Validierung war erfolgreich. **2**: Die Validierung ist fehlgeschlagen. ▪ **ExpectedWavelength.Peak{X}** Erwartete Wellenlänge (in nm) des Peaks X. ▪ **MeasuredWavelength.Peak{X}** Gemessene Wellenlänge (in nm) des Peaks X. ▪ **ExpectedBandwidth.Peak{X}** Erwartete Bandbreite (in nm) des Peaks X. ▪ **MeasuredBandwidth.Peak{X}** Gemessene Bandbreite (in nm) des Peaks X. ▪ **Index.Peak{X}** Peaknummer des Peaks X. Beispiel: 'Index.Peak{2}' ergibt das Resultat 2. Existiert kein Peak für X, ergeben die obigen Befehlsvariablen das Resultat: *Ungültig*

2.3.5 Geräteleistungstests

Befehls-name	Beschreibung	Erzeugte Befehlsvariablen (gefolgt von *.Befehlsname*)
TEST WL	Der Wellenlängentest prüft die Wellenlängengenauigkeit und Wellenlängenpräzision. **Intern** (obligatorisch): Der interne Wellenlängenstandard wird verwendet. **Extern** (optional): Ein externer Wellenlängenstandard wird verwendet.	▪ **Date.Result** Zeitpunkt, an dem der Wellenlängentest durchgeführt wurde. ▪ **OverallStatus.Result** **1**: Der Test war erfolgreich. **2**: Der Test ist fehlgeschlagen.
TEST NOISE	Der Rauschtest prüft das Signalrauschen. **Intern** (obligatorisch): Der Referenzpfad der verwendeten Probenpräsentation wird verwendet. **Low-Flux-Test** und **High-Flux-Test** (optional): Externe Referenzstandards werden verwendet.	▪ **Date.Result** Zeitpunkt, an dem das Signalrauschen getestet wurde. ▪ **OverallStatus.Result** **1**: Der Test war erfolgreich. **2**: Der Test ist fehlgeschlagen.
TEST PHOTOMETRIC LINEARITY	Der externe, optionale Test prüft die photometrische Linearität mit Hilfe von externen Referenzstandards.	▪ **Date.Result** Zeitpunkt, an dem die photometrische Linearität getestet wurde. ▪ **OverallStatus.Result** **1**: Der Test war erfolgreich. **2**: Der Test ist fehlgeschlagen.

2.4 Geräte reservieren und freigeben

Ein bestimmtes Gerät kann jeweils nur von einem OMNIS-System genutzt werden.

Das Gerät muss reserviert werden, bevor es genutzt werden kann. Solange das Gerät reserviert ist, kann kein anderes OMNIS-System darauf zugreifen.

Gerät reservieren

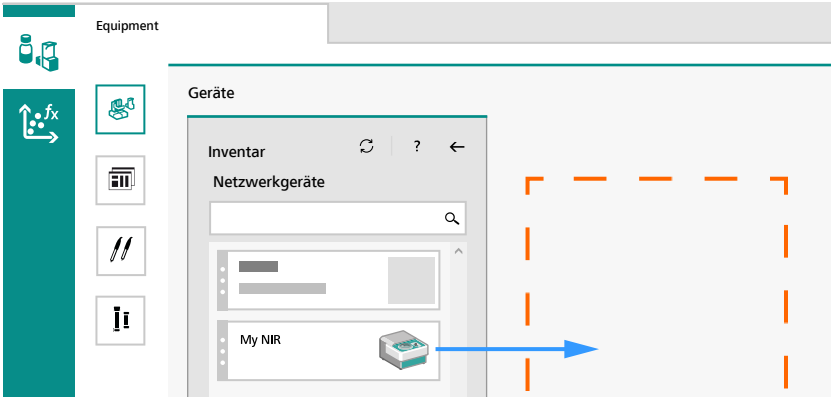
1 Verfügbare Geräte suchen

- **Equipment** ▶ **Geräte** öffnen.
- Das Fenster **Inventar** durch Klicken auf öffnen.

- Das benötigte Gerät suchen.
  Hinweis: Geräte mit ausgegrauten Icons sind nicht verfügbar.

2 Gerät reservieren

Das Gerät per Drag-and-drop in die danebenliegende Arbeitsfläche ziehen.



Das Gerät ist nun reserviert:

Eine grüne Statusleuchte neben dem Gerät zeigt an, dass das Gerät verwendet werden kann.

Bei Bedarf können weitere Geräte reserviert werden.

Das Gerät bleibt auch beim Beenden der OMNIS Software reserviert. Das Gerät wird erst beim Beenden von Windows freigegeben. Sobald der Computer erneut eingeschaltet wird, wird das Gerät wieder reserviert. Es macht keinen Unterschied, ob sich derselbe Benutzer oder ein anderer Benutzer anmeldet.

Gerät freigeben

Um ein reserviertes Gerät dauerhaft freizugeben, wie folgt vorgehen:

1 Unterbereich Geräte öffnen

- **Equipment** ▶ **Geräte** öffnen.

2 Gerät freigeben

- Das freizugebende Gerät auswählen.
- Durch Klicken auf ✕ das ausgewählte Gerät entfernen.

Das Gerät wird freigegeben und ist für andere Benutzer wieder verfügbar.

2.5 Temperaturregelung (Liquid Sample Presentation)

Die Temperaturregelung regelt wahlweise die Temperatur im Probenhalter oder in der Probe.

Temperaturregelung im Probenhalter

- Unterstützt Probenhalter für Einwegvials, Küvetten und Durchflusszellen.
- Zieltemperatur im Probenhalter: zwischen 25 °C und 80 °C (nicht tiefer als 5.0 K unter der Umgebungstemperatur).
- Genauigkeit der Temperatursensoren: < 0.5 K

Temperaturregelung in der Probe

- Unterstützt für Einwegvials.
- Zieltemperatur der Probe: zwischen 25 °C und 80 °C (nicht tiefer als 5.0 K unter der Umgebungstemperatur).
- Genauigkeit der Temperatursensoren: < 0.5 K
- Regelungsalgorithmus:
  - Der Regelungsalgorithmus berücksichtigt die definierte Zieltemperatur der Probe und die gemessene Temperatur an den Sensoren. Sobald die modellierte Temperatur in der Probe mit ausreichender Stabilität erreicht ist und nicht mehr als 0.5 K von der Zieltemperatur abweicht, kann die spektroskopische Messung starten. Ggf. startet die spektroskopische Messung bereits kurz nach Einsetzen des Einwegvials.
  - Typische Genauigkeit: 1.0 K (geprüft in Wasserproben für Probentemperaturen von 25 °C bis 80 °C bei einer Umgebungstemperatur von 23 °C).

Temperaturregelung einschalten

- Durch einen **PREP SPEC**-Befehl (Befehlsparameter **Temperaturregelung**).

- In der manuellen Bedienung (nur für Temperaturregelung am Probenhalter):
  - Unter **Equipment** ► **Geräte** mit einem Doppelklick auf das reservierte Gerät die **Manuelle Bedienung** öffnen.
  - Im Bereich **Temperatur regeln** im Eingabefeld **Zieltemperatur Probenhalter** die gewünschte Temperatur eingeben und auf ▶ klicken.

Temperaturregelung ausschalten

- Durch einen **VESSEL REMOVAL**-Befehl (Option **Deaktivieren**).
- In der manuellen Bedienung:
  - Unter **Equipment** ► **Geräte** mit einem Doppelklick auf das reservierte Gerät die **Manuelle Bedienung** öffnen.
  - Im Bereich **Temperatur regeln** auf ■ klicken. Die Temperaturregelung wird beendet, unabhängig davon, ob die Temperatur im Probenhalter oder in der Probe gemessen wird.
- Die Temperaturregelung wird generell nach 2 Stunden Inaktivität oder durch Ausschalten des Geräts beendet.

3 Gerät vorbereiten

Bevor das Gerät Spektren aufnehmen kann, sind folgende Vorbereitungen nötig:

- Es muss ein **Arbeitssystem** eingerichtet werden.

Anschliessend sorgen die folgenden Aufgaben dafür, dass die Spektren miteinander vergleichbar sind:

- Die **Wellenlängenkalibrierung** kalibriert die x-Achse der Spektren.
- Die **Geräteleistungstests** stellen sicher, dass die Geräteleistung den Anforderungen entspricht.
  Die Geräteleistungstests müssen regelmässig durchgeführt werden *(siehe "Geräteleistungstests", Kapitel 10.1, Seite 170)*.

Zusätzlich müssen die Absorbanzwerte auf der y-Achse der Spektren standardisiert werden. Dazu wird vor der Aufnahme von Spektren jeweils ein **MEAS REF SPEC**-Befehl eingesetzt.

Eine Veranschaulichung der Abläufe in der OMNIS Software ist im Anhang zu finden *(siehe "Gerät vorbereiten", Seite 189)*.

3.1 Arbeitssystem erstellen

Voraussetzung:

- Das Spektrometer ist reserviert *(siehe "Geräte reservieren und freigeben", Kapitel 2.4, Seite 28)*.

1 Arbeitssystem erstellen

- Unter **Equipment** ▶ **Arbeitssysteme** auf + klicken.

Eine neue Registerkarte öffnet sich.

2 Arbeitssystem benennen

- Den Unterbereich **Neues Arbeitssystem** auswählen.
  Der Rahmen des Unterbereichs wird grün.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

3 Funktionseinheit einfügen

- Das Fenster **Inventar** durch Klicken auf öffnen.
- Die Funktionseinheit **Liquid Sample Presentation** oder **Solid Sample Presentation** per Drag-and-drop in das Arbeitssystem einfügen.

Geräte vom Typ **OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid** stellen 2 Funktionseinheiten zur Verfügung. Metrohm empfiehlt die Erstellung von separaten Arbeitssystemen mit jeweils einer der beiden Funktionseinheiten.

Eine Funktionseinheit kann wieder aus dem Arbeitssystem entfernt werden:

- Die zu löschende Funktionseinheit auswählen.
- Auf klicken oder die Taste **[Entf]** drücken.

Bei Bedarf kann der Name der Funktionseinheit geändert werden:

- Die Funktionseinheit auswählen, deren Name geändert werden soll.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** ▶ **Name** einen passenden Namen eingeben.

4 Arbeitssystem speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Eine Funktionseinheit kann mehreren Arbeitssystemen zugeordnet werden.

Sobald das Arbeitssystem erstellt ist, kann das Gerät freigegeben und nach Bedarf wieder reserviert werden.

3.2 Wellenlängenkalibrierung

Die Wellenlängenkalibrierung sorgt für die Vergleichbarkeit der Wellenlängenwerte der Spektren. Sie nutzt einen internen, metrologisch rückführbaren Wellenlängenstandard.

Die Wellenlängenkalibrierung erfolgt in 2 Schritten:

1. Der Befehl **CAL WL** normiert die Wellenlängenwerte, d. h. die x-Achse der Spektren.
2. Der Befehl **VAL WL** validiert die Wellenlängenkalibrierung.
   Die Validierung muss erfolgreich durchgeführt werden, bevor mit der Funktionseinheit Spektren aufgenommen werden können.

Geräte vom Typ **OMNIS NIR Analyzer Liquid/Solid** stellen 2 Funktionseinheiten zur Verfügung. Wellenlängenkalibrierung und Validierung müssen für beide Funktionseinheiten separat durchgeführt werden.

3.2.1 Wellenlängenkalibrierung vorbereiten

Bei der erstmaligen Verwendung der OMNIS Software vor dem Fortfahren die Einleitung lesen *(siehe "Praktische Einführung", Kapitel 2.2, Seite 11)*.

Die unten stehenden Anweisungen befolgen, um eine Methode mit den Befehlen **CAL WL** und **VAL WL** zu erstellen. Anschliessend eine Arbeitsvorschrift, ein Probenprofil und eine Probenliste erstellen. Damit kann die Wellenlängenkalibrierung auf die gleiche Weise wie eine Probenbestimmung gestartet werden.

Methode erstellen

1 Methode erstellen

- Unter **Prozesse** ▶ **Methoden** auf + klicken.

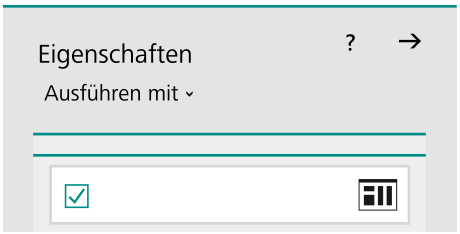
Eine Registerkarte mit der neu erstellten Methode und dem Titel **Neue Methode** wird eröffnet.

2 Methode benennen

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** den folgenden Namen in das Feld **Name** eingeben: **Wavelength Cal/Val**.

3 Arbeitssystem der Methode zuweisen

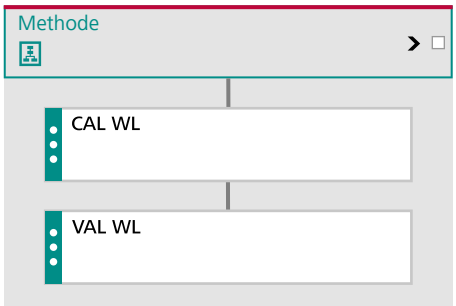
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Ausführen mit** das zu verwendende Arbeitssystem auswählen.



Für alle Methoden in diesem Dokument dasselbe Arbeitssystem verwenden.

4 Befehle einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Bibliothek** ▶ **Befehle** nach dem **CAL WL**-Befehl suchen.
- Den **CAL WL**-Befehl per Drag-and-drop in die Methode einfügen.
- Nach dem **VAL WL**-Befehl suchen und ihn unter dem **CAL WL**-Befehl anordnen.



Die Reihenfolge der Befehle ist wichtig. Befehle, die untereinander angeordnet sind, werden sequentiell ausgeführt. Zuerst wird der **CAL WL**-Befehl und danach der **VAL WL**-Befehl ausgeführt.

Die Befehle nehmen automatisch ein Referenzspektrum auf. Der **MEAS REF SPEC**-Befehl wird deshalb nicht benötigt.

5 Methode speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Arbeitsvorschrift anlegen

1 Arbeitsvorschrift erstellen

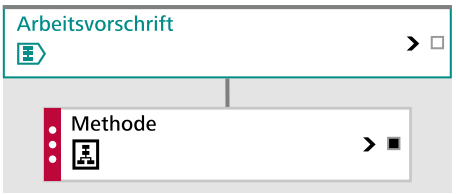
- **Prozesse** ▶ **Arbeitsvorschriften** durch Anklicken von und dann öffnen.
- Eine neue Arbeitsvorschrift durch Anklicken von + erstellen.

2 Arbeitsvorschrift benennen

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** den folgenden Namen in das Feld **Name** eingeben: **Wavelength Cal/Val**

3 Methode einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Die erstellte Methode per Drag-and-drop von **Bibliothek** ▶ **Methoden** in die Arbeitsvorschrift einfügen.



4 Arbeitsvorschrift speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

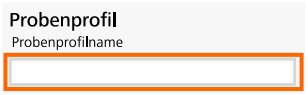
Probenprofil anlegen

1 Probenprofil erstellen

- Unter **Proben** ▶ **Probenprofile** auf + klicken.

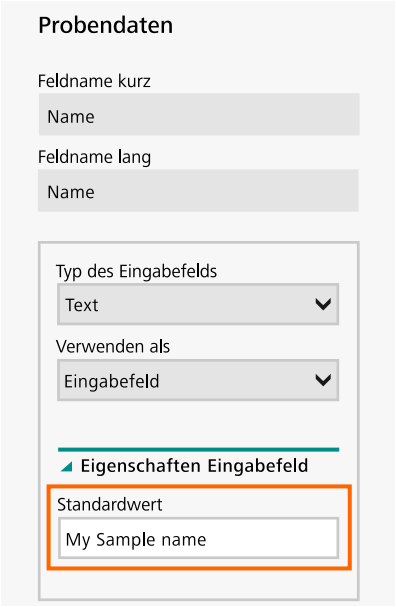
2 Probenprofil benennen

- Den folgenden Namen in das Feld **Probenprofilname** eingeben: **Wavelength Cal/Val**



3 Eingabefeld für den Probennamen

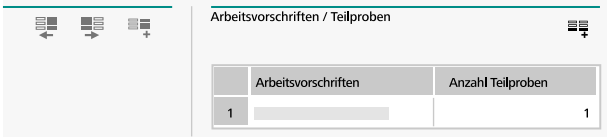
Der Bereich **Probendaten** enthält ein Feld für den Namen der Probe:



- Einen **Standardwert** für den Probennamen eingeben.

4 Arbeitsvorschrift und Anzahl Teilproben definieren

- Im Bereich **Arbeitsvorschriften / Teilproben** die Arbeitsvorschrift **Wavelength Cal/Val** auswählen.
- Die **Anzahl Teilproben** legt fest, wie viele Teilproben automatisch für jede Probe hinzugefügt werden. **1** eingeben.



5 Probenprofil speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

Probenliste anlegen

1 Probenliste erstellen

- Unter **Proben** ▶ **Probenlisten** auf klicken.

2 Probenliste benennen

- Den folgenden Namen in das Feld **Name** eingeben: **Wavelength Cal/Val**

Mit **[Enter]** bestätigen.

3 Probenliste speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Proben werden später hinzugefügt.

3.2.2 Wellenlängenkalibrierung starten

Ausführungsintervalle beachten *(siehe "Wellenlängenkalibrierung", Kapitel 10.2, Seite 171)*.

Metrohm empfiehlt, nach dem Einschalten des Geräts 1 Stunde zu warten, bevor die Wellenlängenkalibrierung gestartet wird.

Wellenlängenkalibrierung starten

Voraussetzung:

Die Wellenlängenkalibrierung ist vorbereitet *(siehe "Wellenlängenkalibrierung vorbereiten", Kapitel 3.2.1, Seite 34)*.

1 Gerät reservieren

Das Spektrometer reservieren *(siehe "Geräte reservieren und freigeben", Kapitel 2.4, Seite 28)*.

2 Probenliste 'Wavelength Cal/Val' öffnen

- Den Arbeitsbereich **Proben** öffnen.
- Falls die Probenliste **Wavelength Cal/Val** geschlossen wurde, in der Registerkarte **Proben** den Unterbereich **Probenlisten** öffnen und einen Doppelklick auf die Probenliste **Wavelength Cal/Val** machen.

3 Probenprofil 'Wavelength Cal/Val' auswählen

- In der Auswahlliste links vom Icon + das Probenprofil **Wavelength Cal/Val** auswählen.

Anschliessend hinzugefügte Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt.

4 Probe hinzufügen

- Durch Klicken auf + eine neue Probe zur Probenliste hinzufügen.

In der Probenliste erscheint ein neuer Eintrag. Er enthält eine mit gekennzeichnete Probe, gefolgt von ihrer mit gekennzeichneten Teilprobe.

Probenname	Nr.	Teilprobenname
Probe 1	1	Teilprobe 1

Gemäss dem Probenprofil enthält die neue Probe 1 Teilprobe, die die Arbeitsvorschrift **Wavelength Cal/Val** verwendet.

- Die Probennamen und Teilprobennamen nach Bedarf bearbeiten.
- Die Probenliste durch Anklicken von oder Drücken der Tasten **[CTRL]**+**[S]** speichern.

5 Wellenlängenkalibrierung ausführen

- Die hinzugefügte Probe auswählen.
- Die Wellenlängenkalibrierung durch Anklicken von starten. Nach Abschluss der Kalibrierung wird der Status der Teilprobe als angezeigt.

6 Resultat überprüfen

- Im Bereich unten rechts **Resultate** ▶ **Rohdaten** öffnen.

Die Resultate der Kalibrierung und Validierung werden angezeigt. Den Gesamtstatus der Validierung prüfen:

Gesamtstatus
Erfolgreich

Statuswarnung: Falls die Validierung fehlgeschlagen ist, ist das Teilproben-Icon in der Probenliste rot markiert:

Informationen zur zuletzt ausgeführten Wellenlängenkalibrierung und Wellenlängenvalidierung sind in den Geräteeigenschaften einsehbar:

- Unter **Equipment** ▶ **Geräte** das reservierte Gerät auswählen.
- Durch Klicken auf das Fenster **Eigenschaften** öffnen.
- **Spezifische Daten** ▶ **Kalibrierdaten und Testdaten**

Die **VAL WL**-Befehlsvariable **OverallStatus.Result** zeigt den Gesamtstatus der Validierung an:

1: Die Validierung war erfolgreich.

2: Die Validierung ist fehlgeschlagen.

3.3 Geräteleistungstests

Interne und externe Geräteleistungstests sind verfügbar:

- **Interne Geräteleistungstests (obligatorisch)**
  Die internen Geräteleistungstests müssen erfolgreich durchgeführt sein, bevor mit der entsprechenden Funktionseinheit Spektren aufgenommen werden können.
  - Der Wellenlängentest prüft die Wellenlängengenauigkeit und die Wellenlängenpräzision mit dem **TEST WL**-Befehl. Der Wellenlängentest nutzt einen internen, metrologisch rückführbaren Wellenlängenstandard.
  - Die Rauschtests prüfen das photometrische Rauschen, das Peak-To-Peak-Rauschen und den Basislinien-Bias des Rauschens mit dem **TEST NOISE**-Befehl.
- **Externe Geräteleistungstests (optional)**
  Die externen Geräteleistungstests unterstützen die Validierung nach Pharmakopöen wie USP <856>, Ph.Eur 2.2.40 und JP 2.27.
  Die folgenden Befehle werden verwendet: **TEST WL** (Wellenlängengenauigkeit und Wellenlängenpräzision), **TEST NOISE** (photometrisches Rauschen, Peak-To-Peak-Rauschen und Basislinien-Bias des Rauschens bei niedriger und bei hoher Lichtintensität) und **TEST PHOTOMETRIC LINEARITY** (photometrische Linearität).
  Die externen Geräteleistungstests erfordern externe, metrologisch rückführbare Referenzstandards *(siehe "Externe Geräteleistungstests (optional)", Kapitel 3.3.3, Seite 46)*.

3.3.1 Interne Geräteleistungstests vorbereiten

Die unten stehenden Anweisungen befolgen, um eine Methode mit den Befehlen **TEST WL** und **TEST NOISE** zu erstellen. Anschliessend eine Arbeitsvorschrift, ein Probenprofil und eine Probenliste erstellen. Damit können die Geräteleistungstests auf die gleiche Weise wie eine Probenbestimmung gestartet werden.

Methode anlegen

1 Methode erstellen

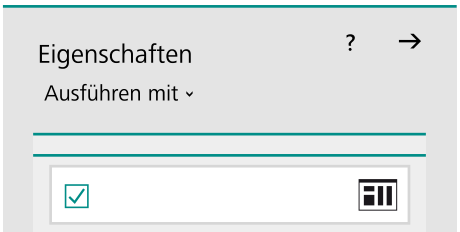
- Unter **Prozesse** ▶ **Methoden** auf + klicken.

2 Methode benennen

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** den folgenden Namen in das Feld **Name** eingeben: **Geräteleistungstest**.

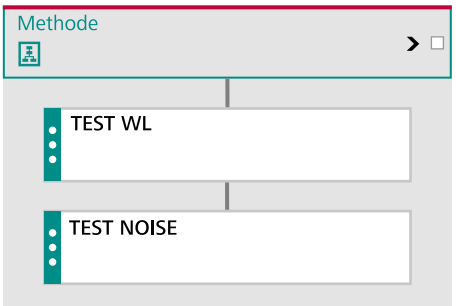
3 Arbeitssystem der Methode zuweisen

- Unter **Eigenschaften** ▶ **Ausführen mit** das zu verwendende Arbeitssystem auswählen.



4 Befehle einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Bibliothek** ▶ **Befehle** nach dem **TEST WL**-Befehl suchen.
- Den **TEST WL**-Befehl per Drag-and-drop in die Methode einfügen.
- Nach dem **TEST NOISE**-Befehl suchen und ihn unter dem **TEST WL**-Befehl anordnen.



Die Befehle nehmen automatisch ein Referenzspektrum auf. Der **MEAS REF SPEC**-Befehl wird deshalb nicht benötigt.

Die Geräteleistungstests verwenden je nach Probenpräsentation den jeweiligen Referenzpfad. Der Wellenlängentest nutzt einen internen, metrologisch rückführbaren Wellenlängenstandard.

Die externen Geräteleistungstests (optional) erfordern externe Referenzstandards *(siehe "Externe Geräteleistungstests (optional)", Kapitel 3.3.3, Seite 46)*.

5 Methode speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Arbeitsvorschrift anlegen

1 Arbeitsvorschrift erstellen

- Unter **Prozesse** ▶ **Arbeitsvorschriften** auf klicken.

2 Arbeitsvorschrift benennen

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** den folgenden Namen in das Feld **Name** eingeben: **Geräteleistungstest**

3 Methode einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Die erstellte Methode per Drag-and-drop von **Bibliothek** ▶ **Methoden** in die Arbeitsvorschrift einfügen.

4 Arbeitsvorschrift speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

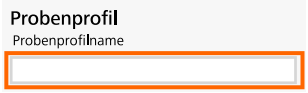
Probenprofil anlegen

1 Probenprofil erstellen

- Unter **Proben** ▶ **Probenprofile** auf + klicken.

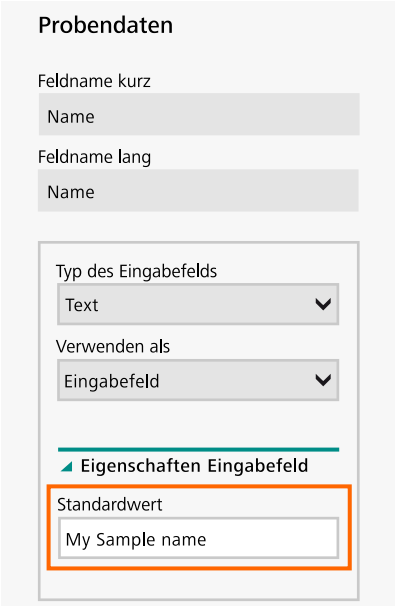
2 Probenprofil benennen

- Den folgenden Namen in das Feld **Probenprofilname** eingeben: **Geräteleistungstest**.



3 Eingabefeld für den Probennamen

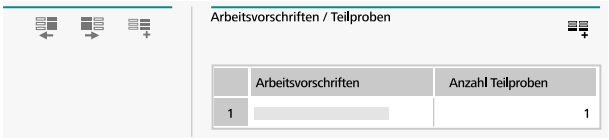
Der Bereich **Probendaten** enthält ein Feld für den Namen der Probe:



- Einen **Standardwert** für den Probennamen eingeben.

4 Arbeitsvorschrift und Anzahl Teilproben definieren

- Im Bereich **Arbeitsvorschriften / Teilproben** die erstellte Arbeitsvorschrift **Geräteleistungstest** auswählen.
- Die **Anzahl Teilproben** legt fest, wie viele Teilproben automatisch für jede Probe hinzugefügt werden. **1** eingeben.



5 Probenprofil speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Probenliste anlegen

1 Probenliste erstellen

- Unter **Proben** ▶ **Probenlisten** auf klicken.

2 Probenliste benennen

- Den folgenden Namen in das Feld **Name** eingeben: **Geräteleistungstest**.

Mit **[Enter]** bestätigen.

3 Probenliste speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Proben werden später hinzugefügt.

3.3.2 Interne Geräteleistungstests ausführen

Empfohlene Ausführungsintervalle beachten *(siehe "Geräteleistungstests", Kapitel 10.1, Seite 170)*.

Geräteleistungstest ausführen

Voraussetzung:

Die Geräteleistungstests sind vorbereitet *(siehe "Interne Geräteleistungstests vorbereiten", Kapitel 3.3.1, Seite 41)*.

1 Gerät reservieren

Das Spektrometer reservieren *(siehe "Geräte reservieren und freigeben", Kapitel 2.4, Seite 28)*.

2 Probenliste 'Geräteleistungstest' öffnen

- Den Arbeitsbereich **Proben** öffnen.
- Falls die Probenliste **Geräteleistungstest** geschlossen wurde, in der Registerkarte **Proben** den Unterbereich **Probenlisten** öffnen und einen Doppelklick auf die Probenliste **Geräteleistungstest** machen.

3 Probenprofil 'Geräteleistungstest' auswählen

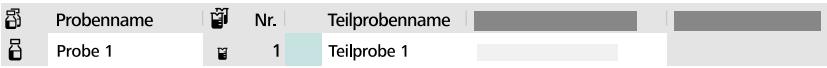
- In der Auswahlliste links vom Icon + das Probenprofil **Geräteleistungstest** auswählen.

Anschliessend hinzugefügte Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt.

4 Probe hinzufügen

- Durch Klicken auf + eine neue Probe zur Probenliste hinzufügen.

In der Probenliste erscheint ein neuer Eintrag. Er enthält eine mit gekennzeichnete Probe, gefolgt von ihrer mit gekennzeichneten Teilprobe.



Gemäss dem Probenprofil enthält die neue Probe 1 Teilprobe, die die Arbeitsvorschrift **Geräteleistungstest** verwendet.

- Die Probennamen und Teilprobennamen nach Bedarf bearbeiten.
- Die Probenliste durch Anklicken von oder Drücken der Tasten **[CTRL]**+**[S]** speichern.

5 Geräteleistungstest durchführen

- Die Probe auswählen, welche die Geräteleistungstests durchführt.
- Die Tests durch Anklicken von starten.

Nach Abschluss der Geräteleistungstests wird der Status der Teilprobe als ✓ angezeigt.

6 Resultat überprüfen

- Im Bereich unten rechts **Resultate** ▶ **Rohdaten** öffnen.

Die Resultate der Wellenlängentests und der Rauschtests werden angezeigt. Für beide Tests den Gesamtstatus prüfen:

Gesamtstatus
Erfolgreich

Statuswarnung: Falls ein Geräteleistungstest fehlgeschlagen ist, ist das Teilproben-Icon in der Probenliste rot markiert:

Informationen zu den zuletzt ausgeführten Geräteleistungstests sind in den Geräteeigenschaften einsehbar:

- Unter **Equipment** ▶ **Geräte** das reservierte Gerät auswählen.
- Durch Klicken auf das Fenster **Eigenschaften** öffnen.
- **Spezifische Daten** ▶ **Kalibrierdaten und Testdaten**

Die Variable **OverallStatus.Result** der Befehle **TEST WL** und **TEST NOISE** zeigt jeweils den Gesamtstatus des Tests an:

1: Der Test war erfolgreich.

2: Der Test ist fehlgeschlagen.

Fehlerbehebungsschritte bei fehlgeschlagenen Tests beachten *(siehe "Geräteleistungstests", Kapitel 10.1, Seite 170)*.

3.3.3 Externe Geräteleistungstests (optional)

Die externen Geräteleistungstests unterstützen die Validierung nach Pharmakopöen wie USP <856>, Ph.Eur 2.2.40 und JP 2.27. Externe, metrologisch rückführbare Referenzstandards sind erforderlich. Für jeden externen Referenzstandard muss die entsprechende OMNIS-Standarddatei (*.ostd) in die OMNIS Software importiert werden (siehe *Metrohm Knowledge Base*).

Damit die internen und die externen Geräteleistungstests unabhängig voneinander ausgeführt werden können:

- Separate Methoden, Arbeitsvorschriften und Probenprofile erstellen.

- Für die externen Geräteleistungstests analog vorgehen wie bei den internen Geräteleistungstests, mit den folgenden Modifikationen und Ergänzungen.

Die Befehle nehmen automatisch ein Referenzspektrum auf. Der **MEAS REF SPEC**-Befehl wird deshalb nicht benötigt.

TEST WL

- In der Methode den **TEST WL**-Befehl einfügen und auswählen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Messparameter** die Messparameter eingeben:
  - Den Messmodus **Extern** auswählen.
  - **Liquid Sample Presentation**: Den Standard **WL Standard Transmission OMNIS NIR** auswählen.
  - **Solid Sample Presentation**: Den Standard **WL Standard Reflection OMNIS NIR** auswählen.

TEST NOISE – Low-Flux-Test

- In der Methode den **TEST NOISE**-Befehl einfügen und auswählen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Messparameter** die Messparameter eingeben:
  - Den Messmodus **Low-Flux-Test** auswählen.
  - **Liquid Sample Presentation**: Den Standard **ND Standard Transmission 4 (OD 1.0) OMNIS NIR** auswählen.
  - **Solid Sample Presentation**: Den Standard **ND Standard Reflection 2 (R10) OMNIS NIR** auswählen.

TEST NOISE – High-Flux-Test

- In der Methode einen weiteren **TEST NOISE**-Befehl einfügen und auswählen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Messparameter** die Messparameter eingeben:
  - Den Messmodus **High-Flux-Test** auswählen.
  - **Liquid Sample Presentation**: Den Standard **ND Standard Transmission 0 (OD 0) OMNIS NIR** auswählen.
  - **Solid Sample Presentation**: Den Standard **ND Standard Reflection 5 (R99) OMNIS NIR** auswählen.

TEST PHOTOMETRIC LINEARITY

- In der Methode den **TEST PHOTOMETRIC LINEARITY**-Befehl einfügen und auswählen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Messparameter** die Referenzstandards eingeben:
  - **Liquid Sample Presentation**:
    ND Standard Transmission 1 (OD 0.1) OMNIS NIR
    ND Standard Transmission 2 (OD 0.3) OMNIS NIR
    ND Standard Transmission 3 (OD 0.6) OMNIS NIR
    ND Standard Transmission 4 (OD 1.0) OMNIS NIR
    ND Standard Transmission 5 (OD 1.7) OMNIS NIR
  - **Solid Sample Presentation**:
    ND Standard Reflection 1 (R05) OMNIS NIR
    ND Standard Reflection 2 (R10) OMNIS NIR
    ND Standard Reflection 3 (R40) OMNIS NIR
    ND Standard Reflection 4 (R80) OMNIS NIR
    ND Standard Reflection 5 (R99) OMNIS NIR

Externe Geräteleistungstests ausführen

Empfohlene Ausführungsintervalle beachten *(siehe "Geräteleistungstests", Kapitel 10.1, Seite 170)*.

Zur Durchführung der Tests analog vorgehen wie bei den internen Geräteleistungstests. Für die Platzierung der Referenzstandards die Anweisungen im Bereich **Kurven und Daten** ▶ **Live-Daten** befolgen.

HINWEIS

Falscher Standard

Falls der platzierte Standard und der im entsprechenden Befehl ausgewählte Standard nicht übereinstimmen, sind die Testresultate fehlerhaft.

- Die Seriennummer des platzierten Standards muss mit der Seriennummer übereinstimmen, die im Bereich **Kurven und Daten** ▶ **Live-Daten** angezeigt wird.

4 Modellentwicklung vorbereiten

Mit Funktionseinheiten vom Typ **Liquid Sample Presentation** können Modelle für flüssige Proben entwickelt werden. Mit Funktionseinheiten vom Typ **Solid Sample Presentation** können Modelle für Feststoff-Proben entwickelt werden.

Die Modellentwicklung beginnt mit dem Sammeln von Kalibrierproben und Validierproben.

Proben sammeln

Die Proben für die Entwicklung eines Modells mit Bedacht sammeln:

- Die Proben sollten typische, zukünftig zu erwartende Probenvariationen sowie saisonale Schwankungen oder Umweltbedingungen umfassen.
- Die Proben sollten gleichmässig über die Variationsbreite verteilt sein.
- Vorzugsweise separate Probensätze für die Kalibrierung und Validierung sammeln.
- Alle Proben sollten auf die gleiche Weise gehandhabt werden.

Quantifizierung

Metrohm empfiehlt eine Mindestanzahl von ca. 50 Proben, oder für ein erstes Modell ca. 20 Proben. Je mehr Schwankungen bei den Bedingungen, chemischen Komponenten oder Partikelgrössen abgedeckt werden müssen, umso mehr Proben werden benötigt.

1. Für jede Probe wird ein Spektrum aufgenommen.
2. Für jede Probe wird der Referenzwert für den Analyseparameter durch die Referenzmethode gemessen, z. B. mittels Titration.
   Falls für einen bestimmten Analyseparameter mehrere Referenzwerte pro Probe vorliegen, sollte für jede Probe der arithmetische Mittelwert der Referenzwerte berechnet werden. Der Mittelwert wird als Referenzwert für die jeweilige Probe verwendet. Jeder Mittelwert sollte aus der gleichen Anzahl an Referenzwerten gebildet werden. In diesem Fall werden die statistischen Kennzahlen im Verhältnis zu einer bestimmten Anzahl an Referenzwerten ausgedrückt.

Falls die Probe bei der Referenzmessung nicht verändert oder zerstört wird, können die Messungen auch in umgekehrter Reihenfolge durchgeführt werden.

Identifizierung

Für jedes Produkt müssen die Proben die erwarteten Variationen abdecken. Die Produkte können eine unterschiedliche Anzahl von Proben haben, die Mindestanzahl beträgt 3.

- Für jede Probe wird ein Spektrum aufgenommen.

- Die Identität der Probe muss bekannt sein.

Qualifizierung

Die Kalibrierproben müssen die erwarteten Variationen abdecken. Die Mindestanzahl der Proben im Kalibrierdatensatz beträgt 3.

Optional können Validierproben jeweils dem positiven Validierdatensatz oder dem negativen Validierdatensatz zugewiesen werden.

- Für jede Probe wird ein Spektrum aufgenommen.

Workflows

Eine Veranschaulichung der Abläufe in der OMNIS Software ist im Anhang zu finden:

- Spektren der Kalibrierproben aufnehmen *(siehe "Spektren der Kalibrierproben aufnehmen", Seite 191)*
- Referenzwerte oder Produktnamen erfassen *(siehe "Referenzwerte oder Produktnamen erfassen", Seite 190)*

4.1 Spektrenaufnahme vorbereiten

Für jede Kalibrierprobe und Validierprobe muss ein Spektrum aufgenommen werden.

Für jede Probe nur 1 Spektrum aufnehmen. Für heterogene Feststoffe die Option **Mehrpunktmessung** nutzen (s. u.).

Zur Vorbereitung der Spektrenaufnahme eine Methode, eine Arbeitsvorschrift, ein Probenprofil und eine Probenliste wie folgt erstellen.

Methode anlegen

Voraussetzung:

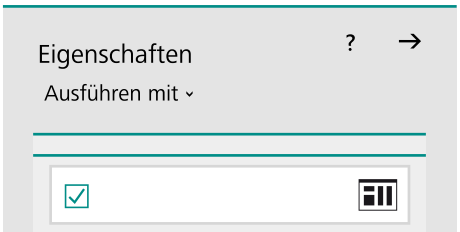
Ein geeignetes Arbeitssystem ist erstellt *(siehe "Arbeitssystem erstellen", Kapitel 3.1, Seite 32)*.

1 Methode erstellen und benennen

- Unter **Prozesse** ▶ **Methoden** auf + klicken.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

2 Arbeitssystem zuweisen

- Unter **Eigenschaften** ▶ **Ausführen mit** das zu verwendende Arbeitssystem auswählen:
  - Für flüssige Proben ein Arbeitssystem wählen, das eine Funktionseinheit vom Typ **Liquid Sample Presentation** enthält.
  - Für Feststoff-Proben ein Arbeitssystem wählen, das eine Funktionseinheit vom Typ **Solid Sample Presentation** enthält.



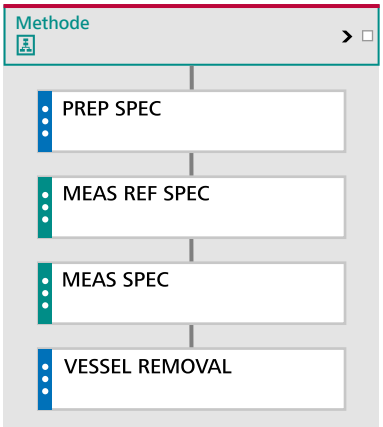
3 Befehle einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Bibliothek** ▶ **Befehle** die folgenden Befehle suchen und per Drag-and-drop in die Methode einfügen:
  - Nur für Flüssig-Probenpräsentation: **PREP SPEC** bereitet die Analyse flüssiger Proben vor.
  - **MEAS REF SPEC** zeichnet das Referenzspektrum auf.
  - **MEAS SPEC** nimmt das Spektrum einer Probe auf.
  - Nur für Flüssig-Probenpräsentation: **VESSEL REMOVAL** dient zur kontrollierten Entnahme des Probengefässes aus dem Probenhalter der Flüssig-Probenpräsentation.

Die richtige Reihenfolge der Befehle beachten:

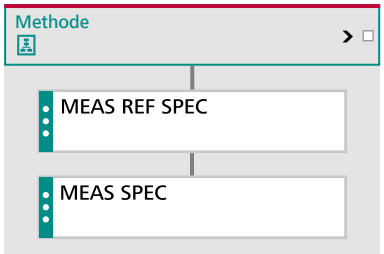
Flüssige Proben

Basisstruktur



Feststoff-Proben

Basisstruktur



Anhand des Referenzspektrums und des aufgenommenen Spektrums der Probe wird das Absorptionsspektrum der Probe berechnet.

Es gibt nur 1 Referenzspektrum pro Funktionseinheit. Mit jeder Ausführung des Befehls **MEAS REF SPEC** wird das vorherige Referenzspektrum überschrieben.

Aus diesem Grund nutzt der **MEAS SPEC**-Befehl immer das zuletzt aufgenommene Referenzspektrum der jeweiligen Funktionseinheit.

Metrohm empfiehlt, jedem Befehl unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** einen aussagekräftigen Namen zu geben.

4 MEAS SPEC-Befehlsparameter konfigurieren (nur bei Feststoff-Probenpräsentation)

- Den **MEAS SPEC**-Befehl auswählen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.

- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Messparameter** die Messparameter eingeben:
  - Den Halter auswählen, der für die Messung der Probe verwendet wird.
  - Das Probengefäss auswählen, das für die Messung der Probe verwendet wird.
  - Den Messmodus auswählen:
    Einpunktmessung für homogene Feststoffe. Das Gerät führt eine Messung an einer Position durch. Der Probenhalter dreht sich nicht.
    Mehrpunktmessung für heterogene Feststoffe. Die folgenden beiden Modi stehen zur Verfügung:
    (a) **Fünfpunktmessung**: Das Gerät führt Messungen an 5 unterschiedlichen Positionen durch. Nach jeder Messung wird der Probenhalter zur nächsten Position gedreht.
    (b) **Kontinuierliche Messung**: Das Gerät misst kontinuierlich, während sich der Probenhalter dreht.

5 PREP SPEC-Befehlsparameter konfigurieren (nur bei Flüssig-Probenpräsentation)

Der **PREP SPEC**-Befehl ermöglicht eine Temperaturregelung. Die Temperatur der Probe (nur für Einwegvials) oder des Probenhalters kann auf einen Wert zwischen 25 °C und 80 °C geregelt werden *(siehe "Temperaturregelung (Liquid Sample Presentation)", Kapitel 2.5, Seite 30)*.

Zudem stellt der **PREP SPEC**-Befehl sicher, dass der eingesetzte Probenhalter zum vorgegebenen Probengefäss passt. Andernfalls wird die Bestimmung abgebrochen.

Falls die Probengefässerkennung feststellt, dass kein Probengefäss eingesetzt ist, erscheint eine Aufforderung zum Einsetzen der Probe.

Für den Probengefässtyp **Durchflusszelle** ist die Probengefässerkennung nicht aktiv.

- Den **PREP SPEC**-Befehl auswählen.

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen. Den Unterbereich **Parameter** öffnen.
  - Unter **Probengefäss** den verwendeten Typ sowie die genaue Bezeichnung des Probengefässes auswählen.
  - Unter **Temperaturregelung** die Temperaturregelung ein- oder ausschalten. Gegebenenfalls den Ort der Temperaturregelung und die Zieltemperatur spezifizieren. Für die Temperaturregelung der Probe die Option **Probengefäss** auswählen.
    Hinweis: Die Zieltemperatur darf maximal 5.0 K unter der Umgebungstemperatur liegen.
  - Falls gefordert, den zugehörigen **VESSEL REMOVAL**-Befehl auswählen.

HINWEIS

Beschädigung des Temperatursensors

Solange die Temperatur am Probengefäss geregelt wird, steht ein Temperatursensor in direktem Kontakt mit dem Probengefäss. Um den Temperatursensor nicht zu beschädigen, muss vor der Entnahme des Probengefässes der Temperatursensor vom Probengefäss wegbewegt werden. Dazu dient der **VESSEL REMOVAL**-Befehl.

6 VESSEL REMOVAL-Befehlsparameter konfigurieren (nur bei Flüssig-Probenpräsentation)

Der **VESSEL REMOVAL**-Befehl kann die Entnahme des Probengefässes sicherstellen. Der Prozessablauf wird solange unterbrochen, bis das Probengefäss entnommen ist. Dies ermöglicht einen kontrollierten Ablauf bei Serienbestimmungen.

Falls die Temperatur am Probengefäss geregelt wird, wird der Temperatursensor vom Probengefäss wegbewegt. Sobald die Aufforderung zur Entnahme des Probengefässes erscheint, kann das Probengefäss ohne Beschädigung des Temperatursensors entnommen werden.

Die Temperaturregelung kann deaktiviert oder am Probenhalter fortgesetzt werden.

- Den **VESSEL REMOVAL**-Befehl auswählen.

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
  Den Unterbereich **Parameter** öffnen.
  - Die Option **Entnahme des Probengefässes sicherstellen** aktivieren. Dies unterbricht den Prozessablauf und fordert den Benutzer auf, das Probengefäss aus dem Probenhalter zu entnehmen. Sobald die Probe entnommen ist, wird der Prozessablauf fortgesetzt.
  - Für den Parameter **Temperaturregelung Probenhalter** die Option **Fortsetzen** aktivieren. Dies setzt eine bestehende Temperaturregelung am Probenhalter fort, unabhängig vom bisherigen Ort der Temperaturregelung.

7 Methode speichern

- Die Methode durch Klicken auf validieren.
- Die Methode durch Klicken auf oder Drücken der Tasten **[CTRL]**+**[S]** speichern.

Arbeitsvorschrift anlegen

1 Arbeitsvorschrift erstellen

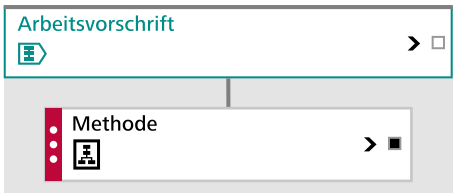
- Unter **Prozesse** ▶ **Arbeitsvorschriften** auf klicken.

2 Arbeitsvorschrift benennen

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

3 Methode einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Die erstellte Methode per Drag-and-drop von **Bibliothek** ▶ **Methoden** in die Arbeitsvorschrift einfügen.



4 Arbeitsvorschrift speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

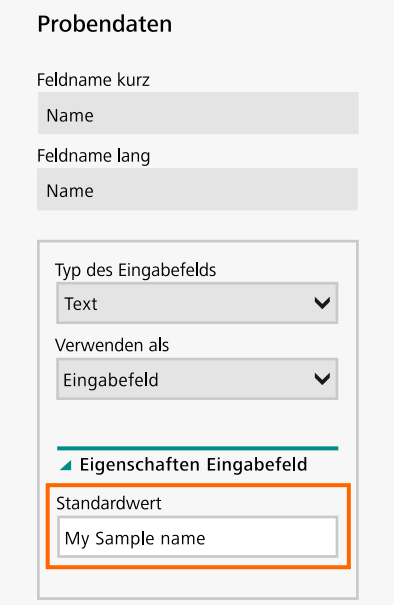
Probenprofil anlegen

1 Probenprofil erstellen und benennen

- Unter **Proben** ▶ **Probenprofile** auf klicken.
- Einen passenden Namen in das Feld **Name des Probenprofils**Name des Probenprofils eingeben.

2 Eingabefeld für den Probennamen

Der Bereich **Probendaten** enthält ein Feld für den Namen der Probe:



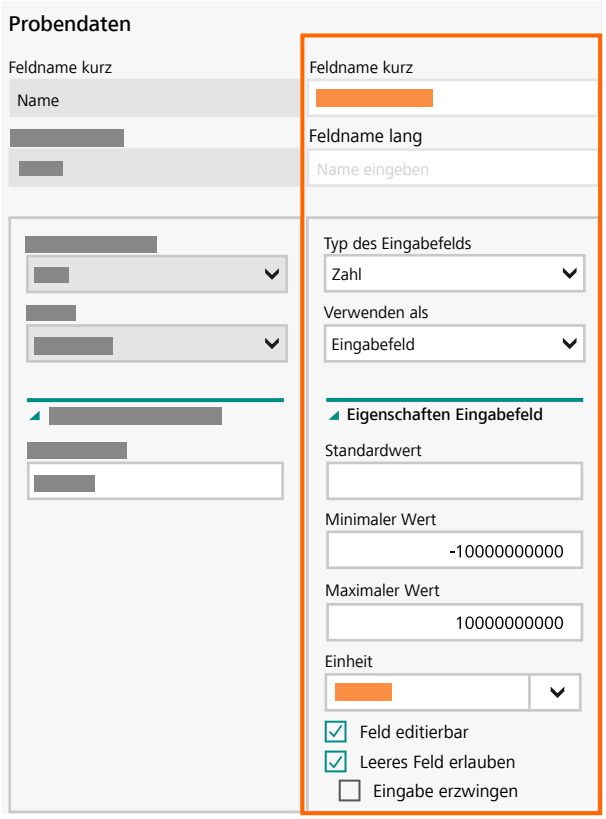
- Einen **Standardwert** für den Probennamen eingeben.

3 Für Quantifizierung: Eingabefeld für den Referenzparameter hinzufügen

Nur Probendaten können als Referenzparameter verwendet werden, nicht Teilprobendaten.

- Im Bereich **Probendaten** ein Eingabefeld durch Klicken auf hinzufügen.
  Ein neues Eingabefeld wird rechts hinzugefügt.
- **Feldname kurz**: Den Namen eingeben, der als Spaltenüberschrift in der Probenliste verwendet werden soll.

- **Feldname lang**: Optional den Namen eingeben, der als Bezeichnung in Reporten verwendet werden soll.
  Hinweis: Falls das Feld **Feldname lang** leer ist, wird in den Reporten der Name im Feld **Feldname kurz** verwendet.
- **Typ des Eingabefelds**: **Zahl**.
- **Verwenden als**: **Eingabefeld**
- Im Abschnitt **Eigenschaften Eingabefeld**:
  - Das Kontrollkästchen **Leeres Feld erlauben** aktivieren. Das Kontrollkästchen **Eingabe erzwingen** deaktivieren.
  - Das Feld **Standardwert** leer lassen.
  - Die **Einheit** eingeben, in welcher der Referenzparameter angegeben wird.
  - Optional den **Minimaler Wert** und **Maximaler Wert** für das Eingabefeld ändern.
  - Damit das Eingabefeld bearbeitet werden kann, muss das Kontrollkästchen **Feld editierbar** aktiviert sein.



Mehrere Referenzparameter

Falls mehr als ein Analyseparameter vorhergesagt werden muss, ein separates Eingabefeld für jeden Referenzparameter hinzufügen *(siehe "Mehrere Analyseparameter (Quantifizierung)", Kapitel 9.1.1, Seite 161)*.

Zum Löschen eines Eingabefelds **Feldname kurz** rechts anklicken und im Kontextmenü **[Eingabefeld löschen]** auswählen.

4 Für Identifizierung und Verifizierung: Eingabefeld für den Produktparameter hinzufügen

Nur Probendaten können als Produktparameter verwendet werden, nicht Teilprobendaten.

- Im Bereich **Probendaten** ein Eingabefeld durch Klicken auf hinzufügen.
  Ein neues Eingabefeld wird rechts hinzugefügt.
- **Feldname kurz**: Den Namen eingeben, der als Spaltenüberschrift in der Probenliste verwendet werden soll.
- **Feldname lang**: Optional den Namen eingeben, der als Bezeichnung in Reporten verwendet werden soll.
  Hinweis: Falls das Feld **Feldname lang** leer ist, wird in den Reporten der Name im Feld **Feldname kurz** verwendet.

Produktnamen können in der Probenliste entweder als Text oder als Listenauswahl eingegeben werden. Falls später Verifizierungen durchgeführt werden, die Listenauswahl verwenden.

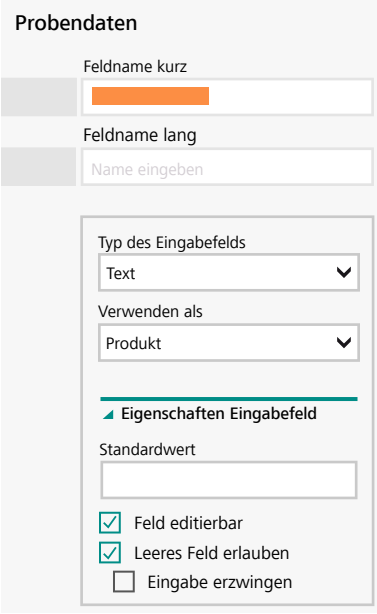
Produktnamen in Textfeld schreiben:

- **Typ des Eingabefelds**: **Text**.
- **Verwenden als**: **Produkt**
- Den Abschnitt **Eigenschaften Eingabefeld** nach Bedarf ausfüllen.

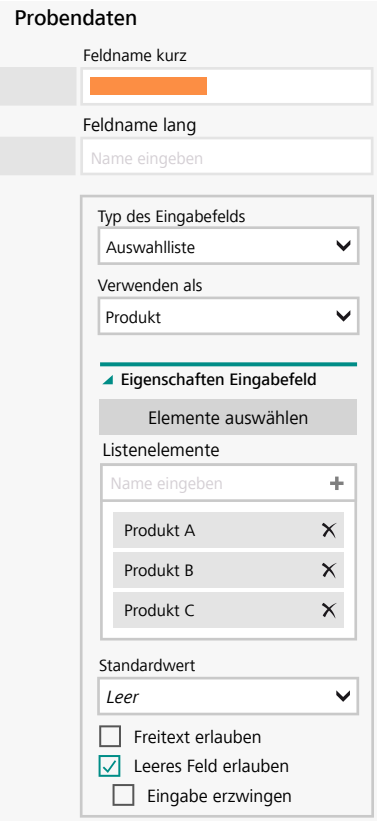
Produktnamen aus Liste auswählen:

- **Typ des Eingabefelds**: **Auswahlliste**.
- **Verwenden als**: **Produkt**
- Im Abschnitt **Eigenschaften Eingabefeld** die Produktnamen aus einem Modell auswählen oder manuell hinzufügen:
  - **Elemente auswählen**: Auf **Elemente auswählen** klicken. Ein Identifizierungsmodell oder eine Modellhierarchie auswählen. Mit einem Klick auf **Auswählen** die Produktnamen aus dem Modell übernehmen.
  - **Elemente manuell hinzufügen**: Unter **Listenelemente** die gewünschten Produktnamen eingeben und jeden eingegebenen Produktnamen durch Klicken auf **+** hinzufügen.
- Falls zusätzlich zu den vordefinierten Listenelementen auch die Eingabe von Freitext möglich sein soll, das Kontrollkästchen **Freitext erlauben** aktivieren.
- Die weiteren Einstellungen nach Bedarf vornehmen.

Produktnamen in Textfeld schreiben

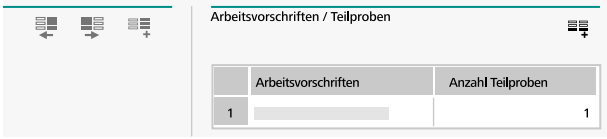


Produktnamen aus Liste auswählen



5 Arbeitsvorschrift und Anzahl Teilproben definieren

- Im Bereich **Arbeitsvorschriften / Teilproben** die erstellte Arbeitsvorschrift auswählen.
- Die Anzahl Teilproben legt fest, wie viele Teilproben automatisch für jede Probe hinzugefügt werden. **1** eingeben.



6 Probenprofil speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

Falls mehrere Probenprofile benötigt werden (zum Beispiel für unterschiedliche Produkte):

1. Unter **Proben** ▶ **Probenprofile** das bereits erstellte Probenprofil auswählen.

2. Das ausgewählte Probenprofil durch Klicken auf duplizieren.
3. Das duplizierte Probenprofil öffnen und die benötigten Anpassungen vornehmen.

Probenliste anlegen

1 Probenliste erstellen und benennen

- Unter **Proben** ▶ **Probenlisten** auf + klicken.
  Eine neue Registerkarte öffnet sich.
- Einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

2 Proben hinzufügen

- In der Auswahlliste links vom Icon + das erstellte Probenprofil auswählen.

  Nachfolgend hinzugefügte Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt.
- Durch Klicken auf + eine neue Probe zur Probenliste hinzufügen. So viele Proben wie benötigt hinzufügen.

  Jede Zeile der Probenliste enthält eine mit dem Icon gekennzeichnete Probe. Rechts davon folgen die Probendaten. Danach folgt die mit gekennzeichnete Teilprobe und die Teilprobendaten.
  Die Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt:
  - Quantifizierung: Mit dem definierten Eingabefeld für den Referenzparameter und seiner Einheit, sofern eine Einheit definiert wurde.
    Identifizierung und Verifizierung: Mit dem definierten Eingabefeld für den Produktparameter.
  - Jede Probe enthält 1 Teilprobe, welche die festgelegte Arbeitsvorschrift verwendet.

Probenname	Name des Referenzparameters	Nr.	Teilprobenname	Arbeitsvorschrift
Probe 1	%	1	Teilprobe 1	
Probe 2	%	2	Teilprobe 2	
Probe 3	%	3	Teilprobe 3	

Abbildung 5 Probenliste (Beispiel für Quantifizierung)

- Die Probennamen und Teilprobennamen nach Bedarf bearbeiten.

- Falls die Referenzwerte (Quantifizierung) bzw. die Produktnamen (Identifizierung, Verifizierung) bereits bekannt sind, diese in die entsprechenden Felder eingeben.

3 Probenliste speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

Falls mehrere Probenlisten benötigt werden (zum Beispiel für unterschiedliche Produkte):

1. Unter **Proben** ▶ **Probenlisten** die bereits erstellte Probenliste auswählen.
2. Die ausgewählte Probenliste durch Klicken auf duplizieren.
3. Die duplizierte Probenliste öffnen und die benötigten Anpassungen vornehmen.

Referenzwerte oder Produktnamen können auch auf andere Weise in die Probenliste eingetragen werden (siehe *Metrohm Knowledge Base*).

- Manuell während der Bestimmung, z. B. in ein Abfragefenster.
- Für Quantifizierung auch automatisch aus einer nachfolgenden oder vorhergehenden Bestimmung mit der Referenzmethode.

Die Probenlisten und Prozesse sind bereit für die Aufnahme der Spektren *(siehe "Spektren aufnehmen", Kapitel 4.2, Seite 61)*.

4.2 Spektren aufnehmen

WARNUNG

Entflammbare Stoffe auf heisser Oberfläche

Feuer- und Verbrennungsgefahr bei Verschütten von entflammbaren Stoffen. Proben, Probenvials, Probenhalter und die Probenpräsentation können Temperaturen bis zu 85 °C erreichen.

- Zündquellen vermeiden.
- Erdungsschutz benutzen.
- Absaugeinrichtung verwenden.
- Verschüttete Flüssigkeiten und Feststoffe unverzüglich beseitigen.

VORSICHT

Volumenausdehnung der Probe durch Erwärmung

Verletzungen und Gesundheitsschädigungen durch Überlaufen oder Zerbrechen des Probengefässes oder durch weggesprengten Stopfen.

- Probengefäss nur bis zur Mindesthöhe von 2 cm füllen. Die Flüssigkeit kann sich im verbleibenden Luftvolumen ausdehnen.
  Alternativ Stopfen mit Kapillarbohrung verwenden.
- Den Stopfen sanft eindrücken, damit das Probengefäss nicht beschädigt wird.

VORSICHT

Heisse Probenvials

Verbrennungen der Haut durch Kontakt mit heissen Oberflächen oder heissen Flüssigkeiten. Proben, Probenvials, Probenhalter und die Probenpräsentation können Temperaturen bis zu 85 °C erreichen.

- Persönliche Schutzausrüstung und hitzebeständige Schutzhandschuhe tragen.
- Verschüttete Flüssigkeiten und Feststoffe unverzüglich beseitigen.

Spektren für die Entwicklung des Modells aufnehmen

Voraussetzungen:

- Die Spektrenaufnahme ist vorbereitet *(siehe "Spektrenaufnahme vorbereiten", Kapitel 4.1, Seite 50)*.
- Das Spektrometer ist reserviert *(siehe "Geräte reservieren und freigeben", Kapitel 2.4, Seite 28)*.
- Der richtige Probenhalter ist eingesetzt. Der Probenhalter muss auf das zu verwendende Probengefäss abgestimmt sein.

1 Probenliste öffnen

- Den Arbeitsbereich **Proben** öffnen.
- Falls die Probenliste geschlossen wurde, unter **Proben** ▶ **Probenlisten** die Probenliste mit einem Doppelklick öffnen.

Quantifizierung: Die Eingabefelder für den Referenzparameter können zu diesem Zeitpunkt noch leer sein. Die Referenzwerte können nach der Spektrenaufnahme bestimmt und eingegeben werden.
Identifizierung und Verifizierung: Die Produktnamen können vor oder nach der Spektrenaufnahme eingegeben werden.

2 Weitere Proben hinzufügen (optional)

Falls weitere Proben benötigt werden:

- In der Auswahlliste links vom Icon + das erstellte Probenprofil auswählen.

  Anschliessend hinzugefügte Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt.
- Durch Anklicken von + neue Proben zur Probenliste hinzufügen.
- Die Probennamen und Teilprobennamen nach Bedarf bearbeiten.
- Durch Klicken auf die Probenliste speichern.

3 Bestimmungen durchführen

HINWEIS

Beschädigung des Temperatursensors bei Temperaturregelung am Probengefäss

Falls das Probengefäss entnommen wird, während der Sensor in direktem Kontakt mit dem Probengefäss ist, kann der Sensor beschädigt werden.

- Probengefäss erst entnehmen, wenn die Messung fertig und der Temperatursensor vom Probengefäss wegbewegt wurde.

- Die zu analysierende Teilprobe auf eine der folgenden Weisen auswählen:
  - Die Teilprobe durch Anklicken des Icons auswählen.
  - Für Analysezwecke reicht es aus, eine einzelne Zelle der Teilprobe auszuwählen.
- Die entsprechende physische Probe vorbereiten.
  Das Probengefäss in den Probenhalter einsetzen.
- Die Bestimmung durch Anklicken von starten. Eine Zahl auf der Schaltfläche gibt an, wie viele Teilproben ausgeführt werden.
- Die der Teilprobe zugewiesene Arbeitsvorschrift wird gestartet. Eventuelle Anweisungen im Bereich **Kurven und Daten** ▶ **Live-Daten** befolgen. Falls die Temperatur am Probengefäss geregelt wird, das Probengefäss erst nach Aufforderung entnehmen. Nach erfolgreichem Abschluss der Analyse wird der Status der Teilprobe als angezeigt.
- Die Bestimmungen für alle weiteren Proben auf die gleiche Weise durchführen.

Die Zieltemperatur darf max. 5.0 K unter der Umgebungstemperatur liegen.

Falls die Prozesse für Serienbestimmungen geeignet sind, können mehrere Teilproben auf einmal ausgewählt werden. Alternativ startet alle ausführbaren Teilproben in der Probenliste.

- Flüssige Proben: Der **VESSEL REMOVAL**-Befehl ermöglicht Serienbestimmungen.
- Feststoff-Proben: Für die Durchführung von Serienbestimmungen müssen Benutzeraktionen vorgesehen werden (z. B. mit dem **WAIT**-Befehl).

Sichtprüfung der Spektren

Eine Sichtprüfung der Spektren ermöglicht die Identifizierung verrauschter Wellenlängenbereiche und möglicher fehlerhafter Messungen.

Voraussetzung:

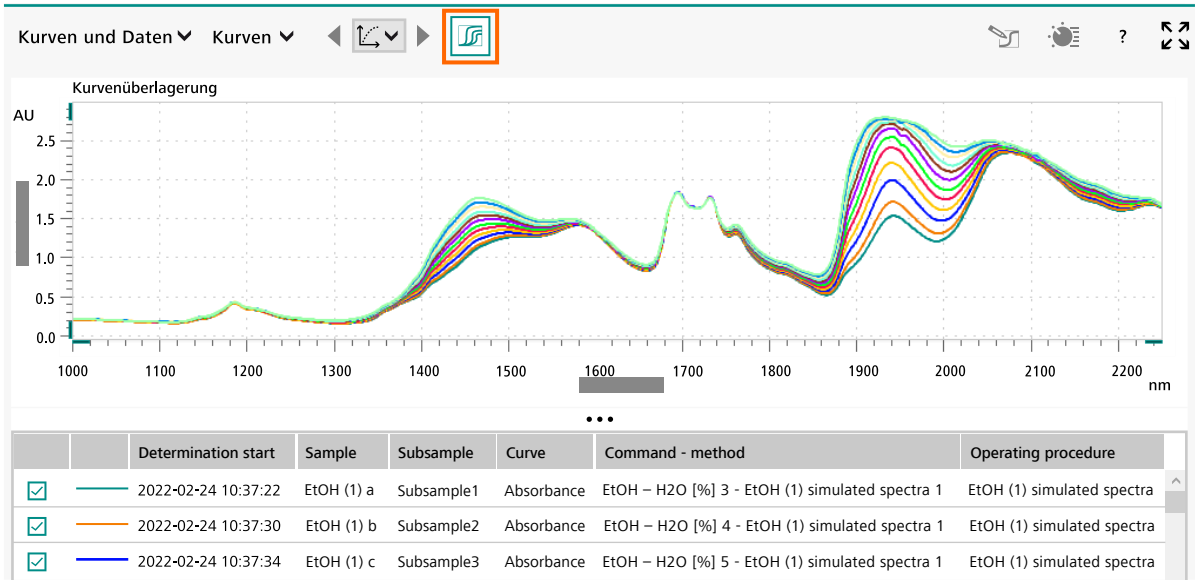
Die Analyse der Teilproben wurde erfolgreich abgeschlossen.

1 Unterbereich 'Kurven' öffnen

- In der Registerkarte der Probenliste **Kurven und Daten** ▶ **Kurven** öffnen.

2 Spektren anzeigen und prüfen

- Einzelnes Spektrum anzeigen:
  - In der Probenliste die entsprechende Teilprobe auswählen (mit dem Icon gekennzeichnet).
- Mehrere Spektren anzeigen:
  - Die Kurvenüberlagerung durch Anklicken von aktivieren.
  - In der Probenliste mehrere Teilproben mithilfe der Tasten **[CTRL]** oder **[SHIFT]** auswählen.
- Spektren prüfen *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.



Referenzwerte (Quantifizierung) und Produktnamen (Identifizierung, Verifizierung)

1 Referenzmethode (Quantifizierung)

- Die Referenzwerte der Proben mit einer geeigneten Referenzmethode messen, z. B. mit Titration.

2 Referenzwerte oder Produktnamen eintragen

- Die Referenzwerte bzw. Produktnamen in die entsprechenden Felder in der Probenliste eintragen.

Probendaten in der Probenliste hinzufügen

Falls bei Messbeginn noch keine Probendaten für den Referenzparameter bzw. den Produktparameter vorhanden war, kann ein Eingabefeld wie folgt hinzugefügt werden:

- Durch Anklicken von die Proben auswählen, für die ein Eingabefeld hinzugefügt werden soll. Zum Auswählen aller Proben anklicken.
- Durch Rechtsklick auf die ausgewählten Proben das Kontextmenü öffnen und **Probendaten hinzufügen** auswählen.
- Probendaten für den Referenzparameter oder den Produktparameter hinzufügen *(siehe "Spektrenaufnahme vorbereiten", Kapitel 4.1, Seite 50)*.

3 Probenliste speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Falls mehrere Probenlisten vorbereitet wurden, jede Probenliste wie oben beschrieben verarbeiten.

Quantifizierung: Um ein Quantifizierungsmodell zu entwickeln, fortfahren mit *Quantifizierungsmodell, Kapitel 5, Seite 67.*.

Identifizierung, Verifizierung: Um ein Identifizierungsmodell zu entwickeln, fortfahren mit *Identifizierungsmodell, Kapitel 6, Seite 105.*.

Qualifizierung: Um ein Qualifizierungsmodell zu entwickeln, fortfahren mit *Qualifizierungsmodell, Kapitel 7, Seite 124.*.

5 Quantifizierungsmodell

5.1 Quantifizierungsmodell erstellen

Eine Veranschaulichung der Abläufe in der OMNIS Software ist im Anhang zu finden *(siehe "Entwicklung eines Modells", Seite 191)*.

Mehrere Analyseparameter
Um mehr als einen Analyseparameter für jede Probe vorherzusagen, ein separates Modell für jeden Parameter erstellen *(siehe "Mehrere Analyseparameter (Quantifizierung)", Kapitel 9.1.1, Seite 161)*.

Quantifizierungsmodell erstellen

Voraussetzung:

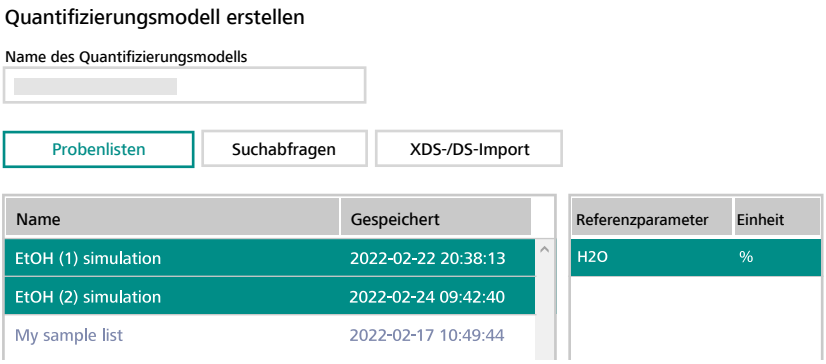
- Spektren für die Entwicklung des Modells sind aufgenommen *(siehe "Spektren aufnehmen", Kapitel 4.2, Seite 61)*.

1 Quantifizierungsmodell erstellen und benennen

- Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Quantifizierungsmodelle** auf klicken.
  Ein neues Quantifizierungsmodell erscheint in einer neuen Registerkarte.
- Einen passenden Namen in das Eingabefeld **Name des Quantifizierungsmodells** eingeben.

2 Proben und Referenzparameter auswählen

- Alle Probenlisten durch Anklicken von **Probenlisten** anzeigen.
- Alle Probenlisten auswählen, die für die Entwicklung des Modells vorbereitet wurden.



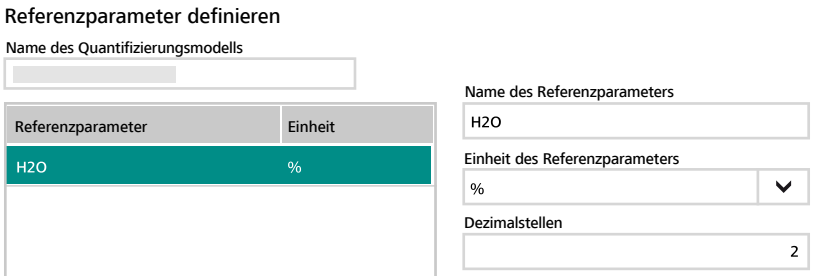
Proben können auch über eine Suchabfrage ausgewählt werden.
Bei Bedarf können auch Proben von XDS-Geräten und DS-Geräten importiert werden *(siehe "Wechsel von XDS/DS Analyzer (Quantifizierung)", Kapitel 11.6, Seite 185)*.

Die Probenauswahl kann später angepasst werden.

- Die Liste **Referenzparameter** zeigt alle Probendaten, die als Referenzparameter geeignet sind.
  Den Referenzparameter auswählen, für den das Modell entwickelt wird. Falls der Referenzparameter unterschiedliche Benennungen hat, alle Benennungen auswählen.
- Auf **[Weiter]** klicken.

3 Referenzparameter definieren

- Die Liste **Referenzparameter** zeigt alle Benennungen für den Referenzparameter, die im vorhergehenden Schritt ausgewählt worden sind.
  In dieser Liste alle benötigten Benennungen auswählen.



- Im Feld **Name des Referenzparameters** den Namen eingeben, den das Modell verwenden soll.
- Die **Einheit des Referenzparameters** auswählen, die das Modell verwenden soll.
- Die Anzahl der **Dezimalstellen** für die Darstellung der Resultate eingeben.

Alle Spektren, die über die ausgewählten Benennungen des Referenzparameters verfügen, werden dem Modell hinzugefügt.

4 Automatische oder manuelle Modellentwicklung

Falls das Modell automatisch entwickelt werden soll, aber vorher die Probenauswahl angepasst werden muss, mit der manuellen Modellentwicklung fortfahren.

- **Automatische Modellentwicklung**
  Automatische Modellentwicklung mit dem **OMD (OMNIS Model Developer)** und den ausgewählten Proben. Im Anschluss an die automatische Modellentwicklung kann das Modell publiziert, validiert oder weiterentwickelt werden.
  - Auf **[OMD starten]** klicken.
    Die Dauer der OMD-Ausführung hängt von der Anzahl der Spektren ab.
  - Fortfahren mit *Kapitel 5.2, Automatische Modellentwicklung – OMD, Seite 69*.
- **Manuelle Modellentwicklung**
  - Auf **[Erstellen]** klicken.
    Das neue Modell wird in einer Registerkarte geöffnet.
  - Modell speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.
  - Fortfahren mit *Kapitel 5.3, Manuelle Modellentwicklung, Seite 72*.

5.2 Automatische Modellentwicklung – OMD

Der **OMD (OMNIS Model Developer)** automatisiert die Entwicklung von Quantifizierungsmodellen, präsentiert eine Auswahl der am besten geeigneten Modelle und bewertet deren Vorhersagekraft.

Voraussetzung:

Der OMD wurde mit **[OMD starten]** gestartet.

1 Berechnete Quantifizierungsmodelle prüfen

Sobald die Berechnungen beendet sind, bietet der OMD 5 Modelle zur Auswahl an.

Berechnete Quantifizierungsmodelle

Name des Quantifizierungsmodells

Dezimalstellen 4

Modell#	SEC	SECV	SEP	R²P
1	0.0019	0.0020	0.0030	0.990
2	0.0017	0.0018	0.0030	0.990
3	0.0019	0.0020	0.0031	0.990
4	0.0012	0.0014	0.0023	0.994
5	0.0012	0.0015	0.0023	0.994

Die Modelle sind gemäss ihrer Vorhersagekraft geordnet. Für jedes Modell sind statistische Kennzahlen aufgeführt.

Am linken Rand der Tabelle sind die Modelle mit folgenden Farben gekennzeichnet:

- **Grün** markierte Modelle besitzen eine gute Vorhersagekraft. Falls die Anzahl der Proben ausreichend gross ist, funktioniert das Modell bei allen unbekannten Proben desselben Typs gut. Die statistischen Kennzahlen liefern eine zuverlässige Schätzung künftiger Fehler.
- **Gelb** markierte Modelle besitzen eine mittlere Vorhersagekraft. Falls die Anzahl der Proben ausreichend gross ist, ist eine gute Leistung des Modells zu erwarten. Die statistischen Kennzahlen könnten für zukünftige Proben zu optimistisch sein. Eine separate Validierung wird empfohlen.
- **Rot** markierte Modelle besitzen eine nicht ausreichende Vorhersagekraft. Das Modell hat gravierende Mängel. Es sollte nicht verwendet werden.

Falls ein Quantifizierungsmodell noch verbessert werden kann, werden im Tooltip des Modells Verbesserungsvorschläge angezeigt.

2 Statistische Kennzahlen prüfen

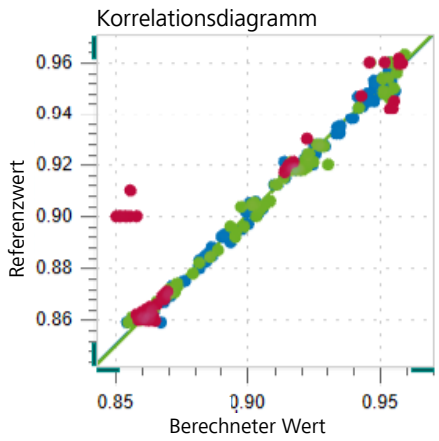
Für jedes Modell werden folgende Standardfehler dargestellt:

- **SEC**: Standardfehler der Kalibrierung.
- **SECV**: Standardfehler der Kreuzvalidierung.
- **SEP**: Standardfehler der Prädiktion. Diese Zahl ist bei der Analyse unbekannter Proben der beste Schätzwert für den Prädiktionsfehler. Der SEP wird nur angezeigt, falls ein Validierdatensatz verfügbar ist.
  Hinweis: Nur wenn nach der Ausreissererkennung noch mindestens 100 Spektren verbleiben, erstellt der OMD einen Validierdatensatz.

Das Modell 1 hat die beste Vorhersagekraft, jedoch nicht unbedingt die kleinsten Standardfehler.

3 Korrelationsdiagramm prüfen

Durch Klicken auf ein einzelnes Modell wird das zugehörige Korrelationsdiagramm angezeigt.



Das **Korrelationsdiagramm** ermöglicht eine Einschätzung der Leistung des Modells auf einen Blick. Das Diagramm stellt die Korrelation zwischen den mit dem Modell berechneten Werten (x-Achse) und den Referenzwerten (y-Achse) dar.

Jeder Punkt repräsentiert eine Probe:

- Blaue Punkte repräsentieren die Proben im Kalibrierdatensatz.
- Grüne Punkte repräsentieren die Proben im Validierdatensatz (falls vorhanden).
- Rote Punkte repräsentieren die Proben im Ausreisserdatensatz (falls vorhanden).

Eine Regressionsgerade wird so durch die blauen bzw. grünen Punkte gelegt, dass der Zusammenhang zwischen Referenzwerten und berechneten Werten möglichst gut beschrieben wird.

Korrelationsdiagramm beurteilen

- Die Steigung der blauen und grünen Regressionsgerade sollte möglichst nahe bei 1 sein, der y-Achsenabschnitt möglichst nahe bei 0.
- Die blauen und grünen Punkte sollten möglichst nahe an der entsprechenden Regressionsgerade liegen.

Die Regressionsgerade und die Punkte können sich überdecken.

4 Modelle validieren, weiterentwickeln oder publizieren

Damit das Modell in Bestimmungen und Nachauswertungen verwendet werden kann, muss es publiziert werden.

Eines der 5 Modelle direkt publizieren

- Falls der OMD bei der Erstellung des Modells gestartet wurde:
  - Ein Modell auswählen und auf **[Speichern und publizieren]** klicken. Die übrigen 4 Modelle werden verworfen.
  - Unter **Kalibrierung und Auswertung** ► **Quantifizierungsmodelle** wird die zuletzt publizierte Version angezeigt.
    Der **PREDICT**-Befehl kann nun auf die publizierte Version des Modells zugreifen.
- Falls der OMD in einem geöffneten Modell gestartet wurde:
  - Ein Modell auswählen und auf **[Bearbeiten]** klicken.
  - Modell speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.
  - Fortfahren mit *Kapitel 5.4, Quantifizierungsmodell publizieren, Seite 95*.

Ein oder mehrere Modelle validieren oder weiterentwickeln

- Ein oder mehrere Modelle auswählen. Für eine Mehrfachauswahl die **[SHIFT]**-Taste oder die **[CTRL]**-Taste verwenden.
- Auf **[Bearbeiten]** klicken.
  Jedes ausgewählte Modell wird in einer neuen Registerkarte geöffnet.
- Neue Modelle speichern: In den entsprechenden Registerkarten auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.
- Fortfahren mit *Kapitel 5.3, Manuelle Modellentwicklung, Seite 72*.

5.3 Manuelle Modellentwicklung

5.3.1 Proben auswählen und Datensatz aufteilen

Die Registerkarte des Quantifizierungsmodells zeigt zuoberst eine waagerechte Navigationsleiste an, den **Navigator**. Der Navigator führt durch die weiteren Schritte der Modellentwicklung.

Darstellung von Spektren

In den 3 Prozessschritten werden die einzelnen Spektren in Form von Kurven, Punkten oder Tabellenzeilen dargestellt.

Ausgewählte Spektren werden in allen Darstellungen und in allen Prozessschritten gleichzeitig hervorgehoben.

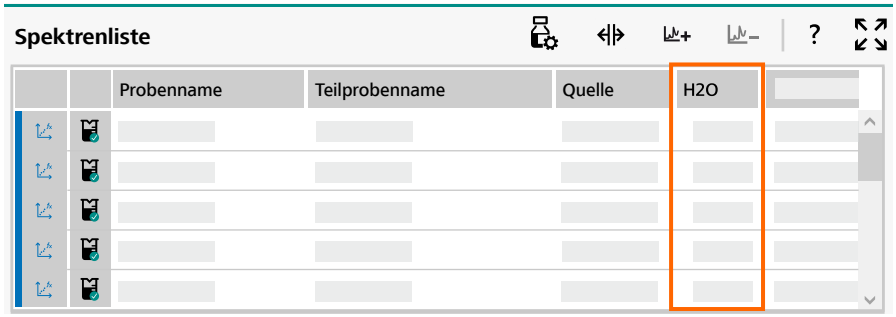
Tabellen und Diagramme

Die Handhabung von Tabellen und Diagrammen ist im Anhang beschrieben:

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*
- Diagramme handhaben *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*

Prozessschritt Proben auswählen

Der Bereich **Spektrenliste** zeigt die Spektren der ausgewählten Proben:



Ein Eingabefeld zeigt jeweils den zugehörigen Referenzwert an (im Bild orange markiert).

Der Prozessschritt **Proben auswählen** ermöglicht Folgendes:

- **Probenauswahl anpassen**
  Zusätzliche Spektren hinzufügen oder Spektren löschen.
- **Datensatz aufteilen**
  Automatische oder manuelle Aufteilung des Datensatzes:
  - **Kalibrierdatensatz**: Mit den Spektren und Referenzwerten des Kalibrierdatensatzes wird das Modell berechnet.
  - **Validierdatensatz**: Die Spektren und Referenzwerte des Validierdatensatzes dienen ausschliesslich zur Validierung des Modells.
  - **Ausreisserdatensatz**: Der Ausreisserdatensatz hat keinen Einfluss auf das Modell oder dessen Validierung. Ausreisser werden lediglich in einigen Diagrammen informativ dargestellt.

Ein Modell kann ohne Validierdatensatz entwickelt werden, z. B. wenn in einer ersten Phase nur eine begrenzte Anzahl von Proben zur Verfügung steht.

Probenauswahl anpassen (optional)

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund *(siehe "Quantifizierungsmodell erstellen", Kapitel 5.1, Seite 67)*.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

1 Spektren hinzufügen oder löschen

Probenauswahl und Referenzparameter können jederzeit im Bereich **Spektrenliste** angepasst werden:

- Um Proben auszuwählen, deren Spektren der Spektrenliste hinzugefügt werden sollen, auf klicken.
- Um Spektren aus der Spektrenliste zu entfernen, Spektren auswählen und auf klicken.
  Hinweis: Die zugehörigen Proben inkl. Spektren bleiben in der Datenbank erhalten.
- Auf klicken, um Folgendes zu ändern:
  - den Namen oder die Einheit des Referenzparameters
  - die Auswahl der Benennungen für den Referenzparameter
  - die Anzahl der Dezimalstellen für den Referenzparameter und für alle Resultate

Falls der Referenzwert eines Spektrums bearbeitet werden muss, die jeweilige Probenliste oder Suchabfrage öffnen und einen Doppelklick auf den Referenzwert machen.

2 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Zur automatischen Modellentwicklung wechseln

Die weiteren Einstellungen in dieser Registerkarte haben keinen Einfluss auf den **OMD (OMNIS Model Developer)**. Daher kann an dieser Stelle zur automatischen Modellentwicklung gewechselt werden:

- Bei Bedarf im Histogramm die gleichmässige Verteilung der Referenzwerte prüfen *(siehe "Histogramm", Seite 78)*.
- Der OMD sucht selbständig nach Ausreissern und schliesst diese von der Modellentwicklung aus.
  Falls dennoch Ausreisser manuell ausgeschlossen werden sollen, müssen sie aus der Probenliste entfernt werden. Eine Zuordnung zum Ausreisserdatensatz hat keine Auswirkung auf den OMD.
- Auf **[OMD starten]** klicken.
  Die Dauer der OMD-Ausführung hängt von der Anzahl der Spektren ab.

Signifikanzniveau für die Ausreissererkennung

Voraussetzung

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Quantifizierungsmodell geöffnet und im Vordergrund.

1 Eigenschaften des Modells bearbeiten

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Ausreissergrenzen** das **Signifikanzniveau** für die Ausreissererkennung festlegen. Je höher das Signifikanzniveau ist, umso mehr spektrale Ausreisser werden erkannt. Typische Werte sind 5 % oder 1 %.
  Das Signifikanzniveau wird wie folgt verwendet:
  - Die optionale automatische Ausreissererkennung während der Entwicklung des Modells berücksichtigt das Signifikanzniveau zum Zeitpunkt der Ausreissererkennung (s. u.).
  - Die Ausreissererkennung bei der Prädiktion von Probeneigenschaften berücksichtigt das Signifikanzniveau zum Zeitpunkt der Publizierung des Modells.

2 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Ausreisserdatensatz und Validierdatensatz ermitteln

Die Ausreissererkennung ermöglicht die automatische Erstellung eines Ausreisserdatensatzes. Die verbleibenden Spektren können automatisch in einen Kalibrierdatensatz und einen Validierdatensatz aufgeteilt werden.

Falls für Kalibrierung und Validierung separate Proben gesammelt wurden, können die Proben manuell zugeordnet werden.

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

1 Datensatzaufteilung aufrufen

- Im Bereich **Spektrenliste** auf klicken.

Der Dialog **Datensatzaufteilung** wird geöffnet.

2 Ausreisserdatensatz ermitteln

- Um Spektren automatisch dem Ausreisserdatensatz zuzuordnen, den Umschalter **Ausreisser ermitteln** aktivieren. Die automatische Ausreissererkennung erkennt folgende Arten von Ausreissern:
  - Spektrale Ausreisser aufgrund von Abweichungen in den Spektren
  - Referenzwert-Ausreisser aufgrund von Anomalien in den Referenzwerten

  Bei Bedarf das **Signifikanzniveau** anpassen. Je höher das Signifikanzniveau, desto mehr spektrale Ausreisser werden erkannt. Typische Werte sind 5 % oder 1 %.

3 Validierdatensatz ermitteln

Bei der automatischen Aufteilung wird sichergestellt, dass der Kalibrierdatensatz und der Validierdatensatz für die Grundgesamtheit repräsentativ und voneinander unabhängig sind.

- Um Spektren automatisch dem Validierdatensatz zuzuordnen, den Umschalter **Validierdatensatz ermitteln** aktivieren.
  - Im Feld **Prozentsatz** den Prozentanteil der Spektren definieren, der für den Validierdatensatz verwendet werden soll, zum Beispiel zwischen 20 % und 30 %.

4 Optionen festlegen

Optionen für die Datensatzzuordnung festlegen:

- **Parametrierung anwenden**: Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl auf die Spektren anwenden *(siehe "Quantifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 5.3.4, Seite 87)*.
  Hinweis: Spätere Änderungen an der Parametrierung oder dem Signifikanzniveau haben keine Auswirkung auf die Datensatzzuordnung. Es sei denn, der Datensatz wird erneut aufgeteilt.
- **Ausreisser beibehalten**: Bereits vorhandene Ausreisser beibehalten und bei der Aufteilung nicht berücksichtigen. Diese Option kann zu einer Vergrösserung des Ausreisserdatensatzes führen, auch bei unverändertem **Signifikanzniveau**.
- **Validierdatensatz beibehalten**: Den bereits vorhandenen Validierdatensatz beibehalten und bei der Aufteilung nicht berücksichtigen. Diese Option führt zu einer Vergrösserung des Validierdatensatzes, auch bei unverändertem **Prozentsatz**.

5 Automatische Aufteilung starten

- Auf **[Aufteilen]** klicken.

Der Datensatz wird entsprechend den vorgenommenen Einstellungen aufgeteilt.

6 Aufteilung prüfen

Sobald mindestens ein Spektrum in der Spektrenliste ausgewählt ist, werden die ausgewählten Spektren im Bereich **Spektrenüberlagerung** hervorgehoben.

In den Bereichen **Histogramm** und **Spektrenüberlagerung** werden Spektren im Kalibrierdatensatz **blau**, Spektren im Validierdatensatz **grün** und Spektren im Ausreisserdatensatz **rot** angezeigt.

Im Bereich **Spektrenliste** sind die Zuordnungen durch folgende Icons dargestellt:

	Das Spektrum ist dem Kalibrierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum ist dem Validierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum ist dem Ausreisserdatensatz zugewiesen.
!	Zeigt fehlende oder ungültige Daten an. Den Tooltip zurate ziehen.

7 Manuelle Aufteilung (optional)

Die manuelle Aufteilung kann mit oder ohne vorherige automatische Aufteilung durchgeführt werden.

- Durch Rechtsklick auf ein Spektrum das Kontextmenü öffnen. Das Spektrum dem entsprechenden Datensatz zuordnen:
  - **Kalibrierdatensatz**
  - **Validierdatensatz**
  - **Ausreisserdatensatz**

Mehrere Spektren auf einmal zuordnen:

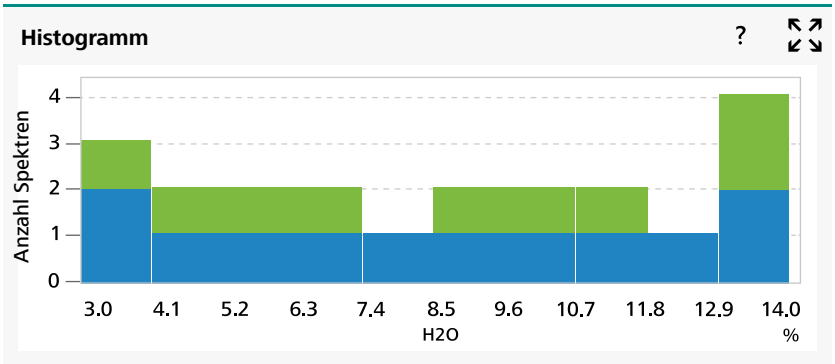
- Optional die Spektren in eine geeignete Reihenfolge bringen. Die Übersichtsliste durch Klicken auf eine Spaltenüberschrift sortieren.
- Mehrere Spektren mithilfe der Tasten **[CTRL]** oder **[SHIFT]** auswählen.
- Mit einem Rechtsklick auf die Auswahl das Kontextmenü öffnen. Die ausgewählten Spektren zuordnen.

8 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Histogramm

Das Histogramm veranschaulicht, wie gleichmässig die Referenzwerte verteilt sind. Dazu teilt das Histogramm den Referenzwertbereich in 10 gleich grosse Klassen ein.



Im abgebildeten Beispiel sind 12 ganzzahlige Referenzwerte von 3 % bis 14 % auf die 10 Klassen aufgeteilt. Die erste Klasse umfasst die Referenzwerte 3 % und 4 %, die letzte Klasse die Referenzwerte 13 % und 14 %. Die anderen 8 Klassen umfassen jeweils nur 1 Referenzwert.

Das Beispiel bestätigt, dass die Spektren im Kalibrierdatensatz (blau) und Validierdatensatz (grün) gleichmässig über den Bereich der Referenzwerte verteilt sind.

Ausreisser

Dem Ausreisserdatensatz zugeordnete Spektren werden in Rot angezeigt. Dabei kann es sich um spektrale Ausreisser oder Referenzwert-Ausreisser handeln.

Ausreisser sollten untersucht werden. Falls sich ein Ausreisser als gültiges Spektrum mit gültigem Referenzwert erweist, kann er dem Kalibrierdatensatz oder dem Validierdatensatz zugeordnet werden.

5.3.2 Quantifizierungsmodell berechnen

Ein erstes Modell kann ohne Parametrierung berechnet werden. Dadurch ergibt sich ein Vergleichsmassstab für die statistischen Kennzahlen. Der Einfluss einer späteren Parametrierung kann besser bewertet werden.

Machen Rauschen oder andere Artefakte einige Wellenlängen unbrauchbar, können diese Wellenlängen direkt ausgeschlossen werden *(siehe "Quantifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 5.3.4, Seite 87)*.

Modell berechnen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Quantifizierungsmodell geöffnet und im Vordergrund.

1 Berechnung starten

- Durch Klicken auf **[Berechnen]** das Modell berechnen.

Falls die Schaltfläche **[Berechnen]** inaktiv ist, können folgende Ursachen vorliegen:

- Das Modell wurde bereits berechnet und es gab seitdem keine Änderungen.
- Einer der Prozessschritte enthält eine fehlerhafte Eingabe. Im Navigator wird der Prozessschritt des betroffenen Bereichs **rot** dargestellt. Das Feld mit der fehlerhaften Eingabe wird rot umrandet.

5.3.3 Quantifizierungsmodell validieren

Kreuzvalidierungsverfahren definieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Quantifizierungsmodell geöffnet und im Vordergrund.

1 Eigenschaften des Modells bearbeiten

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** ▶ **Kreuzvalidierung** das Kreuzvalidierungsverfahren definieren:
  - Bei Spektrenlisten mit bis zu 70 Spektren wird das Verfahren **Leave-One-Out** empfohlen.
  - Bei grösseren Spektrenlisten wird das Verfahren **K-fold** empfohlen. Je grösser die **Anzahl Blöcke**, umso länger dauert die Berechnung des Modells. Ein typischer Wert für k ist 5.
    Der **Aufteilungsalgorithmus** bestimmt, wie Spektren des Kalibrierdatensatzes in einzelne Blöcke aufgeteilt werden. Der Aufteilungsalgorithmus **Random** wählt die Blöcke zufällig aus. Der Aufteilungsalgorithmus **Fixed Blocks (DUPLEX)** wählt die Blöcke in reproduzierbarer Weise aus.

2 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Quantifizierungsmodell validieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Quantifizierungsmodell geöffnet und im Vordergrund.
- Das Quantifizierungsmodell ist berechnet *(siehe "Quantifizierungsmodell berechnen", Kapitel 5.3.2, Seite 78)*.

1 Zum Prozessschritt Validierung wechseln

- Im Navigator durch Klicken auf **Quantifizierungsmodell validieren** zum Prozessschritt Validierung wechseln.

Die Daten des berechneten Quantifizierungsmodells werden in den Bereichen **Statistische Kennzahlen**, **Korrelationsdiagramm** und **Influence-Plot** angezeigt.

Durch Klicken auf können auch die Diagramme **Loading-Plot** und **Score-Plot** dargestellt werden.

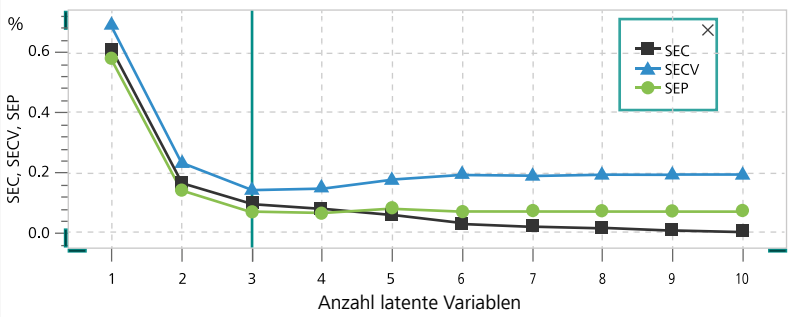
2 Statistische Kennzahlen prüfen

Im Bereich **Statistische Kennzahlen** wird ein Diagramm mit den folgenden statistischen Kennzahlen dargestellt:

- **SEC**: Standardfehler der Kalibrierung.
- **SECV**: Standardfehler der Kreuzvalidierung.
- **SEP**: Standardfehler der Prädiktion. Diese Zahl ist bei der Analyse unbekannter Proben der beste Schätzwert für den Prädiktionsfehler. Der SEP wird nur angezeigt, falls ein Validierdatensatz verfügbar ist.

Die statistischen Kennzahlen (y-Achse) sind für verschiedene Anzahlen latenter Variablen (x-Achse) dargestellt.

Statistische Kennzahlen



Die grüne senkrechte Linie zeigt die aktuell ausgewählte Anzahl latenter Variablen an. In der Abbildung oben wurden 3 latenten Variablen ausgewählt. Bei 3 latenten Variablen hat der SECV mit 0.14 % einen ersten Minimalwert.

Anzahl der Dezimalstellen in der Tabelle

Um die Anzahl der Dezimalstellen für die statistischen Kennzahlen zu ändern, im Prozessschritt **Proben auswählen** im Bereich **Spektrenliste** auf klicken.

3 Anzahl latenter Variablen festlegen

Das endgültige Quantifizierungsmodell verwendet eine feste Anzahl latenter Variablen. Für die Leistung des Quantifizierungsmodells ist es entscheidend, die optimale Anzahl latenter Variablen zu finden.

Mehr latente Variablen erklären mehr spektrale Variationen im Kalibrierdatensatz. Zu viele latente Variablen erklären hingegen zu spezifische Variationen oder Rauschen, was zu weniger genauen Prädiktionen bei unbekannten Proben führt. Dies wird als **Überanpassung** bezeichnet.

Weniger latente Variablen können ein verlässlicheres Quantifizierungsmodell ergeben. Ist die Anzahl latenter Variablen jedoch zu gering, werden relevante spektrale Variationen nicht erfasst. Die Prädiktionen sind dann weniger genau. Dies wird als **Unteranpassung** bezeichnet.

- Vorläufig eine angemessene Anzahl latenter Variablen auswählen. Dazu in der Tabelle die entsprechende Zeile doppelt anklicken. Die Anzahl ausgewählter latenter Variablen wird in der Tabelle durch ✓ gekennzeichnet.
  Im Zweifelsfall die von der OMNIS Software vorgeschlagene Anzahl wählen. Falls die ausgewählte Anzahl latenter Variablen von der vom System vorgeschlagenen Anzahl abweicht, wird die vorgeschlagene Anzahl durch → gekennzeichnet.

4 Korrelationsdiagramm prüfen

Das **Korrelationsdiagramm** bietet eine Bewertung der Leistung des Quantifizierungsmodells auf einen Blick. Das Diagramm stellt die Korrelation zwischen berechneten Werten (x-Achse) und Referenzwerten (y-Achse) dar. Jeder Punkt repräsentiert eine Probe.

Das Korrelationsdiagramm und die Tabelle daneben zeigen für jede Probe die folgenden Werte an:

Referenz-wert	Wert für den Referenzparameter
Berechneter Wert	Resultat des Quantifizierungsmodells
Residuum	Differenz zwischen berechnetem Wert und Referenzwert

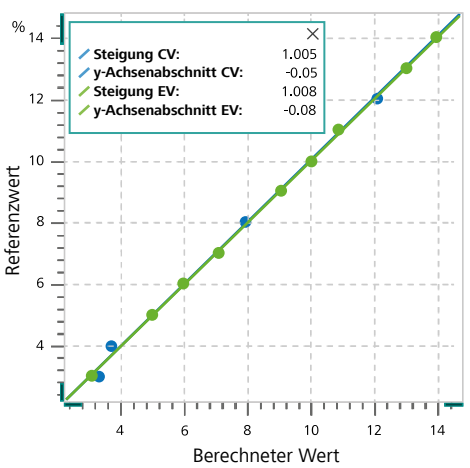
Anzahl der Dezimalstellen in der Tabelle

Um die Anzahl der Dezimalstellen für die obigen Werte zu ändern, im Prozessschritt **Proben auswählen** im Bereich **Spektrenliste** auf klicken.

Die blauen Punkte ergeben eine blaue Regressionsgerade. Die grünen Punkte ergeben eine grüne Regressionsgerade.

Die Regressionsgerade zeigt den systematischen Zusammenhang zwischen berechneten Werten und Referenzwerten. Die Regressionsgerade hat idealerweise eine Steigung von 1 und einen Achsenabschnitt von 0. Alle Proben liegen idealerweise direkt auf der Geraden. In diesem Fall entspricht bei jeder Probe der berechnete Wert dem Referenzwert.

Korrelationsdiagramm



Das Korrelationsdiagramm zeigt verschiedene Arten von Fehlern auf:

- **Systematische Fehler** können als Abweichungen der Regressionsgeraden von der Idealgeraden (Steigung = 1, y-Achsenabschnitt = 0) betrachtet werden.
- **Zufällige Fehler**: Je verstreuter die Punkte um die Regressionsgerade sind, umso höher sind die zufälligen Fehler.

In der Abbildung sind mehrere Punkte hinter anderen Punkten verborgen. Die blaue Regressionsgerade ist hinter der grünen Regressionsgerade verborgen.

- Im Bereich **Statistische Kennzahlen** eine andere Anzahl latenter Variablen auswählen. Die Änderungen im Korrelationsdiagramm beobachten.

Diagramm handhaben

Die Darstellung des Diagramms kann angepasst und einzelne oder mehrere Punkte können ausgewählt werden *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.

5 Influence-Plot prüfen

Der **Influence-Plot** beschreibt die charakteristischen Eigenschaften der Spektren und hilft bei der Ermittlung von spektralen Ausreissern.

Ein Influence-Plot kann für die Berechnungsmethode PLS oder PCA angezeigt werden. Eine Berechnungsmethode aus der Liste auswählen:

- **PLS** (Partielle Kleinste-Quadrate-Regression)
  PLS nutzt die relevanten Informationen der Spektren und der Referenzwerte. PLS ist die Basis des Quantifizierungsmodells.
- **PCA** (Hauptkomponentenanalyse)
  PCA extrahiert die relevanten Informationen aus den Spektren.

Beide Influence-Plots, PLS und PCA, berücksichtigen die definierten Datenvorbehandlungen und Wellenlängenbereiche *(siehe "Quantifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 5.3.4, Seite 87)*.

Referenzwerte beeinflussen den PLS-Influence-Plot, jedoch nicht den PCA-Influence-Plot. Die einzige Ausnahme ist, dass jeder Punkt aufgrund eines extremen Referenzwerts als möglicher Ausreisser markiert werden kann.

Die gewählte Anzahl latenter Variablen beeinflusst den PLS-Influence-Plot, jedoch nicht den PCA-Influence-Plot. Für PCA wird die Anzahl der Hauptkomponenten so gewählt, dass die erklärte Varianz mindestens 95 % beträgt.

Beispiel: PLS-Influence-Plot der EtOH-Spektren auf Basis von 3 latenten Variablen

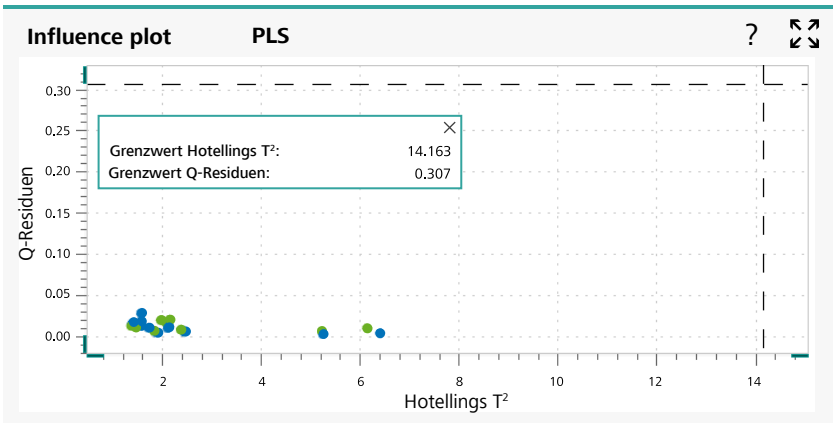


Diagramm handhaben

Die Darstellung des Diagramms kann angepasst und einzelne oder mehrere Punkte können ausgewählt werden *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.

Jeder Punkt repräsentiert ein Spektrum. Hohe Werte für Hotellings T^2 und Q-Residuen deuten auf mögliche Ausreisser hin.

Spektren mit hohen Werten für Hotellings T^2 weisen auf eine extreme Zusammensetzung der betreffenden Proben hin. Diese Proben haben einen grossen Einfluss auf das Modell. Falls der Referenzwert einer solchen Probe fehlerhaft ist, kann die Prädiktion von ähnlichen Proben zu fehlerhaften Resultaten führen.

Spektren mit hohen Q-Residuen weisen Eigenheiten auf, die nicht erfolgreich modelliert wurden. Zum Beispiel, weil in den betreffenden Proben ungewöhnliche chemische Komponenten vorkommen.

Die gestrichelten Linien zeigen die kritischen Werte (Grenzwerte) für das festgelegte Signifikanzniveau.

Die obige Abbildung zeigt keine möglichen Ausreisser. Alle Punkte liegen weit innerhalb der gestrichelten Linien.

6 Score-Plot prüfen

Während der Hotellings T^2-Wert eines Spektrums die Scores aller latenten Variablen in einem einzigen Wert zusammenfasst, ermöglicht der Score-Plot eine noch detailliertere Analyse der Scores.

Der Score-Plot für Quantifizierungsmodelle basiert auf der Berechnungsmethode **PLS** und berücksichtigt die definierten Datenvorbe-

handlungen und Wellenlängenbereiche *(siehe "Quantifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 5.3.4, Seite 87)*.

Jeder Punkt repräsentiert ein Spektrum. Die Scores für die ersten beiden latenten Variablen können auf der x-Achse und der y-Achse abgelesen werden. Unter **Eigenschaften** kann auch jedes andere Paar latenter Variablen angezeigt werden. Die Scores sind normalisiert, jede latente Variable erhält das gleiche Gewicht.

Beispiel: Score-Plot der EtOH-Spektren für die latenten Variablen 1 und 2:

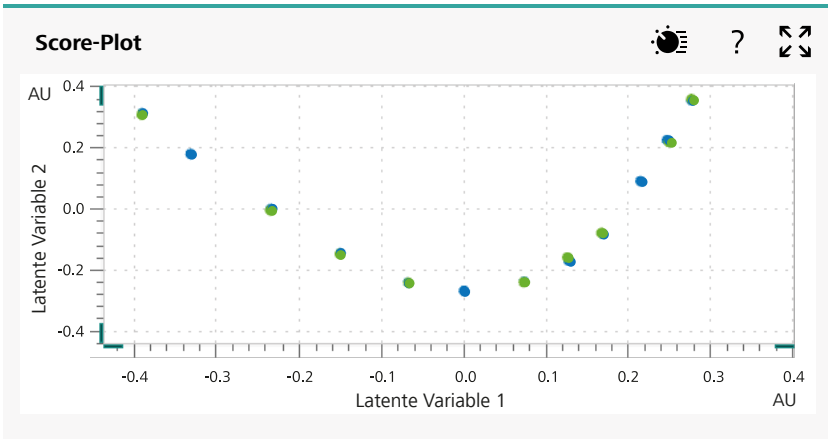


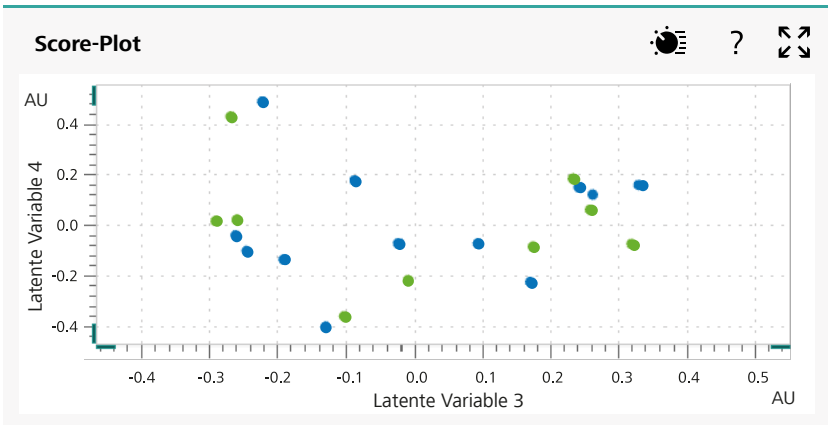
Diagramm handhaben

Die Darstellung des Diagramms kann angepasst und einzelne oder mehrere Punkte können ausgewählt werden *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.

Die Punkte sind wie auf einer Perlenschnur aufgereiht. Dies ist auf die regelmässigen Abstände zwischen den Referenzwerten und auf die Abwesenheit von zusätzlichen Probenvariationen zurückzuführen. In diesem Fall kann die Frage gestellt werden, ob alle in Zukunft zu erwartenden Probenvariationen berücksichtigt wurden.

Bei den höheren latenten Variablen, die einen immer geringeren Anteil der Varianz erklären, ist der Effekt nicht mehr sichtbar, wie die folgende Abbildung zeigt.

Beispiel: Score-Plot der EtOH-Spektren für die latenten Variablen 3 und 4:



Der Validierdatensatz (grüne Punkte) nimmt in beiden Abbildungen innerhalb der dargestellten latenten Variablen ungefähr den gleichen Raum ein wie der Kalibrierdatensatz (blaue Punkte). Potentielle Ausreisser sind nicht zu erkennen.

7 Ausreisser aufnehmen oder ausschliessen

- Mögliche Ausreisser sorgfältig prüfen.
- Falls Proben einem anderen Datensatz zugeordnet werden, alle in einem Schritt zuordnen:
  - Im Influence-Plot, im Korrelationsdiagramm oder im Score-Plot alle neu zuzuordnenden Punkte auswählen *(siehe "Mehrere Punkte oder Kurven auswählen", Seite 175)*.
  - Mit einem Rechtsklick auf einen der ausgewählten Punkte das Kontextmenü öffnen. Den passenden Datensatz auswählen.
  - Durch Klicken auf **[Berechnen]** das Quantifizierungsmodell erneut berechnen.
- Nach der Neuzuordnung der Spektren das Quantifizierungsmodell erneut validieren.

8 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Quantifizierungsmodell duplizieren

Das Quantifizierungsmodell kann dupliziert werden, um bei Bedarf auf den aktuellen Stand zurückzugreifen:

1. Das Quantifizierungsmodell speichern.
2. Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Quantifizierungsmodelle** das Quantifizierungsmodell auswählen.
3. Das ausgewählte Quantifizierungsmodell durch Klicken auf dupli-zieren.

4. Das duplizierte Quantifizierungsmodell öffnen und die Optimierung fortsetzen.

5.3.4 Quantifizierungsmodell parametrieren

Der Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren** ermöglicht eine automatische oder manuelle Optimierung der Spektren. Artefakte und Nichtlinearitäten werden korrigiert. Bei richtiger Durchführung verbessert die Parametrierung die Genauigkeit und Robustheit des Modells.

Die Parametrierung wird angewendet auf:

- alle Spektren im Kalibrierdatensatz
- alle Spektren im Validierdatensatz und im Ausreisserdatensatz

Bei der Prädiktion im Arbeitsbereich **Proben** wird das Spektrum einer Probe aufgenommen und mit einem Modell ausgewertet. Auch auf dieses Spektrum wird die Parametrierung angewendet, die im Modell definiert ist.

Zwei Parametrierungsmöglichkeiten stehen zur Verfügung:

- Definieren der zu verwendenden Wellenlängenbereiche.
- Anwenden von Datenvorbehandlungen, um die Spektren in eine geeignetere Form zu bringen.

Automatische Parametrierung

Parametrierung optimieren

Voraussetzungen:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Prozessschritt 'Quantifizierungsmodell parametrieren'

- Im Navigator auf den Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren** klicken.

2 Datenvorbehandlung und Wellenlängenbereiche automatisch definieren

- Im Bereich **Spektrenüberlagerung** auf die Schaltfläche **[Parametrierung optimieren]** klicken.
  Hinweis: Bereits bestehende Datenvorbehandlungen und Wellenlängenbereiche werden überschrieben.

3 Manuelle Parametrierung (optional)

- Bei Bedarf können die Datenvorbehandlungen und Wellenlängenbereiche manuell weiterbearbeitet werden.

Manuelle Parametrierung

Die manuelle Parametrierung beginnt mit einer visuellen Untersuchung der Spektren im Prozessschritt **Proben auswählen**.

Spektren darstellen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Prozessschritt 'Proben auswählen'

- Im Navigator auf den Prozessschritt **Proben auswählen** klicken.

In diesem Prozessschritt können die Spektren gleichzeitig in Tabellenform und in Kurvenform untersucht werden.

2 Spektren untersuchen

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*
- Diagramme handhaben *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*

3 Prozessschritt 'Quantifizierungsmodell parametrieren'

- Im Navigator auf den Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren** klicken.
- Im Bereich **Datenvorbehandlung** mit ⌄ die Auswahlliste aufklappen und den Bereich **Loading-Plot** auswählen.

In diesem Prozessschritt können die Spektren gleichzeitig in Kurvenform und im **Loading-Plot** untersucht werden. Der Loading-Plot zeigt, wie die ursprünglichen Wellenlängenvariablen zum Aufbau jeder latenten Variable beitragen.

Weitere Schritte

- Manuelle Wellenlängenauswahl *(siehe "Manuelle Wellenlängenauswahl", Kapitel 5.3.4.1, Seite 89)*
- Datenvorbehandlung manuell definieren *(siehe "Datenvorbehandlung manuell definieren", Kapitel 5.3.4.2, Seite 92)*

5.3.4.1 Manuelle Wellenlängenauswahl

Eine Wellenlängenauswahl kann das Quantifizierungsmodell verbessern. Beispiel: Falls bei hohen Absorbanzwerten Rauschen sichtbar ist, können die betreffenden Wellenlängenbereiche ausgeschlossen werden.

Das Modell verwendet die definierten Wellenlängenbereiche. Falls keine Wellenlängenbereiche definiert sind, verwendet das Modell alle Wellenlängen.

Spektren und Loadings anzeigen

Voraussetzungen:

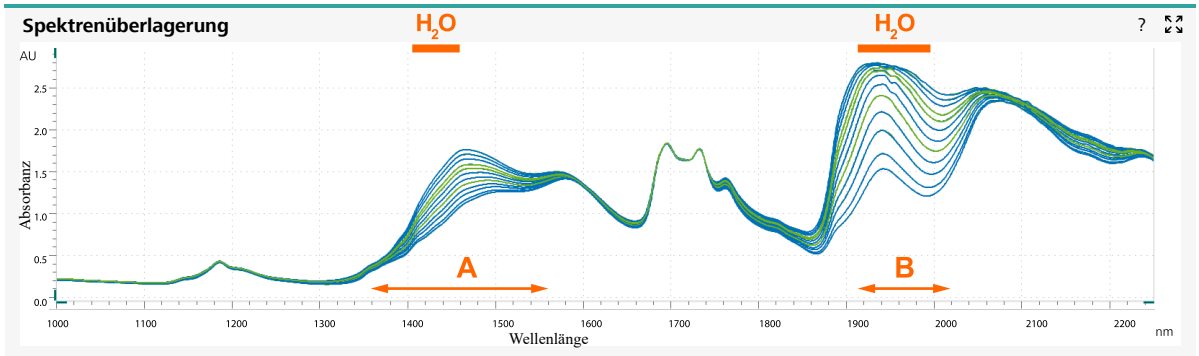
- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Prozessschritt 'Quantifizierungsmodell parametrieren'

- Im Navigator auf den Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren** klicken.
- Gleichzeitig die Bereiche **Spektrenüberlagerung**, **Loading-Plot** und **Wellenlängenbereich** anzeigen.

Spektrenüberlagerung

Die generischen H_2O-Absorptionsbanden können in einem Diagramm nachgeschlagen werden und als grober Anhaltspunkt dienen. Die H_2O-Absorptionsbanden erstrecken sich von 1400 bis 1450 nm und von 1900 bis 1980 nm.

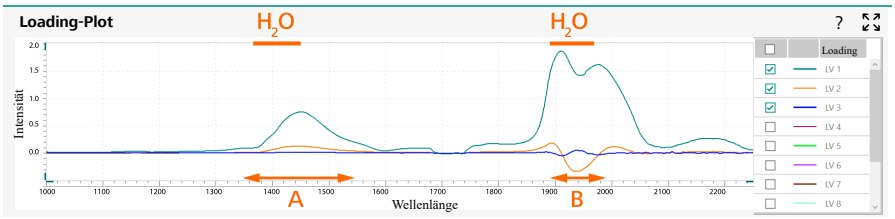


Die EtOH-Spektren weisen deutlich sichtbare Variationen entsprechend dem unterschiedlichen H_2O-Gehalt der Proben auf (Bereiche **A** und **B**).

Es gibt jedoch einen Unterschied zwischen den 2 Bereichen. Im Gegensatz zum Bereich **B** (1900 … 2000 nm) zeigt der Bereich **A** (1350 … 1550 nm) gleichmässige vertikale Abstände zwischen den Linien, entsprechend den gleichmässigen Abständen der Referenzwerte.

Loading-Plot

Loadings zeigen, wie die ursprünglichen Wellenlängenvariablen zum Aufbau jeder latenten Variable beitragen.



Die bereits identifizierten Bereiche **A** (1350 … 1550 nm) und **B** (1900 … 2000 nm) weisen die höchsten Loadings auf, insbesondere für die latente Variable 1 (grün). Diese Bereiche tragen somit am meisten zur Bildung der latenten Variable 1 bei.

Es ist irrelevant, ob die Loadings positiv oder negativ sind.

Aufgrund der Artefakte im Bereich **B** scheint es sinnvoll, ein Modell basierend auf dem Bereich **A** (1350 bis 1550 nm) zu erproben.

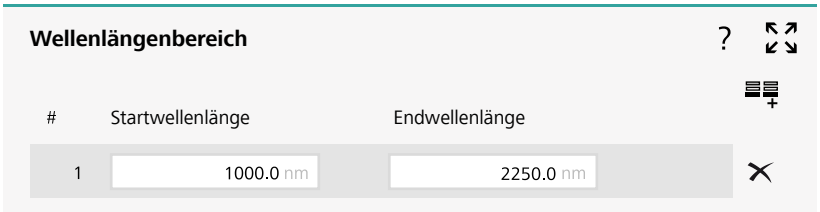
Wellenlängenbereiche definieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren**.

1 Wellenlängenbereich hinzufügen

- Im Bereich **Wellenlängenbereich** einen Wellenlängenbereich durch Klicken auf hinzufügen.



Ein Wellenlängenbereich wird hinzugefügt. Der Bereich deckt zunächst alle Wellenlängen ab.

2 Wellenlängenbereich festlegen

Den Wellenlängenbereich auf eine der folgenden Weisen festlegen:

- Um den Wellenlängenbereich durch die Eingabe von Zahlen festzulegen, die **Startwellenlänge** und die **Endwellenlänge** in die entsprechenden Eingabefelder eintragen.
- Um den Wellenlängenbereich im Diagramm festzulegen, wie folgt vorgehen:
  - Im Bereich **Spektrenüberlagerung** auf **[Verschieben aktivieren]** klicken.
  - Mit dem Cursor an den linken Rand des hervorgehobenen Bereichs fahren, bis der Cursor als ↔ angezeigt wird.
  - Mit gedrückter linker Maustaste den linken Rand zur entsprechenden Position verschieben.
  - Auf der rechten Seite des hervorgehobenen Bereichs genauso verfahren.
  - Um einen Wellenlängenbereich zu verschieben, mit dem Cursor über den Bereich fahren, bis der Cursor als ⇔ angezeigt wird. Mit gedrückter linker Maustaste den Bereich nach links oder rechts verschieben.
  - Auf **[Verschieben deaktivieren]** klicken.

3 Weitere Wellenlängenbereiche hinzufügen

Weitere Wellenlängenbereiche können durch Klicken auf hinzugefügt werden.

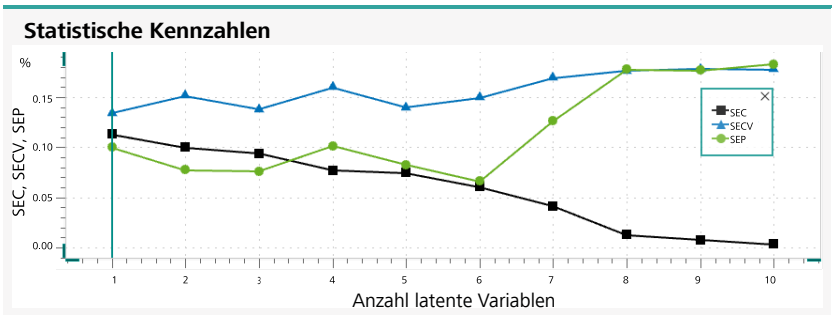
Wellenlängenbereiche dürfen nicht überlappen
Ein neuer Wellenlängenbereich überschneidet sich zunächst mit den vorhandenen Wellenlängenbereichen. Den Wellenlängenbereich so anpassen, dass es keine Überlappungen mehr gibt.

4 Modell berechnen

- Durch Klicken auf **[Berechnen]** das Modell berechnen.

5 Modell validieren

- Im Navigator durch Klicken auf **Quantifizierungsmodell validieren** zum Prozessschritt Validierung wechseln.
- Das Modell validieren. Die statistischen Kennzahlen mit dem zuvor erstellten Modell vergleichen.



Bei Wasser in EtOH und einem Wellenlängenbereich von 1350 bis 1550 nm scheint eine einzelne latente Variable anstelle von 3 latenten Variablen bei Verwendung des gesamten Wellenlängenbereichs auszureichen. Der SECV ist in beiden Fällen ähnlich: 0.13 % und 0.14 %.

Eine Variable anstelle von 3 Variablen ist eine bedeutende Verbesserung. Irrelevante Variabilität wurde erfolgreich beseitigt. Das neue Modell mit weniger Variablen ist mutmasslich robuster.

6 Modell speichern

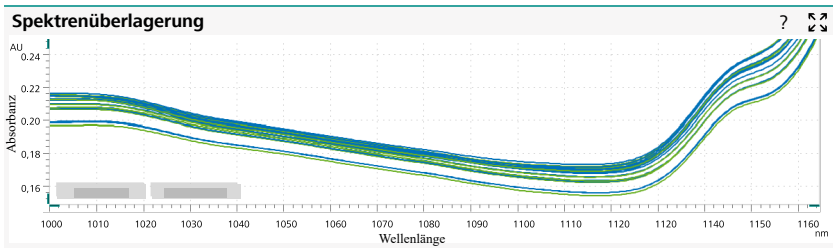
- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Falls die neu erstellte Wellenlängenauswahl bei der Aufteilung des Datensatzes oder der Ausreissererkennung berücksichtigt werden soll, kann der Datensatz neu aufgeteilt werden.

5.3.4.2 Datenvorbehandlung manuell definieren

Eine geeignete Datenvorbehandlung kann das Quantifizierungsmodell verbessern. Beispiel: Basislinienverschiebungen enthalten für die meisten Anwendungen keine relevanten Informationen und können entfernt werden.

EtOH-Spektren



Bei EtOH-Spektren werden beim Vergrössern des Bereichs von 1000 bis 1200 nm kleine Basislinienverschiebungen zwischen den Spektren sichtbar. Dabei handelt es sich um konstante (nicht wellenlängenabhängige) Basislinienverschiebungen.

Die Basislinienverschiebungen sind auf die Bildung von Gasbläschen bei einer für Demonstrationszwecke vorsätzlich nicht ausgegasten Probe in einer Durchflussküvette zurückzuführen.
Eine klare Flüssigkeit weist normalerweise keine Basislinienverschiebungen in diesem Ausmass auf.

Die Basislinienverschiebung lässt sich mit einer Datenvorbehandlung korrigieren.

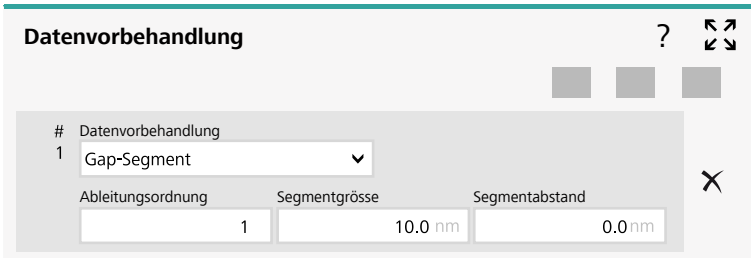
Datenvorbehandlung manuell definieren

Voraussetzungen:

- Der Navigator ist im Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren**.

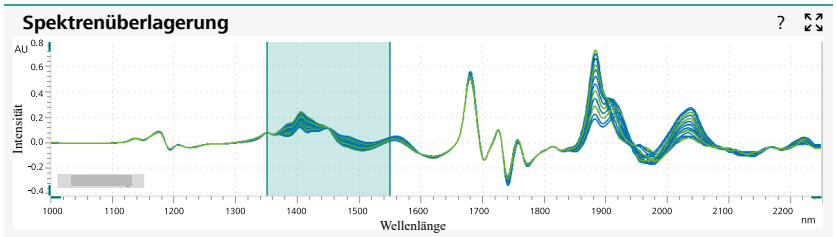
1 Datenvorbehandlungsschritt hinzufügen

- Im Bereich **Datenvorbehandlung** einen Datenvorbehandlungsschritt durch Klicken auf hinzufügen.
- Im Feld **Datenvorbehandlung** die Art der Datenvorbehandlung auswählen und die zugehörigen Felder ausfüllen.
  Beispiel für Gap-Segment mit einer Ableitung erster Ordnung, welche konstante (nicht wellenlängenabhängige) Basislinienverschiebungen entfernt:



Die vorbehandelten Spektren werden im Bereich **Spektrenüberlagerung** sofort angezeigt.

Nach der Datenvorbehandlung sehen die Spektren anders aus.



Im Fall der EtOH-Spektren werden die konstanten Basislinienverschiebungen entfernt.

2 Weitere Datenvorbehandlungsschritte hinzufügen

Weitere Datenvorbehandlungsschritte können durch Klicken auf hinzugefügt werden.

Bei Verwendung mehrerer Datenvorbehandlungsschritte kann die Reihenfolge entscheidend sein. Gap-Segment oder Savitzky-Golay werden vorzugsweise vor SNV angewendet und SNV vor Detrend.

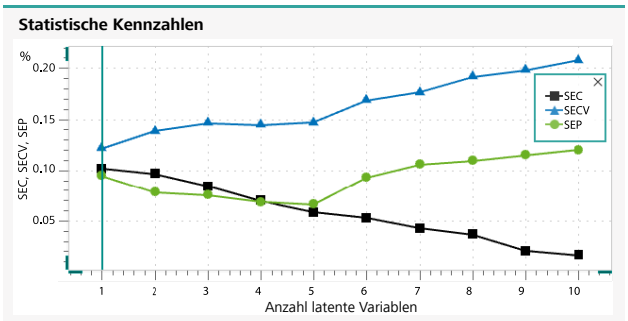
Durch Klicken auf und können Zeilen nach oben oder unten verschoben und dadurch die Reihenfolge festgelegt werden.

3 Modell berechnen

- Durch Klicken auf **[Berechnen]** das Modell berechnen.

4 Modell validieren

- Im Modellnavigator durch Klicken auf **Quantifizierungsmodell validieren** zum Prozessschritt Validierung wechseln.
- Das Modell validieren. Die statistischen Kennzahlen mit den zuvor erstellten Modellen vergleichen.



Im Fall von H_2O in EtOH bei einem Wellenlängenbereich von 1350 bis 1550 nm und einem Gap-Segment mit Ableitungsordnung 1 scheint eine einzelne latente Variable immer noch ausreichend zu sein. Der SECV hat sich minimal auf 0.12 % verbessert.

Da die Basislinienverschiebungen für diese Anwendung keine relevanten Informationen enthalten, kann die Datenvorbehandlung trotz der nur minimalen Verbesserung beibehalten werden.

5 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Falls die neu erstellten Datenvorbehandlungen bei der Aufteilung des Datensatzes oder der Ausreissererkennung berücksichtigt werden sollen, kann der Datensatz neu aufgeteilt werden.

5.4 Quantifizierungsmodell publizieren

Damit ein Modell für Bestimmungen verwendet werden kann, muss das Modell publiziert werden. Dadurch ist das Weiterentwickeln des Modells möglich, ohne die publizierte Version und die damit durchgeführten Bestimmungen zu beeinflussen.

Quantifizierungsmodell publizieren

Voraussetzung:

- Das Modell ist berechnet und gespeichert.
- Das Modell ist geöffnet.
- Die gewünschte Anzahl latenter Variablen ist ausgewählt.

1 Dialog öffnen

- Durch Klicken auf den Dialog **Quantifizierungsmodell publizieren** öffnen.

Falls das Modell bereits zuvor publiziert und in Methoden verwendet wurde, können diese Methoden durch das Aktivieren des Kontrollkästchens **Methoden aktualisieren** automatisch aktualisiert werden.

Hinweis: Nicht automatisch aktualisiert werden:

- Geöffnete Methoden
- Unterschriebene und publizierte Methoden
- Falls die Filterung der Datenberechtigungen aktiviert ist: Methoden ohne Datenberechtigungen des aktuell angemeldeten Benutzers

2 Nearest Neighbor Distance

Falls das Kontrollkästchen **Nearest Neighbor Distance berechnen** aktiviert wird, steht die **Nearest Neighbor Distance (NND)** zur Verfügung. Das Modell berechnet im Raum der latenten Variablen für jedes Kalibrierprobenspektrum die Distanz zum nächstgelegenen Kalibrierprobenspektrum. Die grösste aller ermittelten Distanzen wird in der **PREDICT**-Befehlsvariable **LimitNearestNeighborDistance** (NND-Grenzwert) gespeichert *(siehe "Prädiktion", Kapitel 2.3.2, Seite 21)*.

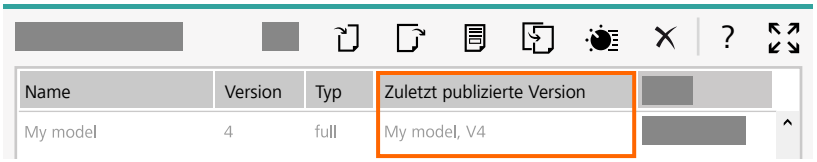
Bei der Prädiktion berechnet das Quantifizierungsmodell auf gleiche Weise die Distanz des aufgenommenen Spektrums zum nächstgelegenen Kalibrierprobenspektrum. Diese Distanz wird in der **PREDICT**-Befehlsvariable **NearestNeighborDistance** (NND) gespeichert *(siehe "Prädiktion", Kapitel 2.3.2, Seite 21)*.

Die beiden Variablen können miteinander verglichen und mithilfe der Resultatüberwachung überwacht werden *(siehe "Arbeitsvorschrift anlegen", Seite 157)*.

3 Publizieren

- Durch Klicken auf **[Publizieren]** das Modell publizieren.

Unter **Kalibrierung und Auswertung** ► **Quantifizierungsmodelle** wird die zuletzt publizierte Version angezeigt:



Der **PREDICT**-Befehl kann nun auf die publizierte Version des Modells zugreifen.

Modellübersicht

Falls ein oder mehrere Quantifizierungsmodelle ausgewählt werden, zeigt die Modellübersicht auf der rechten Seite die wichtigsten Daten auf einen Blick (maximal 5 verschiedene Modelle).

Falls die zuletzt gespeicherte Version nicht der zuletzt publizierten Version entspricht, zeigt die Modellübersicht beide Versionen an.

5.5 Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur

Die **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur** ermöglicht die Korrektur systematischer Fehler bei der Anwendung eines Quantifizierungsmodells. Voraussetzung ist ein robustes und zuverlässiges Quantifizierungsmodell. Die Fehler sollten statistisch signifikant, aber nicht zu gross sein.

Systematische Fehler sind im Korrelationsdiagramm als Abweichungen der Regressionsgeraden von der Idealgeraden (Steigung = 1, y-Achsenabschnitt = 0) zu sehen.
Zufällige Fehler sind im Korrelationsdiagramm ebenfalls zu sehen. Je verstreuter die Punkte um die Regressionsgerade sind, umso höher sind die zufälligen Fehler. Zufällige Fehler können mit der Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur nicht korrigiert werden.

Eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur wird in den folgenden Fällen verwendet:

- Falls ein Quantifizierungsmodell revalidiert oder mit Kontrollproben überwacht wird und sich herausstellt, dass die statistischen Kennzahlen z. B. aufgrund von Umweltveränderungen nicht mehr den Anforderungen entsprechen.
- Falls ein Quantifizierungsmodell mit importierten XDS-/DS-Spektren erstellt wurde *(siehe "Wechsel von XDS/DS Analyzer (Quantifizierung)", Kapitel 11.6, Seite 185)*.

2 Korrekturen stehen zur Verfügung:

- **Bias**: Korrigiert den Bias – die durchschnittliche Abweichung zwischen den Referenzwerten und den vorhergesagten Werten der Proben. Nach der Korrektur ist der Bias gleich 0.
- **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur**: Korrigiert die Steigung und den y-Achsenabschnitt der Regressionsgeraden im Korrelationsdiagramm.
  Nach der Korrektur ist die Steigung gleich 1 (entspricht einer 45°-Geraden) und der y-Achsenabschnitt gleich 0.
  Hinweis: Nach einer Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur ist der Bias gleich 0.

Die Biaskorrektur und v. a. die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur mit Bedacht anwenden.
Falls die Fehler nicht statistisch signifikant sind, keine Korrektur anwenden. Falls die Fehler statistisch signifikant sind, die Fehler gründlich untersuchen. Die Ursache der Fehler nach Möglichkeit beheben. Können die Fehler aus einem berechtigten Grund nicht behoben werden, kann eine Biaskorrektur oder Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur angewendet werden.

Hinweis zur Probenanzahl:

- Für einen verlässlichen Schätzwert des Bias werden mindestens 20 Proben benötigt.
- Für einen verlässlichen Schätzwert der Steigung werden mindestens 30 Proben benötigt.

Proben vorbereiten

Die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur wird in der Regel mit Proben durchgeführt, die für die Revalidierung des Quantifizierungsmodells verwendet werden, oder mit Kontrollproben, die zur Überwachung der Leistung des Quantifizierungsmodells dienen.

- Die Proben in **Probenlisten** oder **Suchabfragen** zusammenstellen.
- Sicherstellen, dass jede Probe Folgendes enthält:
  - Einen Referenzwert für den zu korrigierenden Parameter.
  - Ein Spektrum.
  - Einen vorhergesagten Wert für jedes Spektrum.

Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur erstellen

Mehrere Quantifizierungsmodelle (optional)

- Falls unterschiedliche Quantifizierungsmodelle korrigiert werden sollen, eine separate Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur für jedes Modell erstellen.
- Falls mehrere gleichartige Versionen desselben Quantifizierungsmodells korrigiert werden sollen, genügt eine einzige Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur.

  Die gleichartigen Versionen dürfen sich in folgenden Punkten unterscheiden:
  - unterschiedliche Namen des Quantifizierungsmodells
  - unterschiedliche Namen des Referenzparameters
  - unterschiedliche Ausreisserdatensätze, solange der Kalibrierdatensatz nicht davon betroffen ist
  - unterschiedliche Validierdatensätze, solange der Kalibrierdatensatz nicht davon betroffen ist
  - unterschiedliche Kreuzvalidierungsparameter

  Die gleichartigen Versionen dürfen hingegen keine Unterschiede aufweisen, die das Prädiktionsresultat beeinflussen:
  - Die Kalibrierdatensätze müssen identisch sein.
  - Die Parametrierung muss identisch sein.
  - Die Anzahl latenter Variablen muss identisch sein.

1 Neue Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur erstellen

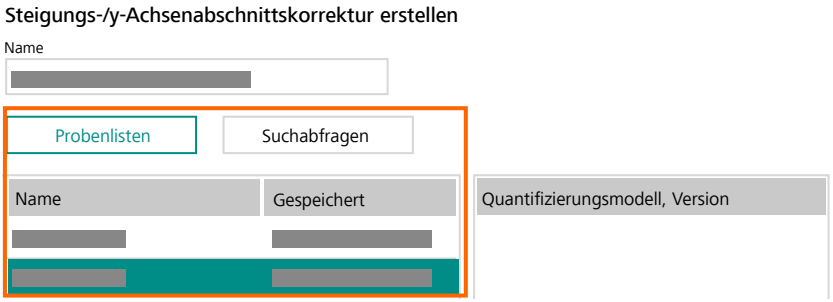
- Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen** auf ✓+ klicken.

2 Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur benennen

- Einen passenden Namen in das Feld **Name** eintragen, z. B. den Namen des zu korrigierenden Quantifizierungsmodells.

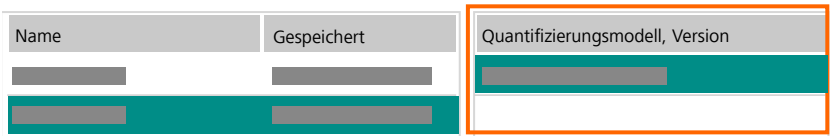
3 Proben auswählen

- Eine oder mehrere **Probenlisten** oder **Suchabfragen** auswählen, aus denen Proben für die Erstellung der Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur verwendet werden sollen.



4 Quantifizierungsmodell auswählen

Die Liste **Quantifizierungsmodell** zeigt alle Quantifizierungsmodelle an, die mit den ausgewählten Proben korrigiert werden können.



- In der Liste **Quantifizierungsmodell** das zu korrigierende Quantifizierungsmodell auswählen.
  Hinweis: Falls die vorhergesagten Werte der verwendeten Proben von mehreren Versionen eines Quantifizierungsmodells stammen, können bei Bedarf alle diese Versionen ausgewählt werden.
- Auf **[Weiter]** klicken.

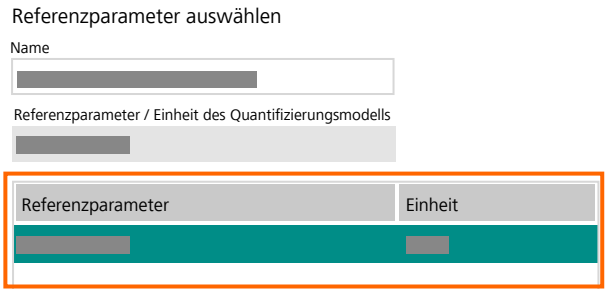
5 Referenzparameter des Quantifizierungsmodells

Das Feld **Referenzparameter / Einheit des Quantifizierungsmodells** zeigt den Namen und die Einheit des Referenzparameters des ausgewählten Quantifizierungsmodells.

- Bei Bedarf die Anzahl der **Dezimalstellen** anpassen.

6 Referenzparameter der ausgewählten Proben

Die Liste **Referenzparameter** zeigt alle verfügbaren Referenzparameter der ausgewählten Proben an.



- In dieser Liste den gewünschten Referenzparameter auswählen.

Falls der Referenzparameter in den Probenlisten oder Suchabfragen mehrere Benennungen hat, können alle diese Benennungen ausgewählt werden.

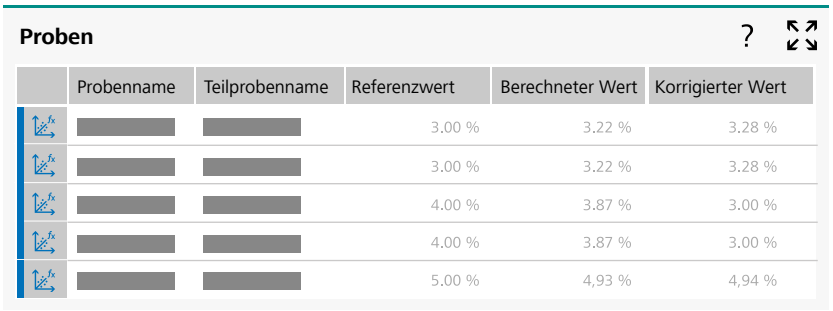
7 Eingaben bestätigen

- Durch Klicken auf **[Erstellen]** die neue Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur erstellen.

Die Korrektur wird anhand der Referenzwerte und der vorhergesagten Werte der ausgewählten Proben berechnet. Berücksichtigt werden alle Proben, welche die folgenden beiden Bedingungen erfüllen:

- Die Probendaten enthalten einen Referenzwert für den ausgewählten Referenzparameter.
- Die Probe besitzt ein durch das ausgewählte Quantifizierungsmodell berechnetes Quantifizierungsresultat.

Eine neue Registerkarte zeigt die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur an. Der Bereich **Proben** listet die berücksichtigten Proben auf.



8 Typ der Korrektur

Den Typ der Korrektur auswählen, **Bias** oder **Steigung/y-Achsenabschnitt**.

9 Ausreisser markieren

- Um ein Spektrum als Ausreisser zu markieren, im Bereich **Proben** auf das Spektrum rechtsklicken und mit einem Klick auf **Ausreisserdatensatz** das Spektrum aus der Berechnung ausschliessen.

Das Symbol markiert das Spektrum als Ausreisser. Das Spektrum wird aus dem Bereich **Korrelationsdiagramm** und aus allen Berechnungen entfernt.

- Um die Ausreissermarkierung zu entfernen, nochmals auf das Spektrum rechtsklicken und auf **Korrekturdatensatz** klicken.

Das Spektrum wird wieder mit markiert. Das Spektrum erscheint erneut im Bereich **Korrelationsdiagramm** und wird wieder in alle Berechnungen einbezogen.

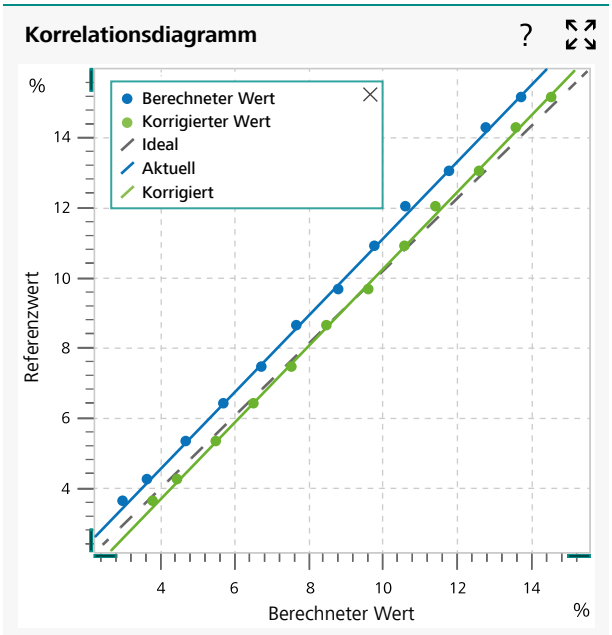
Mithilfe der Tasten **[CTRL]** oder **[SHIFT]** können mehrere Spektren gleichzeitig ausgewählt und geändert werden *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*.

10 Korrelationsdiagramm

Der Bereich **Korrelationsdiagramm** stellt für jedes Spektrum 2 Punkte mit demselben Referenzwert auf der y-Achse, aber mit unterschiedlichen Werten auf der x-Achse dar:

- Der blaue Punkt zeigt auf der x-Achse den vom Quantifizierungsmodell vorhergesagten **berechneten Wert**.
  - Den Cursor auf einen Punkt positionieren, um sein Residuum anzuzeigen (Differenz zwischen berechnetem Wert und Referenzwert).
- Der grüne Punkt zeigt auf der x-Achse den **korrigierten Wert**. Der korrigierte Wert hängt vom gewählten Typ der Korrektur ab (Bias oder Steigung/y-Achsenabschnitt).
  - Den Cursor auf einen Punkt positionieren, um sein Residuum anzuzeigen (Differenz zwischen korrigiertem Wert und Referenzwert).

Korrelationsdiagramm für eine Biaskorrektur

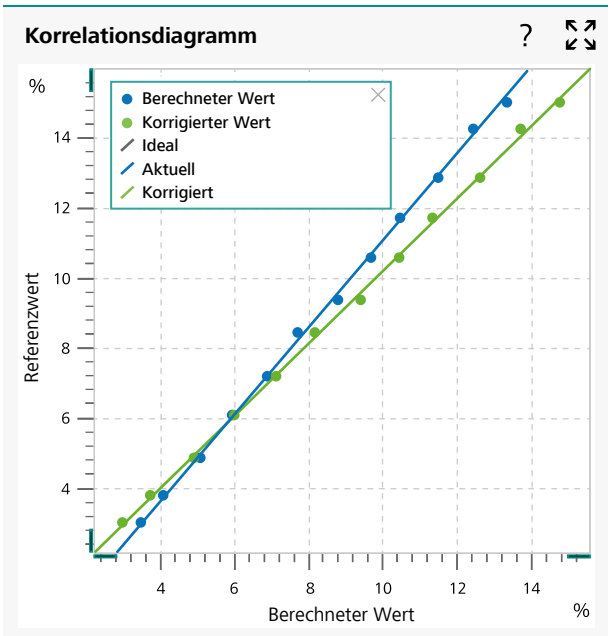


Die berechneten Werte (blaue Punkte) werden um den Bias korrigiert. Die korrigierte Regressionsgerade (grün) schneidet die gestrichelte 45°-Idealgerade so, dass sich ein Bias von 0 ergibt.

Das Beispiel im obigen Korrelationsdiagramm ergibt eine Verbesserung des SEP von 0.82 auf 0.24.

Für einen verlässlichen Schätzwert des Bias werden mindestens 20 Proben benötigt.

Korrelationsdiagramm für eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur



Die berechneten Werte (blaue Punkte) werden um die Steigung und den y-Achsenabschnitt korrigiert. Die korrigierten Werte (grüne Punkte) haben eine ideale Regressionsgerade (45°, y-Achsenabschnitt 0).

Das Beispiel im obigen Korrelationsdiagramm ergibt eine Verbesserung des SEP von 0.86 auf 0.12.

Für einen verlässlichen Schätzwert der Steigung werden mindestens 30 Proben benötigt.

11 Korrekturwerte

Im Bereich **Korrekturwerte** werden der SEP und die Korrekturwerte für Steigung und y-Achsenabschnitt angezeigt, abhängig vom Typ der Korrektur:

- **SEP** gibt den Standardfehler der Prädiktion an, basierend auf den Proben im Korrekturdatensatz.
  Hinweis: Die Formeln für die 3 SEP-Werte berücksichtigen jeweils die entsprechenden Freiheitsgrade. Bei einer geringen Anzahl von Proben können deshalb die Werte mit Korrektur grösser sein als die Werte ohne Korrektur.

- Der multiplikative Korrekturwert **Steigung** und der additive Korrekturwert **y-Achsenabschnitt** wandeln die berechneten Werte (blaue Punkte) in die korrigierten Werte (grüne Punkte) um:
  Korrigierter Wert = Berechneter Wert × Steigung + y-Achsenabschnitt

Korrekturwerte

	SEP	Steigung	y-Achsenabschnitt
Unkorrigiert	0.86	1.000	0.00
Biaskorrektur	0.71	1.000	0.53
Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur	0.12	1.193	-1.11

3

1 2

Die Tabelle enthält die folgenden Daten der berechneten Werte (blaue Punkte):

- Die Steigung der Regressionsgerade **(1)**.
- Den y-Achsenabschnitt der Regressionsgerade **(2)**.
- Den Bias der Regressionsgerade **(3)**.

12 Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur publizieren

Eine publizierte Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur kann nachträglich weder geöffnet noch bearbeitet werden.

- Prüfen, ob der richtige Typ der Korrektur (Bias oder Steigung/y-Achsenabschnitt) ausgewählt ist.
- Auf klicken, um den Dialog **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur publizieren** zu öffnen.
- Durch Klicken auf **[Publizieren und schliessen]** die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur publizieren.

Die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur wird publiziert und gleichzeitig gespeichert. Die Registerkarte wird geschlossen und die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur wird in der Übersichtsliste angezeigt.

Der **PREDICT**-Befehl kann nun auf die publizierte Version der Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur zugreifen.

6 Identifizierungsmodell

Eine Veranschaulichung der Abläufe in der OMNIS Software ist im Anhang zu finden *(siehe "Entwicklung eines Modells", Seite 191)*.

Ein Identifizierungsmodell liefert je nach Verwendung:

- Eine **Identifizierung** einer unbekannten Probe (z. B. Fruktose). Das Resultat ist ein Produktname.
- Eine **Verifizierung** der Produktzugehörigkeit (z. B. Fruktose) einer Probe. Das Resultat ist ja/nein – Verifizierung erfolgreich oder fehlgeschlagen.

6.1 Identifizierungsmodell erstellen

Identifizierungsmodell erstellen

Voraussetzung:

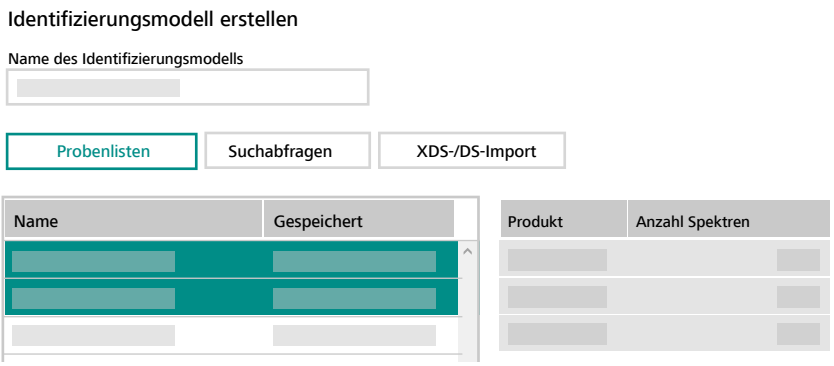
- Ein Datensatz mit Spektren und Produktnamen ist erstellt *(siehe "Spektren aufnehmen", Kapitel 4.2, Seite 61)*.

1 Identifizierungsmodell erzeugen und benennen

- Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Identifizierungsmodelle** auf klicken.
  Ein neues Identifizierungsmodell erscheint in einer neuen Registerkarte.
- Einen passenden Namen in das Eingabefeld **Name des Identifizierungsmodells** eingeben.

2 Proben auswählen

- Alle Probenlisten durch Anklicken von **Probenlisten** anzeigen.
- Alle vorbereiteten Probenlisten auswählen.



Proben können auch über eine Suchabfrage ausgewählt werden. Zudem können Proben von XDS-Geräten und DS-Geräten importiert werden *(siehe "Wechsel von XDS/DS Analyzer (Quantifizierung)", Kapitel 11.6, Seite 185)*.

Die Probenauswahl kann später angepasst werden.

Die Auswahl muss Proben mit einem Produktparameter enthalten. Die Spalte **Produkt** listet die enthaltenen Produkte auf.

3 Identifizierungsmodell erstellen

- Auf **[Erstellen]** klicken.
- Modell speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

6.2 Proben auswählen und Datensatz aufteilen

Die Registerkarte des Identifizierungsmodells zeigt zuoberst eine waagerechte Navigationsleiste an, den **Navigator**. Der Navigator führt durch die weiteren Schritte der Modellentwicklung.

Darstellung von Spektren

In den 3 Prozessschritten werden die einzelnen Spektren in Form von Kurven, Punkten oder Tabellenzeilen dargestellt.

Ausgewählte Spektren werden in allen Darstellungen und in allen Prozessschritten gleichzeitig hervorgehoben.

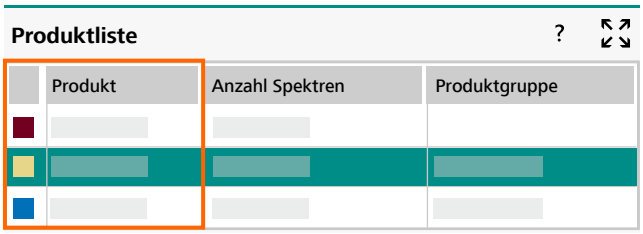
Tabellen und Diagramme

Die Handhabung von Tabellen und Diagrammen ist im Anhang beschrieben:

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*
- Diagramme handhaben *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*

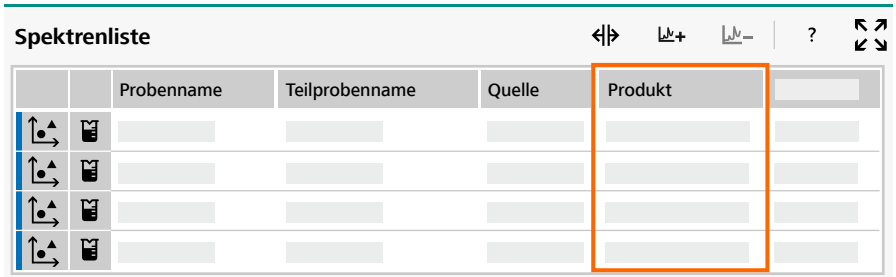
Prozessschritt 'Proben auswählen'

Der Bereich **Produktliste** zeigt die Produkte der ausgewählten Proben an:



Jedes Produkt ist durch eine Produktfarbe gekennzeichnet. Durch Klicken auf eine Produktfarbe kann eine andere Farbe gewählt werden.

Sobald in der Produktliste mindestens ein Produkt ausgewählt ist, zeigt der Bereich **Spektrenliste** alle Spektren der ausgewählten Produkte an:



Ein Eingabefeld zeigt jeweils die Produktzugehörigkeit der Probe an (im Bild orange markiert).

Die folgenden Icons symbolisieren die Zuordnung zu den Datensätzen:

	Das Spektrum ist dem Kalibrierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum ist dem Validierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum ist dem Ausreisserdatensatz zugewiesen.
!	Zeigt fehlende oder ungültige Daten an. Den Tooltip zurate ziehen.

Die Spektren im Bereich **Spektrenliste** erscheinen auch im Bereich **Spektrenüberlagerung** und werden wie folgt dargestellt:

- Spektren im Kalibrierdatensatz **blau**, Spektren im Validierdatensatz **grün** und Spektren im Ausreisserdatensatz **rot**.
- Falls der Umschalter **Produktfarben anzeigen** aktiviert ist, sind die Spektren entsprechend den Produktfarben eingefärbt.

Der Prozessschritt **Proben auswählen** ermöglicht Folgendes:

- **Probenauswahl anpassen**
  Zusätzliche Spektren hinzufügen oder Spektren löschen.
- **Datensatz aufteilen**
  Automatische oder manuelle Aufteilung des Datensatzes:
  - **Kalibrierdatensatz**: Mit den Spektren und Produktzugehörigkeiten des Kalibrierdatensatzes wird das Modell berechnet.
  - **Validierdatensatz**: Die Spektren und Produktzugehörigkeiten des Validierdatensatzes dienen ausschliesslich zur Validierung des Modells.
  - **Ausreisserdatensatz**: Der Ausreisserdatensatz hat keinen Einfluss auf das Modell oder dessen Validierung. Ausreisser werden lediglich in einigen Tabellen informativ dargestellt.

Ein Modell kann ohne Validierdatensatz entwickelt werden, z. B. wenn in einer ersten Phase nur eine begrenzte Anzahl von Proben zur Verfügung steht oder wenn die Validierung ausschliesslich mit einem externen Datensatz erfolgt.

Probenauswahl anpassen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund *(siehe "Identifizierungsmodell erstellen", Kapitel 6.1, Seite 105)*.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

1 Spektren hinzufügen oder löschen

Die Probenauswahl und die Produktzugehörigkeit können jederzeit im Bereich **Spektrenliste** angepasst werden:

- Um Proben auszuwählen, deren Spektren der Spektrenliste hinzugefügt werden sollen, auf **+** klicken.
- Um Spektren aus der Spektrenliste zu entfernen, Spektren auswählen und auf **–** klicken.
  Hinweis: Die zugehörigen Proben inkl. Spektren bleiben in der Datenbank erhalten.

2 Produktzugehörigkeit ändern

- Alle Spektren auswählen, denen ein anderes Produkt zugewiesen werden soll.
- Auf die ausgewählten Spektren rechtsklicken und im Kontextmenü **Produkt zuweisen** auswählen.
  Ein Eingabefenster erscheint:
  - Ins Feld **Neues Produkt** klicken. Entweder ein bestehendes Produkt auswählen oder einen neuen Produktnamen eingeben.
  - Durch Klicken auf **[Zuweisen]** das Produkt den ausgewählten Spektren zuweisen.

3 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Datensatz automatisch aufteilen

Die Ausreissererkennung ermöglicht die automatische Erstellung eines Ausreisserdatensatzes. Die verbleibenden Spektren können automatisch in einen Kalibrierdatensatz und einen Validierdatensatz aufgeteilt werden.

Falls für Kalibrierung und Validierung separate Proben gesammelt wurden, können die Proben manuell zugeordnet werden.

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

1 Datensatzaufteilung aufrufen

- Im Bereich **Spektrenliste** auf klicken.

Der Dialog **Datensatzaufteilung** wird geöffnet.

2 Ausreisserdatensatz ermitteln

- Um Spektren automatisch dem Ausreisserdatensatz zuzuordnen, den Umschalter **Ausreisser ermitteln** aktivieren. Die automatische Ausreissererkennung erkennt spektrale Ausreisser aufgrund von Abweichungen in den Spektren.
  - Bei Bedarf das **Signifikanzniveau** anpassen. Je höher das Signifikanzniveau, desto mehr spektrale Ausreisser werden erkannt. Typische Werte sind 5 % oder 1 %.

3 Validierdatensatz ermitteln

Bei der automatischen Aufteilung wird sichergestellt, dass der Kalibrierdatensatz und der Validierdatensatz für die Grundgesamtheit repräsentativ und voneinander unabhängig sind.

- Um Spektren automatisch dem Validierdatensatz zuzuordnen, den Umschalter **Validierdatensatz ermitteln** aktivieren.
  - Im Feld **Prozentsatz** den Prozentanteil der Spektren für den Validierdatensatz definieren, z. B. zwischen 20 % und 30 %.

4 Optionen festlegen

Optionen für die Datensatzaufteilung festlegen:

- **Parametrierung anwenden**: Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl auf die Spektren anwenden *(siehe "Identifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 6.5, Seite 117)*.
  Hinweis: Spätere Änderungen an der Parametrierung haben keine Auswirkung auf die Datensatzzuordnung. Es sei denn, der Datensatz wird erneut aufgeteilt.
- **Ausreisser beibehalten**: Bereits vorhandene Ausreisser beibehalten und bei der Aufteilung nicht berücksichtigen. Diese Option kann zu einer Vergrösserung des Ausreisserdatensatzes führen, auch bei unverändertem **Signifikanzniveau**.
- **Validierdatensatz beibehalten**: Bereits vorhandene Spektren im Validierdatensatz beibehalten und bei der Aufteilung nicht berücksichtigen. Diese Option führt zu einer Vergrösserung des Validierdatensatzes, auch bei unverändertem **Prozentsatz**.

5 Automatische Aufteilung starten

- Auf **[Aufteilen]** klicken.

Der Datensatz wird entsprechend den vorgenommenen Einstellungen aufgeteilt.

6 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Influence-Plot und Score-Plot

Nach der automatischen Datensatzaufteilung stehen die Diagramme Influence-Plot und Score-Plot zur Verfügung:

- Im Prozessschritt **Proben auswählen** in einem der Bereiche auf klicken und das Diagramm **Influence-Plot** oder **Score-Plot** auswählen.

Der Influence-Plot und der Score-Plot basieren auf der Berechnungsmethode **PCA** (Hauptkomponentenanalyse). Die Anzahl der Hauptkomponenten wird so gewählt, dass die erklärte Varianz mindestens 95 % beträgt.

Als Ausgangspunkt für die PCA dienen die Spektren in folgender Form:

- Spektren ohne Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl, falls bei der automatischen Datensatzaufteilung die Option **Parametrierung anwenden** deaktiviert wurde.
- Spektren mit Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl, falls bei der automatischen Datensatzaufteilung die Option **Parametrierung anwenden** aktiviert wurde.
  Hinweis bei aktivierter Option: Falls die Parametrierung geändert wird, stehen der Influence-Plot und der Score-Plot erst nach einer erneuten automatischen Datensatzaufteilung zur Verfügung.

Influence-Plot

Der **Influence-Plot** beschreibt die charakteristischen Eigenschaften der Spektren und hilft bei der Ermittlung von Ausreissern.

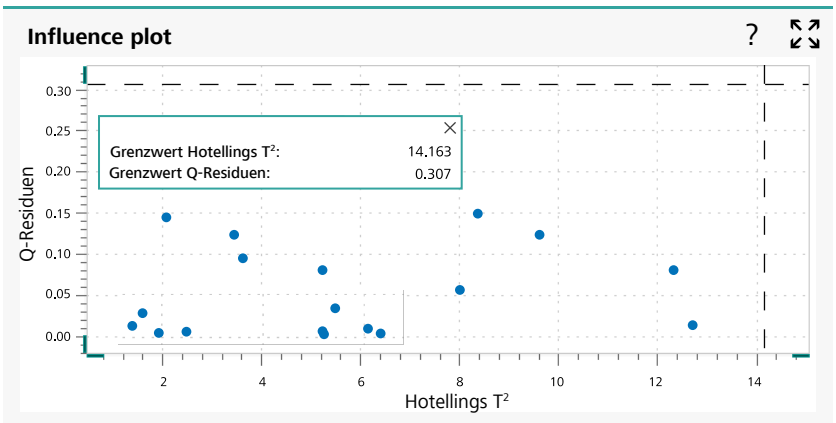


Diagramm handhaben

Die Darstellung des Diagramms kann angepasst und einzelne oder mehrere Punkte können ausgewählt werden *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.

Jeder Punkt repräsentiert ein Spektrum. Hohe Werte für Hotellings T^2 und Q-Residuen deuten auf mögliche Ausreisser hin.

Spektren mit hohen Werten für Hotellings T^2 weisen auf eine extreme Zusammensetzung der betreffenden Proben hin.

Spektren mit hohen Q-Residuen weisen auf ungewöhnliche chemische Komponenten in den betreffenden Proben hin.

Die gestrichelten Linien zeigen die kritischen Werte (Grenzwerte) für das festgelegte Signifikanzniveau. Falls bei der automatischen Datensatzaufteilung keine Ausreisserermittlung durchgeführt wurde, beträgt das Signifikanzniveau 5 %.

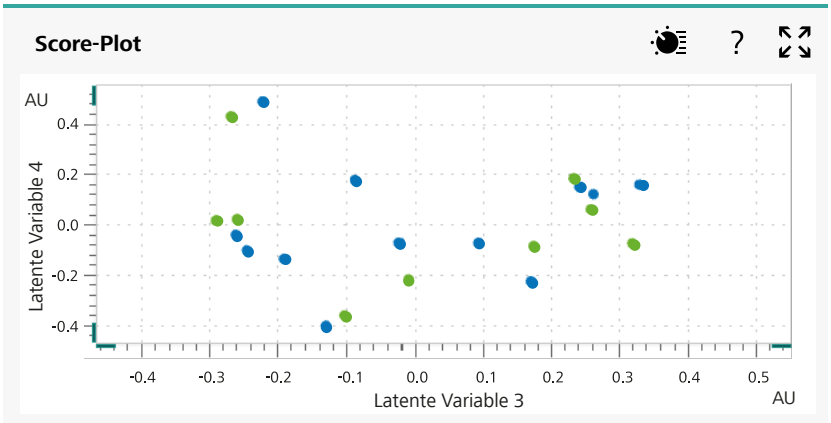
Die obige Abbildung zeigt keine möglichen Ausreisser. Alle Punkte liegen innerhalb der gestrichelten Linien.

Score-Plot

Während der Hotellings T^2-Wert eines Spektrums die Scores aller Hauptkomponenten in einem einzigen Wert zusammenfasst, ermöglicht der Score-Plot eine noch detailliertere Analyse der Scores.

Jeder Punkt im Score-Plot repräsentiert ein Spektrum. Die Scores für die ersten beiden Hauptkomponenten können auf der x-Achse und der y-Achse abgelesen werden. Die Scores sind normalisiert, jede Hauptkomponente erhält das gleiche Gewicht.

Unter **Eigenschaften** kann auch jedes andere Paar von Hauptkomponenten angezeigt werden.



Datensatz manuell aufteilen (optional)

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

Falls vor der manuellen Aufteilung eine automatische Datensatzaufteilung durchgeführt wird, stehen der **Influence-Plot** und der **Score-Plot** zur Verfügung.

1 Spektren neu zuordnen

- In einem der Bereiche die Spektren auswählen.
  Beispiel für die Auswahl im Influence-Plot:
  - Den Bereich **Influence-Plot** öffnen.
  - Im Influence-Plot einen oder mehrere Punkte auswählen *(siehe "Mehrere Punkte oder Kurven auswählen", Seite 175)*.
  - Durch Rechtsklick auf einen der ausgewählten Punkte das Kontextmenü öffnen. Die Spektren einem Datensatz zuordnen:
    Kalibrierdatensatz
    Validierdatensatz
    Ausreisserdatensatz

2 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

6.3 Identifizierungsmodell berechnen

Ein erstes Modell kann ohne Parametrierung berechnet werden. Dadurch ergibt sich ein Vergleichsmassstab für die Validierungsresultate. Der Einfluss einer späteren Parametrierung kann besser bewertet werden.

Machen Rauschen oder andere Artefakte einige Wellenlängen unbrauchbar, können diese Wellenlängen direkt ausgeschlossen werden *(siehe "Identifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 6.5, Seite 117)*.

Modell berechnen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Identifizierungsmodell geöffnet und im Vordergrund.

1 Berechnung starten

- Durch Klicken auf **[Berechnen]** das Modell berechnen.

Falls die Schaltfläche **[Berechnen]** inaktiv ist, können folgende Ursachen vorliegen:

- Das Modell wurde bereits berechnet und es gab seitdem keine Änderungen.
- Einer der Prozessschritte enthält eine fehlerhafte Eingabe. Im Navigator wird der Prozessschritt des betroffenen Bereichs **rot** dargestellt. Das Feld mit der fehlerhaften Eingabe wird rot umrandet.

6.4 Identifizierungsmodell validieren

Der Prozessschritt **Identifizierungsmodell validieren** ermöglicht eine Validierung mit den folgenden Proben:

- **Proben im Kalibrierdatensatz**
  Diese Proben wurden zur Erstellung des Modells verwendet. Eine korrekte Klassifizierung durch das Modell ist daher einfacher als bei anderen Proben.
- **Proben im Validierdatensatz (falls vorhanden)**
  Diese Proben sind vom Modell unabhängig. Ihre Validierungsresultate sind ein besserer Massstab für die Identifizierung unbekannter Proben.

Im Folgenden wird von **Produkt** gesprochen, auch wenn es ebenso gut eine **Produktgruppe** sein könnte. Produktgruppen fassen mehrere Produkte zusammen und werden für Modellhierarchien verwendet *(siehe "Modellhierarchie", Kapitel 8, Seite 141)*.

Identifizierung einer Probe

Das Modell weist der Probe für jedes Produkt eine Wahrscheinlichkeit zu.

Die Wahrscheinlichkeiten sind unabhängig voneinander. Die Werte summieren sich nicht auf 100 %.
Die Werte sind relativ zueinander zu betrachten, was einen Vergleich der verschiedenen Produkte ermöglicht.

Die Auswertung erfolgt mit Hilfe einer einstellbaren **Wahrscheinlichkeitsschwelle** und mit Qualifizierungen für einzelne Produkte:

1. Für jedes Produkt, dessen Wahrscheinlichkeit über der Wahrscheinlichkeitsschwelle liegt, wird eine Qualifizierung der Probe mit dem entsprechenden Qualifizierungsmodell durchgeführt. Falls die Qualifizierung fehlschlägt, wird die Wahrscheinlichkeit für das entsprechende Produkt auf Null gesetzt.

2. Auswertung mit den modifizierten Wahrscheinlichkeiten aus Schritt 1:
   a. Falls keine Wahrscheinlichkeit über der Wahrscheinlichkeitsschwelle liegt, schlägt die Identifizierung fehl (Identifizierungsstatus **Nicht identifiziert**).
   b. Falls eine einzige Wahrscheinlichkeit über der Wahrscheinlichkeitsschwelle liegt, ist die Probe erfolgreich identifiziert und wird dem entsprechenden Produkt zugeordnet (Identifizierungsstatus **Identifiziert**).
   c. Falls mehrere Wahrscheinlichkeiten über der Wahrscheinlichkeitsschwelle liegen, ist die Prädiktion mehrdeutig und die Identifizierung fehlgeschlagen (Identifizierungsstatus **Mehrdeutig**).

Validierungsresultat einer Probe

Die OMNIS Software vergleicht das vom Modell ermittelte Produkt mit dem erwarteten Produkt. Daraus ergibt sich das Validierungsresultat:

- **Erfolgreich**: Die Identifizierung ist erfolgreich und stimmt mit dem erwarteten Produkt überein.
- **Fehlgeschlagen**: keine Übereinstimmung, keine Identifizierung oder mehrdeutige Identifizierung.

Bereich Validierungsübersicht

Der Bereich **Validierungsübersicht** fasst die Resultate für die Proben des Kalibrierdatensatzes und des Validierdatensatzes (falls vorhanden) zusammen.

Links ist eine Übersicht über alle Kalibrierproben und Validierproben:

Gesamt	
Erfolgreich %	Richtig klassifizierte Proben in %
Erfolgreich	Anzahl richtig klassifizierter Proben
Fehlgeschlagen	Anzahl falsch klassifizierter Proben
Anzahl Spektren	Anzahl der Spektren im Kalibrierdatensatz und im Validierdatensatz

Rechts ist eine Übersicht über die einzelnen Produkte und Produktgruppen:

Produkt/ Produktgruppe	**Fehlgeschlagen**	**Erfolgreich**	**Erfolgreich %**
Produkt A	Anzahl der Produkt-A-Proben, die nicht als Produkt A klassifiziert sind	Anzahl richtig klassifizierter Produkt-A-Proben	Richtig klassifizierte Produkt-A-Proben in %

Produkt/ Produktgruppe	Fehlgeschlagen	Erfolgreich	Erfolgreich %
Produkt B	Anzahl der Produkt-B-Proben, die nicht als Produkt B klassifiziert sind	Anzahl richtig klassifizierter Produkt-B-Proben	Richtig klassifizierte Produkt-B-Proben in %
Produktgruppe C	Anzahl der Produktgruppe-C-Proben, die nicht als Produktgruppe C klassifiziert sind	Anzahl richtig klassifizierter Produktgruppe-C-Proben	Richtig klassifizierte Produktgruppe-C-Proben in %

Bereich Validierungsresultate

Der Bereich **Validierungsresultate** zeigt die detaillierten Resultate der einzelnen Proben. Angezeigt werden die Proben aller Produkte, die im Bereich **Validierungsübersicht** ausgewählt sind.

Für jede Probe werden die Produkte angezeigt, deren ursprüngliche Wahrscheinlichkeiten über der Wahrscheinlichkeitsschwelle liegen. Falls eine 0.0 % Wahrscheinlichkeit angezeigt wird, ist die Qualifizierung für das entsprechende Produkt fehlgeschlagen.

Daten handhaben und kopieren

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*

Identifizierungsmodell optimieren

Die folgenden Massnahmen können helfen, das Identifizierungsmodell zu verbessern.

1 Wahrscheinlichkeitsschwelle anpassen

- Falls viele Prädiktionen mehrdeutig sind oder viele 0.0 % Wahrscheinlichkeiten auftreten, kann die Wahrscheinlichkeitsschwelle angehoben werden.
- Falls viele Proben nicht identifiziert werden, weil die Wahrscheinlichkeitsschwelle nicht erreicht wurde, kann die Wahrscheinlichkeitsschwelle gesenkt werden.
- Um die Wahrscheinlichkeitsschwelle anzupassen, die folgenden Schritte ausführen:
  - Durch Klicken auf die Eigenschaften des Identifizierungsmodells öffnen.
  - In der Auswahlliste **Parameter** auswählen.
  - Die **Wahrscheinlichkeitsschwelle** anpassen. Der Standardwert ist 80 %.
  - Das Identifizierungsmodell erneut berechnen und validieren.

2 Parametrierung anpassen

- Datenvorbehandlung anpassen *(siehe "Datenvorbehandlung", Kapitel 6.5.2, Seite 121)*.
- Wellenlängenbereiche anpassen *(siehe "Wellenlängenauswahl", Kapitel 6.5.1, Seite 118)*.

3 Modellhierarchie entwickeln

Eine **Modellhierarchie** ermöglicht die hierarchische Strukturierung von Identifizierungsmodellen und die quantitative Analyse von identifizierten Proben *(siehe "Modellhierarchie", Kapitel 8, Seite 141)*.

6.5 Identifizierungsmodell parametrieren

Der Prozessschritt **Identifizierungsmodell parametrieren** ermöglicht die Optimierung der Spektren. Artefakte und Nichtlinearitäten werden korrigiert. Bei richtiger Durchführung verbessert die Parametrierung die Genauigkeit und Robustheit des Modells.

Die Parametrierung wird angewendet auf:

- alle Spektren im Kalibrierdatensatz
- alle Spektren im Validierdatensatz und im Ausreisserdatensatz

Bei der Prädiktion im Arbeitsbereich **Proben** wird das Spektrum einer Probe aufgenommen und mit einem Modell ausgewertet. Auch auf dieses Spektrum wird die Parametrierung angewendet, die im Modell definiert ist.

Zwei Parametrierungsmöglichkeiten stehen zur Verfügung:

- Definieren der zu verwendenden Wellenlängenbereiche.
- Anwenden von Datenvorbehandlungen, um die Spektren in eine geeignetere Form zu bringen.

Die visuelle Untersuchung der Spektren beginnt im Prozessschritt **Proben auswählen**.

Spektren darstellen

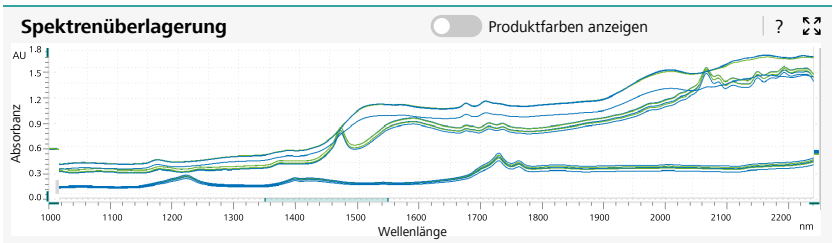
Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Auswahl der zu untersuchenden Spektren

- Im Prozessschritt **Proben auswählen** im Bereich **Produktliste** alle Produkte auswählen, deren Spektren angezeigt werden sollen.

Der Bereich **Spektrenüberlagerung** zeigt die Spektren der ausgewählten Produkte.



Das Bild zeigt Spektren von 3 verschiedenen Produkten. Spektren von verschiedenen Produkten können visuell gut oder schlecht unterscheidbar sein.

Die Spektren sind wie folgt dargestellt:

- Spektren im Kalibrierdatensatz **blau**, Spektren im Validierdatensatz **grün** und Spektren im Ausreisserdatensatz **rot**.
- Falls der Umschalter Produktfarben anzeigen aktiviert ist, sind die Spektren entsprechend den Produktfarben eingefärbt.

2 Spektren untersuchen

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*
- Diagramme handhaben *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*

Weitere Schritte

- Wellenlängenauswahl *(siehe "Wellenlängenauswahl", Kapitel 6.5.1, Seite 118)*
- Datenvorbehandlung definieren *(siehe "Datenvorbehandlung", Kapitel 6.5.2, Seite 121)*

6.5.1 Wellenlängenauswahl

Eine Wellenlängenauswahl kann das Identifizierungsmodell verbessern. Beispiel: Falls bei hohen Absorbanzwerten Rauschen sichtbar ist, können die betreffenden Wellenlängenbereiche ausgeschlossen werden.

Das Modell verwendet die definierten Wellenlängenbereiche. Falls keine Wellenlängenbereiche definiert sind, verwendet das Modell alle Wellenlängen.

Wellenlängenbereiche definieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Auswahl der darzustellenden Spektren

Produkte auswählen, deren Spektren angezeigt werden sollen:

- Im Prozessschritt **Proben auswählen** im Bereich **Produktliste** die Produkte auswählen.
  oder
- Im Prozessschritt **Identifizierungsmodell parametrieren** in der Produktliste die Produkte auswählen.

2 Wellenlängenbereich hinzufügen

- Im Navigator zum Prozessschritt **Identifizierungsmodell parametrieren** wechseln.
- Im Bereich **Wellenlängenbereich** einen Wellenlängenbereich durch Klicken auf hinzufügen.

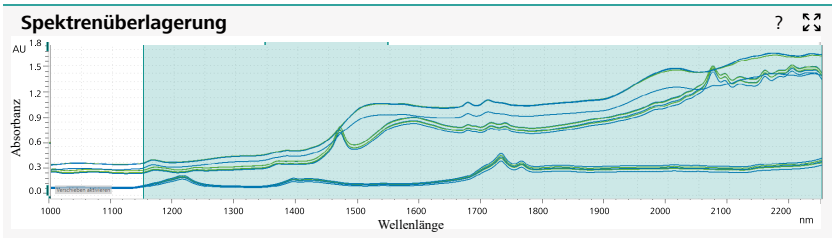
Ein Wellenlängenbereich wird hinzugefügt. Der Bereich deckt zunächst alle Wellenlängen ab.

3 Wellenlängenbereich festlegen

Den Wellenlängenbereich auf eine der folgenden Weisen festlegen:

- Um den Wellenlängenbereich durch die Eingabe von Zahlen festzulegen, die **Startwellenlänge** und die **Endwellenlänge** in die entsprechenden Eingabefelder eintragen.

- Um den Wellenlängenbereich im Diagramm festzulegen, wie folgt vorgehen:
  - Im Bereich **Spektrenüberlagerung** auf **[Verschieben aktivieren]** klicken.
  - Mit dem Cursor an den linken Rand des hervorgehobenen Bereichs fahren, bis der Cursor als ↔ angezeigt wird.
  - Mit gedrückter linker Maustaste den linken Rand zur entsprechenden Position verschieben.
  - Auf der rechten Seite des hervorgehobenen Bereichs genauso verfahren.
  - Um einen Wellenlängenbereich zu verschieben, mit dem Cursor über den Bereich fahren, bis der Cursor als ⇔ angezeigt wird. Mit gedrückter linker Maustaste den Bereich nach links oder rechts verschieben.
  - Auf **[Verschieben deaktivieren]** klicken.



Im Bild ist ein Wellenlängenbereich von 1150 bis 2250 nm definiert. Dieser Bereich wird vom Modell verwendet.

4 Weitere Wellenlängenbereiche hinzufügen

Weitere Wellenlängenbereiche können durch Klicken auf hinzugefügt werden.

Wellenlängenbereiche dürfen nicht überlappen
Ein neuer Wellenlängenbereich überschneidet sich zunächst mit den vorhandenen Wellenlängenbereichen. Den Wellenlängenbereich so anpassen, dass es keine Überlappungen mehr gibt.

5 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Falls die neu erstellte Wellenlängenauswahl bei der Aufteilung des Datensatzes oder der Ausreissererkennung berücksichtigt werden soll, kann der Datensatz neu aufgeteilt werden.

6.5.2 Datenvorbehandlung

Eine geeignete Datenvorbehandlung kann das Identifizierungsmodell verbessern. Beispiel: Basislinienverschiebungen enthalten für die meisten Anwendungen keine relevanten Informationen und können entfernt werden.

Datenvorbehandlung definieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

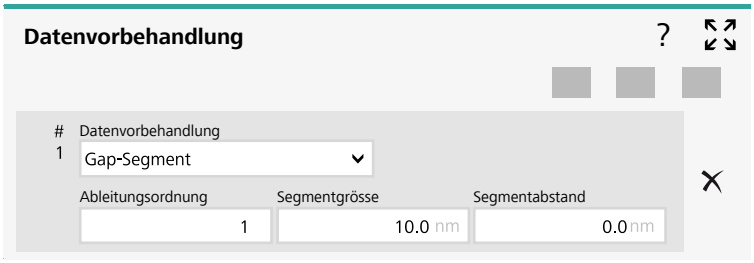
1 Auswahl der darzustellenden Spektren

Produkte auswählen, deren Spektren angezeigt werden sollen:

- Im Prozessschritt **Proben auswählen** im Bereich **Produktliste** die Produkte auswählen.
  oder
- Im Prozessschritt **Identifizierungsmodell parametrieren** in der Produktliste die Produkte auswählen.

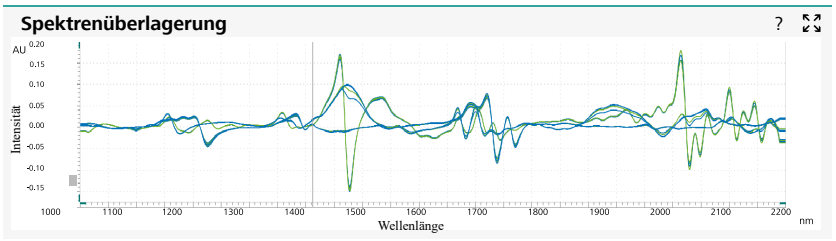
2 Datenvorbehandlungsschritt hinzufügen

- Im Navigator zum Prozessschritt **Identifizierungsmodell parametrieren** wechseln.
- Im Bereich **Datenvorbehandlung** einen Datenvorbehandlungsschritt durch Klicken auf hinzufügen.
- Im Feld **Datenvorbehandlung** die Art der Datenvorbehandlung auswählen und die zugehörigen Felder ausfüllen.
  Beispiel für Gap-Segment mit einer Ableitung erster Ordnung, die konstante (nicht wellenlängenabhängige) Basislinienverschiebungen entfernt:



Die vorbehandelten Spektren der in Schritt 1 ausgewählten Produkte werden im Bereich **Spektrenüberlagerung** sofort angezeigt.

Nach der Datenvorbehandlung sehen die Spektren anders aus, z. B.:



3 Weitere Datenvorbehandlungsschritte hinzufügen

Weitere Datenvorbehandlungsschritte können durch Klicken auf hinzugefügt werden.

Bei Verwendung mehrerer Datenvorbehandlungsschritte kann die Reihenfolge entscheidend sein. Gap-Segment oder Savitzky-Golay werden vorzugsweise vor SNV angewendet und SNV vor Detrend.

Durch Klicken auf und können Zeilen nach oben oder unten verschoben und dadurch die Reihenfolge festgelegt werden.

4 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Falls die neu erstellten Datenvorbehandlungen bei der Aufteilung des Datensatzes oder der Ausreissererkennung berücksichtigt werden sollen, kann der Datensatz neu aufgeteilt werden.

6.6 Identifizierungsmodell publizieren

Damit ein Modell für Bestimmungen verwendet werden kann, muss das Modell publiziert werden. Dadurch ist das Weiterentwickeln des Modells möglich, ohne die publizierte Version und die damit durchgeführten Bestimmungen zu beeinflussen.

Identifizierungsmodell publizieren

Voraussetzung:

- Das Modell ist berechnet und gespeichert.

- Das Modell ist geöffnet.

1 Dialog öffnen

- Durch Klicken auf den Dialog **Identifizierungsmodell publizieren** öffnen.

Falls das Modell bereits zuvor publiziert und in Methoden verwendet wurde, können diese Methoden durch das Aktivieren des Kontrollkästchens **Methoden aktualisieren** automatisch aktualisiert werden.

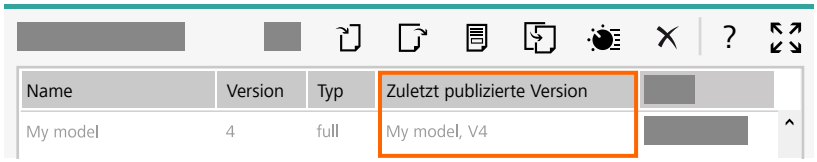
Hinweis: Nicht automatisch aktualisiert werden:

- Geöffnete Methoden
- Unterschriebene und publizierte Methoden
- Falls die Filterung der Datenberechtigungen aktiviert ist: Methoden ohne Datenberechtigungen des aktuell angemeldeten Benutzers

2 Publizieren

- Durch Klicken auf **[Publizieren]** das Modell publizieren.

Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Identifizierungsmodelle** wird die zuletzt publizierte Version angezeigt:



Der **PREDICT**-Befehl kann nun auf die publizierte Version des Modells zugreifen.

7 Qualifizierungsmodell

Eine Veranschaulichung der Abläufe in der OMNIS Software ist im Anhang zu finden *(siehe "Entwicklung eines Modells", Seite 191)*.

Ein Qualifizierungsmodell ermöglicht es, eine Gruppe von Proben von anderen Proben zu unterscheiden. Das Qualifizierungsmodell eignet sich z. B. dazu, verwendbare Proben (positive Proben) von nicht verwendbaren Proben (negativen Proben) zu unterscheiden.

7.1 Qualifizierungsmodell erstellen

Qualifizierungsmodell erstellen

Voraussetzung:

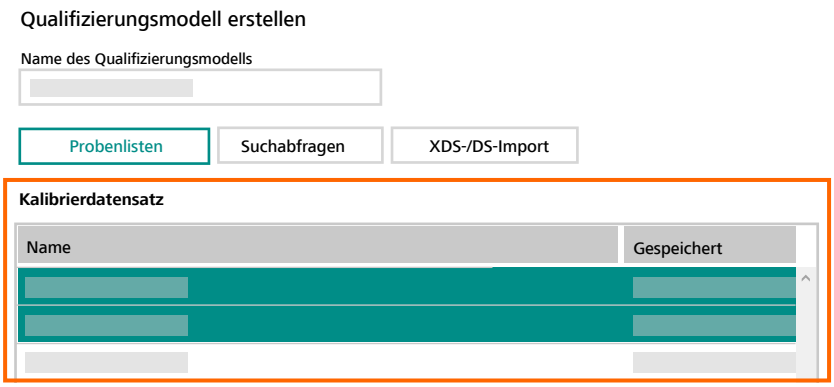
- Ein Datensatz mit Spektren ist erstellt *(siehe "Spektren aufnehmen", Kapitel 4.2, Seite 61)*.

1 Qualifizierungsmodell erzeugen und benennen

- Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Qualifizierungsmodelle** auf klicken.
  Ein neues Qualifizierungsmodell erscheint in einer neuen Registerkarte.
- Einen passenden Namen in das Eingabefeld **Name des Qualifizierungsmodells** eingeben.

2 Kalibrierproben auswählen

- Alle Probenlisten durch Anklicken von **Probenlisten** anzeigen.
- Die vorbereiteten Probenlisten für den Kalibrierdatensatz auswählen.



Proben können auch über eine Suchabfrage ausgewählt werden. Zudem können Proben von XDS-Geräten und DS-Geräten importiert werden *(siehe "Wechsel von XDS/DS Analyzer (Quantifizierung)", Kapitel 11.6, Seite 185)*.

Die Probenauswahl kann später angepasst werden.

3 Validierproben auswählen (optional)

- Auf **Validierdatensätze hinzufügen** klicken.
- Die vorbereiteten Probenlisten für die Validierdatensätze über die entsprechenden Kontrollkästchen dem positiven oder dem negativen Validierdatensatz zuweisen.

4 Qualifizierungsmodell erstellen

- Auf **[Erstellen]** klicken.
- Modell speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

7.2 Proben auswählen und Datensatz aufteilen

Die Registerkarte des Qualifizierungsmodells zeigt zuoberst eine waagerechte Navigationsleiste an, den **Navigator**. Der Navigator führt durch die weiteren Schritte der Modellentwicklung.

Darstellung von Spektren

In den 3 Prozessschritten werden die einzelnen Spektren in Form von Kurven, Punkten oder Tabellenzeilen dargestellt.

Ausgewählte Spektren werden in allen Darstellungen und in allen Prozessschritten gleichzeitig hervorgehoben.

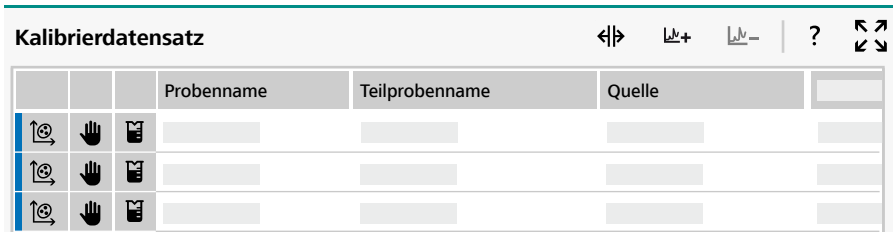
Tabellen und Diagramme

Die Handhabung von Tabellen und Diagrammen ist im Anhang beschrieben:

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*
- Diagramme handhaben *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*

Prozessschritt 'Proben auswählen'

Der Bereich **Kalibrierdatensatz** listet die Spektren im Kalibrierdatensatz auf:



Falls Proben für die Validierdatensätze ausgewählt wurden, erscheinen deren Spektren im Bereich **Validierdatensatz**.

Die folgenden Icons kennzeichnen die Zuordnung zu den Datensätzen:

	Das Spektrum ist dem Kalibrierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum ist dem positiven Validierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum ist dem negativen Validierdatensatz zugewiesen.
	Das Spektrum wurde dem Datensatz manuell zugewiesen.
	Das Spektrum wurde dem Datensatz automatisch zugewiesen.
	Das Spektrum wurde in der OMNIS Software aufgenommen.
	Das Spektrum ist aus einer externen Datei importiert.

Im Bereich **Spektrenüberlagerung** sind die Spektren im Kalibrierdatensatz **blau** dargestellt, die Spektren im positiven Validierdatensatz **grün** und die Spektren im negativen Validierdatensatz **rot**.

Der Prozessschritt **Proben auswählen** ermöglicht Folgendes:

- **Probenauswahl anpassen**
  Zusätzliche Spektren hinzufügen oder Spektren löschen.

- **Datensatz aufteilen**
  Automatische oder manuelle Aufteilung des Datensatzes:
  - **Kalibrierdatensatz**: Mit den Spektren des Kalibrierdatensatzes wird das Modell berechnet.
  - **Validierdatensätze**: Die Spektren der Validierdatensätze dienen ausschliesslich zur Validierung des Modells.

Ein Modell kann ohne Validierdatensatz entwickelt werden, z. B. wenn in einer ersten Phase nur eine begrenzte Anzahl von Proben zur Verfügung steht oder wenn die Validierung ausschliesslich mit einem externen Datensatz erfolgt.

Probenauswahl anpassen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund *(siehe "Qualifizierungsmodell erstellen", Kapitel 7.1, Seite 124)*.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

1 Spektren hinzufügen oder löschen

- Spektren hinzufügen: Im Bereich **Kalibrierdatensatz** oder im Bereich **Validierdatensatz** auf **+** klicken.
- Spektren entfernen: Spektren auswählen und auf **–** klicken. Hinweis: Die zugehörigen Proben inkl. Spektren bleiben in der Datenbank erhalten.

2 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Datensatz automatisch aufteilen

Die Aufteilung bezieht alle Spektren des Kalibrierdatensatzes und der beiden Validierdatensätze ein. Die Aufteilung bietet folgende Möglichkeiten:

- Automatische Erstellung eines negativen Validierdatensatzes (optional)
  Die Spektren für den negativen Validierdatensatz werden durch die Ausreissererkennung ermittelt (spektrale Ausreisser).
- Automatische Erstellung eines positiven Validierdatensatzes (optional)
  Die verbleibenden Spektren können automatisch in den Kalibrierdatensatz und den positiven Validierdatensatz aufgeteilt werden.

Die Proben können jederzeit auch manuell zugeordnet werden.

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

1 Datensatzaufteilung aufrufen

- Im Bereich **Kalibrierdatensatz** auf klicken.

Der Dialog **Datensatzaufteilung** wird geöffnet.

2 Negativen Validierdatensatz ermitteln (optional)

- Um spektrale Ausreisser automatisch dem negativen Validierdatensatz zuzuordnen, den Umschalter **Negative Spektren ermitteln** aktivieren.
  - Bei Bedarf das **Signifikanzniveau** anpassen. Je höher das Signifikanzniveau, desto mehr spektrale Ausreisser werden erkannt. Typische Werte sind 5 % oder 1 %.

Die Ermittlung negativer Spektren sollte mit Bedacht verwendet werden. Ein hohes Signifikanzniveau kann die Zuverlässigkeit der positiven Resultate verbessern. Allerdings können auch mehr positive Proben übersehen und fälschlicherweise als negativ eingestuft werden.

Die Spektren im ermittelten negativen Validierdatensatz müssen daraufhin untersucht werden, ob es sich tatsächlich um Ausreisser handelt. Hierfür sind der Influence-Plot und der Score-Plot hilfreich.

3 Positiven Validierdatensatz ermitteln (optional)

Bei der automatischen Aufteilung wird sichergestellt, dass der Kalibrierdatensatz und der positive Validierdatensatz für die Grundgesamtheit repräsentativ und voneinander unabhängig sind.

- Um Spektren automatisch dem positiven Validierdatensatz zuzuordnen, den Umschalter **Positive Spektren ermitteln** aktivieren.
  - Im Feld **Prozentsatz** den Prozentanteil der Spektren für den positiven Validierdatensatz definieren, z. B. zwischen 20 % und 30 %.

4 Optionen festlegen

Optionen für die Datensatzaufteilung festlegen:

- **Parametrierung anwenden**: Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl auf die Spektren anwenden *(siehe "Qualifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 7.5, Seite 135)*.
  Hinweis: Spätere Änderungen an der Parametrierung haben keine Auswirkung auf die Datensatzzuordnung. Es sei denn, der Datensatz wird erneut aufgeteilt.
- **Negative Spektren beibehalten**: Bereits vorhandene Spektren im negativen Validierdatensatz beibehalten und bei der Aufteilung nicht berücksichtigen. Diese Option kann zu einer Vergrösserung des negativen Validierdatensatzes führen, auch bei unverändertem **Signifikanzniveau**.
- **Positive Spektren beibehalten**: Bereits vorhandene Spektren im positiven Validierdatensatz beibehalten und bei der Aufteilung nicht berücksichtigen. Diese Option führt zu einer Vergrösserung des positiven Validierdatensatzes, auch bei unverändertem **Prozentsatz**.

Falls separate Spektren für die Validierdatensätze hinzugefügt wurden, sollten die Optionen **Negative Spektren beibehalten** und **Positive Spektren beibehalten** aktiviert werden. Andernfalls werden alle Spektren zusammengelegt und neu aufgeteilt, was zu unerwünschten Ergebnissen führen kann.

5 Automatische Aufteilung starten

- Auf **[Aufteilen]** klicken.

Der Datensatz wird entsprechend den vorgenommenen Einstellungen aufgeteilt.

6 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Influence-Plot und Score-Plot

Nach der automatischen Datensatzaufteilung stehen die Diagramme Influence-Plot und Score-Plot zur Verfügung:

- Im Prozessschritt **Proben auswählen** in einem der Bereiche auf klicken und das Diagramm **Influence-Plot** oder **Score-Plot** auswählen.

Der Influence-Plot und der Score-Plot basieren auf der Berechnungsmethode **PCA** (Hauptkomponentenanalyse). Die Anzahl der Hauptkomponenten wird so gewählt, dass die erklärte Varianz mindestens 95 % beträgt.

Als Ausgangspunkt für die PCA dienen die Spektren in folgender Form:

- Spektren ohne Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl, falls bei der automatischen Datensatzaufteilung die Option **Parametrierung anwenden** deaktiviert wurde.
- Spektren mit Datenvorbehandlung und Wellenlängenauswahl, falls bei der automatischen Datensatzaufteilung die Option **Parametrierung anwenden** aktiviert wurde.
  Hinweis bei aktivierter Option: Falls die Parametrierung geändert wird, stehen der Influence-Plot und der Score-Plot erst nach einer erneuten automatischen Datensatzaufteilung zur Verfügung.

Influence-Plot

Der **Influence-Plot** beschreibt die charakteristischen Eigenschaften der Spektren und hilft bei der Ermittlung von spektralen Ausreissern für den negativen Validierdatensatz.

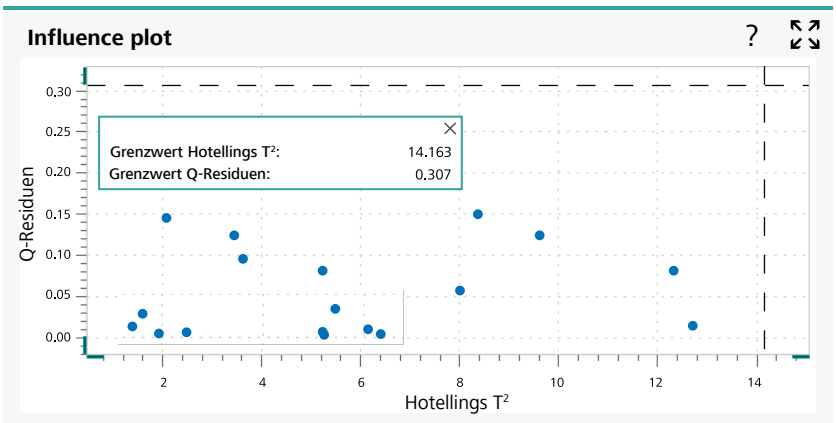


Diagramm handhaben

Die Darstellung des Diagramms kann angepasst und einzelne oder mehrere Punkte können ausgewählt werden *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.

Jeder Punkt repräsentiert ein Spektrum. Hohe Werte für Hotellings T^2 und Q-Residuen deuten auf mögliche Ausreisser hin.

Spektren mit hohen Werten für Hotellings T^2 weisen auf eine extreme Zusammensetzung der betreffenden Proben hin.

Spektren mit hohen Q-Residuen weisen auf ungewöhnliche chemische Komponenten in den betreffenden Proben hin.

Die gestrichelten Linien zeigen die kritischen Werte (Grenzwerte) für das festgelegte Signifikanzniveau. Falls bei der automatischen Datensatzaufteilung keine negativen Spektren ermittelt wurden, beträgt das Signifikanzniveau 5 %.

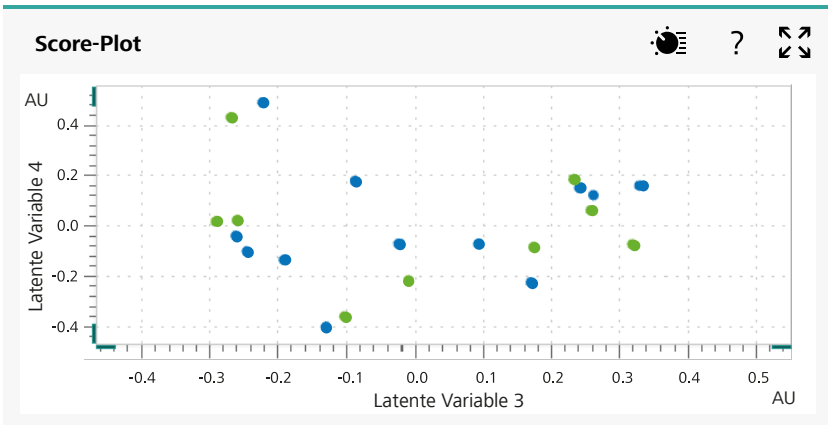
Die obige Abbildung zeigt keine möglichen negativen Spektren. Alle Punkte liegen innerhalb der gestrichelten Linien.

Score-Plot

Während der Hotellings T^2-Wert eines Spektrums die Scores aller Hauptkomponenten in einem einzigen Wert zusammenfasst, ermöglicht der Score-Plot eine noch detailliertere Analyse der Scores.

Jeder Punkt im Score-Plot repräsentiert ein Spektrum. Die Scores für die ersten beiden Hauptkomponenten können auf der x-Achse und der y-Achse abgelesen werden. Die Scores sind normalisiert, jede Hauptkomponente erhält das gleiche Gewicht.

Unter **Eigenschaften** kann auch jedes andere Paar von Hauptkomponenten angezeigt werden.



Datensatz manuell aufteilen (optional)

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Proben auswählen**.

Falls vor der manuellen Aufteilung eine automatische Datensatzaufteilung durchgeführt wird, stehen der **Influence-Plot** und der **Score-Plot** zur Verfügung.

1 Spektren neu zuordnen

- In einem der Bereiche die Spektren auswählen.
  Beispiel für die Auswahl im Influence-Plot:
  - Den Bereich **Influence-Plot** öffnen.
  - Im Influence-Plot einen oder mehrere Punkte auswählen *(siehe "Mehrere Punkte oder Kurven auswählen", Seite 175)*.
  - Durch Rechtsklick auf einen der ausgewählten Punkte das Kontextmenü öffnen. Die Spektren einem Datensatz zuordnen:
    Positiver Validierdatensatz
    Negativer Validierdatensatz
    Kalibrierdatensatz

2 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

7.3 Qualifizierungsmodell berechnen

Ein erstes Modell kann ohne Parametrierung berechnet werden. Dadurch ergibt sich ein Vergleichsmassstab für die Validierungsresultate. Der Einfluss einer späteren Parametrierung kann besser bewertet werden.

Machen Rauschen oder andere Artefakte einige Wellenlängen unbrauchbar, können diese Wellenlängen direkt ausgeschlossen werden *(siehe "Qualifizierungsmodell parametrieren", Kapitel 7.5, Seite 135)*.

Modell berechnen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Qualifizierungsmodell geöffnet und im Vordergrund.

1 Berechnung starten

- Durch Klicken auf **[Berechnen]** das Modell berechnen.

Falls die Schaltfläche **[Berechnen]** inaktiv ist, können folgende Ursachen vorliegen:

- Das Modell wurde bereits berechnet und es gab seitdem keine Änderungen.
- Einer der Prozessschritte enthält eine fehlerhafte Eingabe. Im Navigator wird der Prozessschritt des betroffenen Bereichs **rot** dargestellt. Das Feld mit der fehlerhaften Eingabe wird rot umrandet.

7.4 Qualifizierungsmodell validieren

Der Prozessschritt **Qualifizierungsmodell validieren** ermöglicht eine Validierung mit den folgenden Proben:

- **Proben im Kalibrierdatensatz**
  Diese Proben wurden zur Erstellung des Modells verwendet. Eine korrekte Klassifizierung durch das Modell ist daher einfacher als bei anderen Proben.
- **Proben im positiven und im negativen Validierdatensatz (falls vorhanden)**
  Diese Proben sind vom Modell unabhängig. Ihre Validierungsresultate sind ein besserer Massstab für die Qualifizierung unbekannter Proben.

Validierungsresultat einer Probe

Für jede Probe ermittelt das Qualifizierungsmodell ein Resultat (positiv oder negativ). Für die Proben im Kalibrierdatensatz und im positiven Validierdatensatz wird ein positives Resultat erwartet. Für die Proben im negativen Validierdatensatz wird ein negatives Resultat erwartet. Die OMNIS Software vergleicht das vom Modell ermittelte Resultat mit dem erwarteten Resultat. Daraus ergibt sich das Validierungsresultat:

- **Erfolgreich**: Das vom Modell ermittelte Resultat stimmt mit dem erwarteten Resultat überein.
- **Fehlgeschlagen**: Das vom Modell ermittelte Resultat stimmt nicht mit dem erwarteten Resultat überein.

Bereich Validierungsübersicht

Der Bereich **Validierungsübersicht** fasst die Resultate für die Proben des Kalibrierdatensatzes und der Validierdatensätze (falls vorhanden) zusammen.

Links ist eine Übersicht über alle Kalibrierproben und Validierproben:

Gesamt	
Erfolgreich %	Richtig vorhergesagte Proben in %

Gesamt	
Erfolgreich	Anzahl richtig vorhergesagter Proben
Fehlgeschlagen	Anzahl falsch vorhergesagter Proben
Anzahl Spektren	Anzahl der Spektren im Kalibrierdatensatz und in den beiden Validierdatensätzen

Auf der rechten Seite ist eine Übersicht über die einzelnen Datensätze.

Bereich Validierungsresultate

Der Bereich **Validierungsresultate** zeigt die detaillierten Resultate der einzelnen Proben. Angezeigt werden die Proben aller Datensätze, die im Bereich **Validierungsübersicht** ausgewählt sind.

Qualifizierungsmodell optimieren

Die folgenden Massnahmen können helfen, das Qualifizierungsmodell zu verbessern:

- Datenvorbehandlung anpassen *(siehe "Datenvorbehandlung", Kapitel 7.5.2, Seite 138)*.
- Wellenlängenbereiche anpassen *(siehe "Wellenlängenauswahl", Kapitel 7.5.1, Seite 136)*.

Bei einer erneuten Aufteilung des Datensatzes kann über die Ermittlung negativer Spektren das Qualifizierungsmodell an die Anforderungen angepasst werden:

- Ein höheres Signifikanzniveau kann die Zuverlässigkeit der positiven Resultate erhöhen. Das heisst: Weniger falsch positive Resultate, aber mehr positive Proben werden übersehen.
- Ein tieferes Signifikanzniveau (oder der Verzicht auf die Ermittlung negativer Spektren) kann bewirken, dass weniger positive Proben übersehen werden. Das heisst: Weniger falsch negative Resultate, aber mehr negative Proben werden fälschlicherweise als positiv eingestuft.

7.5 Qualifizierungsmodell parametrieren

Der Prozessschritt **Qualifizierungsmodell parametrieren** ermöglicht die Optimierung der Spektren. Artefakte und Nichtlinearitäten werden korrigiert. Bei richtiger Durchführung verbessert die Parametrierung die Genauigkeit und Robustheit des Modells.

Die Parametrierung wird angewendet auf:

- alle Spektren im Kalibrierdatensatz
- alle Spektren in den beiden Validierdatensätzen

Bei der Prädiktion im Arbeitsbereich **Proben** wird das Spektrum einer Probe aufgenommen und mit einem Modell ausgewertet. Auch auf dieses Spektrum wird die Parametrierung angewendet, die im Modell definiert ist.

Zwei Parametrierungsmöglichkeiten stehen zur Verfügung:

- Definieren der zu verwendenden Wellenlängenbereiche.
- Anwenden von Datenvorbehandlungen, um die Spektren in eine geeignetere Form zu bringen.

Die visuelle Untersuchung der Spektren beginnt im Prozessschritt **Proben auswählen**.

Spektren darstellen

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Prozessschritt 'Proben auswählen'

- Im Navigator auf den Prozessschritt **Proben auswählen** klicken.

In diesem Prozessschritt können die Spektren gleichzeitig in Tabellenform und in Kurvenform untersucht werden. Falls eine automatische Datensatzaufteilung durchgeführt wurde, stehen auch der Influence-Plot und der Score-Plot zur Verfügung.

2 Spektren untersuchen

- Tabellen handhaben *(siehe "Tabellen handhaben", Kapitel 11.2, Seite 172)*
- Diagramme handhaben *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*

Weitere Schritte

- Wellenlängenauswahl *(siehe "Wellenlängenauswahl", Kapitel 7.5.1, Seite 136)*
- Datenvorbehandlung definieren *(siehe "Datenvorbehandlung", Kapitel 7.5.2, Seite 138)*

7.5.1 Wellenlängenauswahl

Eine Wellenlängenauswahl kann das Qualifizierungsmodell verbessern. Beispiel: Falls bei hohen Absorbanzwerten Rauschen sichtbar ist, können die betreffenden Wellenlängenbereiche ausgeschlossen werden.

Das Modell verwendet die definierten Wellenlängenbereiche. Falls keine Wellenlängenbereiche definiert sind, verwendet das Modell alle Wellenlängen.

Wellenlängenbereiche definieren

Voraussetzung:

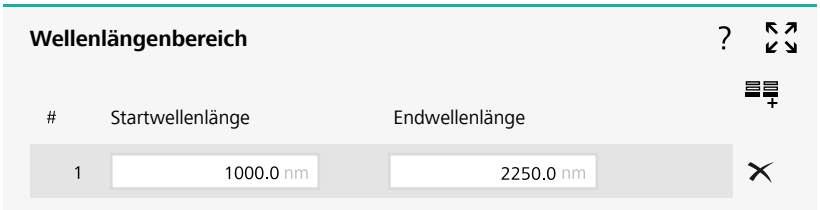
- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.

1 Prozessschritt 'Qualifizierungsmodell parametrieren'

- Im Navigator auf **Qualifizierungsmodell parametrieren** klicken.

2 Wellenlängenbereich hinzufügen

- Im Bereich **Wellenlängenbereich** einen Wellenlängenbereich durch Klicken auf hinzufügen.



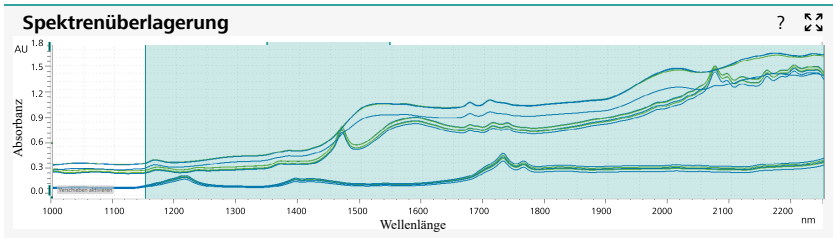
Ein Wellenlängenbereich wird hinzugefügt. Der Bereich deckt zunächst alle Wellenlängen ab.

3 Wellenlängenbereich festlegen

Den Wellenlängenbereich auf eine der folgenden Weisen festlegen:

- Um den Wellenlängenbereich durch die Eingabe von Zahlen festzulegen, die **Startwellenlänge** und die **Endwellenlänge** in die entsprechenden Eingabefelder eintragen.

- Um den Wellenlängenbereich im Diagramm festzulegen, wie folgt vorgehen:
  - Im Bereich **Spektrenüberlagerung** auf **[Verschieben aktivieren]** klicken.
  - Mit dem Cursor an den linken Rand des hervorgehobenen Bereichs fahren, bis der Cursor als ↔ angezeigt wird.
  - Mit gedrückter linker Maustaste den linken Rand zur entsprechenden Position verschieben.
  - Auf der rechten Seite des hervorgehobenen Bereichs genauso verfahren.
  - Um einen Wellenlängenbereich zu verschieben, mit dem Cursor über den Bereich fahren, bis der Cursor als ⇔ angezeigt wird. Mit gedrückter linker Maustaste den Bereich nach links oder rechts verschieben.
  - Auf **[Verschieben deaktivieren]** klicken.



Im Bild ist ein Wellenlängenbereich von 1150 bis 2250 nm definiert. Dieser Bereich wird vom Modell verwendet.

4 Weitere Wellenlängenbereiche hinzufügen

Weitere Wellenlängenbereiche können durch Klicken auf hinzugefügt werden.

Wellenlängenbereiche dürfen nicht überlappen
Ein neuer Wellenlängenbereich überschneidet sich zunächst mit den vorhandenen Wellenlängenbereichen. Den Wellenlängenbereich so anpassen, dass es keine Überlappungen mehr gibt.

5 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Falls die neu erstellte Wellenlängenauswahl bei der Aufteilung des Datensatzes berücksichtigt werden soll, kann der Datensatz neu aufgeteilt werden.

7.5.2 Datenvorbehandlung

Eine geeignete Datenvorbehandlung kann das Qualifizierungsmodell verbessern. Beispiel: Basislinienverschiebungen enthalten für die meisten Anwendungen keine relevanten Informationen und können entfernt werden.

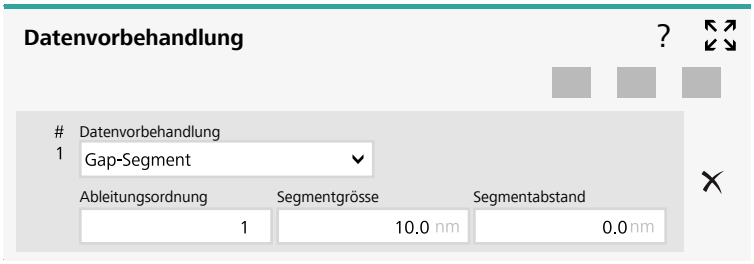
Datenvorbehandlung definieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist das Modell geöffnet und im Vordergrund.
- Der Navigator ist im Prozessschritt **Qualifizierungsmodell parametrieren**.

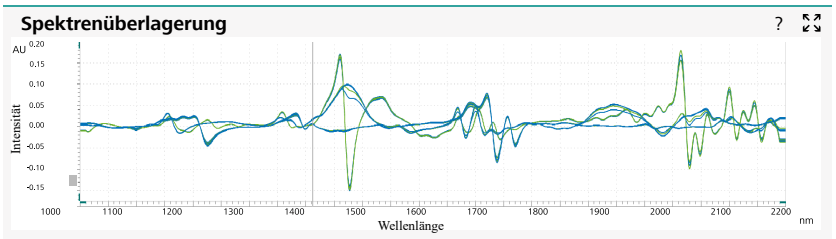
1 Datenvorbehandlungsschritt hinzufügen

- Im Bereich **Datenvorbehandlung** einen Datenvorbehandlungsschritt durch Klicken auf hinzufügen.
- Im Feld **Datenvorbehandlung** die Art der Datenvorbehandlung auswählen und die zugehörigen Felder ausfüllen.
  Beispiel für Gap-Segment mit einer Ableitung erster Ordnung, die konstante (nicht wellenlängenabhängige) Basislinienverschiebungen entfernt:



Die vorbehandelten Spektren der in Schritt 1 ausgewählten Produkte werden im Bereich **Spektrenüberlagerung** sofort angezeigt.

Nach der Datenvorbehandlung sehen die Spektren anders aus, z. B.:



2 Weitere Datenvorbehandlungsschritte hinzufügen

Weitere Datenvorbehandlungsschritte können durch Klicken auf hinzugefügt werden.

Bei Verwendung mehrerer Datenvorbehandlungsschritte kann die Reihenfolge entscheidend sein. Gap-Segment oder Savitzky-Golay werden vorzugsweise vor SNV angewendet und SNV vor Detrend.

Durch Klicken auf und können Zeilen nach oben oder unten verschoben und dadurch die Reihenfolge festgelegt werden.

3 Modell speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

Falls die neu erstellten Datenvorbehandlungen bei der Aufteilung des Datensatzes berücksichtigt werden sollen, kann der Datensatz neu aufgeteilt werden.

7.6 Qualifizierungsmodell publizieren

Damit ein Modell für Bestimmungen verwendet werden kann, muss das Modell publiziert werden. Dadurch ist das Weiterentwickeln des Modells möglich, ohne die publizierte Version und die damit durchgeführten Bestimmungen zu beeinflussen.

Qualifizierungsmodell publizieren

Voraussetzung:

- Das Modell ist berechnet und gespeichert.
- Das Modell ist geöffnet.

1 Dialog öffnen

- Durch Klicken auf den Dialog **Qualifizierungsmodell publizieren** öffnen.

Falls das Modell bereits zuvor publiziert und in Methoden verwendet wurde, können diese Methoden durch das Aktivieren des Kontrollkästchens **Methoden aktualisieren** automatisch aktualisiert werden.

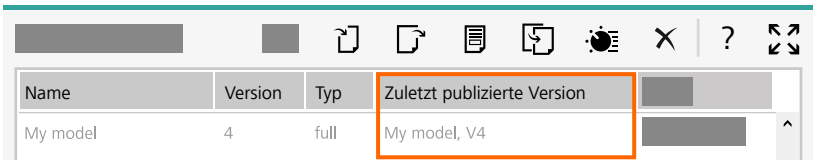
Hinweis: Nicht automatisch aktualisiert werden:

- Geöffnete Methoden
- Unterschriebene und publizierte Methoden
- Falls die Filterung der Datenberechtigungen aktiviert ist: Methoden ohne Datenberechtigungen des aktuell angemeldeten Benutzers

2 Publizieren

- Durch Klicken auf **[Publizieren]** das Modell publizieren.

Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Qualifizierungsmodelle** wird die zuletzt publizierte Version angezeigt:



Der **PREDICT**-Befehl kann nun auf die publizierte Version des Modells zugreifen.

8 Modellhierarchie

Eine Modellhierarchie ermöglicht Folgendes:

- **Identifizierungsmodelle hierarchisch strukturieren**
  Falls ein Identifizierungsmodell ähnliche Produkte schlecht voneinander unterscheiden kann, kann diese Unterscheidung an dafür optimierte Untermodelle ausgelagert werden.
  Beispiel: Ein Identifizierungsmodell mit 4 Produkten kann die ähnlichen Produkte Fruktose und Glukose schlecht unterscheiden. Werden Fruktose und Glukose zu einer Produktgruppe „Zucker" zusammengefasst, ist das Hauptmodell in der Lage, zwischen Zucker und den beiden anderen Produkten zu unterscheiden. Wird eine Probe als Zucker identifiziert, übernimmt ein Untermodell die Klassifizierung zwischen Fruktose und Glukose.
  Bei Bedarf können weitere Hierarchieebenen hinzugefügt werden.
- **Quantifizierungsmodelle mit Produkten verknüpfen**
  Identifizierte Proben können quantitativ analysiert werden. Für jeden Analyseparameter wird ein Quantifizierungsmodell mit dem entsprechenden Produkt verknüpft. Optional kann eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur angewendet werden.
- **Quantifizierungsmodelle hierarchisch strukturieren**
  In manchen Fällen kann eine hierarchische Struktur von Quantifizierungsmodellen eine bessere Vorhersagekraft erzielen als ein einzelnes Quantifizierungsmodell. Dabei werden untergeordnete Quantifizierungsmodelle jeweils für einen Teil des Referenzwertbereichs des übergeordneten Modells optimiert.
  Beispiel: Liefert das übergeordnete Quantifizierungsmodell ein Resultat < 5, kommt ein untergeordnetes Quantifizierungsmodell für Werte < 5 zum Einsatz und bestimmt das endgültige Resultat. Analog für Resultate ≥ 5.
- **Modellhierarchie aus Quantifizierungsmodellen**
  In einer Modellhierarchie lassen sich ein oder mehrere Quantifizierungsmodelle untereinander auflisten, mit oder ohne untergeordnete Quantifizierungsmodelle. In der Methode genügt dann ein einziger **PREDICT**-Befehl, um alle Analyseparameter vorherzusagen.

Eine Modellhierarchie liefert je nach Verwendung:

- Eine **Identifizierung** einer unbekannten Probe (z. B. Fruktose). Das Resultat ist ein Produktname.
  - Optional je nach ermitteltem Produkt eine oder mehrere **Quantifizierungen**.

- Eine **Verifizierung** der Produktzugehörigkeit (z. B. Fruktose) einer Probe. Das Resultat ist ja oder nein – Verifizierung erfolgreich oder fehlgeschlagen.
  - Optional je nach ermitteltem Produkt und unabhängig vom Resultat der Verifizierung eine oder mehrere **Quantifizierungen**.
- Eine oder mehrere **Quantifizierungen**.

8.1 Modellhierarchie entwickeln

8.1.1 Modelle entwickeln

Zunächst müssen die Identifizierungsmodelle und/oder Quantifizierungsmodelle entwickelt werden, die in der Modellhierarchie verwendet werden sollen.

Identifizierungsmodelle entwickeln

Falls die Modellhierarchie Identifizierungsmodelle enthalten soll, diese wie folgt entwickeln.

1 Hauptmodell

- Ein Identifizierungsmodell für alle vorliegenden Produkte entwickeln *(siehe "Identifizierungsmodell", Kapitel 6, Seite 105)*.
- Falls einzelne Produkte schlecht voneinander zu unterscheiden sind, können diese Produkte zu einer Produktgruppe zusammengefasst werden:
  - Im Prozessschritt **Proben auswählen** im Bereich **Produktliste** für die zusammenzufassenden Produkte in der Spalte **Produktgruppe** einen gemeinsamen Namen definieren. Im folgenden Beispiel bilden die Produkte **C1** und **C2** zusammen die Produktgruppe **C**:

Produktliste ?

Produkt	Anzahl Spektren	Produktgruppe
A		
B		
C1		C
C2		C

Das Modell behandelt daraufhin die Produktgruppe **C** wie ein einzelnes Produkt. Das Modell klassifiziert nicht mehr zwischen A/B/C1/C2, sondern nur noch zwischen A/B/C.

Bei Bedarf können weitere Produktgruppen gebildet werden.

2 Untermodelle

Für jede Produktgruppe des Hauptmodells ein Identifizierungsmodell entwickeln *(siehe "Identifizierungsmodell", Kapitel 6, Seite 105)*.

Im obigen Beispiel wird ein Untermodell mit allen Proben entwickelt, die den Produkten **C1** und **C2** zugehören. Dafür sollten die gleichen Proben verwendet werden wie im Hauptmodell für die Produktgruppe **C**.

Durch einen Rechtsklick auf die **Produktliste** können Untermodelle für die definierten Produktgruppen erstellt werden.

3 Weitere Hierarchieebenen

Falls ein Untermodell mehr als 2 Produkte enthält, können bei Bedarf wiederum mehrere Produkte zu einer Produktgruppe zusammengefasst werden. Für diese Produktgruppe wird wieder ein separates Identifizierungsmodell entwickelt. Auf diese Weise entstehen zusätzliche Hierarchieebenen.

Quantifizierungsmodelle entwickeln

Falls die Modellhierarchie Quantifizierungsmodelle enthalten soll, diese wie folgt entwickeln.

1 Quantifizierungsmodelle für jeden Analyseparameter

Für alle quantitativen Analyseparameter die entsprechenden Quantifizierungsmodelle entwickeln *(siehe "Quantifizierungsmodell", Kapitel 5, Seite 67)*.

2 Untergeordnete Quantifizierungsmodelle

Falls für ein Quantifizierungsmodell untergeordnete Quantifizierungsmodelle benötigt werden, die untergeordneten Quantifizierungsmodelle entwickeln.

8.1.2 Modelle in Modellhierarchie einfügen

Voraussetzung: Alle Modelle, die in der Modellhierarchie verwendet werden sollen, sind erstellt *(siehe "Modelle entwickeln", Kapitel 8.1.1, Seite 142)* und publiziert.

Die nächsten Schritte sind die Erstellung der Modellhierarchie und das Einfügen der Modelle in die Modellhierarchie:

- Publiziertes Hauptmodell oder publizierte Quantifizierungsmodelle einfügen.
- Publizierte Untermodelle mit Produktgruppen verknüpfen.
- Publizierte Quantifizierungsmodelle mit Produkten verknüpfen.
- Publizierte, untergeordnete Quantifizierungsmodelle mit übergeordneten Quantifizierungsmodellen verknüpfen.

Modellhierarchie erstellen

1 Modellhierarchie erzeugen

- Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Modellhierarchien** auf + klicken.
  Eine neue Modellhierarchie erscheint in einer neuen Registerkarte.

2 Modellhierarchie benennen

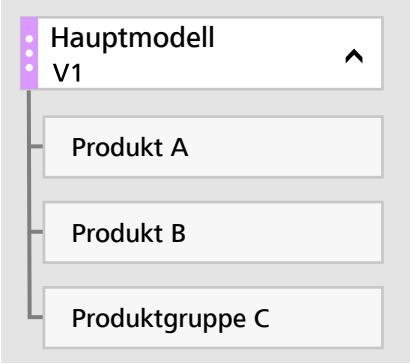
- Durch Klicken auf in der oberen Symbolleiste das Fenster **Eigenschaften** öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** im Feld **Name** den gewünschten Namen eingeben.

Identifizierungsmodelle in Modellhierarchie einfügen

Falls die Modellhierarchie Identifizierungsmodelle enthalten soll, diese wie folgt einfügen.

1 Hauptmodell hinzufügen

- Der Prozessschritt **Modellhierarchie bearbeiten** beinhaltet den Modellhierarchieeditor. Zunächst ist der Modellhierarchieeditor noch leer.
- Durch Klicken auf das Fenster **Bibliothek** öffnen.
- Unter **Bibliothek** ▶ **Identifizierungsmodelle** das Hauptmodell mit Drag-and-drop nach rechts ziehen und in den Modellhierarchieeditor einfügen.



Der vertikale Pfeil dient zum Einklappen und Ausklappen der Produkte.

Falls ein Modell in der Bibliothek nicht auffindbar ist:

- Sicherstellen, dass das Modell publiziert ist.
- In der Bibliothek mit einem Klick auf die Ansicht aktualisieren.

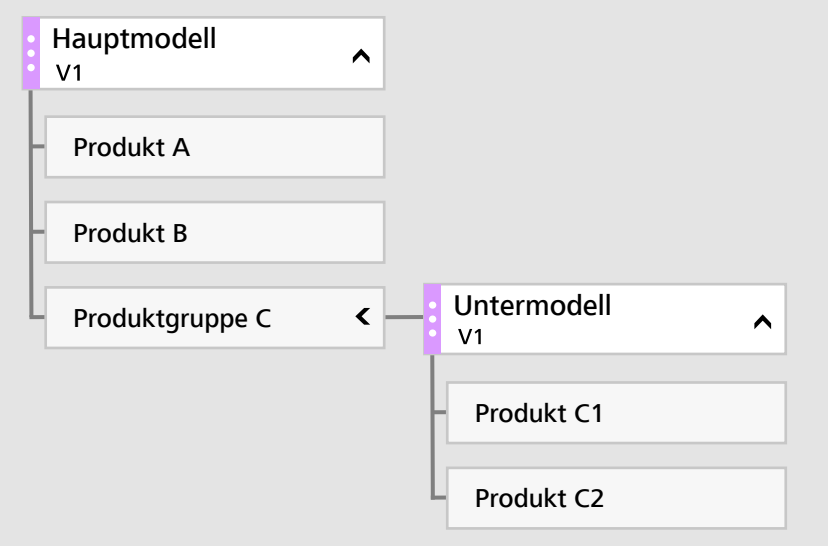
2 Untermodelle mit Produktgruppen verknüpfen

Falls im Hauptmodell Produktgruppen definiert wurden:

- Unter **Bibliothek** ▶ **Identifizierungsmodelle** das Untermodell mit Drag-and-drop neben die zugehörige Produktgruppe einfügen. Eine grüne vertikale Linie zeigt die Einfügeposition an:

- **Weitere Untermodelle und Hierarchieebenen**
  Weitere Untermodelle auf die gleiche Weise mit der jeweils zugehörigen Produktgruppe verknüpfen.

Beispiel: Ein Untermodell ist mit einer Produktgruppe verknüpft.



Der horizontale Pfeil dient zum Einklappen und Ausklappen des Untermodells.

Untermodelle können mit Produktgruppen oder mit Produkten verknüpft werden.

3 Modelle versionieren

Die in der Modellhierarchie enthaltenen Modelle bleiben unverändert, auch wenn für ein Modell eine neue Version publiziert ist. Bei Bedarf das entsprechende Modell aus der Modellhierarchie entfernen und eine neuere Version einfügen.

4 Modellhierarchie speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Quantifizierungsmodelle in Modellhierarchie einfügen

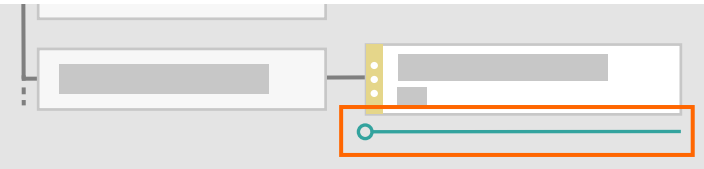
Falls die Modellhierarchie Quantifizierungsmodelle enthalten soll, diese wie folgt einfügen.

1 Modellhierarchie mit Identifizierungsmodellen

Falls die Modellhierarchie auch Identifizierungsmodelle enthält, dann müssen die Quantifizierungsmodelle mit Produkten verknüpft werden:

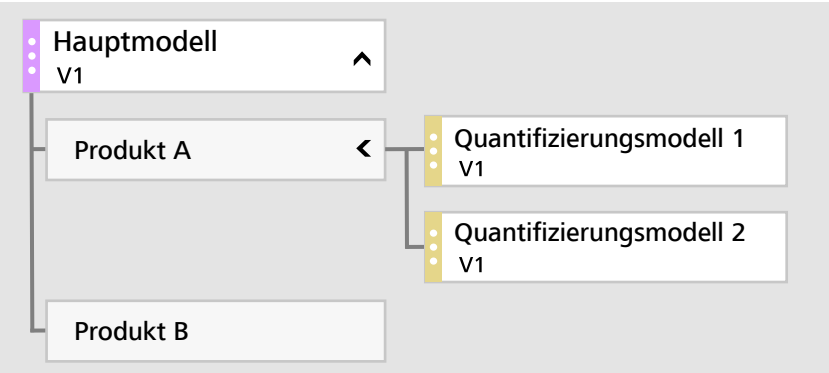
- Unter **Bibliothek** ▶ **Quantifizierungsmodelle** das Quantifizierungsmodell mit Drag-and-drop neben das zugehörige Produkt einfügen. Eine grüne vertikale Linie zeigt die Einfügeposition an:

- Falls mehrere quantitative Analyseparameter für dasselbe Produkt vorhergesagt werden sollen:
  - Die weiteren Quantifizierungsmodelle jeweils mit Drag-and-drop untereinander einfügen. Eine grüne horizontale Linie zeigt die Einfügeposition an:



- Falls für weitere Produkte quantitative Analysen vorgesehen sind, die entsprechenden Quantifizierungsmodelle auf die gleiche Weise verknüpfen.

Beispiel: 2 Quantifizierungsmodelle sind mit einem Produkt verknüpft.



Quantifizierungsmodelle können mit Produkten oder mit Produktgruppen verknüpft werden.

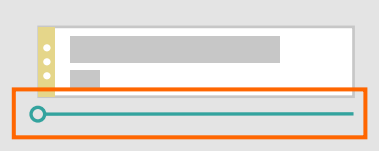
2 Modellhierarchie ohne Identifizierungsmodelle

Falls die Modellhierarchie ausschliesslich Quantifizierungsmodelle enthalten soll:

- Der Prozessschritt **Modellhierarchie bearbeiten** beinhaltet den Modellhierarchieeditor. Zunächst ist der Modellhierarchieeditor noch leer.
- Durch Klicken auf das Fenster **Bibliothek** öffnen.

- Unter **Bibliothek** ▶ **Quantifizierungsmodelle** das erste Quantifizierungsmodell mit Drag-and-drop nach rechts ziehen und in den Modellhierarchieeditor einfügen.

- Falls die Modellhierarchie mehrere Analyseparameter vorhersagen soll, die weiteren Quantifizierungsmodelle jeweils mit Drag-and-drop untereinander einfügen. Eine grüne horizontale Linie zeigt die Einfügeposition an:



Falls ein Modell in der Bibliothek nicht auffindbar ist:

- Sicherstellen, dass das Modell publiziert ist.
- In der Bibliothek mit einem Klick auf die Ansicht aktualisieren.

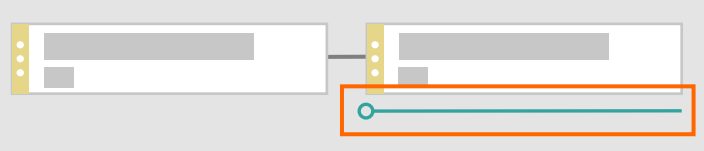
3 Untergeordnete Quantifizierungsmodelle

Um untergeordnete Quantifizierungsmodelle in die Modellhierarchie einzufügen, wie folgt vorgehen:

- Unter **Bibliothek** ▶ **Quantifizierungsmodelle** das untergeordnete Quantifizierungsmodell mit Drag-and-drop neben das übergeordnete Quantifizierungsmodell einfügen. Eine grüne vertikale Linie zeigt die Einfügeposition an:

- Im Dialog **Bedingung hinzufügen** die Bedingung festlegen, unter der das untergeordnete Quantifizierungsmodell angewendet werden soll. Die Bedingung muss einen Teil der vorhergesagten Werte des übergeordneten Quantifizierungsmodells umfassen, z. B. < 5.
  Sobald die Bedingung hinzugefügt wird, ist das untergeordnete Quantifizierungsmodell mit dem übergeordneten Quantifizierungsmodell verknüpft.

- Die weiteren untergeordneten Quantifizierungsmodelle jeweils mit Drag-and-drop untereinander einfügen. Eine grüne horizontale Linie zeigt die Einfügeposition an:



Hinweis: Falls für einen Zahlenbereich kein untergeordnetes Quantifizierungsmodell erforderlich ist, kann das übergeordnete Modell als Ersatz verwendet und mit sich selbst verknüpft werden.
Voraussetzungen: Die Bedingungen der untergeordneten Quantifizierungsmodelle müssen folgende Voraussetzungen erfüllen:
  - Die Bedingungen müssen den gesamten Bereich der rationalen Zahlen umfassen.
  - Die Bedingungen dürfen sich nicht überlappen.

Beispiel mit korrekten Bedingungen:
  - Bedingung für Modell A1 (Einzelwert): < 5
  - Bedingung für Modell A2 (Intervall): ≥ 5 und < 10
  - Bedingung für Modell A3 (Einzelwert): ≥ 10

Falls die Voraussetzungen nicht erfüllt sind, kann die Modellhierarchie trotzdem gespeichert, aber nicht publiziert werden.
Bedingungen prüfen:
  - Auf **Intern validieren** klicken.
  - Falls keine Fehlermeldung erscheint, sind die Voraussetzungen erfüllt.
  - Andernfalls informiert die Fehlermeldung darüber, wo und weshalb die Voraussetzungen verletzt sind.

Bedingungen einsehen oder bearbeiten:
  - Ein untergeordnetes Quantifizierungsmodell auswählen.
  - Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
  - Den Unterbereich Bedingung öffnen.
  - Nacheinander die betreffenden untergeordneten Quantifizierungsmodelle auswählen, um die jeweilige Bedingung anzuzeigen. Bei Bedarf die Bedingung anpassen.
- Falls für weitere Quantifizierungsmodelle untergeordnete Quantifizierungsmodelle vorgesehen sind, diese auf die gleiche Weise verknüpfen.

4 Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen

Alle Quantifizierungsmodelle, die eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur benötigen, wie folgt modifizieren:

- Quantifizierungsmodell auswählen.

- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur definieren.

Das Symbol weist darauf hin, dass das Quantifizierungsmodell mit einer Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur verknüpft ist. Beim Prüfen von Bedingungen für eventuelle untergeordnete Quantifizierungsmodelle kommt das korrigierte Resultat zum Einsatz.

5 Modelle und Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen versionieren

Die in der Modellhierarchie enthaltenen Modelle und Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen bleiben unverändert, auch wenn für das Modell oder für die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur eine neue Version publiziert wird. Bei Bedarf das entsprechende Modell oder die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur aus der Modellhierarchie entfernen und eine neuere Version einfügen.

6 Modellhierarchie speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

8.2 Modellhierarchie validieren

Modellhierarchien mit Quantifizierungsmodellen

Bei der Validierung von Modellhierarchien werden keine Quantifizierungsmodelle ausgewertet. Für Quantifizierungsmodelle mit untergeordneten Quantifizierungsmodellen wird jedoch geprüft, ob die Voraussetzungen erfüllt sind:

- Die Bedingungen müssen den gesamten Bereich der rationalen Zahlen umfassen.
- Die Bedingungen dürfen sich nicht überlappen.

Bedingungen prüfen

- Auf **Intern validieren** klicken.
- Falls keine Fehlermeldung erscheint, sind die Voraussetzungen erfüllt.
- Andernfalls informiert die Fehlermeldung darüber, wo und weshalb die Voraussetzungen nicht erfüllt sind.

Interne und externe Validierung

Für Modellhierarchien mit Identifizierungsmodellen bietet der Prozessschritt **Modellhierarchie validieren** 2 unterschiedliche Validierungen an:

- **Interne Validierung**
  Die interne Validierung verwendet den Kalibrierdatensatz und, falls vorhanden, den Validierdatensatz des Hauptmodells.
- **Externe Validierung**
  Die externe Validierung verwendet einen separaten, externen Datensatz. Für den externen Datensatz werden Proben an einem anderen Tag gesammelt und gemessen, ggf. von einer anderen Person und mit einem anderen Gerät.

Modellhierarchie validieren

Voraussetzung:

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** ist die Modellhierarchie erstellt, geöffnet und im Vordergrund *(siehe "Modellhierarchie entwickeln", Kapitel 8.1, Seite 142)*.
- Falls extern validiert wird, ist ein entsprechender Datensatz mit Spektren und Produktnamen vorhanden *(siehe "Spektren aufnehmen", Kapitel 4.2, Seite 61)*.

1 Zum Prozessschritt 'Validierung' wechseln

- Im Navigator durch Klicken auf **Modellhierarchie validieren** zum Prozessschritt Validierung wechseln.

2 Interne oder externe Validierung durchführen

Interne Validierung

- Auf **Intern validieren** klicken.

Die interne Validierung verwendet nur Spektren des Hauptmodells (Kalibrierdatensatz und falls vorhanden Validierdatensatz). Ausreisser und zusätzliche Spektren in Untermodellen sind nicht mit einbezogen.

Externe Validierung

- Auf **Extern validieren** klicken.
- Proben aus Probenlisten oder aus Suchabfragen auswählen.
  Die Auswahl muss Proben mit einem Produktparameter enthalten.
  Die Spalte **Produkt** listet die enthaltenen Produkte auf.
- Auf **[Validieren]** klicken.

3 Validierungsresultate prüfen

- Im Prozessschritt **Modellhierarchie validieren** den Bereich **Validierungsübersicht** prüfen. Die Validierungsübersicht fasst die Resultate in gleicher Weise zusammen wie für ein einzelnes Modell *(siehe "Bereich Validierungsübersicht", Seite 115)*.
  Dabei wird die Modellhierarchie wie ein einziges, grosses Modell betrachtet. Das Validierungsresultat eines Spektrums ist entweder erfolgreich oder fehlgeschlagen.
- Resultate von einzelnen Spektren prüfen:
  - Im Bereich **Validierungsübersicht** alle Produkte auswählen, deren einzelne Spektren angezeigt werden sollen.
  - Der Bereich **Validierungsresultate** listet die Spektren der ausgewählten Produkte auf.
    Das **Modellhierarchieresultat** zeigt jeweils das Schlussresultat der Modellhierarchie an.
    Anschliessend wird die schrittweise Auswertung für jede Hierarchieebene dargestellt. Das **Resultat der Ebene 1** zeigt das Resultat des Hauptmodells an. Danach folgen für alle weiteren Hierarchieebenen die Resultate der entsprechenden Untermodelle.

8.3 Modellhierarchie publizieren

Damit eine Modellhierarchie für Bestimmungen verwendet werden kann, muss die Modellhierarchie publiziert werden.

Modellhierarchie publizieren

Voraussetzung:

- Die Modellhierarchie ist gespeichert.
- Die Validierung ist optional. Metrohm empfiehlt, eine Validierung durchzuführen.
- Die Modellhierarchie ist geöffnet.

1 Dialog öffnen

- Durch Klicken auf den Dialog **Modellhierarchie publizieren** öffnen.

Falls die Modellhierarchie bereits zuvor publiziert und in Methoden verwendet wurde, können diese Methoden durch das Aktivieren des Kontrollkästchens **Methoden aktualisieren** automatisch aktualisiert werden.

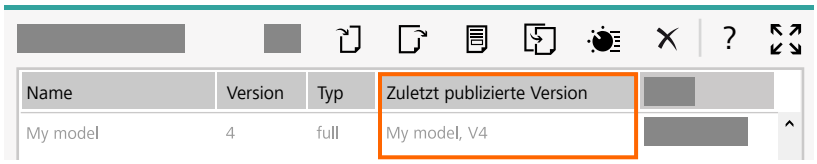
Hinweis: Nicht automatisch aktualisiert werden:

- Geöffnete Methoden
- Unterschriebene und publizierte Methoden
- Falls die Filterung der Datenberechtigungen aktiviert ist: Methoden ohne Datenberechtigungen des aktuell angemeldeten Benutzers

2 Publizieren

- Durch Klicken auf **[Publizieren]** die Modellhierarchie publizieren.

Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Modellhierarchien** wird die zuletzt publizierte Version angezeigt:



Der **PREDICT**-Befehl kann nun auf die publizierte Version der Modellhierarchie zugreifen.

9 Prädiktion

Bei der Prädiktion wird ein Modell auf das Spektrum einer unbekannten Probe angewendet. Je nach Modell kann Folgendes vorhergesagt werden:

- Analyseparameter (Quantifizierung)
- Produktzugehörigkeit bzw. Verifizierungsresultat (Identifizierung)
- Qualifizierungsresultat (Qualifizierung)

Die Proben für die Prädiktion müssen gleich behandelt und gemessen werden wie die Proben, mit denen das Modell erstellt wurde.

Eine Veranschaulichung der Abläufe in der OMNIS Software ist im Anhang zu finden *(siehe "Prädiktion", Seite 192)*.

9.1 Prädiktion vorbereiten

Zur Vorbereitung der Prädiktion eine Methode, eine Arbeitsvorschrift, ein Probenprofil und eine Probenliste wie folgt erstellen. Die Methode enthält einen **PREDICT**-Befehl, der eine Verbindung zum Modell herstellt.

Methode anlegen

1 Methode übernehmen und benennen

Die Spektren müssen mit den gleichen Einstellungen aufgenommen werden wie die Spektren für die Modellentwicklung. Der einfachste Weg ist, die für die Modellentwicklung verwendete Methode zu übernehmen *(siehe "Spektrenaufnahme vorbereiten", Kapitel 4.1, Seite 50)*.

- Unter **Prozesse** ▶ **Methoden** die Methode auswählen, die für die Modellentwicklung verwendet wurde.
- Die ausgewählte Methode durch Klicken auf duplizieren.
- Die duplizierte Methode durch Doppelklick auf den Methodennamen öffnen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

2 PREDICT-Befehl einfügen

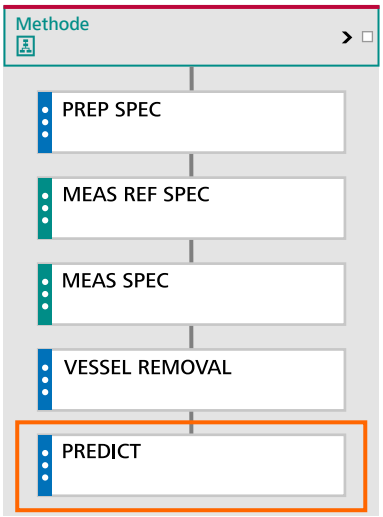
PREDICT erstellt eine Prädiktion für das aufgenommene Spektrum.

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Bibliothek** ▶ **Befehle** den **PREDICT**-Befehl suchen und per Drag-and-drop in die Methode einfügen.

Die richtige Reihenfolge der Befehle beachten:

Flüssige Proben

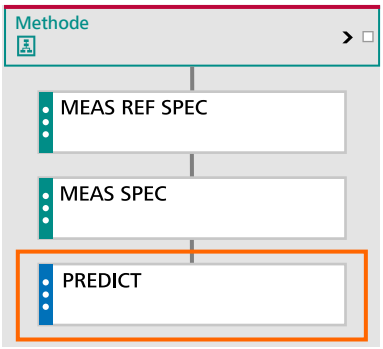
Basisstruktur



Der **PREDICT**-Befehl kann auch vor oder neben dem **VESSEL REMOVAL**-Befehl stehen.

Feststoff-Proben

Basisstruktur



3 PREDICT-Befehlsparameter konfigurieren

- Den PREDICT-Befehl auswählen.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.

- Unter **Eigenschaften** ▶ **Parameter** die Befehlsparameter definieren:
  - **Spektrum referenzieren**
    Die Liste **Name des Messbefehls** aufklappen. Den Namen des **MEAS SPEC**-Befehls auswählen, der das auszuwertende Spektrum aufnimmt.
  - **Modell referenzieren**
    Die **Struktur** des Modells auswählen: **Einzelnes Modell** oder **Modellhierarchie**.
  - Falls die Struktur **Einzelnes Modell** ausgewählt wurde, den **Modelltyp** auswählen: Quantifizierungsmodell, Identifizierungsmodell oder Qualifizierungsmodell.
  - Das publizierte Modell oder die publizierte Modellhierarchie auswählen.
    Quantifizierung: Falls nötig, eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur auswählen.
    Verifizierung: Falls das Identifizierungsmodell oder die Modellhierarchie für die Verifizierung verwendet werden soll, die Option **Für die Verifizierung verwenden** einschalten.

4 Mehrere Analyseparameter (Quantifizierung)

Falls für jede Probe mehr als ein Analyseparameter vorhergesagt werden muss *(siehe "Mehrere Analyseparameter (Quantifizierung)", Kapitel 9.1.1, Seite 161)*, wie folgt vorgehen:

- Für jeden Analyseparameter einen **PREDICT**-Befehl einfügen.
  Hinweis: Eine Modellhierarchie benötigt nur einen **PREDICT**-Befehl, unabhängig von der Anzahl der darin enthaltenen Quantifizierungsmodelle.
- Für jeden **PREDICT**-Befehl die Befehlsparameter wie oben definieren. Alle **PREDICT**-Befehle referenzieren dasselbe Spektrum, aber für jeden Analyseparameter ein anderes Quantifizierungsmodell.

5 Methode speichern

- Die Methode durch Klicken auf validieren.
- Die Methode durch Klicken auf oder Drücken der Tasten **[CTRL]**+**[S]** speichern.

Arbeitsvorschrift anlegen

1 Arbeitsvorschrift erstellen und benennen

- Unter **Prozesse** ▶ **Arbeitsvorschriften** auf klicken.
  Die neue Arbeitsvorschrift erscheint in einer neuen Registerkarte.
- Das Fenster **Eigenschaften** durch Klicken auf öffnen.
- Unter **Eigenschaften** ▶ **Allgemein** einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

2 Methode einfügen

- Das Fenster **Bibliothek** durch Klicken auf öffnen.
- Die erstellte Methode per Drag-and-drop von **Bibliothek** ▶ **Methoden** in die Arbeitsvorschrift einfügen.

3 Resultatüberwachung definieren (optional)

Für **Quantifizierung** kann eine Resultatüberwachung eingesetzt werden. Beispiel: Überwachung, dass das Analyseresultat innerhalb bestimmter Grenzen liegt, z.B. innerhalb des Referenzwertbereichs der Kalibrierproben.

Für **Identifizierung** wird in der Regel keine Resultatüberwachung eingesetzt. Bei Bedarf lässt sich jedoch auf gleiche Weise die Befehlsvariable '**IdentificationProbability.Final.***Befehlsname*' überwachen.

- Auf

klicken.
- Durch Klicken auf das Fenster **Eigenschaften** öffnen.
- Den Unterbereich **Eigenschaften** ▶ **Resultatüberwachung** auswählen.
- Auf **[Resultate überwachen]** klicken.

- Durch Klicken auf eine neue Resultatüberwachung hinzufügen:
  - Durch Klicken auf (x) den Dialog für die Variable öffnen.
  - Die Variable des **PREDICT**-Befehls für den vorhergesagten Wert auswählen. Für Quantifizierung zum Beispiel: '**Predicted.Quantification.Result.***Befehlsname*'
  - Falls eine Modellhierarchievariable mit Index ausgewählt wurde, im obersten Eingabefeld den Index nach Bedarf anpassen, z. B.:
    '**Predicted.Quantification{2}.Result.***Befehlsname*'
    (siehe "Modellhierarchie – Index für Quantifizierungsmodelle", Kapitel 11.4.1, Seite 182)
  - Durch Klicken auf **[Übernehmen]** die ausgewählte Variable übernehmen.
  - In den Feldern **Untere Warngrenze**, **Obere Warngrenze**, **Untere Eingreifgrenze** und **Obere Eingreifgrenze** die Grenzen des Quantifizierungsmodells festlegen. Die Grenzen sollten nicht über den Referenzwertbereich der Kalibrierproben hinausgehen.
    Hinweis: Für die Warngrenzen einen kleineren Bereich wählen, der innerhalb der Eingreifgrenzen liegt.
    Identifizierung: Bei Überwachung der Befehlsvariable '**IdentificationProbability.Final.***Befehlsname*' für beide oberen Grenzen den Wert 100 wählen.
  - Optional können Aktionen definiert werden, die bei einer Verletzung der Grenzen ausgelöst werden. Damit eine Aktion ausgewählt werden kann, muss in der Arbeitsvorschrift mindestens ein **Optionaler Ablauf Execute on limit** definiert sein.
  - Durch Klicken auf → den Bereich schliessen.

4 Resultate direkt in Probenliste anzeigen (optional)

Falls die Prädiktionsresultate direkt in der Probenliste angezeigt werden sollen, kann ein Feld für Teilprobendaten definiert werden *(siehe "PREDICT -Befehlsvariablen", Kapitel 11.4, Seite 177)*.

5 Arbeitsvorschrift speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Probenprofil anlegen

Ein Probenprofil vereinfacht das Erstellen von mehreren gleichartigen Proben.

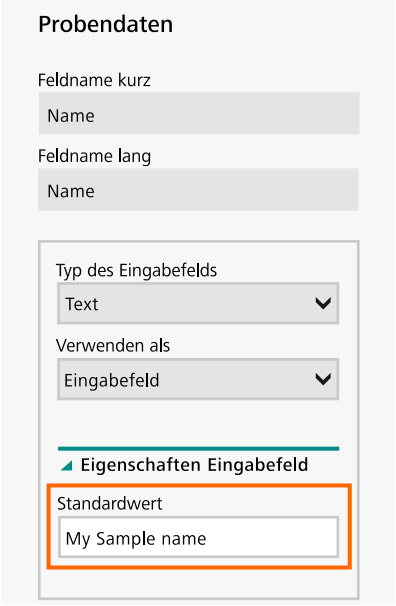
1 Probenprofil übernehmen und benennen

Das für die Modellentwicklung verwendete Probenprofil übernehmen *(siehe "Spektrenaufnahme vorbereiten", Kapitel 4.1, Seite 50)*.

- Unter **Proben** ▶ **Probenprofile** das Probenprofil auswählen, das für die Modellentwicklung verwendet wurde.
- Das ausgewählte Probenprofil durch Klicken auf duplizieren.
- Das duplizierte Probenprofil durch Doppelklick auf den Probenprofilnamen öffnen.
- Einen passenden Namen in das Feld **Name des Probenprofils** eingeben.

2 Eingabefeld für den Probennamen

Bei Bedarf den Standardwert für den Probennamen anpassen.



3 Referenzparameter / Produktparameter

Das Probenprofil enthält Probendaten für den Referenzparameter (Quantifizierung) oder den Produktparameter (Identifizierung, Verifizierung).

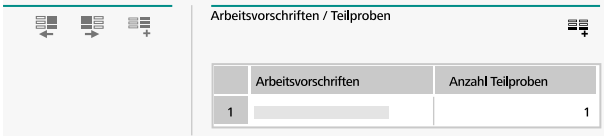
- **Quantifizierung und Identifizierung**: Die Probendaten sind für die Prädiktion nicht zwingend erforderlich. Das Eingabefeld kann gelöscht oder für Kontrollproben verwendet werden. Kontrollproben dienen zur Überwachung des Modells und des Geräts und zur Bestätigung, dass das System für die weitere Analyse geeignet ist.
- **Verifizierung**: In den Probendaten wird das Produkt definiert, auf das die Probe verifiziert wird:
  - **Typ des Eingabefelds**: **Auswahlliste**
  - Das Produkteingabefeld muss für die Verwendung als Produkt angelegt sein: **Verwenden als**: **Produkt**
  - Die Listenelemente mit den Produktnamen sollten bereits vorhanden sein.
  - **Standardwert**: **Leer**
  - Die Kontrollkästchen **Leeres Feld erlauben** und **Eingabe erzwingen** aktivieren.
- **Qualifizierung**: Für die Prädiktion sind keine spezifischen Probendaten erforderlich.

4 Weitere Probendaten hinzufügen (optional)

- Bei Bedarf im Bereich **Probendaten** ein Eingabefeld durch Klicken auf hinzufügen.

5 Arbeitsvorschrift und Anzahl Teilproben definieren

- Im Bereich **Arbeitsvorschriften / Teilproben** die erstellte Arbeitsvorschrift auswählen.
- Die Anzahl der Teilproben definieren: **1**



6 Probenprofil speichern

- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

Probenliste anlegen

1 Probenliste erstellen und benennen

- Unter **Proben** ▶ **Probenlisten** auf klicken.
  Eine neue Registerkarte öffnet sich.

- Einen passenden Namen in das Feld **Name** eingeben.

2 Proben hinzufügen

- In der Auswahlliste links vom Icon + das erstellte Probenprofil auswählen.

Anschliessend hinzugefügte Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt.

- Durch Klicken auf + eine neue Probe zur Probenliste hinzufügen. So viele Proben wie benötigt hinzufügen.

  Jede Zeile der Probenliste enthält eine mit dem Icon gekennzeichnete Probe. Rechts davon folgen die Probendaten. Danach folgt die mit gekennzeichnete Teilprobe und die Teilprobendaten.
  Die Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt. Jede Probe enthält 1 Teilprobe, welche die festgelegte Arbeitsvorschrift verwendet.

	Probenname	Name des Referenzparameters		Nr.		Teilprobenname	Arbeitsvorschrift
	Probe 1	%		1		Teilprobe 1	
	Probe 2	%		2		Teilprobe 2	
	Probe 3	%		3		Teilprobe 3	

Abbildung 6 Probenliste (Beispiel für Quantifizierung)

- Die Probennamen und Teilprobennamen nach Bedarf bearbeiten.
- Verifizierung: Falls das Produkt, auf das die Proben verifiziert werden, bereits bekannt ist:
  - Im Produkteingabefeld das Produkt auswählen.

3 Probenliste speichern

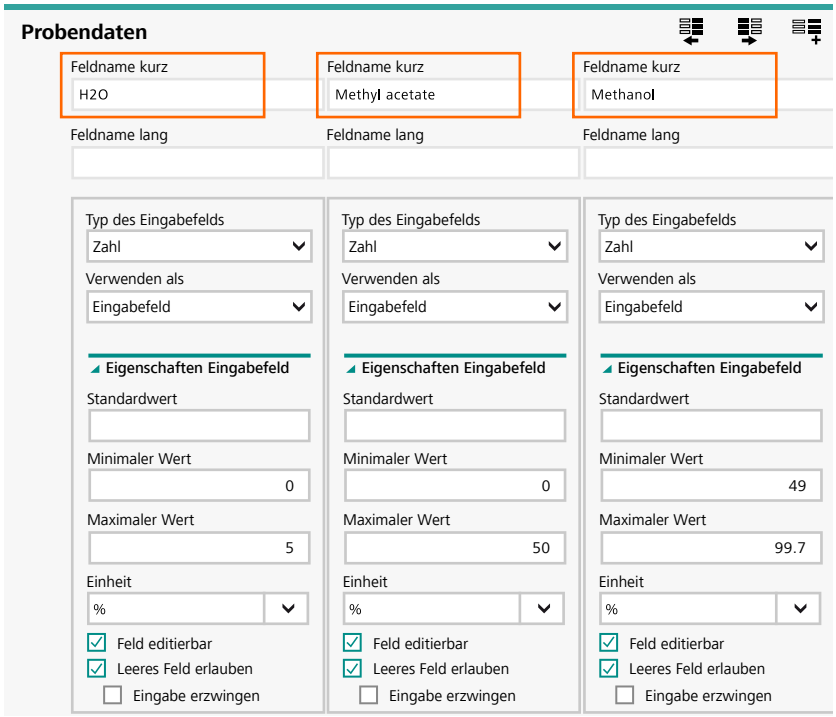
- Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

9.1.1 Mehrere Analyseparameter (Quantifizierung)

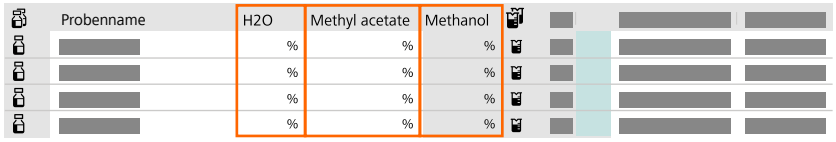
Um mehrere quantitative Analyseparameter für jede Probe vorherzusagen, bei der Modellentwicklung und der Vorbereitung der Prädiktion die folgenden Modifikationen verwenden.

Proben für die Entwicklung von Quantifizierungsmodellen

- **Spektrenaufnahme vorbereiten**
  Im Probenprofil ein separates Eingabefeld für jeden Referenzparameter hinzufügen.



Die Probenliste enthält für jeden Referenzparameter ein Eingabefeld.



- **Spektren aufnehmen**
  Die Spektren wie gewohnt aufnehmen.

Quantifizierungsmodelle entwickeln

- Für jeden Analyseparameter ein separates Quantifizierungsmodell erstellen.

Prädiktion vorbereiten

Variante 1: mit Modellhierarchie

Diese Variante erfordert die Erstellung einer Modellhierarchie, die alle Quantifizierungsmodelle enthält. Bei Bedarf bietet die Modellhierarchie zusätzlich die Möglichkeit, mithilfe von untergeordneten Quantifizierungsmodellen eine bessere Vorhersagekraft zu erzielen.

In der Methode wird nur ein einziger **PREDICT**-Befehl benötigt:

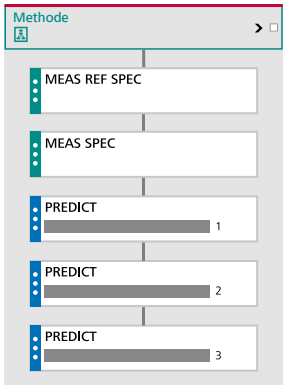
- Modellhierarchie erstellen *(siehe "Modelle in Modellhierarchie einfügen", Kapitel 8.1.2, Seite 143)*.

- Quantifizierungsmodelle in die Modellhierarchie einfügen *(siehe "Modelle in Modellhierarchie einfügen", Kapitel 8.1.2, Seite 143)*.
- In der Methode im PREDICT-Befehl die Modellhierarchie referenzieren.

Variante 2: mehrere PREDICT-Befehle

Diese Variante erfordert mehrere **PREDICT**-Befehle in der Methode. Jeder Befehl referenziert ein Quantifizierungsmodell:

- Für jeden Analyseparameter einen **PREDICT**-Befehl in die Methode einfügen:



- Jeden **PREDICT**-Befehl nach einem der Analyseparameter benennen.
- In jedem **PREDICT**-Befehl das passende Quantifizierungsmodell referenzieren.
- In jedem **PREDICT**-Befehl dasselbe Spektrum referenzieren, d. h. denselben **MEAS SPEC**-Befehl.

9.2 Prädiktion starten

WARNUNG

Entflammbare Stoffe auf heisser Oberfläche

Feuer- und Verbrennungsgefahr bei Verschütten von entflammbaren Stoffen. Proben, Probenvials, Probenhalter und die Probenpräsentation können Temperaturen bis zu 85 °C erreichen.

- Zündquellen vermeiden.
- Erdungsschutz benutzen.
- Absaugeinrichtung verwenden.
- Verschüttete Flüssigkeiten und Feststoffe unverzüglich beseitigen.

VORSICHT

Volumenausdehnung der Probe durch Erwärmung

Verletzungen und Gesundheitsschädigungen durch Überlaufen oder Zerbrechen des Probengefässes oder durch weggesprengten Stopfen.

- Probengefäss nur bis zur Mindesthöhe von 2 cm füllen. Die Flüssigkeit kann sich im verbleibenden Luftvolumen ausdehnen.
  Alternativ Stopfen mit Kapillarbohrung verwenden.
- Den Stopfen sanft eindrücken, damit das Probengefäss nicht beschädigt wird.

VORSICHT

Heisse Probenvials

Verbrennungen der Haut durch Kontakt mit heissen Oberflächen oder heissen Flüssigkeiten. Proben, Probenvials, Probenhalter und die Probenpräsentation können Temperaturen bis zu 85 °C erreichen.

- Persönliche Schutzausrüstung und hitzebeständige Schutzhandschuhe tragen.
- Verschüttete Flüssigkeiten und Feststoffe unverzüglich beseitigen.

Prädiktion starten

Voraussetzungen:

- Die Prädiktion ist vorbereitet *(siehe "Prädiktion vorbereiten", Kapitel 9.1, Seite 154)*.
- Das Spektrometer ist reserviert *(siehe "Geräte reservieren und freigeben", Kapitel 2.4, Seite 28)*.
- Der richtige Probenhalter ist eingesetzt. Der Probenhalter muss auf das zu verwendende Probengefäss abgestimmt sein.

1 Probenliste öffnen

- Falls die Probenliste geschlossen wurde, unter **Proben** ▶ **Probenlisten** die Probenliste mit einem Doppelklick öffnen.

Verifizierung

Für eine Verifizierung muss in den Probendaten das Produkt definiert sein, auf das die Probe verifiziert wird. Das Produkteingabefeld muss für die Verwendung als Produkt angelegt sein. Gross-/Kleinschreibung ist nicht relevant.

Falls im Produkteingabefeld der Name einer Produktgruppe eingegeben wird, die mit einem weiteren Identifizierungsmodell verknüpft ist, schlägt die Verifizierung immer fehl. Das Gleiche gilt für ein Produkt, das mit einem weiteren Identifizierungsmodell verknüpft ist.

2 Weitere Proben hinzufügen (optional)

Falls weitere Proben benötigt werden:

- In der Auswahlliste links vom Icon + das erstellte Probenprofil auswählen.

  Neu hinzugefügte Proben werden gemäss den Spezifikationen im ausgewählten Probenprofil erstellt.
- Durch Anklicken von + neue Proben zur Probenliste hinzufügen.
- Die Probennamen und Teilprobennamen nach Bedarf bearbeiten.
- Verifizierung: Im Produkteingabefeld das Produkt auswählen, auf das die Probe verifiziert wird.
- Die Probenliste speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]**+**[S]** drücken.

3 Bestimmungen durchführen

HINWEIS

Beschädigung des Temperatursensors bei Temperaturregelung am Probengefäss

Falls das Probengefäss entnommen wird, während der Sensor in direktem Kontakt mit dem Probengefäss ist, kann der Sensor beschädigt werden.

- Probengefäss erst entnehmen, wenn die Messung fertig und der Temperatursensor vom Probengefäss wegbewegt wurde.

- Die zu analysierende Teilprobe auf eine der folgenden Weisen auswählen:
  - Die Teilprobe durch Anklicken des Icons auswählen.
  - Für Analysezwecke reicht es aus, eine einzelne Zelle der Teilprobe auszuwählen.
- Die entsprechende physische Probe vorbereiten.
  Das Probengefäss in den Probenhalter einsetzen.
- Die Bestimmung durch Anklicken von starten. Eine Zahl auf der Schaltfläche gibt an, wie viele Teilproben ausgeführt werden.
- Die der Teilprobe zugewiesene Arbeitsvorschrift wird gestartet. Eventuelle Anweisungen im Bereich **Kurven und Daten** ▶ **Live-Daten** befolgen. Falls die Temperatur am Probengefäss geregelt wird, das Probengefäss erst nach Aufforderung entnehmen.
  Nach erfolgreichem Abschluss der Analyse wird der Status der Teilprobe als angezeigt.

- Die Bestimmungen für alle weiteren Proben auf die gleiche Weise durchführen.

Die Zieltemperatur darf max. 5.0 K unter der Umgebungstemperatur liegen.

Falls die Prozesse für Serienbestimmungen geeignet sind, können mehrere Teilproben auf einmal ausgewählt werden. Alternativ startet alle ausführbaren Teilproben in der Probenliste.

- Flüssige Proben: Der **VESSEL REMOVAL**-Befehl ermöglicht Serienbestimmungen.
- Feststoff-Proben: Für die Durchführung von Serienbestimmungen müssen Benutzeraktionen vorgesehen werden (z. B. mit dem **WAIT**-Befehl).

Prädiktionsresultate

Die Prädiktionsresultate der ausgewählten Proben sind im Bereich **Resultate** ▶ **Prädiktionen** zu finden *(siehe "Prädiktionsresultate", Kapitel 9.3, Seite 166)*.

9.3 Prädiktionsresultate

Prädiktionsresultate anzeigen:

- Eine oder mehrere Teilproben auswählen.
- Die Prädiktionsresultate aller ausgewählten und bereits analysierten Teilproben sind unter **Proben** ▶ **Probenliste** ▶ **Resultate** ▶ **Prädiktionen** zu finden.

Beispiel für Quantifizierung, Unterbereich **Übersicht**:

Resultate **Prädiktionen** **Übersicht** ?

Probeninformation			Quantifizierungsresultate
Nr.	Probenname	Teilprobenname	H2O / %
1	[redacted]	[redacted]	4.7
2	[redacted]	[redacted]	6.1
3	[redacted]	[redacted]	8.0

Mehrere Unterbereiche stehen zur Verfügung:

- Der Unterbereich **Übersicht** zeigt für jede Teilprobe die Endresultate an.

- Der Unterbereich **Detailansicht** zeigt für jede Teilprobe detaillierte Prädiktionsresultate an. Falls unterschiedliche Modelle oder Modellhierarchien zum Einsatz gekommen sind, werden deren Resultate in separaten Tabellen dargestellt. Eine Teilprobe kann in mehreren Tabellen erscheinen. Bei Bedarf können die jeweiligen Modelleigenschaften angezeigt werden.
- Quantifizierung: Im Unterbereich **Nachbearbeitung** können ausgewertete Teilproben mit anderen Quantifizierungsmodellen ausgewertet werden.
- Modellhierarchie: Im Unterbereich **Nachbearbeitung** können ausgewertete Teilproben mit einer anderen Modellhierarchie ausgewertet werden.

Prädiktionsresultate können bei Bedarf auch in den Teilprobendaten angezeigt werden *(siehe "PREDICT -Befehlsvariablen", Kapitel 11.4, Seite 177)*.

Je nach Modell werden die Resultate wie folgt angezeigt:

	Resultate in Proben ▶ Probenliste ▶ Resultate ▶ Prädiktionen	
	Unterbereich Übersicht	**Unterbereich Detailansicht**
Quantifizierung	Quantifizierungsresultat (inklusive Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur)	▪ **Berechneter Wert**: Prädiktionsresultat ohne Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur ▪ **Korrigierter Wert**: Prädiktionsresultat mit Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur **Hinweis**: Falls keine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur angewendet wurde, ist der korrigierte Wert identisch mit dem berechneten Wert. ▪ **Hotellings T^2** und **Q-Residuen** werden angezeigt, falls der entsprechende Grenzwert überschritten ist.
Identifizierung	Identifizierungsresultat: ▪ Bei erfolgreicher Identifizierung: Name des ermittelten Produkts. ▪ Bei fehlgeschlagener Identifizierung: Status der Identifizierung (**Nicht identifiziert** oder **Mehrdeutig**).	Zusätzlich: ▪ Wahrscheinlichkeit des ermittelten Produkts

	Resultate in Proben ▶ Probenliste ▶ Resultate ▶ Prädiktionen	
	Unterbereich Übersicht	**Unterbereich Detailansicht**
Verifizierung	▪ Identifizierungsresultat ▪ Verifizierungsresultat: **Erfolgreich** oder **Fehlgeschlagen**	Zusätzlich: ▪ Erwartetes Produkt ▪ Wahrscheinlichkeit des ermittelten Produkts
Qualifizierung	Qualifizierungsresultat: **Erfolgreich** oder **Fehlgeschlagen**	Zusätzlich: ▪ Gruppierung nach Modellen ▪ Modelleigenschaften
Modellhierarchie	Die Endresultate für Identifizierung, Quantifizierung und Verifizierung werden nebeneinander aufgelistet. Hinweis: Falls die Identifizierung fehlschlägt, kann keine Quantifizierung durchgeführt werden.	Die detaillierten Prädiktionsresultate für alle zum Einsatz gekommenen Modelle werden nebeneinander aufgelistet, jeweils mit Angabe der Hierarchieebene. Bei untergeordneten Quantifizierungsmodellen wird auch die Bedingung angegeben, die für die Ausführung des Modells definiert wurde.

Statuswarnung für Teilproben

- Die Teilproben in der Probenliste prüfen. Bei Fehlern oder Warnungen erscheint eine Statuswarnung:

- Betroffene Prädiktionsresultate sind mit dem Status-Icon gekennzeichnet.
  Den Cursor über eines der Icons halten, um die Ursachen anzuzeigen.
  Ursachen können sein:
  - Fehler beim Ablauftest vor der Bestimmung der Teilprobe.
  - Identifizierung: Die Identifizierung der Probe ist fehlgeschlagen (Nicht identifiziert oder Mehrdeutig).
  - Verifizierung: Die Verifizierung der Probe ist fehlgeschlagen.
  - Qualifizierung: Die Qualifizierung der Probe ist fehlgeschlagen.
  - Quantifizierung: Das aufgenommene Spektrum ist ein spektraler Ausreisser (Hotellings T^2-Ausreisser oder Q-Residuen-Ausreisser).
  - Quantifizierung: Überschreitung der Grenzen, die in der Resultatüberwachung definiert sind (siehe folgenden Punkt).

Quantifizierung: Warngrenzen und Eingreifgrenzen

Falls in der Arbeitsvorschrift eine Resultatüberwachung definiert ist *(siehe "Arbeitsvorschrift anlegen", Seite 157)*, kann der Überwachungsstatus wie folgt geprüft werden:

- Den Bereich **Resultate** ▶ **Prädiktionen** ▶ **Überwachung** öffnen.

- Teilprobe auswählen, deren Überwachungsstatus geprüft werden soll. **Hinweis**: Falls mehrere Proben ausgewählt sind, wird der Status der zuletzt angeklickten Probe angezeigt.

Je nach Wert des Resultats erscheint eines der folgenden Status-Icons:

●	Der Wert liegt innerhalb der definierten **Warngrenzen**.
▲	Der Wert liegt ausserhalb der definierten **Warngrenzen**, aber innerhalb der definierten **Eingreifgrenzen**.
■	Der Wert liegt ausserhalb der definierten **Eingreifgrenzen**.

Sichtprüfung der Spektren (optional)

- Den Bereich **Kurven und Daten** ▶ **Kurven** öffnen.
- Einzelnes Spektrum anzeigen:
  - In der Probenliste die entsprechende Teilprobe auswählen (mit dem Icon gekennzeichnet).
- Mehrere Spektren anzeigen:
  - Die Kurvenüberlagerung durch Anklicken von aktivieren.
  - In der Probenliste mehrere Teilproben mithilfe der Tasten **[CTRL]** oder **[SHIFT]** auswählen.
- Spektren prüfen *(siehe "Diagramme handhaben", Kapitel 11.3, Seite 173)*.

10 Test- und Wartungsintervalle

10.1 Geräteleistungstests

Die Geräteleistungstests müssen regelmässig durchgeführt werden.

Aufgabe	OMNIS-Befehl	Empfohlenes Ausführungsintervall	Resultat
Wellenlängentest	**TEST WL**	Nicht regulierte Branche: alle 1 bis 2 Wochen (Messmodus intern) Regulierte Branche: ▪ Täglich: Messmodus intern ▪ Wöchentlich: Messmodus extern	Wellenlängengenauigkeit und -präzision liegen innerhalb der vorgegebenen Toleranz.
Rauschtest	**TEST NOISE**	Nicht regulierte Branche: alle 1 bis 2 Wochen (Messmodus intern) Regulierte Branche: ▪ Täglich: Messmodus intern ▪ Wöchentlich: Low-Flux-Test und High-Flux-Test	Das Rauschen liegt innerhalb der vorgegebenen Toleranz.
Photometrische Linearität	**TEST PHOTOMETRIC LINEARITY**	Regulierte Branche: wöchentlich	Die photometrische Linearität liegt innerhalb der vorgegebenen Toleranz.

Falls ein Test fehlschlägt:

- Für Flüssig-Probenpräsentation: Die Messfenster auf Verunreinigung prüfen und ggf. reinigen.
- Betriebsstunden des Lampenmoduls prüfen. Ggf. Lampe ersetzen.

- Geräteleistungstests wiederholen.
  - Falls der Wellenlängentest fehlschlägt, die Wellenlängenkalibrierung wiederholen. Falls danach der Wellenlängentest erneut fehlschlägt, den regionalen Metrohm-Service-Vertreter kontaktieren.
  - Falls der Rauschtest fehlschlägt, den regionalen Metrohm-Service-Vertreter kontaktieren.
  - Falls der Test der photometrischen Linearität fehlschlägt, den regionalen Metrohm-Service-Vertreter kontaktieren.

10.2 Wellenlängenkalibrierung

Nach bestimmten Aktionen muss in der OMNIS Software eine Wellenlängenkalibrierung für das Gerät durchgeführt werden. *(siehe "Wellenlängenkalibrierung starten", Kapitel 3.2.2, Seite 38)*

Aufgabe	OMNIS-Befehl	Empfohlenes Ausführungsintervall	Resultat
Wellenlängenkalibrierung	**CAL WL** und **VAL WL**	Nach dem Austausch von Hardwarekomponenten. Nach einem längeren Transport des Geräts.	Die x-Achse des Spektrums ist kalibriert.

10.3 Gerätewartung

Das Gerät muss regelmässig gewartet werden.

Aufgabe	Ausführungsintervall	Resultat
Wartung durch den regionalen Metrohm-Service-Vertreter	Jährlich. Bei Bedarf öfter.	Das Gerät entspricht weiterhin den technischen Spezifikationen. Filtermatten sind geprüft und bei Bedarf ersetzt. Der interne Wellenlängenstandard ist rezertifiziert.

Externe Referenzstandards rezertifizieren

Falls Referenzstandards für externe Geräteleistungstests verwendet werden, müssen diese Standards periodisch rezertifiziert werden.

- Das nächste empfohlene Kalibrierdatum auf dem Zertifikat beachten.

11 Anhang

11.1 Reporte

In der OMNIS Software stehen mehrere Optionen für die automatische oder manuelle Reporterstellung zur Verfügung (siehe *Metrohm Knowledge Base*).

In den Reporten ist in der Regel der Windows-Benutzername angegeben, der sich vom OMNIS-Benutzernamen unterscheidet.

11.2 Tabellen handhaben

Tabellen in Modellen und Modellhierarchien können wie nachfolgend beschrieben gehandhabt werden. Die beschriebenen Techniken können teilweise auch für andere Tabellen verwendet werden.

Bereich maximieren und minimieren

- Den Teilbereich, der die Tabelle enthält, durch einen Klick auf ⤢ maximieren.
- Den Teilbereich durch einen Klick auf ⤡ minimieren.

Spaltenbreiten ändern

1. Den Cursor in die Titelzeile zwischen der ersten und zweiten Spalte positionieren.
   Der Cursor verwandelt sich in ⇔.
2. Mit gedrückter linker Maustaste den Cursor nach rechts oder links bewegen.
3. Sobald die gewünschte Breite für die erste Spalte erreicht ist, die Maustaste loslassen.
4. Die weiteren Spalten der Reihe nach in gleicher Weise anpassen.

Tabellenzeilen sortieren

1. In eine Spaltenüberschrift klicken, um die Zeilen nach dieser Spalte zu sortieren.
2. Bei Bedarf durch nochmaliges Klicken auf die Spaltenüberschrift die Sortierreihenfolge umkehren.

Eine oder mehrere Tabellenzeilen auswählen

Neue Auswahl:

- Eine einzelne Zeile anklicken.
  oder

- In der Übersichtsliste der Modelle kann auch mit gedrückter linker Maustaste über mehrere Zeilen gefahren werden.

Auswahl verändern:

- Mit gedrückter **[CTRL]**-Taste eine einzelne Zeile anklicken.
  Die Auswahl der Zeile wird invertiert. Die Auswahl der übrigen Zeilen bleibt unverändert.
  oder
- Mit gedrückter **[SHIFT]**-Taste eine Zeile anklicken.
  Alle Zeilen von der zuletzt ohne **[SHIFT]**-Taste angeklickten Zeile bis zur aktuellen Zeile werden ausgewählt. Die übrigen Zeilen werden abgewählt.
  oder
- Mit gedrückter Tastenkombination **[CTRL]**+**[SHIFT]** eine Zeile anklicken.
  Alle Zeilen von der zuletzt angeklickten Zeile bis zur aktuellen Zeile werden ausgewählt. Die Auswahl der übrigen Zeilen bleibt unverändert.
  oder
- Mit **[CTRL]**+**[A]** alle Zeilen auswählen.

Tabelle in die Windows-Zwischenablage kopieren

Gesamte Tabelle kopieren:

1. In die Tabelle rechtsklicken.
2. Im Kontextmenü **[Tabelle kopieren]** auswählen.

Eine oder mehrere Tabellenzeilen kopieren:

1. Die gewünschten Zeilen auswählen.
2. Die ausgewählten Zeilen mit der Tastenkombination **[CTRL]**+**[C]** kopieren.

Die Tabelle oder die Tabellenzeilen können nun in eine beliebige Datei eingefügt werden.

11.3 Diagramme handhaben

Diagramme in Modellen und Modellhierarchien können wie nachfolgend beschrieben gehandhabt werden. Die beschriebenen Techniken können teilweise auch für andere Diagramme verwendet werden, z. B. für die Spektren in der Probenliste.

Bereich maximieren und minimieren

- Den Teilbereich, der das Diagramm enthält, durch einen Klick auf ⤢ maximieren.
- Den Teilbereich durch einen Klick auf ⤡ minimieren.

Detailfenster ein- und ausblenden

Manche Diagramme enthalten ein Detailfenster oder eine Legende. Das Fenster lässt sich ausblenden und einblenden:

1. In das Diagramm rechtsklicken.
2. Im Kontextmenü **[Detailfenster ein-/ausblenden]** auswählen.

Zoomen

Zoomen mit dem Mausrad:

1. Den Cursor im Diagramm positionieren.
2. Das Mausrad zum Vergrössern vorwärts und zum Verkleinern rückwärts drehen.
   a. Nur vertikal zoomen: Gleichzeitig die **[CTRL]**-Taste drücken.
   b. Nur horizontal zoomen: Gleichzeitig die **[SHIFT]**-Taste drücken.

Zoomen mit der Maustaste:

- Mit gedrückter linker Maustaste einen Bereich aufspannen, beginnend an der Ecke links unten oder links oben.
  oder
- **[CTRL]**+**[SHIFT]** gedrückt halten und zum Vergrössern die linke Maustaste und zum Verkleinern die rechte Maustaste drücken.
  – Nur vertikal zoomen: Mit gedrückter **[CTRL]**-Taste zum Vergrössern die linke Maustaste und zum Verkleinern die rechte Maustaste drücken.
  – Nur horizontal zoomen: Mit gedrückter **[SHIFT]**-Taste zum Vergrössern die linke Maustaste und zum Verkleinern die rechte Maustaste drücken.

Zoomen mit den Zoomelementen:

1. Den Cursor auf einem der grünen Zoomelemente am Anfang oder Ende der x-Achse oder y-Achse positionieren.

   Der Cursor verwandelt sich in ⇔ oder ⇕.
2. Mit gedrückter linker Maustaste entlang der Achse oder über die Achse hinaus fahren.
3. Sobald die gewünschte Ansicht erreicht ist, die Maustaste loslassen.

Den dargestellten Bereich verschieben

In beliebige Richtung verschieben:

1. Den Cursor im Diagramm positionieren.
2. Den dargestellten Bereich mit gedrückter rechter Maustaste in eine beliebige Richtung verschieben.
3. Sobald die gewünschte Ansicht erreicht ist, die Maustaste loslassen.

- Bei Touchscreens: Berühren und länger halten. Dann den dargestellten Bereich verschieben.

Vertikal oder horizontal verschieben:

1. Den Cursor auf den Zahlenbereich der x-Achse oder y-Achse positionieren.
2. Den dargestellten Bereich mit einer der folgenden Methoden verschieben:
   a. Das Mausrad drehen.

   a. Mit gedrückter linker Maustaste der Achse entlang fahren.

Das Diagramm auf die Standardansicht zurücksetzen

- In das Diagramm rechtsklicken. Im Kontextmenü **Ansicht zurücksetzen** auswählen.
  oder
- Mit gedrückter linker Maustaste einen Bereich von rechts nach links aufspannen.

Mehrere Punkte oder Kurven auswählen

- Bei gedrückter **[CTRL]**-Taste nacheinander auf die Punkte oder Kurven klicken.
  Die Auswahl des Punktes bzw. der Kurve wird jeweils invertiert. Die Auswahl der übrigen Punkte oder Kurven bleibt unverändert.

Für die Diagramme **Influence-Plot**, **Score-Plot** und **Korrelationsdiagramm** steht zusätzlich ein Modus für die Mehrfachauswahl zur Verfügung:

- **Mehrfachauswahl aktivieren**
  Auf **Mehrfachauswahl aktivieren** klicken.
  Ein Teil der obigen Funktionen zur Anpassung des Diagramms wird durch die folgenden Funktionen ersetzt.
  - **Neue Auswahl**
    Mit gedrückter linker Maustaste einen Bereich aufspannen.
    Alle Punkte innerhalb des Bereichs werden ausgewählt. Die Punkte ausserhalb des Bereichs werden abgewählt.
  - **Auswahl erweitern**
    Mit gedrückter **[SHIFT]**-Taste einzelne Punkte anklicken oder einen Bereich aufspannen.
    Die entsprechenden Punkte werden ausgewählt. Die Auswahl der übrigen Punkte bleibt unverändert.
  - **Auswahl reduzieren**
    Mit gedrückter **[ALT]**-Taste einzelne Punkte anklicken oder einen Bereich aufspannen.
    Die entsprechenden Punkte werden abgewählt. Die Auswahl der übrigen Punkte bleibt unverändert.
  - **Auswahl invertieren**
    Mit gedrückter **[CTRL]**-Taste einzelne Punkte anklicken oder einen Bereich aufspannen.
    Die Auswahl der entsprechenden Punkte wird invertiert. Die Auswahl der übrigen Punkte bleibt unverändert.
  - **Auswahl aufheben**
    In die leere Fläche des Diagramms klicken.
- **Mehrfachauswahl deaktivieren**
  Auf **Mehrfachauswahl deaktivieren** klicken, um die Standardfunktionen zur Anpassung des Diagramms wieder verwenden zu können.

Diagramm in die Windows-Zwischenablage kopieren

1. In das Diagramm rechtsklicken.
2. Im Kontextmenü **[Diagramm kopieren]** auswählen.

Das Diagramm kann nun in eine beliebige Datei eingefügt werden.

Diagramm in Probenliste

Kurvenüberlagerung

In einer Probenliste mehrere Spektren gemeinsam anzeigen:

- In der Probenliste **Kurven und Daten** ▶ **Kurven** öffnen.
- Die Kurvenüberlagerung durch Anklicken von aktivieren. Falls das Icon nicht sichtbar ist, den Bereich durch Ziehen an der Trennleiste vergrössern.
- In der Probenliste mehrere Teilproben mithilfe der Tasten **[CTRL]** oder **[SHIFT]** auswählen.

  Zum Anzeigen aller Spektren in der Probenliste oder anklicken.

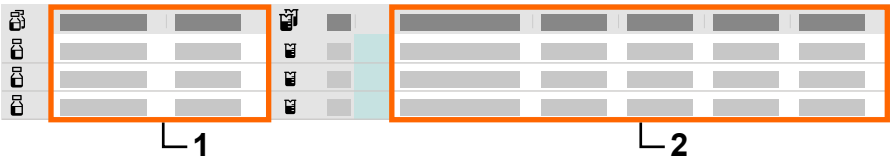
11.4 PREDICT-Befehlsvariablen

Die OMNIS Software bietet verschiedene Kategorien von Variablen an, z. B. Probendaten, Teilprobendaten, Methodenvariablen, Befehlsvariablen oder Systemvariablen.

Die Software erstellt einige Variablen automatisch. Zusätzliche Variablen können nach Bedarf erstellt werden. Bei der Verwendung von Variablen muss deren Datentyp berücksichtigt werden (**Zahl**, **Text** oder **Datum/ Zeit**).

Die Variablen können für weitere Berechnungen verwendet, in Reports als Resultat ausgegeben oder z. B. im **IF**-Befehl als Bedingung eingegeben werden.

Im Arbeitsbereich **Proben** erscheinen die Probendaten **(1)** und die Teilprobendaten **(2)** in der Probenliste:



Zum Erstellen von **Probendaten** das Probenprofil bearbeiten.
Zum Erstellen von **Teilprobendaten** die Arbeitsvorschrift bearbeiten.

Prädiktionsresultate als Teilprobendaten anzeigen

Als Beispiel sollen die folgenden **PREDICT**-Befehlsvariablen in den Teilprobendaten angezeigt werden *(siehe "Spektrenaufnahme", Kapitel 2.3.1, Seite 19)*:

- Quantifizierung: **Predicted.Quantification.Result.***Befehlsname*
  Vorhergesagter Wert für den Analyseparameter.
- Identifizierung: **Product.Identification.Result.***Befehlsname*
  Ermitteltes Produkt oder ermittelte Produktgruppe der identifizierten Probe. Falls die Identifizierung fehlgeschlagen ist, bleibt die Variable leer.

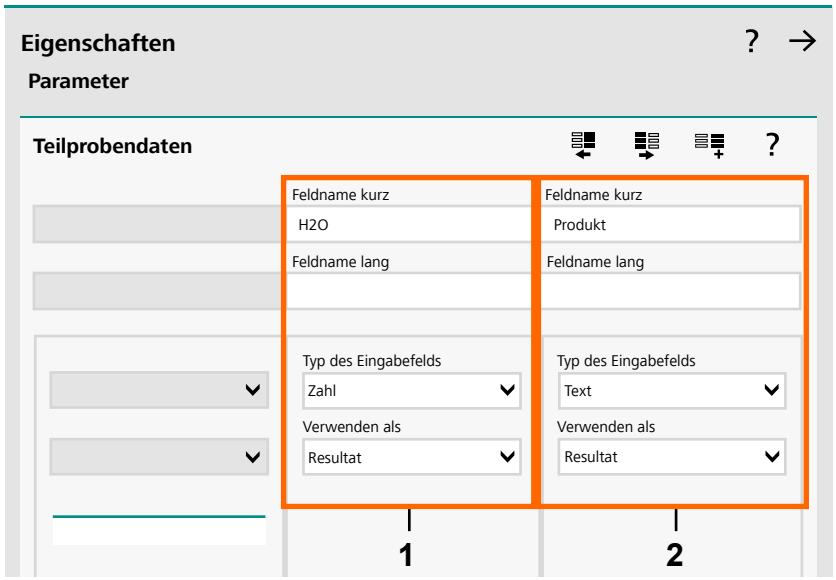
Voraussetzung:

Zur Vorbereitung der Prädiktion wurden eine Methode und eine Arbeitsvorschrift erstellt *(siehe "Prädiktion vorbereiten", Kapitel 9.1, Seite 154)*.

1 Teilprobendaten erstellen

- Die entsprechende Arbeitsvorschrift öffnen.
- Auf Arbeitsvorschrift klicken.
- **Eigenschaften** ▶ **Parameter** öffnen.
- Durch Klicken auf ein Teilprobendaten-Feld erstellen.
  - Als **Feldname kurz** einen passenden Namen für das vorhergesagte Resultat bzw. das ermittelte Produkt eingeben.
  - **Quantifizierung**: Zur Erstellung eines numerischen Datenfelds als **Typ des Eingabefelds** die Option **Zahl** auswählen.
    Identifizierung: Zur Erstellung eines alphanumerischen Datenfelds als **Typ des Eingabefelds** die Option **Text** auswählen.
  - Das Datenfeld soll mit dem Resultat eines **CALC**-Befehls ausgefüllt werden. Unter **Verwenden als** daher die Option **Resultat** auswählen.
    Hinweis: Eingabefelder für ein **Resultat** können nicht manuell bearbeitet werden.

Beispiel für Quantifizierung (**1**) und Identifizierung (**2**):



- Die Arbeitsvorschrift speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

Der Variablenname für die erstellten Teilprobendaten hängt vom gewählten **Feldname kurz** ab:
'*Feldname kurz*.**CurrentSubsampleData**'

Quantifizierung: Falls für jede Probe mehrere Analyseparameter vorhergesagt werden, mehrere Teilprobendaten für die vorhergesagten Resultate erstellen.

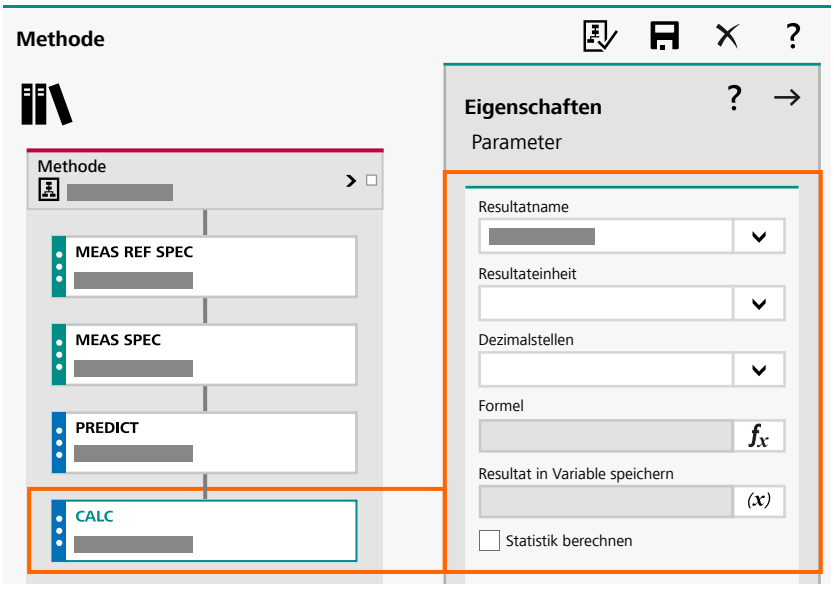
2 Einen CALC-Befehl für das vorhergesagte Resultat einfügen

Die angelegten Teilprobendaten mit dem Ergebnis eines **CALC**-Befehls füllen:

- Die entsprechende Methode öffnen.
- Einen **CALC**-Befehl einfügen.
  Den **CALC**-Befehl unterhalb vom **PREDICT**-Befehl anordnen.

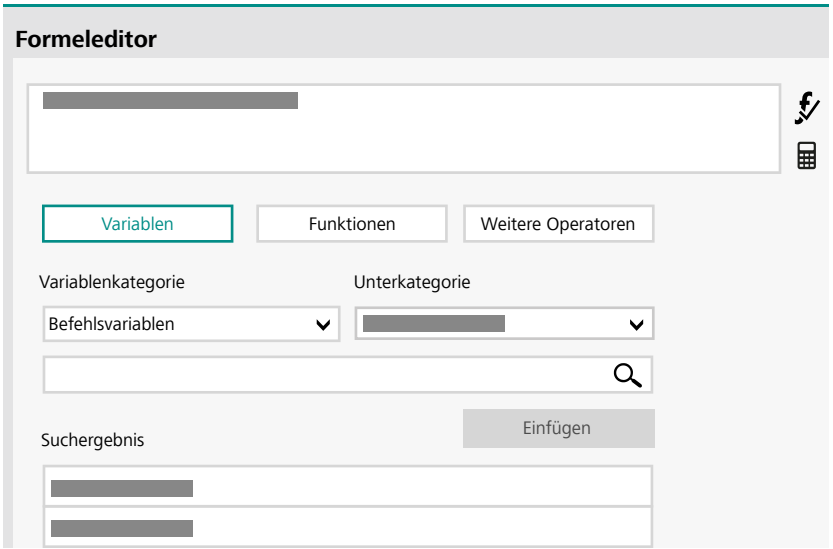
Anzuzeigenden Wert berechnen

- Den **CALC**-Befehl auswählen und **Eigenschaften** ▶ **Parameter** öffnen.
  - Als **Resultatname** einen passenden Namen für das vorhergesagte Resultat bzw. das ermittelte Produkt eingeben.
  - Quantifizierung: Die **Resultateinheit** und die Anzahl der benötigten **Dezimalstellen** eingeben.



Statistik berechnen wird auf mehrere Teilproben in einer Probe angewendet. **Statistik berechnen** deaktivieren.

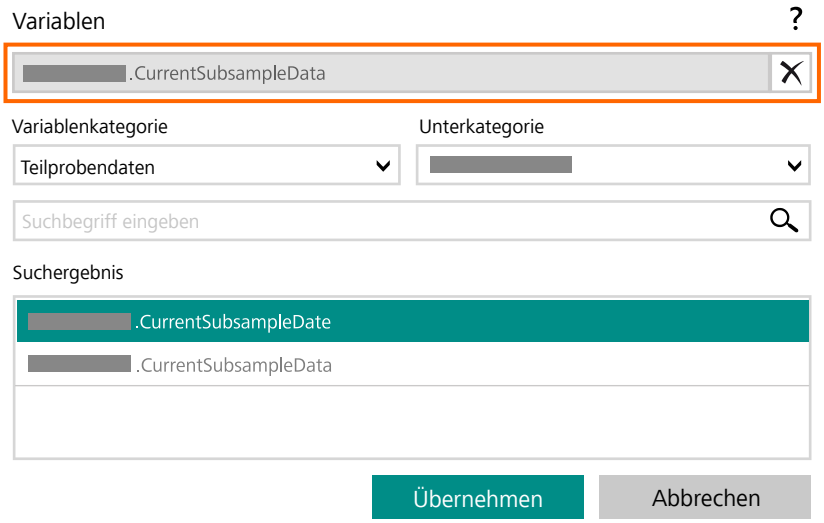
- Im Feld **Formel** zum Öffnen des Formeleditors auf *fx* klicken.



- Eine Formel unter Verwendung der Variablenkategorie **Befehlsvariablen** erstellen. Für die Resultatanzeige besteht die Formel nur aus einer einzigen **PREDICT**-Befehlsvariable:
  - Identifizierung:
    Product.Identification.Result.*Befehlsname*
  - Quantifizierung:
    Predicted.Quantification.Result.*Befehlsname*
    Falls eine Modellhierarchievariable mit Index ausgewählt wurde, im obersten Eingabefeld den Index nach Bedarf anpassen, z. B.: '**Predicted.Quantification{2}.Result.***Befehlsname*' *(siehe "Modellhierarchie – Index für Quantifizierungsmodelle", Kapitel 11.4.1, Seite 182)*
- Die eingegebene Formel durch Klicken auf auf Gültigkeit prüfen.
- **Hinweis**: Das Prädiktionsresultat wird erst zur Laufzeit einer Bestimmung generiert. Beim Berechnen der Formel durch Klicken auf wird daher das Resultat **Ungültig** angezeigt.
- Den Formeleditor durch Klicken auf → schliessen.

Berechneten Wert in Teilprobendaten speichern

- Im Feld **Resultat in Variable speichern** auf (x) klicken.
- Die Variablenkategorie **Teilprobendaten** auswählen.
- Als Unterkategorie die entsprechende Arbeitsvorschrift auswählen.
  Das Suchergebnis zeigt die in der ausgewählten Arbeitsvorschrift definierten Teilprobendaten an.
- Die neu erstellte Variable auswählen.
  Die ausgewählte Variable wird in das Feld **Variablen** eingefügt.



- Auf **Übernehmen** klicken.
- Die Methode speichern: Auf klicken oder die Tasten **[CTRL]+[S]** drücken.

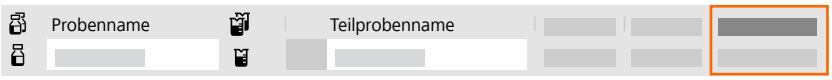
Quantifizierung: Werden für jede Probe mehrere Analyseparameter vorhergesagt, einen **CALC**-Befehl für jedes vorhergesagte Resultat einfügen.

Proben analysieren

1 Probenliste öffnen

- Falls die Probenliste geschlossen wurde, unter **Proben** ▶ **Probenlisten** die Probenliste mit einem Doppelklick öffnen.

2 In der Probenliste erscheint für alle noch nicht analysierten Proben ein Feld für die erstellten Teilprobendaten:



Nach der Prädiktion zeigt das Feld das Resultat an.

Identifizierung: Falls die Identifizierung fehlgeschlagen ist, bleibt das Resultatfeld leer.

Weitere Variablen

Auf die gleiche Weise wie oben können weitere Variablen in den Teilprobendaten angezeigt werden *(siehe "Prädiktion", Kapitel 2.3.2, Seite 21)*.

11.4.1 Modellhierarchie – Index für Quantifizierungsmodelle

Eine Modellhierarchie kann mehrere Quantifizierungsmodelle enthalten. Damit die **PREDICT**-Befehlsvariablen die Quantifizierungsmodelle unterscheiden können, kommen Indexnummern zum Einsatz.

Das erste Quantifizierungsmodell, das mit einem bestimmten Produkt oder einer bestimmten Produktgruppe verknüpft ist, bekommt den Index 1. Falls weitere Quantifizierungsmodelle mit demselben Produkt oder derselben Produktgruppe verknüpft sind, wird der Index inkrementiert. Die Inkrementierung erfolgt anhand der Reihenfolge der Quantifizierungsmodelle in der Modellhierarchie.

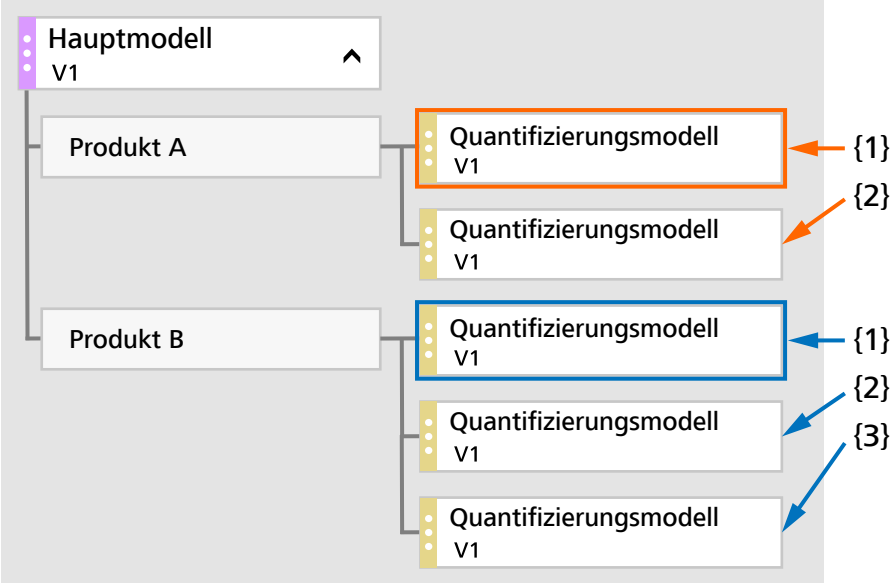


Abbildung 7 Indexnummern für Quantifizierungsmodelle in einer Modellhierarchie

Die **PREDICT**-Befehlsvariablen referenzieren das Quantifizierungsmodell über die Indexnummer.

Beispiel: '**Predicted.Quantification{1}.Result**.*Befehlsname*'

Falls eine Probe bei der Prädiktion als Produkt A identifiziert wird, kommen alle Quantifizierungsmodelle zum Einsatz, die mit dem Produkt A verknüpft sind. Die obige Befehlsvariable referenziert in diesem Fall das mit dem Produkt A verknüpfte Quantifizierungsmodell mit Index 1 (im Bild orange umrahmt).

Falls eine Probe als Produkt B identifiziert wird, referenziert die obige Befehlsvariable das mit dem Produkt B verknüpfte Quantifizierungsmodell mit Index 1 (im Bild blau umrahmt).

Falls die Befehlsvariable für das blau umrahmte Quantifizierungsmodell auf andere Weise eingesetzt werden soll als für das orange umrahmte Quantifizierungsmodell, kann ein **IF**-Befehl die Bearbeitung auf eine bestimmte Produktzugehörigkeit beschränken.

Bei einer Modellhierarchie ohne Identifizierungsmodelle bekommt das oberste Quantifizierungsmodell den Index 1. Für die weiteren Quantifizierungsmodelle wird der Index der Reihe nach inkrementiert.

Untergeordnete Quantifizierungsmodelle

Den untergeordneten Quantifizierungsmodellen wird keine Indexnummer zugeordnet. Die **PREDICT**-Befehlsvariable muss das übergeordnete Quantifizierungsmodell referenzieren. Die Variable liefert hingegen für jede Teilprobe die Werte des zum Einsatz kommenden untergeordneten Modells.

11.5 Modelle exportieren und importieren

Modelle können für die Verwendung in einer anderen OMNIS-Installation exportiert und importiert werden.

Modelle exportieren

1 Exportdialog öffnen

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** einen der folgenden Unterbereiche öffnen:
  - **Quantifizierungsmodelle**
  - **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen**
  - **Identifizierungsmodelle**
  - **Qualifizierungsmodelle**
  - **Modellhierarchien**
- Auf klicken.

Ein Exportdialog öffnet sich.

2 Exportdateien erzeugen

- Alle zu exportierenden Modelle auswählen.
- Falls ausschliesslich publizierte Modelle **Typ full** ausgewählt wurden, kann der **Exporttyp** definiert werden:
  - Ein Modell **Typ full** ist vollständig funktionsfähig. Nach dem Import kann das Modell bearbeitet und gespeichert werden.
  - Wurde ein Modell publiziert, kann die zuletzt publizierte Version als **Typ light** exportiert werden. Dieses Modell kann ausschliesslich für Prädiktionen verwendet werden.
- Den Zielordner nach Bedarf anpassen.

Folgende Sonderzeichen bzw. Zeichenketten dürfen nicht verwendet werden: > < : " / \ | * ? und CON, PRN, AUX, NUL, COM1–COM9, LPT1–LPT9.

- Durch Klicken auf **[Exportieren]** die Exportdateien erzeugen.

Die Modelle werden in den angegebenen Ordner exportiert.

Modelle importieren

1 Den Importdialog öffnen

- Im Arbeitsbereich **Kalibrierung und Auswertung** einen der folgenden Unterbereiche öffnen:
  - **Quantifizierungsmodelle**
  - **Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrekturen**
  - **Identifizierungsmodelle**
  - **Qualifizierungsmodelle**
  - **Modellhierarchien**
- Auf klicken.

2 Dateien öffnen

- Den Ordner und alle zu importierenden *.opmo-Dateien oder *.osic-Dateien auswählen.
- Auf **[Öffnen]** klicken.

Die Modelle werden in die OMNIS Software importiert.

11.6 Wechsel von XDS/DS Analyzer (Quantifizierung)

Beim Wechsel von einem DS2500 oder XDS Analyzer können die zum Erstellen eines Quantifizierungsmodells für XDS/DS Analyzer verwendeten Spektren und Referenzparameter in die OMNIS Software importiert werden. Mit diesen Daten kann ein Quantifizierungsmodell entwickelt werden.

In einem zweiten Schritt wird eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur erstellt. Dazu werden Spektren verwendet, die mit der OMNIS Software aufgenommen wurden. Die Referenzwerte zu diesen Spektren müssen bekannt sein.

Für die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur werden weniger Proben verwendet als für die Entwicklung eines Quantifizierungsmodells:

- Für einen verlässlichen Schätzwert des Bias werden mindestens 20 Proben benötigt.
- Für einen verlässlichen Schätzwert der Steigung werden mindestens 30 Proben benötigt.

Quantifizierungsmodell entwickeln

Voraussetzung:

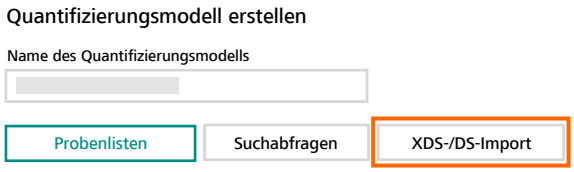
- Die Spektrendatei (.da) ist verfügbar, in der die XDS-/DS-Spektren enthalten sind.
- Im gleichen Ordner ist die Referenzparameterdatei (.cn) verfügbar, in der die Referenzparameter enthalten sind.

1 Quantifizierungsmodell erstellen und benennen

- Unter **Kalibrierung und Auswertung** ▶ **Quantifizierungsmodelle** auf klicken.
- Einen passenden Namen in das Eingabefeld **Name des Quantifizierungsmodells** eingeben.

2 Spektren importieren

- Auf **XDS-/DS-Import** klicken.



- Auf klicken.
- Die Spektrendatei (.da) auswählen, die importiert werden soll.
- Die Auswahl durch Klicken auf **[Öffnen]** bestätigen.
- Auf **[Weiter]** klicken.

3 Den Referenzparameter auswählen

- Aus der Liste **Referenzparameter / Einheit** den Referenzparameter auswählen.
- Im Eingabefeld **Einheit des Referenzparameters** die Einheit des Referenzparameters auswählen.

Alle Spektren, die über die ausgewählten Benennungen des Referenzparameters verfügen, werden dem Quantifizierungsmodell hinzugefügt.

4 Automatische oder manuelle Modellentwicklung

Für die Modellentwicklung stehen mehrere Möglichkeiten zur Verfügung:

- Automatische Modellentwicklung mit dem **OMNIS Model Developer (OMD)**: Auf **[OMD starten]** klicken.
  Fortfahren mit *Kapitel 5.2, Automatische Modellentwicklung – OMD, Seite 69*.

- Manuelle Modellentwicklung: Auf **[Erstellen]** klicken.
  Fortfahren mit *Kapitel 5.3, Manuelle Modellentwicklung, Seite 72*.

5 Automatische oder manuelle Modellentwicklung

Falls zunächst die Probenauswahl manuell angepasst werden und danach das Modell automatisch entwickelt werden soll, mit der manuellen Modellentwicklung fortfahren.

- **Automatische Modellentwicklung**: Auf **[OMD starten]** klicken.
  Fortfahren mit *Kapitel 5.2, Automatische Modellentwicklung – OMD, Seite 69*.
- **Manuelle Modellentwicklung**: Auf **[Erstellen]** klicken.
  Fortfahren mit *Kapitel 5.3, Manuelle Modellentwicklung, Seite 72*.

6 Modell publizieren

- Das Quantifizierungsmodell publizieren *(siehe "Quantifizierungsmodell publizieren", Kapitel 5.4, Seite 95)*.

Proben für die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur

Jede Probe für die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur benötigt:

- Einen Referenzwert für den zu korrigierenden Parameter.
- Ein Spektrum.
- Einen vorhergesagten Wert für jedes Spektrum.

1 Proben sammeln

- Die physischen Proben für die Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur sammeln, als wären sie Proben für die Entwicklung eines Quantifizierungsmodells *(siehe "Modellentwicklung vorbereiten", Kapitel 4, Seite 49)*. Eine kleinere Probenanzahl ist jedoch ausreichend.

2 Spektrenaufnahme und Prädiktion vorbereiten

- Eine Methode, eine Arbeitsvorschrift, ein Probenprofil und eine Probenliste erstellen, als wären die Proben für die Entwicklung eines Quantifizierungsmodells *(siehe "Spektrenaufnahme vorbereiten", Kapitel 4.1, Seite 50)*. Aber:

- **Methode**
  In der Methode nach dem **MEAS SPEC**-Befehl und, falls vorhanden, nach dem **VESSEL REMOVAL**-Befehl einen **PREDICT**-Befehl hinzufügen.
  Als **PREDICT**-Befehlsparameter Folgendes angeben:
  - **Name des Messbefehls**
  - Das mit den importierten Spektren entwickelte **Quantifizierungsmodell**.

3 Spektren aufnehmen und Analyseparameter vorhersagen

- Die Spektren aufnehmen und den Analyseparameter vorhersagen als wären die Proben für die Entwicklung eines Quantifizierungsmodells *(siehe "Spektren aufnehmen", Kapitel 4.2, Seite 61)*.

Anschliessend hat jede Probe ein Spektrum, einen Referenzwert und einen vorhergesagten Wert.

Bei mehreren Analyseparametern hat jede Probe ein Spektrum und für jeden Analyseparameter einen Referenzwert und einen vorhergesagten Wert.

Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur erstellen

- Eine Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur erstellen. Dazu werden Spektren verwendet, die mit der OMNIS Software aufgenommen wurden. Die Referenzwerte zu diesen Spektren müssen bekannt sein. *(siehe "Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur", Kapitel 5.5, Seite 96)*

Prädiktion

1 Prädiktion vorbereiten

- Die für die Prädiktion benötigten Prozesse vorbereiten *(siehe "Prädiktion vorbereiten", Kapitel 9.1, Seite 154)*.
  Dabei im **PREDICT**-Befehl das Quantifizierungsmodell und die entsprechende Steigungs-/y-Achsenabschnittskorrektur angeben.

2 Prädiktion durchführen

- Die Prädiktion durchführen *(siehe "Prädiktion starten", Kapitel 9.2, Seite 163)*.

Die Durchführung der Analyse sollte mit Kontrollproben überwacht werden. Kontrollproben werden sowohl mit der spektroskopischen Methode als auch mit der Referenzmethode analysiert. Die Resultate der beiden Methoden können verglichen werden.

11.7 Workflows für OMNIS NIR Analyzer

Um mit einem OMNIS NIR Analyzer Proben zu analysieren, führt die OMNIS Software folgende Aufgaben durch:

1. Gerät vorbereiten:
   a. Gerätekonfiguration
   b. Wellenlängenkalibrierung und Validierung
   c. Geräteleistungstests
2. Spektren der Kalibrierproben aufnehmen
3. Referenzwerte der Kalibrierproben aufzeichnen
4. Modelle entwickeln
5. Analyseparameter vorhersagen
6. Geräteleistungstest: Wiederholung nach Bedarf.

In den folgenden Abschnitten werden die entsprechenden Workflows in der OMNIS Software veranschaulicht.

Gerät vorbereiten

Bevor Spektren aufgenommen werden können, muss das Gerät vorbereiten werden. Unter anderem muss eine Wellenlängenkalibrierung durchgeführt werden.

Die folgende *Abbildung 8* veranschaulicht beispielhaft eine Wellenlängenkalibrierung. Die Methode wird anhand eines einzelnen Befehls veranschaulicht.

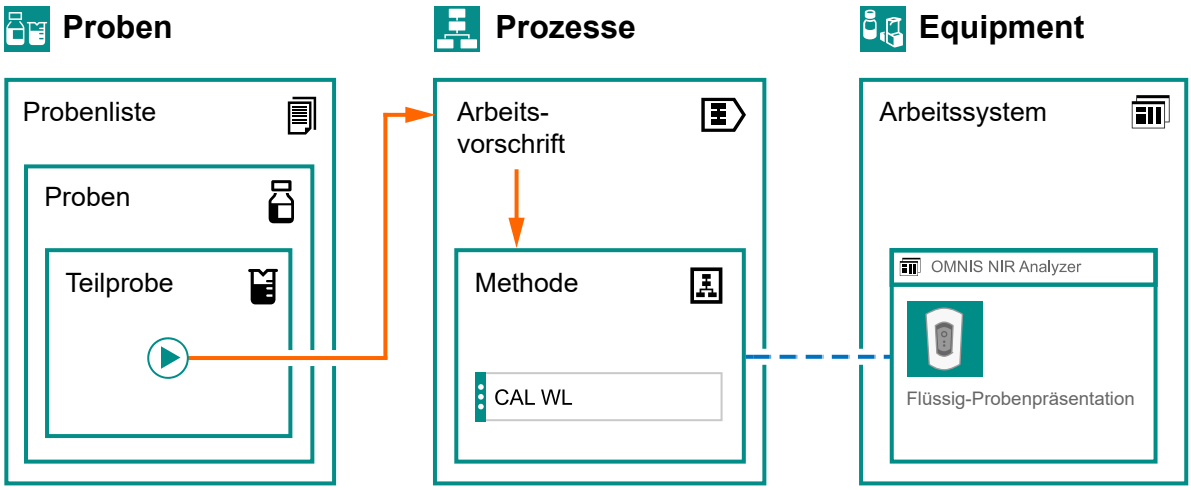


Abbildung 8 Geräteeinrichtung

→	Verknüpfungen in der OMNIS Software.
- - - -	Der Methode ist ein Arbeitssystem zugewiesen.

Der Arbeitsbereich **Proben** enthält eine Probenliste mit einer Probe. Die Probe enthält eine Teilprobe. Der Teilprobe ist eine Arbeitsvorschrift zugewiesen.

Normalerweise dienen Proben zum Analysieren von realen Proben. In diesem Fall jedoch dient die Probe zur Durchführung einer Wellenlängenkalibrierung. Sobald die entsprechende Teilprobe gestartet wird, werden die folgenden Schritte durchgeführt:

1. Die Teilprobe startet die zugewiesene Arbeitsvorschrift.
2. Die Arbeitsvorschrift führt die in ihr enthaltene Methode aus.
3. Die Methode führt den **CAL WL**-Befehl aus. Der Befehl wird mit dem Arbeitssystem ausgeführt, das der Methode zugewiesen ist.
   Das Arbeitssystem enthält eine Funktionseinheit des Geräts OMNIS NIR Analyzer. Dieses Gerät führt eine Wellenlängenkalibrierung durch. Die Kalibrierdaten werden auf dem Gerät gespeichert.

Referenzwerte oder Produktnamen erfassen

Um ein Modell zu erstellen, muss für jede Kalibrierprobe und Validierprobe ein Referenzwert (Quantifizierung) oder ein Produktname (Identifizierung) erfasst werden. Für die Qualifizierung muss bekannt sein, ob die einzelnen Proben als positiv oder negativ einzustufen sind.

Beispiel für Quantifizierung

Die folgende *Abbildung 9* zeigt die Aufzeichnung eines Referenzwerts für den Analyseparameter, z. B. den Wassergehalt einer Probe.

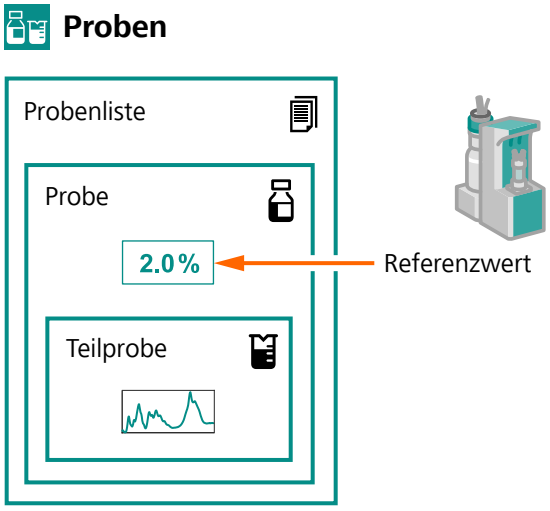


Abbildung 9 Referenzwert aufzeichnen

Der Analyseparameter wird mit einer Referenzmethode gemessen, z. B. mittels Titration. Der Messwert dient als Referenzwert.

Der Referenzwert für jede Probe in der Probenliste wird in das entsprechende Eingabefeld eingetragen.

Spektren der Kalibrierproben aufnehmen

Um ein Modell zu erstellen, muss für jede Kalibrierprobe und Validierprobe ein Spektrum aufgenommen werden.

Die folgende *Abbildung 10* zeigt eine schematische Darstellung der Aufnahme eines Spektrums.

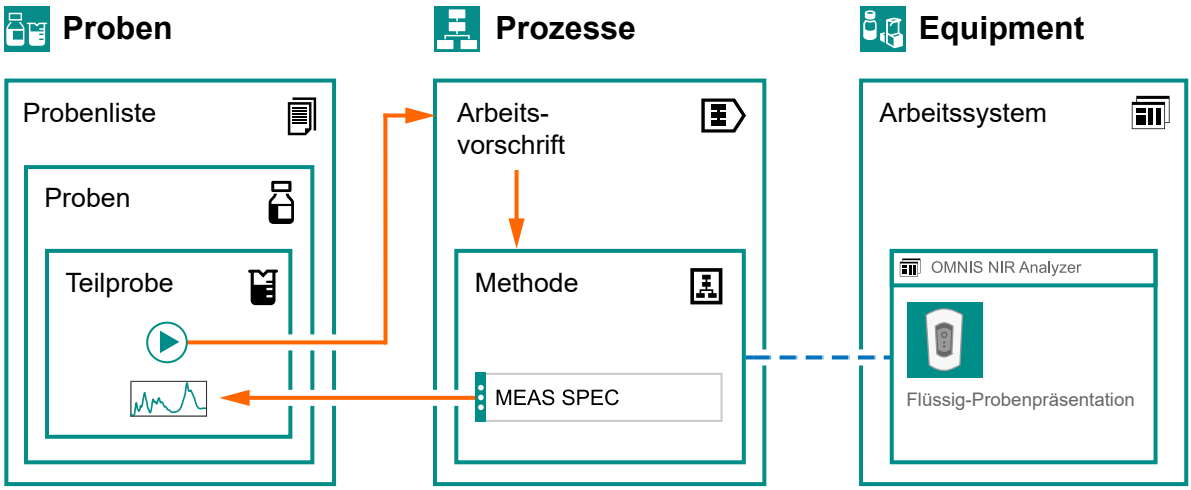


Abbildung 10 Spektrum einer Kalibrierprobe aufnehmen

→	Verknüpfungen in der OMNIS Software.
- - - -	Der Methode ist ein Arbeitssystem zugewiesen.

Der Arbeitsbereich **Proben** enthält eine Probenliste mit Kalibrierproben. Jede Probe enthält eine Teilprobe. Den Teilproben ist jeweils eine Arbeitsvorschrift zugewiesen.

Sobald eine Teilprobe gestartet wird, werden die folgenden Schritte durchgeführt:

1. Die Teilprobe startet die zugewiesene Arbeitsvorschrift.
2. Die Arbeitsvorschrift führt die in ihr enthaltene Methode aus.
   Die Methode führt den **MEAS SPEC**-Befehl aus. Der Befehl wird mit dem Arbeitssystem ausgeführt, das der Methode zugewiesen ist.
   Das Arbeitssystem enthält eine Funktionseinheit (beispielsweise **Liquid Sample Presentation**). Die Funktionseinheit nimmt ein Spektrum auf und übermittelt es an die OMNIS Software. Die OMNIS Software speichert das Spektrum in den Teilprobendaten.

Entwicklung eines Modells

Quantifizierung: Aus den Spektren und Referenzwerten der Kalibrierproben wird ein Quantifizierungsmodell erstellt, automatisch mit dem **OMD** (OMNIS Model Developer) oder manuell.

Identifizierung: Aus den Spektren und Produktnamen der Kalibrierproben wird ein Identifizierungsmodell erstellt.

Qualifizierung: Aus den Spektren der Kalibrierproben wird ein Qualifizierungsmodell erstellt.

Beispiel für Quantifizierung

Die folgende *Abbildung 11* zeigt die Schritte für die manuelle Entwicklung eines Quantifizierungsmodells.

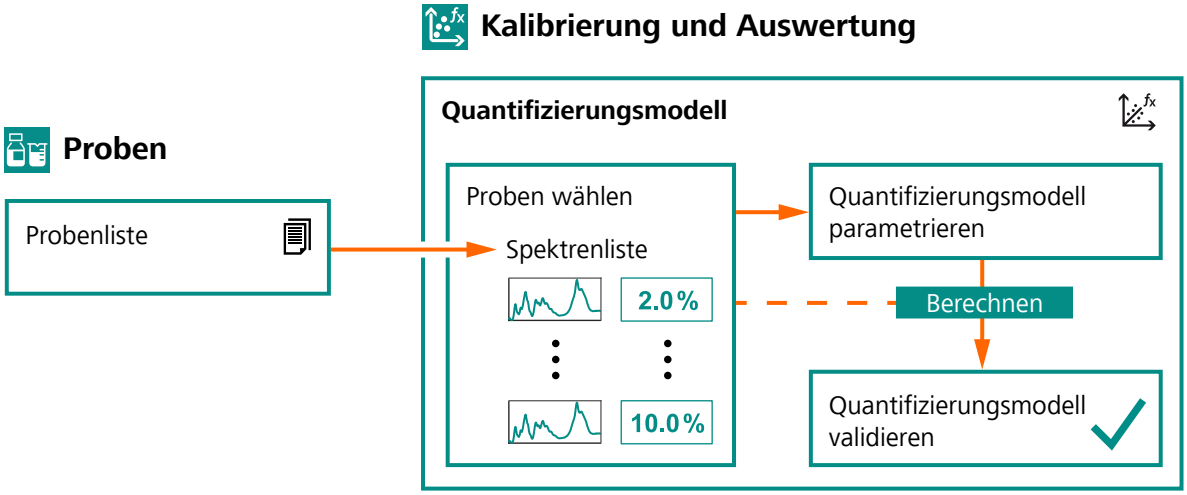


Abbildung 11 Modell entwickeln (Beispiel für Quantifizierung)

Zunächst werden die Proben inklusive Referenzwerte in eine Spektrenliste übertragen. Dann erfolgt die Entwicklung des Modells in 3 Prozessschritten:

1. Der Prozessschritt **Proben auswählen** ermöglicht es, Ausreisser zu erkennen, Validierungsspektren festzulegen und ein Kreuzvalidierungsverfahren anzugeben.
2. Im Prozessschritt **Quantifizierungsmodell parametrieren** können Datenvorbehandlungen auf die Spektren angewendet und Wellenlängenbereiche definiert werden.
3. Nach der Berechnung eines Modells wird im Prozessschritt **Quantifizierungsmodell validieren** bewertet, ob das Modell den Anforderungen entspricht.
   Die vorherigen Schritte können zur Optimierung des Modells angepasst werden. Falls ein geeignetes Modell ermittelt wurde, kann es **publiziert** werden. Das publizierte Modell kann dann für die Prädiktion unbekannter Proben verwendet werden.

Prädiktion

Bei der Prädiktion wird ein Modell auf das Spektrum einer unbekannten Probe angewendet. Je nach Modell kann Folgendes vorhergesagt werden:

- Analyseparameter (Quantifizierung)

- Produktzugehörigkeit bzw. Verifizierungsresultat (Identifizierung)
- Qualifizierungsresultat (Qualifizierung)

Beispiel für Quantifizierung: Die folgende *Abbildung 12* veranschaulicht die Prädiktion eines Analyseparameters.

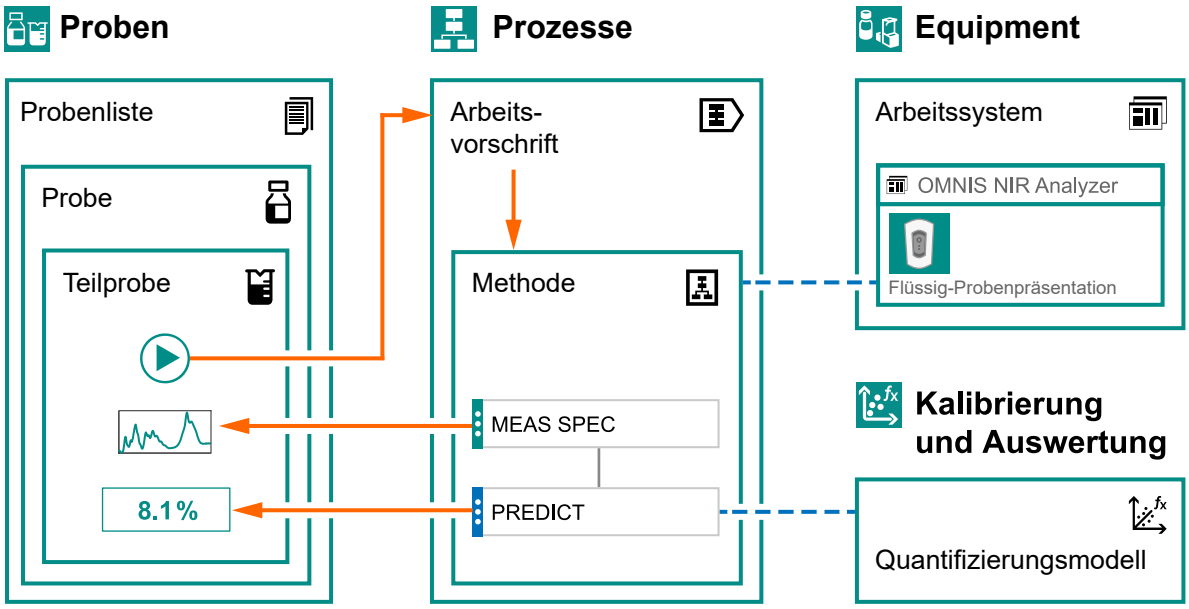


Abbildung 12 Analyseparameter vorhersagen (Beispiel für Quantifizierung)

→	Verknüpfungen in der OMNIS Software.
- - - -	Der Methode ist ein Arbeitssystem zugewiesen. Der **PREDICT**-Befehl spezifiziert ein Modell.

Der Arbeitsbereich **Proben** enthält eine Probenliste mit Proben, die zum Analysieren bereit sind. Jede Probe enthält eine Teilprobe. Den Teilproben ist jeweils eine Arbeitsvorschrift zugewiesen.

Sobald eine Teilprobe gestartet wird, werden die folgenden Schritte durchgeführt:

1. Die Teilprobe startet die zugewiesene Arbeitsvorschrift.

2. Die Arbeitsvorschrift führt die in ihr enthaltene Methode aus. Die Methode enthält mindestens 2 Befehle:
   a. **Messbefehl**
      Der **MEAS SPEC**-Befehl nimmt ein Spektrum der Probe auf. Der Befehl wird mit dem Arbeitssystem ausgeführt, das der Methode zugewiesen ist.
      Das Arbeitssystem enthält eine Funktionseinheit (beispielsweise **Liquid Sample Presentation**). Damit nimmt das Gerät ein Spektrum auf und übermittelt es an die OMNIS Software.
   b. **Prädiktion**
      Im **PREDICT**-Befehl ist ein Messbefehl und ein Modell ausgewählt. Das Modell wertet das Spektrum aus, das mit dem Messbefehl aufgenommen wurde. Daraus resultiert eine Prädiktion, z. B. ein Wassergehalt von 8.1 %.