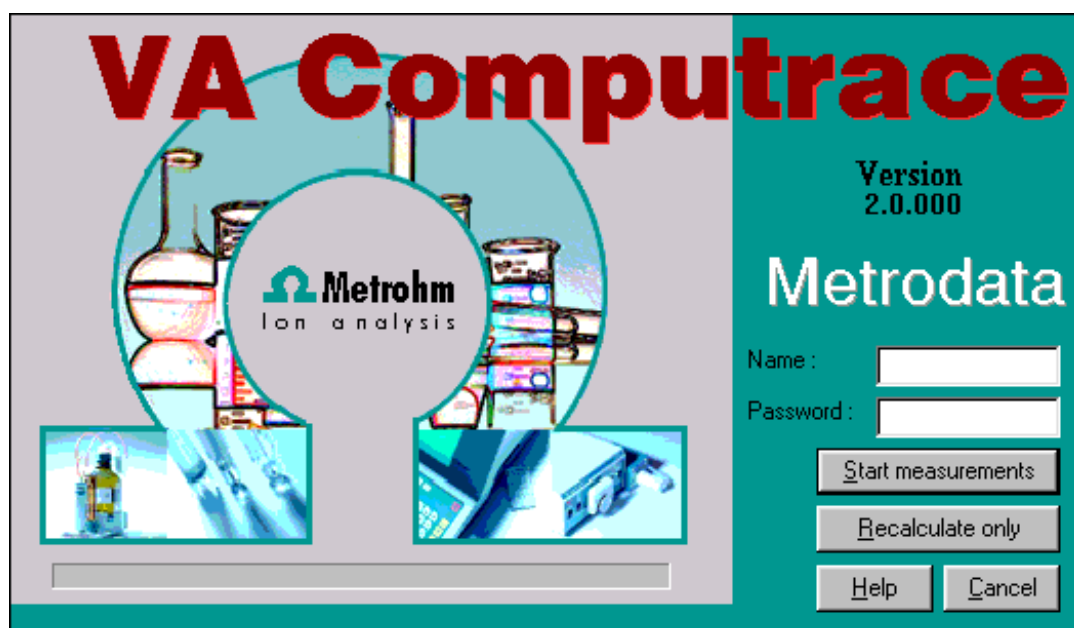

2.757.01X0

757 VA Computrace



8.757.8022

Mode d'emploi relatif au software

Table des matières

1	Introduction	1
1.1	Description de programme	1
1.2	Informations générales	2
	Hardware: exigences relatives à l'ordinateur	2
	Version de démonstration	2
	Inscription	2
1.3	Installation	3
	Installation du logiciel et de l'interface VA Computrace	3
	Installation du logiciel et de la carte interface	4
	Version supérieure de logiciel avec carte interface	5
	Installation de Dosimates	6
	Installation du Compact Autosampler 813	7
	Réglages relatifs au hardware pour les Dosimates	7
	Désinstallation	8
1.4	Vue d'ensemble sur les fenêtres de programme	9
1.5	Vue d'ensemble sur les types de fichiers	10
1.6	Menus sensibles au contexte	10
2	Fenêtre principale	11
2.1	Vue d'ensemble de la fenêtre principale	11
	Éléments de la fenêtre principale	11
	Menus de la fenêtre principale	11
	Symboles de la fenêtre principale	12
2.2	Démarrer et arrêter le programme	13
	Démarrer le programme VA Computrace	13
	Arrêter le programme VA Computrace	13
2.3	Menu «File»	14
	Fichiers de méthodes	14
	Fichiers de déterminations	14
	Fichiers de signaux	15
	Imprimer les rapports et courbes	16
	Finir le programme	16
2.4	Menu «Mode»	16
	Choix du mode d'utilisation «Exploratory»	16
	Choix du mode d'utilisation «Determination»	16

2.5	Menu «Utility»	17
	Commande du Computrace	17
	Commande de Dosimates	17
	Formation de film	17
	Nettoyage.....	17
2.6	Menu «User»	17
	Login	17
	Droits d'accès	18
	Vue d'ensemble sur les droits d'accès	20
2.7	Menu «Settings»	21
	Réglages généraux.....	21
	Réglages relatifs au hardware.....	22
	Automatisation.....	23
	Enregistrer les réglages	25
2.8	Menu «Window»	25
	Arrangement des fenêtres	25
	Ouvrir et fermer les fenêtres de programme	25
	Réglages d'affichage pour la fenêtre principale	26
3	Réglages généraux pour les modes	
	«Exploratory» et «Determination»	27
3.1	Electrodes	27
	MME.....	27
	DME	27
	SMDE.....	28
	HMDE	29
	RDE/SSE	30
3.2	Modes de mesure VA	31
	DP – Voltampérométrie à impulsions différentielles.....	31
	SqW – voltampérométrie Square Wave	33
	DC – Voltampérométrie à courant continu	35
	NP – Voltampérométrie à impulsions normales	
	(seulement pour «Exploratory»)	37
	CV – Voltampérométrie cyclique.....	39
	PSA – Potentiometric Stripping Analysis ou en français:	
	chronopotentiométrie	41
	AC – Voltampérométrie à courant alternatif	43
3.3	Potentiostat	45
3.4	Déroulement de programme général	45
	Vue d'ensemble sur le déroulement de programme.....	45
	Agiter.....	46
	Dégazer	47
	Conditionner les électrodes solides	47
	Pré-traitement	47
	Potentiel de repos	48

3.5 Réglages graphiques	49
Éléments des fenêtres courbes.....	49
Propriétés de l'image.....	50
Propriétés des axes.....	51
Propriétés de courbes.....	53
Propriétés de lignes.....	54
4 Mode d'utilisation «Exploratory»	55
4.1 Vue d'ensemble sur le mode d'utilisation «Exploratory»	55
Particularités du mode d'utilisation «Exploratory».....	55
Choix du mode d'utilisation «Exploratory».....	55
Fenêtre dans le mode d'utilisation «Exploratory».....	55
4.2 Fenêtre «Exploratory specification»	56
Réglages dans la fenêtre «Exploratory specification».....	56
Charger et mettre en mémoire des signaux.....	57
Transférer les paramètres et les données.....	58
Réaliser des mesures de signaux.....	59
4.3 Courbes de signaux	60
Fenêtre «Exploratory curves».....	60
Charger les courbes de signaux.....	60
Choisir les courbes de signaux.....	61
Zoomer.....	61
Echelle automatique.....	61
Inverser les axes.....	61
Propriétés graphiques pour les courbes de signaux.....	61
Copier dans la mémoire intermédiaire.....	62
Modifier l'inscription.....	62
Effacer les courbes de signaux.....	62
Curseur signal.....	63
Recherche de pic.....	63
Editer la ligne de base.....	67
Evaluation de courbe en forme d'étage.....	68
4.4 Imprimer dans le mode d'utilisation «Exploratory»	70

5	Mode d'utilisation «Determination»	71
5.1	Vue d'ensemble sur le mode d'utilisation «Determination»	71
	Particularités du mode d'utilisation «Determination»	71
	Choix du mode d'utilisation «Determination»	71
	Fenêtre dans le mode d'utilisation «Determination»	71
5.2	Méthode de travail	72
	Charger et enregistrer des méthodes	72
	Fenêtre «Working method specifications»	73
	Page «Determination»	75
	Page «Voltammetric»	77
	Page «Substances»	78
	Ligne de base	81
	Page «Calculations»	82
	Calcul	83
	Additions variables	83
	Concentrations des solutions	84
	Documentation	85
	Dosimats	87
5.3	Monitor	88
	Démarrer la détermination	88
	Arrêter/interrompre une détermination	89
	Contrôler la détermination	89
	Fenêtre contenant les messages pendant la détermination	90
	Propriétés graphiques pour les courbes de l'écran	93
	Copier dans la mémoire intermédiaire	93
5.4	Courbes de détermination	94
	Charger et enregistrer les déterminations	94
	Copier les paramètres dans la méthode de travail	94
	Fenêtre «Determination curves»	95
	Editer les paramètres de la méthode de détermination	96
	Page «Specifications»	96
	Page «Determination»	97
	Page «Voltammetric»	97
	Page «Substances»	98
	Page «Calculations»	98
	Editer les paramètres d'addition	98
	Editer la ligne de base	98
	Zoomer	100
	Echelle automatique	100
	Inverser les axes	100
	Afficher la ligne de base	100
	Afficher les pics inconnus	100
	Propriétés graphiques des courbes de détermination	100
	Propriétés graphiques des courbes de calibrage	102
	Copier/exporter les graphiques	102

5.5 Résultats	103
Vue d'ensemble sur la fenêtre des résultats.....	103
Entête.....	104
Données relatives à la détermination.....	104
Données relatives à l'échantillon.....	105
Données relatives à la méthode.....	105
Evaluation de substance.....	105
Evaluation de pic.....	106
Données relatives au calibrage.....	106
Solutions.....	107
Résultats finaux.....	107
Copier du texte dans la mémoire intermédiaire.....	107
5.6 Tableau d'échantillons	108
Charger/enregistrer le tableau d'échantillons.....	109
Editer le tableau d'échantillons.....	110
5.7 Imprimer dans le mode d'utilisation «Détermination»	111
5.8 Traitement des données et évaluation	113
Transfert de données.....	113
Enregistrement des données.....	113
Compensation du bruit de fond.....	114
Lissage et dérivée.....	114
Identification des pics.....	115
Calcul de ligne de base.....	116
Calcul de la grandeur d'évaluation.....	117
Calcul de concentration.....	117
Calcul de dilution.....	118
Calcul de l'addition standard.....	118
Règles à respecter pour la méthode des additions standards.....	120
Calcul de la courbe de calibrage.....	121
Règles relatives à la méthode utilisant une courbe de calibrage.....	123
Calcul de formule.....	124

6	Maniement	125
6.1	Commande du Computrace	125
	Choix du mode de commande du Computrace	125
	Fenêtre «Computrace control»	125
6.2	Commande de Dosimate	127
	Choix de la commande de Dosimate	127
	Fenêtre «Dosimat control».....	127
6.3	Formation de film	128
	Choix de la formation de film.....	128
	Fenêtre «Film deposition»	128
6.4	Procédure de nettoyage	130
	Choix de la procédure de nettoyage.....	130
	Fenêtre «Cleaning procedure»	130
7	Comment procéder...?	133
7.1	Installation et démarrage du programme	133
	Installer les Dosimates pour l'addition automatique	133
	Mise sous tension des appareils et démarrage du programme	133
7.2	Droits d'accès de l'utilisateur	134
	Définir un nouvel utilisateur.....	134
	Modifier les droits d'accès	134
7.3	Signaux dans le mode d'utilisation «Exploratory»	134
	Charger les courbes de signaux.....	134
	Enregistrer les courbes de signaux.....	134
	Enregistrer automatiquement des courbes de signaux	135
	Enregistrer des courbes de signaux	135
	Evaluer les pics de signaux automatiquement	136
	Evaluer les pics de signaux manuellement	136
	Evaluer les courbes en forme de vague	137
	Imprimer les courbes de signaux et/ou les paramètres voltampérométriques.....	137
7.4	Méthodes dans le mode d'utilisation «Determination»	138
	Charger une méthode	138
	Copier les paramètres des méthodes de détermination.....	138
	Copier les paramètres des fichiers de signaux	138
	Enregistrer la méthode de travail.....	138
	Editer la méthode de travail.....	139
	Modifier la méthode pour effectuer une compensation de bruit de fond	139

7.5	Déterminations	141
	Charger une détermination	141
	Enregistrer une détermination	141
	Enregistrer des déterminations de manière automatique	141
	Effectuer une détermination.....	141
	Effectuer le test de détermination avec la méthode du plomb.....	142
	Effectuer des déterminations avec le Compact Autosampler 813.....	143
	Recalculer une détermination existante	144
	Imprimer les résultats et courbes d'une détermination	145
7.6	Technique des additions standards	146
	Addition standard manuelle sans échange de solution	146
	Addition standard manuelle avec échange de solution	147
	Addition standard automatique.....	148
7.7	Technique des courbes de calibrage	150
	Enregistrement manuel d'une courbe de calibrage par l'intermédiaire d'additions de solution standard.....	150
	Enregistrement manuel d'une courbe de calibrage avec échange de solution.....	151
	Enregistrement automatique de la courbe de calibrage	152
	Détermination d'échantillons à l'aide d'une courbe de calibrage	153
7.8	Travailler avec des électrodes à film	155
	Déposer un film de mercure	155
	Éliminer le film de mercure.....	155
7.9	Diagnostic	156
	Tester la procédure de dégazage.....	156
	Tester la procédure d'agitation.....	156
	Tester la MME	156
	Test de linéarité	157
	Test de pic.....	158
	Test BPL	159
8	Traitement des erreurs	161
8.1	Procédure générale dans le cas où des messages d'erreur apparaîtraient	161
8.2	Problèmes de connexion	161
	Message d'erreur "Could not start the embedded system".....	161
	Message d'erreur "Cannot reach the hardware".....	161
8.3	Problèmes de logiciel	162
	Message d'erreur "No access to software"	162
	Message d'erreur "Le fichier 'ecousb.sys' est nécessaire"	162
	Langage incorrect dans Help	162

8.4 Problèmes avec les Dosimates	162
Le Dosimate ne fonctionne pas	162
Additions standards non reproductibles avec les Dosimates	163
Affichage de volume erroné sur le Dosimate	163
8.5 Règles générales pour l'analytique des traces en VA	164
Produits chimiques et équipement	164
Electrolytes	164
Solutions standards	164
Echantillons	165
Valeurs à blanc, contamination	165
Choix du mode de mesure VA	166
8.6 Problèmes voltampérométriques	167
Courant de bruit de fond faible ou ligne de base instable	167
Courbes avec un bruit de fond important	168
Les courbes des additions standards ne sont pas reproductibles	169
Pic déplacé	169
Pas trouvé de pic	170
Le pic se situe dans le domaine supérieur des μA	170
Double pic	171
Pics de l'addition standard déplacés	172
Pas d'ajout	172
Point aberrant/sauts de signal dans le voltammogramme	172
Oxygène dans la solution de mesure	173
Solution électrolyte intermédiaire non adaptée dans l'électrode de référence	173
Surcharge de l'électrode de travail	174
Interférences à la HMDE à cause de la formation de gaz	175
Formation de complexe	176
Pic positionné sur une ligne de base fortement courbée	177
Superposition de pic	178
Calibrage avec des standards chimiquement non isoformes	179

Contrat de concession de licence pour le logiciel	181
--------------------------------------------------------------------	------------

Index	183
--------------------	------------

1 Introduction

1.1 Description de programme

Le programme PC «VA Computrace 2.0» permet d'utiliser le VA Computrace System 757 pour effectuer des analyses voltampérométriques. Ce système est constitué des composants suivants:

- 1.757.0010 **VA Computrace Stand** avec accessoires
- 3.757.1300 **Carte interface pour le PC** ou
- 6.5326.000 **Interface VA Computrace**
- 6.2135.010 **Câble de connexion**
- 6.6032.100 **VA Computrace Software 2.0**

Vous trouverez une description plus détaillée des composants du hardware dans le **mode d'emploi relatif au hardware du 757**.

Le **mode d'emploi relatif au software du 757** présent, décrit les possibilités du logiciel VA Computrace Software 757. Il comprend une surface utilisateur claire, avec une barre de boutons pressions à partir de laquelle il est possible de commander l'appareil, de développer des méthodes, ainsi que d'enregistrer et évaluer des voltammogrammes.

Selon le but recherché, il est possible d'employer le logiciel dans **deux modes d'utilisation différents**:

- Le mode d'utilisation dénommé «**Exploratory**» est employé pour **l'analyse qualitative** et se prête avant tout à l'apprentissage de la voltampérométrie orientée vers la pratique, comme c'est le cas dans les universités, les écoles techniques supérieures et certaines entreprises. Il permet à l'utilisateur de mettre en oeuvre sept techniques de mesure VA différentes et de comparer les résultats obtenus.
- Le mode d'utilisation dénommé «**Determination**» est employé pour **l'analyse quantitative** et se prête avant tout à la détermination de substances organiques ou inorganiques. Le calibrage peut être réalisé, soit à l'aide de la méthode des additions standards, soit par l'intermédiaire d'une droite de calibrage. L'évaluation du signal et le calcul de concentration ont lieu automatiquement. Lorsque la mesure est terminée, un rapport pouvant être formaté à souhait et de manière individuelle peut être imprimé. Les méthodes principales de déterminations de métaux et autres substances peuvent être appelées directement. Toutes les courbes apparaissant à l'écran, c'est à dire, voltammogrammes et droites de calibrage, mais également résultats, peuvent être transférés vers d'autres applications Windows. L'exportation de données dans un format ASCII est également possible.

1.2 Informations générales

Hardware: exigences relatives à l'ordinateur

Ordinateur	Pentium II, 233 MHz ou supérieur
Système d'exploitation	Windows™ 98 ou Windows™ 2000 pour utilisation avec carte interface; Windows™ 2000 pour utilisation avec interface VA Computrace (USB)
Mémoire nécessaire	10 MB pour fichiers programme min. 100 MB conseillés pour les fichiers de données
Mémoire de travail RAM	64 MB pour Windows™ 98 128 MB pour Windows™ 2000
Résolution graphique	1024×768 ou supérieur
Interfaces	1 place ISA libre pour l'installation de la carte interface ou 1 connexion USB libre pour l'interface VA Computrace
Imprimante	Toutes les imprimantes étant supportées par le système d'exploitation

Attention: Désactivez les programmes de protection d'écran, ainsi que les fonctions favorisant les économies d'énergie. Evitez également de travailler simultanément avec d'autres programmes, lorsque que le logiciel VA Computrace est utilisé.

Version de démonstration

Si le logiciel VA Computrace 2.0 (6.6032.100) est installé sur un ordinateur sans carte interface ou sans interface VA Computrace et sans connexion au VA Computrace Stand, il peut alors être utilisé en tant que version de démonstration; cette dernière est alors limitée à l'examen et le calcul nouveau de fichiers de déterminations ou de signaux de déterminations existants.

Inscription

Veillez s'il vous plaît envoyer la **carte d'enregistrement 8.757.1027** aussi rapidement que possible, de façon à ce que l'on puisse vous enregistrer en tant qu'acheteur officiel. En tant que tel, vous aurez droit aux versions de programme à des prix spécialement avantageux.

1.3 Installation

Installation du logiciel et de l'interface VA Computrace

1. Mettez en route votre ordinateur et démarrez le système d'exploitation (Windows™ 2000), sans connexion à l'interface VA Computrace via USB.
2. Placez le CD d'installation dans le lecteur CD.
3. Dans le cas où la fonction Autostart du lecteur de CD ne serait pas activée: choisissez **<Start>** et **Exécuter**. Cherchez le fichier **Setup.exe** sur le CD d'installation et appuyez sur **<OK>**.
4. Appuyez sur "**757**" et suivez les instructions du programme Setup. Choisissez pour le type d'interface, l'option **VA Computrace Interface (USB)**.
5. Le logiciel est ensuite installé dans le dossier souhaité (le dossier standard est **Programmes/Metrohm/757 VA Computrace**). En plus des fichiers de programme, les dossiers suivants sont installés:

Data

Dossier pour l'enregistrement des fichiers de nouveaux signaux (***.sig**) et de déterminations (***.dth**).

Demo data

Dossier avec exemples de fichiers de signaux et de déterminations. Le sous-dossier **Practical Voltammetry** contient tous les fichiers exemples relatifs à la **Monographie Metrohm 8.757.5003 "Practical voltammetry"**, disponible sur demande chez Metrohm.

Method

Dossier pour l'enregistrement des fichiers méthodes (***.mth**) avec des exemples pour les déterminations les plus courantes. Certaines méthodes de base sont contenues dans le dossier **Method**; d'autres exemples se trouvent dans les sous-dossiers **Application Bulletin**, **Application Notes** et **Hardware Test**.

Hardware

Dossier pour les fichiers hardware et les programmes pilotes.

6. Redémarrez l'ordinateur.
7. Connectez l'interface VA Computrace avec le **câble 6.2135.010** au 757 VA Computrace Stand et mettez ce dernier en marche.
8. Reliez l'interface VA Computrace avec **l'adaptateur au secteur 6.2158.000** et connectez cette dernière au réseau électrique.

9. Connectez l'interface VA Computrace avec le **câble USB 6.2151.020** à l'ordinateur. L'ordinateur découvre un nouvel appareil USB et fait démarrer le Setup Wizard. Placez le CD d'installation dans le lecteur CD et suivez les instructions de Wizard. Pour ce faire, choisissez toujours les réglages conseillés par défaut.
10. Démarrez le logiciel VA Computrace.

Installation du logiciel et de la carte interface

1. Eteignez l'ordinateur et ôtez le câble réseau de la prise secteur.
2. Déconnectez tous les câbles reliés aux appareils périphériques (clavier, écran, imprimante, etc.).
3. Ouvrez l'ordinateur et installez la **carte interface 3.757.1300** dans une fente ISA libre (voir mode d'emploi de l'ordinateur).
4. Reconstituez l'ordinateur.
5. Eteignez le VA Computrace Stand 757.
6. Connectez la carte interface à l'aide du **câble 6.2135.010**, à la connexion "PC Interface" du VA Computrace Stand 757.
7. Connectez l'ordinateur et mettez en marche le système d'exploitation (Windows™ 98 ou Windows™ 2000).
8. Placez le CD d'installation dans le lecteur de CD.
9. Dans le cas où la fonction Autostart pour le lecteur CD ne serait pas activée: choisissez **<Start>** et **Exécuter**. Recherchez le fichier **Setup.exe** sur le CD d'installation et appuyez sur **<OK>**.
10. Appuyez sur **"757"** et suivez les instructions du programme Setup. Optez pour le type d'interface l'option **VA Computrace Interface (USB)**.
11. Le paquet logiciel installe alors les dossiers souhaités (le fichier standard est: **Programmes/Metrohm/757 VA Computrace**). En plus des fichiers de programme, les dossiers suivants sont installés:

Data

Dossier pour l'enregistrement des nouveaux fichiers de signaux (***.sig**) et de déterminations (***.dth**).

Demo data

Dossier avec exemples de fichiers de signaux et de déterminations. Le sous-dossier **Practical Voltammetry** contient tous les exemples relatifs à la **Mono-graphie Metrohm 8.757.5003 "Practical voltammetry"**, disponible sur demande chez Metrohm.

Method

Dossier pour l'enregistrement de fichiers de méthodes (*.mth) avec des exemples pour les déterminations les plus courantes. Quelques méthodes de base sont comprises dans le dossier **Method**; d'autres exemples supplémentaires se trouvent dans les sous-dossiers **Application Bulletin**, **Application Notes** et **Hardware Test**.

Hardware

Dossier pour les fichiers relatifs au hardware et les programmes pilotes.

12. Remettez l'ordinateur en route.
13. Démarrez le logiciel VA Computrace.

Version supérieure de logiciel avec carte interface

Si vous souhaitez installer une version supérieure, soi-disant upgrade de programme de la version VA Computrace 1.0 à la version VA Computrace 2.0, sur un ordinateur contenant une carte interface installée, procédez alors comme suit:

1. Eteignez le VA Computrace Stand 757.
2. Mettez l'ordinateur en marche et faites démarrer le système d'exploitation (Windows™ 98 ou Windows™ 2000).
3. Choisissez **<Start> / Réglages / Commande de système** et cliquez deux fois sur le symbole **Software**.
4. A partir de la liste, choisissez **757 VA Computrace** et appuyez sur **<Introduire/Éliminer>**. Tous les fichiers programmes et symboles de VA Computrace 1.0 sont alors éliminés, tous les fichiers de méthodes et de données réalisés par les utilisateurs subsistent et restent dans les classeurs **Data** et **Method** du dossier programme.
5. Remettez l'ordinateur de nouveau en marche.
6. Placez le CD d'installation dans le lecteur de CD.
7. Dans le cas où la fonction Autostart pour le lecteur de CD ne serait pas activée: choisissez **<Start>** et **Exécuter**. Recherchez ensuite le fichier **Setup.exe** sur le CD d'installation et appuyez sur **<OK>**.
8. Appuyez sur "757" et suivez les instructions du programme Setup. Optez pour le type d'interface, l'option **Add-on Board (3.757.1300)**.
9. Le paquet logiciel est alors installé dans le dossier souhaité (le dossier standard est **Programmes/Metrohm/757 VA Computrace**). En plus des fichiers programmes, les dossiers suivants sont installés:

Data

Dossier pour l'enregistrement de nouveaux fichiers signaux (*.sig) et fichiers de déterminations (*.dth).

Demo data

Dossier avec des exemples de fichiers de signaux et de déterminations. Le sous-dossier **Practical Voltammetry** contient tous les fichiers exemples relatifs à la **Monographie Metrohm 8.757.5003 "Practical voltammetry"**, disponible sur demande chez Metrohm.

Method

Dossier pour l'enregistrement de fichiers méthodes (*.mth) avec des exemples de déterminations les plus courantes. Quelques méthodes de base sont contenues dans le dossier **Method**; d'autres exemples, se trouvent dans les sous-dossiers **Application Bulletin**, **Application Notes** et **Hardware Test**.

Hardware

Dossier pour les fichiers hardware et programmes pilotes.

10. Si vous le souhaitez, vous pouvez copier toutes les méthodes et les données acquises par les utilisateurs du dossier de programme ancien dans les classeurs **Method** et **Data** du nouveau dossier de programme.
11. Remettez l'ordinateur en route.
12. Connectez la carte interface à l'aide du **câble 6.2135.010** à la connexion "PC Interface" du VA Computrace Stand 757 et mettez ce dernier sous tension.
13. Mettez en route le logiciel VA Computrace 2.0.

Installation de Dosimates

Jusqu'à cinq **Dosimates 665** ou **765** peuvent être connectés au VA Computrace Stand 757. Pour la connexion de 1 ou 2 Dosimates, on utilise le câble 6.2141.080. D'autres câbles sont disponibles sur demande chez Metrohm (par exemple: 6.9921.170 pour 5 Dosimates). Pour connecter deux Dosimates, veuillez procéder comme suit:

1. Eteignez le VA Computrace Stand 757.
2. Eteignez les Dosimates.
3. Reliez la prise "**A**" du premier Dosimate à l'aide du **câble 6.2141.080** à la connexion "**Remote**" du VA Computrace Stand 757 (utilisez l'extrémité de câble "**665-1**").
4. Reliez la prise "**A**" du deuxième Dosimate à l'aide du **câble 6.2141.080** à la connexion "**Remote**" du VA Computrace Stand 757 (utilisez l'extrémité de câble "**665-2**").

Attention: Si des Dosimats sont connectés au VA Computrace Stand 757, les appareils doivent alors toujours être mis sous tension dans l'ordre suivant: Dosimate → 757 → PC.


Installation du Compact Autosampler 813

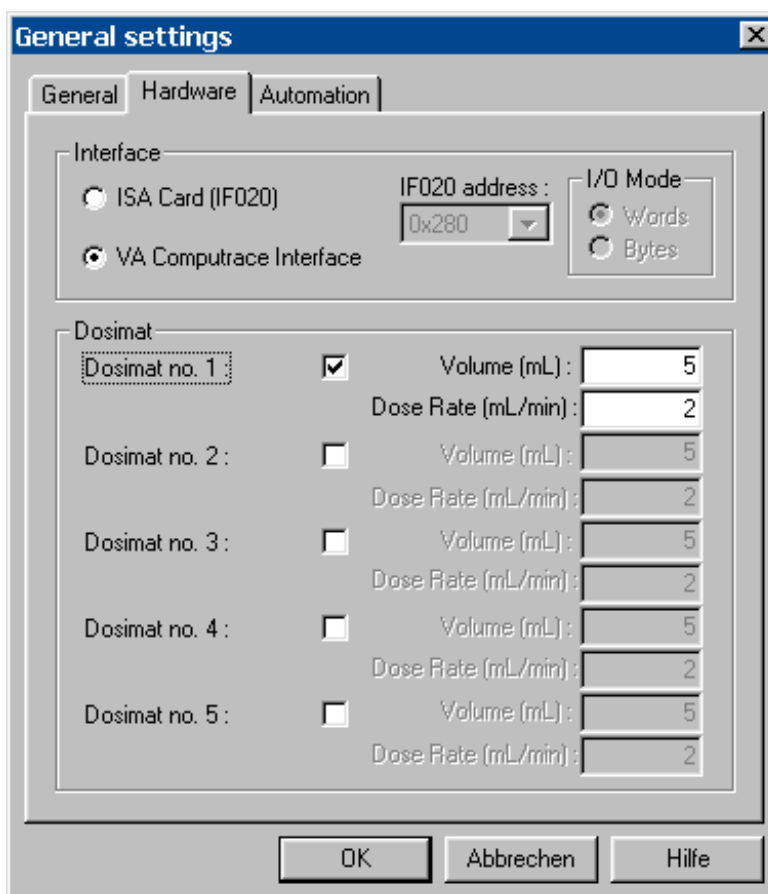
Sur le VA Computrace Stand 757, il est possible de connecter un passeur d'échantillons de type **Compact Autosampler 813** et une boîte relais **Relaisbox 731** (pour l'exploitation de deux pompes de type **Pump Unit 772**). Pour ce faire, veuillez s'il vous plaît procéder comme suit:

1. Connectez le Compact Autosampler 813, la Relaisbox 731 et deux Pump Units 772 avec le câble 6.2141.150 au VA Computrace Stand 757 (voir *Mode d'emploi 813*).
2. Installez les accessoires sur le Compact Autosampler 813 (voir *Mode d'emploi 813*).
3. Installez les Dosimats 665 ou 765 au VA Computrace Stand 757 (voir *Mode d'emploi 813*).
4. Choisissez sur le Compact Autosampler 813 la **Method 2** (voir *Mode d'emploi 813*).
5. Effectuez les réglages nécessaires sur le Compact Autosampler 813 (voir *Automatisation, Chap. 2.7*).
6. Effectuez les réglages relatifs au hardware pour les Dosimats (voir *Réglages relatifs au hardware pour Dosimats*).
7. Définissez les solutions d'additions et les solutions auxiliaires dans la fenêtre **DOSIMATS** (voir *Dosimats, Chap. 5.2*).

Réglages relatifs au hardware pour les Dosimats

1. Mettez en route l'ordinateur PC et démarrez le système d'exploitation.
2. Mettez en route le logiciel VA Computrace en appuyant deux fois sur le symbole de programme ou démarrez directement le fichier **ct757.exe**.
3. Appuyez dans la fenêtre Login sur **Recalculate only** sans entrer quoi que ce soit sous **Name** et **Password**.
4. Choisissez **757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings**. Ouvrez la page **Hardware** dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**:
5. Activez la touche de contrôle **Dosimat no.** pour tous les Dosimats 665 ou 765 connectés au VA Computrace Stand 757, entrez sous **Volume** le volume de l'unité interchangeable installée sur le Dosimate et entrez sous **Dose Rate** la vitesse de dosage souhaitée pour le Dosimate correspondant.

6. Fermez le logiciel VA Computrace, en appuyant sur  ou en choisissant **File / Exit**.
7. Mettez en marche les Dosimats connectés au VA Computrace Stand 757.
8. Mettez le VA Computrace Stand 757 sous tension.
9. Démarrez de nouveau le logiciel VA Computrace.



Attention: Si des Dosimats sont connectés au VA Computrace Stand 757, les appareils doivent alors toujours être mis sous tension dans l'ordre suivant: Dosimate → 757 → PC.

Désinstallation

1. Choisissez **<Start> / Réglages / Commande de système**.
2. Appuyez deux fois sur le symbole **Software**.
3. A partir de la liste, choisissez **757 VA Computrace** et appuyez sur **<Introduire/Éliminer>**. Choisissez l'option **Éliminer** et appuyez sur **<Continuer>**. Tous les fichiers de programme et symboles sont alors éliminés.

1.4 Vue d'ensemble sur les fenêtres de programme

Le logiciel VA Computrace 2.0 comprend différentes fenêtres, dont les fonctions possèdent une interaction entre elles:

757 VA COMPUTRACE	Gérer les fichiers, imprimer, choisir le mode d'utilisation, ouvrir d'autres fenêtres de programme, fonctions d'aide, Login et droits d'accès, réglages, disposition et choix des fenêtres
EXPLORATORY SPECIFICATIONS	Définition de la méthode pour le mode d'utilisation «Exploratory» et l'évaluation des courbes
EXPLORATORY CURVES	Affichage des courbes dans le mode d'utilisation «Exploratory»
WORKING METHOD SPECIFICATIONS	Définition de la méthode dans la mémoire de travail pour le mode d'utilisation «Determination»
MONITOR	Démarrage de déterminations, affichage Live (en direct)
DETERMINATION CURVES	Affichage des courbes de détermination et de calibrage, modification et calcul nouveau de déterminations
RESULTS	Affichage de rapports de détermination
SAMPLE TABLE	Affichage du tableau relatif aux échantillons (seulement disponible, lorsque l'option Use Autosampler sur la page Automation dans la fenêtre GENERAL SETTINGS est activée).
COMPUTRACE CONTROL	Commande manuelle du VA Computrace Stand 757
DOSIMAT CONTROL	Commande manuelle des Dosimates 665 ou 765, qui sont connectés au VA Computrace Stand
FILM DEPOSITION	Commande manuelle de la formation du film de Hg sur les électrodes solides
CLEANING PROCEDURE	Commande manuelle du nettoyage des électrodes solides

1.5 Vue d'ensemble sur les types de fichiers

Les types de fichiers suivants sont formés par le logiciel 757 VA Computrace:

- *.dth** **Fichier de détermination** (fichier binaire).
Contient les données de déterminations et la méthode utilisée pour la détermination. Le fichier ***.dth** est enregistré automatiquement dans le dossier **Data**, dans le cas où l'option **Autosave determination and signal** est activée dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**.
- *.mth** **Fichier de méthode** (fichier binaire).
Contient la méthode.
- *.sig** **Fichier de signaux** (fichier binaire).
Contient les données et les paramètres de la courbe de signaux enregistrée dans le mode d'utilisation «Exploratory». Le fichier ***.sig** est enregistré automatiquement dans le dossier **Data**, dans le cas où l'option **Autosave determination and signal** serait activée dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**.
- *.spt** **Fichier tableaux d'échantillons** (fichier binaire).
Contient les données des tableaux d'échantillons.
- *.txt** **Fichier de textes** (fichier ASCII) pour l'exportation de données.
Pour exporter les points de mesure de fichiers de déterminations ou de signaux, des fichiers de textes ***.txt** sont formés. Les fichiers de texte relatifs aux points de mesure des déterminations formés lors de la fonction d'exportation contiennent tout d'abord les paramètres de la méthode utilisée. Il s'ensuit les blocs de sweep avec les valeurs X et Y, devant lesquelles les numéros VR et le nombre de valeurs de mesure correspondant sont présentés.
Les fichiers de texte des points de mesure de signaux formés lors de la fonction d'exportation contiennent tout d'abord les paramètres de la méthode utilisée. Il s'ensuit le nombre de valeurs de mesure et le bloc sweep avec les valeurs X et Y. Les fichiers de texte de type ***.txt** peuvent être importés dans des tableurs, tels que par exemple Microsoft Excel.

1.6 Menus sensibles au contexte

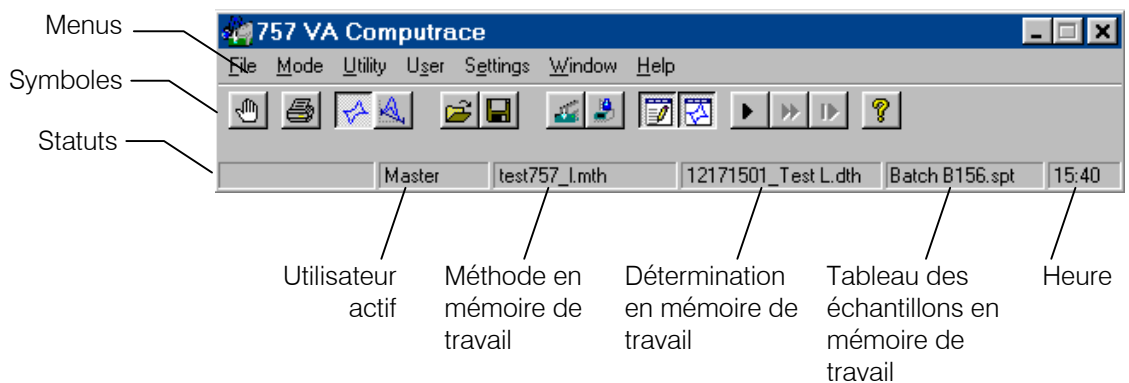
La plupart des fonctions de menu de la fenêtre de programme peuvent également être sélectionnée en appuyant sur la **touche droite de la souris** sur la fenêtre souhaitée ou sur l'élément désiré. Les options de menu ouvertes de cette façon dépendent de la fenêtre ou de l'élément actif choisi.

2 Fenêtre principale

2.1 Vue d'ensemble de la fenêtre principale

Éléments de la fenêtre principale

Les éléments de la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** sont: la barre des menus, la barre des symboles et la barre représentant les états statuts, qui affichent l'utilisateur, la méthode et la détermination.

























Menus de la fenêtre principale

- File** Charger, enregistrer et exporter des fichiers de méthodes, déterminations et signaux, imprimer les rapports et courbes
- Mode** Changer entre les modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination»
- Utility** Contrôle manuel du VA Computrace Stand et des Dosimates; formation de film et nettoyage des électrodes solides
- User** S'inscrire et administrer les droits d'accès
- Settings** Réglages généraux pour l'enregistrement, registres standards, carte interface, VA Computrace Interface et Dosimates
- Window** Ordonner, ouvrir et fermer les fenêtres de programme
- Help** Ouvrir les fichiers d'aide „Help“

Symboles de la fenêtre principale

Suivant le mode d'utilisation choisi («Exploratory» ou «Determination»), certains symboles présentés ci-dessous n'apparaîtront pas dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.

-  Fermer le programme VA Computrace 2.0.
-  Imprimer les rapports et les courbes.
-  Changer pour travailler dans le mode d'utilisation «Exploratory».
-  Changer pour travailler dans le mode d'utilisation «Determination».
-  Charger les paramètres standards des modes d'utilisation «Exploratory» ou «Determination».
-  Charger les fichiers de méthodes ou de signaux.
-  Enregistrer les fichiers de méthodes ou de signaux.
-  Charger le fichier de détermination.
-  Enregistrer le fichier de détermination.
-  Commande manuelle du VA Computrace Stand 757.
-  Commande manuelle des Dosimates.
-  Ouvrir ou fermer la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ou **EXPLORATORY SPECIFICATIONS**.
-  Ouvrir ou fermer la fenêtre **DETERMINATION CURVES**.
-  Ouvrir ou fermer la fenêtre **MONITOR**.
-  Ouvrir ou fermer la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.
-  Ouvrir ou fermer la fenêtre **RESULTS**.
-  Ouvrir ou fermer la fenêtre **SAMPLE TABLE**.
-  Démarrer la mesure.
-  Arrêter la mesure.
-  Interrompre la mesure.
-  Poursuivre la mesure.
-  Aller à la prochaine étape dans le déroulement de programme.

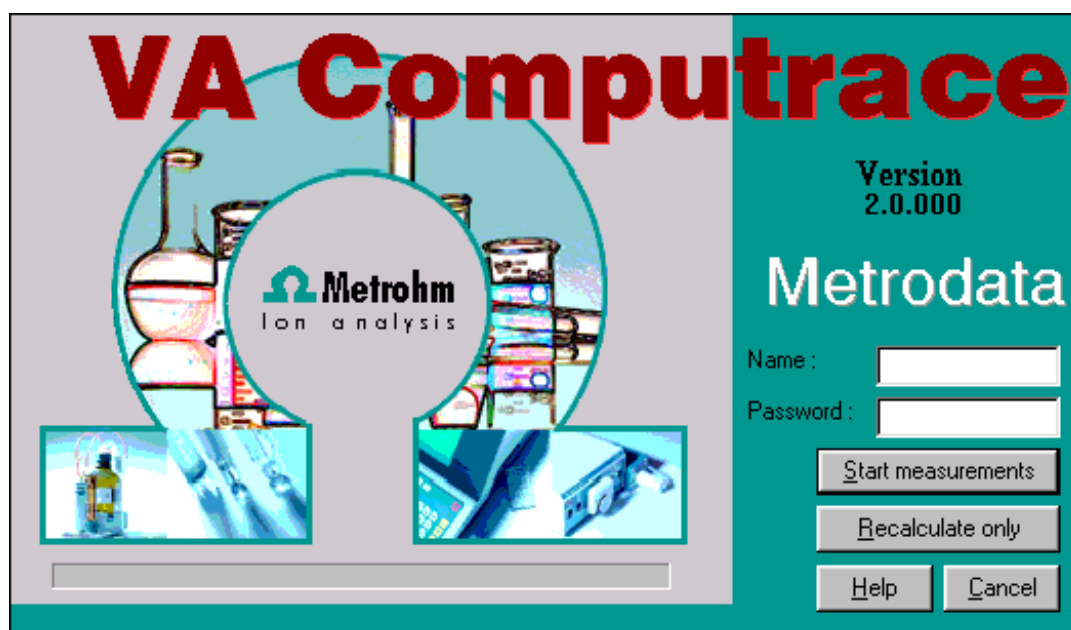
2.2 Démarrer et arrêter le programme

Démarrer le programme VA Computrace



Démarrer le programme

Un double clic sur le symbole **757 VA Computrace** ou le fichier **Ct757.exe** permet de faire démarrer le programme VA Computrace 2.0. La fenêtre **VA COMPUTRACE LOGIN** apparaît.



Entrez sous **Name** le nom du manipulateur et sous **Password** le mot de passe, puis choisissez l'option souhaitée: **Start measurements** pour la mise en route des mesures ou **Recalculate only** pour effectuer un nouveau calcul.

Attention: Après installation du logiciel, le programme peut être démarré sans qu'aucune indication n'ait été spécifiée dans les champs **Name** et **Password**. Pour l'entrée des utilisateurs, voir *Chap. 2.6*.

Arrêter le programme VA Computrace



757 VA COMPUTRACE / File / Exit

Arrêter le programme VA Computrace 2.0.

Le programme peut également être arrêté en appuyant avec la souris sur le coin en haut à droite de la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.

2.3 Menu «File»

Fichiers de méthodes

Les fichiers de méthodes (*.mth) contiennent toutes les spécifications et paramètres pour la réalisation d'une détermination. Ils ne peuvent être chargés et mis en mémoire que dans le mode d'utilisation «Détermination».



757 VA COMPUTRACE / File / **New method (Ctrl+N)**

Charger une méthode standard avec DP-Mode pour la création d'une nouvelle méthode.



757 VA COMPUTRACE / File / **Load method (Ctrl+O)**

Charger un fichier méthode déjà existant. Normalement les fichiers méthodes sont enregistrés dans le dossier **Method**.



757 VA COMPUTRACE / File / **Save method (Ctrl+S)**

Enregistrer la méthode chargée actuellement dans la mémoire de travail. Si la méthode a été modifiée depuis le chargement, le message suivant apparaît alors: **The file already exists. Overwrite?** Appuyez sur **Yes** pour écraser le fichier méthode ou sur **No** pour interrompre l'enregistrement.

757 VA COMPUTRACE / File / **Save method as ...**

Enregistrer la méthode chargée actuellement dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier. Donner le nom et le dossier nécessaires à l'enregistrement du fichier de méthodes.

757 VA COMPUTRACE / File / **Export method ...**

Enregistrer la méthode chargée actuellement dans la mémoire de travail dans un fichier ASCII (extension *.txt), qui contient tous les paramètres de méthode.

Fichiers de déterminations

Les fichiers de déterminations (*.dth) contiennent les données de mesure et les spécifications de la méthode utilisée pour l'enregistrement de la détermination. Ils ne peuvent être chargés et enregistrés que dans le mode d'utilisation «Détermination».



757 VA COMPUTRACE / File / **Load determination**

Charger un fichier de détermination existant. Normalement, les fichiers de déterminations sont enregistrés dans le dossier **Data**.



757 VA COMPUTRACE / File / **Save determination**

Enregistrer la détermination actuelle chargée dans la mémoire de travail. Si la détermination a été modifiée depuis le chargement, le message

The file already exists. Overwrite? apparaît alors. Appuyez sur **Yes** pour écraser le fichier de détermination et sur **No** pour interrompre le processus d'enregistrement.

757 VA COMPUTRACE / File / Save determination as ...

Enregistrer la détermination actuelle chargée dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier. Entrez le nom et le dossier pour la mise en mémoire du fichier détermination.

757 VA COMPUTRACE / File / Export determination points

Enregistrer les points de mesure de tous les sweeps de la détermination actuellement chargée dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier avec l'extension ***.txt**. Ce fichier de texte contient en premier, le bloc avec les paramètres de méthode utilisés. Il s'ensuit les blocs de sweeps individuels qui contiennent au début le numéro VR et le nombre des valeurs de mesure, puis finalement toutes les valeurs X et Y. Les fichiers de données peuvent être importés dans un logiciel tableur tel que par exemple Microsoft Excel.

757 VA COMPUTRACE / File / Export results ...

Enregistrer le rapport des résultats de la détermination actuellement chargée dans la mémoire de travail dans un fichier ASCII avec l'extension ***.txt**. Ces fichiers de texte peuvent être importés dans un logiciel tableur tel que par exemple Microsoft Excel.

Fichiers de signaux

Les fichiers signaux (***.sig**) contiennent les données de mesure et les spécifications d'un signal enregistré dans le mode d'utilisation «Exploratory». Ils ne peuvent être chargés et enregistrés que dans ce mode d'utilisation.



757 VA COMPUTRACE / File / New parameters

Charger les paramètres standards pour les électrodes et le mode de mesure choisis.



757 VA COMPUTRACE / File / Load signal

Charger un fichier de signaux existant. Normalement les fichiers signaux sont enregistrés dans le dossier **Data**.



757 VA COMPUTRACE / File / Save signal as ...

Enregistrer le signal actuellement chargé dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier. Entrez le nom et le dossier nécessaires à l'enregistrement du fichier signal.

757 VA COMPUTRACE / File / Export signal points

Enregistrer les points de mesure du signal actuellement chargé dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier avec l'extension ***.txt**. Ce fichier de texte contient en premier le bloc des paramètres de méthode utilisés. Il s'ensuit le bloc sweep, qui contient au début le nombre de valeurs de mesure, puis finalement toutes les valeurs X et Y. Les fichiers de données peuvent être importés dans un logiciel tableur tel que par exemple Microsoft Excel.

Imprimer les rapports et courbes**757 VA COMPUTRACE / File / Print (Ctrl+P)**

Imprimer les rapports et/ou courbes. Suivant le mode d'utilisation choisi, il apparaît une fenêtre pour le choix des éléments à imprimer (voir le *Chap. 4.4* pour le mode d'utilisation «Exploratory» et le *Chap. 5.7* pour le mode d'utilisation «Determination»).

757 VA COMPUTRACE / File / Printer setup

Choix de l'imprimante et définition de la taille et du format du papier.

Finir le programme**757 VA COMPUTRACE / File / Exit**

Finir le programme VA Computrace 2.0.

Le programme peut être arrêté également en appuyant avec la souris sur la touche en haut à droite de la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.

2.4 Menu «Mode»**Choix du mode d'utilisation «Exploratory»****757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**

Changer pour le mode d'utilisation «Exploratory» pour l'enregistrement et l'affichage de signaux (voir *Chap. 4*).

Choix du mode d'utilisation «Determination»**757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**

Changer pour le mode d'utilisation «Determination» pour l'enregistrement et l'affichage de déterminations (voir *Chap. 5*).

2.5 Menu «Utility»

Commande du Computrace



757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control

Commande manuelle du VA Computrace Stand 757 (détails, voir *Chap. 6.1*).

Commande de Dosimates



757 VA COMPUTRACE / Utility / Dosimat control

Commande manuelle de Dosimates 665 ou 765, qui sont connectés au VA Computrace Stand 757 (détails, voir *Chap. 6.2*).

Formation de film

757 VA COMPUTRACE / Utility / Film deposition

Formation d'un film de mercure sur des électrodes solides sur le VA Computrace Stand 757 (détails, voir *Chap. 6.3*).

Nettoyage

757 VA COMPUTRACE / Utility / Cleaning procedure

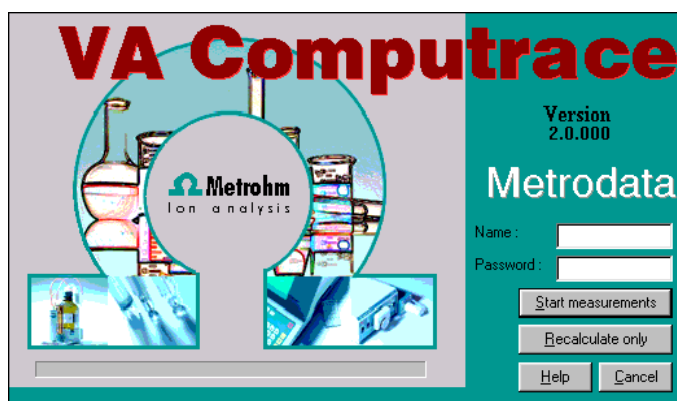
Nettoyage d'électrodes solides dans le VA Computrace Stand 757 (détails, voir *Chap. 6.4*).

2.6 Menu «User»

Login

757 VA COMPUTRACE / User / Login

La fenêtre **VA COMPUTRACE LOGIN** apparaît.



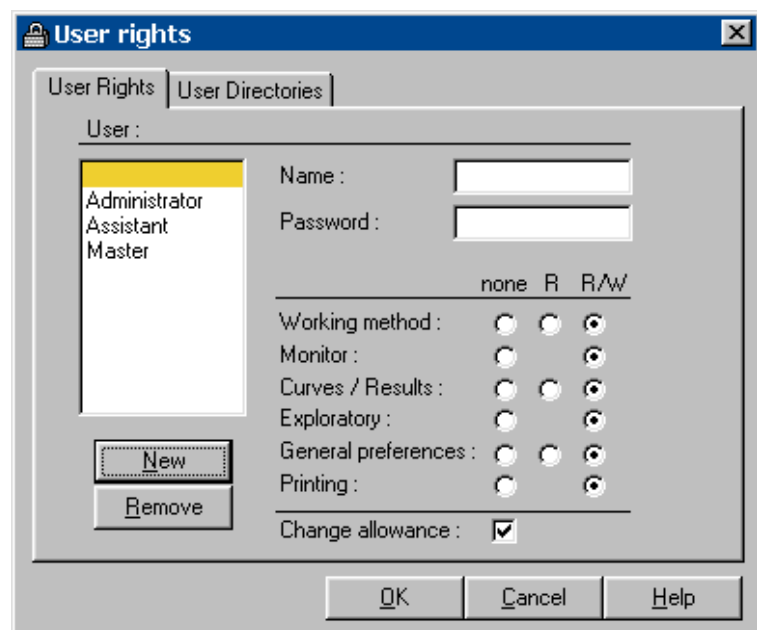
Entrez le nom de l'utilisateur souhaité sous **Name** et le mot de passe sous **Password** et appuyez sur **OK**.

Droits d'accès

Le programme «VA Computrace» contient un système de sécurité, qui est basé sur les listes utilisateurs. On peut attribuer à chaque utilisateur ou chaque catégorie d'utilisateur un mot de passe et différents droits d'accès. La mise en place de la liste des utilisateurs et l'entrée des mots de passe doivent être effectuées de préférence peu de temps après la première mise en route du programme.

757 VA COMPUTRACE / User / User rights

La fenêtre **USER RIGHTS** apparaît. Elle comprend les deux cartes d'enregistrement **User Rights** et **User Directories**.



User

Liste des utilisateurs. Les droits d'accès sont affichés pour l'utilisateur choisi et sélectionné. Les utilisateurs suivants, accompagnés de mots de passe non définis sont des exemples standards:

Administrator

Accès à toutes les parties du programme et droit de modifier les droits d'accès de tous les utilisateurs.

Master

Accès à toutes les parties du programme, mais pas de droit de modification des droits d'accès des utilisateurs.

Assistant

Accès seulement au chargement et à la mise en route des méthodes de déterminations existantes.

" " (vide)

comme **Administrator**

Name

Affichage du nom de l'utilisateur. Ce nom sera inscrit dans le champ **User** des rapports et fenêtre des résultats. Pour entrer un nouveau nom d'utilisateur, appuyez sur **<New>**.

Password

Changer le mot de passe d'un utilisateur. Pour chaque signe entré, le symbole " * " apparaît.

User rights

Les droits d'accès de l'utilisateur choisi peuvent être modifiés:

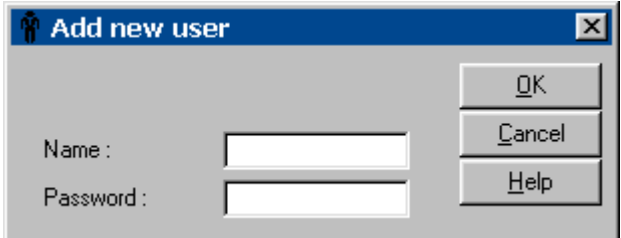
- none** Pas d'accès à cette partie de programme.
- R** Droit de lecture dans cette partie de programme.
- R/W** Droit d'écriture et de lecture dans cette partie de programme.

Change allowance

Droit de modification des droits d'accès.



Ajouter un nouvel utilisateur dans la liste des utilisateurs. La fenêtre **ADD NEW USER** apparaît.


Name [13 caractères;]

Nom de l'utilisateur. Ce nom apparaît ensuite dans le champ **User** des rapports et dans la fenêtre des résultats.

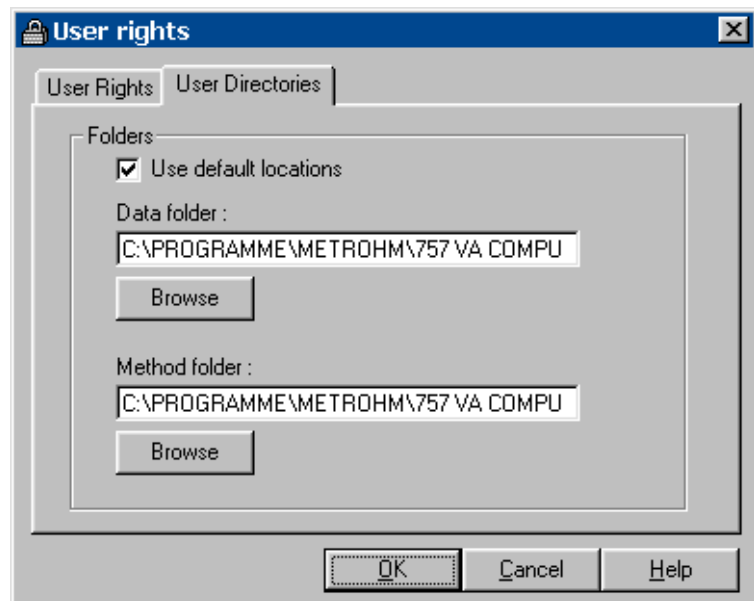
Password

Entrer le mot de passe de l'utilisateur. Pour chaque signe entré, le symbole " * " apparaît.



Effacer l'utilisateur de la liste des utilisateurs.

Attention: Assurez-vous que tous les utilisateurs avec l'option activée **Change allowance** ne sont pas effacés, car autrement la fenêtre **USER RIGHTS** ne peut plus être ouverte et le programme doit être installé de nouveau.



Use default locations

Adresser les dossiers standards pour **Data folder** et **Method folder**.

Data folder

Dossier spécifique utilisateur pour les fichiers déterminations et signaux. Utilisez **<Browse>** pour effectuer un changement de dossier.

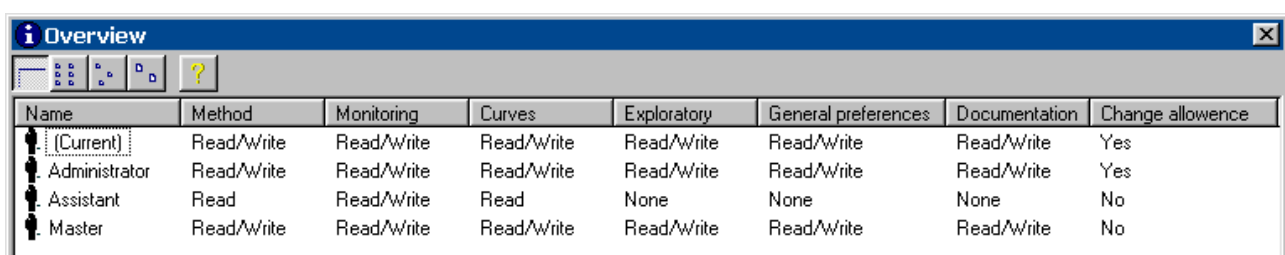
Method folder

Dossier spécifique utilisateur pour les fichiers méthodes. Utilisez **<Browse>** pour effectuer un changement de dossier.

Vue d'ensemble sur les droits d'accès

757 VA COMPUTRACE / User / Overview

La fenêtre **OVERVIEW** apparaît avec la vue d'ensemble de tous les utilisateurs.



Name	Method	Monitoring	Curves	Exploratory	General preferences	Documentation	Change allowance
(Current)	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Yes
Administrator	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Yes
Assistant	Read	Read/Write	Read	None	None	None	No
Master	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	No



Liste détaillée des utilisateurs avec tous les droits d'accès.



Liste des utilisateurs sans les droits d'accès.



Liste des utilisateurs avec petits symboles.



Liste des utilisateurs avec gros symboles.



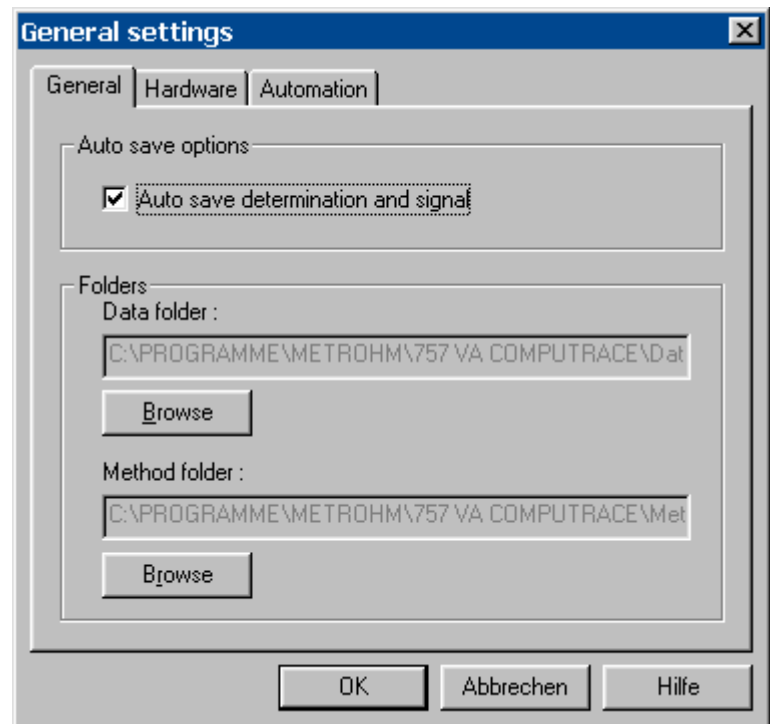
Aide.

2.7 Menu «Settings»

Réglages généraux

757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings

Sur la page **General**, dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**, il est possible de définir l'enregistrement automatique et les dossiers standards pour l'enregistrement des données et des méthodes.



Auto save options

Auto save determination and signal

Dans le cas, où cette option est activée, chaque fichier de signaux et de déterminations est alors enregistré automatiquement en fin de mesure, dans le dossier de données spécifié.

Folders

Choix des dossiers standards.

Data folder

Dossier standard pour l'enregistrement des fichiers de signaux (*.sig) et des fichiers de déterminations (*.dth). Utilisez le bouton **<Browse>** pour modifier une entrée existante.

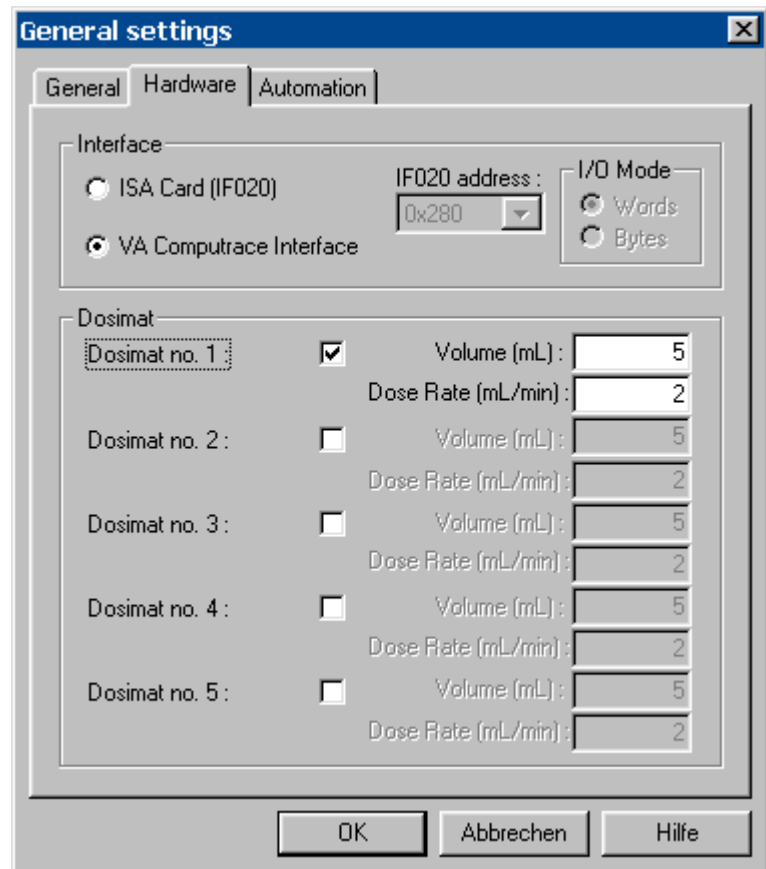
Method folder

Dossier standard pour l'enregistrement des fichiers méthodes (*.mth). Utilisez le bouton **<Browse>** pour modifier une entrée existante.

Réglages relatifs au hardware

757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings

Sur la page **Hardware**, dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**, il est possible de définir les réglages généraux relatifs à la carte interface, l'interface VA Computrace et les Dosimat 665 ou 765.



Interface

Choix de l'interface pour l'utilisation du VA Computrace Stand 757:

ISA Card (IF020)

Carte interface 3.757.1300

VA Computrace Interface

VA Computrace interface 6.2155.000

IF020 address

Adresse I/IP pour la carte interface.

I/O Mode

Mode de transfert input/output pour carte interface. Le réglage standard est **Words** (communication 16 bits). Si la carte interface ne fonctionne pas, modifiez la valeur du réglage **Bytes** (communication 8 bits).

Dosimat

Réglages pour les Dosimats 665 ou 765, qui sont connectés à la prise «Remote» du VA Computrace Stand 757 (détails, voir *Chap. 1.3*).

Dosimat no. [on, off; off]

Activez la petite case correspondante, relative à chaque Dosimate connecté.

Volume (mL) [1, 5, 10, 20, 50 mL; 5 mL]

Volume de l'unité interchangeable du Dosimate.

Dose rate (mL/min) [0.001 ... 150 mL/min (dépendant de l'unité interchangeable)]

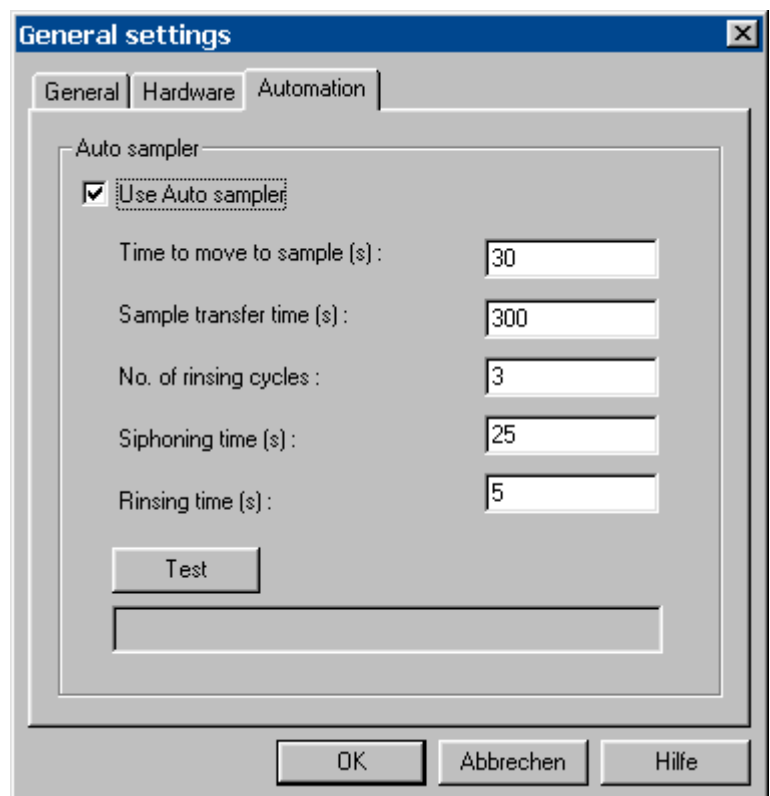
Vitesse de dosage du Dosimate.

Attention: Si des Dosimats sont connectés au VA Computrace Stand 757, il faut alors toujours mettre en route les appareils dans l'ordre suivant: Dosimate → 757 → PC.

Automatisation

757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings

Sur la page **Automation**, dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**, il est possible de définir les réglages standards pour l'utilisation du **Compact Auto-sampler 813** et de deux pompes de type **Pump Unit 772**.



Use Autosampler

Activer/désactiver l'emploi du Compact Autosampler 813. Si cette option est désactivée, la fenêtre **SAMPLE TABLE** n'est alors pas disponible.

Attention: Sur le Compact Autosampler 813 il faut absolument que la **Method 2** soit activée.

Time to move to sample (s) [30 s ; 25 ... 2147483647 s]

Temps maximum, dont le Compact Autosampler 813 a besoin pour passer d'un récipient échantillon à un autre (temps minimum autorisé: **25 s**).

Sample transfer time (s) [300 s ; 30 ... 2147483647 s]

Temps pour le transfert de la solution échantillon du récipient échantillon au vase de mesure à l'aide de la pompe sur le Compact Autosampler 813 (temps minimum autorisé: **30 s**).

No. of rinsing cycles [3 ; 0 ... 2147483647]

Nombre de cycles de rinçage.

Siphoning time (s) [25 s ; 0 ... 2147483647 s]

Temps, pendant lequel le vase de mesure est vidé à l'aide de la Pump Unit 772, pendant chaque cycle de rinçage.

Rinsing time (s) [5 s ; 0 ... 2147483647 s]

Temps, pendant lequel le vase de mesure est rincé à l'aide de la Pump Unit 772, pendant chaque cycle de rinçage.

Test

Tester le Compact Autosampler 813 en appliquant les réglages sélectionnés préalablement.

Attention: Avant le commencement du test, il est nécessaire que le Compact Autosampler 813 soit mis en route, que la **Method 2** soit sélectionnée sur l'Autosampler et que deux récipients échantillons soient remplis avec de l'eau sur la table échantillon.

Pour de plus amples détails sur le Compact Autosampler 813, veuillez consulter le *Mode d'emploi relatif au 813*.

Enregistrer les réglages

757 VA COMPUTRACE / Settings / Save now

Avec cette fonction, tous les réglages actuels du logiciel (fenêtres ouvertes, positions/tailles de fenêtres et réglages généraux) sont mis en mémoire.

757 VA COMPUTRACE / Settings / Save on exit

Si cette fonction est activée, les réglages de logiciel sont alors mis en mémoire chaque fois que le programme est terminé.

2.8 Menu «Window»

Arrangement des fenêtres

757 VA COMPUTRACE / Window / Tile

Toutes les fenêtres ouvertes sont placées les unes à côté des autres.

Ouvrir et fermer les fenêtres de programme



757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification (F6)

La fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 5.2*).



757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor (F7)

La fenêtre **MONITOR** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 5.3*).



757 VA COMPUTRACE / Window / Determination curves (F8)

La fenêtre **DETERMINATION CURVES** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 5.4*).



757 VA COMPUTRACE / Window / Results (F9)

La fenêtre **RESULTS** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 5.5*).

**757 VA COMPUTRACE / Window / Sample table (F10)**

La fenêtre **SAMPLE TABLE** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 5.6*).

**757 VA COMPUTRACE / Window / Exploratory specification (F11)**

La fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 4.2*).

**757 VA COMPUTRACE / Window / Exploratory curves (F12)**

La fenêtre **EXPLORATORY CURVES** est ouverte ou (si elle est déjà ouverte), elle sera alors fermée (voir *Chap. 4.3*).

Les fenêtres ouvertes sont marquées d'un petit coin.

Réglages d'affichage pour la fenêtre principale

757 VA COMPUTRACE / Window / Status bar

Activer/désactiver la barre des statuts dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.

757 VA COMPUTRACE / Window / Toolbar

Activer/désactiver la barre des symboles dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.

3 Réglages généraux pour les modes «Exploratory» et «Determination»

3.1 Electrodes

MME

MME est l'abréviation en anglais de: **Multi-Mode-Electrode**, (électrode multi-mode) et est normalement l'électrode de travail employée dans le VA Computrace Stand 757. Elle réunit en une construction unique, les plus importantes électrodes au mercure de la polarographie et de la voltampérométrie:

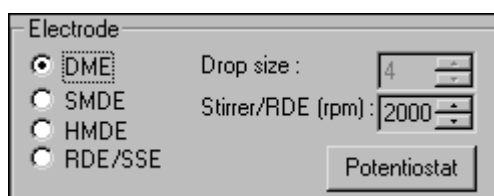
DME Electrode à goutte de mercure tombante

SMDE Electrode à goutte de mercure statique

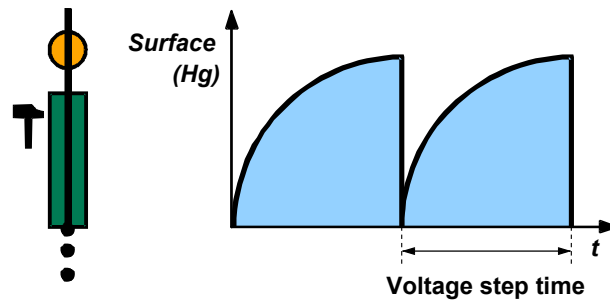
HMDE Electrode à goutte de mercure suspendue

Pour de plus amples informations concernant l'installation et la maintenance de l'électrode multi-mode, voir le *Mode d'emploi hardware*.

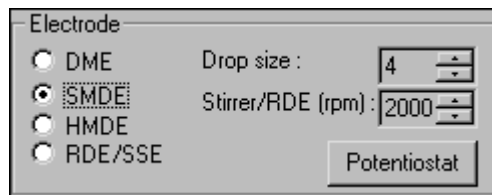
DME



DME est un mode de fonctionnement de l'électrode multi-mode et est l'abréviation en anglais de: **Dropping Mercury Electrode** (électrode à goutte de mercure tombante). La DME est l'électrode au mercure classique. Le mercure s'écoule à l'intérieur d'un capillaire en verre, jusqu'à ce qu'un mécanisme de frappe force les gouttes de Hg à tomber à une cadence contrôlée, réglée grâce au paramètre **Voltage step time**, dans le mode de mesure.

**Remarques:**

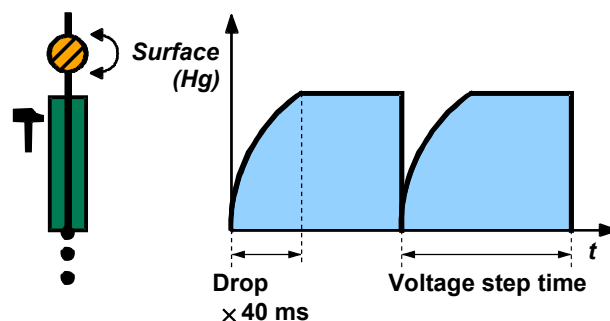
- La DME peut être utilisée dans le mode «Exploratory» pour tous les modes de mesure, sauf pour SqW, CV et PSA. Dans le mode «Determination», la DME peut être utilisée pour tous les modes de mesure, sauf pour DC, SqW, CV et PSA.
- Un avantage de la DME par rapport à la SMDE, est que les capillaires de la MME ont à subir moins de forces mécaniques et résistent ainsi plus longtemps.
- Un désavantage de la DME par rapport à la SMDE et la HMDE est que la consommation en mercure est beaucoup plus élevée. La sensibilité est également inférieure, car la surface de l'électrode varie continuellement, même pendant la phase de mesure.

SMDE

SMDE est un mode de fonctionnement de l'électrode multi-mode et est l'abréviation en anglais de: **Static Mercury Drop Electrode** (électrode à goutte de mercure statique). La SMDE réunit les caractéristiques de la DME et celles de l'HMDE: comme avec la DME, la goutte est perpétuellement renouvelée, mais pendant la mesure, la surface de l'électrode est maintenue constante, comme c'est le cas également avec l'HMDE. Un système de frappe permet de renouveler la goutte de mercure à une cadence contrôlée et réglée avec le paramètre **Voltage step time** dans le mode de mesure.

Drop size [1...9 ; 4]

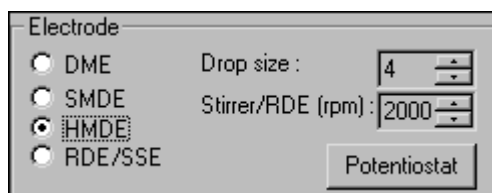
Taille de la goutte de mercure (surface 0.15... 0.60 mm²).



Remarques:

- La SMDE peut être utilisée dans le mode «Exploratory» pour tous les modes de mesure, sauf pour SqW, CV et PSA. Dans le mode «Determination», la SMDE peut être utilisée pour tous les modes de mesure, sauf pour DC, SqW, CV et PSA.
- Contrairement à la DME, la SMDE a l'avantage de disposer d'une sensibilité supérieure, car la surface de l'électrode et par conséquent la ligne de base restent constante également pendant la phase de mesure; elle nécessite, en plus, une quantité inférieure de mercure. Par contre les capillaires de la MME ont à subir de plus grandes forces mécaniques que lors de l'utilisation de la DME.
- Comparativement à l'HMDE, la SMDE possède le désavantage d'utiliser de plus grandes quantités de mercure, et la MME elle-même est exposée à de plus grandes forces mécaniques.

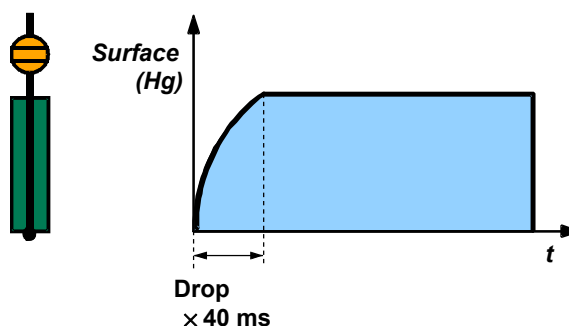
HMDE



HMDE est un mode de fonctionnement de l'électrode multi-mode et est l'abréviation en anglais de: **Hanging Mercury Drop Electrode** (électrode à goutte de mercure suspendue). Quatre gouttes de mercure de taille définie sont formées les unes après les autres à la MME. La dernière goutte reste suspendue et forme ainsi la soi-disant électrode à goutte de mercure suspendue, sur laquelle on effectue un sweep, en général après une préconcentration préalable (technique de stripping).

Drop size [1...9 ; 4]

Taille de la goutte de mercure (surface 0.15 ... 0.60 mm²).

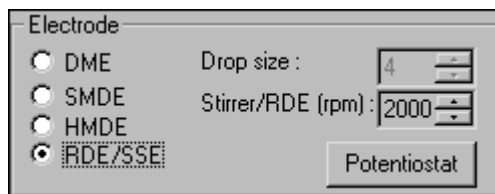


Remarques:

- L'HMDE peut être utilisée pour tous les modes de mesure.
- L'HMDE est surtout employée lors de la très sensible méthode par voltampérométrie inversée (en anglais: stripping voltammetry), pendant laquelle l'espèce à déterminer est tout

d'abord préconcentrée électrochimiquement, pour être ensuite déterminée.

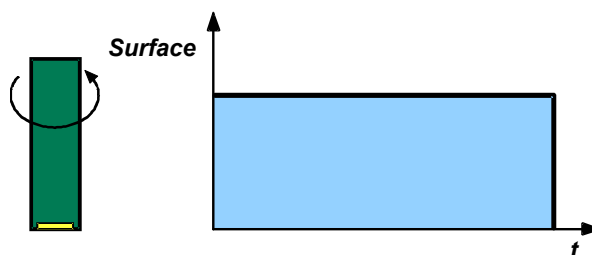
RDE/SSE



RDE est l'abréviation en anglais de: **Rotating Disk Electrode** (électrode à disque rotative) et est utilisée pour les déterminations directes et inversées à l'aide d'électrodes solides (**Solid State Electrodes: SSE**).

Stirrer/RDE (rpm) [0...3000 rpm ; 2000 rpm]

Rotations de la RDE par minute. La vitesse de rotation réglée reste active pendant toutes les étapes de préparation jusqu'au commencement du sweep.



Remarques:

- La RDE peut être utilisée pour tous les modes de mesure.
- Pour le VA Computrace Stand 757, il existe en option un arbre de rotation avec différentes pointes d'électrodes (voir *Mode d'emploi hardware*).
- Pour l'installation et la maintenance de la RDE, voir le *Mode d'emploi hardware*.

3.2 Modes de mesure VA

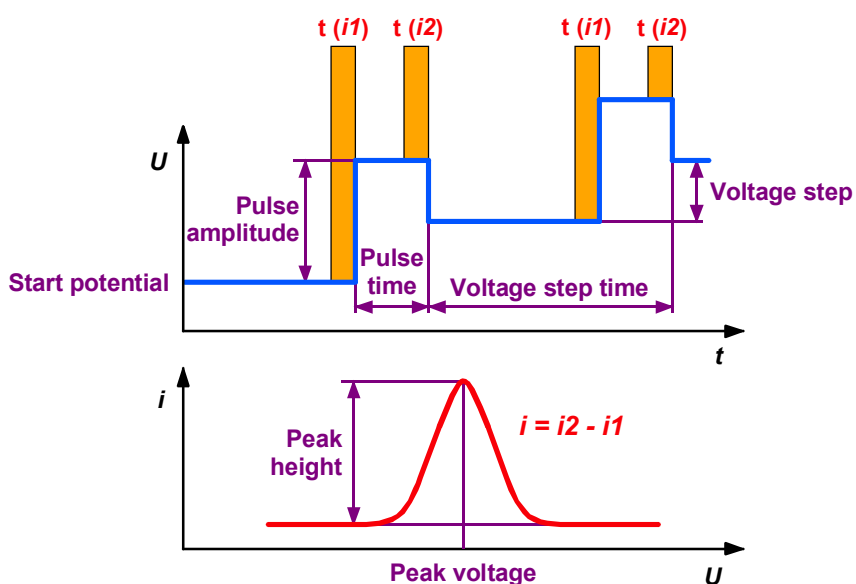
DP – Voltampérométrie à impulsions différentielles

Généralités:

DP ou en anglais: **Differential Pulse Voltammetry** est la méthode voltampérométrique de détermination la plus universelle et la plus fréquemment utilisée. Elle se prête aussi bien à l'étude de systèmes réversibles que de systèmes irréversibles et offre une très grande sensibilité. Pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination», il est possible de fixer le mode de mesure DP, grâce au choix **DP - Differential pulse** pour le paramètre **Mode** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

En mode de mesure de voltampérométrie DP, de faibles impulsions rectangulaires d'amplitude constante sont superposées à un voltage continu qui augmente de façon linéaire. Les mesures d'intensité i en fonction de la tension U ont lieu juste avant l'impulsion et en fin d'impulsion. La différence de ces deux mesures d'intensité donne des courbes en forme de pic, qui peuvent être évaluées à l'aide des différentes lignes de base disponibles, de type: **linear**, **polynomial** ou **exponential**.



Paramètres de sweep:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input type="checkbox"/>
Start potential (V) :	-0.8
End potential (V) :	-0.2
Pulse amplitude (V) :	0.05
Pulse time (s) :	0.04
Voltage step (V) :	0.005951
Voltage step time (s) :	0.1
Sweep rate (V/s) :	0.0595

Hydrodynamique (measurement) [on, off ; off]

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de départ pour le potentiel de sweep.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le potentiel de sweep.

Pulse amplitude (V) [-1...+1 V ; 0.05 V]

Amplitude de l'impulsion de voltage superposée au voltage continu (valeur positive = comme le sens de direction du sweep; valeur négative = dans le sens inverse de la direction du sweep).

Pulse time (s) [> 500 μ s ; 0.04 s]

Temps d'impulsion; intervalle de temps, pendant lequel une impulsion de tension est superposée au voltage direct.

Voltage step (V) [> 0 V ; 0.006 V]

Pas de voltage pour la rampe de voltage direct.

Voltage step time (s) [> 0 s ; 0.4 s]

Intervalle de temps pour le pas de voltage ; intervalle de temps, après que le voltage ait été augmenté ou réduit de la valeur **Voltage step**.

Sweep rate (V/s) [affichage seulement]

Affichage de la pente de la rampe **Voltage step** / **Voltage step time**.

Remarques :

- Le mode de mesure DP peut être employé avec tous les types d'électrodes.
- Pour le réglage de **Voltage step time**, on peut prendre en considération les conditions suivantes:

Voltage step time > **Pulse time** + 10 ms (HMDE/RDE)

Voltage step time > **Pulse time** + 30 ms (DME)

Voltage step time > **Pulse time** + **Drop size** \times 40 ms + 10 ms (SMDE)

- Le temps de mesure **t (i)** est défini de la manière suivante:

Pulse time \geq 40 ms \rightarrow **t (i)** = 20/16.67 ms (50/60 Hz)

Pulse time < 40 ms \rightarrow **t (i)** = 0.5 \times **Pulse time**

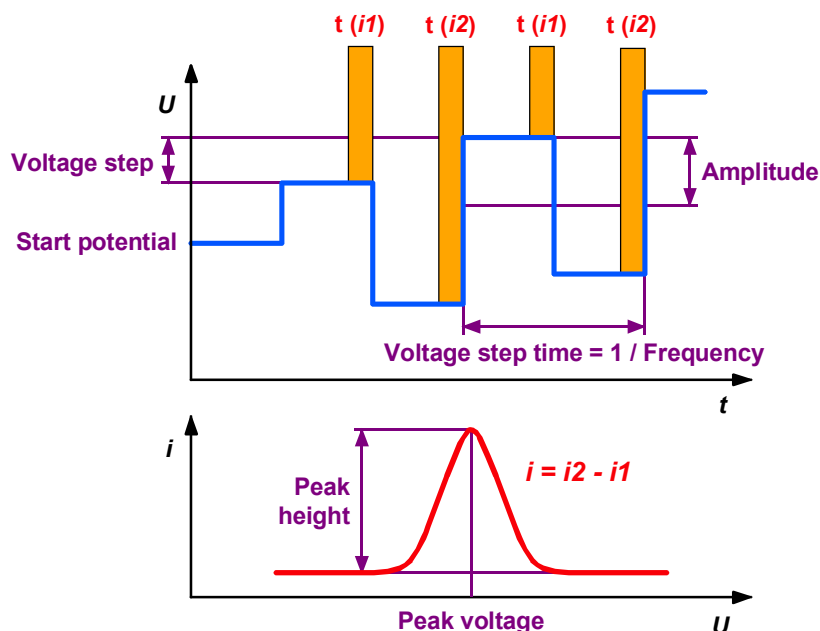
SqW – voltampérométrie Square Wave

Généralités:

SqW ou en anglais: **Square Wave Voltammetry** se prête avant tout à l'étude des processus d'électrodes réversibles. Elle est plus particulièrement utilisée pour les déterminations sensibles, par voltampérométrie inversée à l'HMDE ou à la RDE. Pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination», il est possible de fixer le mode de mesure SqW à l'aide du choix de **SqW - Square wave** pour le paramètre **Mode** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

En mode de mesure voltampérométrie SqW, un faible voltage alternatif à amplitude rectangulaire faible, constante et de faible fréquence est superposé à une rampe de voltage continu augmentant de façon linéaire. L'intensité du courant i est mesurée en fonction de la tension U aux tensions rectangulaires maximales et minimales. A partir des différences des mesures de courant dépendantes des phases, on obtient des courbes en forme de pics, qui peuvent être évaluées à l'aide des diverses lignes de base disponibles, de type: **linear**, **polynomial** ou **exponential**.



Paramètres de sweep:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input type="checkbox"/>
Start potential (V) :	-0.8
End potential (V) :	-0.2
Voltage step (V) :	0.005951
Amplitude (V) :	0.05
Frequency (Hz) :	50
Sweep rate (V/s) :	0.2975

Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de départ pour le potentiel de sweep.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le potentiel de sweep.

Voltage step (V) [> 0 V ; 0.006 V]

Pas de voltage pour la rampe de voltage continu.

Amplitude (V) [> 0...+1 V ; 0.05 V]

Amplitude de voltage du voltage rectangulaire superposé.

Frequency (Hz) [> 0...2000 Hz ; 50 Hz]

Fréquence du voltage rectangulaire superposé, qui définit l'intervalle de temps pour le pas de voltage **Voltage step time** (**Voltage step time = 1 / Frequency**).

Sweep rate (V/s) [seulement affichage]

Affichage de la pente de la rampe **Voltage step / Voltage step time**.

Remarques :

- Le mode de mesure SqW peut être seulement employé avec les types d'électrodes HMDE ou RDE.
- Pour le réglage de **Voltage step time**, il faut considérer les conditions suivantes:
Voltage step time = 1 / Frequency > 250 μs
- Le temps de mesure **t (i)** est défini de la manière suivante:
Voltage step time ≥ 80 ms → t (i) = 20/16.67 ms (50/60 Hz)
Voltage step time < 80 ms → t (i) = 0.5 × Voltage step time

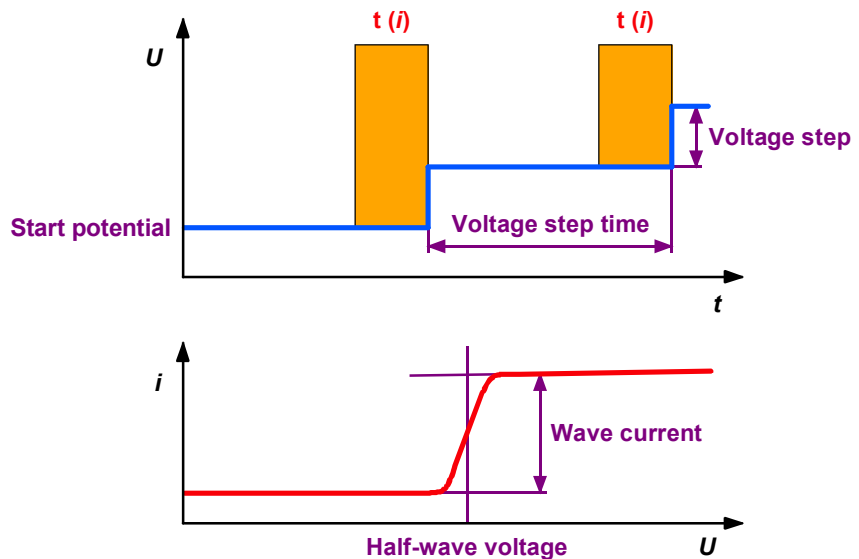
DC – Voltampérométrie à courant continu

Généralités:

DC ou en anglais: **Sampled Direct Current Voltammetry** est la méthode de mesure voltampérométrique classique, la plus simple; sa sensibilité est cependant limitée. Elle sert essentiellement à étudier les systèmes d'oxydoréduction réversibles. Pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination», il est possible de régler le mode de mesure DC grâce au choix de **DC - Sampled direct current** pour le paramètre **Mode** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

En voltampérométrie DC, on fait varier continuellement le voltage continu appliqué à l'électrode de travail et on mesure l'intensité de courant i en fonction du voltage U . Pour la DME et la SMDE, on obtient normalement des courbes en forme de vague, qui peuvent être évaluées dans le mode d'utilisation «Exploratory» à l'aide de la méthode des tangentes.



Paramètres de sweep:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input type="checkbox"/>
Start potential (V) :	-0.8
End potential (V) :	-0.2
Voltage step (V) :	0.005951
Voltage step time (s) :	0.4
Sweep rate (V/s) :	0.0149

Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de départ pour le potentiel de sweep.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le potentiel de sweep.

Voltage step (V) [> 0 V ; 0.006 V]

Pas de voltage pour la rampe de voltage continu.

Voltage step time (s) [> 0 s ; 0.4 s]

Intervalle de temps pour le pas de voltage; intervalle de temps, après que le voltage ait été augmenté ou réduit de la valeur **Voltage step**.

Sweep rate (V/s) [affichage seulement]

Affichage de la pente de la rampe **Voltage step / Voltage step time**.

Remarques :

- Le mode de mesure DC peut être utilisé avec tous les types d'électrodes, sauf pour DME et SMDE dans le mode «Determination».
- Pour le réglage de **Voltage step time**, il faut prendre en considération les conditions suivantes:
Voltage step time > 270 µs (HMDE/RDE)
Voltage step time > 20 ms (DME)
Voltage step time > Drop size × 40 ms + 10 ms (SMDE)
- Le temps de mesure **t (i)** est défini de la manière suivante:
t (i) = 20/16.67 ms (50/60 Hz)

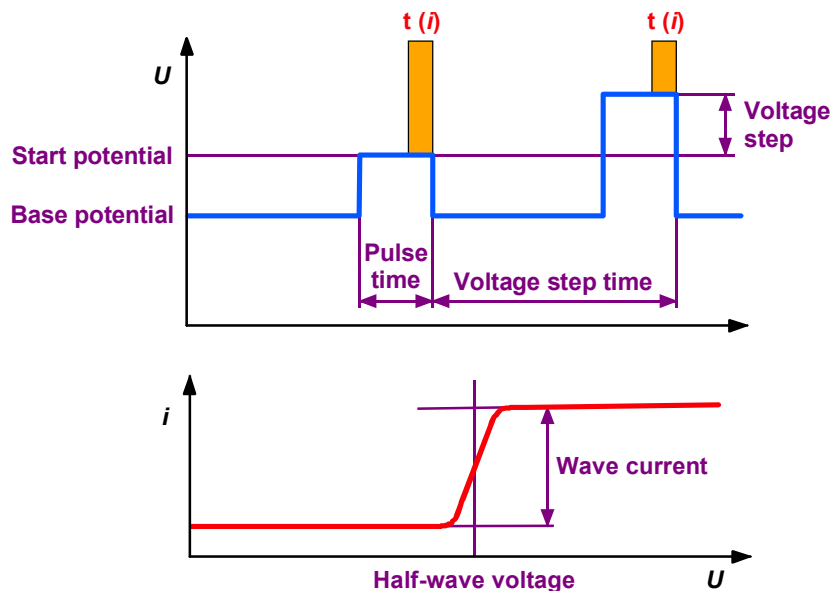
NP – Voltampérométrie à impulsions normales (seulement pour «Exploratory»)

Généralités:

NP ou en anglais: **Normal Pulse Voltammetry** est la méthode de mesure voltampérométrique à impulsions classique, avec mesure de courant directe. Elle se prête aussi bien à l'étude de systèmes irréversibles qu'à l'étude de systèmes réversibles et offre une sensibilité supérieure à la voltampérométrie DC. Le mode de mesure NP peut seulement être utilisé dans le mode d'utilisation «Exploratory» et être fixé, grâce au choix de **NP - Normal pulse** pour le paramètre **Mode** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

Dans la voltampérométrie NP, on superpose des impulsions rectangulaires d'amplitude croissante à un voltage continu constant. L'intensité de courant **i** est mesurée en fonction du voltage **U** en fin d'impulsion. A partir de mesures d'intensité de courant, on obtient normalement des courbes en forme de vague, qui peuvent être évaluées à l'aide de la méthode des tangentes.



Paramètres de sweep:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input type="checkbox"/>
Start potential (V) :	-0.8
End potential (V) :	-0.2
Base potential (V) :	-0.9
Pulse time (s) :	0.04
Voltage step (V) :	0.005951
Voltage step time (s) :	0.4
Sweep rate (V/s) :	0.0149

Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de départ pour le potentiel de sweep.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le potentiel de sweep.

Base potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de base pour le sweep de voltage.

Pulse time (s) [> 500 μ s ; 0.04 s]

Temps d'impulsion; intervalle de temps, pendant lequel une impulsion de tension est superposée au voltage de base.

Voltage step (V) [> 0 V ; 0.006 V]

Pas de voltage pour la rampe de voltage continu.

Voltage step time (s) [> 0 s ; 0.4 s]

Intervalle de temps pour le pas de voltage; intervalle de temps, après que le voltage ait été augmenté ou réduit de la valeur **Voltage step**.

Sweep rate (V/s) [affichage seulement]

Affichage de la pente de la rampe **Voltage step / Voltage step time**.

Remarques :

- Le mode de mesure NP peut être utilisé avec tous les types d'électrodes.
- Pour le réglage de **Voltage step time**, il faut considérer les conditions suivantes:
 - Voltage step time > Pulse time + 10 ms** (HMDE/RDE)
 - Voltage step time > Pulse time + 30 ms** (DME)
 - Voltage step time > Pulse time + Drop size \times 40 ms + 10 ms** (SMDE)
- Le temps de mesure **t (i)** est défini de la manière suivante:
 - Pulse time \geq 40 ms \rightarrow t (i) = 20/16.67 ms (50/60 Hz)**
 - Pulse time < 40 ms \rightarrow t (i) = 0.5 \times Pulse time**

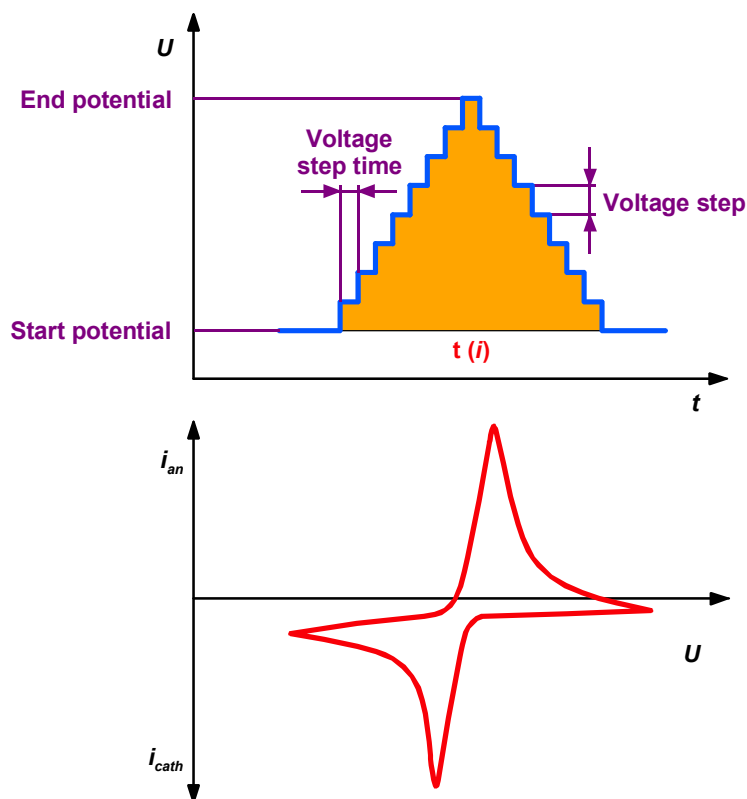
CV – Voltampérométrie cyclique

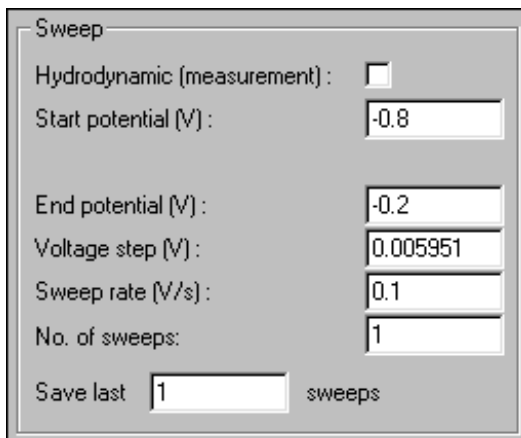
Généralités:

CV ou en anglais **Cyclic voltammetry** sert surtout à l'étude de la réversibilité de processus d'électrode, ainsi qu'aux études de cinétique. Pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination», il est possible de choisir le mode de mesure CV par l'intermédiaire du choix **CV - Cyclic voltammetry** pour le paramètre **Mode** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

En voltampérométrie cyclique, on fait varier une fois ou plusieurs fois la vitesse de changement de voltage à des valeurs supérieures mais constantes, entre un potentiel de départ et un potentiel d'arrivée, puis dans le sens inversé. L'intensité de courant i est mesurée en fonction du voltage U . La courbe relevée lors du dernier cycle peut être évaluée à l'aide de diverses lignes de base disponibles, de type **linear**, **polynomial** ou **exponential**.



Paramètres de sweep:**Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]**

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de départ pour le potentiel de sweep.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le potentiel de sweep.

Voltage step (V) [> 0 V ; 0.006 V]

Pas de voltage pour la rampe de voltage continu.

Sweep rate (V/s) [> 0 V/s ; 0.1 V/s]

Affichage de la pente de la rampe **Voltage step / Voltage step time**.

No. of sweeps [> 0 ; 1]

Nombre de cycles.

Save last ... sweeps]

Nombre de cycles, devant être enregistrés.

Remarques :

- Le mode de mesure CV peut être seulement employé avec les types d'électrodes HMDE ou RDE.
- Pour le réglage de **Voltage step time** et de **Sweep rate**, il faut considérer la condition suivante:
Voltage step time = Voltage step / Sweep rate > 270 μs

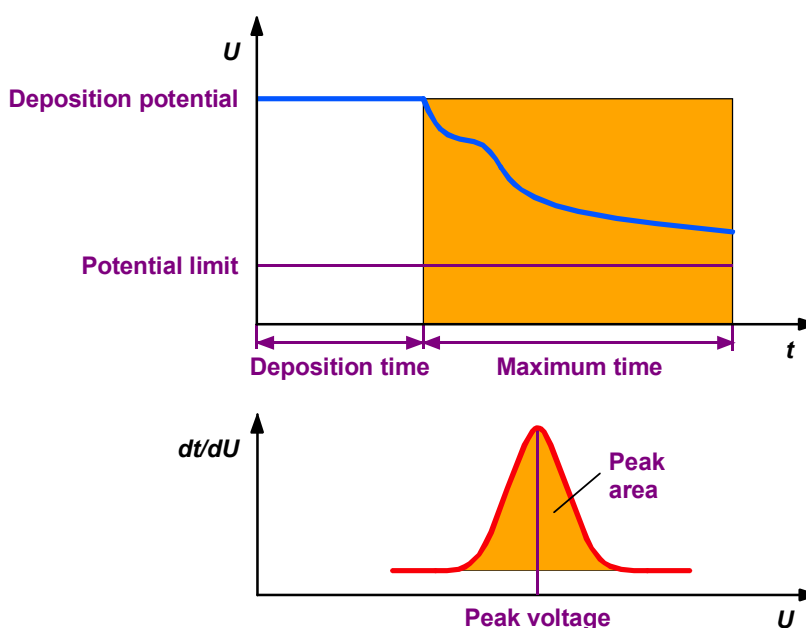
PSA – Potentiometric Stripping Analysis ou en français: chronopotentiométrie

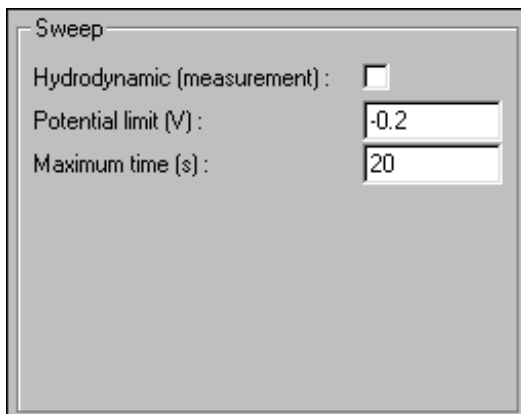
Généralités:

PSA ou en anglais **Potentiometric stripping analysis** avec oxydation chimique sert surtout à déterminer des substances présentes dans des matrices organiques, à l'aide des électrodes à film de mercure, sans préparation d'échantillon préalable. Pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination», il est possible de fixer le mode de mesure PSA par l'intermédiaire du choix de **PSA - Potentiometric stripping analysis** dans le paramètre **Mode** de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

Dans le mode de mesure PSA, les substances à déterminer sont déposées à voltage constant **Deposition potential** pendant un temps prédéterminé **Deposition time** sur l'électrode de travail. Le voltage appliqué est ensuite interrompu et le voltage **U** est mesuré en fonction du temps **t** avec une fréquence de mesure de 21.39 kHz. Le temps de mesure est, soit limité par la limite de voltage **Potential limit**, soit par la limite de temps **Maximum time**. A partir de la mesure de voltage **U** en fonction de **t**, on calcule les temps de séjour **dt/dU** en fonction de **U**. On obtient ainsi des courbes en forme de pics, qui peuvent alors être évaluées. Le voltage de pic **Peak voltage** est caractéristique de la substance et la surface de pic **Peak area** proportionnelle à sa concentration.



Paramètres de sweep:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input type="checkbox"/>
Potential limit (V) :	-0.2
Maximum time (s) :	20

Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Potential limit (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Limite de potentiel pour le sweep PSA.

Maximum time (s) [> 0 ; 20 s]

Limite de temps pour le sweep PSA.

Remarques:

- Le mode de mesure PSA ne doit être utilisé qu'avec le type d'électrode RDE (principalement avec film Hg).

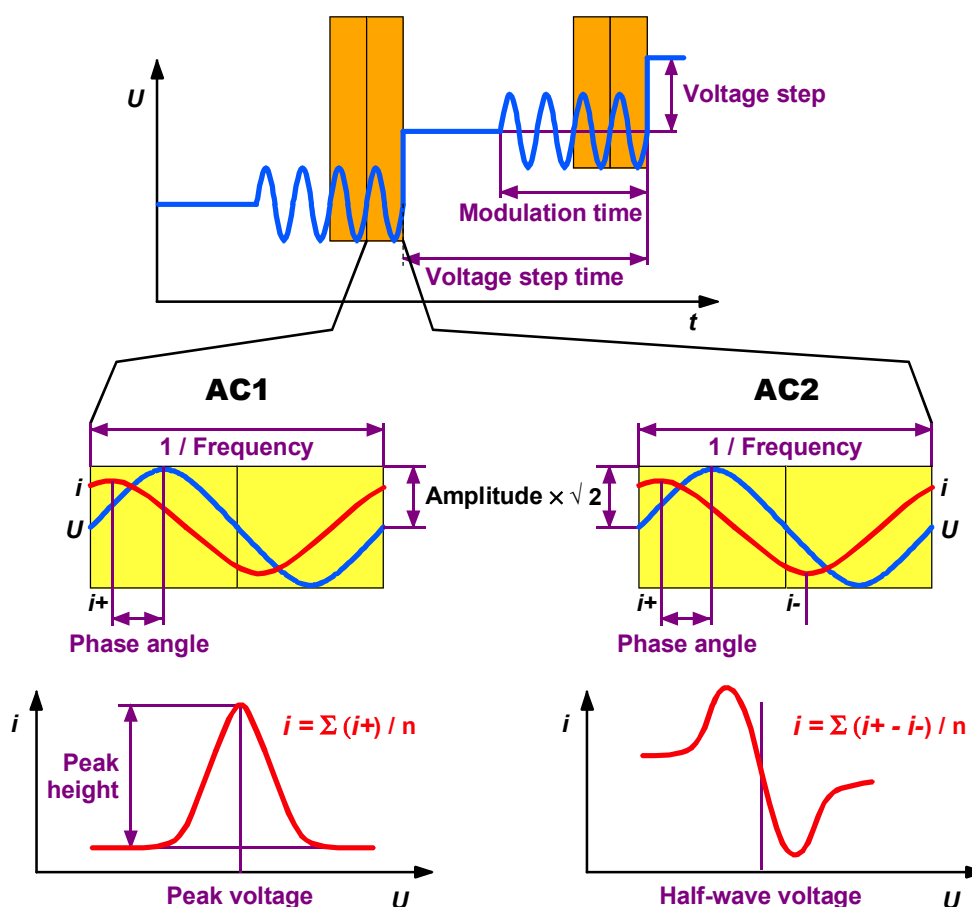
AC – Voltampérométrie à courant alternatif

Généralités:

AC ou en anglais **Alternating Current Voltammetry** se prête avant tout aux déterminations basées sur des réactions d'oxydo-réduction réversibles. Elle est presque insensible aux réactions irréversibles. Pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination», on peut fixer le mode de mesure AC par l'intermédiaire du choix de **AC - Alternating current voltammetry** pour le paramètre **Mode** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** ou **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Description:

En voltampérométrie AC, un voltage alternatif sinusoïdal de petite amplitude constante et de basse fréquence est surimposé à une rampe de voltage de courant direct en forme d'escaliers formée de manière digitale. On mesure la première ou la deuxième onde harmonique de la composante de courant alternatif i induite par le voltage alternatif en fonction du voltage U . On obtient ainsi des courbes en forme de pic (AC1) ou en forme de sinus (AC2), qui peuvent être évaluées à l'aide des différentes lignes de base disponibles, de type **linear**, **polynomial** ou **exponential**.



Paramètres de sweep:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input type="checkbox"/>
Start potential (V) :	-0.9
End potential (V) :	-0.1
Voltage step (V) :	0.006
Voltage step time (s) :	0.8
Amplitude (Vrms) :	0.01
Modulation time (s) :	0.05
Frequency (Hz) :	50
Phase sensitive : <input checked="" type="checkbox"/> (deg) :	0
2nd harmonic :	<input type="checkbox"/>

Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

Activer/désactiver la rotation de la RDE/SSE pendant le sweep.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de départ pour le potentiel de sweep.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le potentiel de sweep.

Voltage step (V) [> 0 V ; 0.006 V]

Pas de voltage pour la rampe de voltage continu.

Voltage step time (s) [> 0 s ; 0.8 s]

Intervalle de temps pour le pas de voltage; intervalle de temps, après que le voltage ait été augmenté ou réduit de la valeur **Voltage step**.

Amplitude (V) [> 0...+1 V ; 0.01 V]

Amplitude de voltage du voltage sinusoïdal superposé (valeur RMS).

Modulation time (s) [> 0 s ; 0.05 s]

Temps de modulation; intervalle de temps durant lequel le voltage sinusoïdal est superposé au voltage continu.

Frequency (Hz) [> 0...2000 Hz ; 50 Hz]

Fréquence du voltage sinusoïdal superposé.

Phase sensitive [on, off ; on]

Activer/désactiver la mesure sensitive de phase.

(deg) [-180/-90...+180/+90° ; 0°]

Angle de phase; décalage de phase du courant alternatif en relation avec le voltage alternatif. Pour AC1, l'angle de phase maximal est de $\pm 180^\circ$, pour AC2 $\pm 90^\circ$.

2nd harmonic [on, off ; off]

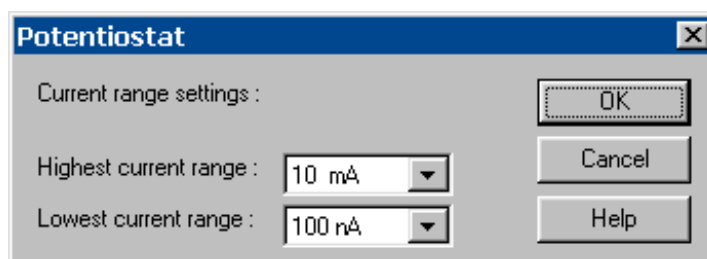
Activer/désactiver la mesure de la 2^{ième} harmonique (AC2).

Remarques :

- Le mode de mesure AC peut être employé avec tous les types d'électrodes.
- Pour le réglage de **Voltage step time**, il faut considérer les conditions suivantes:
Modulation time > 2 / Frequency
Modulation time < voltage step time + 0.45 s
- Le temps de mesure **t (i)** est défini de la manière suivante:
t (i) = Modulation time / 2

3.3 Potentiostat

Le potentiostat intégré dans le VA Computrace Stand 757 travaille normalement à sensibilité maximale pour les mesures de courant situées dans une gamme allant de 100 pA à 30 mA. Dépendant du courant mesuré, il choisit automatiquement la gamme de mesure de courant la mieux adaptée, se situant entre la plus petite et la plus grande valeur. Pour éviter les sauts de courant non souhaités lors de mesures rapides en mode CV, SqW ou DC, il peut être intéressant quelques fois, de limiter en conséquence la gamme de mesure de courant inférieure et/ou supérieure.



Highest current range [100 nA, 1/10/100 µA, 1/10 mA ; 10 mA]
 Limite supérieure de la gamme de mesure de courant.

Lowest current range [100 nA, 1/10/100 µA, 1/10 mA ; 100 nA]
 Limite inférieure de la gamme de mesure de courant.

3.4 Déroulement de programme général

Vue d'ensemble sur le déroulement de programme

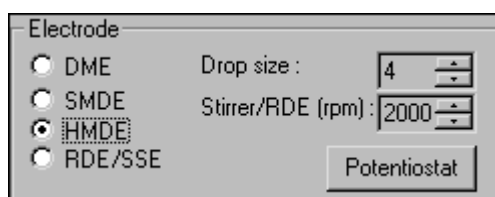
Le déroulement de programme est identique pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination» et comprend les étapes suivantes:

1. **Agiter**
 Agitation optionnelle de la solution échantillon pendant les étapes de préparation jusqu'au commencement du temps d'attente (voir *Agiter*).

2. **Dégazer**
Dégazage optionnel de la solution échantillon pendant le temps de dégazage **Initial purge time** (voir *Dégazer*).
3. **Formation de goutte**
Formation de la goutte de mercure à la MME, dans le cas où l'électrode **DME**, **SMDE** ou **HMDE** aurait été choisie (voir *Chap. 3.1*).
4. **Cycles de conditionnement**
Conditionnement optionnel des électrodes solides en appliquant des sweeps de conditionnement cycliques (voir *Conditionner*).
5. **Nettoyage**
Nettoyage optionnel des électrodes solides par application d'une tension de nettoyage pendant le temps de nettoyage **Cleaning time** (voir *Pré-traitement*).
6. **Déposition**
Déposition électrochimique optionnelle pour la voltampérométrie inversée, pendant le temps de préconcentration **Deposition time** (voir *Pré-traitement*).
7. **Temps d'attente**
Temps d'attente optionnel avant le commencement du sweep. Pendant le temps d'attente **Equilibration time**, l'agitation est interrompue et le potentiel de départ **Start potential** est appliqué aux électrodes (voir *Pré-traitement*).
8. **Passage de voltage (sweep)**
Début du sweep dépendant du mode de mesure (voir *Chap. 3.2*).
9. **Potentiel de repos**
Utilisation optionnelle d'un potentiel de repos **Stand-by potential** après la fin du sweep (voir *Potentiel de repos*).

Agiter

Lorsque l'agitateur est activé (**Stirrer > 0 rpm**), la solution dans le vase de mesure dans le VA Computrace Stand 757 est alors agitée pendant toutes les étapes de préparation jusqu'au commencement du temps de repos (exception: mesures hydrodynamiques dans le mode CV. Dans ce cas, une agitation a toujours lieu même pendant la mesure).



Stirrer (rpm) [0...3000 rpm ; 2000 rpm]
Rotations de l'agitateur par minute.

Dégazer

Sous le terme dégazer, on comprend la saturation de la solution de mesure avec un gaz inerte afin d'éliminer l'oxygène électrochimiquement actif et par conséquent, interférant. Une durée de dégazage de 3 à 5 minutes, avec le débit de gaz inerte réglé sur le VA Computrace Stand d'environ 20 L/h est en général suffisante. Pour un dégazage effectif, il est nécessaire d'effectuer en plus, une agitation de la solution de mesure.

Initial purge time (s) :	<input type="text" value="300"/>
--------------------------	----------------------------------

Initial purge time (s) [0...80600 s ; 300 s]

Durée de dégazage avant la première mesure de la solution échantillon.

Conditionner les électrodes solides

Les électrodes solides (et plus particulièrement les électrodes au carbone) peuvent être régénérées électrochimiquement par l'intermédiaire d'un nombre définissable au choix de cycles de conditionnement. A chaque cycle de conditionnement, on fait varier le potentiel à une vitesse de 1 V/s entre le potentiel de départ **Start potential** et le potentiel final **End potential**, puis inversement.

Conditioning cycles	
Start potential (V) :	<input type="text" value="-1.2"/>
End potential (V) :	<input type="text" value="-0.1"/>
No. of cycles :	<input type="text" value="0"/>

Start potential (V) [-5...+5 V ; -1.2 V]

Potentiel de départ pour le sweep de conditionnement cyclique.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le sweep de conditionnement cyclique.

No. of cycles [0...X ; 0]

Nombre de cycles de conditionnement.

Pré-traitement

Le pré-traitement d'une électrode avant le commencement d'un sweep, peut contenir les trois étapes suivantes:

- La **tension de nettoyage** peut être utilisée pour le nettoyage électrochimique des surfaces des électrodes solides, qui ont été contaminées par des produits provenant de procédés d'oxydoréduction aux électrodes.

- Le **potentiel de préconcentration** sert à l'enrichissement électrochimique en voltampérométrie inversée.
- Pendant le temps d'attente **Equilibration time**, le potentiel de départ du sweep est appliqué à l'électrode.

Pretreatment	
Cleaning potential (V) :	-0.1
Cleaning time (s) :	0
Deposition potential (V) :	-0.9
Deposition time (s) :	60
Equilibration time (s) :	5

Cleaning potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de nettoyage; tension, appliquée pendant le temps de nettoyage **Cleaning time** à l'électrode.

Cleaning time (s) [0...80600 s ; 0 s]

Temps de nettoyage; temps pendant lequel, la tension de nettoyage **Cleaning potential** est appliquée aux électrodes.

Deposition potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Tension de déposition; tension, qui est appliquée pendant le temps de déposition **Deposition time**.

Deposition time (s) [0...80600 s ; 60 s]

Temps de déposition; temps, pendant lequel la tension de déposition **Deposition potential** est appliquée.

Equilibration time (s) [0...80600 s ; 5 s]

Temps d'attente avant le commencement du sweep. L'agitateur est arrêté et le potentiel de départ appliqué.

Potentiel de repos

Le **potentiel de repos** peut seulement être appliqué aux électrodes après achèvement de la mesure. Il est actif, jusqu'à ce qu'il soit arrêté manuellement dans la fenêtre **COMPUTRACE CONTROL** ou jusqu'à ce qu'une nouvelle tension soit appliquée aux électrodes.

Cell off after measurement :	<input checked="" type="checkbox"/>
Stand-by potential (V) :	-0.1

Cell off after measurement [on, off ; on]

Activer/désactiver l'éteinte automatiquement de la tension appliquée aux électrodes après achèvement de la mesure.

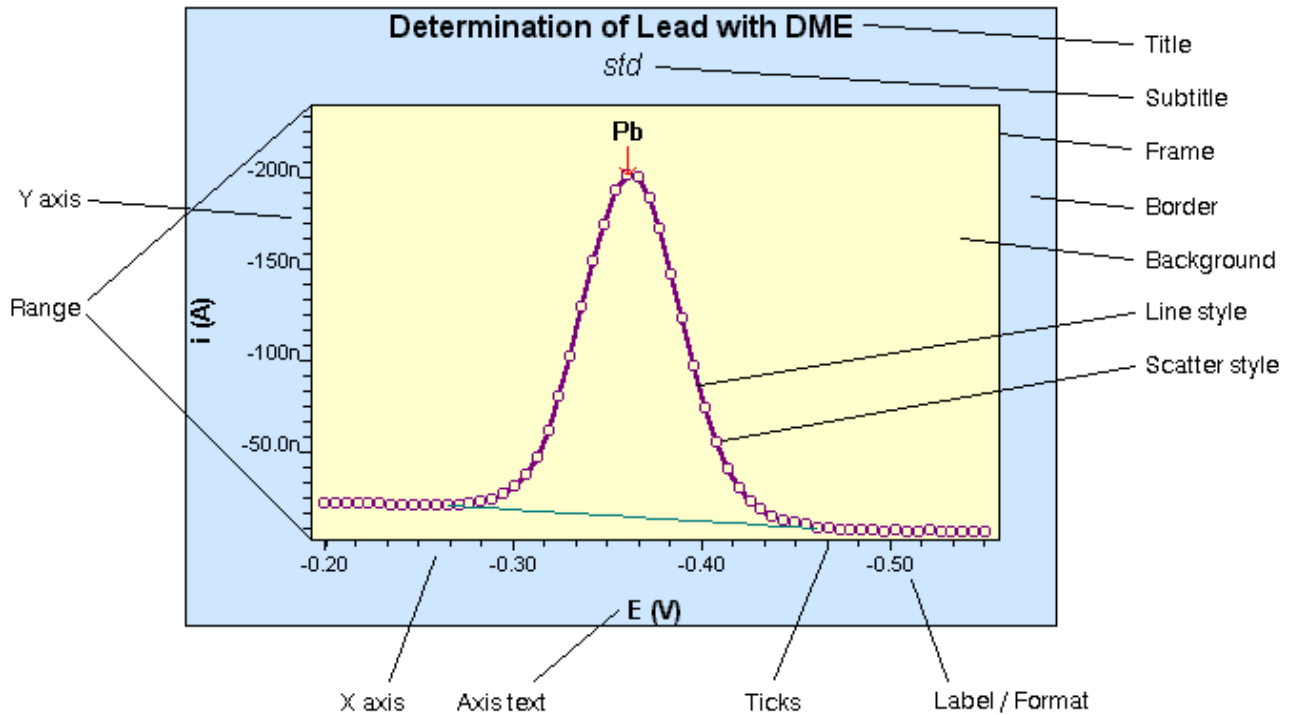
Stand-by potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de repos, qui est appliqué après achèvement de la mesure, dans le cas où **Cell off after measurement** serait en position **off**.

3.5 Réglages graphiques

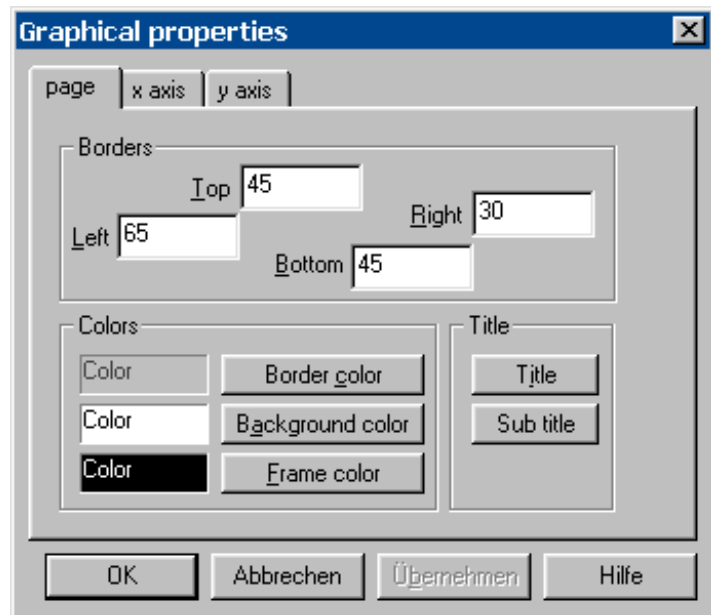
Éléments des fenêtres courbes

Toutes les fenêtres courbes dans les fenêtres **EXPLORATORY CURVES**, **DETERMINATION CURVES** et **MONITOR** possèdent les mêmes éléments, qui peuvent être modifiés au choix, dans les fenêtres **GRAPHICAL PROPERTIES** et **LINE PROPERTIES** (voir ci-dessous).



Propriétés de l'image

Les propriétés de l'image de toutes les fenêtres courbes peuvent être réglées sur la page **page** de la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES**.



Borders (Bords)

Top [≥ 0 pt ; 45 pt] (bord en haut)

Left [≥ 0 pt ; 65 pt] (bord à gauche)

Right [≥ 0 pt ; 30 pt] (bord à droite)

Bottom [≥ 0 pt ; 45 pt] (bord en bas)

Taille du bord en points (distance entre le bord extérieur de la fenêtre courbes et le cadre à l'intérieur de la fenêtre courbes).

Colors (Couleurs)

Border_color

Couleur du bord de la fenêtre courbes.

Background_color

Couleur à l'arrière de la fenêtre courbes.

Frame_color

Couleur du cadre de la fenêtre courbes.

Title (Titre)

Title

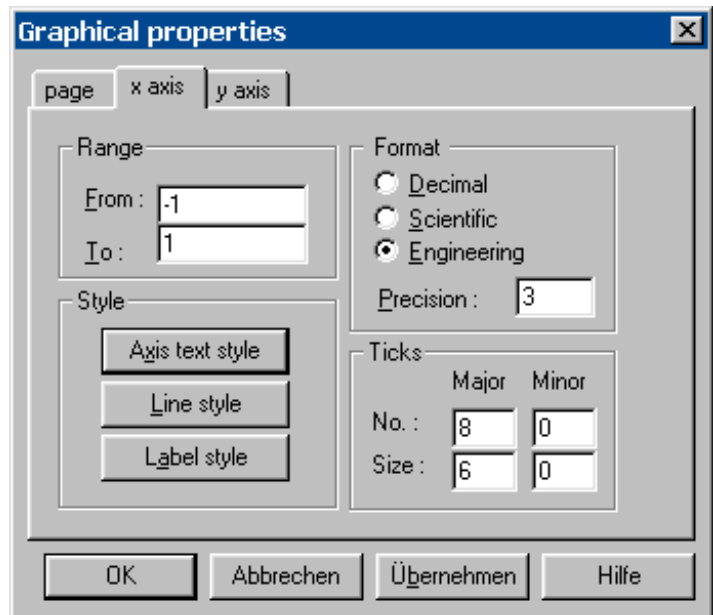
Écriture pour le titre dans la fenêtre courbes (pas de fonction dans la fenêtre **MONITORING**).

Sub title

Écriture pour le sous-titre dans la fenêtre courbes (pas de fonction dans les fenêtres **EXPLORATORY CURVES** et **MONITORING**).

Propriétés des axes

Les propriétés des axes X et Y de toutes les fenêtres courbes peuvent être réglées sur la page **x axis** ou **y axis** de la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES**.



Range (for x axis) (Domaine l'axe des X)

From [-5...+5 V ; -1 V]

Valeur limite inférieure pour l'axe des X (tension).

To [-5...+5 V ; -1 V]

Valeur limite supérieure pour l'axe des X (tension).

Range (for y axis) (Domaine pour l'axe des Y)

From [> 0 ; -1e-10]

Valeur limite inférieure pour l'axe des Y (intensité pour les techniques VA, dt/dU pour PSA).

To [> 0 ; 1e-10]

Valeur limite supérieure pour l'axe des Y (intensité pour les techniques VA, dt/dU pour PSA).

Style (Style)

Axis text style

Écriture pour l'identification des axes X et Y.

Line style

Caractéristiques de ligne pour les axes X et Y dans la fenêtre **LINE PROPERTIES** (voir *Caractéristiques de ligne*).

Label style

Écriture pour l'identification de l'axe X et Y.

Format

Format pour l'identification des axes X et Y. Les options suivantes sont disponibles:

Decimal

$\pm \#\#\.\#\#\#$ (Nombre de décimales)

Scientific

$\pm \#\.\#\#\# e \pm \#\#\#$ (Format scientifique)

Engineering

$\pm \#\#\#\.\#\# + \text{prefix}$ (Format technique)

Precision [≥ 0 ; 3]

Nombre de décimales significatives pour l'identification des axes X et Y.

Ticks (Traits d'échelle)

Définition des traits principaux et secondaires pour les axes X et Y.

No. [≥ 0 ; 8]

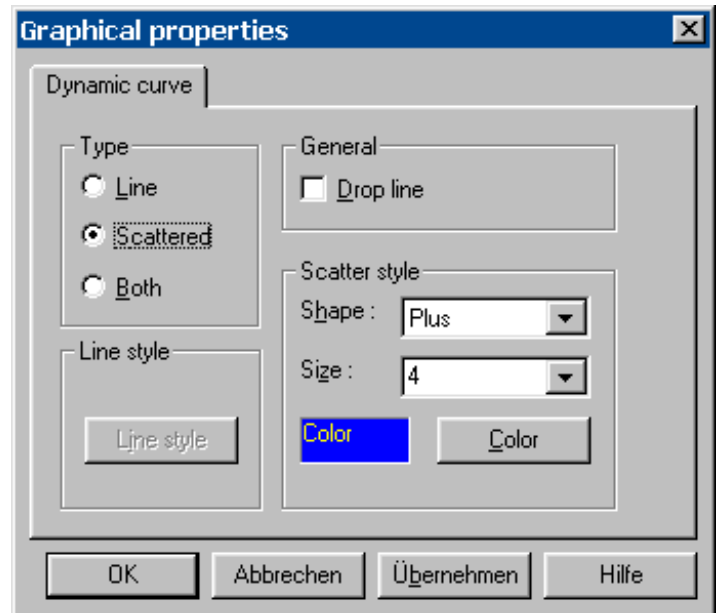
Nombre de traits principaux et secondaires pour les axes X et Y. Dans certains cas, le nombre entré est arrondi au nombre inférieur ou supérieur, suivant l'échelle.

Size [≥ 0 pt ; 6 pt]

Taille en points des traits principaux et secondaires pour les axes X et Y.

Propriétés de courbes

Les propriétés graphiques de toutes les courbes peuvent être réglées sur la page correspondante **curve** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES**.



Type (Type de courbe)

Line

Relier les points de mesure avec une ligne droite.

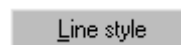
Scattered

Dessiner un symbole pour chaque point de mesure.

Both

Relier les points de mesure avec une ligne droite et dessiner un symbole pour chaque point de mesure.

Line style



Choix des caractéristiques de ligne pour la courbe dans la fenêtre **LINE PROPERTIES** (voir *Caractéristiques de ligne*).

General

Drop line

Dessiner des lignes verticales entre chaque point de mesure de la ligne inférieure de l'axe des X.

Scatter style

Shape [Dot, Box, Circle, Plus, X, Asterisk ; Plus]

Choix du symbole pour les points de mesure.

Size [1...12 ; 4]

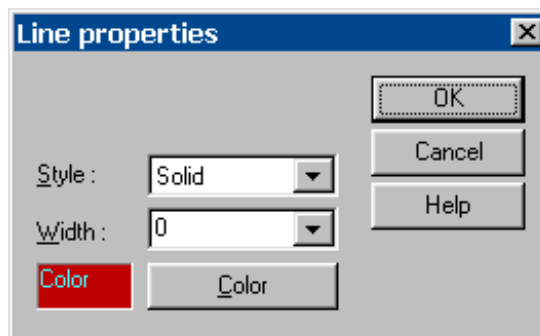
Taille du symbole en points.

Color

Couleur du symbole.

Propriétés de lignes

Définition des propriétés de ligne pour les lignes des axes et courbes.



Style [different styles ; Solid]

Forme de ligne (continue, en pointillés, etc.).

Width [0...8 ; 0]

Largeur de ligne en points (0 = Ligne fine).

Color

Couleur de ligne.

4 Mode d'utilisation «Exploratory»

4.1 Vue d'ensemble sur le mode d'utilisation «Exploratory»

Particularités du mode d'utilisation «Exploratory»

La partie de programme «Exploratory» a été spécialement conçue pour **l'analytique relative à la voltampérométrie qualitative** orientée plus particulièrement vers la pratique. Elle comprend sept techniques de mesure différentes et est plus particulièrement orientée vers l'exploitation des courbes. Vous obtenez deux fenêtres situées l'une à côté de l'autre représentant les voltammogrammes et les paramètres relatifs à leurs enregistrements. Les voltammogrammes peuvent être représentés de manière superposée, facilitant ainsi énormément les comparaisons entre les différentes courbes.

Les pics et les courbes en forme de vague des mesures effectuées peuvent être évaluées automatiquement ou manuellement, après fixation des points de base. Il est possible d'obtenir les valeurs d'intensité et de tension de chaque point, en suivant le profil de la courbe à l'aide d'un curseur.

Grâce aux possibilités dont elle dispose, cette partie de programme offre une très grande aide quant au développement et à l'optimisation de méthodes pour la détermination quantitative de substances. Les paramètres voltampérométriques ainsi optimisés peuvent en plus être directement utilisés dans la méthode de travail de la partie de programme «Détermination».

Choix du mode d'utilisation «Exploratory»



757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory

Changement pour le mode d'utilisation «Exploratory» pour l'enregistrement et l'affichage de signaux.

Fenêtre dans le mode d'utilisation «Exploratory»



757 VA COMPUTRACE / Window / Exploratory specification (F11)

La fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** est ouverte ou fermée (dans le cas où elle serait déjà ouverte).

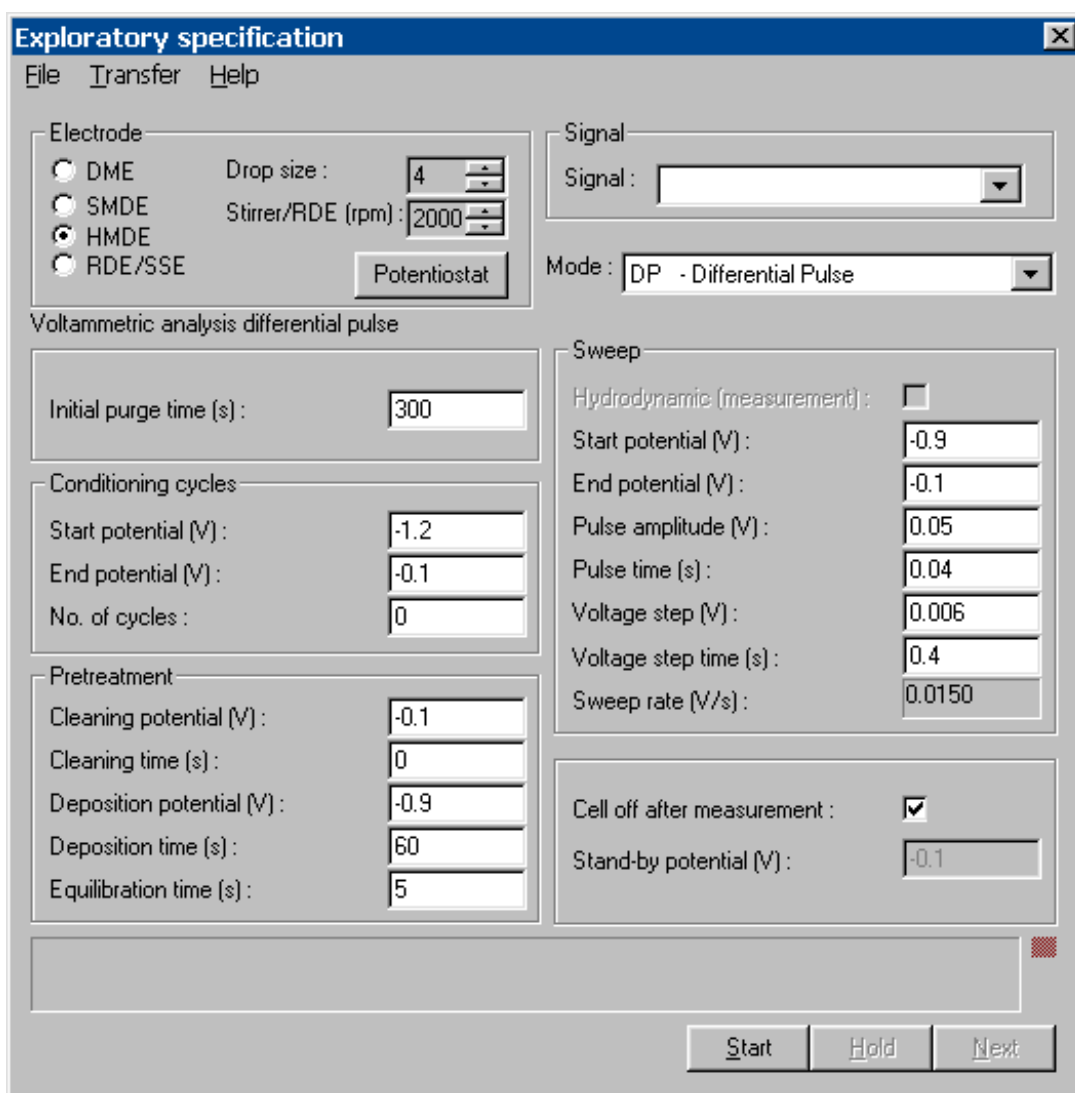
757 VA COMPUTRACE / Window / Exploratory curves (F12)

La fenêtre **EXPLORATORY CURVES** est ouverte ou fermée (dans le cas où elle serait déjà ouverte).

4.2 Fenêtre «Exploratory specification»

Réglages dans la fenêtre «Exploratory specification»

La fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** contient tous les réglages relatifs à l'enregistrement des courbes de signaux. La plupart des réglages sont identiques pour les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Détermination» et sont, pour cette raison, présentés dans le *Chapitre 3*.



Electrode voir *Electrodes*, Chap. 3.1

Drop size voir *Electrodes*, Chap. 3.1

Stirrer voir *Agiter*, Chap. 3.4

Potentiostat voir *Potentiostat*, Chap. 3.3

Initial purging time	voir <i>Dégazer</i> , Chap. 3.4
Conditioning cycles	voir <i>Conditionner</i> , Chap. 3.4
Pretreatment	voir <i>Pré-traitement</i> , Chap. 3.4
Signal	Choix du fichier signaux, devant être affiché avec les propriétés Selected signal properties . Une étoile * indique le fichier signaux, dont les paramètres sont chargés dans la mémoire de travail.
Mode	Choix du mode de mesure VA, voir <i>Modes de mesure VA</i> , Chap. 3.2
Sweep	Paramètres relatifs au mode de mesure choisi, voir <i>Modes de mesure VA</i> , Chap. 3.2
Stand-by potential	voir <i>Potentiel de repos</i> , Chap. 3.4

Charger et mettre en mémoire des signaux

Les fichiers signaux (*.sig) contiennent les données de mesure et les spécifications d'un signal enregistré dans le mode d'utilisation «Exploratory».



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / New parameters

Charger les paramètres standards pour l'électrode et le mode de mesure choisis.



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal

Charger un fichier signaux existant. Normalement, les fichiers signaux sont mis en mémoire dans le dossier **Data**.



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Save signal as ...

Le signal chargé dans la mémoire de travail est enregistré dans un nouveau fichier (ceci n'est possible que pour un signal marqué par une étoile *). Entrez le nom et le dossier pour l'enregistrement du fichier signaux.

EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Export signal points

Enregistrer les points de mesure du signal chargé dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier avec l'extension *.txt. Ce fichier de texte contient en premier le bloc avec les paramètres de méthode utilisés. Il s'ensuit le bloc sweep, qui comporte au début le nombre de valeurs de mesure et finalement les valeurs X et Y. Les fichiers peuvent être importés dans un tableur tel que par exemple Excel.

EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Export voltammetric parameters ...

Enregistrer les paramètres de voltampérométrie du signal chargé dans la mémoire de travail dans un fichier ASCII avec l'extension *.txt. Ces fichiers peuvent être importés dans un programme tableur tel que Excel ou dans un programme de traitement de textes tel que Word.

Transférer les paramètres et les données

Les paramètres de mesure et/ou les points de mesure de fichiers de signaux peuvent être transférés entre les deux modes d'utilisation «Exploratory» et «Determination».

EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / To working method

Transférer les paramètres de mesure de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / From working method

Transférer les paramètres de mesure de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.

EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / From determination method

Transférer les paramètres de mesure de la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.

EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Data to determination

Transférer les données de mesure du fichier signaux chargé dans le fichier de détermination chargé. Le set de données dans lequel les données de mesure doivent être transférées doit être spécifié par l'entrée du code VR (numéro de variation et réplique).

Réaliser des mesures de signaux

Les mesures de signaux dans le mode d'utilisation «Exploratory» peuvent être effectuées à l'aide des symboles suivants (dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**) ou par l'intermédiaire des boutons (dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**):



Démarrer la mesure

Le déroulement de programme défini dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** est activé (voir *Chap. 3.4*). Chaque pas de programme est affiché sur la première ligne de la fenêtre statut, à côté du bouton **<Start>**.

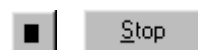


Le sweep en cours est affiché continuellement dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**; les axes sont mis à l'échelle automatiquement. Une nouvelle échelle manuelle peut être appliquée en appuyant sur la touche **<F4>**.

Si la petite lampe rouge sur le côté gauche du bouton **<Stop>** s'allume, cela indique une surcharge de courant ("Overload"). Interrompez dans ce cas la mesure et modifiez les paramètres de mesure.

Sur la deuxième ligne de la fenêtre des statuts, sont affichés les remarques ou les messages d'erreur relatifs à la mesure en cours.

Une mesure en cours peut être arrêtée, interrompue, puis redémarrée. Chaque pas de programme peut être raccourci d'une étape en appuyant sur le bouton **<Next>** permettant d'accéder à l'étape suivante.



Arrêter la mesure

Arrêter immédiatement la mesure en cours.



Interrompre la mesure

Interrompre immédiatement la mesure en cours.



Poursuivre la mesure

Poursuivre la mesure interrompue.



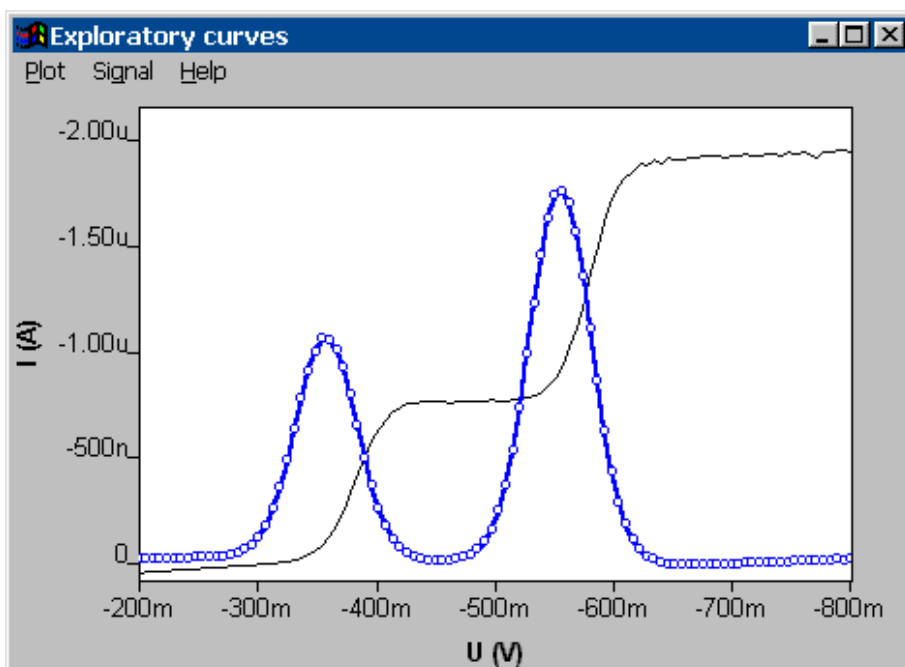
Etape suivante

Accéder à l'étape suivante dans le déroulement de programme.

4.3 Courbes de signaux

Fenêtre «Exploratory curves»

La fenêtre **EXPLORATORY CURVES** montre toutes les courbes des fichiers de signaux chargés et (dans le cas où un sweep serait en cours de déroulement), la courbe de mesure actuelle.



Si une courbe de signaux est chargée ou enregistrée, les axes possèdent alors l'orientation suivante:

X-Achse La courbe de signaux dernièrement chargée ou mesurée est affichée avec une orientation allant de la gauche vers la droite. Pour les sweeps de voltampérométrie cyclique, le sweep aller est affiché avec une orientation allant de gauche à droite.

Y-Achse L'axe des Y est toujours affiché avec les valeurs positives dirigées vers le haut et les valeurs négatives vers le bas.

Charger les courbes de signaux

Les courbes de signaux sont disponibles dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**, en chargeant le fichier signaux (*.sig) dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal

Charger un fichier signaux existant. Normalement les fichiers signaux sont mis en mémoire dans le dossier **Data**. Il est possible de marquer et de charger plusieurs fichiers signaux simultanément (Ctrl + marquer).

Choisir les courbes de signaux

Une courbe de signaux chargée dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** est toujours représentée avec les propriétés **Selected signal properties**; ces dernières peuvent cependant être sélectionnées de manière différente, que pour toutes les autres courbes (voir *Propriétés de courbes*, Chap. 3.5). Cette courbe de signaux est choisie dans le champ **Signal** de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**. Une étoile * dans ce champ indique le fichier de signaux dont les paramètres sont chargés dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**. Seul ce fichier peut être mis en mémoire.

Zoomer

Certains domaines de la courbe dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** peuvent être agrandis en zoomant la surface souhaitée, en restant appuyé sur la touche gauche de la souris (pour revenir en arrière, voir *Echelle automatique*).

Echelle automatique

EXPLORATORY CURVES / Plot / Auto scale (F4)

Remise en arrière de la fonction permettant de zoomer et mettre les axes X et Y à l'échelle, de façon à ce que tous les points de mesure de toutes les courbes de signaux soient visibles complètement. Cette fonction est également active lorsque des mesures sont en cours de déroulement.

Inverser les axes

EXPLORATORY CURVES / Plot / Swap axis / abscissa

Inverser l'axe des X de la courbe de signaux actuelle.

EXPLORATORY CURVES / Plot / Swap axis / ordinate

Inverser l'axe des Y de la courbe de signaux actuelle.

Propriétés graphiques pour les courbes de signaux

EXPLORATORY CURVES / Plot / Page properties

Les propriétés d'image de la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** peuvent être réglées sur la page **page** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (détails voir *Propriétés de l'image*, Chap. 3.5).

Les propriétés des axes X et Y peuvent être réglées sur les pages **x axis** et **y axis** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (détails voir *Propriétés des axes*, Chap. 3.5).

EXPLORATORY CURVES / Plot / Dynamic signal properties

Les propriétés de la courbe de signaux dynamique (mesure en cours) peuvent être réglées sur la page **Dynamic curve** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (détails voir *Propriétés de courbes*, Chap. 3.5).

EXPLORATORY CURVES / Plot / Selected signal properties

Les propriétés de la courbes de signaux choisie peuvent être réglées sur la page **Selected curve** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (détails voir *Propriétés de courbes*, Chap. 3.5).

EXPLORATORY CURVES / Plot / Other signal properties

Les propriétés de toutes les autres courbes de signaux peuvent être réglées sur la page **Other curves** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (détails voir *Propriétés de courbes*, Chap. 3.5).

Line style

Les propriétés de ligne pour les axes et les courbes de signaux peuvent être réglées dans la fenêtre **LINE PROPERTIES** (détails voir *Propriétés de lignes*, Chap. 3.5).

Copier dans la mémoire intermédiaire**EXPLORATORY CURVES / Plot / Copy to clipboard**

Le contenu actuel de la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** est copié dans la mémoire intermédiaire.

Modifier l'inscription**EXPLORATORY CURVES / Plot / Change Y axis text**

Modifier le texte d'inscription de l'axe des Y.

EXPLORATORY CURVES / Plot / Change title

Modifier le texte du titre affiché au-dessus de la courbe.

Effacer les courbes de signaux

Une seule ou toutes les courbes de signaux qui sont chargées dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**, peuvent être effacées par l'intermédiaire du point de menu correspondant dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Clear

Effacer la courbe de signaux choisie dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

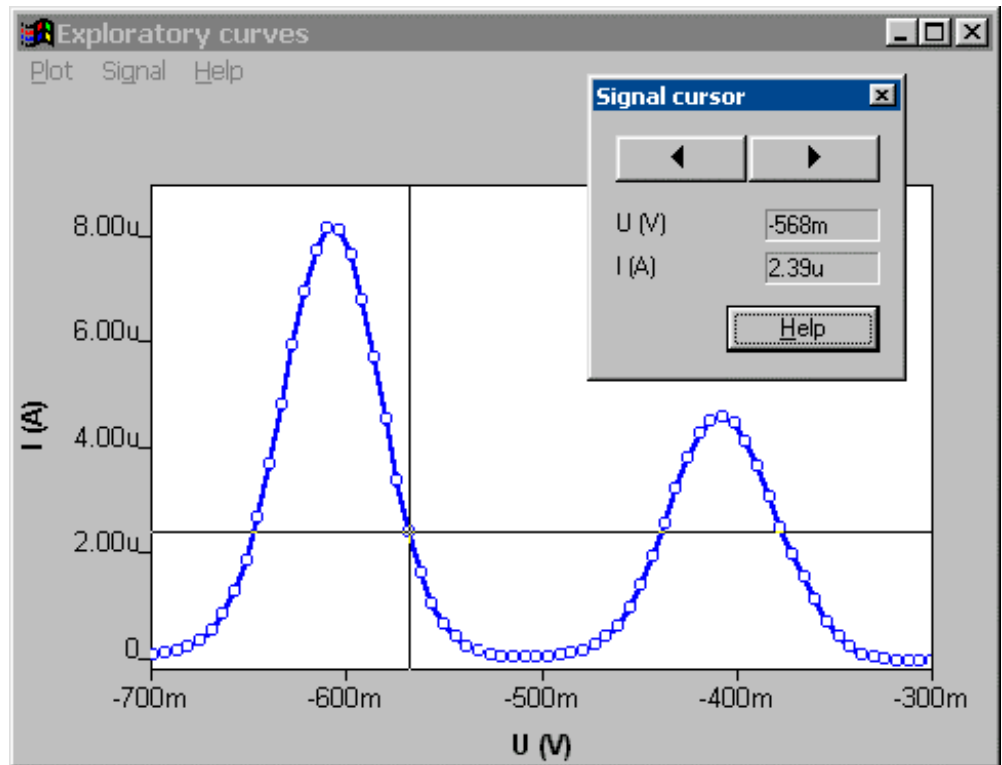
EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Clear all

Effacer toutes les courbes de signaux choisies dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

Curseur signal

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Signal cursor

Ouvrir la fenêtre **SIGNAL CURSOR** pour le choix des points de mesure. Les valeurs X et Y du point de mesure sélectionné sont affichées dans la fenêtre.



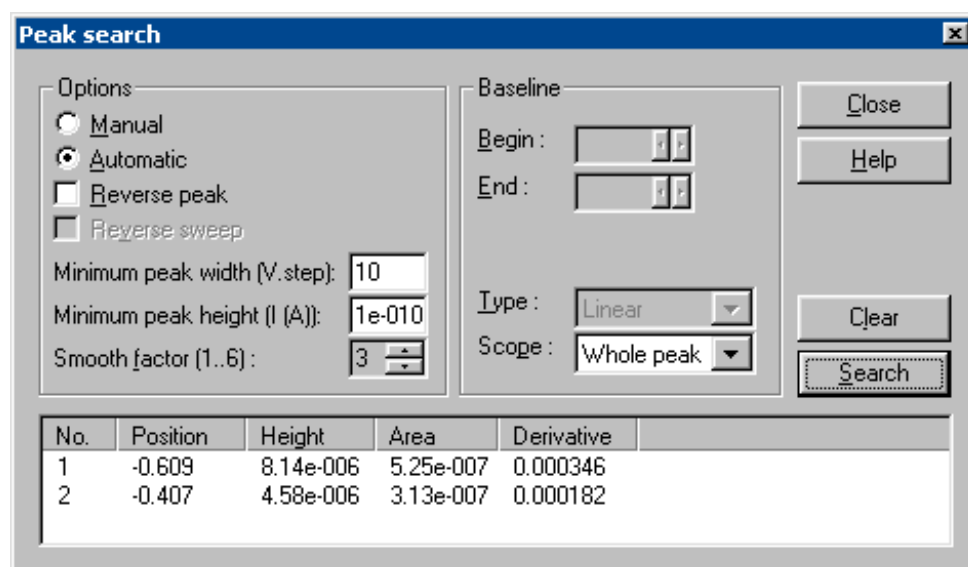
Déplacer le curseur sur le point de mesure précédent ou suivant, sur le profil du signal sélectionné.

Recherche de pic

Evaluation automatique ou manuelle des pics des courbes de signaux enregistrés. Les résultats (position de pic, hauteur, surface, dérivée) sont présentés dans le tableau des résultats, la ligne de base calculée et les positions de pics sont affichées en plus dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search

Ouvrir la fenêtre **PEAK SEARCH** pour la mise en route de l'évaluation quantitative des pics.



Options Paramètres généraux pour l'évaluation des pics.

Manual

Les points de base pour le calcul de la ligne de base doivent être positionnés manuellement.

Automatic

Les points de base pour le calcul de la ligne de base sont calculés automatiquement.

Reverse peak

Rendre possible l'évaluation de pics inversés (comparer les pics de direction opposée avec la direction du sweep: pics négatifs lors de sweeps anodiques; pics positifs lors de sweeps cathodiques).

Reverse sweep

Rendre possible l'évaluation de voltammogrammes cycliques en sweep arrière (seulement possible en CV).

Minimum Pic width (V.step) [≥ 0 ; 10]

Largeur de pic minimale pour la reconnaissance de pic, à donner en tant que nombre de pas de tension **Voltage steps** (= nombre de points de mesure).

Minimum Pic height (A) [> 50 pA ; 100 pA]


Hauteur de pic minimale pour la reconnaissance de pic.

Smooth factor [1...6 ; 3]


Facteur de lissage pour le lissage selon Savitzky-Golay de la ligne de base (1 = lissage min., 6 = lissage max.).

Baseline Paramètres pour le calcul de ligne de base.

Begin (V) [Start potential...End potential ; -]

Réglage manuel de la base du point de départ de la ligne de base pour le calcul de ligne de base. Les valeurs peuvent être augmentées ou réduites en appuyant sur les boutons  ou en appuyant sur les touches ↑ ou ↓. Lors d'une évaluation de pic automatique, ce champ ne peut pas être édité (Affichage **n/a**).

End (V) [Start potential...End potential ; -]

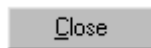
Réglage manuel de la base du point final de la ligne de base pour le calcul de ligne de base. Les valeurs peuvent être augmentées ou réduites en appuyant sur les boutons  ou en appuyant sur les touches ↑ ou ↓. Lors d'une évaluation de pic automatique, ce champ ne peut pas être édité (Affichage **n/a**).

Type [Linear, Polynomial, Exponential ; Linear]

Choix du type de ligne de base.

Scope [Whole peak, Front end, Rear end ; Whole Pic]

Choix du domaine relatif au calcul de la ligne de base. Ce champ ne peut être édité que lorsque le type de ligne de base **Linear** a été choisi.

 Close

Fermer la fenêtre **PEAK SEARCH**.

 Clear

Effacer tous les résultats de l'évaluation des pics, qui sont présentés dans le tableau des résultats et dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

 Search

Démarrer l'évaluation des pics avec les paramètres actuellement entrés dans la fenêtre **PEAK SEARCH**. Les lignes de base calculées et les positions de pic sont affichées dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

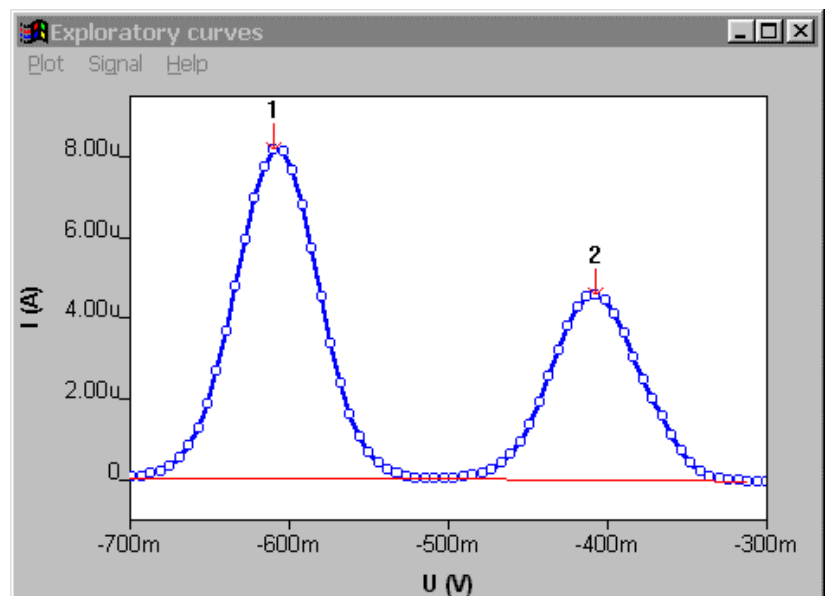


Tableau des résultats

Affichage des résultats de l'évaluation des pics.

No. Numéro de résultat. Ce numéro est également affiché dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**. En appuyant sur ce numéro avec la touche de droite de la souris, il est possible d'ouvrir le menu suivant:

Edit baseline

Ouvrir la fenêtre **EDIT BASELINE** pour effectuer un changement ultérieur de l'évaluation des pics pour le pic sélectionné (voir *Editer les pics*).

Copy

Copier les lignes de résultats sélectionnées dans la mémoire intermédiaire.

Copy All ou Copy Pic List

Copier toutes les lignes de résultats dans la mémoire intermédiaire.

Copy Graphed Results

Copier le contenu actuel de la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** dans la mémoire intermédiaire.

Position (V)

Potentiel de pic calculé au maximum de pic.

Height (A)

Hauteur de pic calculée de la ligne de base jusqu'au maximum de pic.

Area (W)

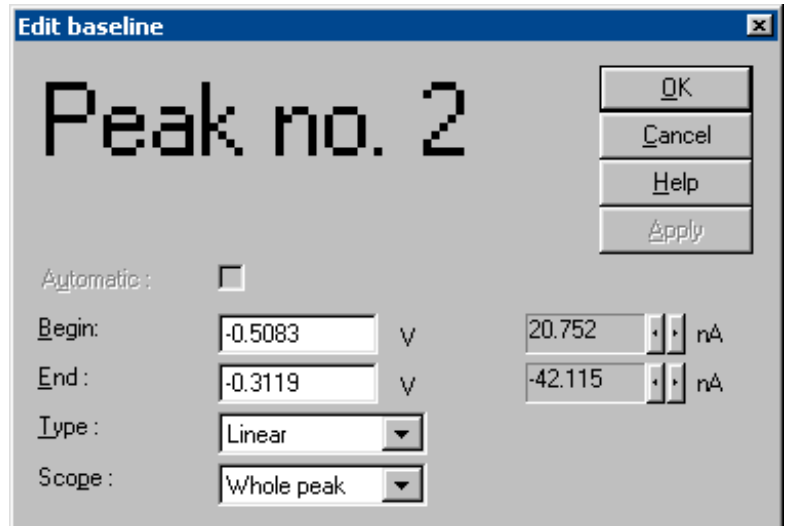
Surface de pic calculée entre la ligne de base et la courbe de pic.


Derivative


Différence calculée entre le maximum positif et le maximum négatif de la première dérivée du voltammogramme.

Editer la ligne de base

Changement ultérieur de l'évaluation de pic d'un pic trouvé. Les résultats sont affichés dans la fenêtre **PEAK SEARCH**. Cette fenêtre peut être ouverte, en appuyant avec la touche droite de la souris sur le numéro d'un pic trouvé dans la fenêtre **PEAK SEARCH** et en choisissant le point de menu **Edit baseline**.



Begin Réglage manuel de la base du point de départ de la ligne de base pour le calcul de ligne de base. Le point de base peut être varié soit en modifiant la valeur de tension dans le premier champ, soit en appuyant sur le bouton  dans le deuxième champ, qui affiche la valeur d'intensité actuelle.

End Réglage manuel de la base du point final de la ligne de base pour le calcul de ligne de base. Le point de base peut être varié soit en modifiant la valeur de tension dans le premier champ, soit en appuyant sur le bouton  dans le deuxième champ, qui affiche la valeur d'intensité actuelle.

Type [**Linear, Polynomial, Exponential ; Linear**]
Choix du type de ligne de base

Scope [**Whole peak, Front end, Rear end ; Whole Pic**]
Choix du domaine pour le calcul de la ligne de base.
Ce champ ne peut être édité que lorsque le type de ligne de base **Linear** a été choisi.



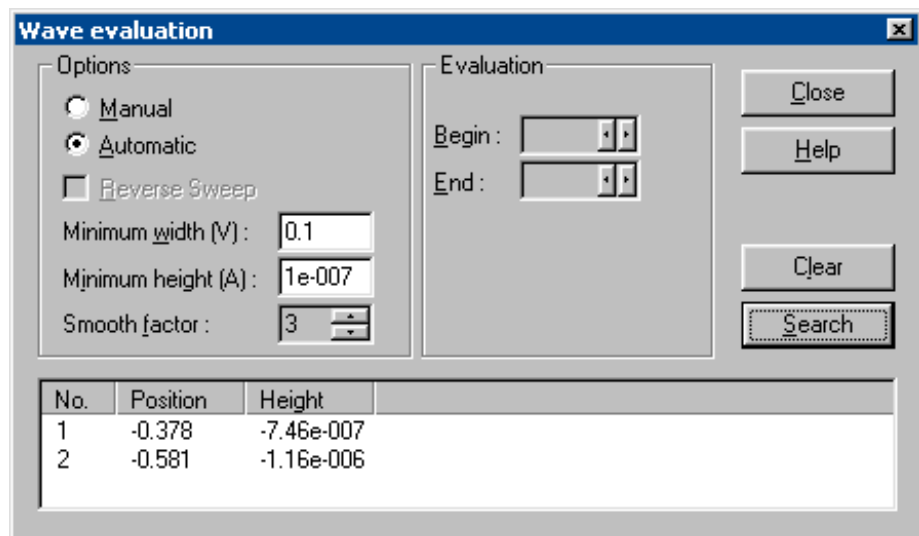
Démarrer une nouvelle évaluation de pic avec les paramètres actuels entrés dans la fenêtre **EDIT PEAK**.

Evaluation de courbe en forme d'étage

Evaluation automatique de courbes en forme de vague lors de courbes de signaux enregistrés dans les modes DC et NP. Les résultats (position du potentiel de demi-vague et hauteur de la vague) sont présentés dans le tableau des résultats; les tangentes calculées et les positions des potentiels de demi-vague sont affichées dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Wave evaluation

Ouvrir la fenêtre **PEAK SEARCH** pour la mise en route de l'évaluation quantitative de la courbe en forme de vague.



Options Paramètres généraux pour l'évaluation des courbes en forme de vague.

Manual Evaluation manuelle des courbes en forme de vague. Les points de départ et d'arrivée nécessaires au calcul des tangentes doivent être placés manuellement.

Automatic Evaluation manuelle des courbes en forme de vague automatique. Les points de départ et d'arrivée nécessaires au calcul des tangentes sont placés automatiquement.

Minimum width (V) [> 0...5 V ; 0.1 V]
Largeur minimale pour l'évaluation des courbes en forme de vague.

Minimum height (A) [> 50 pA ; 100 nA]
Hauteur de vague minimale pour l'évaluation des courbes en forme de vague.

Smooth factor [1...6 ; 3]
Facteur de lissage pour le lissage selon Savitzky-Golay de la courbe en forme de vague (1 = lissage min., 6 = lissage max.).

Close

Fermer la fenêtre **WAVE EVALUATION**.

Clear

Effacer tous les résultats de l'évaluation des courbes en forme de vague, qui sont présentés dans le tableau des résultats dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

Search

Démarrer l'évaluation des courbes en forme de vague avec les paramètres actuels de la fenêtre **PEAK SEARCH**. Les positions calculées des potentiels de demi-vague et des tangentes sont affichées dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**.

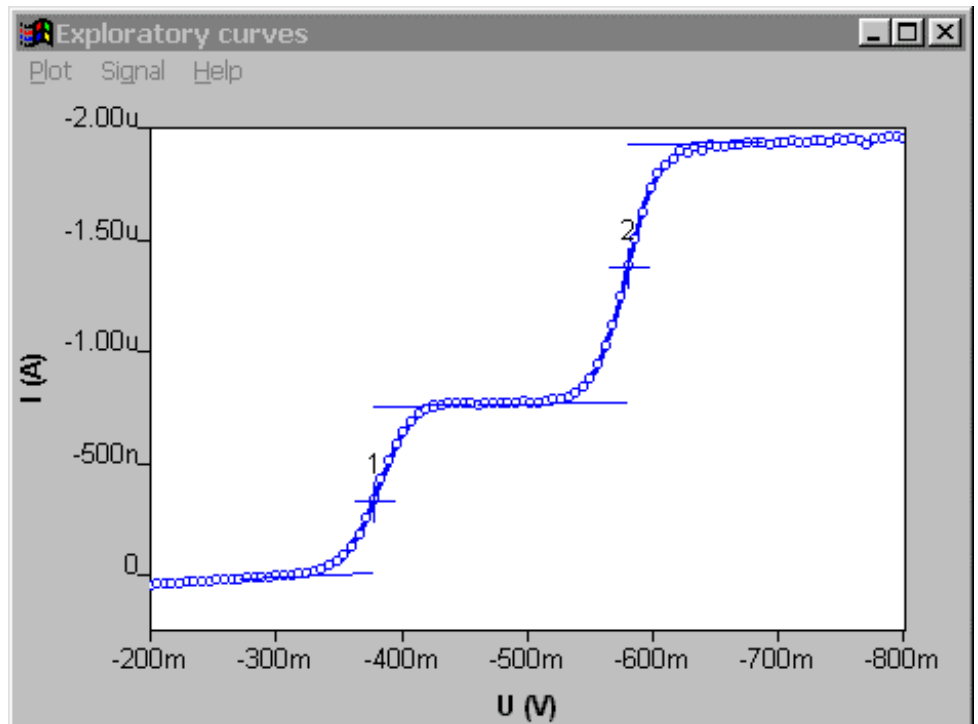


Tableau des résultats

Affichage des résultats de l'évaluation des courbes en forme de vague.

No. Numéro de résultat. Ce numéro est également affiché dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**. En appuyant sur ce numéro, avec la touche droite de la souris, il est possible d'ouvrir les menus suivants:

Copy

Copier les lignes de résultats sélectionnées dans la mémoire intermédiaire.

Copy All ou **Copy Peak List**

Copier toutes les lignes de résultats dans la mémoire intermédiaire.

Copy Graphed Results

Copier le contenu actuel de la fenêtre

EXPLORATORY CURVES dans la mémoire intermédiaire.

Position (V)

Potentiel de demi-vague calculé.

Height (A)

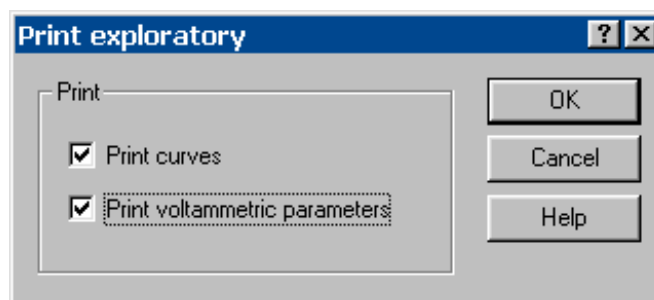
Hauteur de vague calculée entre les tangentes à la position du potentiel de demi-vague.

4.4 Imprimer dans le mode d'utilisation «Exploratory»



757 VA COMPUTRACE / File / Print (Ctrl+P)

Imprimer les paramètres et/ou les courbes. La fenêtre **PRINT EXPLORATORY** apparaît, permettant de choisir les éléments à imprimer.



Si **Print curves** est activé, le contenu de la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** est alors imprimé sur la première moitié supérieure de la page (lorsque le format portrait a été choisi) ou sur toute la page (lorsque le format paysage a été choisi).

Les courbes et les paramètres voltampérométriques sont toujours imprimés sur deux pages différentes.

5 Mode d'utilisation «Determination»

5.1 Vue d'ensemble sur le mode d'utilisation «Determination»

Particularités du mode d'utilisation «Determination»

La partie de programme «Determination» sert à l'**analyse voltampérométrique quantitative** de substances inorganiques et organiques. Elle comprend six différentes techniques de mesure et la possibilité d'effectuer de la voltampérométrie inversée (méthodes de stripping). L'évaluation quantitative peut être réalisée soit par la méthode des additions standards, soit à l'aide d'une courbe de calibrage.

L'**évaluation des pics** a lieu de manière automatique et pour l'approximation de la ligne de base, on peut choisir entre différentes fonctions (linéaire, polynomial, exponentielle). Pour les pics asymétriques, il est possible de ne prendre en considération que la première ou la dernière moitié du pic.

L'évaluation des pics et le calcul des résultats sont documentés dans un **rapport** pouvant être mis en mémoire au choix de manière individuelle; ce dernier peut également contenir les voltammogrammes et les droites de calibrage.

Les paramètres de l'analyse voltampérométrique sont enregistrés dans un fichier méthode. La méthode chargée dans la mémoire de travail et utilisée pour les nouvelles déterminations est appelée **méthode de travail ("Working Method")**. Contrairement à cela, la **méthode de détermination ("Determination Method")** représente chaque méthode, qui a été utilisée pour l'enregistrement de la détermination chargée et qui a été enregistrée avec les données de mesure dans le fichier de détermination.

Choix du mode d'utilisation «Determination»



757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination

Changement pour mode d'utilisation «Determination» pour l'enregistrement et l'affichage de déterminations.

Fenêtre dans le mode d'utilisation «Determination»



757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification (F6)

La fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**

est ouverte ou (dans le cas où elle serait déjà ouverte) refermée. Elle contient les spécifications de la méthode de travail chargée dans la mémoire de travail.



757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor (F7)

La fenêtre **MONITOR** est ouverte ou (dans le cas où elle serait déjà ouverte) refermée. Elle sert à faire démarrer une détermination à l'aide de la méthode de travail et montre les courbes de mesure actuelles de la détermination en cours.



757 VA COMPUTRACE / Window / Determination curves (F8)

La fenêtre **DETERMINATION CURVES** est ouverte ou (dans le cas où elle serait déjà ouverte) refermée. Elle montre les courbes de détermination et de calibrage de la détermination chargée et offre la possibilité de pouvoir effectuer un calcul nouveau et des changements dans la détermination chargée.



757 VA COMPUTRACE / Window / Results (F9)

La fenêtre **RESULTS** est ouverte ou (dans le cas où elle serait déjà ouverte) refermée. Elle comprend le rapport complet de la détermination chargée.



757 VA COMPUTRACE / Window / Sample table (F10)

La fenêtre **SAMPLE TABLE** est ouverte ou (dans le cas où elle serait déjà ouverte) refermée.

5.2 Méthode de travail

Charger et enregistrer des méthodes

Les fichiers de méthodes (*.mth) contiennent toutes les spécifications et les paramètres pour la réalisation d'une détermination.



757 VA COMPUTRACE / File / New method (Ctrl+N)

Charger une méthode standard avec mode DP dans la mémoire de travail pour créer une nouvelle méthode.



757 VA COMPUTRACE / File / Load method (Ctrl+O)

Charger un fichier méthode déjà existant dans la mémoire de travail. Le nom de la méthode chargée est affiché dans la barre des statuts de la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.



757 VA COMPUTRACE / File / Save method (Ctrl+S)

Enregistrer la méthode actuellement chargée dans la mémoire de travail. Dans le cas où la méthode aurait été modifiée depuis le chargement, le message **The file already exists. Over-**

write? apparaît alors. Appuyez sur **Yes** pour écraser le fichier méthode ou sur **No** pour interrompre l'enregistrement.

757 VA COMPUTRACE / File / Save method as ...

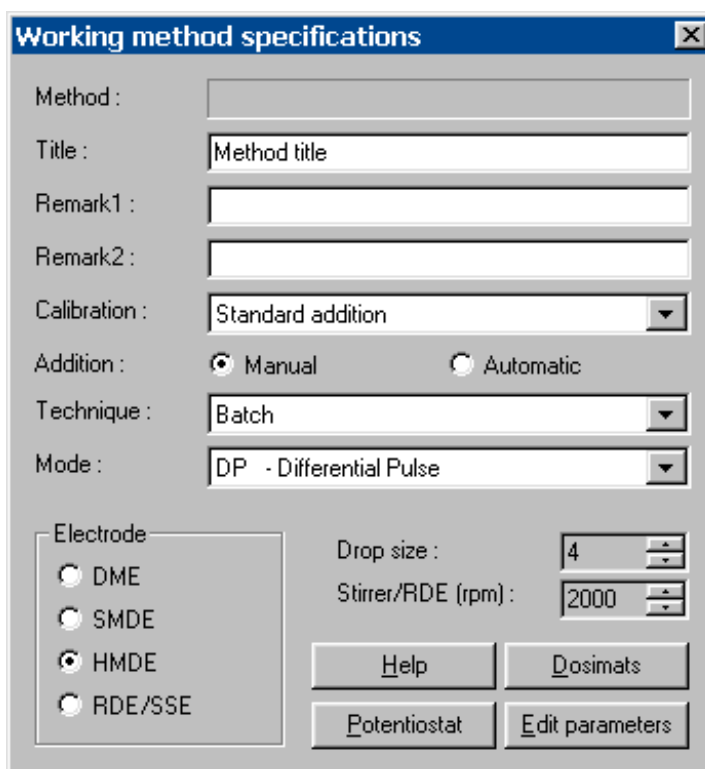
Enregistrer la méthode chargée actuellement dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier. Entrez le nom et le dossier pour l'enregistrement du fichier méthode.

757 VA COMPUTRACE / File / Export results ...

Enregistrer le rapport de résultats de la détermination actuellement chargée dans la mémoire de travail dans un fichier ASCII avec l'extension ***.txt**. Ces fichiers de texte peuvent être importés dans des programmes tableurs, tel que par exemple Microsoft Excel.

Fenêtre «Working method specifications»

La fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** contient les spécifications les plus importantes de la méthode de travail (dans la méthode chargée dans la mémoire de travail). Les réglages et paramètres restant pour la méthode de travail peuvent être appelés en appuyant sur les boutons **<Edit parameters>**, **<Potentiostat>** et **<Dosimats>**.



Method [Affichage seulement]

Nom du fichier de la méthode chargée dans la mémoire de travail (apparaît seulement lorsque la méthode a déjà été enregistrée).

Title [0...68 caractères ; "Method title"]

Titre de méthode.

Remark1 [0...68 caractères ;]

Remarque 1 relative à la méthode.

Remark2 [0...68 caractères ;]

Remarque 2 relative à la méthode.

Calibration [voir ci-dessous; Standard addition manual]

Choix de la technique de calibrage (voir également *Chap. 5.7*):

Standard addition

Addition standard. Le nombre d'additions standards est défini sur la page **Determination**, les solutions d'addition sur la page **Substances**, et les Dosimats dans la fenêtre **DOSIMATS**.

Sample with calibration curve

Détermination d'un échantillon à l'aide d'une courbe de calibrage enregistrée préalablement. La détermination avec la courbe de calibrage enregistrée doit être définie sur la page **Determination**.

Record calibration curve

Enregistrement de courbes de calibrage. Le nombre d'additions de solution est défini sur la page **Determination**, les solutions elles-mêmes sur la page **Substances** et les Dosimats dans la fenêtre **DOSIMATS**.

Addition [Manual, Automatic ; Manual]

Choix de la méthode par addition standard manuelle ou automatique, respectivement, enregistrement des courbes de calibrage.

Manual Addition standard manuelle respectivement enregistrement des courbes de calibrage à l'aide d'une pipette.

Automatic

Addition standard automatique respectivement enregistrement des courbes de calibrage à l'aide de Dosimats.

Technique [voir ci-dessous ; Batch]

Choix de la technique de mesure:

Batch Mesure sans échange de solution.



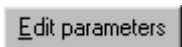
Batch with solution exchange

Mesure avec échange de solution pour chaque addition standard ou solution de calibrage.

Taken from calibration curve

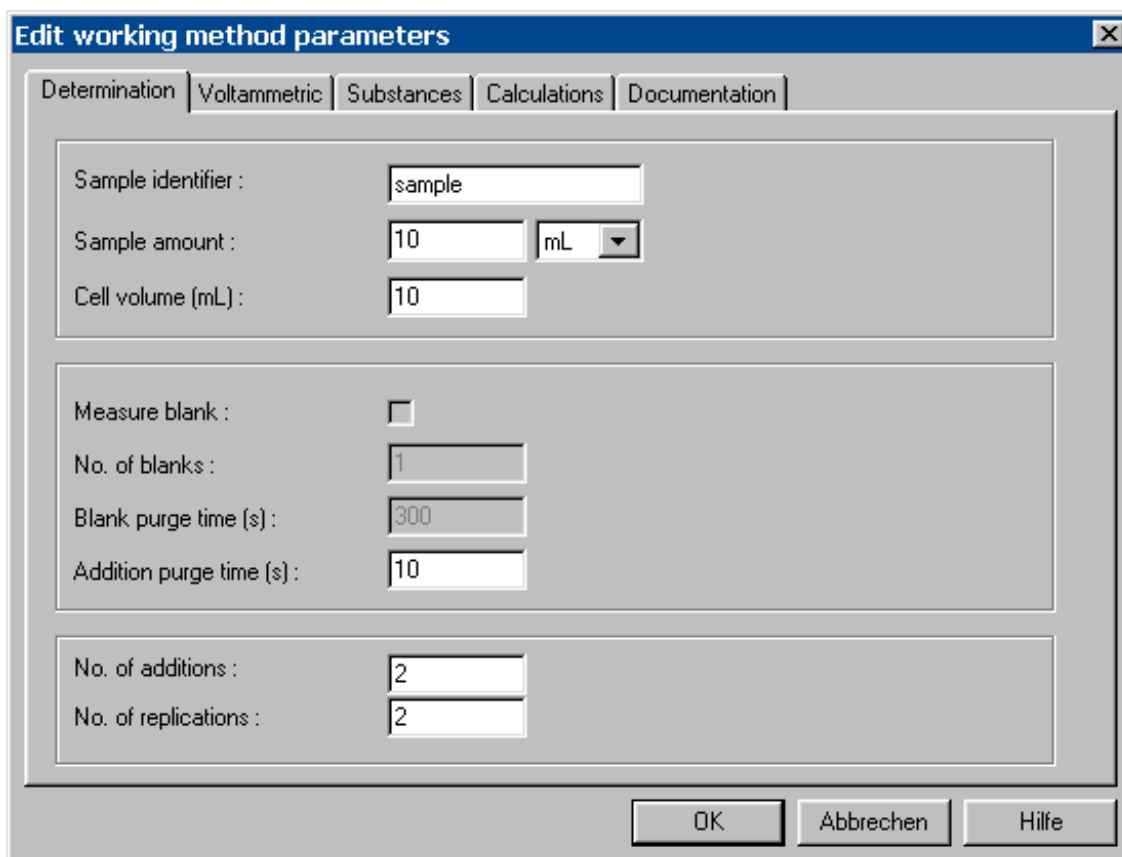
Cette option est réglée automatiquement, dans le cas où l'option **Sample with calibration curve** au-

rait été choisie.

Mode	Choix du mode de mesure VA (voir <i>Modes de mesure VA, Chap. 3.2</i>).
Electrode	Choix de l'électrode (voir <i>Electrodes, Chap. 3.1</i>).
Drop size	Taille de goutte pour SMDE ou HMDE (voir <i>Electrodes, Chap. 3.1</i>).
Stirrer	Réglages relatifs à l'agitateur (voir <i>Agiter, Chap. 3.4</i>).
	Réglages relatifs aux Dosimats (voir <i>Dosimats</i>).
	Réglages du potentiostat (voir <i>Potentiostat, Chap. 3.3</i>).
	Editer les paramètres de la méthode de travail (voir <i>Determination, Voltammetric, Substances et Documentation</i>).

Page «Determination»

La page **Determination** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** contient les réglages généraux pour la réalisation de déterminations. Les paramètres affichés sont dépendants du choix du mode de calibration et de la technique de mesure.



Sample identifier [16 caractères ; "sample"]

Identification d'échantillon.

Sample amount [> 0 ; 10]

Quantité d'échantillon ajoutée dans le vase de mesure.

Sample unit [mL, g ; mL]

Choix de l'unité pour la quantité d'échantillon.

Cell volume (mL) [> 0 mL ; 10 mL]

Volume de cellule; volume total des solutions (solution échantillon + auxiliaire, telle que par exemple tampon) dans le vase de mesure lors du démarrage de la détermination. Les concentrations d'échantillon calculées **Mass conc.** sont basées sur ce volume de cellule.

Measure blank [on, off ; off]

Mesure d'une solution à blanc avant la détermination de l'échantillon. La courbe de la mesure à blanc est ensuite automatiquement soustraite à toutes les courbes enregistrées ultérieurement. Cette compensation de bruit de fond, soi-disant background est surtout utilisée pour réduire les interférences provoquées par l'électrolyte de base. Les substances étrangères, électroactives dans ce domaine, ainsi que la présence de la substance à déterminer (valeur à blanc) appartiennent à ces interférences.

No. of blanks [1...5 ; 1]

Nombre de mesures de la solution à blanc pour la détermination de la courbe de la valeur à blanc. Si plusieurs mesures sont effectuées, une valeur moyenne est alors déterminée.

Blank purge time [0...80600 s ; 300 s]

Durée du dégazage avant la mesure de la solution à blanc.

Addition purge time [0...80600 s ; 10 s]

Durée du dégazage pour toutes les mesures suivant la mesure de l'échantillon (lors d'additions standards) ou de la première solution de calibration, dans le cas où **Batch** aurait été choisi dans **Technique** (pour la première mesure, la durée de dégazage **Initial purge time** est utilisée).

Cell purge time [0...80600 s ; 10 s]

Durée du dégazage après changement de solution, dans le cas où **Batch with solution exchange** aurait été choisi dans **Technique** (pour la première mesure, la durée de dégazage **Initial purge time** est utilisée).

No. of additions [0...28 ; 2]

Nombre d'additions de solutions d'addition standard ou de calibrage, dans le cas où **Batch** aurait été choisi sous **Technique**.

No. of cells [0...28 ; 2]

Nombre de solutions à mesurer, dans le cas où **Batch with solution exchange** aurait été choisi sous **Technique**.

Calibration curve [chemin + nom de fichier ;]

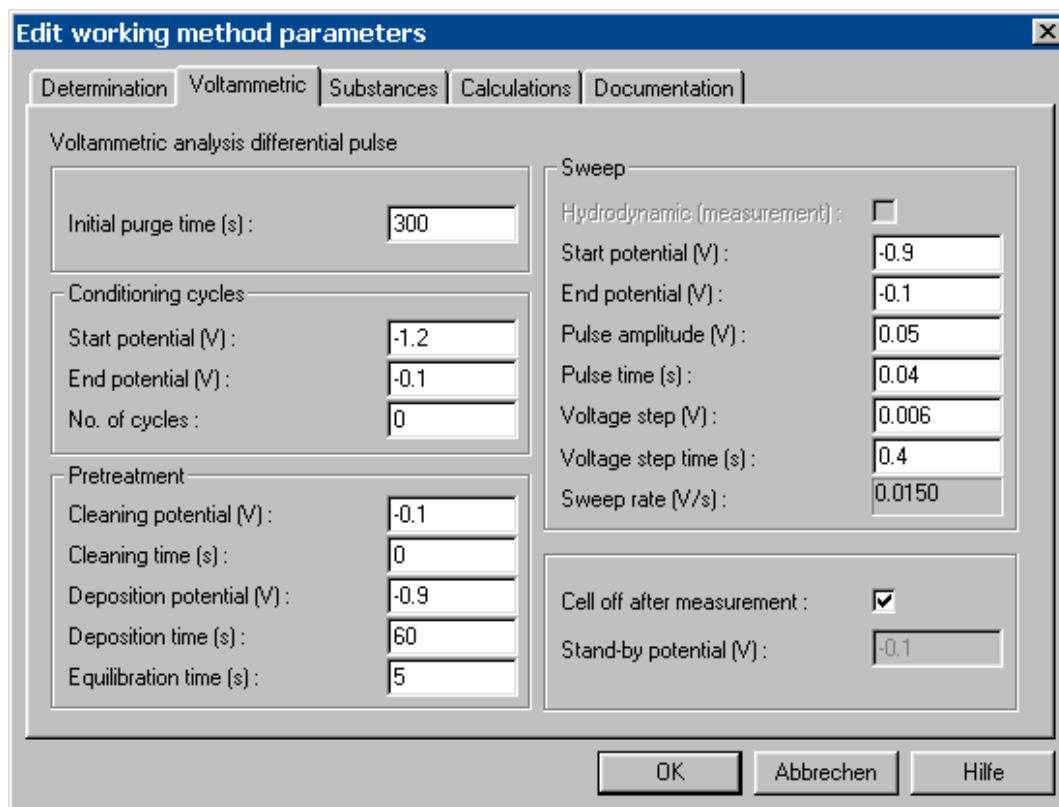
Choix du fichier de détermination avec la courbe de calibrage enregistrée, qui devrait être utilisée, dans le cas où **Sample with calibration curve** aurait été choisi sous **Calibration**.

No. of replications [0...10 ; 2]

Nombre de réplifications (= nombre total de mesures) pour chaque variation (échantillon, addition standard, solution de calibrage).

Page «Voltammetric»

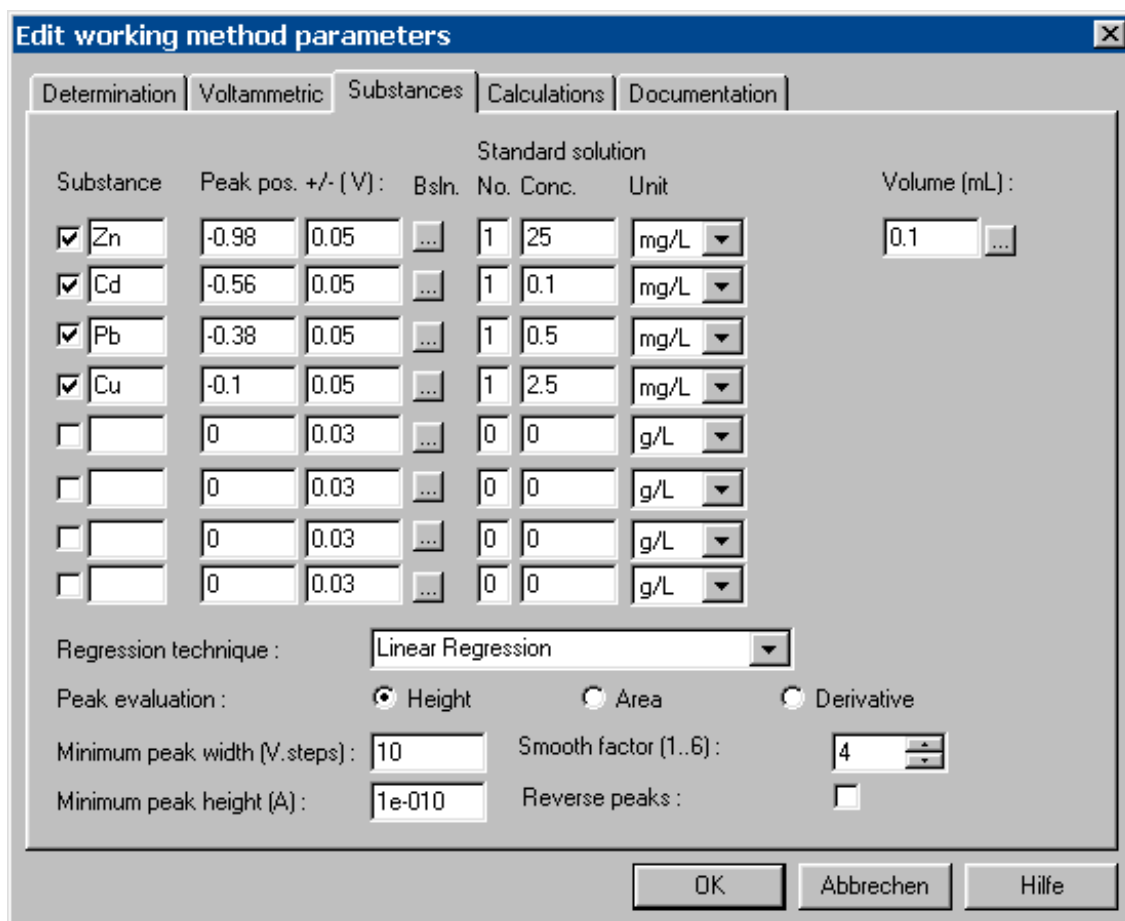
La page **Voltammetric** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** contient les paramètres relatifs aux étapes de préparation et aux modes de mesure VA. Les paramètres apparaissant, sont dépendants du mode de mesure choisi dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.



Pour une description plus détaillée de ces paramètres, veuillez vous reporter aux chapitres suivants: *Déroulement de programme général*, Chap. 3.4 et *Modes de mesure VA*, Chap. 3.2.

Page «Substances»

La page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** contient les paramètres pour la définition et la reconnaissance des substances, pour la définition des solutions standards, ainsi que pour l'évaluation des pics et le calcul des résultats. Les paramètres affichés, sont dépendants du choix de la technique de calibrage dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.



Substance	Peak pos. +/- (V)	Bsln.	No.	Conc.	Unit	Volume (mL)
<input checked="" type="checkbox"/> Zn	-0.98	0.05	1	25	mg/L	0.1
<input checked="" type="checkbox"/> Cd	-0.56	0.05	1	0.1	mg/L	
<input checked="" type="checkbox"/> Pb	-0.38	0.05	1	0.5	mg/L	
<input checked="" type="checkbox"/> Cu	-0.1	0.05	1	2.5	mg/L	
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0	0	g/L	
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0	0	g/L	
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0	0	g/L	
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0	0	g/L	

Regression technique : Linear Regression

Peak evaluation : Height Area Derivative

Minimum peak width (V.steps) : 10 Smooth factor (1..6) : 4

Minimum peak height (A) : 1e-010 Reverse peaks :


Buttons: OK, Abbrechen, Hilfe

Substance [8 caractères ;]

Nom de la substance. Pour mettre en route l'identification d'un pic trouvé pour cette substance, il est nécessaire d'activer la case de contrôle à gauche, à côté du nom de la substance.

Peak pos. +/- (V) [-5...+5 V ; 0 V]

Potentiel d'identification pour la substance et la tolérance de ce potentiel d'identification.

Bsln. Paramètres pour le calcul de la ligne de base (détails, voir *Ligne de base*). Appuyez sur le bouton  pour ouvrir la fenêtre **BASELINE** pour la substance choisie.

Standard solution

Définition des solutions pour les additions standards ou des solutions pour l'enregistrement des courbes de calibrage. Ces paramètres ne sont pas affichés, dans le cas où **Batch with solution exchange** sous **Technique** aurait été choisi.

No. [1...5 ; 0]

Numéro de la solution, qui doit être utilisée pour l'addition manuelle ou automatique. Pour les additions automatiques, ce numéro doit être le même que le numéro du Dosimate utilisé. Dans le cas où une solution standard aurait été préparée à base d'un mélange de substances, le numéro de cette solution mélange devrait être entré pour chaque substance contenue dans cette solution.


Conc. [> 0 ; 0]

Valeur de la concentration de la solution d'addition.

Unit [µg/L...g/µL ; g/L]

Unité pour la concentration de la solution d'addition.

Volume (mL) [> 0.01 mL / var ; 0 mL]

Volumes d'addition. Pour l'entrée de volumes d'addition variables, le bouton  doit être appuyé, afin de pouvoir ouvrir la fenêtre **EDIT VARIED ADDITION** pour la substance choisie (détails, voir *Additions variables*). Lors d'additions variables, au lieu d'avoir une valeur dans ce champ, apparaît **var**. Ce champ n'apparaît qu'une fois pour les solutions avec le même numéro (standards mélangés) et n'apparaîtra pas dans le cas où **Batch with solution exchange** aurait été choisi sous **Technique** ou dans le cas où **0** aurait été entré en tant que numéro de solution.



Appuyez sur ce bouton pour ouvrir la fenêtre **CELL CONCENTRATIONS**, qui permet d'entrer les concentrations des solutions utilisées pour l'addition standard ou pour l'enregistrement des courbes de calibrage pour les substances choisies (détails voir *Concentrations des solutions d'addition*). Ce bouton n'apparaît que lorsque **Batch with solution exchange** a été choisi sous **Technique**.

Regression technique [voir ci-dessous ; Linear Regression]

Choix de la technique de régression:

Linear Regression

La régression est calculée à l'aide d'une droite.

Nonlinear Regression

La régression est calculée à l'aide d'une courbe non linéaire. Cette option n'est disponible que lorsque **Record calibration curve** a été choisi sous **Calibration**.

Linear Regression (through Zero)

La régression est calculée à l'aide d'une droite passant par l'origine. Cette option n'est disponible que lorsque **Record calibration curve** a été choisi sous **Calibration**.

Nonlinear Regression (through Zero)

La régression est calculée avec une courbe non linéaire, passant par l'origine. Cette option n'est disponible que lorsque **Record calibration curve** a été choisi sous **Calibration**.

Peak evaluation [Height, Area, Derivative ; Height]

Choix de la grandeur d'évaluation du pic:

Height

Hauteur de pic de la ligne de base au maximum de pic.

Area

Surface de pic entre la courbe de pic et la ligne de base calculée.

Derivative

Différence entre le maximum positif et le maximum négatif de la première dérivée du voltammogramme.

Minimum peak width (V.step) [≥ 5 ; 5]

Largeur de pic minimale pour l'identification de pic, à entrer en tant que nombre de pas de tension **Voltage steps** (= nombre de points de mes.).

Minimum peak height (A) [> 50 pA ; 100 pA]

Hauteur de pic minimale pour l'identification de pic.

Smooth factor [1...6 ; 4]

Facteur de lissage pour le lissage selon Savitzky/Golay de la ligne de base (1 = lissage min., 6 = lissage max.).


Reverse peaks [on, off ; off]

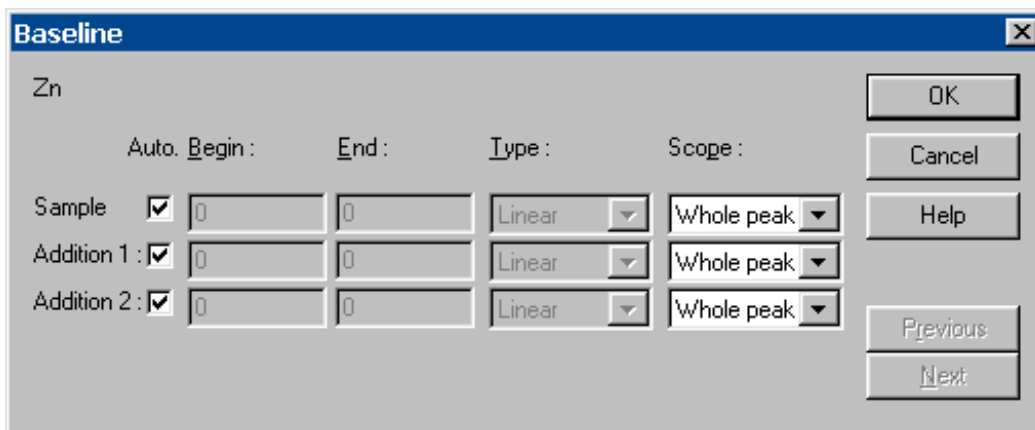
Rendre possible l'évaluation de pics inversés (pics d'orientation opposée à la direction du sweep ou à la direction de l'impulsion).

Reverse sweep [on, off ; off]

Rendre possible l'évaluation de pics allant dans le sens inverse, obtenus avec des sweeps cycliques (seulement avec CV).

Ligne de base

La fenêtre **BASELINE** contient les réglages relatifs au calcul de la ligne de base pour chaque mesure de variation individuelle (= toutes les mesures répliquations de l'échantillon, additions standards ou calibrage) d'une substance et est ouverte en appuyant sur le bouton  dans la colonne **Bsln.** sur la page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.



	Auto.	Begin :	End :	Type :	Scope :
Sample	<input checked="" type="checkbox"/>	0	0	Linear	Whole peak
Addition 1 :	<input checked="" type="checkbox"/>	0	0	Linear	Whole peak
Addition 2 :	<input checked="" type="checkbox"/>	0	0	Linear	Whole peak

Auto. [on, off ; on]

Activer/désactiver l'évaluation de pic automatique.

Begin [-5...+5 V ; 0 V]

Réglage manuel du point de départ du pic nécessaire au calcul de ligne de base. Dans le cas où **Auto** aurait été activé, le point de départ calculé automatiquement est affiché et le champ ne peut pas être édité.

End [-5...+5 V ; 0 V]

Réglage manuel du point final de pic nécessaire au calcul de ligne de base. Dans le cas où **Auto** aurait été activé, le point final calculé automatiquement est affiché et le champ ne peut pas être édité.

Type [Linear, Polynomial, Exponential ; Linear]

Choix des types de lignes de base. Dans le cas où **Auto** aurait été activé, apparaît alors **Linear** et le champ ne peut pas être édité.

Scope [Whole peak, Front end, Rear end ; Whole peak]

Choix du domaine pour le calcul de la ligne de base.

Previous

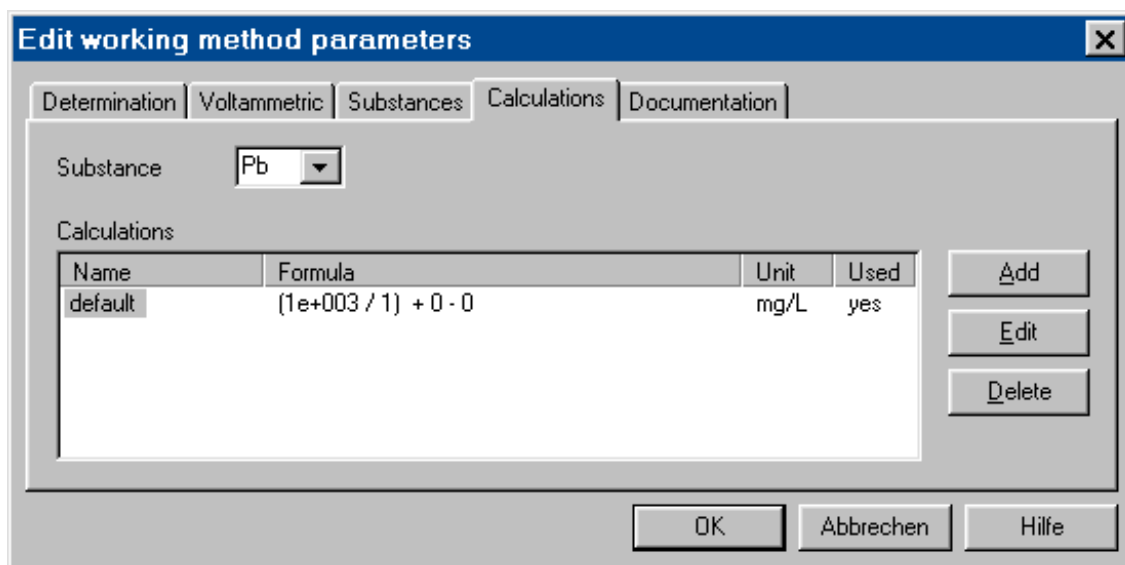
Retour à la page précédente dans cette fenêtre.

Next

Avance à la page suivante dans cette fenêtre.

Page «Calculations»

La page **Calculations** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** contient pour chaque substance, un tableau avec toutes les formules utilisées pour le calcul final des résultats.



Substance

Choix de la substance avec les formules de calcul lui appartenant.

Calculations

Affichage des formules de calcul définies.

Name

Nom de la formule de calcul. Un double clic sur le nom permet d'ouvrir la fenêtre **CALCULATION** pour l'édition de la formule.

Formula

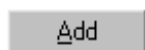
Affichage de la formule de calcul.

Unit

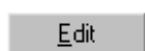
Unité de la formule de calcul.

Used

Affichage, si la formule est utilisée ou non. L'utilisation de la formule peut être modifiée, en appuyant avec la touche droite de la souris sur le champ **Name** et en choisissant une des options de menu **Use**, **Use all** ou **Use only**.



Introduire une nouvelle formule de calcul. La fenêtre **CALCULATION** s'ouvre alors automatiquement pour pouvoir éditer la formule.



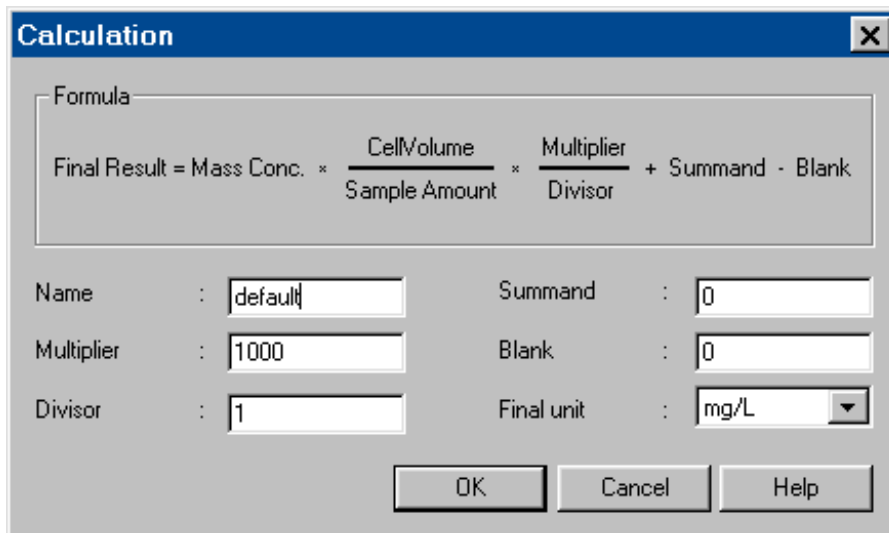
La fenêtre **CALCULATION** s'ouvre alors automatiquement pour pouvoir éditer la formule.



Effacer la formule choisie.

Calcul

La fenêtre **CALCULATION** est ouverte, lorsqu'une nouvelle formule doit être introduite sur la page **Calculations** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** ou afin de pouvoir éditer une formule déjà existante. Elle contient les formules et paramètres pour le calcul final des résultats relatifs à la substance choisie.



Calculation

Formula

$$\text{Final Result} = \text{Mass Conc.} \times \frac{\text{CellVolume}}{\text{Sample Amount}} \times \frac{\text{Multiplier}}{\text{Divisor}} + \text{Summand} - \text{Blank}$$

Name : default

Summand : 0

Multiplier : 1000

Blank : 0

Divisor : 1

Final unit : mg/L

OK Cancel Help

Formula

Formules de calcul générales pour le résultat final.

Name Nom spécifique à l'utilisateur pour la formule de calcul.

Multiplier [nombre quelconque ; 1]
 Multiplicateur pour la formule de calcul.


Divisor [nombre quelconque ; 1]
 Diviseur pour la formule de calcul.

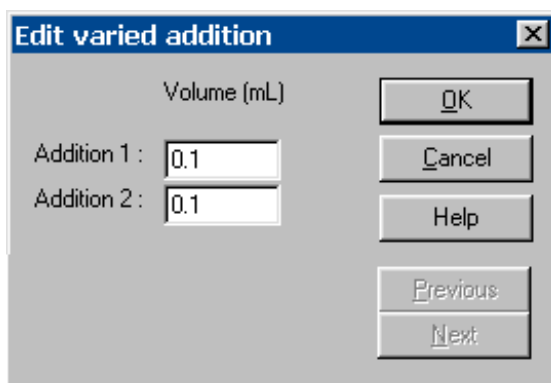
Summand [nombre quelconque ; 0]
 Summand pour la formule de calcul.

Blank [nombre quelconque ; 0]
 Valeur à blanc, qui sera soustraite au résultat final.

Final unit [pg/μL...g/L ; g/L]
 Unité du résultat final.

Additions variables

Les volumes d'addition variables peuvent être entrés dans la fenêtre **EDIT VARIED ADDITION**, qui peut être ouverte en appuyant sur le bouton  pour la substance choisie dans la colonne **Volume** de la page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.


Volume (mL) [> 0.01 mL ; 0 mL]

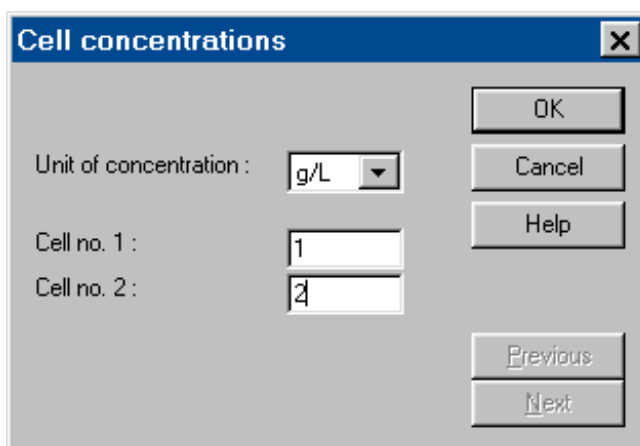
Volumés d'addition pour chaque addition.

Retour à la page précédente de cette fenêtre.

Avance à la page suivante de cette fenêtre.

Concentrations des solutions

Dans le cas où **Batch with solution exchange** aurait été choisi sous **Technique**, il est alors nécessaire d'entrer les concentrations des solutions utilisées pour le calibrage dans la fenêtre **CELL CONCENTRATIONS**, qui peut être ouverte en appuyant sur le bouton pour la substance choisie sur la page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.


Unit of concentration [pg/μL...g/L ; g/L]

Unité pour la concentration de la solution X.

Cell no. X [> 0 ; 0]

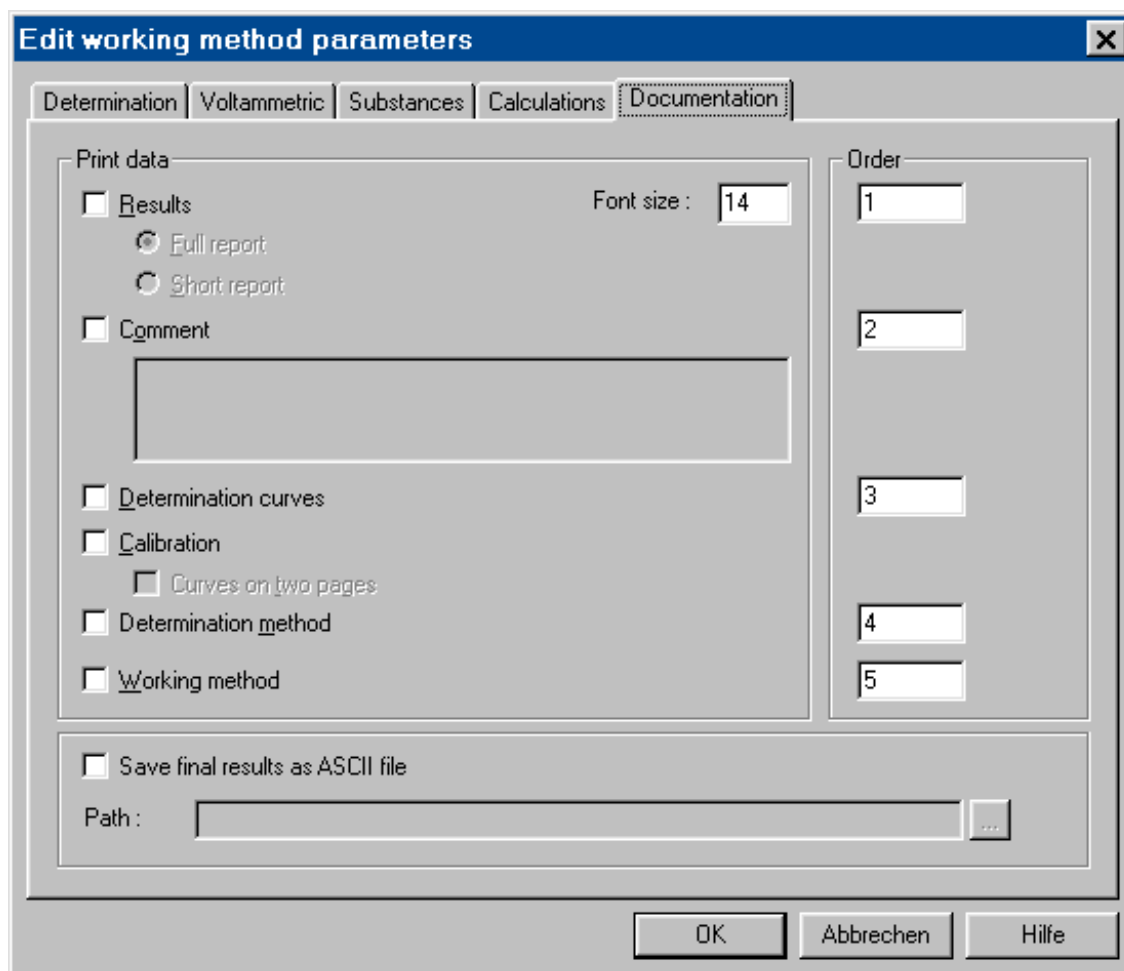
Valeur de la concentration de la solution X.

Retour à la page précédente dans cette fenêtre.

Avance à la page suivante dans cette fenêtre.

Documentation

Sur la page **Documentation** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**, il est possible d'entrer les éléments de rapport qui doivent être automatiquement imprimés en fin de détermination. Ces réglages appartiennent à la méthode et sont enregistrés avec cette dernière.



Results

Impression automatique du **Full report** (rapport complet) ou du **Short report** (rapport succinct).

Font size

Taille des caractères de l'écriture en points pour l'impression de rapport.

Comment

Impression automatique du commentaire de méthode défini dans le champ d'entrée.

Determination curves

Impression automatique de tous les voltammogrammes.

Calibration

Impression automatique de toutes les courbes de calibrage.

Curves on two pages

Dans le cas où cette option aurait été activée, les courbes de détermination et de calibrage sont alors imprimées sur deux pages différentes; si ce n'est pas le cas, elles sont alors imprimées sur une seule et même page.

Determination method

Impression automatique des paramètres de la méthode de détermination.

Working method

Impression automatique des paramètres de la méthode de travail chargée dans la mémoire de travail.


Order [1...6 ;]

Ordre à respecter pour l'impression des éléments de rapport.

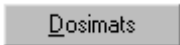
Save final results as ASCII file

Enregistrement automatique du rapport complet dans un fichier ASCII.

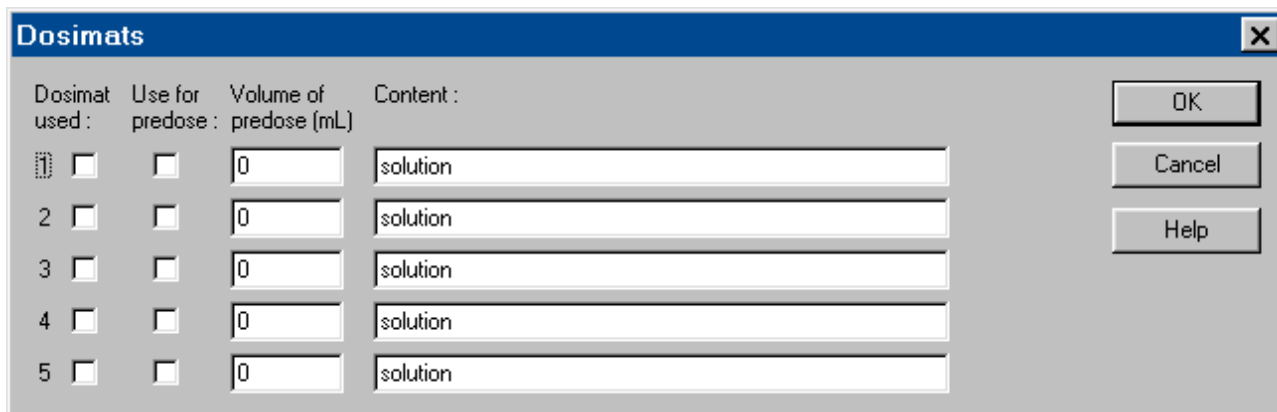
Path

Chemin pour enregistrer l'élément de rapport choisi dans un fichier ASCII. Le chemin peut être modifié en appuyant sur le bouton .

Dosimats

L'emploi de Dosimats 665 ou 765 pour l'addition automatique de solutions doit être défini dans la fenêtre **DOSIMATS**, qui peut être ouverte en appuyant sur le bouton  dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

Attention: Assurez-vous, que le Dosimate souhaité est bien activé également sur la page **Hardware** dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS** (voir *Chap. 2.7*).



Dosimat used :	Use for predose :	Volume of predose (mL)	Content :
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	solution
2 <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	solution
3 <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	solution
4 <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	solution
5 <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	solution

Dosimat used [on, off ; off]

Cases de contrôle pour les Dosimats, qui doivent être utilisés pour l'addition automatique de solutions. Pour l'addition de solutions standards, il est nécessaire que le Dosimate ait le même numéro que le numéro défini sous **Standard solution No.** sur la page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**

Use for predose [on, off ; off]

Utilisation d'un Dosimate pour l'addition de solutions auxiliaires lors de la mise en route de la détermination.

Volume of predose (mL) [> 0.01 mL ; 0 mL]

Volumes de solution auxiliaire à ajouter en début de détermination (par exemple, solution tampon).

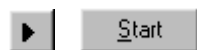
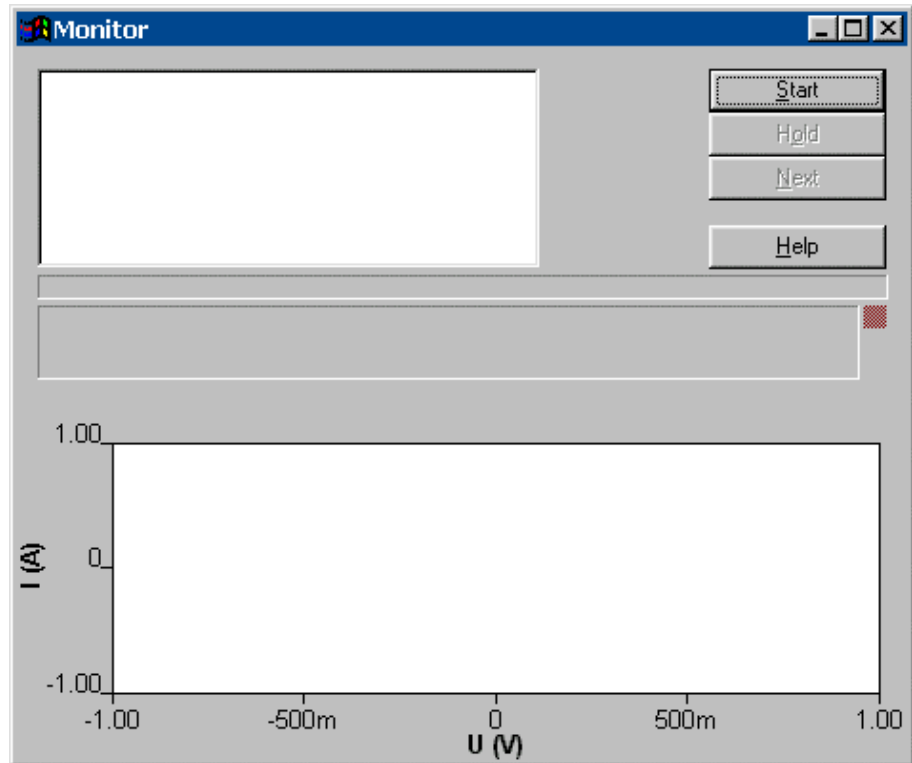
Content [46 caractères ; "solution"]

Remarques relatives à la solution.

5.3 Monitor

Démarrer la détermination

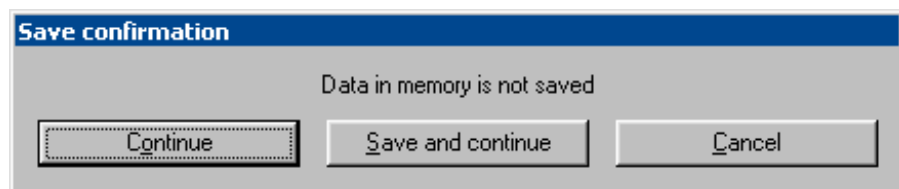
Si aucune détermination est en cours, il est possible de faire démarrer une nouvelle détermination dans la fenêtre **MONITOR** avec la méthode de travail actuelle.



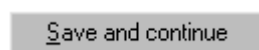
Démarrer la détermination

Le déroulement de programme défini dans la méthode de travail est mis en route (voir *Chap. 3.4*).

Si la détermination précédente n'est pas encore enregistrée, la fenêtre **SAVE CONFIRMATION** apparaît alors:



Démarrer une nouvelle détermination sans mettre en mémoire la détermination précédente.



Enregistrer la détermination précédente, puis démarrer la nouvelle détermination.



Interrompre le commencement de la nouvelle détermination.

Arrêter/interrompre une détermination

Une détermination en cours peut être arrêtée, interrompue ou être poursuivie. Chaque pas de programme peut être abrégé en appuyant sur le bouton **<Next>**.



Arrêter la détermination

Arrêter immédiatement la détermination en cours.



Interrompre la détermination

Interrompre la détermination en cours.



Poursuivre la détermination

Poursuivre la détermination interrompue.

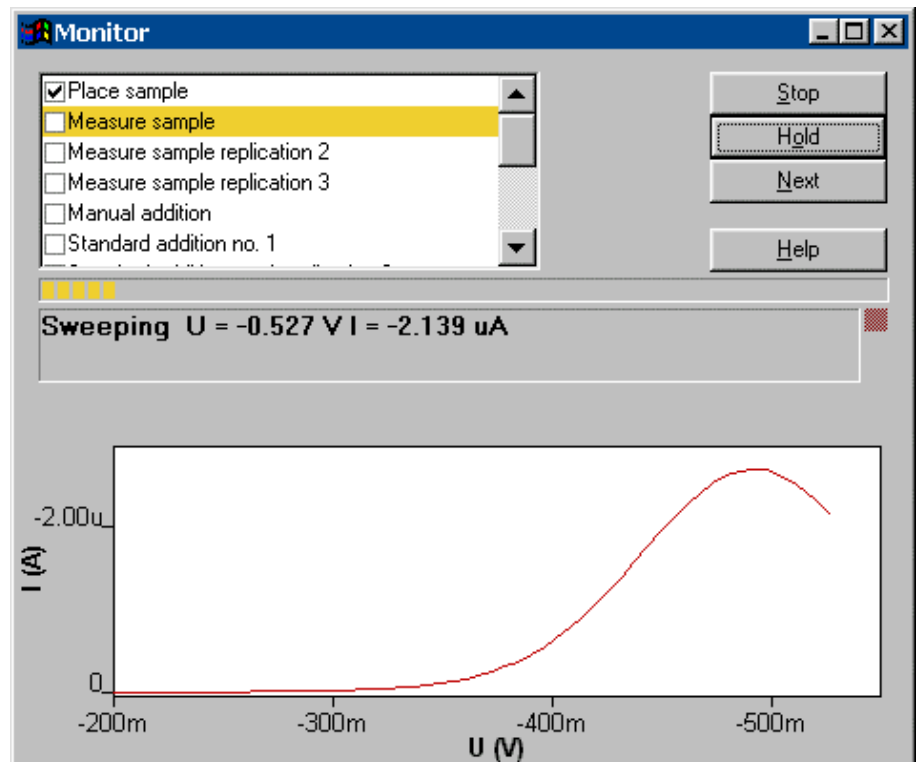


Etape suivante

Interrompre le pas de programme actuel et passer au pas de programme suivant.

Contrôler la détermination

Après le commencement d'une détermination, il est possible de suivre et de contrôler cette dernière dans la fenêtre **MONITOR**.



Tous les **pas dans le déroulement de programme** sont affichés dans le champ supérieur, à côté des boutons de contrôle.

Les pas de programme déjà effectués sont indiqués par un signe; le pas de programme en cours apparaît pour plus de clarté, de manière colorée.

Dans ce champ, **l'affichage statut** montre sous forme de petites barres les progrès de la détermination.

En dessous, sont affichés les **détails du pas de programme en cours** dans la première ligne du champ relatif aux états statuts. Sur la deuxième ligne du champ relatif aux statuts apparaissent les **remarques et messages d'erreurs** relatifs à la détermination en cours. Lorsque la lumière rouge s'allume sur le côté droit du champ relatif aux statuts, cela indique une **surcharge de courant**. Dans ce cas, il est alors nécessaire d'interrompre la détermination et de modifier les paramètres de méthode.

Un sweep de tension en cours est affiché continuellement dans la fenêtre **MONITORING**; les axes sont remis à l'échelle automatiquement. Une nouvelle échelle manuelle peut être activée à l'aide de la touche <F4> ou par l'intermédiaire de l'option **Auto scale** des menus sensibles au contexte. En fin de chaque sweep, la courbe relevée est alors copiée dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**.

Fenêtre contenant les messages pendant la détermination

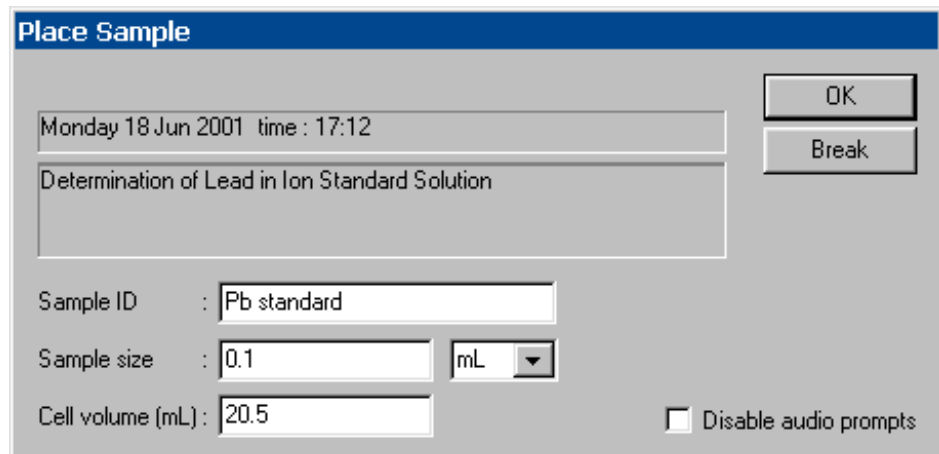
Durant certains pas du déroulement de programme, apparaissent des fenêtres supplémentaires, réclamant de l'utilisateur, soit une action, soit une entrée.

PLACE BLANK

Dans le cas où l'option **Measure blank** aurait été activée sur la page **Determination**, le message **blank and press OK** apparaît alors. Introduisez la solution à blanc dans le vase de mesure et appuyez sur <OK>.

PLACE SAMPLE

Cette fenêtre apparaît pour toutes les déterminations avec additions standards ou courbe de calibration.



Place Sample

Monday 18 Jun 2001 time : 17:12

Determination of Lead in Ion Standard Solution

Sample ID : Pb standard

Sample size : 0.1 mL

Cell volume (mL) : 20.5

Disable audio prompts

OK

Break

Dans la fenêtre apparaît l'heure de mise en route de la détermination et le titre de la méthode utilisée. A partir de la date et de l'heure, dans le format **MMJJHHMM** (mois-jour-heure-minute) et de l'identification d'échantillon **Sample ID**, le nom standard est formé pour le fichier de détermination pour l'enregistrement automatique (par exemple: **02041109_std.dth**).

Sample ID [16 caractères ; "std"]

Identification d'échantillon.

Sample size [> 0 ; 10]

Quantité d'échantillon; quantité d'échantillon ajoutée dans le vase de mesure. La valeur définie sur la page **Determination** est affichée et peut, si nécessaire être modifiée.

Sample unit [mL, g ; mL]

Unité pour l'échantillon. La valeur définie sur la page **Determination** est affichée et peut, si nécessaire être modifiée.

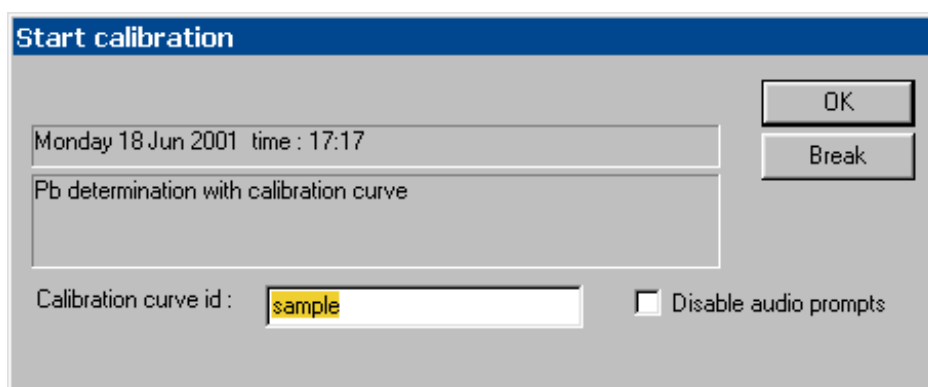
Cell volume (mL) [> 0 mL ; 10 mL]

Volume de cellule; volume total de solution (solution échantillon + auxiliaire, par exemple tampon) dans le vase de mesure en début de détermination. Les concentrations d'échantillon calculées **Mass conc.** sont basées sur ce volume de cellule.

Introduisez la solution échantillon dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.

START CALIBRATION

Cette fenêtre apparaît lors de l'enregistrement de courbes de calibration.



Dans la fenêtre apparaissent l'heure de mise en route de la détermination et le titre de la méthode utilisée. A partir de la date et de l'heure, dans le format **MMJJHHMM** (mois-jour-heure-minute) et de l'identification d'échantillon **Sample ID**, le nom

standard est formé pour le fichier de détermination avec la courbe de calibration enregistrée pour l'enregistrement automatique (par exemple: **02041109_std.dth**).

Calibration curve id [16 caractères ; "std"]

Identification pour la courbe de calibration. Introduisez la solution de calibration dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.

MANUAL ADDITION

Cette fenêtre apparaît avant chaque addition manuelle de solutions standards pour les déterminations avec addition standard ou lors de l'enregistrement de courbes de calibration.



Add (from solution no. X) (mL) [> 0.01 mL ; 0 mL]

Le volume d'addition défini sur la page **Substances** apparaît et peut si nécessaire être modifié. Introduisez la solution dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.

BATCH SOLUTION EXCHANGE

Cette fenêtre apparaît, dans le cas où l'option **Batch with solution exchange** aurait été choisie en tant que technique de mesure. Le numéro de la solution de calibration, les substances et leurs concentrations, ayant été définis sur la page **Substances**, sont affichés. Introduisez cette solution dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.

END OF DETERMINATION

Cette fenêtre apparaît en fin de détermination. En appuyant sur **<OK>** la détermination est alors automatiquement mise en mémoire, dans le cas où l'option **Auto save determination and signal** sur la page **General** aurait été activée dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS**. Les éléments de rapport définis sur la page **Documentation** sont automatiquement imprimés.

Propriétés graphiques pour les courbes de l'écran

Les propriétés graphiques pour les courbes affichées dans la fenêtre **MONITORING** peuvent être réglées par l'intermédiaire du choix des points correspondants dans le menu sensible au contexte.

MONITORING / Page properties

Les propriétés d'image de la fenêtre **MONITORING** peuvent être réglées sur la page **page** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés d'image, Chap. 3.5*). Les propriétés des axes X et Y peuvent être modifiées sur les pages **x axis** et **y axis** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés des axes, Chap. 3.5*).

MONITORING / Curve properties

Les propriétés de la courbe en direct „live“ peuvent être réglées sur la page **Monitor curve** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés des courbes, Chap. 3.5*).

Copier dans la mémoire intermédiaire

MONITORING / Copy to clipboard

La courbe actuelle live dans la fenêtre **MONITORING** est copiée dans la mémoire intermédiaire.

5.4 Courbes de détermination

Charger et enregistrer les déterminations

Les fichiers déterminations (*.dth) contiennent les données de mesure et la méthode utilisée pour la détermination. Les fichiers existants peuvent, à l'aide des instructions suivantes, être chargés, mis en mémoire de nouveau et être exportés:



757 VA COMPUTRACE / File / Load determination

Charger un fichier détermination existant dans la mémoire de travail. Le nom de la détermination chargée apparaît sur la ligne des statuts dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**. La méthode de travail actuelle n'est pas automatiquement écrasée par la méthode de détermination, mais ses paramètres peuvent ultérieurement être copiés dans la méthode de travail.



757 VA COMPUTRACE / File / Save determination

Enregistrer la détermination actuellement chargée dans la mémoire de travail. Si la détermination a été modifiée depuis le chargement, le message suivant apparaît **The file already exists. Overwrite?**. Appuyez sur **Yes** pour écraser le fichier détermination ou sur **No** pour interrompre l'enregistrement.

757 VA COMPUTRACE / File / Save determination as ...

Enregistrer la détermination actuellement chargée dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier. Entrez le nom et le dossier pour l'enregistrement du fichier détermination.

757 VA COMPUTRACE / File / Export determination points

Enregistrer les points de mesure de tous les sweeps de la détermination actuellement chargée dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier avec l'extension *.txt. Ce fichier de texte contient en tant que premier bloc, les paramètres de la méthode utilisée. Il s'ensuit les blocs de sweep individuels, qui contiennent au début le numéro VR, ainsi que le nombre des valeurs de mesure et finalement toutes les valeurs X et Y. Les fichiers de données peuvent être importés dans des tableurs, tel que p. ex. Microsoft Excel.

Copier les paramètres dans la méthode de travail

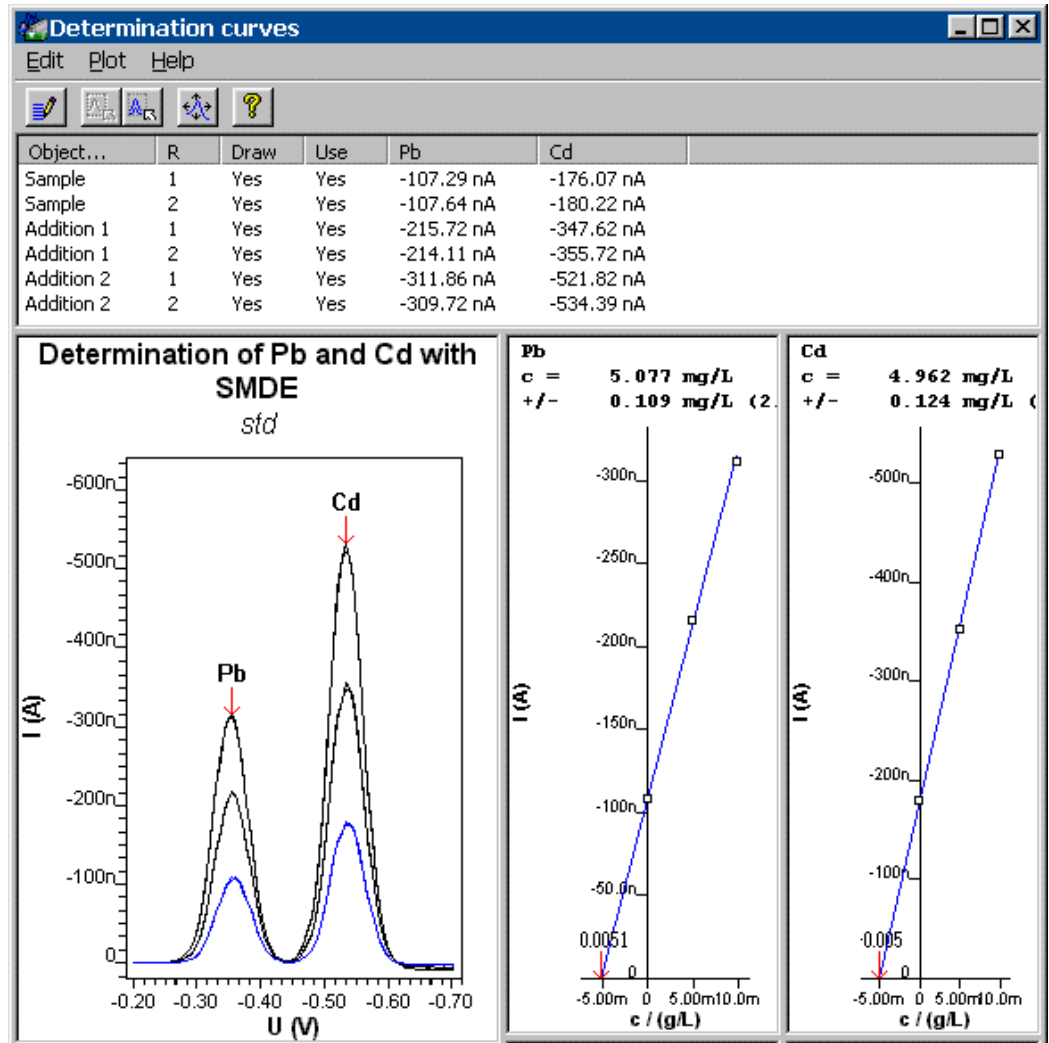
DETERMINATION CURVES / Edit /

Copy parameters to working method

Copier les paramètres de méthode de la détermination chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (méthode de travail).

Fenêtre «Determination curves»

La fenêtre **DETERMINATION CURVES** présente les courbes de déterminations et de calibrage de la détermination chargée.



La fenêtre **DETERMINATION CURVES** contient les dix sous-fenêtres suivantes, qui, à l'intérieur de la fenêtre **DETERMINATION CURVES** peuvent être réduites ou agrandies en tirant sur le cadre avec la souris:

Liste des courbes

Dans la sous-fenêtre supérieure est présentée une liste comportant toutes les courbes de détermination disponibles et les hauteurs de pic évaluées.

Courbes de détermination

La sous-fenêtre inférieure, à gauche, présente une courbe de détermination individuelle ou toutes les courbes de détermination.

Courbes de calibrage

Sur le côté droit de la courbe de détermination se trouvent huit sous-fenêtres pour l'affichage des courbes de calibrage des huit substances possibles.

Editer les paramètres de la méthode de détermination



DETERMINATION CURVES / Edit /

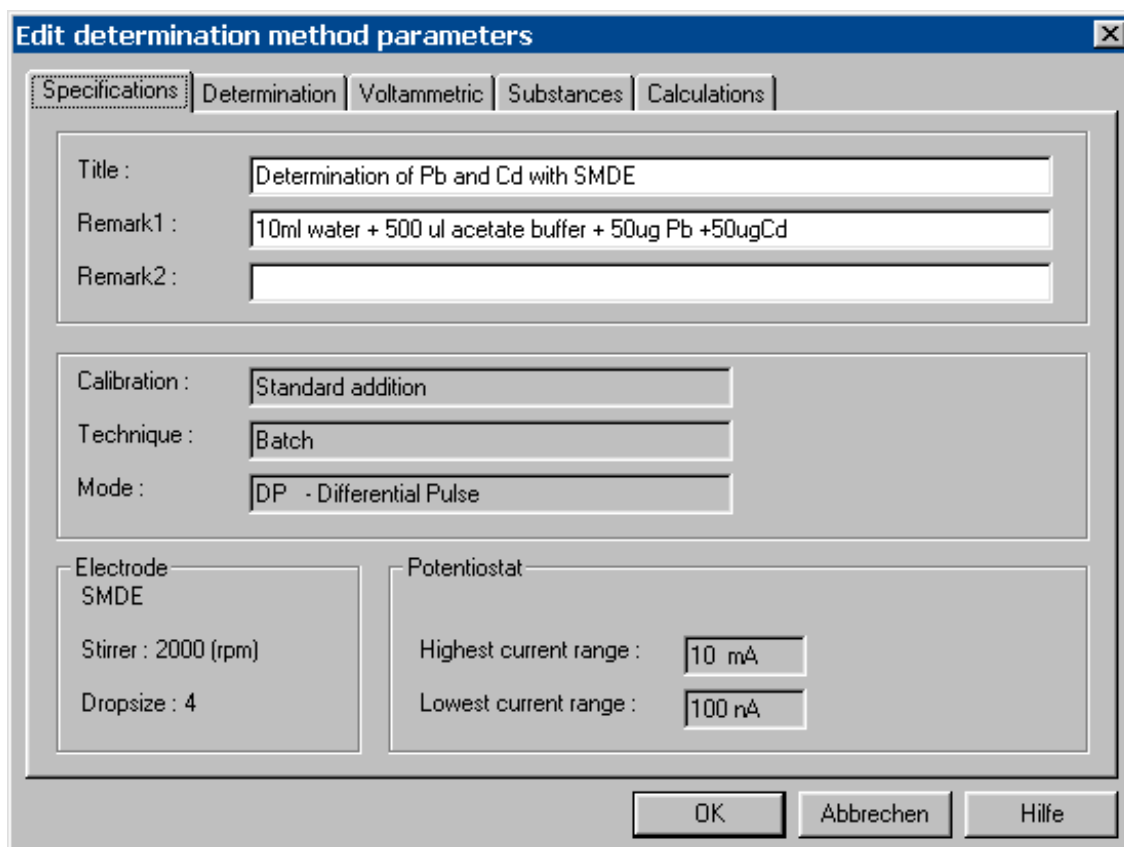
Determination method parameters

Ouvrir la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** pour l'affichage et la modification des paramètres de la méthode de détermination. Cette fenêtre contient les pages **Specifications**, **Determination**, **Voltammetric**, **Substances** et **Calculations**. Si les paramètres dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** sont modifiés et la touche **<OK>** ensuite appuyée, la détermination est alors recalculée automatiquement.

Attention: Ces paramètres ne seront pas automatiquement utilisés pour la détermination suivante; si vous souhaitez cependant le faire, employez alors l'instruction: **Copy parameters to working method** (voir *Chap. 5.3*).

Page «Specifications»

La page **Specifications** dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** contient les spécifications importantes de la méthode de détermination. On peut seulement éditer: **Title**, **Remark1** et **Remark2**.



The screenshot shows a dialog box titled "Edit determination method parameters" with a close button (X) in the top right corner. The dialog has five tabs: "Specifications" (selected), "Determination", "Voltammetric", "Substances", and "Calculations".

Under the "Specifications" tab, there are three text input fields:

- Title : Determination of Pb and Cd with SMDE
- Remark1 : 10ml water + 500 ul acetate buffer + 50ug Pb +50ugCd
- Remark2 : (empty)

Below these are three more input fields:

- Calibration : Standard addition
- Technique : Batch
- Mode : DP - Differential Pulse

At the bottom, there are two sections:

- Electrode**: SMDE
- Stirrer**: 2000 (rpm)
- Drops size**: 4
- Potentiostat**:
 - Highest current range : 10 mA
 - Lowest current range : 100 nA

At the bottom right, there are three buttons: "OK", "Abbrechen", and "Hilfe".

Title [0...68 caractères ; "Method title"]

Titre de la méthode.

Remark1 [0...68 caractères ;]

Remarque 1 relative à la méthode.

Remark2 [0...68 caractères;]

Remarque 2 relative à la méthode.

Calibration [affichage seulement]

Affichage du mode de calibrage utilisé pour la détermination (détails voir *Fenêtre «Working method specifications», Chap. 5.2*).

Technique [affichage seulement]

Affichage de la technique de mesure utilisée pour la détermination (détails voir *Fenêtre «Working method specifications», Chap. 5.2*).

Mode [affichage seulement]

Affichage du mode de mesure VA utilisé (détails voir *Mode de mesure VA, Chap. 3.2*).

Electrode [affichage seulement]

Affichage de l'électrode utilisée (détails voir *Electrodes, Chap. 3.1*).

Stirrer [affichage seulement]

Affichage des paramètres d'agitation utilisés (détails voir *Agiter, Chap. 3.4*).

Drop size [affichage seulement]

Affichage de la taille de goutte utilisée (détails voir *Electrodes, Chap. 3.1*).

Potentiostat [affichage seulement]

Affichage des réglages utilisés relatifs au potentiostat (détails voir *Potentiostat, Chap. 3.3*).

Page «Determination»

La page **Determination** dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** présente les réglages généraux utilisés pour la réalisation de la détermination. Pour plus de détails, voir la page identique **Determination** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, *Chap. 5.2*. On ne peut éditer que **Sample identifier** **Sample amount** et **Cell volume**.

Page «Voltammetric»

La page **Voltammetric** dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** contient les pas de préparation utilisés pour la réalisation de la détermination et le mode de mesure VA choisi. Pour plus de détails, voir la page identique **Voltammetric** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, *Chap. 5.2*. Tous les paramètres ne peuvent pas être édités.

Page «Substances»

La page **Substances** dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** contient les paramètres utilisés pour la réalisation de la détermination, pour la définition et reconnaissance des substances, pour la définition des solutions d'addition, ainsi que pour l'évaluation des pics et les calculs de résultats. Pour plus de détails, voir la page identique **Substances** de **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, *Chap. 5.2*.

Page «Calculations»

La page **Calculations** dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** contient pour chaque substance un tableau contenant les formules de calcul utilisées pour le calcul des résultats finaux. Pour plus de détails, voir la page identique **Calculations** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, *Chap. 5.2*.

Editer les paramètres d'addition

DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Use

Activer/désactiver l'utilisation de l'objet choisi dans la liste des courbes pour le calcul. L'entrée dans la colonne **Use** va être modifiée et le calcul initié de nouveau.

DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Draw

Activer/désactiver le signe de la courbe choisie dans la liste des courbes. L'entrée dans la colonne **Draw** sera modifiée.



DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Show selected

Afficher seulement les courbes choisies dans la liste des courbes. Pour toutes les autres courbes, l'entrée dans la colonne **Draw** est mise sur la position **No**.



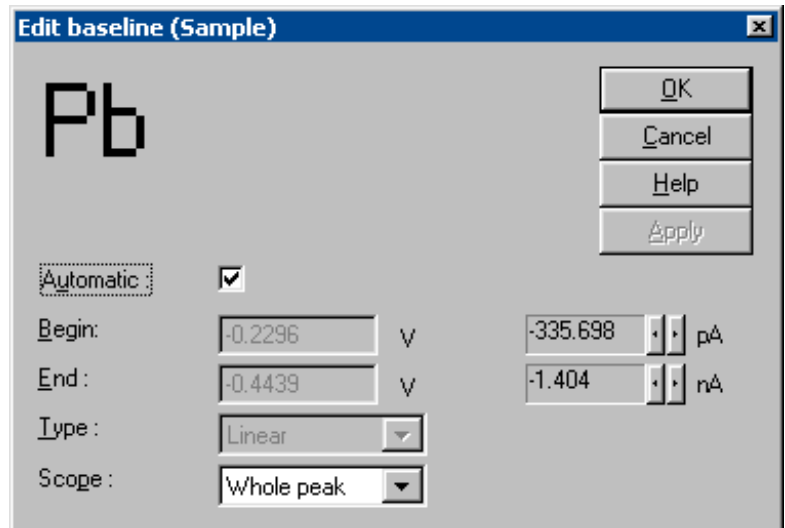
DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Show all

Afficher toutes les courbes disponibles. Pour toutes les courbes, l'entrée dans la colonne **Draw** est mise sur la position **Yes**.

Editer la ligne de base

DETERMINATION CURVES / Edit / Baselines / "Substance name"


Ouvrir la fenêtre **EDIT BASELINE** pour modifier le calcul de ligne de base pour le pic de la substance choisie. La hauteur de pic nouvellement calculée est affichée dans la liste des courbes, dans la colonne **Substance**.




Automatic

Activer/désactiver le calcul de ligne de base.

Begin

Réglage manuel du point de départ du pic pour le calcul de la ligne de base. Le point de départ du pic peut être varié en modifiant la valeur de tension dans le premier champ ou en appuyant sur les boutons  dans le deuxième champ, qui affiche la valeur de courant actuelle. Ce champ ne peut être édité que lorsque la fonction **Automatic** est désactivée.

End

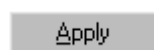
Réglage manuel du point final du pic pour le calcul de la ligne de base. Le point final du pic peut être varié en modifiant la valeur de tension dans le premier champ ou en appuyant sur les boutons  dans le deuxième champ, qui affiche la valeur de courant actuelle. Ce champ ne peut être édité que lorsque la fonction **Automatic** est désactivée.

Type [Linear, Polynomial, Exponential]

Choix du type de ligne de base. Ce champ ne peut être édité que lorsque la fonction **Automatic** est désactivée.

Scope [Whole peak, Front end, Rear end ; Whole peak]

Choix du domaine pour le calcul de la ligne de base. Ce champ ne peut être édité que lorsque le type de ligne de base **Linear** a été choisi.



Démarrer un nouveau calcul de ligne de base avec les paramètres entrés dans la fenêtre **EDIT BASELINE**.

Zoomer

Certains domaines souhaités dans la sous-fenêtre pour les courbes de détermination peuvent être agrandis à l'aide d'une fonction zoom, pouvant être activée en restant appuyé sur la touche de gauche de la souris (fonction retour voir *Echelle automatique*).

Echelle automatique



DETERMINATION CURVES / Plot / Auto scale (F4)

Réduire la fonction de zoom et mettre les axes X et Y à l'échelle, de façon à ce que tous les points de mesure de toutes les courbes de détermination soient accessibles.

Inverser les axes

DETERMINATION CURVES / Plot / Swap axis / abscissa

Inverser l'axe des X pour la courbe de détermination actuelle.

DETERMINATION CURVES / Plot / Swap axis / ordinate

Inverser l'axe des Y pour la courbe de détermination actuelle.

Afficher la ligne de base

DETERMINATION CURVES / Plot / Show baselines

Si cette option est activée, les lignes de base calculées sont alors affichées dans la sous-fenêtre pour les courbes de détermination.

Afficher les pics inconnus

DETERMINATION CURVES / Plot / Show Unknown peaks

Si cette option est activée, tous les pics trouvés mais pas attribués à une substance dans la sous-fenêtre courbes de détermination seront marqués avec le signe "Unk" (signifiant en anglais «unknown» pour inconnu).

Propriétés graphiques des courbes de détermination

Dans la sous-fenêtre pour les courbes de détermination, les axes sont dessinés de manière standard, à l'aide de l'orientation suivante:

Axe des X

Les courbes de détermination sont affichées en partant de la gauche pour aller vers la droite (pour les sweeps anodiques: de - vers +; pour les sweeps cathodiques: de + vers -). Pour les sweeps cycliques, le sweep aller est affiché en partant de la gauche pour aller vers la droite.

Axe des Y L'axe des Y est toujours dessiné en partant du bas pour aller vers le haut, avec la même direction que l'axe des X (pour les sweeps anodiques: de – vers +; pour les sweeps cathodiques: de + vers –).

Pour les courbes de détermination, il est possible de régler les propriétés graphiques suivantes:

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Curves window

Les propriétés d'image de la sous-fenêtre pour les courbes de détermination peuvent être réglées sur la page **page** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés de l'image, Chap. 3.5*). Les propriétés des axes X et Y peuvent être réglées sur les pages **x axis** et **y axis** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés des axes, Chap. 3.5*).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Blank

Les propriétés de la courbe de la valeur à blanc peuvent être réglées sur la page **Blank** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés de courbes, Chap. 3.5*).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Sample

Les propriétés de la courbe d'échantillon peuvent être réglées sur la page **Sample** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés de courbes, Chap. 3.5*).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Other

Les propriétés de toutes les autres courbes de détermination peuvent être réglées sur la page **Other curves** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés de courbes, Chap. 3.5*).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Baselines

Les propriétés de la ligne de base peuvent être réglées dans la fenêtre **LINE PROPERTIES** (voir *Propriétés de ligne, Chap. 3.5*).

Type de ligne Les propriétés de ligne des axes ou lignes de courbes peuvent être réglées dans la fenêtre **LINE PROPERTIES** (voir *Propriétés de ligne, Chap. 3.5*).

Propriétés graphiques des courbes de calibrage

Les propriétés graphiques pour les courbes de calibrage dans les sous-fenêtres pour les courbes de calibrage peuvent être réglées grâce au choix des options correspondantes dans le menu sensible au contexte.

DETERMINATION CURVES / Page properties

Les propriétés d'image de la sous-fenêtre pour courbes de calibrage peuvent être réglées sur la page **page** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés de l'image, Chap. 3.5*), les propriétés des axes X et Y sur les pages **x axis** et **y axis** dans la fenêtre **GRAPHICAL PROPERTIES** (voir *Propriétés des axes, Chap. 3.5*).

Copier/exporter les graphiques

Le contenu actuel de la sous-fenêtre pour les courbes de détermination ou de calibrage peut être copié dans la mémoire intermédiaire ou être enregistré dans un fichier EMF.

DETERMINATION CURVES / Copy to clipboard

Le contenu de la sous-fenêtre choisi est copié dans la mémoire intermédiaire.

DETERMINATION CURVES / Save as enhanced metafile

Le contenu de la sous-fenêtre choisi est enregistré en tant que fichier EMF (Enhanced Metafile) dans le dossier choisi.

5.5 Résultats

Vue d'ensemble sur la fenêtre des résultats

La fenêtre **RESULTS** contient le protocole complet de la détermination chargée. Si la détermination est recalculée, la fenêtre **RESULTS** est alors automatiquement réactualisée.

```

===== METROHM 757 VA COMPUTRACE (5.757.0020) =====
Determ.      : 07171553_5ppm CdPb SMDE bl.dth
Sample ID    : std
Creator      : ---                               Date :                               Time:
Modified by  : ---                               Date :                               Time:
User         :                               Date : 2001-08-07           Time: 16:48:20
-----
Cell volume:  10.000 mL
Sample amount: 10.000 mL
-----
Method  : Pbhm.mth
Title   : Determination of Lead and Cadmium with SMDE
Remark1 : 10ml water + 500 ul acetate buffer + 50 ug Pb
Remark2 : buffer
-----
Substance : Pb                                     Comments
Mass conc.: 5.034 mg/L
MC.dev.    : 0.016 mg/L ( 0.31%)
Mass       : 50.339 ug
Add.mass   : 50.000 ug
-----
          VR      V      nA      I.mean  Std.Dev.  I.delta  Comments
          -----
          1-1     -0.361  -99.1   -99.2   0.193
          1-2     -0.361  -99.4
          2-1     -0.361 -196.1  -196.2  0.155   -96.9
          2-2     -0.361 -196.3
          3-1     -0.355 -290.7  -290.3  0.524   -94.2
          3-2     -0.355 -290.0
-----
Substance : Cd                                     Comments
Mass conc.: 4.961 mg/L
MC.dev.    : 0.010 mg/L ( 0.19%)
Mass       : 49.613 ug
Add.mass   : 50.000 ug
-----
          VR      V      nA      I.mean  Std.Dev.  I.delta  Comments
          -----
          1-1     -0.539  -176.3  -176.1  0.355
          1-2     -0.533  -175.8
          2-1     -0.539  -350.0  -350.2  0.284   -174.1
          2-2     -0.533  -350.4
          3-1     -0.533  -520.5  -520.4  0.165   -170.2
          3-2     -0.533  -520.3
-----
Substance  Calibr.  Y.reg/offset  Slope      Std.Dev.
-----
          Pb      std.add.    -9.926e-008  -1.972e-005  1.923e-010
          Cd      std.add.    -1.761e-007  -3.549e-005  3.164e-010
-----
Solutions
-----
          No. Content                               Vol. (mL) Predose (mL)
          -----
-----
Final results                                     +/- Res. dev.  %      Comments
-----
Pb:
Pb      = 5033.876 ug/L      15.514      0.308
Cd:
Cd      = 4961.325 ug/L      9.595       0.193
    
```

La fenêtre **RESULTS** est composée des parties suivantes:

Entête

Metrohm 757 VA Computrace

Nom du fabricant et de l'appareil.

(5.757.0020)

Numéro de la version du logiciel PC.

Données relatives à la détermination

Determ.

Nom du fichier de détermination.

Sample ID

Identification de l'échantillon (voir **Sample identifier** sur la page **Determination**).

Creator

Nom de l'utilisateur actif, qui a fait démarrer la détermination avec la date **Date** et l'heure **Time** relatives au début de la détermination.

Modified by

Nom de l'utilisateur actif, qui a modifié en dernier la détermination avec la date **Date** et l'heure **Time** de la modification. La mention "---" signifie, qu'on est en présence d'une détermination n'ayant pas été modifiée du tout.

Attention: Indépendamment du fait, que des champs aient été modifiés ou non, le fait d'appuyer sur **<OK>** dans la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** a pour conséquence une entrée de la date de modification, dans la ligne **Modified by**.

User Nom de l'utilisateur actif, qui a nouvellement chargé une détermination préalablement enregistrée avec la date **Date** et l'heure **Time** du chargement (entrées identiques, comme sous **Creator**, dans le cas d'un rapport directement ouvert ou imprimé en fin de détermination).

Données relatives à l'échantillon

Cell volume

Volume de cellule; volume de solution total dans le vase de mesure en début de détermination (voir **Cell volume** sur la page **Determination**, voir *Chap. 5.2*).

Sample amount

Quantité d'échantillon; quantité d'échantillon donnée dans le vase de mesure (voir **Sample amount** sur la page **Determination**, voir *Chap. 5.2*).

Données relatives à la méthode

Method

Nom de la méthode utilisée pour la détermination.

Title

Titre de la méthode.

Remark1

Remarque 1 relative à la méthode.

Remark2

Remarque 2 relative à la méthode.

Evaluation de substance

Substance

Nom de substance (voir **Substance** sur la page **Substances**, *Chap. 5.2*).

Mass conc.

Concentration massique de substance calculée en rapport avec le volume total de solution (**Cell volume**) dans le vase de mesure au début du premier sweep.

MC.dev.

Déviations totale absolue et relative de la concentration massique de substance calculée **Mass conc..**

Mass

Masse de substance absolue dans le vase de mesure.

Add.mass

Masse de substance, ajoutée lors de chaque addition standard (seulement disponible pour les additions standards constantes).

Evaluation de pic

- VR** Numéro de la variation et de la réplication.
- V** Potentiel de pic trouvé (V).
- A;W;A/V {pour PSA: $s/V; s; s/V^2$ }**
 Grandeur d'évaluation calculée (hauteur, surface ou dérivée).
- i.mean; P.mean; mean**
 Valeur moyenne de la grandeur d'évaluation pour toutes les réplications d'une variation.
- Std.Dev.**
 Déviation standard de la grandeur d'évaluation pour toutes les réplications d'une variation.
- i.delta; P.delta; delta**
 Différence entre deux valeurs moyennes de grandeur d'évaluation qui se suivent.
- Comments**
 Affichage des commentaires lorsqu'une erreur quelconque intervient pendant le sweep (par exemple **Ovl. in scan** = Overload, surcharge pendant le sweep; **Ovl. in CDE** = Overload, pendant le cycle de nettoyage ou pendant la remise en solution; **Ovl. in cond. cycles** = Overload, pendant les cycles de conditionnement; **No peak found** = pas de pic trouvé pour la substance définie; **Not used** = le pic n'est pas utilisé pour le calcul).

Données relatives au calibrage

- Substance**
 Nom de la substance (voir **Substance** sur la page **Substances**, *Chap. 5.2*).
- Calibr.**
 Technique de calibrage **std.add.**, **rec.cc.** ou **smp.cc.** (voir **Calibration** sur la page **Specifications**, *Chap. 5.4*).
- Y.reg/offset**
 Grandeur d'évaluation calculée pour l'échantillon à partir de la courbe des additions standards (pour les additions standards) ou ordonnée à l'origine de la droite de calibrage (pour les courbes de calibrage).
- Slope**
 Pente de la courbe des additions standards ou de la courbe de calibrage.
- Mean deviat.**
 Déviation moyenne calculée des valeurs de mesure autour de la courbe des additions standards, respectivement de la courbe de calibrage.

Solutions

- No.** Numéro du Dosimate utilisé pour l'addition de solution.
- Content**
Remarques sur les solutions (voir **Content** dans la fenêtre **DOSIMATS**, *Chap. 5.2*).
- Vol. (mL)**
Volume de l'unité interchangeable installée sur le Dosimate (voir **Volume** sur la page **Hardware**, *Chap. 2.7*).
- Predose (mL)**
Si un Dosimate est utilisé pour l'addition de solutions auxiliaires en début de mesure, le volume de la solution auxiliaire donné est alors affiché ici.

Résultats finaux

- Final results**
Résultats calculés pour les formules de calcul définies dans la fenêtre **CALCULATION**.
- Res.dev.**
Déviation absolue et relative des résultats finaux.

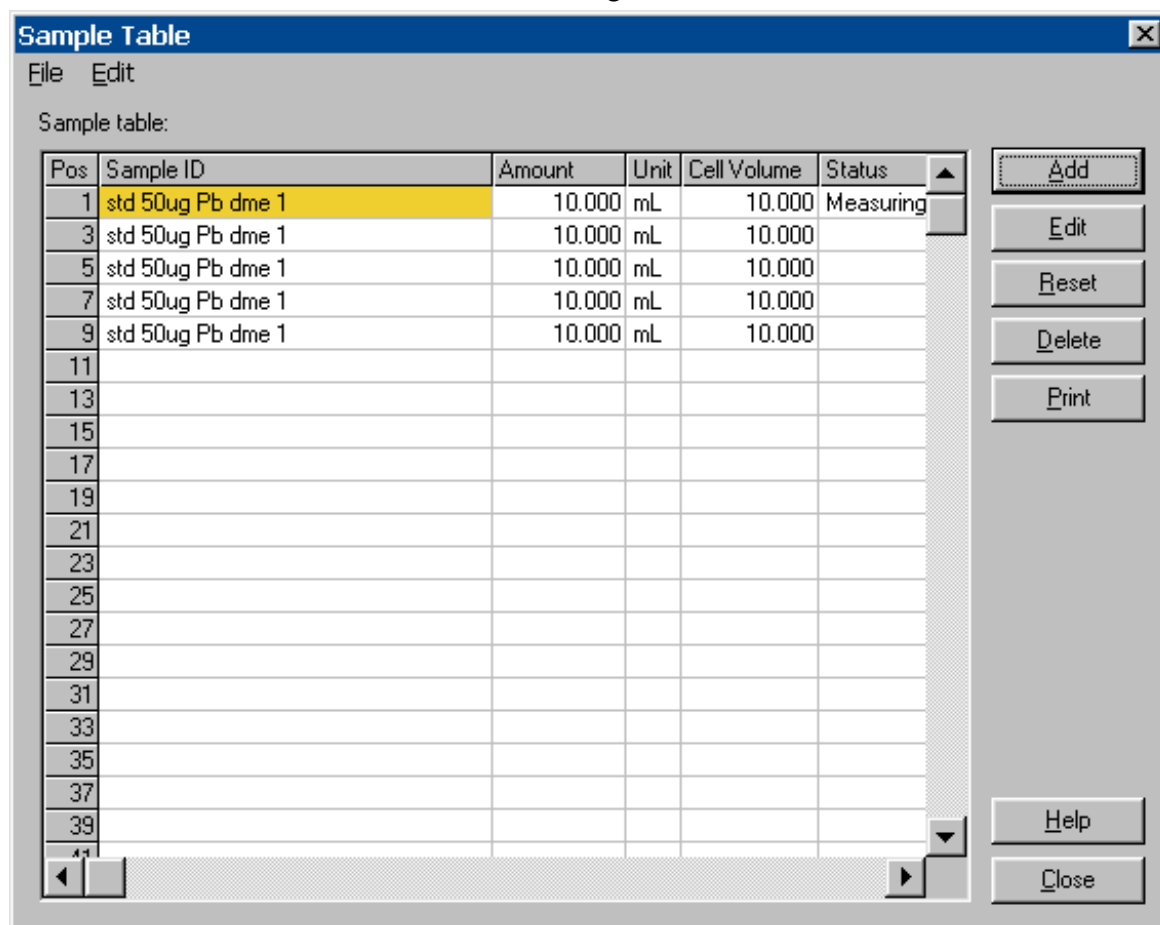
Copier du texte dans la mémoire intermédiaire

Un texte choisi dans la fenêtre **RESULTS** peut, par l'intermédiaire du choix de l'option **Copy to clipboard** du menu sensible au contexte, être copié dans la mémoire intermédiaire.

- RESULTS / Select all**
Sélectionner tout le texte de la fenêtre **RESULTS**.
- RESULTS / Copy to clipboard**
Copier le texte sélectionné dans la mémoire intermédiaire.

5.6 Tableau d'échantillons

Dans la fenêtre **SAMPLE TABLE**, les données échantillons du tableau d'échantillons chargé sont affichées.



Pos	Sample ID	Amount	Unit	Cell Volume	Status
1	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	Measuring
3	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
5	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
7	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
9	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
11					
13					
15					
17					
19					
21					
23					
25					
27					
29					
31					
33					
35					
37					
39					

Pos. [1, 3, 5 ... 127; affichage seulement]

Position de l'échantillon sur le rack échantillon du Compact Autosampler 813. Seulement les nombres impairs sont affichés, car sur les positions paires, on doit placer, pour chaque récipient échantillon, un deuxième récipient, rempli de solution de rinçage.

Sample ID [16 caractères ; "sample"]

Identification de l'échantillon.

Amount [> 0 ; 10]

Quantité d'échantillon; quantité d'échantillon donnée dans le vase de mesure.

Unit [mL, g ; mL]

Choix de l'unité pour la quantité d'échantillon.

Cell volume (mL) [> 0 mL ; 10 mL]

Volume de cellule; volume de solution total placé dans le vase de mesure en début de détermination. Les concentrations massiques de substance **Mass conc.** sont basées sur ce volume de cellule.

Status [affichage seulement]

Affichage de statut (état): **Measuring** (mesure), **Done** (détermination terminée) ou "vide" (prêt pour un nouveau départ).



Ajouter une nouvelle ligne dans le tableau d'échantillons. La fenêtre **SAMPLE** s'ouvre, il est alors possible d'entrer les paramètres **Sample ID**, **Sample amount**, **Sample unit** et **Cell volume**.



Editer la ligne dans le tableau d'échantillons choisie. La fenêtre **SAMPLE** s'ouvre, il est alors possible d'entrer les paramètres **Sample ID**, **Sample amount**, **Sample unit** et **Cell volume**.



Placer le **Status** des lignes dans le tableau d'échantillons sur "vide", de façon à ce que le tableau d'échantillons puisse être redémarré.



Effacer le contenu de la ligne dans le tableau d'échantillons choisie.



Imprimer le tableau d'échantillons.

Charger/enregistrer le tableau d'échantillons

Les fichiers de tableaux d'échantillons (*.spt) avec les données échantillons peuvent être mis en place, chargés et enregistrés à l'aide des instructions suivantes:

SAMPLE TABLE / File / New

Charger un tableau d'échantillons vide dans la mémoire de travail.

SAMPLE TABLE / File / Load

Charger un tableau d'échantillons existant dans la mémoire de travail. Le nom du tableau d'échantillons est affiché dans la ligne statut de la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE**.

SAMPLE TABLE / File / Save

Mettre en mémoire le tableau d'échantillons actuellement chargé dans la mémoire de travail. Si le tableau d'échantillons a été modifié depuis le chargement, le message **The file already exists. Overwrite?** apparaît alors. Appuyez sur **Yes**, pour écraser le tableau d'échantillons et sur **No**, pour interrompre l'enregistrement.

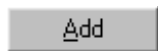
SAMPLE TABLE / File / Save As ...

Mettre en mémoire le tableau d'échantillons actuellement chargé dans la mémoire de travail dans un nouveau fichier. Entrer le nom et le dos-

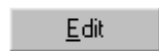
sier nécessaires à l'enregistrement du fichier du tableau d'échantillons.

Editer le tableau d'échantillons

Pour insérer de nouvelles lignes ou pour modifier des lignes existantes dans le tableau d'échantillons, on utilise les boutons



ou



. En supplément, il existe encore les possibilités d'édition suivantes:

SAMPLE TABLE / Edit / Cut

Eliminer les lignes du tableau d'échantillons choisies et mettre en mémoire dans la mémoire intermédiaire.

SAMPLE TABLE / Edit / Copy

Copier les lignes du tableau d'échantillons choisies dans la mémoire intermédiaire.

SAMPLE TABLE / Edit / Copy previous

Copier le contenu de la ligne précédente dans la ligne du tableau d'échantillons choisie.

SAMPLE TABLE / Edit / Paste

Copier le contenu de la mémoire intermédiaire dans la ligne du tableau d'échantillons choisie.

SAMPLE TABLE / Edit / Delete

Effacer la ligne du tableau d'échantillons choisie.

SAMPLE TABLE / Edit / Reset

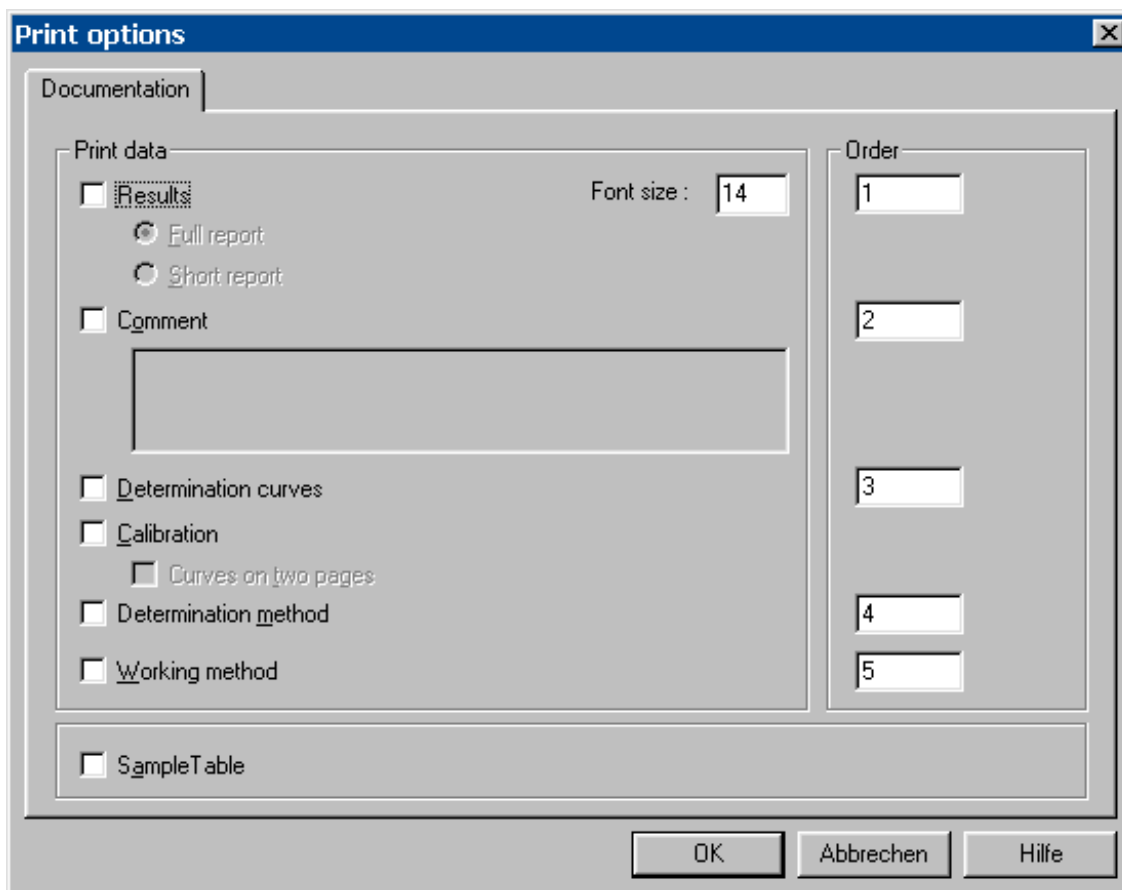
Remettre à l'état initial du **Status** des lignes du tableau d'échantillons, afin de permettre un nouveau départ du tableau d'échantillons.

5.7 Imprimer dans le mode d'utilisation «Determination»



757 VA COMPUTRACE / File / Print (Ctrl+P)

Imprimer les rapports et/ou les courbes. La fenêtre **PRINT OPTIONS** apparaît afin de permettre un choix des éléments à imprimer.



Results

Impression du **Full report** (rapport complet) ou du **Short report** (rapport succinct).

Font size

Taille des caractères de l'écriture en points pour l'impression des rapports.

Comment

Impression du commentaire de méthode défini dans le champ d'entrée correspondant.

Determination curves

Impression de tous les voltammogrammes.

Calibration

Impression de toutes les courbes de calibrage.

Curves on two pages

Si cette option est activée, toutes les courbes de détermination et de calibrage sont alors imprimées sur deux pages.

mées sur deux pages différentes; si ce n'est pas le cas, elles sont alors imprimées sur une seule et même page.

Determination method

Impression des paramètres de la méthode de détermination

Working method

Impression des paramètres de la méthode de travail chargée dans la mémoire de travail.

Order [1...6 ;]

Ordre d'impression des éléments de rapport.

Sample table

Impression du tableau d'échantillons.

5.8 Traitement des données et évaluation

Transfert de données

Après le commencement d'une détermination, les paramètres de la méthode de travail ("Working Method") sont copiés dans la méthode de détermination ("Determination Method"). Les paramètres nécessaires à la mesure voltampérométrique sont ensuite envoyés du PC, via connexion TCP/IP à la carte interface ou via connexion USB au VA Computrace Interface. La carte interface, respectivement l'interface, active et commande l'enregistrement des données dans le VA Computrace Stand, reçoit, puis enregistre les données de mesure. En fin de chaque voltammogramme, les données enregistrées sont envoyées à l'ordinateur, où elles sont ensuite évaluées et enregistrées dans un fichier détermination.

Enregistrement des données

Le VA Computrace Stand 757 travaille selon le principe potentiostatique à 3 électrodes. La tension de l'électrode de travail est contrôlée à la valeur souhaitée à l'aide d'une électrode de référence non chargée et le courant circule par l'intermédiaire d'une électrode auxiliaire séparée. La perte de tension dans la solution de mesure est automatiquement compensée. La mesure de courant avec digitalisation a lieu sous compensation automatique de la sensibilité de l'amplificateur à la valeur de mesure, de façon à ce que la mesure ait toujours lieu avec une exactitude optimale.

La façon dont l'enregistrement de la valeur de mesure a lieu, le domaine de mesure et la fréquence de mesure sont définis par le choix des électrodes, des modes de mesure et des paramètres de sweep correspondants. Les combinaisons entre les électrodes et les modes de mesure VA suivants sont possibles:

	DC	NP	DP	SqW	AC	CV	PSA
DME	(•)	•	•		•		
SMDE	(•)	•	•		•		
HMDE	•	•	•	•	•	•	•
RDE	•	•	•	•	•	•	•

- (•) Cette combinaison ne peut être employée que dans le mode d'utilisation «Exploratory».

Les couples de valeurs de mesure enregistrés par mesure individuelle sont mis en mémoire sous forme de blocs de données, qui sont clairement reconnaissables grâce au numéro VR (variation et réplication). Par l'intermédiaire de cette identification, il est possible de faire un choix pour l'affichage de chaque sweep de manière individuelle.

En rapport avec l'enregistrement des valeurs de mesure, les règles suivantes sont valables pour les sweeps:

- Le nombre maximal de variations (V) est limité à 29, le nombre maximal de réplifications (R) à 10.
- Le nombre maximal de valeurs de mesure est seulement limité par la place de mise en mémoire disponible qui est de 2 MB. Si cette valeur est dépassée, le message **There is not enough memory available to measure the desired points** apparaît alors; il est alors nécessaire de réduire, dans ce cas, le nombre de données par sweep.

Compensation du bruit de fond

Dans les déterminations avec **compensation du bruit de fond** (option **Measure blank** activée), les valeurs de mesure enregistrées lors de la mesure de la valeur à blanc sont soustraites des valeurs de mesure obtenues lors de l'enregistrement de chaque sweep suivant.

Lissage et dérivée

En fin de compensation de bruit de fond, les valeurs de mesure sont ensuite lissées. Ceci intervient dans le cadre d'une fenêtre glissante selon le procédé de Savitzky-Golay. Le nombre de points pour la fenêtre de lissage est défini par l'intermédiaire du facteur de lissage **Smooth factor**:

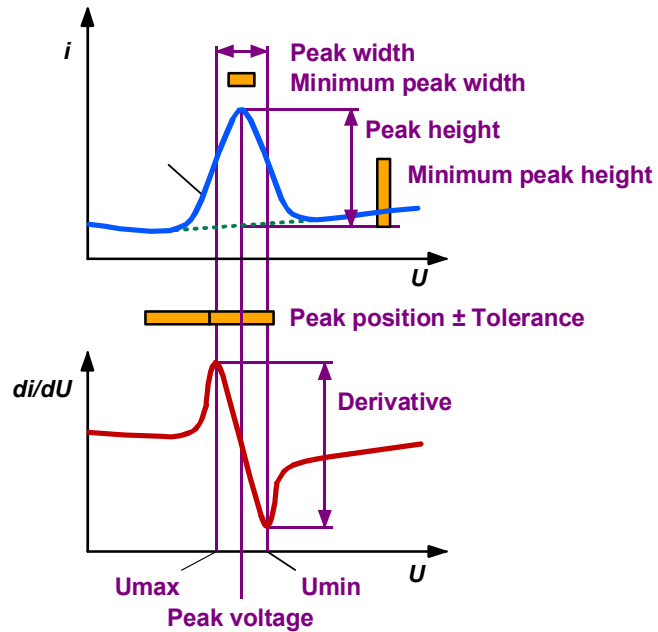
1	3 points
2	5 points
3	7 points
4	9 points
5	11 points
6	13 points

Le choix du facteur de lissage dépend surtout du nombre de points de données disponibles. Plus la courbe dispose d'un nombre de points important, plus le facteur de lissage peut être choisi élevé, sans que la courbe ne soit changée énormément. Bien que la courbe de lissage elle-même ne soit pas affichée, l'influence du lissage se remarque de manière concrète sur l'évaluation des pics et le calcul de la ligne de base.

Lors du lissage, la courbe est également automatiquement différenciée, de façon à obtenir la courbe dérivée (première dérivée), qui est ensuite ultérieurement utilisée pour l'identification des pics.

Identification des pics

A l'aide de la courbe dérivée, les maxima et les minima se succédant sont recherchés. Un maximum suivi d'un minimum indique un pic normal, alors qu'un minimum suivi d'un maximum montre un pic inversé (reverse peak). A l'aide de ces valeurs, on détermine le potentiel de pic **Peak voltage** et la largeur de pic **Peak width** pour chaque pic. Après la détection du pic, une ligne de base est construite et la hauteur de pic **Peak height** est déterminée à l'aide de la valeur du pic maximum, moins la valeur de la ligne de base à la position du potentiel de pic.



Peak voltage = $(U_{max} + U_{min}) / 2$

Peak width = $| U_{min} - U_{max} |$

Peak height = Hauteur de pic à la val. du potentiel de pic

Grâce à ces valeurs approximatives, les pics trouvés sont attribués aux substances définies, grâce aux paramètres de reconnaissance définis sur la page **Substances**. Pour ce faire, trois tests de reconnaissance sont effectués:

Test de potentiel de pic: **Peak voltage** = **Peak position ± Tolerance**

Test de largeur de pic: **Peak width** > **Minimum peak width**

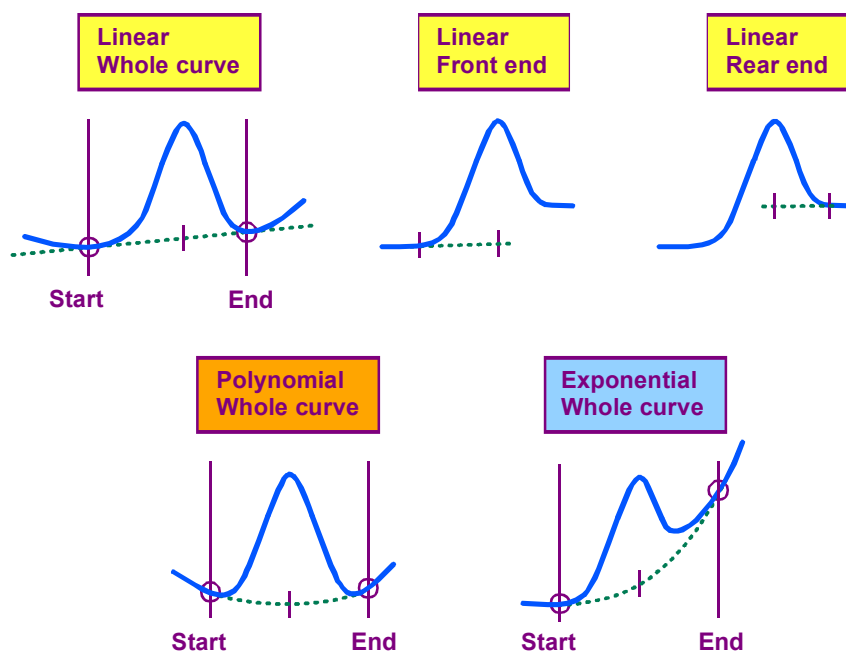
Test de hauteur de pic: **Peak height** > **Minimum peak height**

Si toutes les trois conditions de test sont remplies, le pic est alors attribué au pic correspondant et ainsi reconnu en tant que pic de substance. Sur le tracé de la courbe, le pic est alors identifié avec le nom de substance défini sous "**Substance**".

Si seulement deux conditions sont remplies, le pic est alors reconnu en tant que pic inconnu (Unknown peak) et n'est attribué à aucune substance. Sur le tracé de la courbe, le pic est alors marqué avec le nom "**Unk**".

Calcul de ligne de base

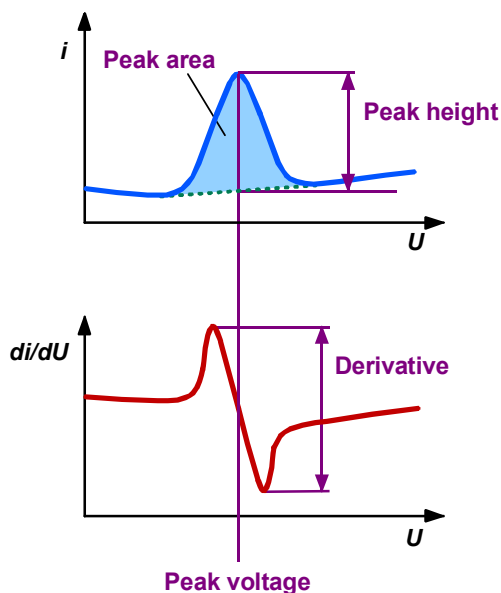
L'évaluation des pics reconnus a lieu à l'aide de lignes de base approximatives. Le calcul de la ligne de base pour un pic de substance lissé est déterminé à l'aide des paramètres de ligne de base définis dans la fenêtre **BASELINE** (voir *Chap. 5.2*). Pour le calcul de ligne de base, on a les possibilités suivantes à disposition:



De manière standard, le point de départ et le point final de la ligne de base sont calculés automatiquement. Si souhaité, il est possible de fixer ces points à des valeurs de tension déterminées. Pour les pics asymétriques ou doubles, il est recommandé de choisir le domaine de ligne de base **Front end** ou **Rear end**.

Calcul de la grandeur d'évaluation

La grandeur d'évaluation est pour tous les pics d'une détermination identique et doit être définie sur la page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** (voir *Chap. 5.2*). A l'aide de la ligne de base calculée, on détermine pour chaque substance de pic, la grandeur d'évaluation définie **Height**, **Area** ou **Derivative**, qui est ensuite affichée en tant que résultat.



Calcul de concentration

Dans les procédés polarographiques et voltampérométriques, les grandeurs d'évaluation mesurées (**Height**, **Area** ou **Derivative**) sont proportionnelles pour une substance donnée à sa concentration massique. La relation entre grandeur d'évaluation et concentration massique doit être déterminée à l'aide d'un calibrage avec des solutions standards de référence. Dans le VA Computrace 757, les deux techniques de calibrage suivantes sont disponibles:

- **Méthode par addition standard**
Détermination de la teneur à l'aide d'une ou plusieurs additions de solution standard.
- **Courbe de calibrage**
Détermination de la teneur à l'aide d'une courbe de calibrage déterminée préalablement avec des solutions standards de référence.

Le but de ces deux modes de calibrage est de calculer la concentration massique de l'échantillon **c(s)**, qui est définie par l'intermédiaire de la masse de substance trouvée **Mass** et de la quantité d'échantillon **Sample amount** (en tant que masse ou volume) dans le vase de mesure:

$$c(s) = \text{Mass} / \text{Sample amount}$$

Calcul de dilution

Dans tous les cas, où la quantité d'échantillon aurait été diluée dans le vase de mesure, avant le commencement du premier sweep (par exemple, lors d'addition de tampon), ceci devrait être alors pris en considération par l'entrée de **Sample amount** et **Cell volume** sur la page **Determination** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** (voir *Chap. 5.2*).

Dans le cas où l'échantillon aurait été dilué en plus, après le commencement du premier sweep (par exemple, lors de l'addition de solutions standards), cette dilution est alors continuellement et nouvellement calculée pour chaque étape de dilution, de façon à ce que la courbe de calibrage affiche, pour chaque solution de mesure, la concentration massique effective dans le vase de mesure.

Un volume d'addition donné éventuellement par un Dosimate et les volumes d'addition de solutions auxiliaires réalisés avec la fonction **Predose** ne sont pas pris en considération dans le calcul de dilution, mais doivent déjà être considérés dans le facteur **Cell volume**.

Calcul de l'addition standard

Pendant la méthode des additions standards, on ajoute à l'échantillon une fois ou plusieurs fois, une quantité connue de substance à déterminer. L'addition peut avoir lieu manuellement ou automatiquement à l'aide d'un Dosimate. Pour calculer la concentration massique recherchée, le procédé suivant est utilisé:

1. Mesure de la solution échantillon

La solution échantillon de concentration massique d'échantillon inconnue **c(s)** va être mesurée une fois ou plusieurs fois (défini suivant le nombre de réplifications **No. of replications**). On obtient ainsi:

EV (s)	Grandeur d'évaluation pour l'échantillon
mean (s)	Valeur moyenne de toutes les grandeurs d'évaluation pour l'échantillon
Std.dev. (s)	Déviation standard de la valeur individuelle EV (s) = s(s)

2. Mesure des solutions échantillons contenant les additions standards

La solution échantillon subit **n** additions standards (défini selon le nombre d'additions **No. of additions**) d'une solution standard de concentration massique connue **c(st)**. Chacune de ces solutions ayant subi les additions standards sont mesurées une fois ou plusieurs fois (défini selon le nombre de réplifications **No. of replications**). On obtient ainsi:

EV (n)	Grandeur d'évaluation d'une mesure individuelle de l'échantillon n ayant subi l'addition standard
mean (n)	Moyenne de toutes les grandeurs d'évaluation pour l'échantillon n ayant subi l'addition standard
Std.dev. (n)	Déviation standard de la valeur individuelle EV (n) = s(n)
c(n) – c(s)	Différence des concentrations massiques entre l'échantillon n ayant subi l'addition standard et la solution standard initiale

3. Détermination de la courbe des additions standards

Pour le calcul de la courbe des additions standards linéaire, on détermine les paramètres **a** et **b** de la courbe de régression linéaire $y = a + bx$ à l'aide de la méthode de minimisation pondérée des carrés des erreurs avec $y = EV$ et $x = c - c(s)$, où le facteur pondéré utilisé pour chaque point est la déviation standard des répétitions. Les paramètres **a** et **b** sont affichés dans la fenêtre **RESULTS** et ont la signification suivante:

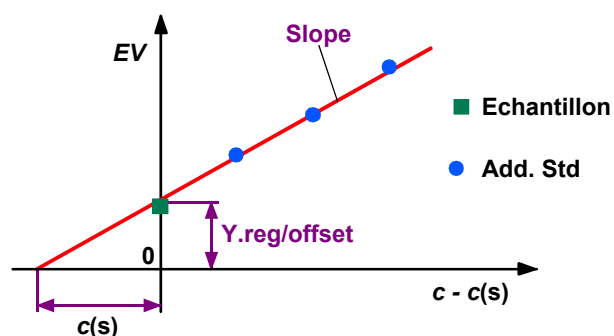
a = Y.reg/offset	Ordonnée à l'origine de la courbe des additions standards
b = Slope	Pente de la courbe des additions standards

4. Calcul de la concentration massique c(s)

Une condition nécessaire quant à la possibilité d'utilisation de la méthode des additions standards est que pour $c = 0$, on ait également la grandeur d'évaluation $EV = 0$. Si on insère ces deux grandeurs dans la fonction de calibration 0, on peut alors calculer la concentration massique recherchée **c(s)** à partir de l'équation suivante:

$$c(s) = a / b$$

Dans la représentation graphique de la courbe des additions standards, la concentration massique recherchée sur l'axe des X est donnée par la distance du point zéro au point d'intersection avec la fonction de calibration.



5. Calcul de la déviation du résultat **MC.dev.**

La déviation totale **MC.dev.** de la concentration massique calculée **Mass.conc.** est déterminée avec un calcul d'erreur linéaire. Indépendamment du nombre de mesures, la déviation totale **MC.dev.** est toujours calculée de façon à ce que la **Mass.conc. ± MC.dev.** donne le domaine, dans lequel la concentration massique peut être attendue avec une probabilité de 68.3%.

Règles à respecter pour la méthode des additions standards

La **méthode des additions standards** est le procédé de calibrage standard utilisé pour la plus grande partie des applications possibles avec le VA Computrace 757. Son avantage principal est le suivant: cette méthode est très sûre, car le calibrage a lieu dans l'échantillon lui-même, dans les conditions réelles de matrice et tous les paramètres de mesure restent identiques. Afin d'obtenir une exactitude et une déviation optimale, les **règles** suivantes doivent être respectées:

- **Contrôler le domaine de linéarité**

Pour chaque substance, il est recommandé, lors de la mise en place de la méthode de tester le domaine de linéarité de la méthode. Pour ce faire, effectuer plusieurs fois des additions standards sur une gamme importante de concentration. A l'aide des courbes de calibrage affichées dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**, vous êtes alors en position de pouvoir déterminer sur quel domaine les additions standards sont linéaires et sur lequel, elles ne le sont plus.

- **Procédé par ajouts**

Si la teneur de la substance se situe dans le domaine linéaire, plusieurs ajouts de solution standard ne sont alors nécessaires que lorsque, pour chaque détermination un contrôle de linéarité est souhaité. Pour limiter la déviation, il est alors préférable de ne faire qu'une seule addition, mais de choisir le nombre de répliques aussi haut que possible.

- **Rapport d'ajouts entre 1:2 et 1:5**

Le rapport optimal entre les ajouts pour l'addition complète devrait se situer entre 1:2 et 1:5, ce qui signifie que la somme de toutes les quantités utilisées pour les additions devrait être de l'ordre de 2 à 5 fois la quantité d'échantillon présente dans le vase de mesure. Ceci se laisse facilement contrôler, à l'aide des paramètres **Mass** et **Add.mass** affichés dans la fenêtre **RESULTS**.

- **Prise en considération des valeurs à blanc**

Les valeurs à blanc souhaitées doivent être déterminées séparément et soustraites dans le calcul de formule dans la fenêtre **CALCULATION**.

Calcul de la courbe de calibrage

La détermination de la teneur à l'aide d'une courbe de calibrage a lieu en deux étapes:

- On détermine tout d'abord la relation entre la concentration massique **c** d'une substance et la grandeur d'évaluation **EV** en mesurant différentes solutions standards.
- On mesure ensuite l'échantillon et à l'aide de la courbe de calibrage enregistrée, on détermine sa concentration massique **c(s)**.

Lors de la détermination de la concentration à l'aide d'une courbe de calibrage, on utilise le procédé suivant afin de calculer la concentration massique recherchée **c(s)** de l'échantillon:

1. Mesures des solutions de calibrage

Les solutions de calibrage de concentrations massiques connues **c(n)** sont toutes mesurées plusieurs fois (ceci est défini par le nombre de répliques **No. of replications**). On obtient ainsi:

EV (n)	Grandeur d'évaluation pour la solution de calibrage n
mean (n)	Moyenne de toutes les grandeurs d'évaluation pour la solution de calibrage n
Std.dev. (n)	Déviatoin standard de la valeur individuelle EV (n) = s(n)
c(eff,n)	Concentrations massiques effectives des solutions de calibrage (ceci est calculé à partir de c(n) , en prenant en considération le facteur de dilution)

2. Détermination de la courbe de calibrage

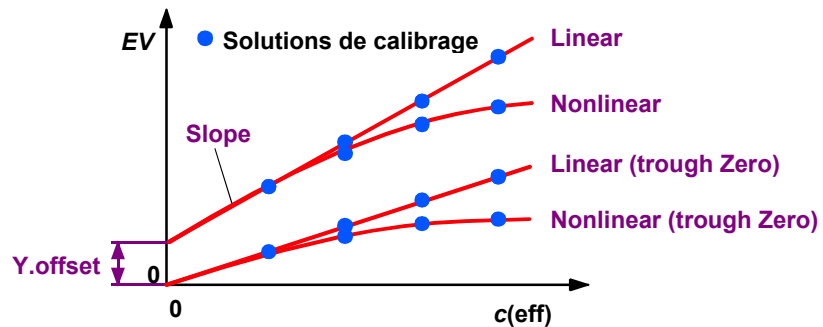
Pour le calcul de la droite de calibrage, on dispose de quatre modèles de fonctions, qui peuvent être sélectionnés sous **Regression technique** sur la page **Substances**:

$y = a + bx$	Droite = Linear Regression
$y = bx$	Droite passant par zéro = Linear Regression (through Zero)
$y = a + b x + d x^4$	Courbe non linéaire 4 ^{ième} degré = Nonlinear Regression
$y = b x + d x^4$	Courbe non linéaire 4 ^{ième} degré passant par zéro = Nonlinear Regression (through Zero)

Les paramètres **a**, **b** et **d** de la courbe de régression sont déterminés par la méthode des moindres carrés avec **y = EV** et **x = c(eff)**. Les paramètres sont affichés dans la fenêtre

RESULTS et possèdent la signification suivante:

a = Y.reg/offset	Interception à l'axe de la courbe de calibrage
b = Slope	Pente de la courbe de calibrage dans le domaine linéaire
d = Nonlin.	Facteur de non-linéarité



3. Mesure de la solution échantillon

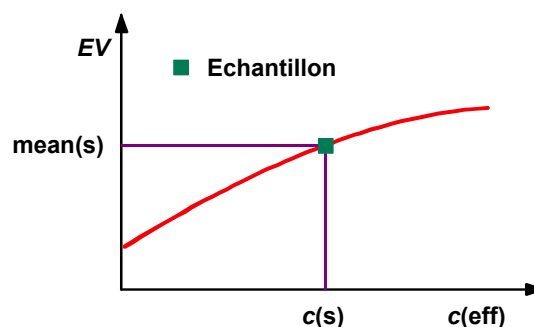
La solution échantillon de concentration massique inconnue **c(s)** de l'échantillon est mesurée une fois ou plusieurs fois (défini avec le nombre de répliquions **No. of replications**). On obtient ainsi:

EV (s)	Grandeur d'évaluation d'une mesure individuelle pour l'échantillon
mean (s)	Valeur moyenne de toutes les grandeurs d'évaluation pour l'échantillon
Std.dev. (s)	Déviation standard de la valeur individuelle EV (s) = s(s)

4. Calcul de la concentration massique c(s)

La concentration massique recherchée **c(s)** de l'échantillon est calculée par intégration de la valeur **mean (s)** dans la fonction de calibrage préalablement déterminée:

$$\text{mean (s)} = d c(s)^4 + b c(s) - a$$



5. Calcul de la déviation du résultat **MC.dev.**

La déviation totale **MC.dev.** de la concentration massique calculée **Mass.conc.** est déterminée avec un calcul d'erreur linéaire, qui prend en considération aussi bien l'erreur intervenant lors de la mesure que celle obtenue pendant le processus de calibrage. Indépendamment du nombre de mesure, la déviation totale **MC.dev.** est toujours calculée de façon à ce que **Mass.conc. ± MC.dev.** donne un domaine, dans lequel la concentration massique peut être attendue avec une probabilité de 68.3%.

Règles relatives à la méthode utilisant une courbe de calibrage

La détermination du résultat, à l'aide d'une **courbe de calibrage** apporte, comparativement à la méthode par additions standards un gain de temps; elle n'est cependant acceptable que dans les cas suivants:

- Lorsque la matrice de tous les échantillons et des solutions standards est identique ou n'a pas d'influence sur la mesure
- Lorsque pendant les mesures, tous les paramètres de mesure restent inchangés (capillaire, température, etc.) et
- Lorsque l'exactitude de chaque résultat est contrôlée régulièrement à l'aide de la méthode des additions standards.

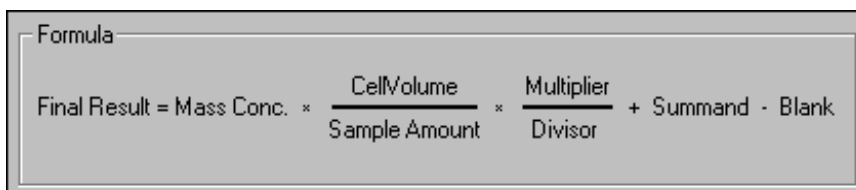
En vue d'obtenir une exactitude et une déviation optimales, certaines **règles** doivent être respectées, lors de travaux effectués avec la méthode utilisant une courbe de calibrage:

- **Contrôler le domaine de linéarité**
Pour chaque substance, lors de la mise en place de la méthode, il est recommandé de contrôler le domaine de linéarité de la courbe de calibrage; ce contrôle devrait être effectué sur une gamme de concentrations importante. A l'aide de la courbe de calibrage affichée dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**, il est alors possible de décider, sur quel domaine la courbe est linéaire.
- **Travailler dans le domaine linéaire**
Lors de la réalisation de déterminations dans un domaine linéaire, en vue d'obtenir la plus petite déviation possible, il est recommandé de calibrer surtout dans le domaine inférieur et dans le domaine supérieur de ce domaine et de choisir le nombre de répliques aussi élevé que possible.
- **Contrôler l'interception à l'axe**
L'ordonnée à l'origine livre une information sur une erreur systématique possible ou une éventuelle valeur à blanc. Pour intégrer cette erreur dans la concentration massique effective en g/L, il faut diviser **Y.offset** par la pente **Slope**.

- **Fixer le domaine de travail**
La courbe de calibrage n'est définie que pour le domaine entre les solutions de calibrage avec la plus basse et la plus haute concentration massique. Les extrapolations en dehors de cette gamme ne sont pas acceptables.
- **La température doit rester constante**
A cause de la grande dépendance des valeurs de mesure vis à vis de la température ($\geq 2\%/^{\circ}\text{C}$), il est recommandé de travailler avec un vase de mesure thermostaté 6.1418.220.
- **Prise en considération des valeurs à blanc**
Les possibles valeurs à blanc doivent être déterminées séparément et être soustraites dans le calcul de formule de la fenêtre **CALCULATION**.

Calcul de formule

La dernière étape lors de l'évaluation consiste en l'étape de calcul de la formule de calcul entrée dans la fenêtre **CALCULATION** pour la sortie des résultats finaux **Final results**:



Formula

$$\text{Final Result} = \text{Mass Conc.} \times \frac{\text{CellVolume}}{\text{Sample Amount}} \times \frac{\text{Multiplieur}}{\text{Divisor}} + \text{Summand} - \text{Blank}$$

Sans changement des valeurs standards pour les **Multiplieur**, **Divisor** et **Summand**, le résultat final **FinalResult** est obtenu par multiplication de la **concentration massique** avec le volume de cellule **Cell volume** et divisé par la quantité d'échantillon **Sample amount**. Le résultat final reçoit l'unité choisie dans la fenêtre **CALCULATION** sous le paramètre **Final unit**.

6 Maniement

6.1 Commande du Computrace

Choix du mode de commande du Computrace

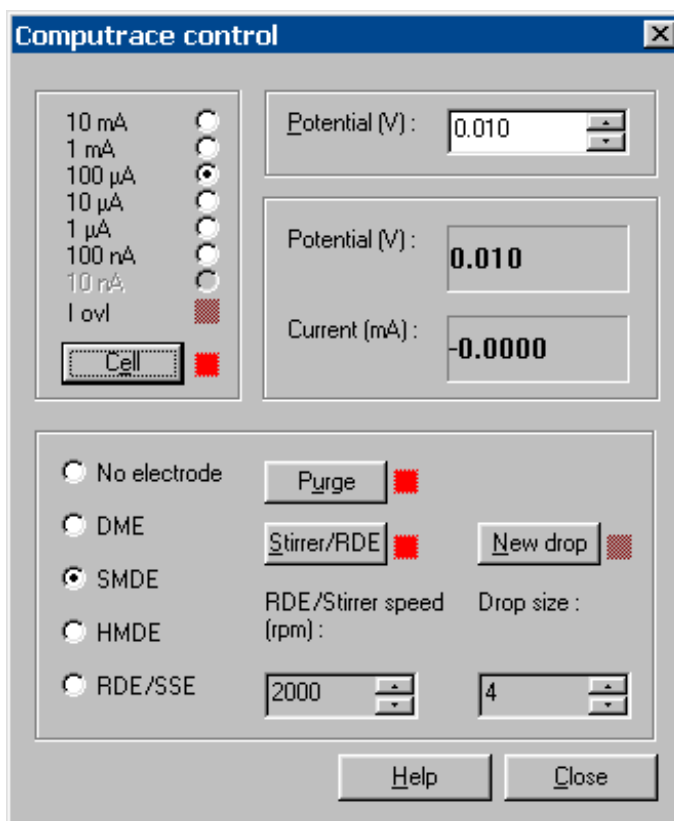


757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control

Démarrer la commande manuelle du VA Computrace Stand 757.

Fenêtre «Computrace control»

La fenêtre **COMPUTRACE CONTROL** sert à la commande manuelle du VA Computrace Stand 757.



10 mA ... 100 nA

Choix de la gamme de courant pour les mesures en mode manuel.

I ovl

Lorsque la lampe rouge s'allume, cela signifie une surcharge de courant ("Overload").

 Cell

Activer/désactiver la mesure de courant. Après mise en route, la valeur de potentiel réglée sous le paramètre **Potential** est appliquée aux électrodes et le courant est mesuré continuellement. La petite lampe rouge à côté du bouton **<Cell>** s'allume lorsque ce mode est actif.

Potential (V) [-5...+5 V ; 0 V]

Tension devant être appliquée aux électrodes.

Potential (V) [affichage seulement]

Affichage de la tension devant être appliquée aux électrodes.

Current (xA) [affichage seulement]

Affichage de l'intensité mesurée.

No electrode

Aucune électrode connectée au VA Computrace Stand 757. Ce réglage sert surtout au changement des électrodes dans le Stand.

DME

Choix de l'électrode à goutte de mercure (DME).

SMDE

Choix de l'électrode à goutte de mercure statique (SMDE).

HMDE

Choix de l'électrode à goutte de mercure pendante (HMDE).

RDE/SSE

Choix de l'électrode rotative (RDE).

 Purge

Allumer/éteindre le dégazage au gaz inerte.

 Stirrer/RDE

Agiter/activer/désactiver la RDE avec la vitesse de rotation sélectionnée sous **RDE/Stirrer speed**.

RDE/Stirrer speed (rpm) [0...3000 rpm ; 2000 rpm]

Nombre de tours par minute /RDE.

 New drop

DME: Activer la descente libre des gouttes à la MME.

SMDE: Activer la descente libre des gouttes à la MME, à un intervalle d'environ 1 s.

HMDE: Formation d'une nouvelle goutte unique à la MME.

Drop size [1...9 ; 4]

Taille de la goutte de mercure (surface 0.15 ... 0.60 mm²).

6.2 Commande de Dosimate

Choix de la commande de Dosimate

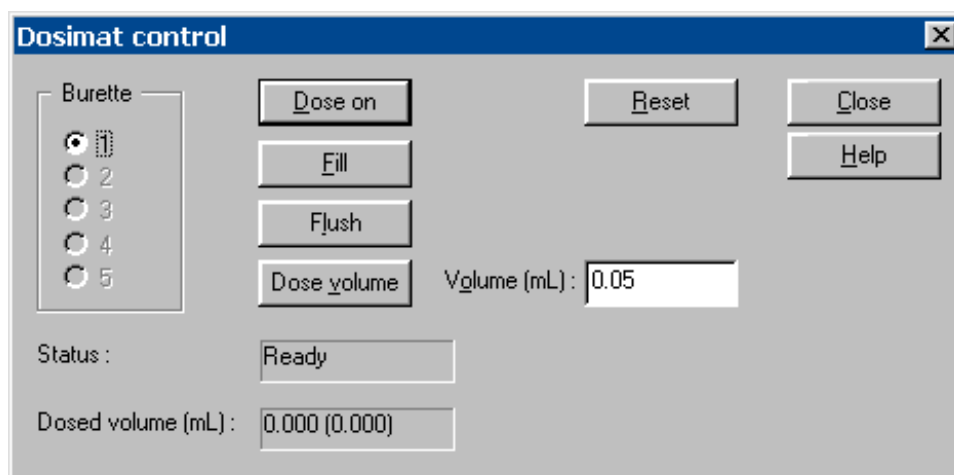


757 VA COMPUTRACE / Utility / Dosimat control

Commande manuelle des Dosimates 665 ou 765 connectés au VA Computrace Stand 757.

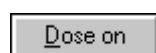
Fenêtre «Dosimat control»

La fenêtre **DOSIMAT CONTROL** sert à la commande manuelle des Dosimates connectés au VA Computrace Stand 757.



Burette

Choix du Dosimate, devant être commandé manuellement.



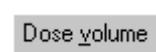
Activer la fonction de dosage sur le Dosimate. La solution est ajoutée jusqu'au moment où le bouton **<Dose off>** est appuyé.



Le cylindre de burette sur le Dosimate est rempli.



Le cylindre de burette sur le Dosimate est vidé et rempli de nouveau.



Ajouter le volume préprogrammé sous la fonction **Volume**.

Volume (mL) [> 0.01 mL ; 0 mL]

Volume, devant être dosé.

Status [Affichage seulement]

Affichage du statut actuel du Dosimate.

Dosed volume (mL) [Affichage seulement]

Affichage du volume dosé depuis le dernier remplissage (première valeur) et du volume cumulé dans le cas où l'affichage n'aurait pas été remis à zéro après le remplissage (valeur entre parenthèses).



Remettre l'affichage **Dosed volume** à zéro et remplir le cylindre de la burette.

6.3 Formation de film

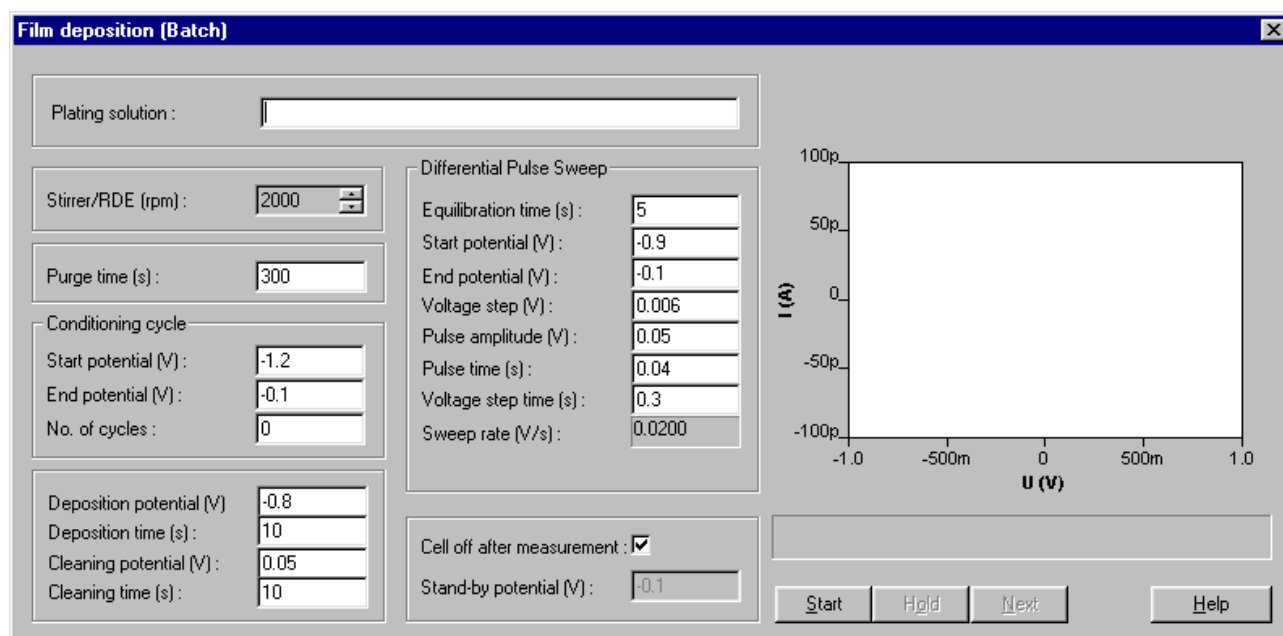
Choix de la formation de film

757 VA COMPUTRACE / Utility / Film deposition

Activer la formation d'un film de mercure sur l'électrode solide sur le VA Computrace Stand 757.

Fenêtre «Film deposition»

La fenêtre **FILM DEPOSITION** sert à la formation d'un film de mercure ou de métal sur les électrodes solides avec le VA Computrace Stand 757.



Plating solution [XXX caractères ;]

Nom de la solution de platinage utilisée pour la formation du film.

Stirrer/RDE (rpm) [0...3000 rpm ; 2000 rpm]

Nombre de tours par minute de l'électrode rotative. La RDE tourne pendant toutes les étapes de préparation jusqu'au commencement du sweep de nettoyage.

Purge time (s) [0...80600 s ; 300 s]

Durée de dégazage de la solution échantillon avant la première mesure.

Conditioning cycles

Avant la formation d'un film, il est possible de régénérer la surface de l'électrode électrochimiquement, par l'intermédiaire d'un nombre de cycles de conditionnement définissable. Pendant chaque cycle de conditionnement, on applique une tension possédant une vitesse de 1 V/s entre un potentiel de départ **Start potential** et un potentiel final **End potential** et inversement.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -1.2 V]

Potentiel de départ pour le sweep cyclique de conditionnement.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le sweep cyclique de conditionnement.

No. of cycles [0...X ; 0]

Nombre de cycles de conditionnement.

Deposition potential (V) [-5...+5 V ; -0.9 V]

Potentiel de déposition; tension appliquée aux électrodes pendant la durée **Deposition time**.

Deposition time (s) [0...80600 s ; 60 s]

Durée de déposition; temps pendant lequel la tension de déposition **Deposition potential** est appliquée aux électrodes.

Cleaning potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de nettoyage; tension appliquée aux électrodes pendant la durée du nettoyage **Cleaning time**.

Cleaning time (s) [0...80600 s ; 0 s]

Durée du nettoyage; temps pendant lequel le potentiel de nettoyage **Cleaning potential** est appliqué aux électrodes.

Sweep

Paramètre du sweep DP utilisé pour le test des électrodes en fin de formation de film (voir *Modes de mesure VA, Chap. 3.2*).

Cell off after measurement [on, off ; on]

Activer/désactiver l'arrêt automatique de l'application de la tension appliquée aux électrodes en fin de mesure.

Stand-by potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de repos, appliqué aux électrodes en fin de mesure, dans le cas où **Cell off after measurement** aurait été réglé sur **off**.

6.4 Procédure de nettoyage

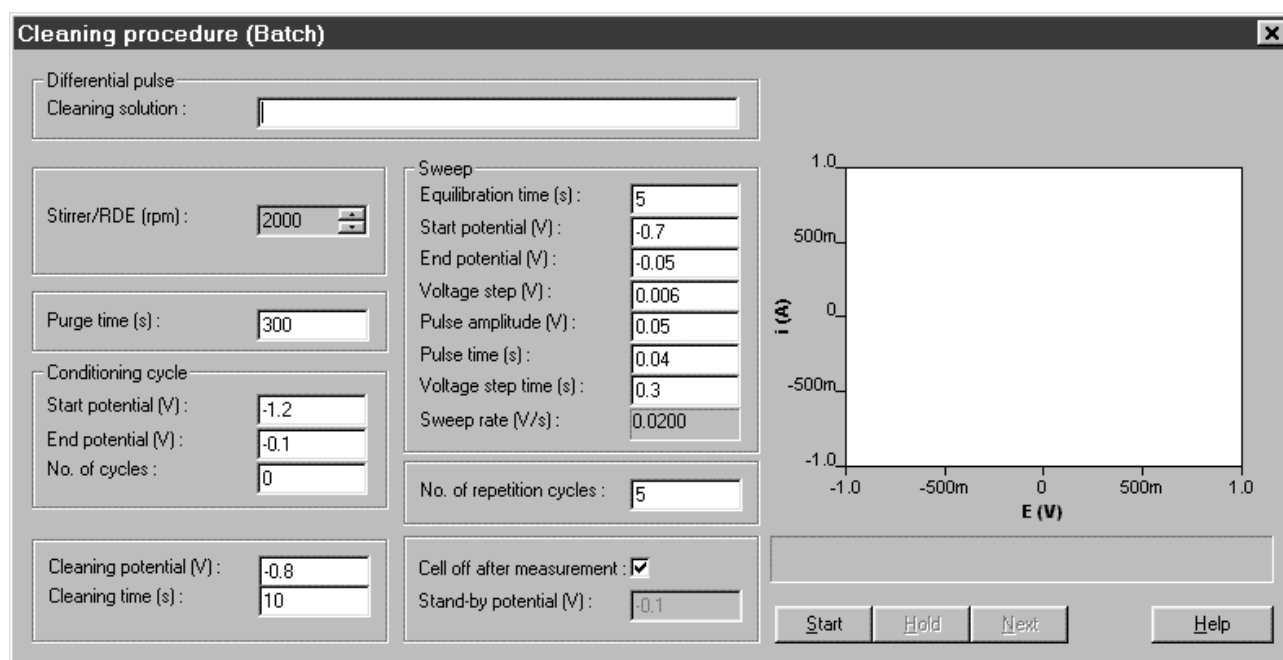
Choix de la procédure de nettoyage

757 VA COMPUTRACE / Utility / Cleaning procedure

Démarrer la procédure de nettoyage pour l'électrode solide sur le VA Computrace Stand 757.

Fenêtre «Cleaning procedure»

La fenêtre **CLEANING PROCEDURE** sert au nettoyage électrochimique des électrodes solides au VA Computrace Stand 757.



Cleaning solution [XXX caractères ;]

Nom de la solution de nettoyage utilisée pour la procédure de nettoyage des électrodes solides.

Stirrer/RDE (rpm) [0...3000 rpm ; 2000 rpm]

Nombre de tours par minute de l'électrode solide rotative. La RDE tourne pendant toutes les étapes de préparation, jusqu'au commencement du sweep de nettoyage.

Purge time (s) [0...80600 s ; 300 s]

Durée de dégazage avant la première mesure de la solution échantillon.

Conditioning cycles

Ce paramètre permet le nettoyage électrochimique d'électrodes solides par l'intermédiaire d'un nombre de cycles de conditionnement programmable à souhait. Pour chaque cycle de conditionnement, une tension possédant une vitesse de 1 V/s est appliquée à partir d'un potentiel de départ **Start potential** jusqu'à un potentiel final **End potential** et inversement.

Start potential (V) [-5...+5 V ; -1.2 V]

Potentiel de départ pour le sweep cyclique de conditionnement.

End potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel final pour le sweep cyclique de conditionnement.

No. of cycles [0...X ; 0]

Nombre de cycles de conditionnement.

Cleaning potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de nettoyage; potentiel appliqué aux électrodes pendant la durée du nettoyage, **Cleaning time**.

Cleaning time (s) [0...80600 s ; 0 s]

Durée de nettoyage; temps pendant lequel le potentiel de nettoyage **Cleaning potential** est appliqué aux électrodes.

Sweep

Paramètre du sweep DP utilisé pour le test des électrodes en fin de formation de film (voir *Modes de mesure VA, Chap. 3.2*).

No. of repetition cycles [0...X ; 0]

Nombre de répétitions des cycles de nettoyage et potentiel de nettoyage.

Cell off after measurement [on, off ; on]

Activer/désactiver l'arrêt automatique de l'application de la tension appliquée aux électrodes en fin de mesure.

Stand-by potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

Potentiel de repos, appliqué aux électrodes en fin de mesure, dans le cas où **Cell off after measurement** aurait été réglé sur **off**.

7 Comment procéder...?

7.1 Installation et démarrage du programme

Installer les Dosimates pour l'addition automatique


1. Connectez les Dosimates 665 et 765 au VA Computrace Stand 757 (voir *Installation de Dosimates, Chap. 1.3*).
2. Fixez les réglages relatifs au hardware pour les Dosimates (voir *Réglages relatifs au hardware pour les Dosimates, Chap. 1.3*).
3. Définissez la solution d'addition ou auxiliaire dans la fenêtre **DOSIMATS** (voir *Dosimates, Chap. 5.2*).

Mise sous tension des appareils et démarrage du programme

1. Mettez les Dosimates sous tension (si présents) et le VA Computrace Stand 757.
2. Contrôlez, si l'adaptateur de secteur relié à l'interface VA Computrace est bien connecté au réseau.
3. Mettez le Compact Autosampler 813 et la Relaisbox 731 sous tension (si présents).
4. Allumez l'ordinateur.
5. Démarrez le logiciel VA Computrace (voir *Démarrer et arrêter le programme, Chap. 2.2*).
6. Entrez le nom sous **Name** et le mot de passe sous **Password** dans la fenêtre **VA COMPUTRACE LOGIN** (voir *Login, Chap. 2.6*).
7. Choisissez le mode d'utilisation «Exploratory» ou «Determination» (voir *Menu «Mode», Chap. 2.4*).
8. Ouvrez la fenêtre souhaitée dans le mode d'utilisation «Exploratory» (**EXPLORATORY SPECIFICATIONS, EXPLORATORY CURVES**) ou dans le mode d'utilisation «Determination» (**WORKING METHOD SPECIFICATIONS, MONITOR, DETERMINATION CURVES, RESULTS, SAMPLE TABLE**).

7.2 Droits d'accès de l'utilisateur

Définir un nouvel utilisateur



1. Ouvrez la fenêtre **USER RIGHTS** en appuyant sur **757 VA COMPUTRACE / User / User rights**.
2. Appuyez sur le bouton  pour ouvrir la fenêtre **ADD NEW USER**.
3. Entrez le nom sous **Name** et le mot de passe sous **Password** du nouvel utilisateur.
4. Fermez la fenêtre **ADD NEW USER** en appuyant sur **<OK>**.
5. Choisissez le nouvel utilisateur dans la liste de tous les utilisateurs et fixez ses droits d'accès (voir *Droits d'accès, Chap. 2.6*).
6. Fermez la fenêtre **USER RIGHTS** en appuyant sur **<OK>**.

Modifier les droits d'accès


1. Ouvrez la fenêtre **USER RIGHTS** en appuyant sur **757 VA COMPUTRACE / User / User rights**.
2. Choisissez l'utilisateur souhaité dans la liste de tous les utilisateurs et modifiez ses droits d'accès (voir *Droits d'accès, Chap. 2.6*).
3. Fermez la fenêtre **USER RIGHTS** en appuyant sur **<OK>**.

7.3 Signaux dans le mode d'utilisation «Exploratory»

Charger les courbes de signaux

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**.
2. Appuyez sur  ou **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**.
3. Choisissez un ou plusieurs (Ctrl + marquer) fichiers de signaux souhaités ***.sig** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**.

Enregistrer les courbes de signaux



1. Choisissez la courbe de signaux souhaitée dans la liste de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATIONS**.
2. Appuyez sur  ou **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Save signal**.



3. Choisissez le dossier souhaité, entrez le nom du fichier signaux *.sig dans la fenêtre **SAVE AS** et appuyez sur le bouton **<Save>**. Prenez soin de définir un dossier de données individuel, pour chaque utilisateur, sous **User Directories**.

Enregistrer automatiquement des courbes de signaux

1. Appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** et activez l'option **Auto save determination and signal** sur la page **General**.
2. Choisissez à l'aide du bouton **<Browse>** le dossier nécessaire pour la mise en mémoire du fichier signaux dans le champ **Data folder**. Prenez soin de définir un dossier de données individuel, pour chaque utilisateur, sous **User Directories**.

Enregistrer des courbes de signaux


1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**.
2. Choisissez l'électrode **Electrode** et la taille de goutte sous **Drop size** (pour SMDE et HMDE) dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** (voir *Electrodes, Chap. 3.1*).
3. Fixez la vitesse de l'agitation pour l'agitateur **Stirrer** ou **RDE** (voir *Agiter, Chap. 3.4*).
4. Si nécessaire, appuyez sur  et limitez les deux paramètres **Highest current range** ou **Lowest current range** dans la fenêtre **POTENTIOSTAT** (voir *Potentiostat, Chap. 3.3*).
5. Choisissez le mode de mesure VA souhaité dans le champ **Mode** (voir *Modes de mesure VA, Chap. 3.2*).
6. Fixez la durée de la période de dégazage sous **Initial purge time** (voir *Dégazer, Chap. 3.4*).
7. Fixez les paramètres relatifs au pré-traitement des électrodes solides (voir *Pré-traitement, Chap. 3.4*).
8. Fixez les paramètres relatifs au sweep sous **Sweep** du mode de mesure VA choisi (voir *Modes de mesure VA, Chap. 3.2*).
9. Si souhaité, fixez le potentiel de repos sous **Stand-by potential** après la mesure (voir *Potentiel de repos, Chap. 3.4*).
10. Dans le cas où la courbe de signaux enregistrée devrait être mise en mémoire en fin de mesure de manière automatique, appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** et activez l'option **Auto save determination and signal** sur la page **General** (voir *Chap. 2.7*).


11. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  ou le bouton  (voir *Réaliser des mesures de signaux*, Chap. 4.2).

Evaluer les pics de signaux automatiquement


1. Choisissez le fichier souhaité dans le champ **Signal** de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**. La courbe de signaux choisie est affichée avec les propriétés **Selected signal properties**.
2. Appuyez sur **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search**. La fenêtre **PEAK SEARCH** est ouverte.
3. Fixez les paramètres **Reverse peak**, **Reverse sweep** (seulement pour CV), **Minimum peak width**, **Smooth factor**, **Minimum peak height** et **Scope** pour l'évaluation de pic (voir *Recherche de pic*, Chap. 4.2).
4. Appuyez sur le bouton . Les lignes de base calculées et les positions de pic sont affichées dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**. Les résultats de l'évaluation sont affichés dans la liste des résultats dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.
5. Si aucun pic n'est trouvé, essayez de modifier les paramètres pour la recherche de pics **Minimum peak width**, **Smooth factor** et **Minimum peak height** pour l'évaluation de pic automatique ou changez pour passer en évaluation manuelle.

Evaluer les pics de signaux manuellement


1. Choisissez le fichier signaux souhaité dans le champ **Signal** de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**. La courbe de signaux sélectionnée est affichée avec les propriétés **Selected signal properties**.
2. Appuyez sur **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search**. La fenêtre **PEAK SEARCH** est ouverte.
3. Activez l'option **Manual**.
4. Fixez les paramètres **Reverse peak**, **Reverse sweep** (seulement pour CV), **Minimum peak width**, **Smooth factor** et **Minimum peak height** pour l'évaluation des pics (voir *Recherche de pic*, Chap. 4.2).
5. Fixez les points de base de départ et final pour le calcul de ligne de base, en appuyant sur les boutons  des champs **Begin** ou **End**.

6. Choisissez les paramètres **Type** et **Scope** pour la ligne de base.
7. Appuyez sur le bouton . Les lignes de base et positions de pic calculées sont affichées dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**. Les résultats de l'évaluation sont affichés dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.

Evaluer les courbes en forme de vague



1. Choisissez le fichier signaux souhaité dans le champ **Signal** de la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**. La courbe de signaux sélectionnée est affichée avec les propriétés **Selected signal properties**.
2. Appuyez sur **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Wave evaluation**. La fenêtre **WAVE EVALUATION** est ouverte.
3. Réglez les paramètres **Minimum width**, **Minimum peak height** et **Smooth factor** pour l'évaluation des courbes en forme de vague (voir *Evaluation de courbe en forme de vague*, Chap. 4.2).
4. Appuyez sur le bouton . Les tangentes et potentiels de demi-vague calculés sont affichés dans la fenêtre **EXPLORATORY CURVES**. Les résultats de l'évaluation sont présentés dans la liste des résultats dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION**.

Imprimer les courbes de signaux et/ou les paramètres voltampérométriques



1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Print**. La fenêtre **PRINT EXPLORATORY** est ouverte.
2. Activez l'option **Print curves**, dans le cas où le contenu de la fenêtre **EXPLORATORY CURVES** devrait être imprimé.
3. Activez l'option **Print voltammetric parameters**, dans le cas où les paramètres dans la fenêtre **EXPLORATORY SPECIFICATION** devraient être imprimés.
4. Appuyez sur le bouton **<OK>**.
5. Choisissez les paramètres et propriétés relatifs à l'impression dans la fenêtre **PRINTER SETUP** et appuyez sur **<OK>**.

7.4 Méthodes dans le mode d'utilisation «Détermination»



Charger une méthode

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
3. Choisissez le fichier méthode souhaité ***.mth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.


Copier les paramètres des méthodes de détermination

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load determination**.
3. Choisissez le fichier de détermination souhaité ***.dth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La détermination est chargée dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**.
4. Appuyez sur **DETERMINATION CURVES / Edit / Copy parameters to working method**.

Copier les paramètres des fichiers de signaux






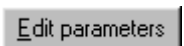
1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**.
2. Appuyez sur  ou **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**.
3. Choisissez le fichier de signaux souhaité ***.sig** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**.
4. Appuyez sur **EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / To working method**.

Enregistrer la méthode de travail



1. Si vous désirez enregistrer une méthode de travail modifiée ("Working Method") sous le même nom, appuyez alors sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Save method**. Confirmez la question **The file already exists. Overwrite?** en appuyant sur **<Yes>**.



2. Si vous désirez enregistrer une méthode de travail sous un nouveau nom, appuyez alors sur **757 VA COMPUTRACE / File / Save method as**. Choisissez le dossier souhaité, entrez le nom de la méthode sous *.mth dans la fenêtre **SAVE AS** et appuyez sur **<Save>**.

Editer la méthode de travail

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Choisissez le fichier méthode souhaité *.mth dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Fixez les paramètres dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** et les valeurs souhaitées (voir Fenêtre «Working method specifications», Chap. 5.2).
6. Si des Dosimats doivent être utilisés pour l'addition de solution automatique, appuyez sur  et fixez les paramètres aux valeurs souhaitées (voir Dosimates, Chap. 5.2).
7. Si nécessaire, appuyez sur  et limitez les paramètres **Highest current range** ou **Lowest current range** dans la fenêtre **POTENTIOSTAT** (voir Potentiostat, Chap. 3.3).
8. Appuyez sur  et fixez les paramètres sur les pages **Determination**, **Voltammetric**, **Substances**, **Calculations** et **Documentation** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** (voir Chap. 5.2).
9. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.

Modifier la méthode pour effectuer une compensation de bruit de fond



1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Choisissez le fichier méthode souhaité ***.mth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Appuyez sur le bouton  dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** et choisissez la page **Determination**.
6. Activez l'option **Measure blank**, choisissez le nombre de mesures sous **No. of blanks** et entrez le temps de dégazage **Blank purge time** pour l'échantillon à blanc.
7. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.


Dans le cas où, vous démarreriez une détermination avec cette méthode modifiée, on vous demandera tout d'abord d'entrer le nombre de solutions à blanc défini préalablement. La courbe à blanc obtenue est ensuite automatiquement soustraite aux courbes mesurées ultérieurement.

7.5 Déterminations

Charger une détermination

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load determination**.
3. Choisissez le fichier détermination souhaité ***.dth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La détermination est chargée dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**.
4. Dans le cas où les paramètres de méthode de la détermination chargée devraient être utilisés pour une nouvelle mesure, copier les paramètres de la méthode de détermination dans la méthode de travail, en appuyant sur **DETERMINATION CURVES / Edit / Copy parameters to working method**.



Enregistrer une détermination



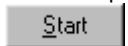
1. Si vous souhaitez enregistrer la détermination chargée et modifiée sous le même nom, appuyez alors sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination**. Confirmez la question **The file already exists. Overwrite?** en appuyant sur **<Yes>**.
2. Si vous souhaitez enregistrer la détermination chargée sous un nouveau nom, appuyez alors sur **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination as**. Choisissez le dossier souhaité, entrez le nom ***.dth** pour le fichier de détermination dans la fenêtre **SAVE AS** et appuyez sur le bouton **<Save>**.

Enregistrer des déterminations de manière automatique

1. Appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Setting / General settings** et activez l'option **Auto save determination and signal** sur la page **General**.
2. Choisissez dans le champ **Data folder** le dossier souhaité pour l'enregistrement automatique des fichiers déterminations.







Effectuer une détermination

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

3. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger une méthode*).
4. Si souhaité, modifiez la méthode chargée (voir *Comment procéder: Editer la méthode de travail*).
5. Placez la solution de mesure dans le vase de mesure dans le VA Computrace Stand 757.
6. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
7. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
8. Suivez les instructions dans les fenêtres messages affichées.



Effectuer le test de détermination avec la méthode du plomb





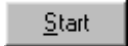
A l'aide de cette méthode exemple, présentant la détermination du plomb dans une solution standard faisant partie des accessoires standards, en utilisant la DME, il vous est possible de contrôler de manière simple si le système VA Computrace System 757 fonctionne bien correctement.

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Choisissez le fichier méthode **Test Pb in standard solution.mth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est alors chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Placez 20 mL d'eau de haute pureté dans le vase de mesure vide dans le VA Computrace Stand 757.
6. Ajoutez 0.5 mL de chlorure de potassium (KCl) = 3 mol/L (Metrohm N° 6.2308.020) dans le vase de mesure.
7. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
8. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**. La fenêtre **PLACE SAMPLE** apparaît alors.





9. Ajoutez, à l'aide d'une pipette, 100 μL de solution ionique standard de plomb de concentration $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2301.100) dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.
10. La solution de mesure est mesurée trois fois, puis la fenêtre **MANUAL ADDITION** apparaît ensuite.
11. Ajoutez, à l'aide d'une pipette, 100 μL de solution ionique standard de plomb de concentration $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2301.100) dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.
12. La solution échantillon contenant maintenant le premier ajout standard est mesurée trois fois, puis la fenêtre **MANUAL ADDITION** apparaît ensuite.
13. Ajoutez, à l'aide d'une pipette, 100 μL de solution ionique standard de plomb de concentration $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2301.100) dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.
14. La solution échantillon contenant maintenant le deuxième ajout standard est mesurée trois fois, puis la fenêtre **END OF DETERMINATION** apparaît ensuite.
15. Appuyez sur **<OK>**. La détermination est ensuite mise en mémoire automatiquement (dans le cas où la fonction d'enregistrement automatique sur la page **General** dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS** aurait été activée) et le rapport des résultats est imprimé.




Effectuer des déterminations avec le Compact Autosampler 813

1. Installer le Compact Autosampler 813 (voir *Chap. 1.3*).
2. Appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** et choisissez la page **Automation**.
3. Activez l'option **Use Autosampler**, modifiez les paramètres d'automatisation comme souhaité et fermez la fenêtre **GENERAL SETTINGS**.
4. Fermez le programme VA Computrace et redémarrez-le.
5. Si souhaité, testez les paramètres d'automatisation: appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** et choisissez la page **Automation**. Remplissez deux récipients échantillons avec de l'eau et placez les récipients l'un après l'autre sur le rack échantillon. Appuyez sur , contrôlez les paramètres d'automatisation et modifiez les si nécessaire.
6. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.


7. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
8. Chargez la méthode désirée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger la méthode*).
9. Si souhaité, modifiez la méthode chargée (voir *Comment procéder: Modifier la méthode de travail*).
10. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Sample table** pour ouvrir la fenêtre **SAMPLE TABLE**.
11. Chargez le tableau échantillons souhaité ou modifiez le tableau échantillons chargé actuellement (voir *Tableau échantillons, Chap. 5.6*).
12. Pipetez la quantité d'échantillon souhaitée dans les récipients échantillons et placez ces derniers sur les positions impaires du rack échantillons sur le Compact Autosampler 813. Placez pour chaque récipient échantillon, un récipient rempli de solution de rinçage (volume de la solution de rinçage = volume de la solution échantillon) sur la position paire suivant l'échantillon sur le rack échantillons.
13. Appuyez sur  or **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
14. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
15. Suivez les instructions dans les fenêtres messages affichées.

Recalculer une détermination existante

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load determination**.
3. Choisissez le fichier détermination souhaité ***.dth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La détermination est chargée dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**.
4. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Results** pour ouvrir la fenêtre **RESULTS**.
5. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Determination curves** pour ouvrir la fenêtre **DETERMINATION CURVES**.

6. Rangez les sous-fenêtres dans la fenêtre **DETERMINATION CURVES**, de façon à ce que la liste des courbes, les courbes de détermination et les courbes de calibrage soient visibles.
7. Si souhaité, choisissez un ou plusieurs objets (Ctrl + marquer) dans la liste des courbes et appuyez sur  ou **Show selected ...** du menu sensible au contexte pour afficher la ou les courbes de déterminations désirées.
8. Si souhaité, zoomer le domaine désiré dans la sous-fenêtre de la courbe de détermination.
9. Appuyez sur  ou **DETERMINATION CURVES / Edit / Determination method parameters** pour ouvrir la fenêtre **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS**.
10. Modifiez les paramètres (par exemple **Sample amount**, **Cell volume**, **Peak position**, paramètres de ligne de base, concentrations des solutions standards, paramètres de calcul) aux valeurs souhaitées sur les pages **Specifications**, **Determination**, **Substances** et **Calculations** (voir *Chap. 5.2*).
11. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**. La détermination est calculée de nouveau et les nouveaux résultats sont affichés dans la fenêtre **RESULTS**.
12. Si souhaité, répétez les étapes 10 et 11 une ou plusieurs fois.
13. Si vous souhaitez mettre en mémoire la détermination modifiée sous le même nom, appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination**. Confirmez la question **The file already exists. Overwrite?** en appuyant sur **<Yes>**.
14. Si vous souhaitez mettre en mémoire la détermination modifiée sous un autre nom, appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination as**. Choisissez le dossier souhaité, entrez le nom ***.dth** du fichier détermination dans la fenêtre **SAVE AS** et appuyez sur le bouton **<Save>**.






Imprimer les résultats et courbes d'une détermination


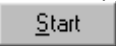
1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Print**. La fenêtre **PRINT OPTIONS** est ouverte.
2. Activez les éléments devant être imprimés (voir *Imprimer dans le mode d'utilisation «Détermination», Chap. 5.7*).
3. Choisissez l'ordre d'impression des éléments sélectionnés.
4. Fermez la fenêtre **PRINT OPTIONS** en appuyant sur **<OK>**.

7.6 Technique des additions standards

Addition standard manuelle sans échange de solution



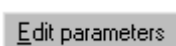

Lors de la technique manuelle des additions standards sans échange de solution, on ajoute une ou plusieurs fois une quantité connue de la substance à déterminer à l'échantillon à l'aide d'une pipette. Pour ce faire, procédez de la manière suivante:




1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Chargez la méthode désirée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger la méthode*).
4. Choisissez l'option **Standard addition** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Choisissez l'option **Manual** dans le champ **Addition** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
6. Choisissez l'option **Batch** dans le champ **Technique** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
8. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** et le nombre d'additions standards dans le champ **No. of additions**.
9. Choisissez la page **Substances** (voir *Chap. 5.2*) et assurez-vous, que pour chaque substance entrée dans le tableau, le numéro de la solution pour les additions standards, sa concentration et son volume sont bien définis.
10. Dans le cas où la méthode des additions standards devrait être effectuée avec des additions de volumes variables, appuyez sur le bouton  dans la colonne **Volume** pour ouvrir la fenêtre **EDIT VARIED ADDITION**, entrez les volumes variables dans les champs **Addition** et fermez cette fenêtre en appuyant sur **<OK>**.
11. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.
12. Introduisez la solution échantillon dans le vase de mesure sur le VA Computrace Stand 757.
13. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.

14. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
15. Entrez l'identification de l'échantillon **Sample ID** (est utilisée en tant que partie du nom du fichier détermination) dans la fenêtre **PLACE SAMPLE** et appuyez sur **<OK>**.
16. Introduisez chaque fois que la fenêtre **MANUAL ADDITION** le demande une addition standard à l'aide d'une pipette dans le vase de mesure.

Addition standard manuelle avec échange de solution



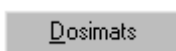
Lors de la technique manuelle des additions standards avec échange de solutions, on utilise pour chaque addition standard une nouvelle solution. Pour ce faire, procédez comme suit :

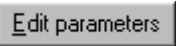




1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger une méthode*).
4. Choisissez l'option **Standard addition** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Choisissez l'option **Manual** dans le champ **Addition** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
6. Choisissez l'option **Batch with solution exchange** dans le champ **Technique** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
8. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez **Sample identifiant**, **Sample amount**, **Cell volume** et le nombre de solutions d'addition dans le champ **No. of cells**.
9. Choisissez la page **Substances** (voir *Chap. 5.2*) et assurez-vous, que pour chaque substance entrée dans le tableau, les concentrations des solutions échantillons d'additions sont bien définies, en appuyant sur le bouton  de la fenêtre ouverte **CELL CONCENTRATIONS**.
10. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.

11. Introduisez la solution échantillon dans le vase de mesure sur le VA Computrace Stand 757.
12. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
13. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
14. Entrez l'identification de l'échantillon **Sample ID** (est utilisée en tant que partie du nom du fichier détermination) dans la fenêtre **PLACE SAMPLE** et appuyez sur **<OK>**.
15. Echangez l'ancienne solution de mesure, chaque fois qu'un changement de solution est requis dans la fenêtre **BATCH SOLUTION EXCHANGE** par la solution échantillon contenant l'addition standard suivante.

Addition standard automatique

Lors de la technique des additions standards automatiques, on ajoute une ou plusieurs fois, automatiquement une quantité connue de la substance à déterminer à l'aide de Dosimats 665 ou 765. Pour ce faire, procédez comme suit :



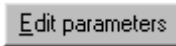

1. Installez les Dosimats sur le VA Computrace Stand 757 (voir *Comment procéder: Installer les Dosimats*).
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
4. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger la méthode*).
5. Choisissez l'option **Standard addition** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
6. Choisissez l'option **Automatic** dans le champ **Addition** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **DOSIMATS**.
8. Mettez les Dosimats sous tension, devant être utilisés pour l'addition standard, dans le champ **Dosimat used** (voir *Dosimats, Chap. 5.2*).
9. Fermez la fenêtre **DOSIMATS** en appuyant sur **<OK>**.



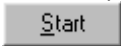
10. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
11. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** et le nombre d'additions standards dans le champ **No. of additions**.
12. Choisissez la page **Substances** (voir *Chap. 5.2*) et assurez-vous, que pour chaque substance entrée dans le tableau, le numéro de la solution d'addition, sa concentration et son volume soient bien définis. Le numéro **No.** de la solution d'addition doit toujours être identique au numéro du Dosimate, qui doit être utilisé pour l'addition automatique de cette solution.
13. Dans le cas où l'addition standard devrait avoir lieu avec des additions variables, appuyez sur le bouton  dans la colonne **Volume** pour ouvrir la fenêtre **EDIT VARIED ADDITION**, entrez les volumes variables dans les champs **Addition** et fermez cette fenêtre en appuyant sur **<OK>**.
14. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.
15. Introduisez la solution échantillon dans le vase de mesure sur le VA Computrace Stand 757.
16. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
17. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
18. Entrez l'identification d'échantillon **Sample ID** (est utilisée en tant que partie du nom du fichier détermination) dans la fenêtre **PLACE SAMPLE** et appuyez sur **<OK>**.

7.7 Technique des courbes de calibrage

Enregistrement manuel d'une courbe de calibrage par l'intermédiaire d'additions de solution standard



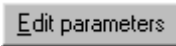

Cette méthode sert à fabriquer différentes solutions de calibrage, en effectuant plusieurs ajouts manuels d'une solution standard plus concentrée dans la solution de mesure à l'aide d'une pipette. Pour ce faire, procédez comme suit:



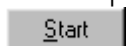
1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Détermination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger une méthode*).
4. Choisissez l'option **Record calibration curve** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Choisissez l'option **Manual** dans le champ **Addition** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
6. Choisissez l'option **Batch** dans le champ **Technique** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
8. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez le volume de cellule **Cell volume** et le nombre d'additions dans le champ **No. of additions**.
9. Choisissez la page **Substances** (voir *Chap. 5.2*) et assurez-vous que pour chaque substance entrée dans le tableau le numéro de la solution standard, sa concentration et son volume sont bien définis.
10. Dans le cas où l'addition de la solution standard devrait avoir lieu avec des volumes d'additions variables, appuyez sur le bouton  dans la colonne **Volume** pour ouvrir la fenêtre **EDIT VARIED ADDITION**, entrez les volumes variables dans les champs **Addition** et fermez cette fenêtre en appuyant sur **<OK>**.
11. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.
12. Introduisez la solution électrolyte (par exemple une solution tampon) dans le vase de mesure sur le VA Computrace Stand 757.

13. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
14. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
15. Entrez l'identification **Calibration curve id** (est utilisée comme partie du nom du fichier de détermination) dans la fenêtre **START CALIBRATION** et appuyez sur **<OK>**.
16. Introduisez la solution standard, chaque fois qu'une solution d'addition est requise dans la fenêtre **MANUAL ADDITION**, à l'aide d'une pipette dans le vase de mesure.

Enregistrement manuel d'une courbe de calibrage avec échange de solution



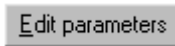
Cette méthode sert à enregistrer une courbe de calibrage à l'aide de solutions de calibrage de concentrations connues. Pour ce faire, procédez comme suit:




1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger une méthode*).
4. Choisissez l'option **Record calibration curve** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Choisissez l'option **Manual** dans le champ **Addition** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
6. Choisissez l'option **Batch with solution exchange** dans le champ **Technique** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
8. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez le volume de cellule **Cell volume** et le nombre de solutions de calibrage dans le champ **No. of cells**.
9. Choisissez la page **Substances** (voir *Chap. 5.2*) et assurez-vous que pour chaque substance entrée dans le tableau, les concentrations des solutions de calibrage sont bien définies, en appuyant sur le bouton  de la fenêtre ouverte **CELL CONCENTRATIONS**.

10. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.
11. Introduisez la première solution de calibrage dans le vase de mesure sur le VA Computrace Stand 757.
12. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
13. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
14. Entrez l'identification **Calibration curve id** (est utilisée comme partie du nom du fichier de détermination) dans la fenêtre **START CALIBRATION** et appuyez sur **<OK>**.
15. Remplacez chaque fois que la fenêtre **BATCH SOLUTION EXCHANGE** le demande, l'ancienne solution par la solution de calibrage suivante.

Enregistrement automatique de la courbe de calibrage



Cette méthode sert à fabriquer différentes solutions de calibrage, en effectuant plusieurs additions automatiques d'une solution standard plus concentrée dans la solution de mesure à l'aide d'un Dosimate 665 ou 765. Pour ce faire, procédez comme suit :

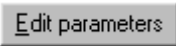



1. Installez les Dosimates sur le VA Computrace Stand 757 (voir *Comment procéder: Installer les Dosimates*).
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
4. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger une méthode*).
5. Choisissez l'option **Record calibration curve** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
6. Choisissez l'option **Automatic** dans le champ **Addition** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
8. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez la cellule de volume **Cell volume** et le nombre d'additions de solutions dans le champ **No. of additions**.

9. Choisissez la page **Substances** (voir *Chap. 5.2*) et assurez-vous que pour chaque substance entrée dans le tableau, le numéro de la solution standard, sa concentration et son volume sont bien définis. Le numéro **No.** de la solution standard doit être identique à celui du Dosimate, qui est utilisé pour l'addition automatique de cette solution.
10. Dans le cas où l'addition de solution standard devrait être réalisée avec des volumes d'addition variables, appuyez sur le bouton  dans la colonne **Volume** pour ouvrir la fenêtre **EDIT VARIED ADDITION**, entrez les volumes variables dans les champs **Addition** et fermez cette fenêtre en appuyant sur **<OK>**.
11. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.
12. Introduisez la solution électrolyte (par exemple une solution tampon) dans le vase de mesure sur le VA Computrace Stand 757.
13. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
14. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
15. Entrez l'identification **Calibration curve id** (est utilisée comme partie du nom du fichier de détermination) dans la fenêtre **START CALIBRATION** et appuyez sur **<OK>**.

Détermination d'échantillons à l'aide d'une courbe de calibrage

Pour pouvoir réaliser une détermination d'échantillon à l'aide d'une courbe de calibrage enregistrée, cette dernière doit avoir été enregistrée et mise en mémoire. Procédez de la manière suivante:

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Chargez la méthode souhaitée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (voir *Comment procéder: Charger une méthode*).
4. Choisissez l'option **Sample with calibration curve** dans le champ **Calibration** de la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.

5. Appuyez sur  pour ouvrir la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
6. Choisissez la page **Determination** (voir *Chap. 5.2*) et entrez **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** et le nom et dossier de la détermination avec la courbe de calibration enregistrée dans le champ **Calibration curve**.
7. Fermez la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** en appuyant sur **<OK>**.
8. Introduisez la solution échantillon dans le vase de mesure dans le VA Computrace Stand 757.
9. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
10. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
11. Entrez l'identification d'échantillon **Sample ID** (est utilisée comme partie du nom du fichier de détermination) dans la fenêtre **PLACE SAMPLE** et appuyez sur **<OK>**.

7.8 Travailler avec des électrodes à film

Déposer un film de mercure

Des méthodes adaptées à la détermination de métaux lourds à l'aide d'électrodes à film de mercure sont décrites dans les Bulletins d'application 241 ou 254.

1. Polissez l'électrode en carbone vitreux (6.1204.110) ou la pointe d'électrode Ultra Trace (6.1204.100) avec de la poudre d'aluminium (6.2802.000) et installez-la dans le VA Computrace Stand 757.
2. Introduisez la solution de platinage dans le vase de mesure, par exemple: placez 10 mL d'eau de haute pureté, 200 μL de $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$ et 50 μg de $c(\text{Hg(II)}) = 1 \text{ g/L}$ dans le vase de mesure vide sur le VA Computrace Stand 757.
3. Appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Utility / Film deposition** pour ouvrir la fenêtre **FILM DEPOSITION**.
4. Entrez les valeurs adaptées pour les paramètres.
5. Appuyez sur le bouton **<Start>**.
6. Contrôlez le voltammogramme test résultant. Le voltammogramme devrait détenir un faible bruit de fond et un courant de fond bas (dans la gamme inférieure des μA); de plus aucun pic perturbateur devrait être présent.



Éliminer le film de mercure

Un film de mercure peut tout simplement être éliminé à l'aide d'un tissu en papier. La procédure de nettoyage peut être utilisée pour éliminer le film de mercure électrochimiquement ou pour nettoyer la surface de l'électrode après une élimination mécanique du film de mercure.




1. Introduisez la solution de nettoyage dans le vase de mesure, par exemple: placez 10 mL d'eau de haute pureté et 1 mL de $w(\text{HNO}_3) = 0.65$ dans le vase de mesure vide sur le VA Computrace Stand 757.
2. Appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Utility / Cleaning procedure** pour ouvrir la fenêtre **CLEANING PROCEDURE**.
3. Entrez les valeurs adéquates pour les paramètres.
4. Appuyez sur le bouton **<Start>**.
5. Contrôlez le voltammogramme test résultant. Le voltammogramme devrait détenir un faible bruit de fond et un courant de fond bas (dans la gamme inférieure des μA). Dans le cas où tout le mercure aurait été oxydé, on n'obtient plus de pic de mercure.

7.9 Diagnostic



Tester la procédure de dégazage



1. Fermez le gaz inerte au VA Computrace Stand 757 (voir *Mode d'emploi du hardware*).
2. Assurez-vous que la pression de gaz inerte est bien de 1 ± 0.2 bars.
3. Introduisez 20 mL d'eau de haute pureté dans le vase de mesure vide sur le VA Computrace Stand 757.
4. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control** pour ouvrir la fenêtre **COMPUTRACE CONTROL**.
5. Choisissez **HMDE** et appuyez sur .
6. Contrôlez si des bulles de gaz inerte perlent bien dans la solution.

Tester la procédure d'agitation

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control** pour ouvrir la fenêtre **COMPUTRACE CONTROL**.
2. Choisissez **HMDE** et appuyez sur .
3. Modifiez la vitesse de rotation en appuyant sur les boutons  dans le champ **RDE/stirrer speed**.







Tester la MME

1. Installez la MME dans le VA Computrace Stand 757 (voir *Mode d'emploi du hardware*).
2. Assurez-vous que la pression de gaz inerte est bien de 1 ± 0.2 bars.
3. Introduisez 10 mL d'eau de haute pureté dans le vase de mesure vide sur le VA Computrace Stand 757.
4. Ajoutez 0.25 mL de chlorure de potassium $c(\text{KCl}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2308.020) dans le vase de mesure.
5. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control** pour ouvrir la fenêtre **COMPUTRACE CONTROL**.
6. Choisissez **DME** et appuyez sur .
7. Du mercure s'échappe maintenant du capillaire. Le temps de goutte naturel typique se situe dans un domaine de l'ordre de 1 - 5 s. Si le temps de goutte est inférieur à 0.5 s, changez alors le capillaire et/ou l'aiguille d'étanchéité de la MME (voir *Mode d'emploi du hardware*).

8. Choisissez **SMDE** et appuyez sur  .
9. Une petite goutte est formée et éliminée à l'aide d'un petit coup de marteau à intervalles réguliers. La taille de goutte doit être reproductible et la goutte doit être éliminée à chaque coup de marteau.
10. Si la goutte n'est pas éliminée de manière reproductible par le coup de marteau, il faut alors ajuster le mécanisme de martèlement (voir *Mode d'emploi du hardware*).
11. Choisissez **HMDE** et appuyez sur  .
12. Une petite goutte est formée et reste accrochée au bout du capillaire. La goutte devrait rester accrochée 1 minute au moins, autrement il faut remplacer le capillaire et/ou l'aiguille d'étanchéité de la MME (voir *Mode d'emploi du hardware*).

Test de linéarité







Afin de pouvoir contrôler la linéarité de la mesure de courant, on utilise la Dummy Cell intégrée dans le VA Computrace Stand 757 avec la méthode test **Test757_L.mth**. Pour ce faire, procédez comme suit :

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Choisissez le fichier méthode **Test757_L.mth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Connectez la Dummy Cell au VA Computrace Stand 757: connectez le câble d'électrode AE à la position **AE**, le câble d'électrode RE à la position **RE** et le câble d'électrode WE à la position **WE-L**.
6. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
7. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
8. Entrez l'identification d'échantillon **Sample ID** (est utilisée comme partie du nom du fichier de détermination) dans la fenêtre **PLACE SAMPLE** et appuyez sur **<OK>**.

9. En fin de mesure, une courbe est imprimée. Cette courbe doit remplir les conditions suivantes:
 - La diagonale obtenue doit être droite.
 - A -200 mV, le courant devrait se situer entre -1.6...-2.4 μ A.
 - A +200 mV, le courant devrait se situer entre +1.6...+2.4 μ A.







Test de pic

Pour contrôler la mesure de pic, on utilise la Dummy Cell intégrée dans le VA Computrace Stand 757 avec la méthode test **Test757_D.mth**. Pour ce faire, procédez comme suit:

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Choisissez le fichier de méthode **Test757_D.mth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
5. Connectez la Dummy Cell sur le VA Computrace Stand 757: Connectez le câble d'électrode AE à la position **AE**, le câble d'électrode RE à la position **RE** et le câble d'électrode WE à la position **WE-D**.
6. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
7. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**.
8. Entrez l'identification d'échantillon **Sample ID** (est utilisée comme partie du nom du fichier de détermination) dans la fenêtre **PLACE SAMPLE** et appuyez sur **<OK>**.
9. En fin de mesure, une courbe est imprimée. Cette courbe devrait remplir les conditions suivantes:
 - Un pic symétrique, en forme de Gauss devrait être obtenu. L'évaluation devrait fournir un résultat pour le potentiel de pic et pour l'intensité du pic; tout cela devrait être imprimé dans un protocole complet.
 - Le potentiel de pic U devrait se situer entre -450 ... -550 mV.

Test BPL

Les BPL (en anglais, GLP: Good Laboratory Practice) exigent entre autres, un contrôle périodique des appareils analytiques, quant à leur reproductibilité et leur exactitude à l'aide de **Procédures d'opération standards**. En tant que procédure d'opération standard pour contrôler le VA Computrace Stand 757, Metrohm recommande la procédure suivante:

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** pour ouvrir la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Effectuez le test de linéarité avec la Dummy Cell (voir *Comment procéder: Test de linéarité*).
4. Effectuez le test de pic avec la Dummy Cell (voir *Comment procéder: Test de pic*).
5. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
6. Choisissez le fichier méthode **Test Pb in standard solution.mth** dans la fenêtre **OPEN** et appuyez sur **<OK>**. La méthode est chargée dans la fenêtre **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
7. Introduisez 20 mL d'eau de haute pureté dans le vase de mesure vide dans le VA Computrace Stand 757.
8. Ajoutez 0.5 mL de chlorure de potassium $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ (Metrohm N°. 6.2308.020) dans le vase de mesure.
9. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** pour ouvrir la fenêtre **MONITOR**.
10. Démarrez la mesure en appuyant sur le symbole  dans la fenêtre principale **757 VA COMPUTRACE** ou sur le bouton  dans la fenêtre **MONITORING**. La fenêtre **PLACE SAMPLE** apparaît.
11. Introduisez 100 μL de solution standard ionique de plomb $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2301.100) dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.
12. La solution échantillon est mesurée trois fois. Ensuite la fenêtre apparaît **MANUAL ADDITION**.
13. Introduisez, à l'aide d'une pipette, 100 μL de solution standard ionique de plomb $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2301.100) dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.
14. La solution échantillon contenant l'addition est mesurée trois fois. Ensuite la fenêtre **MANUAL ADDITION** apparaît.

15. Introduisez, à l'aide d'une pipette, 100 μL de solution standard ionique de plomb $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm N°. 6.2301.100) dans le vase de mesure et appuyez sur **<OK>**.
16. La solution échantillon contenant la nouvelle addition est mesurée trois fois. Ensuite la fenêtre **END OF DETERMINATION** apparaît.
17. Appuyez sur **<OK>**. La détermination est mise en mémoire automatiquement et le rapport des résultats est imprimé.
18. Pour pouvoir juger les résultats de la détermination du plomb, on utilise les résultats pour la concentration massique de plomb **MC.dev.** imprimés de manière complète dans le rapport des résultats, ainsi que la déviation totale. Les valeurs limites, à l'intérieur desquelles ces deux résultats se situent dépendent fortement de l'exactitude de la fabrication de la solution de mesure et de la façon de doser les dosages des additions standards. Lors de travaux précis et effectués avec précaution, il devrait être possible d'atteindre les résultats suivants:
 - **Exactitude = 95 ... 105 %**
Final Results: Pb = 0.95 ... 1.05 g/L
 - **Déviati on $\leq \pm 3 \%$**
Res. dev $\leq \pm 0.03 \text{ g/L} (\pm 3 \%)$
19. Si souhaité, il est possible de tester la reproductibilité en effectuant plusieurs fois la méthode **TestPb** et en comparant les résultats obtenus pour la concentration massique **Mass conc..**

8 Traitement des erreurs

8.1 Procédure générale dans le cas où des messages d'erreur apparaîtraient

Les messages d'erreur et autres messages sont affichés dans la fenêtre **CT757**. Lisez les informations relatives aux causes possibles, ainsi que la procédure à suivre pour éliminer ces erreurs et appuyez sur **<OK>**.

8.2 Problèmes de connexion

Message d'erreur "**Could not start the embedded system**"

Dans le cas où ce message d'erreur apparaîtrait après la mise en route du programme VA Computrace, cela signifierait que l'interface VA Computrace ne fonctionne pas correctement. Procédez comme suit :

1. Fermez le programme VA Computrace.
2. Retirez le câble de l'interface VA Computrace conduisant à l'adaptateur de secteur.
3. Reconnectez l'adaptateur de secteur de nouveau à l'interface VA Computrace.
4. Démarrez de nouveau le programme VA Computrace.

Message d'erreur "**Cannot reach the hardware**"

Dans le cas où ce message d'erreur apparaîtrait après la mise en route du programme VA Computrace, cela signifierait que le VA Computrace Stand 757 n'est pas allumé ou qu'il n'est installé pas correctement. Procédez comme suit :

1. Mettez le VA Computrace Stand 757 hors tension.
2. Attendez au moins 2 secondes.
3. Remettez le VA Computrace Stand 757 de nouveau sous tension.
4. Appuyez sur le bouton **<Retry>** dans la fenêtre **CT757**.

8.3 Problèmes de logiciel

Message d'erreur "No access to software"

Si vous ne pouvez plus entrer dans le logiciel, car tous les mots de passe sont inconnus, procédez comme suit:

1. Désinstallez le logiciel (voir *Désinstallation*, Chap. 1.3).
2. Installez le logiciel de nouveau (voir *Installation du logiciel*, Chap. 1.3).

Message d'erreur "Le fichier 'ecousb.sys' est nécessaire"

Ce message apparaît lorsqu'il y a des problèmes avec la connexion USB. Procédez alors de la manière suivante:

1. Placez le CD d'installation dans le lecteur CD.
2. Choisissez à l'aide de la fonction **<Rechercher>** le lecteur CD et appuyez sur **<OK>**.

Langage incorrect dans Help

Si vous souhaitez modifier le langage de la fonction Help, installez alors le logiciel de nouveau. Pour ce faire, choisissez l'option **Modifier programme** et finalement la langue souhaitée.




8.4 Problèmes avec les Dosimates

Le Dosimate ne fonctionne pas

1. Contrôlez si le Dosimate est bien allumé.
2. Contrôlez si le câble de connexion entre le Dosimate et le VA Computrace Stand 757 est bien correctement installé.
3. Appuyez sur **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** et contrôlez les entrées sur la page **Hardware** dans la fenêtre **GENERAL SETTINGS** (Voir *Réglages relatifs au hardware pour Dosimates*, Chap. 1.3).
4. Fermez le programme VA Computrace et remettez-le en route.
5. Activez les Dosimates dans la fenêtre **DOSIMAT** pour chaque méthode (voir *Dosimates*, Chap. 5.2).
6. Contrôlez si le numéro de solution sous **No.** est bien défini sur la page **Substances** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.

Attention: Si des Dosimates sont connectés au VA Computrace Stand 757, il est alors important de toujours mettre les appareils sous tension dans l'ordre suivant: → 757 → PC.

Additions standards non reproductibles avec les Dosimates

1. Appuyez sur  ou **757 VA COMPUTRACE / Utility / Dosimat control** pour ouvrir la fenêtre **DOSIMAT CONTROL** (voir Fenêtre «*Dosimat control*», Chap. 6.2).
2. Choisissez dans le champ **Burette** le Dosimate souhaité.
3. Appuyez sur le bouton  pour vider l'unité interchangeable installée sur le Dosimate et pour finalement la remplir de nouveau.
4. Contrôlez s'il n'y a pas de bulles d'air dans le cylindre en verre de l'unité interchangeable. Si c'est le cas, répétez la procédure de remplissage en appuyant sur le bouton .
5. Fermez la fenêtre **DOSIMAT CONTROL**.
6. Contrôlez les réglages de vitesse de dosage **Dose rate** sur la page **Hardware**. La vitesse de dosage maximale, lors de l'utilisation de la multiple micro-pointe 6.1824.000 est de 2.5 mL/min.

Affichage de volume erroné sur le Dosimate

Si l'unité interchangeable a été changée sans que le Dosimate n'ait été remis à zéro, cela pourrait provoquer un affichage erroné du volume pendant la procédure de dosage. Dans ce cas-là, veuillez alors procéder comme suit:

1. Mettez le Dosimate hors tension.
2. Fermez le programme **757 VA Computrace**.
3. Eteignez le VA Computrace Stand 757.
4. Allumez le Dosimate.
5. Mettez le VA Computrace Stand 757 sous tension.
6. Démarrez le programme **757 VA Computrace**.

8.5 Règles générales pour l'analytique des traces en VA

Produits chimiques et équipement

1. La pureté des réactifs joue un rôle fondamental. Des réactifs extrêmement purs doivent être utilisés pour déterminer de faibles concentrations (voir VA Application Note V-49).
2. Vases de mesure, électrodes et autres équipements en contact avec la solution échantillon doivent être propres et exempts de substances capables de contaminer l'appareillage.

Electrolytes

1. Le pH joue un rôle très important pendant une détermination (par exemple pour Zn, Cd, Pb, Cu, il doit être à environ 4.5). Les tampons acétate, acétate d'ammonium ou PIPES sont souvent utilisés. Pour plus d'informations, voir les Bulletins d'Application correspondants.
2. L'électrolyte utilisé doit être suffisamment conducteur et concentré.
3. La pureté des électrolytes et la propreté des bouteilles à réactifs sont très importantes.
4. La durée de vie des électrolytes est limitée, particulièrement lorsqu'ils contiennent des additifs organiques (substances tampons, complexes). Il est peut être nécessaire de les préparer fraîchement de façon journalière.

Solutions standards

1. Les solutions standards doivent être acidifiées (approximativement $\text{pH} = 1 \dots 2$) et stockées dans des bouteilles en plastique.
2. Les solutions standards diluées (domaine des ppb) sont très instables et doivent être préparées fraîchement. Elles doivent être également suffisamment acidifiées.
3. La concentration des solutions standards doit être telle, qu'un volume d'environ 20 à 500 μL doit être ajouté.
4. La méthode par ajout standard est recommandée. La hauteur de pic après le dernier ajout doit être environ 2 à 5 fois plus élevée que celle du pic échantillon.
5. Des solutions à 1000 ppm (faites soi-même ou achetées toutes prêtes) sont souvent utilisées, en tant que solutions mères. Elles sont stables sur une période de temps relativement longue. Les dilutions doivent être préparées avec de l'acide dilué.

Echantillons

1. La quantité d'échantillon dépend de la concentration de l'élément à déterminer.
2. Si la matrice de l'échantillon est connue, une meilleure estimation de l'analyse peut être faite (composés organiques?).
3. Une digestion doit être réalisée sur les échantillons contaminés et sur les échantillons où une contamination est suspectée (voir Monographie Metrohm «Sample preparation techniques in voltammetric trace analysis»).
4. Beaucoup d'erreurs sont faites lors de la prise d'échantillon ou lors du stockage de l'échantillon. Précaution spéciale et approche critique du problème sont recommandées.
5. L'échantillon doit avoir une bonne solubilité dans l'électrolyte et doit se mélanger à ce dernier.

Valeurs à blanc, contamination

Les points suivants doivent être contrôlés, si les **résultats sont trop élevés**:

1. Les dilutions ont-elles été faites correctement?
2. Les risques de contamination sont-ils exclus?
3. Les risques de contamination sont très élevés à concentrations très basses: les vases de mesure doivent être conditionnés avec une solution d' HNO_3 diluée.
4. Est-ce que les réactifs chimiques sont suffisamment purs? Des réactifs de qualité "Suprapur" doivent être utilisés, lors de déterminations à basses concentrations.
5. Des concentrations très élevées ont été mesurées lors de l'analyse précédente: électrodes et vases de mesure doivent être précautionneusement nettoyés et préconditionnés (effets mémoire).
6. L'ajout standard a-t-il été réalisé de façon correcte? Le volume a-t-il été ajusté correctement sur la pipette?

Les points suivants doivent être contrôlés si les **résultats sont trop bas**:

1. Concentration trop élevée?
HMDE surchargée, utiliser DME/SMDE?
2. Tampon incorrect?
Le refaire si nécessaire.
3. Rapport d'ajout trop bas?
4. Rapport d'ajout trop élevé?

Choix du mode de mesure VA

Les points suivants doivent être pris en considération lors de la sélection du mode de mesure:

1. **DP** (Differential Pulse) devrait toujours être le premier choix. C'est le mode de détermination voltampérométrique le plus universel et le plus fréquemment utilisé. Il convient tout aussi bien aux systèmes réversibles qu'aux systèmes irréversibles. Il offre une très grande sensibilité, jusqu'à environ 10^{-8} mol/L et une capacité de séparation remarquable, de l'ordre de 1:50'000.
2. **DC** (Direct Current) est le mode classique, le plus simple, à sensibilité limitée (jusqu'à environ 10^{-5} mol/L) et une capacité de séparation de seulement 1:10. Ce mode est surtout utilisé pour les systèmes d'oxydoréduction réversibles.
3. **NP** (Normal Pulse) est la méthode VA de voltampérométrie pulsée classique avec mesure de courant directe. Ce mode est aussi bien adapté aux systèmes irréversibles qu'aux systèmes réversibles et offre une plus grande sensibilité que la voltampérométrie DC. Le mode de mesure NP ne peut être utilisé que dans le mode d'utilisation «Exploratory».
4. **AC1** (Alternating Current, 1^{ière} dérivée) est surtout approprié aux déterminations basées sur des réactions d'oxydoréduction réversibles et est complètement insensible aux réactions irréversibles.
5. **AC2** (Alternating Current, 2^{ième} dérivée) est surtout approprié aux déterminations basées sur des réactions d'oxydoréduction réversibles. Comparativement aux mesures avec le mode AC1MODE, une augmentation de sensibilité, de résolution et d'efficacité de séparation est souvent observée.
6. **SqW** (Square Wave) est surtout approprié aux investigations de procédés d'électrodes réversibles et aux études de cinétique. Il est utilisé particulièrement pour les déterminations sensibles en "voltampérométrie inverse" à l'HMDE ou à la RDE.
7. **PSA** (Potentiometric Stripping Voltammetry) est principalement utilisé pour déterminer des substances dans une matrice organique à l'aide d'électrodes à film de mercure, sans digestion préliminaire et sans dégazage. Seulement les ions à analyser formant un amalgame peuvent être déterminés.
8. **CV** (Cyclic Voltammetry = Voltampérométrie cyclique) sert surtout à l'observation de processus d'électrodes réversibles et aux études de cinétique.

8.6 Problèmes voltampérométriques

Courant de bruit de fond faible ou ligne de base instable

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. Contrôler la concentration de l'électrolyte et le pH de la solution.
2. Contrôlez le potentiel de départ **Start potential** et le potentiel final **End potential** du sweep.
3. Si la concentration ionique dans la solution est trop élevée: diluer l'électrolyte.
4. L'échantillon a-t-il est dégazé? Un dégazage à l'azote d'au moins 5 minutes est recommandé; pour les solutions alcalines 10 minutes environ sont conseillées.
5. L'électrode de référence est-elle suffisamment remplie? (intérieure et extérieure, voir *mode d'emploi relatif au hardware*)?
6. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.

Avec **DME/SMDE**:

1. L'électrode goutte irrégulièrement: contrôler la MME. Ajuster l'aiguille et le capillaire. Si nécessaire remplacer le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
2. Contrôler le mécanisme marteau du VA Stand. Si la force du marteau est trop faible, tourner la vis à fente correspondante sur le bloc de la valve, dans le sens contraire des aiguilles d'une montre, pendant que l'appareil fonctionne, jusqu'à ce qu'une goutte tombe chaque fois que le marteau est activé (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
3. La pression de gaz est-elle réglée correctement (1 bar)?
4. La concentration à déterminer est-elle beaucoup plus basse que prévue: augmentez le volume d'échantillon ou changez le type d'électrode (par exemple HMDE).

Avec **HMDE**:

1. L'électrode goutte ou la goutte ne reste pas accrochée: contrôlez la MME. Si nécessaire, changez le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
2. La concentration à déterminer est-elle beaucoup plus importante que prévue: réduisez le volume d'échantillon ou changez le type d'électrode (par exemple passez de la HMDE à la SMDE ou à la DME).

Avec **RDE/SSE**:

1. La surface d'électrode doit être polie de nouveau.
2. Est-ce que la bonne RDE a été mise en application?
3. Echangez la RDE.
4. L'électrode a-t-elle été conditionnée (par exemple en utilisant des **Conditioning cycles** et/ou des **Cleaning potential**)?
5. La concentration à déterminer est-elle beaucoup plus importante que prévue: réduisez le volume d'échantillon.
6. Normalement l'intensité du bruit de fond est plus grand lorsque l'on utilise la RDE à la place de la MME. Une intensité de bruit de fond de plusieurs 100 nA est tout à fait envisageable.

Courbes avec un bruit de fond important

Avec **tous les types d'électrodes MME**

1. L'agitation et le dégazage ont-ils été éteints pendant la mesure?
2. Contrôler le contact entre l'aiguille et le capillaire. Si nécessaire, nettoyer la MME (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
3. Contrôler le mécanisme marteau du VA Stand. Si la force du marteau est trop faible, tourner la vis à fente correspondante sur le bloc de la valve, dans le sens contraire des aiguilles d'une montre, pendant que l'appareil fonctionne, jusqu'à ce qu'une goutte tombe chaque fois que le marteau est activé (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
4. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.

Avec la **DME/SMDE**:

1. L'électrode goutte irrégulièrement: contrôler la MME. Ajuster l'aiguille et le capillaire. Si nécessaire remplacer le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
2. Si l'électrode goutte trop vite: réduire le paramètre **Voltage step time** sur la page **Voltammetric** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.

Avec la **HMDE**:

1. La surface de l'électrode est peut-être surchargée: contrôler le potentiel de déposition et la durée de déposition.
2. Pas de goutte sur le capillaire, remplacer le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).

Les courbes des additions standards ne sont pas reproductibles

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. Contrôler les paramètres de méthode (temps d'agitation, etc.).
2. Contrôler le mode de pipetage: le pipetage de solution standard doit être réalisé par une seule et même personne ou avec le même appareillage ou la même pipette. L'unité de pipetage a-t-elle été utilisée correctement ? Quand les pipettes ont-elles été calibrées la dernière fois (BPL)?
3. Des composants organiques interfèrent avec l'analyse: faire une digestion UV ou une préparation d'échantillon similaire.
4. Les solutions de calibrage sont-elles trop vieilles?
5. La méthode par courbe de calibrage serait-elle mieux adaptée?

Avec **MME**:

1. Contrôler la MME, Si nécessaire remplacer le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).
2. La linéarité avec la HMDE n'est normalement pas d'aussi bonne qualité qu'avec la DME. Le domaine linéaire n'est normalement pas supérieur à 1 - 2 puissances de dix.

Avec **RDE/SSE**:

1. Contrôler la RDE (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).

Pic déplacé

1. Contrôler et ajuster le pH de la solution.
2. Contrôler la composition de l'électrolyte et corriger-la si nécessaire. Utiliser une solution tampon à la place de l'acide.
3. Faire un ajout standard pour contrôler si le pic recherché a vraiment bien été évalué.
4. Les composants organiques interfèrent avec l'analyse: faire une digestion UV ou une autre préparation d'échantillon similaire.
5. Entrer le nouveau potentiel de demi-vague dans l'instrument et calculer de nouveau les résultats.
6. Contrôler l'électrode de référence (voir *mode d'emploi relatif au hardware*)
7. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.

Pas trouvé de pic

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. Le pic est seulement déplacé: ajuster le potentiel de demi-vague et recalculer les résultats.
2. La concentration d'échantillon est trop basse: augmenter le volume d'échantillon ou la quantité d'échantillon.
3. Contrôler le potentiel de départ **Start potential** et le potentiel final **End potential** du sweep.
4. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.
5. Les composants organiques interfèrent avec l'analyse: faire une digestion UV ou une autre préparation d'échantillon similaire.

Avec la **DME/SMDE**:

1. La concentration de l'ion à déterminer est trop basse: utiliser l'HMDE (voltampérométrie inverse) à la place de la DME ou de la SMDE.

Avec la **HMDE**:

1. L'agent complexant a-t-il été oublié? (voltampérométrie adsorptive).
2. Le temps de déposition **Deposition time** pour la voltampérométrie inversée est trop court, augmenter la valeur sur la page **Voltammetric** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
3. Pas de goutte sur le capillaire, contrôler la MME. Ajuster le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité et si nécessaire remplacer le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).

Avec la **RDE/SSE**:

1. Le bruit de fond est trop élevé, polir de nouveau l'électrode.
2. Le temps de déposition **Deposition time** pour la voltampérométrie inversée est trop court, augmenter la valeur sur la page **Voltammetric** dans la fenêtre **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.

Le pic se situe dans le domaine supérieur des μA

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. La concentration de l'ion à déterminer est trop élevée: réduire le volume d'échantillon et refaire l'analyse.

Avec la **HMDE**:

1. Le temps de déposition **Deposition time** est trop élevé: réduire le temps de déposition.
2. Si nécessaire, à la place de la HMDE utiliser la SMDE ou la DME.

Avec la **RDE/SSE**:

1. Le bruit de fond est trop élevé, polir de nouveau l'électrode.
2. Le temps de déposition **Deposition time** est trop élevé: réduire le temps de déposition.
3. Contrôler le potentiel de déposition **Deposition potential**.

Double pic

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. Les composants organiques interfèrent avec l'analyse: faire une digestion UV ou une autre préparation d'échantillon similaire.
2. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.
3. Si un deuxième élément est présent au même potentiel: ajouter cet élément à l'échantillon et refaire l'analyse. Si la taille du deuxième pic a augmenté, alors le deuxième élément est présent dans la solution. Serait-il possible de masquer de manière sélective ce deuxième élément avec un agent complexant?
4. Pour Cu: travailler sans chlorure dans l'électrolyte ou augmenter massivement la concentration en chlorure.
5. Est-ce qu'une des substances a précipité dans le vase de mesure (par exemple le standard perchlorate de plomb avec KCl en tant qu'électrolyte)?
6. Essayer d'autres électrolytes avec différentes compositions (addition de complexes).
7. Contrôler les paramètres d'analyse.
8. Essayer un autre mode de mesure tel que AC1. Si une des substances est réversible et la seconde irréversible, seulement la substance réversible sera détectée par AC1.

Avec la **MME**:

1. Contrôler la MME et si nécessaire remplacer le capillaire ou l'aiguille d'étanchéité (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).

Avec la **RDE/SSE**:

1. Contrôler la RDE et si nécessaire la polir de nouveau (voir *mode d'emploi relatif au hardware*).

Pics de l'addition standard déplacés

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. Solutions standards trop acides.
2. La capacité tampon de l'électrolyte n'est pas suffisante: augmenter le volume d'électrolyte.
3. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.

Avec la **HMDE**:

1. Lors de l'utilisation de la HMDE, des décalages de potentiel de 20 ... 30 mV sont souvent normaux et doivent être donc accepter, surtout lors de l'emploi de la voltampérométrie adsorptive.

Avec **RDE/SSE**:

1. Surface d'électrode surchargée: réduire de volume d'échantillon.

Pas d'ajout

Avec **tous les types d'électrodes**:

1. La solution standard utilisée est-elle correcte? Si la concentration de la solution est trop basse: augmenter le volume de l'ajout standard, utiliser une concentration plus élevée ou réduire la quantité d'échantillon en fonction.
2. Si des composants organiques sont présents: faire une digestion UV ou une autre préparation d'échantillon similaire.
3. Concentration de l'analyte trop élevée: diluer.
4. Solution électrolyte trop vieille: la renouveler. Solution pouvant être conservée seulement un jour ou moins dans certains cas, lors d'ajouts de solutions organiques.

Avec la **HMDE**:

1. Solution d'addition avec solution de complexe métallique (réaction temporelle).

Point aberrant/sauts de signal dans le voltammogramme

1. Pour MME: contrôler l'électrode.
2. Réduire le domaine dynamique du potentiostat (voir *Potentiostat, Chap. 3.3*).

Oxygène dans la solution de mesure

L'oxygène peut être réduit électrochimiquement et provoque dans le voltammogramme deux vagues, dont l'une d'elle est particulièrement remarquable de part l'apparition d'un maximum important. La réduction de l'oxygène peut perturber l'analyse pour deux raisons:

- Les signaux de la substance à déterminer sont couverts par les vagues de l'oxygène. Ceci se fait remarquer de manière tout à fait particulière lors d'analyses de traces, car l'oxygène se trouve en relativement forte concentration dans les solutions saturées en air (environ 8 mg/L à temp. ambiante).
- Le peroxyde d'hydrogène formé lors de la première étape de réduction de l'oxygène peut en plus réagir avec certaines substances déterminées.

Ce sont les raisons pour lesquelles, l'oxygène doit être éliminé de la solution de mesure, avant l'analyse polarographique, en saturant la solution avec un gaz inerte (la plupart du temps, de l'azote). Avec un passage de gaz inerte d'environ 20 L/h, réglé sur l'appareil au départ de l'entreprise sur le VA Computrace Stand 757, une durée de dégazage de l'ordre de 3 à 5 minutes est, en général, suffisante.

Solution électrolyte intermédiaire non adaptée dans l'électrode de référence

Lors du choix de l'électrolyte intermédiaire de l'électrode de référence, il faut prendre en considération les complications possibles avec les substances présentes dans la solution de mesure.

Avec la solution électrolyte intermédiaire **KCl 3 mol/L** utilisée couramment, les interférences suivantes peuvent, par exemple, apparaître:

- **Précipitation de KClO_4 dans le diaphragme en céramique avec les électrolytes de base, contenant HClO_4**
Lors d'un blocage partiel, des pics secondaires inexplicables peuvent faire leurs apparitions. Pour éviter de telles précipitations, avec les solutions de mesure contenant HClO_4 , il est alors recommandé d'employer une solution électrolyte intermédiaire ne contenant pas d'alcalin, ni d'alcalino-terreux (par exemple un tampon acétate).
- **Entraînement de chlorure par l'intermédiaire du débit de KCl de l'électrode de référence**
Le débit d'électrolyte intermédiaire à partir du diaphragme en céramique du récipient électrolyte 6.1245.010 (partie intégrante de l'électrode de réf.) est de l'ordre de 2 ... 5 $\mu\text{L/h}$. Les chlorures arrivant ainsi dans la solution de mesure peuvent perturber une détermination de vitamine C ou provoquer des problèmes lors de la détermination de Cu (voir également *Formation de complexe*). Dans ces cas-là, il est alors conseil-

lé d'employer des solutions électrolytes intermédiaires ne contenant pas de chlorures (telle que par exemple la solution de KNO_3 saturé).

Surcharge de l'électrode de travail

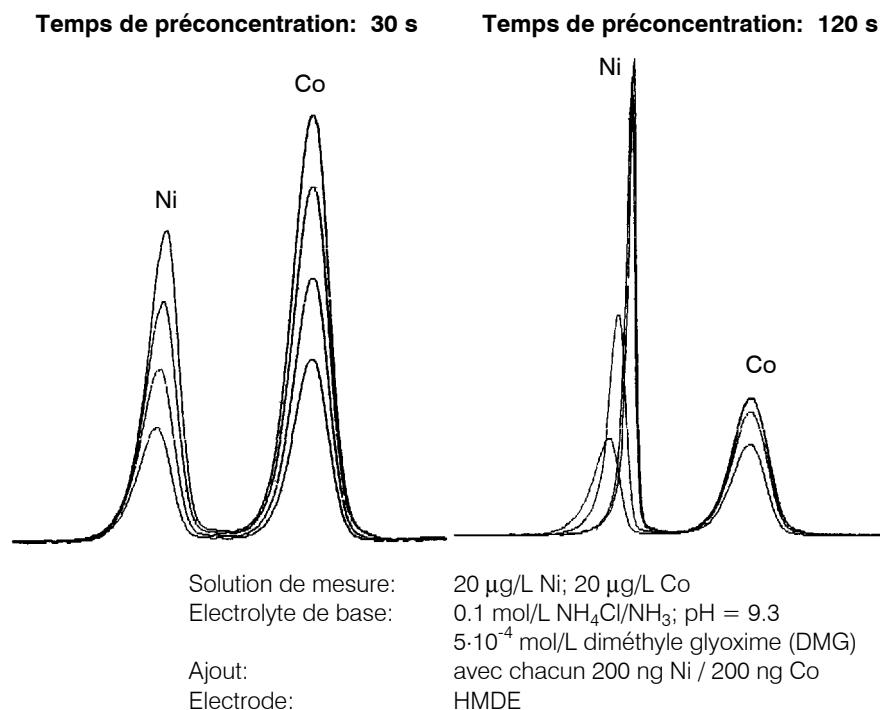
La préconcentration d'espèces sur des électrodes polarisées peut provoquer, lors de rapports inadéquats, tels que concentrations trop importantes et/ou temps de préconcentration trop longs, des effets de surcharge. Ceci peut avoir pour conséquence p. ex., des ajouts non linéaires, la présence de pics déformés, causés par une saturation et diverses formes de déposition.

Un **temps de préconcentration** inférieur permet souvent de résoudre le problème. Une règle pratique permet de dire, qu'en général seulement les solutions de concentrations massiques de l'ordre de $\rho < 0.5 \text{ mg/L}$ devraient être préconcentrées. Dans différents cas, il est déjà possible de travailler sans préconcentration pour des concentrations de l'ordre de $\rho > 100 \text{ } \mu\text{g/L}$ (par exemple voltampérométrie DP à la HMDE ou également à la DME).

Les effets néfastes des temps de préconcentration trop longs sont présentés dans les exemples suivants:

- Détermination du nickel et du cobalt dans le domaine des traces par voltampérométrie adsorptive cathodique (avec complexes à base de diméthyle glyoxime)**

Un rallongement du temps de préconcentration de 30 s à 120 s (avec des paramètres de mesure autrement identiques) provoque une non-linéarité des ajouts et dans le cas du nickel, en plus, un décalage du maximum de pic:

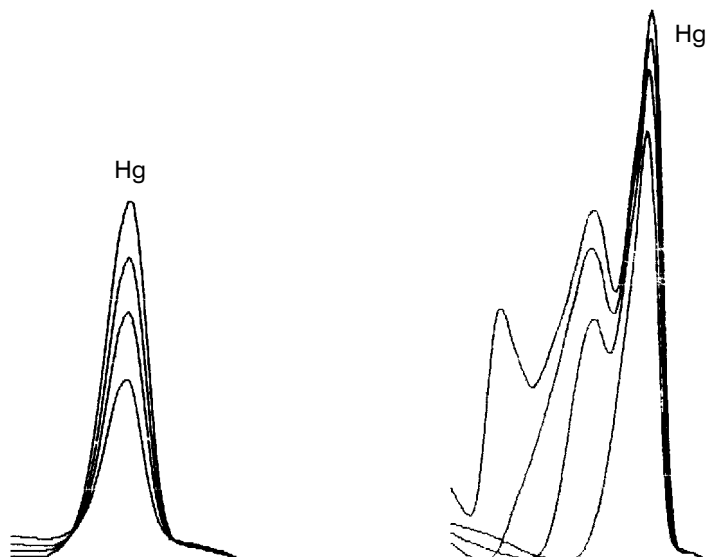


- **Détermination du mercure à l'électrode en or**

Un rallongement du temps de préconcentration de 30 s à 240 s, provoque lors des ajouts standards, des pics supplémentaires:

Temps de préconcentration: 30 s

Temps de préconcentration: 240 s



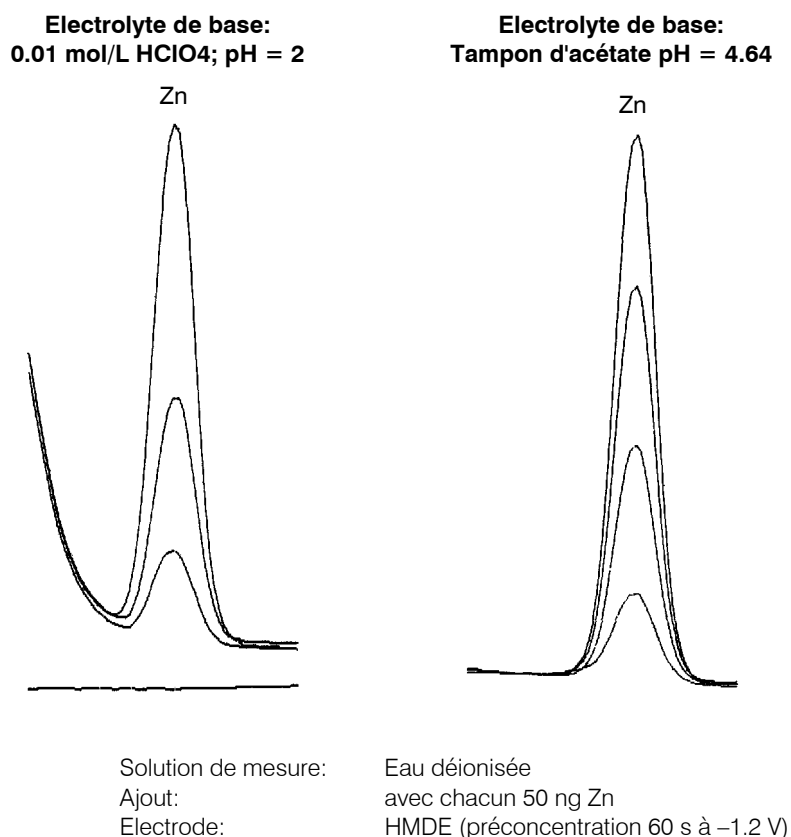
Solution de mesure:	100 µg/L Hg
Electrolyte de base:	HClO ₄ /HCl
Ajout:	avec chacun 1 µg Hg
Electrode:	Au-RDE

Interférences à la HMDE à cause de la formation de gaz

Si du gaz se forme à la HMDE pendant la phase de déposition, cela peut alors provoquer la chute de la goutte ou une interruption de contact dans le capillaire de Hg. L'exemple suivant montre un cas semblable:

- **Détermination du zinc dans l'eau déionisée**

Si l'échantillon de zinc est acidifié avec HClO₄ à pH = 2, il se forme alors à la tension de préconcentration choisie, de l'hydrogène. Ceci provoque, comme le montre l'exemple suivant, lors du deuxième ajout, une chute de goutte de mercure anticipée et par conséquent et une évaluation n'est plus possible. En utilisant un tampon acétate (pH = 4.64), aucun problème de ce genre n'apparaît. Condition sine qua non est que les produits chimiques utilisés soient de la plus grande pureté possible, afin de maintenir la valeur à blanc pour le zinc aussi faible que possible (il est recommandé de fabriquer le tampon d'acétate à base d'ammoniaque pur et d'acide acétique pur).



Formation de complexe

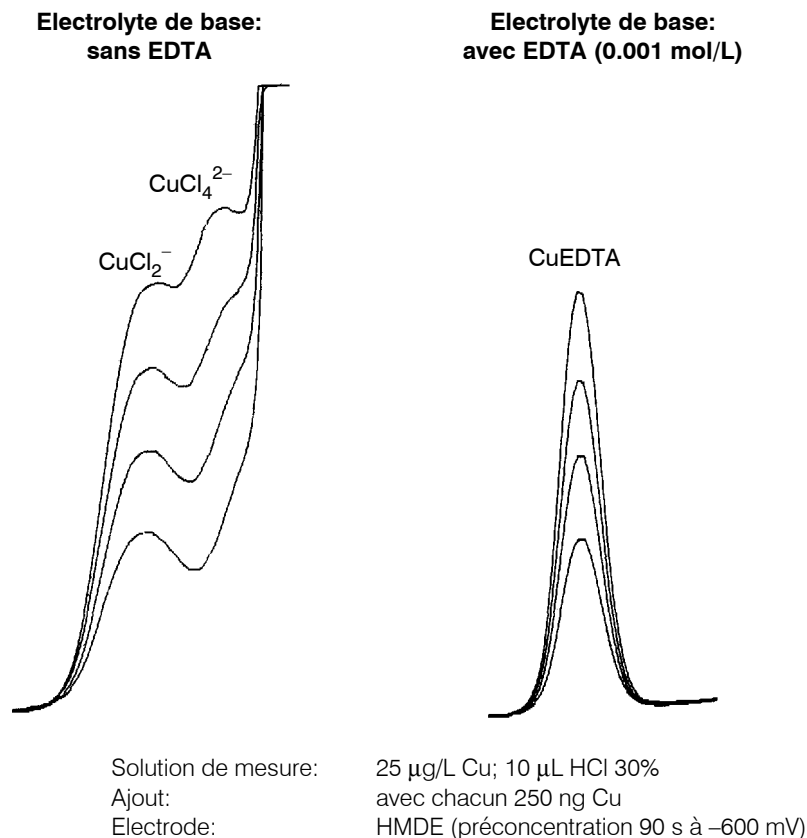
Les substances déterminables par polarographie peuvent se trouver sous diverses formes complexées, selon la composition de la solution de mesure. Comme avec une complexation, est toujours lié un décalage de potentiel de demi-vague et du courant limite, il est possible que des problèmes lors de l'évaluation de pic apparaissent. Il est alors possible de palier à ces problèmes en modifiant la composition de l'électrolyte de base.

S'il n'est pas possible d'éliminer l'agent complexant perturbateur de la solution de mesure ou de le masquer par l'intermédiaire d'une substance adaptée, une modification de la valeur pH de l'électrolyte de base peut alors éventuellement amener l'aide escomptée. Une autre mesure employée de manière courante est d'ajouter un ligand fortement complexant, tel que par exemple de l'EDTA, afin de mettre complètement la substance à déterminer dans une forme définie. La dernière possibilité est utilisée dans l'exemple suivant:

- **Détermination du cuivre dans des solutions contenant des chlorures**

Le cuivre peut se trouver, dans des solutions contenant des chlorures aussi bien sous forme de complexe CuCl_4^{2-} , que sous forme de complexe CuCl_2^- . Les deux pics de courant correspondants sont situés très proches l'un de l'autre. Dans le pire des cas, la détermination du cuivre devient alors impossible. Les difficultés disparaissent, après addition de

l'agent complexant EDTA, car tout le cuivre se trouve alors sous forme de complexe Cu-EDTA. (Une augmentation de la concentration en chlorure [par exemple par addition de 1 mL d'une solution de 1.5 mol/L de KCl de la plus haute pureté possible par 10 mL de solution de mesure] provoquerait un pic de courant défini pour CuCl_2^- .)



Pic positionné sur une ligne de base fortement courbée

Si les pics sont situés sur une ligne de base fortement courbée, il est alors conseillé d'essayer de trouver une solution à l'aide de mesures chimiques ou par des techniques de mesure, pour permettre d'éliminer les problèmes d'évaluation causés par une ligne de vase fortement courbée. De telles mesures peuvent être entre autres: des temps de dégazage supérieurs (voir *Oxygène dans la solution de mesure*), une modification de la valeur pH, un changement de la concentration de l'électrolyte de base, une modification ou un changement de l'électrolyte de base, l'utilisation d'agents complexants (voir *Formation de complexe*), des temps de préconcentration supérieurs et un changement de la technique de mesure.

Dans le cas où, la courbure de la ligne de base ne pourrait pas ou ne serait qu'en partie améliorée par l'une des mesures citées ci-dessus, il est alors possible, sur le VA Computrace 757 d'approximer la courbure de la ligne de base par le choix du type **Type** de ligne de base **Polynomial** ou **Exponential** (voir *Ligne de base*, Chap. 5.2).

Une autre possibilité pour l'évaluation de pics situés sur des lignes de base fortement courbées est d'utiliser la fonction de compensation du bruit de fond (en anglais: background subtraction), dans le cas où la ligne de base serait sûrement provoquée par l'électrolyte de base (voir Page «*Determination*», Chap. 5.2).

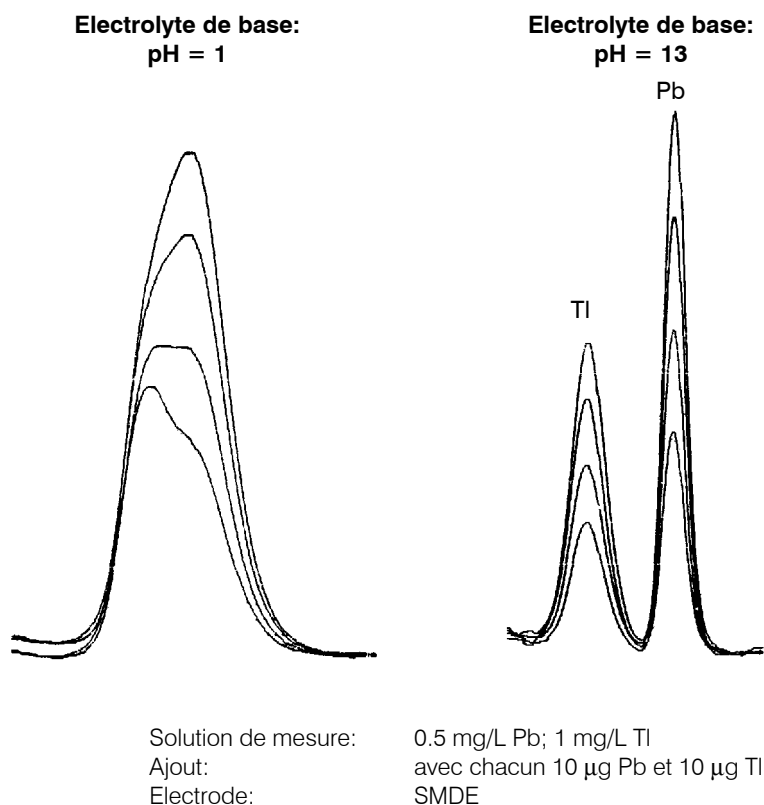
Superposition de pic

Lorsque les pics ont tendance à se superposer et que le degré de superposition a atteint une valeur critique, provoquant une erreur de la hauteur de pic calculée, respectivement de la surface de pic calculée par le pic voisin, il est alors conseillé de prendre en considération la superposition par un changement lors du calcul de ligne de base. Pour ce faire, choisissez les options **Front end** ou **Rear end** pour le domaine de ligne de base **Scope** (voir *Ligne de base*, Chap. 5.2).

Si le phénomène de superposition est trop important, le pic ne peut plus être évalué. Dans ce cas, il faut alors essayer de régler le problème et d'obtenir une meilleure séparation à l'aide de mesures chimiques ou de techniques de mesure. Des mesures possibles sont entre autres: un changement de la valeur pH (voir exemple ci-dessous), un changement de la concentration de l'électrolyte de base, un changement de l'électrolyte de base, l'utilisation d'agents complexants (voir *Formation de complexe*), des temps de préconcentration supérieurs et un changement ou une modification de la technique de mesure.

- **Détermination du plomb et du thallium**

Avec un électrolyte de base de pH = 1, les pics Pb et de Tl sont relativement fortement superposés. Par l'intermédiaire d'une modification de la valeur pH à pH = 13, les pics sont alors séparés. (La séparation de Pb et Tl peut également être réalisée à l'aide d'une électrolyse postérieure ou en utilisant un tampon d'acétate avec EDTA).



Calibrage avec des standards chimiquement non isoformes

Avec les trois techniques de calibrage possibles, il faut s'assurer que les standards utilisés pendant le calibrage sont chimiquement isoformes avec les substances à déterminer. Les substances standards doivent posséder la même valence (par exemple pour Fe, Al) ou la même forme de formation de complexe (par exemple pour As, Cr, Se), que les substances déjà présentes dans la solution de mesure. Si ce n'est pas le cas, le calibrage peut alors livrer des résultats complètement erronés, à cause des potentiels de pic différents et des sensibilités diverses.

Contrat de concession de licence pour le logiciel

L'utilisation de ce logiciel est soumise au présent contrat de concession de licence entre vous-même et Metrohm AG. Vous avez déjà reçu ce contrat de concession de licence avec notre offre et vous en avez pris connaissance. Vous avez déjà accepté ce contrat de concession de licence par le biais de votre commande à Metrohm AG ou à l'une de ses agences de vente, respectivement par la confirmation de votre commande par Metrohm ou l'une de ses agences de vente. Au plus tard en utilisant le logiciel, vous indiquez que vous connaissez le contrat de concession de licence et vous déclarez d'accord avec ses dispositions.

1. Metrohm vous octroie le droit non transmissible et non exclusif d'utiliser le logiciel en connexion avec les appareils d'analyse Metrohm.
2. Les droits d'auteur sur le logiciel demeurent la propriété de Metrohm ou d'un bailleur de licence de Metrohm. Vous n'êtes pas autorisé à modifier ou à enlever les indications et mentions relatives à la confidentialité, aux droits de propriété ou aux droits d'auteur. Vous n'êtes pas non plus autorisé à vendre le logiciel, ni à le louer ou à le transmettre de toute autre manière à des tiers, à moins que ce soit pour une utilisation avec des appareils d'analyse du groupe Metrohm et que le tiers ait accepté expressément les dispositions du présent contrat de concession de licence. Il n'est pas permis de modifier ou de copier le logiciel que ce soit de façon intégrale ou partielle. Seul est autorisé l'établissement d'une copie de sauvegarde (backup).
3. La taxe d'exploitation de licence pour l'utilisation décrite est comprise dans le prix d'achat de l'appareil d'analyse. Dans le cas où le logiciel est délivré séparément, la taxe d'exploitation de licence est facturée avec le logiciel. Si, pour une raison quelconque, vous ne deviez pas payer intégralement le prix d'achat ou la taxe d'exploitation de licence à la date d'échéance, le droit d'utilisation du logiciel s'éteint et Metrohm peut exiger que le logiciel soit restitué ou effacé sur votre système.
4. Metrohm garantit qu'à condition d'être exploité correctement, le logiciel se prête à une utilisation avec des appareils d'analyse du groupe Metrohm et qu'il est mémorisé correctement sur le support de données. Si cela ne devait pas être le cas, vous pouvez exiger que Metrohm et/ou son agence de vente mette à votre disposition un nouveau logiciel dans un état ir-

réprochable contre restitution du logiciel faisant l'objet de la réclamation. Cette garantie s'adresse exclusivement au premier exploitant du logiciel.

5. Toute autre garantie ou responsabilité par Metrohm et son agence de vente est exclue. Metrohm et son agence de vente décline notamment toute responsabilité quant aux dommages causés à un tiers ou consécutifs, aux pertes de données, au manque à gagner, aux interruptions d'exploitation, etc.
6. Le présent contrat est valide jusqu'à ce qu'il y soit mis fin. Vous pouvez mettre fin à ce contrat en détruisant le logiciel ainsi que toute copie de ce dernier. Le contrat prend également fin si vous transgressez l'une de ses dispositions. Dans ce cas également, vous devrez détruire le logiciel ainsi que toute copie de ce dernier, Metrohm ayant en outre le droit de l'exiger expressément.
7. Les modifications ou compléments du présent contrat doivent s'effectuer sous la forme écrite. Ceci est valable également pour toute modification de cette disposition. Si certaines parties du contrat devaient être ou devenir caduques ou sans effet juridique, les autres dispositions du contrat demeureront valides. Le contrat devra alors être interprété et appliqué de manière à ce que l'on se rapproche le plus possible du but poursuivi par la partie invalide.
8. For judiciaire: les litiges pouvant découler du présent contrat seront tranchés par les tribunaux du siège de Metrohm AG. Metrohm peut également avoir recours au for judiciaire du siège du défendeur.

Index

A

AC	43,166
Addition automatique de solutions	87,133
Addition manuelle.....	92
Addition standard	
Addition automatique.....	148
Addition manuelle avec	
échange de solution	147
Addition manuelle sans	
échange de solution	146
Calcul	118
Règles	120
Additions standards non reproductibles.....	163
Additions variables	83
Administrator	18
Affichage de volume erroné	163
Affichage statut.....	90,109
Afficher les pics inconnus.....	100
Agiter.....	45,46,75,97,126,129,130,156
Amplitude de voltage	34,44
Amplitude d'impulsion	32
Angle de phase	44
Arrangement des fenêtres.....	25
Automatisation.....	23
Autosampler	
Installation	7
Position d'échantillon	108
Réglages automatisation	23

B

Barre de symboles	11
Barre des états statuts	11
Barre des menus	11
Bords	50
Bruit de fond	168

C

Calcul.....	83
Calcul de concentration	117
Calcul de formule	124
Calcul de la grandeur d'évaluation.....	117
Calibrage	
Choix du mode.....	74,97
Identification	92
Technique de calibrage	106,117
Cannot reach the hardware.....	161
Carte d'enregistrement	2
Carte interface	
Installation	4
Transfert de données.....	113
Upgrade de logiciel.....	5

Charger	
Courbe de signaux.....	60,134
Détermination.....	94,141
Méthode	72,138
Chronopotentiométrie.....	41
Commande de Dosimate	17,127
Commande du Computrace	17,125
Commentaire	85,111
Commentaires	106
Compact Autosampler 813	
Effectuer une détermination.....	143
Installation	7
Compensation background	76
Compensation du bruit de fond	114,139
Concentration	
Concentration de la solution.....	84
Concentration massique.....	105
Solutions.....	84
Solutions d'addition.....	79
Unité de concentration.....	84
Concentration massique	105
Conditionner	47,130
Contamination	165
Contrat de concession de licence	
pour le logiciel	181
Copier	
Copier dans la mémoire	
intermédiaire	62,66,69,93
Copier du texte dans	
la mémoire intermédiaire	107
Copier les paramètres dans	
la méthode de travail	94
Copier les paramètres	
des fichiers de signaux	138
Copier les paramètres	
des méthodes de détermination.....	138
Grafique.....	102
Could not start the embedded system	161
Couleur à l'arrière.....	50
Couleur de ligne	54
Couleur du bord	50
Couleur du cadre.....	50
Couleurs	50
Courant de bruit de fond faible	167
Courbe de calibrage	
Calcul	121
Détermination d'échantillons.....	153
Enregistrement automatique	152
Enregistrement manuel	
avec échange de solution.....	151
Enregistrement manuel	
sans échange de solution.....	150
Règles	123
Courbe de la valeur à blanc.....	101
Courbes avec un bruit de fond important	168
Courbes de calibrage	
Copier.....	102
Exporter	102

Quantité d'échantillon.....	76,91,118
Règles générales	165
Echelle automatique.....	61,100
Editer	
Ligne de base	98
Méthode de travail	139
Electrode Multi Mode	27
Electrodes.....	27,75,97,113,126
Electrodes à film de mercure	41,155
Electrodes au carbone	47
Electrodes solides	47,128,130
Electrolytes	164
Eléments des fenêtres courbes	49
Eliminer le film de mercure	155
Enregistrement des données	113
Enregistrer	
Enregistrer des signaux	134,135
Enregistrer détermination.....	94,141
Enregistrer détermination sous.....	94,141
Enregistrer méthode	72,138
Enregistrer méthode sous.....	73,138
Réglages	25
Enrichissement	48
Entête.....	104
Equipement	164
Etape suivante	59,89
Etapas de préparation.....	45,77
Evaluation de courbe en forme d'étage	68,137
Evaluation de pic automatique.....	81,99
Evaluation de substance	105
Exit	13,16
Exporter	
Grafique.....	102
Méthode	14
Paramètres de voltampérométrie	58
Points de mesure	15,16,57,94
Résultats.....	15,73

F

Facteur de lissage.....	80
Fenêtre.....	60,88
Fenêtre contenant les messages.....	90
Fenêtre principale	
Eléments.....	11
Fenêtre de programme.....	25
Fermer	13
Menus.....	11
Symbole	12
Vue d'ensemble.....	11
Fermer les fenêtres de programme	25
Fichiers	
Fichier DTH	3,4,6,10
Fichier MTH.....	10
Fichier SIG.....	3,4,6,10,57,60
Fichier SPT	10
Fichier TXT.....	10
Menu.....	14
Types de fichiers	10

Format	52
Formation de complexe	176
Formation de film.....	17,128,155
Formation de gaz	175
Forme de ligne	54
Formule de calcul.....	124

G

Gaz inerte	47
Grandeur d'évaluation	106

H

Hardware	
Exigences relatives au système.....	2
Installation de Dosimates	6
Installation de la carte interface	4
Installation de l'interface VA Computrace.....	3
Réglages pour Dosimates	7
Hauteur de pic minimale	64,80
Help	11
HMDE	29,126
Hydrodynamic	32,34,36,38,40,42,44

I

Identification de l'axe	51
Identification d'échantillon	108
Imprimer.....	16
Courbe de signaux.....	137
Détermination.....	145
Mode d'utilisation «Determination»	111
Mode d'utilisation «Exploratory»	70
Ordre	112
Ordre d'impression.....	86
Paramètres voltampérométriques	137
Sortie automatique de rapport.....	85
Informations générales.....	2
Installation.....	3,133
Installation du logiciel	4
Installation du Software	3
Interrompre la mesure	59
Intervalle de temps	
pour le pas de voltage	32,36,38,44
Inverser les axes	61,100

L

Largeur de ligne	54
Largeur de pic minimale.....	64,80
Ligne	53
Ligne de base	
Afficher la ligne de base	100
Calcul de ligne de base	67,116
Domaine de la ligne de base.....	81,99
Domaine de ligne de base.....	65,67,116
Editer	67

Paramètres de ligne de base	64,81,99
Propriétés de la ligne de base.....	101
Type de ligne de base	65,67
Types de ligne de base	99
Types de lignes de base	81
Ligne de base courbée	177
Ligne de base exponentielle	65,67,81,99
Ligne de base instable.....	167
Ligne de base linéaire.....	65,67,81,99
Ligne de base polynomiale.....	65,67,81,99
Limite de potentiel	42
Lissage	114
Lissage selon Savitzky-Golay	64,68,114
Liste des courbes.....	95
Login.....	13,17

M

Masse de l'additions standard.....	105
Masse de substance absolue.....	105
Menu.....	11,16,17,21,25
Menus sensibles au contexte	10
Messages d'erreur.....	161
Méthode	
Charger	14,72,138
Copier les paramètres des fichiers de signaux.....	138
Copier les paramètres des méthodes de détermination	138
Créer une nouvelle méthode	14,72
Editer la méthode de travail.....	139
Enregistrer.....	14,72,138
Enregistrer sous.....	14,73,138
Exporter.....	14
Fichiers de méthodes	14
Impression des paramètres	112
Méthode de détermination	
Définition	71
Editer les paramètres.....	96
Méthode de travail	
Additions variables	83
Calcul	83
Concentrations des solutions.....	84
Définition	71,72
Documentation	85
Ligne de base	81
Page.....	75,77,78,82
Spécifications	73
Mise sous tension des appareils	133
MME	27,156
Mode de mesure VA	97
Mode d'utilisation	16,27,55,56,59,71
Modes de mesure VA.....	31,113,166
Modifier les droits d'accès	134
Modifier l'inscription.....	62
Mot de passe	19
Multiplicateur	83

N

Name.....	19
Nettoyage	
Durée de nettoyage	131
Potentiel de nettoyage.....	129,131
Procédé de nettoyage	17,130,155
Solution de nettoyage.....	130,155
Temps de nettoyage.....	48,129
Tension de nettoyage	46,47
Nettoyage électrochimique.....	129,130
Nom de méthode	73,105
Nom de substance	78,105
Nombre d'additions.....	77
Nouveau calcul d'une détermination	144
NP	37,166
Numéro de résultat	66,69

O

Ordonnée à l'origine	106
Ouvrir les fenêtres de programme.....	25
Overload.....	59,90,126
Oxygène dans la solution de mesure.....	173

P

Page	75,77,78,82,97,98
Paramètres de sweep	32,34,36,38,40,42,44
Pas d'ajout.....	172
Pas de voltage	32,34,36,38,40,44
Pas trouvé de pic	170
Passage de voltage	46
Pente	106
Pente de la rampe.....	32,34,36,38,40
Pic	
Double pic.....	171
Editer la ligne de base	66
Evaluation de pic	106
Grandeur d'évaluation	80
Hauteur de pic	66,80,95,115
Identification des pics.....	115
Largeur de pic	115
Pic dans le domaine supérieur des μA	170
Pic déplacé.....	169
Pics de l'addition standard déplacés	172
Potentiel de pic	115
Potentiel de pic trouvé	106
Potentiel d'identification.....	78
Recherche de pic	63,136
Superposition de pic	178
Surface de pic.....	66,80
Tension de pic	66
Test de hauteur de pic.....	115
Test de largeur de pic.....	115
Test de pic	158,159
Test de potentiel de pic	115
Point aberrant.....	172
Point de base	65,67

Point de départ	81,99
Point de départ du pic	99
Point final	81
Position d'échantillons	108
Potentiel de base	38
Potentiel de demi-vague	68
Potentiel de départ	32,34,36,38,40,44,129,131
Potentiel de repos	46,48,129,131
Potentiel d'identification	78
Potentiel final	32,34,36,38,40,44,129,131
Potentiometric stripping analysis	41
Potentiostat	45,97
Poursuivre la mesure	59
Préconcentration	29
Potentiel de préconcentration	48
Prédoser	87
Pré-traitement	47
Procédures d'opération standards	159
Produits chimiques	164
Programme	
Arrêter	13
Démarrer	13,133
Déroulement de programme	45,89
Numéro de programme	104
Vue d'ensemble sur les fenêtres de programme	9
Propriétés de courbes	53
Propriétés de lignes	54
Propriétés de l'image	50
Propriétés des axes	51
Propriétés graphiques des courbes de calibrage	102
PSA	41,166

Q

Quantité d'échantillon	108
------------------------------	-----

R

Rapport complet	111
Rapport succinct	111
RDE	30,126
Régénération électrochimique	47
Réglages généraux	21,22
Réglages graphiques	49
Règles générales pour l'analytique	
des traces en VA	164
Remarque	97
Remarques	74,105
Réplication	58,77,106,114
Résolution graphique	2
Résultats	66,69,103
Exporter	73
Résultats finaux	107

S

Sauts de signal	172
Signal	
Charger	15,57,60,134
Enregistrer	135
Enregistrer automatiquement	135
Enregistrer sous	15,57,134
Evaluation de courbe	
en forme d'étage	137
Evaluation de pic automatique	136
Evaluation de pic manuelle	136
Exporter les paramètres	
de voltampérométrie	58
Exporter les points de mesure	16,57
Fichier de signaux	15
Paramètres standards	15,57
SMDE	28,126
Software Upgrade	5
Solution à blanc	90
Solution de placage	128
Solution de platinage	155
Solution électrolyte intermédiaire	
non adaptée	173
Solutions	107
Solutions auxiliaires	87
Solutions standards	79,92,164
Sortie automatique de rapport	85
SqW	33,166
SSE	30,126
Standards Isoformes	179
Start	
Calibrage	91
Détermination	88
Mesure	59
Potentiel de départ	32,129,131
Start potential	34,36,38,40,44
Stop	
Arrêter la mesure	59
Style	51
Summand	83
Surcharge	126
Surcharge de courant	90
Surcharge de l'électrode de travail	174
Sweep	46
Symboles	12
Système de sécurité	18

T

Tableau d'échantillons	108
Tableau des résultats	66,69
Taille de goutte	75,97,126
Technique de mesure	74,97
Technique de régression	79
Temps d'attente	46
Temps de modulation	44
Temps d'impulsion	32,38

Test	
Agiter	156
Dégazer	156
MME	156
Test de linéarité	157, 159
Texte BPL	159
Titre	50, 74, 97
Titre de la méthode	74, 97, 105
Traitement des données et évaluation	113
Traitement des erreurs	
Messages d'erreur	161
Problèmes de connexion	161
Problèmes de logiciel	162
Problèmes voltampérométriques	167
Traits d'échelle	52
Transférer les paramètres et les données	58
Transfert de données	113

U

Unité d'échantillon	108
Utilisateur	
Définition d'un nouvel utilisateur	134
Droits d'accès	18, 134
Menu	17
Nom de l'utilisateur	19, 104
Vue d'ensemble des droits d'accès	20

V

VA Computrace Interface	
Installation du hardware	3
Transfert de données	113
Valeur à blanc	139, 165
Variation	58, 77, 81, 106, 114
Version de démonstration	2
Voltampérométrie à courant alternatif	43
Voltampérométrie à courant continu	35
Voltampérométrie à impulsions différentielles	31
Voltampérométrie à impulsions normales	37
Voltampérométrie cyclique	39
Voltampérométrie inversée	29, 33
Voltampérométrie Square Wave	33
Volume de cellule	76, 108, 118
Volume de l'unité interchangeable	107
Volumes d'addition	79, 84
Vue d'ensemble sur la fenêtre des résultats	103

Z

Zoomer	61, 100
--------------	---------