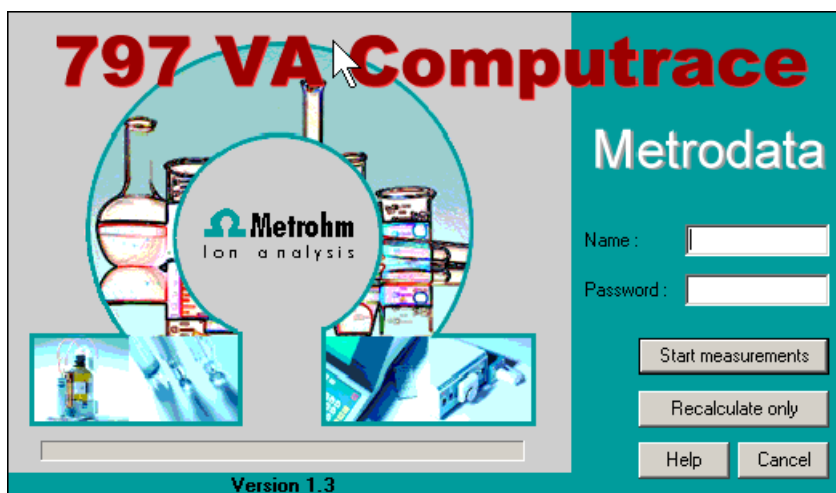


# 797 VA Computrace



Software Version 1.3.x

Handbuch  
8.797.8002DE





Metrohm AG  
CH-9101 Herisau  
Switzerland  
Phone +41 71 353 85 85  
Fax +41 71 353 89 01  
info@metrohm.com  
www.metrohm.com

# **797 VA Computrace**

**Software Version 1.3.x**

**Handbuch**

Teachware  
Metrohm AG  
CH-9101 Herisau  
teachware@metrohm.com

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

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

Dokumente in weiteren Sprachen finden Sie auf  
<http://products.metrohm.com> unter **Literature/Technical documentation**.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1</b>	<b>Programmbeschreibung.....</b>	<b>1</b>
<b>1.2</b>	<b>Allgemeine Informationen .....</b>	<b>2</b>
	Hardware-Voraussetzungen für den PC .....	2
	Demoversion.....	2
	Registrierung .....	2
<b>1.3</b>	<b>Installation.....</b>	<b>2</b>
	Installation von der Hardware.....	2
	Installation von Dosiergeräten .....	4
	Installation des 863 Compact VA Autosamplers.....	4
	Installation des 838 Advanced Sample Processor .....	5
	Deinstallation.....	6
<b>1.4</b>	<b>Übersicht über die Programmfenster.....</b>	<b>6</b>
<b>1.5</b>	<b>Übersicht über die Dateitypen .....</b>	<b>7</b>
<b>1.6</b>	<b>Kontext-sensitive Menüs.....</b>	<b>9</b>
<b>2</b>	<b>Hauptfenster .....</b>	<b>10</b>
<b>2.1</b>	<b>Übersicht über das Hauptfenster .....</b>	<b>10</b>
	Elemente des Hauptfensters.....	10
	Menüs des Hauptfensters .....	10
	Symbole des Hauptfensters.....	11
<b>2.2</b>	<b>Programm starten und beenden .....</b>	<b>12</b>
	Programm VA Computrace starten .....	12
	Programm VA Computrace beenden.....	12
<b>2.3</b>	<b>Menü «File».....</b>	<b>13</b>
	Methodendateien .....	13
	Bestimmungsdateien .....	13
	Export/Import von Daten in Autodatabase .....	14
	Signaldateien .....	16
	Drucken von Reports und Kurven.....	16
	Programm beenden .....	17
<b>2.4</b>	<b>Menü «Mode» .....</b>	<b>17</b>
	Wahl der Betriebsart «Exploratory» .....	17
	Wahl der Betriebsart «Determination».....	17
<b>2.5</b>	<b>Menü «Utility».....</b>	<b>17</b>
	Computrace-Steuerung.....	17
	Dosiergeräte-Steuerung .....	17
	Pumpen-Steuerung .....	17
	Filmbildung.....	18
	Reinigung .....	18

<b>2.6 Menü «User» .....</b>	<b>18</b>
Login .....	18
Zugriffsrechte .....	18
Übersicht über die Zugriffsrechte .....	21
<b>2.7 Menü «Settings» .....</b>	<b>22</b>
Allgemeine Einstellungen .....	22
Dosier-Einstellungen .....	25
Automation-Einstellungen.....	27
GLP.....	31
Datenbank-Einstellungen .....	35
Save settings.....	36
<b>2.8 Menü «Window» .....</b>	<b>36</b>
Anordnung von Fenstern .....	36
Öffnen und Schliessen von Programmfenstern.....	37
Anzeigeeinstellungen für das Hauptfenster .....	37
<b>3 Allgemeine Einstellungen für «Exploratory» und «Determination» .....</b>	<b>39</b>
<b>3.1 Elektroden .....</b>	<b>39</b>
MME.....	39
DME .....	39
SMDE.....	40
HMDE.....	41
RDE/SSE .....	42
<b>3.2 VA-Messmodi .....</b>	<b>43</b>
DP – Differential-Puls-Voltammetrie .....	43
SqW – Square Wave Voltammetrie .....	45
DC – Gleichstromvoltammetrie .....	47
NP – Normal-Puls-Voltammetrie (nur für «Exploratory») .....	49
CV – Zyklische Voltammetrie.....	51
PSA – Potentiometric Stripping Analysis.....	53
CCPSA – Constant Current Potentiometric Stripping Analysis.....	55
AC – Wechselstromvoltammetrie .....	57
CVS - Cyclic Voltammetric Stripping.....	59
CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping .....	61
<b>3.3 Potentiostat .....</b>	<b>64</b>
<b>3.4 Allgemeiner Programmablauf .....</b>	<b>65</b>
Übersicht über den Programmablauf .....	65
Rühren.....	66
Entlüften.....	66
Konditionieren von Festkörperelektroden .....	66
Vorbehandlung.....	67
Ruhespannung.....	68
<b>3.5 Grafische Einstellungen.....</b>	<b>68</b>
Elemente von Kurvenfenstern .....	68
Bildeigenschaften .....	69
Achseneigenschaften .....	70
Kurveneigenschaften .....	71

Linieneigenschaften .....	73
<b>4 Betriebsart «Exploratory» .....</b>	<b>74</b>
<b>4.1 Übersicht über Betriebsart «Exploratory».....</b>	<b>74</b>
Besonderheiten der Betriebsart «Exploratory» .....	74
Wahl der Betriebsart «Exploratory» .....	74
Fenster in der Betriebsart «Exploratory» .....	74
<b>4.2 Fenster «Exploratory specification».....</b>	<b>75</b>
Einstellungen im Fenster «Exploratory specification» .....	75
Signale laden und speichern .....	76
Parameter und Daten übertragen .....	77
Signalmessungen durchführen .....	77
<b>4.3 Signalkurven .....</b>	<b>79</b>
Fenster «Exploratory curves» .....	79
Signalkurven laden.....	79
Signalkurven auswählen .....	80
Zoomen .....	80
Autoskalierung .....	80
Achsen invertieren .....	80
Grafische Eigenschaften für Signalkurven.....	80
Kopieren in Zwischenablage .....	81
Als erweitertes Metafile abspeichern.....	81
Beschriftung ändern .....	81
Signalkurven löschen .....	81
Signal-Cursor .....	82
Peaksuche.....	82
Basislinie editieren .....	86
Stufenauswertung .....	87
<b>4.4 Drucken in der Betriebsart «Exploratory».....</b>	<b>89</b>
<b>5 Betriebsart «Determination» .....</b>	<b>90</b>
<b>5.1 Übersicht über Betriebsart «Determination» .....</b>	<b>90</b>
Besonderheiten der Betriebsart «Determination».....	90
Wahl der Betriebsart «Determination».....	90
Fenster in der Betriebsart «Determination».....	90
<b>5.2 Arbeitsmethode .....</b>	<b>91</b>
Methoden laden und speichern .....	91
Fenster «Working method specifications» .....	92
Blatt «Determination» .....	94
Blatt «Voltammetric».....	97
Blatt «Substances» .....	97
Basislinie .....	101
Blatt «Calculations».....	102
Berechnung .....	103
Variable Zugabe.....	106
Konzentrationen von Lösungen .....	106
Dokumentation.....	107
Export.....	109
Dosiergeräte .....	111

<b>5.3 Monitor</b> .....	<b>112</b>
Bestimmung starten .....	112
Bestimmung stoppen/unterbrechen .....	113
Bestimmung überwachen .....	114
Meldungsfenster während der Bestimmung .....	115
Grafische Eigenschaften für Monitorkurven .....	122
Kopieren in Zwischenablage .....	122
<b>5.4 Bestimmungskurven</b> .....	<b>122</b>
Bestimmungen laden und speichern .....	122
Parameter in Arbeitsmethode kopieren .....	124
Fenster «Determination curves» .....	124
Parameter der Bestimmungsmethode editieren .....	126
Blatt «Specifications» .....	126
Blatt «Determination» .....	128
Blatt «Voltammetric» .....	128
Blatt «Substances» .....	128
Blatt «Calculations» .....	129
Blatt «Export» .....	129
Zugabeparameter editieren .....	129
Basislinie editieren .....	130
Zoomen .....	131
Autoskalierung .....	131
Achsen invertieren .....	131
Basislinien anzeigen .....	131
Unbekannte Peaks anzeigen .....	131
Ausreisser anzeigen .....	131
Grafische Eigenschaften für Bestimmungskurven .....	132
Grafische Eigenschaften für Kalibrierkurven .....	133
Grafik kopieren/exportieren .....	133
<b>5.5 Resultate</b> .....	<b>134</b>
Übersicht über das Resultatfenster .....	134
Kopfzeile .....	135
Bestimmungsdaten .....	135
Methodendaten .....	135
Probedaten .....	135
Substanzauswertung .....	136
Peakauswertung .....	136
Kalibrierdaten .....	137
Solutions .....	138
Schlussresultate .....	138
Text in Zwischenablage kopieren .....	138
<b>5.6 Probentabelle</b> .....	<b>139</b>
Probentabelle laden/speichern .....	140
Probentabelle editieren .....	141
<b>5.7 Drucken in der Betriebsart «Determination»</b> .....	<b>141</b>
<b>5.8 Datenverarbeitung und Auswertung</b> .....	<b>143</b>
Datentransfer .....	143
Datenerfassung .....	143
Hintergrundkompensation .....	144
Glättung und Ableitung .....	144

Peakerkennung.....	145
Basislinienberechnung .....	146
Berechnung der Auswertegrösse .....	146
Gehaltsberechnung.....	147
Verdünnungsrechnung .....	148
Berechnung der Standardaddition .....	148
Regeln für die Standardaddition.....	150
Berechnung der Kalibrierkurve .....	151
Regeln für die Kalibrierkurve .....	153
Formelberechnung.....	154
<b>6 Galvanikbad VA .....</b>	<b>155</b>
<b>6.1 Galvanikbad VA - Einleitung .....</b>	<b>155</b>
<b>6.2 Calibration-Techniken mit CVS und CPVS .....</b>	<b>155</b>
Standard addition plating bath .....	155
LAT Record intercept value .....	160
LAT Standard addition for brighteners .....	163
MLAT Standard addition for brighteners.....	169
DT Suppressors with calibration curve.....	174
DT Record calibration curve .....	180
RC Sample with response curve .....	185
RC Record response curve.....	190
<b>6.3 Andere Einstellungen und Optionen mit CVS und CPVS .....</b>	<b>195</b>
Vorbehandlung mit CVS und CPVS .....	196
"Initial mixing time" mit CVS und CPVS.....	197
Conditioning cycles mit CVS und CPVS .....	197
Initial electrode conditioning .....	197
Resultate Details mit CVS und CPVS .....	198
<b>6.4 Einige Definitionen im Zusammenhang mit CVS und CPVS. ....</b>	<b>200</b>
VMS (Virgin Make-up Solution).....	200
Intercept-Lösung.....	200
Intercept-Wert .....	201
Badprobe.....	201
Addition ratio .....	201
Evaluation ratio.....	201
Begin of evaluation.....	202
Contamination potential .....	202
Chloride potential .....	202
Calibration Factor Z .....	202
Suppressor.....	203
Brightener.....	203
Electrolyte-Lösung .....	203
<b>7 Handbedienung.....</b>	<b>204</b>
<b>7.1 Computrace-Steuerung .....</b>	<b>204</b>
Wahl der Computrace-Steuerung.....	204
Fenster «Computrace control» .....	204
<b>7.2 Dosiergeräte-Steuerung .....</b>	<b>206</b>
Wahl der Dosiergeräte-Steuerung.....	206

Fenster «Dosino control».....	206
<b>7.3 Pumpen-Steuerung .....</b>	<b>207</b>
Wahl der Pumpen-Steuerung.....	207
Fenster «Pump control» .....	207
<b>7.4 Filmbildung .....</b>	<b>209</b>
Wahl der Filmbildung.....	209
Fenster «Film deposition».....	209
<b>7.5 Reinigung .....</b>	<b>210</b>
Wahl der Reinigung .....	210
Fenster «Cleaning procedure» .....	210
<b>8 Wie gehe ich vor ...? .....</b>	<b>213</b>
<b>8.1 Installation und Programmstart.....</b>	<b>213</b>
Dosiergeräte für automatische Zugabe installieren.....	213
Geräte einschalten und Programm starten .....	213
<b>8.2 Anwenderzugriffsrechte .....</b>	<b>214</b>
Neuen Anwender definieren .....	214
Zugriffsrechte ändern .....	214
<b>8.3 Signale in der Betriebsart «Exploratory»in .....</b>	<b>214</b>
Signalkurve laden.....	214
Signalkurve speichern .....	215
Signalkurven automatisch speichern .....	215
Signalkurve aufnehmen .....	215
Signalpeaks automatisch auswerten .....	216
Signalpeaks manuell auswerten .....	217
Signalstufen auswerten.....	217
Signalkurven und/oder voltammetrische Parameter drucken .....	217
<b>8.4 Methoden in der Betriebsart «Determination» .....</b>	<b>218</b>
Methode laden .....	218
Parameter von Bestimmungsmethoden kopieren .....	218
Parameter von Signaldateien kopieren .....	218
Arbeitsmethode speichern .....	218
Arbeitsmethode editieren .....	219
Methode abändern für automatische Hintergrundkompensation.....	219
<b>8.5 Bestimmungen mit voltammetrischer Spurenanalytik .....</b>	<b>220</b>
Bestimmung laden .....	220
Bestimmung speichern.....	220
Bestimmungen automatisch speichern.....	221
Bestimmung durchführen .....	221
Testbestimmung mit der Blei-Test-Methode durchführen.....	221
Bestimmungen mit dem 863 Compact VA Autosampler durchführen.....	222
VA-Bestimmungen mit dem 838 Advanced Sample Processor durchführen.....	224
838-Methode für VA-Bestimmung .....	225
Bestehende Bestimmung neu berechnen .....	226
Resultate und Kurven einer Bestimmung drucken .....	227

<b>8.6</b>	<b>Analyse von Galvanikbädern.....</b>	<b>227</b>
	Einführung.....	227
	Auswahl des Modus für die Galvanikbad VA.....	228
	Auswahl der Calibration-Technik für die Galvanikbad VA.....	228
	Programmablauf in der Galvanikbad VA.....	233
	Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "MLAT".....	234
	Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "LAT".....	238
	Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT244.....	
	Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC250.....	
<b>8.7</b>	<b>Standardadditions-Technik.....</b>	<b>256</b>
	Manuelle Standardaddition ohne Lösungsaustausch.....	256
	Manuelle Standardaddition mit Lösungsaustausch.....	257
	Automatische Standardaddition.....	258
<b>8.8</b>	<b>Kalibrierkurven-Technik.....</b>	<b>260</b>
	Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve durch Zugabe von Standardlösung.....	260
	Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve mit Lösungsaustausch ...	261
	Automatische Aufnahme der Kalibrierkurve.....	262
	Probenbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve.....	263
<b>8.9</b>	<b>Arbeiten mit Filmelektroden.....</b>	<b>264</b>
	Quecksilberfilm abscheiden.....	264
	Quecksilberfilm entfernen.....	264
<b>8.10</b>	<b>Diagnose.....</b>	<b>265</b>
	Entlüften testen.....	265
	Rühren testen.....	265
	MME testen.....	265
	RDE testen.....	266
	Linearitätstest.....	266
	Peaktest.....	267
	GLP Validierung.....	268
<b>9</b>	<b>Fehlerbehebung.....</b>	<b>269</b>
<b>9.1</b>	<b>Allgemeines Vorgehen bei Fehlermeldungen.....</b>	<b>269</b>
<b>9.2</b>	<b>Verbindungsprobleme.....</b>	<b>269</b>
	Fehlermeldung "Could not start the embedded system".....	269
<b>9.3</b>	<b>Softwareprobleme.....</b>	<b>269</b>
	Fehlermeldung "No access to software".....	269
	Fehlermeldung "Die Datei 'ecousb.sys' wird benötigt".....	269
	Falsche Sprache im Help.....	270
	Fehlermeldung "Please select a new database file".....	270
<b>9.4</b>	<b>Dosiergerät Probleme.....</b>	<b>270</b>
	Dosiergerät funktioniert nicht.....	270
	Unreproduzierbare Standardadditionen mit dem Dosiergerät ...	271
<b>9.5</b>	<b>Allgemeine Regeln für die VA-Spurenanalytik.....</b>	<b>271</b>
	Chemikalien und Ausrüstung.....	271
	Elektrolyten.....	271
	Standardlösungen.....	271

Proben .....	272
Blindwerte, Kontamination .....	272
Wahl des VA-Messmodus .....	273
<b>9.6 Voltammetrische Probleme .....</b>	<b>274</b>
Niedriger Grundstrom oder instabile Grundlinie .....	274
Kurven mit hohem Rauschen .....	275
SqW Problems .....	276
Standardadditionskurven sind nicht reproduzierbar .....	277
Peak verschoben .....	278
Kein Peak gefunden .....	278
Der Peak ist im obersten mA-Bereich .....	279
Doppelpeak .....	279
Peaks der Standardaddition verschoben .....	280
Keine Aufstockung .....	280
Ausreisser / Signalsprünge im Voltammogramm .....	280
Sauerstoff in der Messlösung .....	281
Ungeeignete Zwischenelektrolytlösung in der Bezugselektrode ..	282
Überladen der Arbeitselektrode .....	282
Störungen an der HMDE durch Gas-Bildung .....	285
Komplexbildung .....	285
Peak auf stark gekrümmter Basislinie .....	286
Peak-Überlappung .....	287
Kalibrierung mit chemisch nicht isoformen Standards .....	288
Ergebnisse nicht reproduzierbar .....	288
<b>Softwarelizenzvereinbarung .....</b>	<b>289</b>
<b>Konformitätserklärung – Softwarevalidierung .....</b>	<b>291</b>
<b>Index .....</b>	<b>292</b>

# 1 Einführung

## 1.1 Programmbeschreibung

Mit dem PC-Programm «VA Computrace 797 Software 1.3.x» kann das VA Computrace 797 System für voltammetrische Analytik betrieben werden. Dieses System besteht aus den folgenden Komponenten:

1.797.0010 **VA Computrace Stand** mit Zubehör

6.2151.020 **USB-Kabel**

6.6053.030 **VA Computrace 797 Software 1.3.x**

Eine detaillierte Beschreibung der Hardware-Komponenten finden Sie in der **797 Hardware-Gebrauchsanweisung**.

Die vorliegende **797 Software-Gebrauchsanweisung** beschreibt die Möglichkeiten der VA Computrace 797 Software 1.3.x. Sie umfasst eine übersichtliche Benutzeroberfläche mit Druckknopfleiste, von der aus die Steuerung des Gerätes, die Methodenentwicklung sowie die Aufnahme und Auswertung der Voltammogramme erfolgt.

Je nach Zielsetzung kann die Software in **zwei verschiedenen Betriebsarten** angewendet werden:

- Die Betriebsart «**Exploratory**» wird für die **qualitative Analyse** eingesetzt und eignet sich vor allem für die praxisorientierte Voltammetrieausbildung an Universitäten, Fachhochschulen und Betrieben. Er erlaubt dem Anwender, zehn verschiedene VA-Messtechniken anzuwenden und deren Resultate zu vergleichen.
- Die Betriebsart «**Determination**» dient zur **quantitativen Analyse** anorganischer oder organischer Substanzen. Die Kalibrierung kann mittels Standardaddition oder Kalibrierkurve durchgeführt werden. Zusätzlich stehen für die Galvanikbad-Analytik eine Vielzahl von Kalibriertechniken zur Verfügung. Die Signalauswertung und Konzentrationsberechnung erfolgen automatisch. Nach Beendigung der Messung wird ein individuell zusammenstellbarer Report ausgedruckt. Die wichtigsten Methoden zur Bestimmung von Metallen oder anderen Substanzen sind direkt abrufbar. Alle auf dem Bildschirm erscheinenden Kurven, d.h. Voltammogramme und Kalibrierkurven, aber auch die Ergebnisse können über die Zwischenablage in andere Windows-Applikationen übertragen werden. Der Datenexport im ASCII-Format ist ebenfalls möglich.

## 1.2 Allgemeine Informationen

### Hardware-Voraussetzungen für den PC

Computer	Pentium III mit 1 GHz oder höher
Betriebssystem	Windows™ 2000, Windows™ XP Professional, Windows™ Vista Professional
Benötigter Speicherplatz	40 MB für Programm-Files
Arbeitsspeicher RAM	256 MB
Graphikauflösung	1024×768 oder mehr
Schnittstelle	1 freier USB-Anschluss
Drucker	Alle vom Betriebssystem unterstützten Drucker

---

**Achtung:** Schalten Sie den Bildschirmschoner aus und deaktivieren Sie die Energiesparfunktionen. Vermeiden Sie es zudem, mehrere weitere Programme zusammen mit VA Computrace zu verwenden.

---

### Demoversion

Wird die VA Computrace 797 Software 1.3.x (6.6053.030) auf einem PC ohne Anschluss an den VA Computrace Stand installiert, so kann sie als Demoversion eingesetzt werden, welche auf die Ansicht und Nachberechnung von bestehenden Bestimmungs- oder Signaldateien beschränkt ist.

### Registrierung

Senden Sie bitte Ihre **Registrierkarte 8.797.8027** so bald als möglich ein, damit wir Sie als offiziellen Käufer eintragen können. Als registrierter Käufer erhalten Sie allfällige überarbeitete Programmversionen zu einem Vorzugspreis.

## 1.3 Installation

### Installation der Hardware

1. Schalten Sie den PC ein und starten Sie das Betriebssystem (Windows™ 2000, Windows™ XP Professional, Windows™ Vista Professional) ohne Anschluss des VA Computrace via USB-Kabel.
2. Legen Sie die Installations-CD in das CD-Laufwerk ein.
3. Falls Autostart für CD-Laufwerk **nicht** aktiviert ist: Wählen Sie **<Start>** und **Ausführen**. Suchen Sie die Datei **Setup.exe** auf der Installations-CD und klicken Sie auf **<OK>**.

4. Klicken Sie auf "**797**" und befolgen Sie die Anweisungen des Setup-Programms.
5. Das Softwarepaket wird im gewünschten Verzeichnis installiert (Standardverzeichnis ist **Programme/Metrohm/797 VA Computrace**). Zusätzlich zu den Programmdateien werden die folgenden Verzeichnisse installiert:

**Data**

Verzeichnis für die Speicherung von neuen Signal- (**\*.sig**) und Bestimmungsdateien (**\*.dth**). In Windows Vista wird dieses Verzeichnis unter **ProgramData/Metrohm/797 VA Computrace** gespeichert

**Demo data**

Verzeichnis mit Beispielen von Signal- und Bestimmungsdateien. Das Unterverzeichnis CVS enthält Beispiele zur Galvanikbadanalyse, das Unterverzeichnis **Practical Voltammetry** alle Beispiele zur **Metrohm-Monographie 8.757.5001 "Praktikum der Voltammetrie"**, die auf Anfrage bei Metrohm erhältlich ist. In Windows Vista wird dieses Verzeichnis unter **ProgramData/Metrohm/797 VA Computrace** gespeichert.

---

**Achtung:** Die Beispiele von Signal- und Bestimmungsdateien sind als **read-only** installiert.

---

**Firmware**

Verzeichnis für die Speicherung von Dateien (**\*.exe**) für die Aktualisierungen der Firmware.

**Hardware**

Verzeichnis für die Speicherung von Firmwaredateien (**\*.x**).

**Method**

Verzeichnis für die Speicherung von Methodendateien (**\*.mth**) mit Beispielen für die gebräuchlichsten Bestimmungen. Einige grundlegende Methoden sind im Verzeichnis **Method** enthalten; weitere Beispiele finden sich in den Unterverzeichnissen **Application Bulletin**, **Application Notes** und **CVS**. In Windows Vista wird dieses Verzeichnis unter **ProgramData/Metrohm/797 VA Computrace** gespeichert.

**XML**

Verzeichnis für die Speicherung von Dateien, die für die Ansicht von XML-Dateien im Browser benötigt werden.


6. Schliessen Sie den VA Computrace mit dem **USB-Kabel 6.2151.020** am PC an. Der PC entdeckt ein neues USB-Gerät und startet den Setup Wizard. Legen Sie die Installations-CD im CD-Laufwerk ein und befolgen Sie die Anweisungen des Wi-

zards. Wählen Sie dabei immer die empfohlenen Default-Einstellungen.

7. Starten Sie die VA Computrace 797 Software 1.3.x.
8. Klicken Sie im Login-Fenster **START MEASUREMENTS** ohne etwas für Name oder Passwort einzugeben.

## Installation von Dosiergeräten

Bis zu sieben Dosiergeräte können via MSB-Ports am 797 VA Computrace Stand bzw. am 846 Dosing Interface angeschlossen werden (Möglichkeiten: **700/800 Dosino**, **685/805 Dosimat**). Gehen Sie zum Anschluss von Dosiergeräten wie folgt vor:

1. Schalten Sie den 797 VA Computrace aus.
2. Schliessen Sie bei Bedarf das 846 Dosing Interface an einem USB-Ausgang des 797 VA Computrace oder des PC's an. Schliessen Sie das 846 Dosing Interface am Netzanschluss an.
3. Schliessen Sie das Dosiergerät via MSB-Verbindung am 797 VA Computrace Stand oder am 846 Dosing Interface an.
4. Schalten Sie den 797 VA Computrace Stand ein.
5. Öffnen Sie die 797 VA Computrace Software 1.3.x und loggen Sie ein.
6. Öffnen Sie das **GENERAL SETTINGS** Fenster in **HAUPTFENSTER / Settings**, aktivieren Sie das **Dosinos** (oder **Dosing Interface**) Blatt und klicken Sie den  Knopf.
7. Wählen Sie für Menüpunkt **Prep/Empty via port** den Port aus, der für die Funktionen "Prep" und "Empty" benutzt wird. Empfohlen wird die Wahl des **Port 3** (führt nicht ins Messgefäß, sondern direkt in den Abfall). Via Port 3 wird die Messzelle / Elektrode weniger kontaminiert und zudem kann die Dosiereinheit schneller gespült und entleert werden.

---

**Achtung:** Bei Wahl von **Port 3** für den Menüpunkt **Prep/Empty via port** muss vom Port 3 des Dosinos eine **FEP-Schlauchverbindung 6.1805.530** in einen Abfallbehälter führen.

---

8. Wählen Sie die Anzahl **No. of Prep cycles** aus. Diese Auswahl bestimmt die Anzahl durchgeführter "Prep-Zyklen" vor Beginn einer Messung, bzw. vor Beginn des Durchlaufes der Probentabelle.

## Installation des 863 Compact VA Autosamplers

Zur automatisierten voltammetrischen Spurenbestimmung können am 797 VA Computrace Stand ein **863 Compact VA Autosampler**, eine **843 Pump Station** und bis zu drei Dosiergeräte (bei Verwendung eines 846 Dosing Interface noch 4 weitere) angeschlossen werden. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Schalten Sie den PC ein.

2. **797 VA Computrace** mit Kabel 6.2141.280 and die **843 Pump Station** (Remote 1) anschliessen (siehe *Hardware Handbuch 797*).
3. **863 Compact VA Autosampler** mit Kabel 6.2141.230 and die **843 Pump Station** (Remote 2) anschliessen.
4. Zubehör am **863 Compact VA Autosampler** installieren (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung 863* und *Hardware-Gebrauchsanweisung 797*).
5. Dosiergeräte am **797 VA Computrace Stand** oder am 846 Dosing Interface anschliessen (via MSB).
6. **797 VA Computrace Stand** am PC anschliessen (via USB).
7. **797 VA Computrace Stand, 863 Compact VA Autosampler** und die **843 Pump Station** einschalten.
8. Am 863 Compact VA Autosampler **Methode 2** einstellen (siehe *Gebrauchsanweisung 863*).
9. Starten Sie die VA Computrace 797 Software 1.3.x
10. Hardware-Einstellungen für den **863 Compact VA Autosampler** vornehmen.
11. Kreuzen Sie das Feld **Relay box / Pump Station** auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters an, und definieren Sie die Default-Einstellungen für die Pumpen.
12. Hardware-Einstellungen für **Dosiergeräte** vornehmen.
13. Aufstock- und Hilfslösungen im Fenster **DOSINOS** definieren.

### Installation des 838 Advanced Sample Processor

Für die Automation der Galvanikbadanalytik mit der CVS können am 797 VA Computrace Stand ein **838 Advanced Sample Processor**, eine **843 Pump Station** und bis zu drei **Dosiergeräte** (bei Verwendung eines 846 Dosing Interface noch 4 weitere) angeschlossen werden. Zusätzlich können auch am **838 Advanced Sample Processor** bis zu drei Dosiergeräte via MSB angeschlossen werden (die dann aber nicht von der 797 Software angesteuert werden können). Gehen Sie wie folgt vor:

1. Schalten Sie den PC ein.
2. **797 VA Computrace** mit Kabel 6.2141.290 and die **843 Pump Station** (Remote 1) anschliessen (siehe *Hardware Handbuch 797*).
3. **838 Advanced Sample Processor** mit Kabel 6.2141.290 and die **843 Pump Station** (Remote 2) anschliessen.
4. Zubehör am **838 Advanced Sample Processor** installieren (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung 797*).
5. Dosiergeräte am **797 VA Computrace Stand** oder am 846 Dosing Interface (oder am 838 Advanced Sample Processor) anschliessen (via MSB).

6. **797 VA Computrace Stand** am PC anschliessen (via USB).
7. **797 VA Computrace Stand, 838 Advanced Sample Processor** und die **843 Pump Station** einschalten.
8. Stellen Sie am **838 Advanced Sample Processor** die geeignete Methode ein und passen Sie sie falls nötig an (Für Brightener die 838-Methode **LAT**. Für Suppressor die 838-Methode **DT**. Für Spurenanalytik die 838-Methode **VA**) (siehe *Gebrauchsanweisung 838*).
9. Starten Sie die VA Computrace 797 Software 1.3.x.
10. Wählen Sie auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters für den Menüpunkt **Sample Processor** den **838 Advanced Sample Processor** aus, und kreuzen Sie das Feld **Relay box / Pump Station** auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters an.
11. Hardware-Einstellungen für den **838 Advanced Sample Processor** vornehmen und Default-Einstellungen für die **843 Pump Station** definieren.
12. Hardware-Einstellungen für **Dosiergeräte** vornehmen. Diese Einstellungen sind von der Anordnung der Dosinos abhängig.
13. Aufstock- und Hilfslösungen im Fenster **DOSINOS** definieren.

## Deinstallation

1. Wählen Sie **<Start> / Einstellungen / Systemsteuerung**.
2. Doppelklicken Sie auf das Symbol **Software**.
3. Wählen Sie aus der Liste **797 VA Computrace** aus und klicken Sie auf **<Hinzufügen/Entfernen>**. Wählen Sie die Option **Entfernen** und klicken Sie auf **<Weiter>**. Alle Programmdateien und Symbole werden entfernt.

## 1.4 Übersicht über die Programmfenster

VA Computrace 797 besteht aus verschiedenen Fenstern, deren Funktionen miteinander verknüpft sind:

<b>HAUPTFENSTER</b>	Verwalten von Dateien, Drucken, Auswahl der Betriebsart, Öffnen von anderen Programmfenstern, Hilfsmittel, Login und Zugriffsrechte, Einstellungen, Anordnung und Auswahl der Fenster
<b>EXPLORATORY SPECIFICATIONS</b>	Definition der Methode für Betriebsart «Exploratory»
<b>EXPLORATORY CURVES</b>	Kurvenanzeige in der Betriebsart «Exploratory» und Kurvenauswertung

<b>WORKING METHOD SPECIFICATIONS</b>	Definition der Methode im Arbeitsspeicher für Betriebsart «Determination»
<b>MONITOR</b>	Start von Bestimmungen, Live-Anzeige
<b>DETERMINATION CURVES</b>	Anzeige von Bestimmungs- und Kalibrierkurven, Modifizierung und Neuberechnung von Bestimmungen
<b>RESULTS</b>	Anzeige von Bestimmungsreports
<b>SAMPLE TABLE</b>	Anzeige der Probentabelle (nur verfügbar, wenn 863 Compact VA Autosampler oder 838 Advanced Sample Processor, und <b>Use sample table</b> als <b>Working method source</b> auf dem <b>Automation</b> Blatt des <b>GENERAL SETTINGS</b> Fenster ausgewählt wurden).
<b>COMPUTRACE CONTROL</b>	Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 797
<b>DOSINO CONTROL</b>	Manuelle Steuerung von Dosiergeräten (Möglichkeiten: Dosino 700/800, Dosimat 685/805)
<b>PUMP CONTROL</b>	Manuelle Steuerung der Absaug- und Spülpumpe
<b>FILM DEPOSITION</b>	Programm zur Hg-Filmbildung auf Festkörperelektroden
<b>CLEANING PROCEDURE</b>	Programm zur Reinigung von Festkörperelektroden

## 1.5 Übersicht über die Dateitypen

Die folgenden Dateitypen werden von der VA Computrace 797 Software 1.3.x gebildet:

**\*.csv Bestimmungsdateri** (binäre Datei)  
Enthält

**\*.dth Textdatei im \*.csv-Format** (ASCII-Datei) für Datenexport  
Resultate können als **\*.csv**-Dateien abgespeichert werden. CSV steht für comma-separated values was soviel heisst, dass die einzelnen Einträge der Datei mit Kommas voneinander getrennt sind. Textdateien im **\*.csv** Format eignen sich optimal für den Import in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel.

Die CSV-Dateien werden für den Import der Daten in ein LIMS (Labor Information Management System) verwendet.

<b>*.mth</b>	<b>Methodendatei</b> (binäre Datei) Enthält die Methode.
<b>*.sig</b>	<b>Signaldatei</b> (binäre Datei) Enthält Daten und Parameter der in der Betriebsart «Exploratory» aufgenommenen Signalkurve. Die Datei <b>*.sig</b> wird automatisch im Verzeichnis <b>Data</b> gespeichert, falls die Option <b>Autosave determination and signal</b> im Fenster <b>GENERAL SETTINGS</b> aktiviert wurde.
<b>*.spt</b>	<b>Probentabellendatei</b> (binäre Datei) Enthält Probentabellendaten.
<b>*.txt</b>	<b>Textdatei</b> (ASCII-Datei) für Datenexport Beim Export von Methoden, Resultaten, Messpunkten von Bestimmungs- oder Signaldateien werden Textdateien <b>*.txt</b> gebildet. Im Falle von <b>Methoden</b> , enthält diese Datei einen Block mit Arbeitsmethode- und Proben- Daten gefolgt von einem Block mit voltammetrischen Parametern und einem Block mit Peakauswertung. Im unteren Teil hat es einen Block Substanzauswertung, einen Block Basislinie, einen Block Lösungen und einen Block Export-Optionen. Im Falle von <b>Resultaten</b> , enthält diese Datei einen Block mit Bestimmungsdaten, gefolgt von einem Methoden- und Proben- Daten Block. Im unteren Teil hat es einen Block Substanzauswertung, einen Block Lösungen und einen Endresultate Block. Die beim <b>Export von Bestimmungsmesspunkten</b> gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die Sweepblöcke mit X- und Y-Werten, vor denen jeweils VR-Nummer und Anzahl Messwerte aufgeführt sind. Die beim <b>Erweiterten Export von Bestimmungsmesspunkten</b> gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die voltammetrischen Parameter, ein Block mit Peakauswertung, ein Block Basislinie, ein Block Lösungen, ein Block Export-Optionen und die Sweepblöcke mit X- und Y-Werten, vor denen jeweils VR-Nummer und Anzahl Messwerte aufgeführt sind. Die beim <b>Export von Signalmesspunkten</b> gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die Anzahl Messwerte und der Sweepblock mit X- und Y-Werten. Textdateien <b>*.txt</b> können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel importiert werden.

**\*.xml**                      **Textdatei im \*.xml-Format** (ASCII-Datei) für Datenexport  
Resultate können als **\*.xml**-Dateien abgespeichert werden. Dabei werden drei Dateien (CT797.css, CT797.xsd und CT797.xsl) mitexportiert, welche für die Darstellung der Resultate im Internetbrowser benötigt werden.  
Die XML-Dateien werden für den Import der Daten in ein LIMS (Labor Information Management System) verwendet.

## 1.6 Kontext-sensitive Menüs

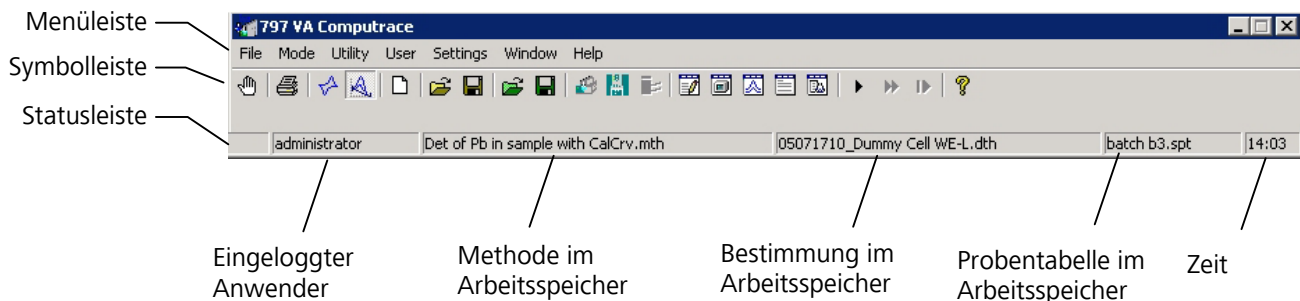
Die meisten Menüfunktionen der Programmfenster können auch durch Klicken mit der **rechten Maustaste** auf das gewünschte Fenster oder Element ausgewählt werden. Die dabei geöffneten Menüoptionen hängen vom ausgewählten aktiven Fenster oder Element ab.

## 2 Hauptfenster

### 2.1 Übersicht über das Hauptfenster

#### Elemente des Hauptfensters

Die Elemente des Hauptfensters **797 VA COMPUTRACE** sind die Menüleiste, die Symbolleiste und die Statusleiste, welche Anwender, Methode und Bestimmung anzeigt.



























#### Menüs des Hauptfensters

<b><u>F</u>ile</b>	Laden, Speichern und Export von Methoden-, Bestimmungs- und Signaldateien, Drucken von Reports und Kurven, Laden und Speichern von Bestimmungen in der Autodatabase
<b><u>M</u>ode</b>	Wechsel zwischen Betriebsart «Exploratory» und «Determination»
<b><u>U</u>tility</b>	Manuelle Steuerung von VA Computrace Stand, Dosiergeräten, Pumpen; Filmbildung und Reinigung von Festkörperelektroden
<b><u>U</u>ser</b>	Anmelden, Verwalten der Zugriffsrechte
<b><u>S</u>ettings</b>	Allgemeine Einstellungen für Speicherung, Autodatabase, Automation, Dosiergeräte, Relay Box, Remote Control, GLP
<b><u>W</u>indow</b>	Anordnen, Öffnen und Schliessen von Programmfenstern
<b><u>H</u>elp</b>	Öffnen der Hilfedatei

## Symbole des Hauptfensters

Je nach ausgewählter Betriebsart («Exploratory» oder «Determination») werden einzelne der folgenden Symbole im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** nicht angezeigt.

-  Programm VA Computrace schliessen.
-  Reports und Kurven drucken.
-  Wechsel zur Betriebsart «Exploratory».
-  Wechsel zur Betriebsart «Determination».
-  Standardparameter für Betriebsart «Exploratory» oder «Determination» laden.
-  Methoden- oder Signaldatei laden.
-  Methoden- oder Signaldatei speichern.
-  Bestimmungsdatei laden.
-  Bestimmungsdatei speichern.
-  Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 797.
-  Manuelle Steuerung von Dosiergeräten.
-  Manuelle Steuerung von Pumpen.
-  Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** oder **EXPLORATORY SPECIFICATIONS** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **DETERMINATION CURVES** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **MONITOR** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **EXPLORATORY CURVES** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **RESULTS** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **SAMPLE TABLE** öffnen oder schliessen.
-  Messung starten.
-  Messung stoppen.
-  Messung unterbrechen.
-  Messung fortsetzen.
-  Gehe zum nächsten Schritt im Programmablauf.
-  Help

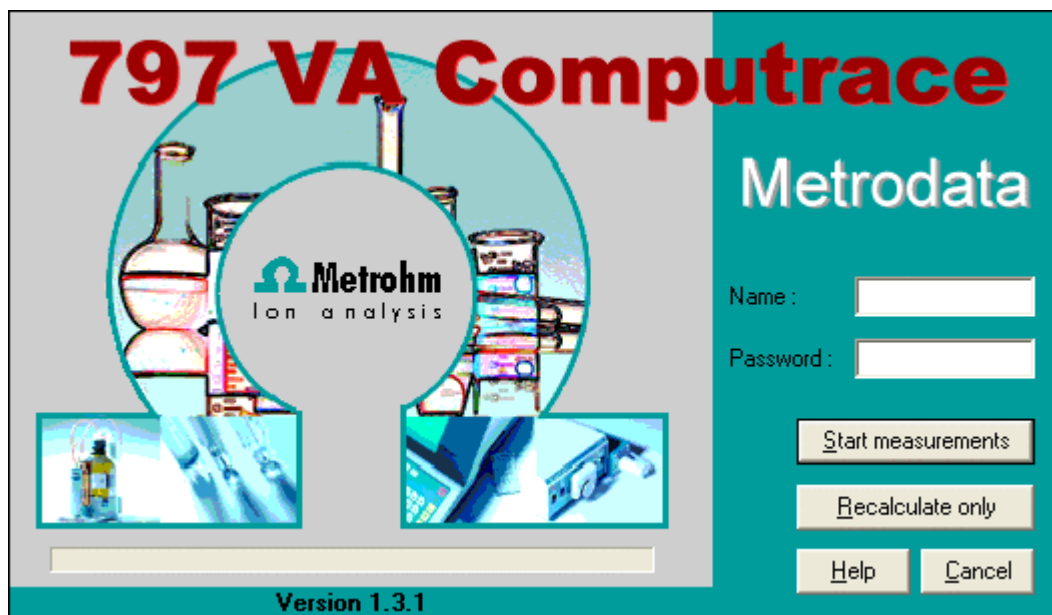
## 2.2 Programm starten und beenden

### Programm VA Computrace starten



#### Programm starten

Ein Doppelklick auf das Symbol **797 VA Computrace** oder die Datei **Ct797.exe** startet das Programm 797 VA Computrace. Es erscheint das Fenster **797 VA COMPUTRACE LOGIN**.



Geben Sie für **Name** den Anwendernamen und für **Password** das Passwort ein und wählen Sie die gewünschte Option **Start measurements** für den Start von Messungen oder **Recalculate only** für Nachberechnungen.

---

**Achtung:** Nach der Softwareinstallation kann das Programm ohne Eingabe in den Feldern **Name** und **Password** gestartet werden. Für die Eingabe von Anwendern, siehe *Kap. 2.6 Zugriffsrechte*.


---

### Programm VA Computrace beenden



#### HAUPTFENSTER / File / Exit

Programm VA Computrace beenden.

Das Programm kann auch durch Klicken auf  in der rechten oberen Ecke des Hauptfensters **797 VA COMPUTRACE** beendet werden.

## 2.3 Menü «File»

### Methodendateien

Methodendateien (\*.mth) enthalten sämtliche Spezifikationen und Parameter für die Durchführung einer Bestimmung. Sie können nur in der Betriebsart «Determination» geladen oder gespeichert werden.



#### HAUPTFENSTER / **File** / **New method (Ctrl+N)**

Laden einer Standardmethode im gewählten Modus für das Erstellen einer neuen Methode.



#### HAUPTFENSTER / **File** / **Load method (Ctrl+O)**

Laden einer bestehenden Methodendatei. Normalerweise sind Methodendateien im Verzeichnis **Method** gespeichert.



#### HAUPTFENSTER / **File** / **Save method (Ctrl+S)**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode. Die alte Datei wird überschrieben.

#### HAUPTFENSTER / **File** / **Save method as ...**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode in einer neuen Datei. Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Methodendatei ein.

#### HAUPTFENSTER / **File** / **Export method ...**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode in einer ASCII-Datei (Erweiterung \*.txt), die alle Methodenparameter enthält.

### Bestimmungsdateien

Bestimmungsdateien (\*.dth) enthalten die Messdaten und die Spezifikationen der für die Aufnahme der Bestimmung verwendeten Methode. Sie können nur in der Betriebsart «Determination» geladen oder gespeichert werden.



#### HAUPTFENSTER / **File** / **Load determination**

Laden einer bestehenden Bestimmungsdatei. Normalerweise werden Bestimmungsdateien im Verzeichnis **Data** gespeichert.



#### HAUPTFENSTER / **File** / **Save determination**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung. Die alte Datei wird überschrieben.

#### HAUPTFENSTER / **File** / **Save determination as ...**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in einer neuen Datei. Geben Sie

Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Bestimmungsdatei ein.

#### **HAUPTFENSTER / File / Export determination points**

Speichern der Messpunkte aller Sweeps der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in eine neue Datei mit der Erweiterung **\*.txt**. Diese Textdatei enthält als erstes den Block mit den verwendeten Methodenparametern. Es folgen die einzelnen Sweepblöcke, die am Anfang die VR-Nummer und die Anzahl Messwerte und anschliessend alle X- und Y-Werte enthalten. Die Datendateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel importiert werden.

#### **HAUPTFENSTER / FILE / EXPORT EXTENDED DETERMINATION POINTS...**

Die beim **erweiterten Export von Bestimmungsmesspunkten** gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die voltammetrischen Parameter, ein Block mit Peakauswertung, ein Block Basislinie, ein Block Lösungen, ein Block Export-Optionen und die Sweepblöcke mit X- und Y-Werten, vor denen jeweils VR-Nummer und Anzahl Messwerte aufgeführt sind.

#### **HAUPTFENSTER / FILE / EXPORT RESULTS / CURRENT DETERMINATION...**

Speichern des Resultatreports der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in eine ASCII-Datei mit einer der folgenden Erweiterungen: **\*.txt, \*.csv, \*.xml**. Diese Textdateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel (\*.txt und \*.csv) oder in ein LIMS (\*.csv und \*.xml) importiert werden.

#### **HAUPTFENSTER / FILE / EXPORT RESULTS / DETERMINATIONS...**

Speichern des Resultatreports einer ausgewählten Bestimmung in eine ASCII-Datei mit einer der folgenden Erweiterungen: **\*.txt, \*.csv, \*.xml**. Diese Textdateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel (\*.txt und \*.csv) oder in ein LIMS (\*.csv und \*.xml) importiert werden.

## **Export/Import von Daten in Autodatabase**

#### **HAUPTFENSTER / File / Export To Database / Current Determination**

Exportieren der Daten der aktuellen Bestimmung in die Datenbank.

Ablauf nach dem Start von **Export To Database / Current Determination**:

Falls **Ask for database file..** als **Manual Transfer**

**Mode** auf dem **Database** Blatt im **GENERAL SETTINGS** Fenster aktiviert ist, öffnet sich das **SELECT DETERMINATION DATABASE FILE** Fenster, und die Datenbank-Datei, in welche die aktuelle Bestimmung gespeichert werden soll, kann ausgewählt werden.

Falls **Use default database file..** aktiviert ist, wird die aktuelle Bestimmung automatisch in das **Default database file** gespeichert.

---

#### **HAUPTFENSTER / File / Export To Database / Determination Files..**

Exportieren der Daten von früher durchgeführten und abgespeicherten Bestimmungen in die Datenbank.

Ablauf nach dem Start von **Export To Database / Determination Files..**:

Das **SELECT DETERMINATION FILES** Fenster öffnet sich, wählen Sie die Bestimmung(en), die Sie exportieren möchten, und klicken Sie <Öffnen>.

Falls **Ask for database file..** als **Manual Transfer Mode** auf dem **Database** Blatt im **GENERAL SETTINGS** Fenster aktiviert ist, öffnet sich das **SELECT DETERMINATION DATABASE FILE** Fenster, und die Datenbank-Datei, in welche die selektierte(n) Bestimmung(en) gespeichert werden soll(en), kann ausgewählt werden.

Falls **Use default database file..** aktiviert ist, wird(werden) die selektierte(n) Bestimmung(en) automatisch in das **Default database file** gespeichert.

---

**Achtung:** Wenn Sie mit der neuen Programm-Version «797 VA Computrace Software 1.3.x» in eine mit einer vorherigen Programm-Version «797 VA Computrace» erstellte Datenbank exportieren, erscheint eine Fehlermeldung (siehe *Fehlermeldung "Please select a new database file"*). Exportieren Sie von der «797 VA Computrace Software 1.3.x» nur in eine mit der «797 VA Computrace Software 1.3.x» erstellte Datenbank.

---

#### **HAUPTFENSTER / File / Import from Database..**

Importieren einer Bestimmung aus der Datenbank.

---

**Achtung:** Vor dem Importieren: Öffnen Sie in Ihrer Autodatabase Software die Datenbank-Datei, von der Sie eine Bestimmung exportieren wollen. Öffnen Sie zudem ein Report Template im Report Fenster der Autodatabase Software. Selektieren Sie nun zuerst die Bestimmung im **EXPLORER** Fenster und klicken Sie dann ins **REPORT** Fenster, um es zu aktivieren (Farbwechsel).

---

## Signaldateien

Signaldateien (\*.sig) enthalten die Messdaten und die Spezifikationen eines in der Betriebsart «Exploratory» aufgenommenen Signals. Sie können nur in dieser Betriebsart geladen oder gespeichert werden.



### HAUPTFENSTER / File / **New parameters**

Standardparameter für ausgewählte Elektrode und Messmodus laden.



### HAUPTFENSTER / File / **Load signal**

Laden einer bestehenden Signaldatei. Normalerweise werden Signaldateien im Verzeichnis **Data** gespeichert.



### HAUPTFENSTER / File / **Save signal as ...**

Speichern des aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Signals in einer neuen Datei. Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Signaldatei ein.

### HAUPTFENSTER / File / **Export signal points ...**

Speichern der Messpunkte des aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Signals in eine neue Datei mit der Erweiterung \*.txt. Diese Textdatei enthält als erstes den Block mit den verwendeten Methodenparametern. Es folgt der Sweepblock, der am Anfang die Anzahl Messwerte und anschliessend alle X- und Y-Werte enthält. Die Datendateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel importiert werden.

## Drucken von Reports und Kurven



### HAUPTFENSTER / File / **Print (Ctrl+P)**

Reports und/oder Kurven drucken. Abhängig von der gewählten Betriebsart erscheint ein Fenster für die Auswahl der zu druckenden Elemente (siehe *Kap. 4.4 Drucken in der Betriebsart «Exploratory»* für Betriebsart «Exploratory», und *Kap. 5.7 Drucken in der Betriebsart «Determination»* für Betriebsart «Determination»).

### HAUPTFENSTER / File / **Printer setup**

Auswahl des Druckers und Definition von Papiergrösse und Format.

### HAUPTFENSTER / File / **Print GLP report**


Einen mit dem GLP Wizard erstellten GLP Report drucken.

## Programm beenden



### HAUPTFENSTER / File / Exit

Programm VA Computrace beenden.

Das Programm kann auch durch Klicken auf  in der rechten oberen Ecke des Hauptfensters **797 VA COMPUTRACE** beendet werden.

## 2.4 Menü «Mode»

### Wahl der Betriebsart «Exploratory»



### HAUPTFENSTER / Mode / Exploratory

Wechsel zur Betriebsart «Exploratory» für die Aufnahme und Anzeige von Signalen (siehe *Kap.4*).

### Wahl der Betriebsart «Determination»



### HAUPTFENSTER / Mode / Determination

Wechsel zur Betriebsart «Determination» für die Aufnahme und Anzeige von Bestimmungen (siehe *Kap.5*).

## 2.5 Menü «Utility»

### Computrace-Steuerung



### HAUPTFENSTER / Utility / Computrace control

Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 797 (Details siehe *Kap. 7.1*).

### Dosiergeräte-Steuerung



### HAUPTFENSTER / Utility / Dosino control

Manuelle Steuerung von Dosiergeräten (Möglichkeiten: Dosino 700/800, Dosimat 685/805), die am 797 VA Computrace Stand oder am 846 Dosing Interface angeschlossen sind (Details siehe *Kap. 7.2*).

### Pumpen-Steuerung



### HAUPTFENSTER / Utility / Pump control

Manuelle Steuerung von mit dem 797 VA Computrace Stand verbundenen Pumpen (Details siehe *Kap. 7.3*).

## Filmbildung

### HAUPTFENSTER / Utility / Film deposition

Bildung eines Quecksilberfilms auf Festkörperelektroden im 797 VA Computrace Stand (Details siehe *Kap. 7.4*).

## Reinigung

### HAUPTFENSTER / Utility / Cleaning procedure

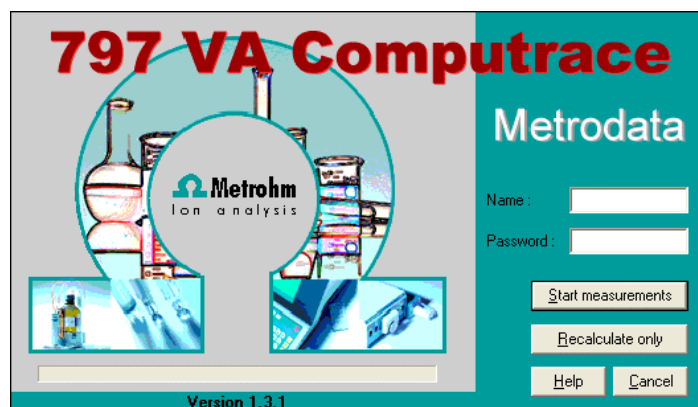
Reinigung für Festkörperelektroden im 797 VA Computrace Stand (Details siehe *Kap. 7.5*).

## 2.6 Menü «User»

### Login

#### HAUPTFENSTER / User / Login

Das Fenster **VA COMPUTRACE LOGIN** erscheint.



Geben Sie den gewünschten Anwendernamen für **Name** und das Passwort für **Password** ein und klicken Sie auf **OK**.

---

**Achtung:** Ist auf Ihrem 797 VA Computrace noch eine Firmware der Version 3.01 oder älter installiert, startet beim Login automatisch der Dialog zum Update der Firmware. Zum Update der Firmware bestätigen Sie die einzelnen Schritte mit **<OK>** bzw. **<Next>**. Die Version der Firmware kann im Fenster Info herausgelesen werden (dieses Fenster kann über **HAUPTFENSTER / Help / About 797 VA Computrace ...** geöffnet werden).

---

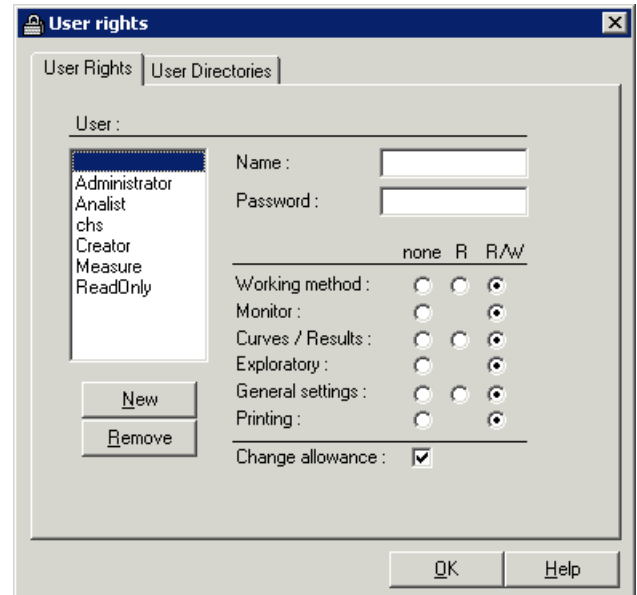
## Zugriffsrechte

Das Programm «VA Computrace» beinhaltet ein Sicherheitssystem, das auf Anwenderlisten basiert. Jedem Anwender oder jeder An-

wenderkategorie können dabei ein Passwort und verschiedene Zugriffsrechte zugeordnet werden. Das Erstellen der Anwenderliste und die Eingabe von Passwörtern geschieht am besten unmittelbar nach dem ersten Programmstart.

**HAUPTFENSTER / User / User rights**

Es erscheint das Fenster **USER RIGHTS**. Es enthält die beiden Registerkarten **User Rights** und **User Directories**.



**User**

Liste aller Anwender. Die Zugriffsrechte werden für den ausgewählten und hervorgehobenen Anwender angezeigt. Als Standardbeispiele sind die folgenden Anwender mit leeren Passwörtern definiert:

**Administrator**

Zugriff auf alle Programmteile und Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für alle Anwender.

**Analist**

Zugriff auf alle Programmteile, aber keine Berechtigung zum Überschreiben von Bestimmungsmethoden, Kurven/Resultate und Allgemeine Einstellungen. Keine Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für Anwender.

**Creator**

Zugriff nur auf Bestimmungsmethoden und den Exploratory Modus. Keine Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für Anwender.

**Measure**

Kein Zugriff auf Allgemeine Einstellungen und Drucken. Keine Berechtigung zum

Überschreiben von Bestimmungsmethoden, Kurven/Resultate. Keine Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für Anwender.

#### **ReadOnly**

Zugriff auf alle Programmteile, aber keine Berechtigung zum Überschreiben von Bestimmungsmethoden, von Kurven/Resultaten und von allgemeinen Einstellungen. Keine Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für Anwender

" " (leer)

Zugriff auf alle Programmteile und Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für alle Anwender.

#### **Name**

Anzeige des Anwendernamens. Um einen neuen Anwendernamen einzugeben, klicken Sie auf **<New>**.

#### **Password [ max. 21 Zeichen ]**

Passwort für Anwender ändern. Für jedes eingegebene Zeichen wird ein " \* " angezeigt.

#### **User rights**

Für den ausgewählten Anwender können die verschiedenen Zugriffsrechte geändert werden:

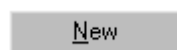
**none** Kein Zugriff auf diesen Programmteil.

**R** Leseberechtigung in diesem Programmteil.

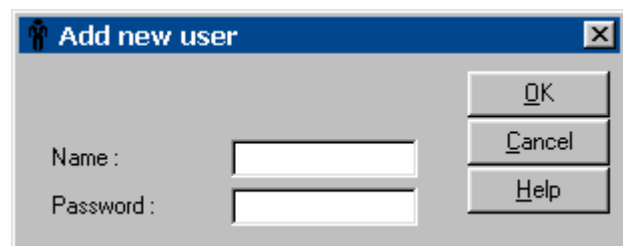
**R/W** Schreib-/Leseberechtigung in diesem Programmteil.

#### **Change allowance**

Berechtigung zum Ändern von Zugriffsrechten.



Neuen Anwender zu Anwenderliste hinzufügen. Es erscheint das Fenster **ADD NEW USER**.

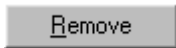


#### **Name [ max. 13 Zeichen; ]**

Anwendername. Dieser Name wird im Feld **User** von Reports und Resultatfenstern angezeigt.

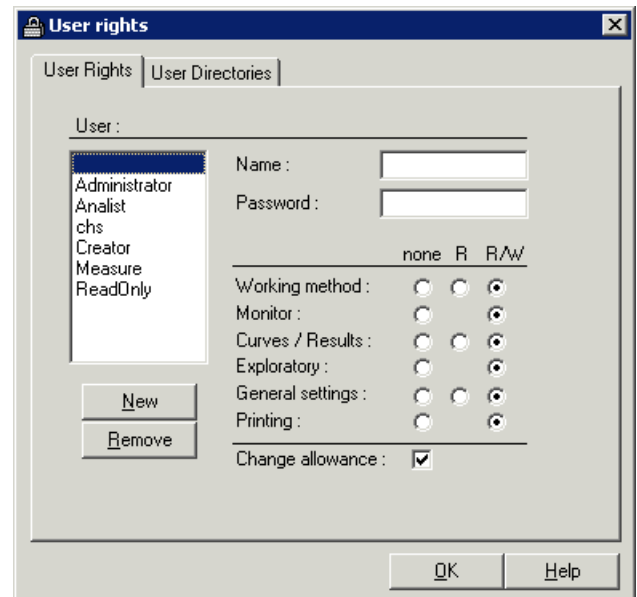
**Password [ max. 21 Zeichen ]**

Passwort für Anwender eingeben. Für jedes eingegebene Zeichen wird ein " \* " angezeigt.



Anwender von der Anwenderliste löschen.

**Achtung:** GLP kann nur gestartet werden, wenn kein "Blank user"(Anwender ohne Anwendername) definiert ist.



**Use default locations**

Standardverzeichnisse für **Data folder** und **Method folder** festlegen.

**Data folder**

Anwenderspezifisches Verzeichnis für Bestimmung- und Signaldateien. Benützen Sie **<Browse>** für die Änderung des Verzeichnisses.

**Method folder**

Anwenderspezifisches Verzeichnis für Methodendateien. Benützen Sie **<Browse>** für die Änderung des Verzeichnisses.

**Übersicht über die Zugriffsrechte**

**HAUPTFENSTER / User / Overview**

Es erscheint das Fenster **OVERVIEW** mit der Übersicht über alle Anwender.

i Overview							
Name	Method	Monitoring	Curves	Exploratory	General preferences	Documentation	Change allowance
Creator	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	No
Analyst	Read	Read/Write	Read	Read/Write	Read	Read/Write	No
Measure	Read	Read/Write	Read	Read/Write	None	None	No
ReadOnly	Read	Read/Write	Read	Read/Write	Read	Read/Write	No
Administrator	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Yes
(Current)	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Read/Write	Yes



Detaillierte Anwenderliste mit alle Zugriffsrechten.



Anwenderliste ohne Zugriffsrechte.



Anwenderliste mit kleinen Symbolen.



Anwenderliste mit grossen Symbolen.



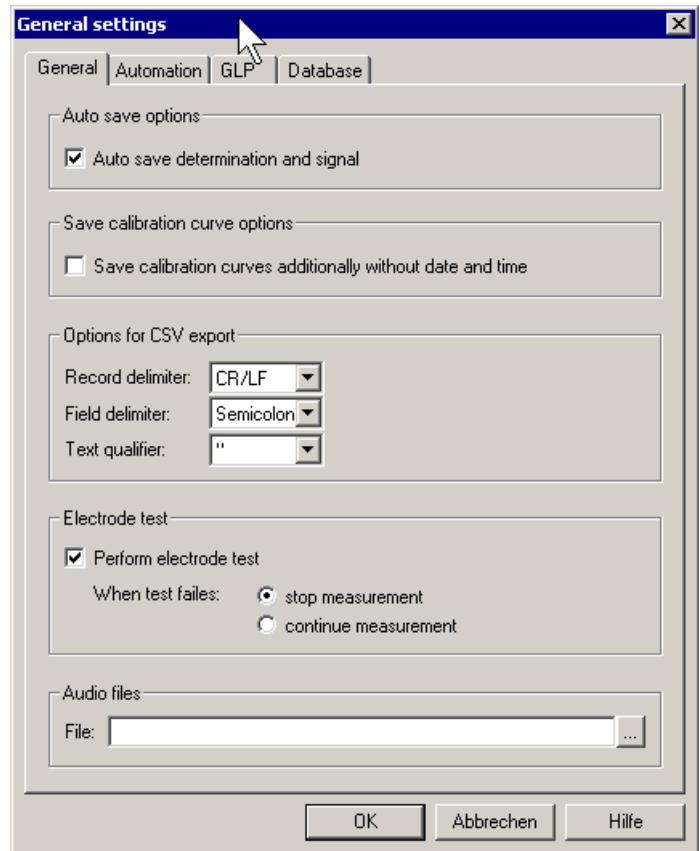
Hilfe.

## 2.7 Menü «Settings»

### Allgemeine Einstellungen

#### HAUPTFENSTER / Settings / General Settings

Auf dem Blatt **General** im Fenster **GENERAL SETTINGS** können allgemeine Einstellungen festgelegt werden, z. B. zur automatischen Speicherung und zur Durchführung von Elektroden tests.



### Auto save options

#### Auto save determination und signal

Falls diese Option aktiviert ist, wird jede Signal- oder Bestimmungsdatei am Ende einer Messung automatisch im angegebenen Datenverzeichnis (definiert auf dem **User Directories** Blatt des **USER RIGHTS** Fensters).

#### Save calibration curves additionally without date and time

Aktivieren dieser Option bewirkt, dass die Bestimmung zweimal abgespeichert wird, einmal mit Datum/Zeit und der angegebenen Sample ID (z.B. "0707181430\_CalibrationLead.dth") einmal nur mit der Sample ID (z.B. "CalibrationLead.dth"). Dies ermöglicht ein automatisches Überschreiben der Dateien.

Die Aktivierung dieser Option ermöglicht damit die automatische (Re-)Kalibrierung von Methoden während eines automatischen Probenlaufs am Probenwechsler. Ebenfalls möglich wird die automatische Neuaufnahme des "Intercept-Wertes" in der **LAT**-Technik bei der Galvanikbadanalytik. Diese Möglichkeiten betreffen die **VA-Calibration**-Technik "Record calibration curve", sowie die Galvanikbad-**Calibration**-Techniken "DT Record calibration curve", "LAT Record intercept value" und "RC Record response curve".

#### Options for CSV export

Wahl der Grundeinstellungen für den CSV-Export

**Record delimiter**

Wahl der Zeichenfolge, mit welcher die einzelnen Bestimmungen bzw. Resultate voneinander getrennt werden:

**CR/LF**

Carriage Return und Line Feed (Standard)

**CR**

Nur Carriage Return

**LF**

Nur Line Feed

**Field delimiter**

Wahl des Zeichens, mit welchem die einzelnen Datenfelder voneinander getrennt werden:

**Semicolon**

Strichpunkt (Standard)

**Comma**

Komma

**Tab**

Tabulator

**Text qualifier**

Wahl des Zeichens, mit welchem eine Zeichenfolge als Text definiert wird:

“

doppeltes Anführungszeichen (Standard)

,

einfaches Anführungszeichen

**none**

kein Zeichen

**Electrode test**

Wahl der Einstellungen zum Elektronentest

**Perform electrode test**

Wenn diese Option aktiviert ist, wird vor jeder Bestimmung automatisch ein Elektrodentest durchgeführt:

**When test fails**

Wahl was bei missglücktem Test geschehen soll:

**stop measurement**

Bestimmung anhalten

**continue measurement**

Bestimmung fortsetzen

**Audio files**

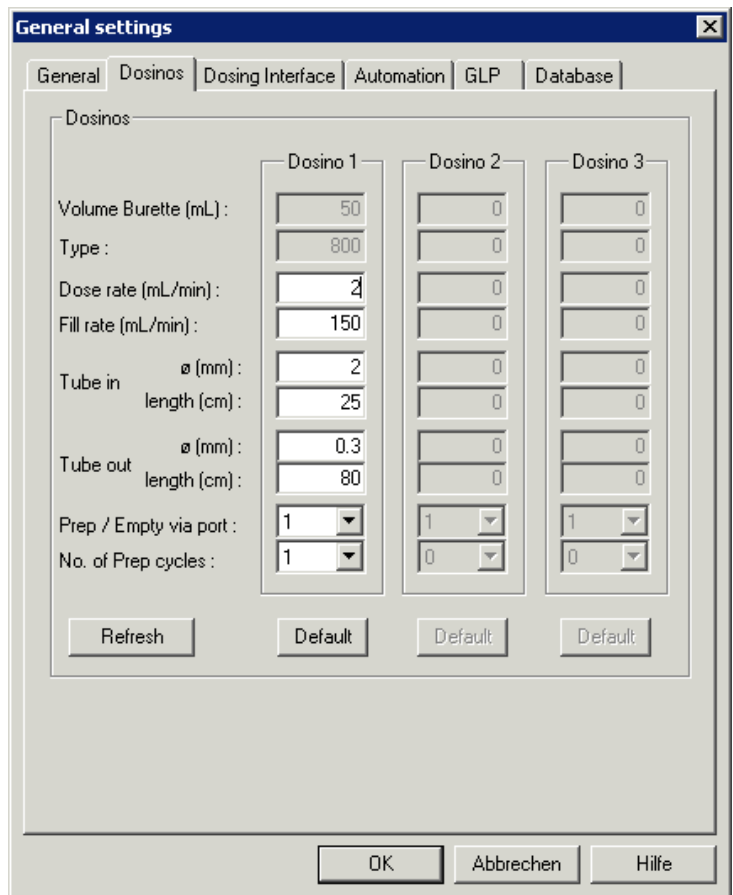
Wahl einer Audiodatei, die erklingen soll, wenn eine Aktion des Benutzers erforderlich wird.

**Dosier-Einstellungen**

**HAUPTFENSTER / Settings / General Settings**

Auf dem Blatt **Dosinos** im Fenster **GENERAL SETTINGS** können Standardeinstellungen für die am 797 angeschlossenen Dosiergeräte definiert werden.

Auf dem Blatt **Dosing Interface** im Fenster **GENERAL SETTINGS** können Standardeinstellungen für die an einem 846 Dosing Interface angeschlossenen Dosiergeräte definiert werden. Dieses Blatt wird nur angezeigt, wenn ein 846 Dosing Interface angeschlossen ist.



**Dosinos**

Einstellungen für die Dosiergeräte (Möglichkeiten: Dosino 700/800, Dosimat 685/805), die am 797 VA Computrace Stand bzw. am 846 Dosing Interface angeschlossen sind (Details siehe *Kap. 1.3 Installation von Dosiergeräten*).

**Dosino no.**

Definiert durch die Nummer des MSB-ports.

Dosino	Gerät	MSB
1	797 VA Computrace	MSB1
2	797 VA Computrace	MSB2

<b>Dosino</b>	<b>Gerät</b>	<b>MSB</b>
3	797 VA Computrace	MSB3
4	846 Dosing Interface	MSB1
5	846 Dosing Interface	MSB2
6	846 Dosing Interface	MSB3
7	846 Dosing Interface	MSB4

**Volume Burette (mL) [ nur Anzeige ]**

Buretten-Volumen der Wechseleinheit des Dosiergerätes.

**Type [nur Anzeige]**

Zeigt an, welches Dosiergerät angeschlossen ist (Möglichkeiten: 700/800 Dosino, 685/805 Dosimat).

**Dose rate (mL/min) [ 0.01 ... 166 mL/min (abhängig von Dosier-/Wechseleinheit); 2 mL/min ]**

Dosiergeschwindigkeit des Dosiergerätes. Die Dosiergeschwindigkeit ist auf das 3.333-fache Buretten-Volumen pro Minute limitiert.

---

**Achtung:** Falls der Durchmesser von **Tube out** kleiner als 1 mm ist, ist die maximale **Dose rate** generell auf 4 mL/min limitiert.

---

**Fill rate (mL/min) [ 0.01 ... 166 mL/min (abhängig von Dosier-/Wechseleinheit); 3 \* Volume Burette / min ]**  
 Füllgeschwindigkeit des Dosiergerätes.

**Tube in**

**$\phi$  (mm)**

Durchmesser des Schlauches zum Dosiergerät (Dosino: Port 2).

**length (cm)**

Länge des Schlauches zum Dosiergerät (Dosino: Port 2).

**Tube out**

**$\phi$  (mm)**

Durchmesser des Schlauches vom Dosiergerät weg (Dosino: Port 1).

**length (cm)**

Länge des Schlauches vom Dosiergerät weg (Dosino: Port 1).

---

**Achtung:** Falls ein Schlauch entfernt und durch einen Schlauch mit anderem Durchmesser ersetzt wird, muss zuerst der Parameter **Tube (in/out)  $\phi$  (mm)** angepasst werden, und erst dann der Parameter **Dose rate (mL/min)**.

---

**Prep / Empty via port [ 1, 3 ; 1 ]**

Definiert den Port der für die Funktionen "Prep" und "Empty" verwendet wird. Metrohm empfiehlt die Verwendung des **Port 3** mit direktem Abfluss in einen Abfallbehälter. So werden Messgefäß / Elektrode weniger kontaminiert und zudem kann schneller entleert werden.

---

**Achtung:** Bei Wahl des **Ports 3** für die Funktion "Prep" muss unbedingt die **FEP-Schlauchverbindung 6.1805.530** an Port 3 angeschlossen und in einen Abfallbehälter geführt werden.

---

**No. of Prep cycles [ 0, 1, ... ,5 ; 0 ]**

Definiert die Anzahl "Prep-Zyklen" für den jeweiligen Dosino.

Bei Arbeit **mit einer Probentabelle** wird die angegebene Anzahl "Prep-Zyklen" zu Beginn der Probentabelle durchgeführt. **Ausnahme:** Mit den beiden **DT Calibration**-Techniken "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve" wird **Dosino 3** (auch bei Verwendung einer Probentabelle) vor jeder Bestimmung "geprept".

Bei Arbeit **ohne Probentabelle** wird die angegebene Anzahl "Prep-Zyklen" zu Beginn jeder Bestimmung durchgeführt. Beim Arbeiten ohne Probenwechsler wird empfohlen, diesen Parameter auf 0 zu setzen, und "Preps" manuell durchzuführen.


**Refresh**

Aktualisieren der Dosiergeräte-Verbindungen.


**Default**

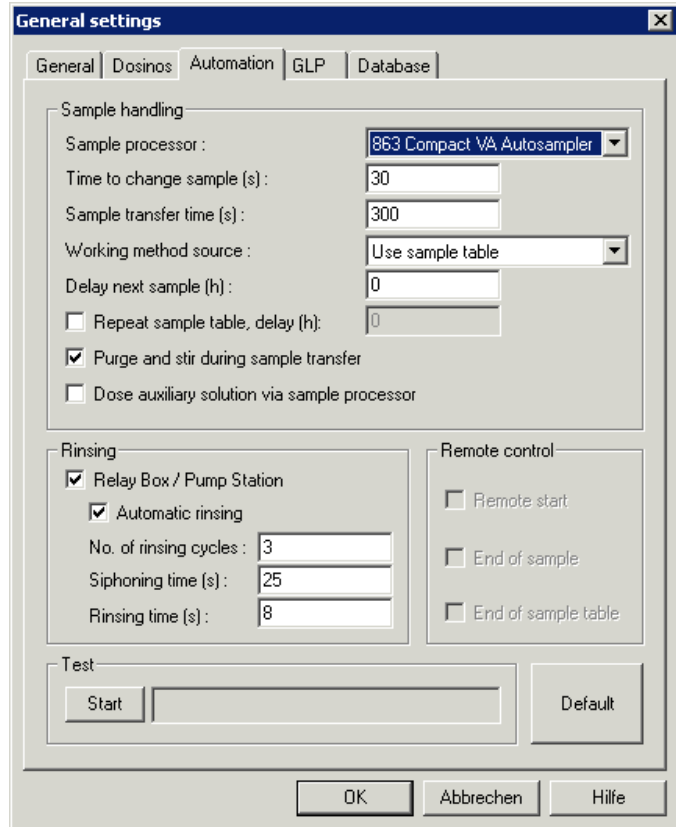
Dosiergeräte-Einstellungen auf Standard-Einstellungen zurücksetzen.

## Automation-Einstellungen

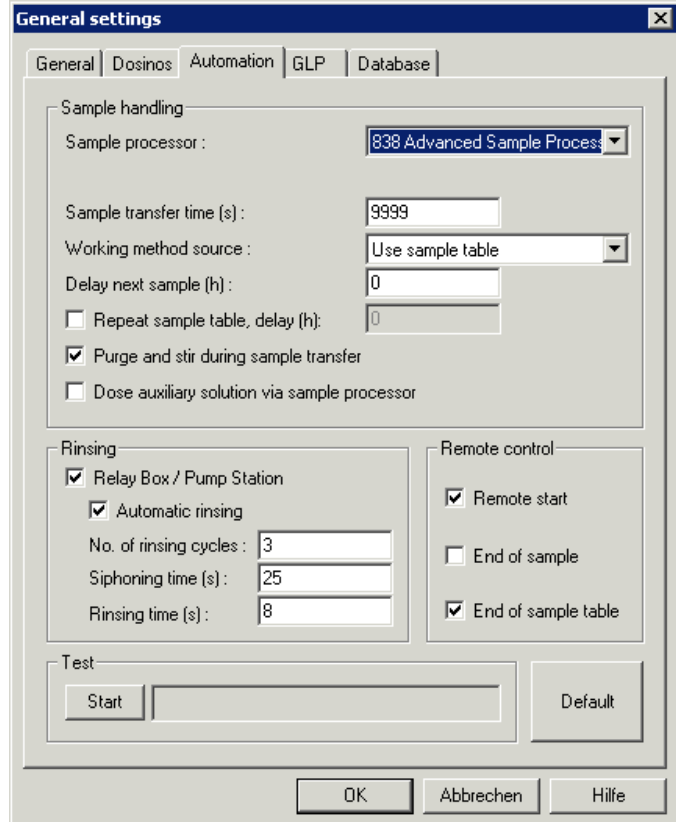
**HAUPTFENSTER / Settings / General Settings**

Auf dem Blatt **Automation** im Fenster **GENERAL SETTINGS** können Standardeinstellungen für den Betrieb von einem **863 Compact VA Auto-sampler / 838 Advanced Sample Processor** und der **731 Relay Box** zur Steuerung zweier **772 Pump Units / 823 Membrane Pump Units** oder **843 Pump Station** definiert werden.

Mit 843:



Mit 838:



### Sample handling

Definieren der Standard-Einstellungen eines angeschlossenen Automationsgerätes.

#### Sample processor [ nur Anzeige ]

Geben Sie den angeschlossenen Probenwechsler an.

#### Time to change sample [ > 25 s ; 30 s ] (nur mit dem 863 Compact VA Autosampler)

Während dieser Zeit wird das Probenrack zur nächsten Position gedreht und die Nadel in die Probelösung eingetaucht. Es ist die Zeitspanne zwischen erstem und zweitem Remote Signal, welche vom 797 Computrace zum 863 Compact VA Autosampler gesendet werden (siehe 863 Gebrauchsanleitung).

#### Sample transfer time (s) [ > 20 s ; 300 s (mit 863) / 9999 s (mit 838) ]

Mit **863**: Zeit für den Transfer der Probenlösung vom Probengefäß zum Messgefäß mit Hilfe der Schlauchpumpe am 863 Compact VA Autosampler.

Mit **838**: Während dieser Zeit wartet der 797 Computrace auf ein eintreffendes Signal (Handshake) vom 838 Advanced Sample Processor. Dieses Signal zeigt an, dass die Probe gewechselt **und** zum Messgefäß transferiert wurde.

#### Working method source [ use sample table, repeat current method ]

Definieren der Probenabfolge. Mit **use sample table** kann die Bestimmungsmethode für jede Probe individuell definiert werden. Mit **repeat current method** wird die aktuelle Bestimmungsmethode für alle Proben angewendet.

#### Delay next sample

Definieren der Wartezeit zwischen dem Messen zweier Proben.

#### Repeat sample table, delay (h) (nur mit **use sample table** definierbar)

Machen Sie ein Häkchen, falls Sie die Probenabfolge wiederholen wollen und definieren Sie die Wartezeit dazwischen.

#### Number of samples (-1 for infinity) (nur mit **repeat current method** definierbar)

Definieren der Anzahl zu messenden Proben.

#### Purge and stir during sample transfer

Machen Sie ein Häkchen, falls Sie die Probe während dem Transfer zum Messgefäß entlüften wollen.

**Dose auxiliary solution via sample processor**

Falls Lösungen via am 838 Advanced Sample Processor angeschlossene Dosinos zudosiert werden sollen, **muss** diese Box angekreuzt sein, um den Ablauf des Programms am 838 Advanced Sample Processor zu gewährleisten.

**Rinsing**

Definieren der Einstellungen einer angeschlossenen Pumpeinheit.

**Relay box / Pump Station**

Machen Sie ein Häkchen in dieses Feld wenn Sie eine 843 Pump Station oder eine 731 Relay Box mit 772 Pump Units oder 823 Membrane Pump Units angeschlossen haben.

**Automatic rinsing**

Machen Sie ein Häkchen um automatisch zu spülen.

---

**Achtung:** Wenn **Automatic rinsing** aktiviert ist wird die Messzelle vor jeder Bestimmung abgesaugt. Bei manueller Probenzugabe darf die Probe also erst nach dem Spülen und dem Erscheinen des Meldungsfensters **PLACE SAMPLE** zugegeben werden.

---

**No. of rinsing cycles**

Anzahl Spülzyklen.  
Standardeinstellung: 3

**Siphoning time (s)**

Das Messgefäß wird bei jedem Spülzyklus für diese Zeitspanne mit einer 843 Pump Station (oder 823 Membrane Pump Unit) abgesaugt.  
Standardeinstellung: 25 s

**Rinsing time (s)**

Das Messgefäß wird bei jedem Spülzyklus für diese Zeitspanne mit einer 843 Pump Station (oder 823 Membrane Pump Unit) gespült.  
Standardeinstellung: 8 s

**Remote control** (nicht zugänglich mit 863 Compact VA Autosampler)

Definieren der Kommunikation mit angehängten Geräten.

**Remote start**

VA Computrace 797 wartet auf ein einkommendes Signal um die Messung zu starten.

**End of sample**

Sendet ein Signal am Ende der Messung.

**End of sample table**

Sendet ein Signal am Ende der Probentabelle (nur definierbar, falls **use sample table** für **Working method source** aktiviert ist) (Das Signal stoppt den 838 Advanced Sample Processor).



863 Compact VA Autosampler oder 838 Advanced Sample Processor mit den gesetzten Einstellungen testen.

---

**Achtung:** Vor den Start des Tests müssen der 863 Compact VA Autosampler (Methode aus Anleitung) bzw. der 838 Advanced Sample Processor (Methode **VA** einstellen, und für den Parameter "**SAMPLE**" via 838-Tastatur die Position der ersten Probe angeben) eingeschaltet und zwei mit Wasser gefüllte Probengefäße auf das Probenrack gestellt werden.

---

Für Details zum **863 Compact VA Autosampler** bzw. **838 Advanced Sample Processor**, siehe *Gebrauchsanweisung 863* bzw. *Gebrauchsanweisung 838*.

## GLP

### GLP Einstellungen

#### HAUPTFENSTER / Settings / General Settings

Auf dem **GLP** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster können die GLP Einstellungen für Computrace und Dosiergeräte definiert werden.

#### Computrace

##### GLP Control

Machen Sie ein Häkchen, um beim Computrace GLP Kontrolle anzuwenden.

##### Validation interval (days)

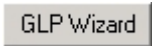
Definieren der Zeitspanne zwischen den Validierungen.

##### Display a message [ .. ] days before the validation expires.

Legen Sie fest, wie lange vor dem Ablauf der Zertifizierung eine Warnung angezeigt wird.

##### Action, if validation expires

Auswählen der Aktion beim Ablauf der Validierung. Sie können wählen zwischen einer Warnung anzeigen **Show warning only**, oder dem Unterbinden jeglicher Messungen **Stop measurements**.



Startet den GLP Wizard.

---

**Achtung:** Klicken des Knopfes  setzt das **Validation interval** zurück.

---

### Dosinos

#### GLP Control

Machen Sie ein Häkchen um bei den Dosiergeräten GLP-Kontrolle anzuwenden. (Testen der Dosiergeräte kann nur von Ihrer Metrohm-Agentur durchgeführt werden).

#### Next certification of Dosino no. 1..7 (days)

Zeigt an, wie viele Tage bis zur nächsten Zertifizierung bleiben.

#### Display a message [ .. ] days before the certification expires.

Legen Sie fest wie lange vor dem Ablauf der Zertifizierung eine Warnung angezeigt wird.

#### Action, if validation expires


Auswählen der Aktion beim Ablauf der Validierung. Sie können wählen zwischen einer Warnung anzeigen **Show warning only**, oder dem Unterbinden jeglicher Messungen **Stop measurements**.

---

**Achtung:** GLP kann nur gestartet werden, wenn kein "blank user" definiert ist. Der "blank user" muss für die Anwendung von GLP entfernt werden.

---

### GLP Wizard

Klicken des  Knopfes auf dem **GLP** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters startet den GLP Wizard. Das GLP Wizard Fenster öffnet sich, und Sie können ankreuzen, welche Teile Sie durchführen wollen.

### Diagnostics

Führt mehrere Tests der Hardware Ihres Instruments durch. Sie können im **DIAGNOSTICS** Fenster auswählen, welche Tests durchgeführt werden sollen.

---

**Achtung:** Gelegentliche Entlüftungs- und Rührertests sollten als "**Entlüften testen**" (siehe *Kap. 8.10 Entlüften testen*) bzw. "**Rühren testen**" (siehe *Kap. 8.10 Rühren testen*), und nicht über den GLP Wizard durchgeführt werden (um die GLP Daten nicht zu überschreiben). Es ist auch möglich, die ganze Diagnostics-Prozedur ausserhalb des

GLP Wizard durchzuführen: Klicken Sie **Diagnostics** im Menü **HAUPTFENSTER / HELP** um das Fenster **Diagnostics** zu öffnen.

---

#### Dummy cell tests


Führt eine elektronische Validierung des VA Computrace 797 durch.

**Achtung:** Gelegentliche Linearitäts- und Peaktests sollten als "**Linearitätstest**" (siehe Kap. 8.10 *Linearitätstest*) bzw. "**Peaktest**" (siehe Kap. 8.10 *Peaktest*), und nicht über den GLP Wizard durchgeführt werden (um die GLP Daten nicht zu überschreiben).

---

#### Electrode test

Führt eine Validierung aller drei Elektroden des VA Computrace 797 durch.

**Achtung:** Gelegentliche Elektrodentests sollten mit  im **COMPUTRACE CONTROL** Fenster und nicht über den GLP Wizard durchgeführt werden (um die GLP Daten nicht zu überschreiben).

---

#### Validation of a chosen method

Führt mittels Standard Operating Procedures (SOP) eine Validierung der Genauigkeit und Präzision durch.

**Achtung:** Beim Ausführen des GLP Wizard werden die im Programm gespeicherten GLP Daten überschrieben.

---

### GLP Diagnostics

1. Falls Sie auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters (nur) das **Diagnostics**-Feld ankreuzen und **<Weiter>** klicken, gelangen Sie zur **Diagnostics** Seite des **GLP WIZARD** Fensters.
2. Klicken Sie nochmals **<Weiter>**, das **DIAGNOSTICS** Fenster öffnet sich.
3. Sie können im **DIAGNOSTICS** Fenster manuell oder über das **select** Menü auswählen welche Tests durchgeführt werden. Klicken Sie **<Start>** um die Tests zu starten.

4. Nach Beendigung können Sie die Daten via **Save Report as** im **File** Menü abspeichern. Mit **Print Report** im **File** Menü können Sie ausdrucken.
5. Verlassen Sie das **DIAGNOSTICS** Fenster mit **Exit** im **File** Menü.
6. Die **Summary of GLP validation** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
7. Klicken Sie **<Fertig stellen>**.

---

**Achtung:** Metrohm empfiehlt alle 4 Prozeduren auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters anzukreuzen. Die Tests werden in der Reihenfolge durchgeführt in der sie aufgelistet sind. Es ist auch möglich die ganze Diagnostics-Prozedur ausserhalb des "GLP Wizard" durchzuführen: Klicken Sie **Diagnostics** im Menü **HAUPTFENSTER / HELP** um das Fenster Diagnostics zu öffnen.

---

### GLP Dummy Cell Tests

1. Falls Sie auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters (nur) das **Dummy cell tests**-Feld ankreuzen und **<Weiter>** klicken, gelangen Sie zur **Dummy Cell Test\_L** Seite des **GLP WIZARD** Fensters.
2. Fahren Sie fort wie beschrieben und klicken Sie nochmals **<Weiter>**; das **MONITOR** Fenster öffnet sich.
3. Nach dem Testen werden die Resultate auf der **Dummy Cell Test\_L** Seite des **GLP WIZARD** Fensters angezeigt.
4. Klicken Sie nochmals **<Weiter>**; die **Dummy Cell Test\_D** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
5. Fahren Sie fort wie beschrieben und klicken Sie nochmals **<Weiter>**; das **MONITOR** Fenster öffnet sich.
6. Nach dem Testen werden die Resultate auf der **Dummy Cell Test\_D** Seite des **GLP WIZARD** Fensters angezeigt.
7. Klicken Sie nochmals **<Weiter>**; die **Summary of GLP validation** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
8. Klicken Sie **<Fertig stellen>**.

---

**Achtung:** Metrohm empfiehlt alle 4 Prozeduren auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters anzukreuzen. Die Tests werden in der Reihenfolge durchgeführt in der sie aufgelistet sind.

---

### GLP Electrode tests

1. Falls Sie auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters (nur) das **Electrode test** Feld ankreuzen und **<Weiter>** klicken, gelangen Sie zur **Electrode Test** Seite des **GLP WIZARD** Fensters.

2. Fahren Sie fort wie beschrieben und klicken Sie nochmals **<Weiter>**; der **Result** Teil der **Electrode Test** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
3. Klicken Sie nochmals **<Weiter>**; die **Summary of GLP validation** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
4. Klicken Sie **<Fertig stellen>**.

---

**Achtung:** Metrohm empfiehlt alle 4 Prozeduren auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters anzukreuzen. Die Tests werden in der Reihenfolge durchgeführt in der sie aufgelistet sind.

---

### GLP Validation of a chosen method

1. Falls Sie auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters (nur) das **Validation of a chosen method**-Feld ankreuzen und **<Weiter>** klicken, gelangen Sie zur **Validation of Standard Method** Seite des **GLP WIZARD** Fensters.
2. Wählen Sie die Methode **Test Pb in standard solution.mth** (oder eine andere vordefinierte Methode aus dem Methoden-Ordner) und klicken Sie **<Weiter>**.
3. Definieren Sie **Number of measurements**. Der Analyt-Gehalt **Analyte content** wird automatisch aus der Methode herausgelesen.

---

**Achtung:** Die "Working method" Parameter können während der GLP Validierung nicht abgeändert werden. Optimierung der Methode sollte vor der GLP Validierung gemacht werden.

---

4. Klicken Sie nochmals **<Weiter>**, das **PLACE SAMPLE** Fenster öffnet sich. Füllen Sie das Messgefäß mit den definierten Lösungen und klicken Sie **<Ok>**, das **MONITOR** Fenster öffnet sich und die Messung startet.
5. Der **Result** -Teil der **Validation of Standard Method** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
6. Klicken Sie nochmals **<Weiter>**; die **Summary of GLP validation** Seite des **GLP WIZARD** Fensters öffnet sich.
7. Klicken Sie **<Fertig stellen>**.

---

**Achtung:** Metrohm empfiehlt alle 4 Prozeduren auf der **GLP Wizard** Seite des **GLP WIZARD** Fensters anzukreuzen. Die Tests werden in der Reihenfolge durchgeführt in der sie aufgelistet sind.

---

## Datenbank-Einstellungen

### HAUPTFENSTER / Settings / General Settings

Die Datenbank-Einstellungen können auf dem **Da-**

**tabase** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters definiert werden.

---

**Achtung:** Wenn Sie mit der neuen Programm-Version «797 VA Computrace Software 1.3.x» in eine mit einer vorherigen Programm-Version «797 VA Computrace» erstellte Datenbank exportieren, erscheint eine Fehlermeldung (siehe *Fehlermeldung "Please select a new database file"*). Exportieren Sie von der «797 VA Computrace Software 1.3.x» nur in eine mit der «797 VA Computrace Software 1.3.x» erstellte Datenbank.

---

### Manual Transfer Mode

#### Use default database file when exporting determinations

Via **HAUPTFENSTER / File / Export To Database** exportierte Bestimmungen werden direkt in der definierten Standard Datenbank-Datei gespeichert.

#### Ask for database file when exporting determinations

Wenn Sie eine Bestimmung via **HAUPTFENSTER / File / Export To Database** exportieren, öffnet sich das **SELECT DETERMINATION DATABASE FILE** Fenster, und Sie können die Datenbank-Datei, in die die Bestimmung gespeichert werden soll, auswählen.

---

**Achtung:** Der automatische Datenbank-Export direkt nach Bestimmungen wird in der Arbeitsmethode im Blatt Export definiert.

---

## Save settings

### HAUPTFENSTER / Settings / Save now

Mit dieser Funktion werden die aktuellen Software-Einstellungen (geöffnete Fenster, Fensterpositionen und -größen, allgemeine Einstellungen) gespeichert.

### HAUPTFENSTER / Settings / Save on exit

Ist diese Funktion aktiviert, werden die Software-Einstellungen jedes Mal bei Beendigung des Programms gespeichert.

## 2.8 Menü «Window»

### Anordnung von Fenstern

#### HAUPTFENSTER / Window / Tile

Alle geöffneten Fenster werden nebeneinander angeordnet.

## Öffnen und Schliessen von Programmfenstern



### HAUPTFENSTER / Window / Working method specification (F6)

Das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F6 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist)(siehe *Kap. 5.2*).



### HAUPTFENSTER / Window / Monitor (F7)

Das Fenster **MONITOR** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F7 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist) (siehe *Kap. 5.3*).



### HAUPTFENSTER / Window / Determination curves (F8)

Das Fenster **DETERMINATION CURVES** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F8 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist) (siehe *Kap. 5.4*).



### HAUPTFENSTER / Window / Results (F9)

Das Fenster **RESULTS** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F9 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist) (siehe *Kap. 5.5*).



### HAUPTFENSTER / Window / Sample table (F10)

Das Fenster **SAMPLE TABLE** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F10 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist) (siehe *Kap. 5.6*).



### HAUPTFENSTER / Window / Exploratory specification (F11)

Das Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F11 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist) (siehe *Kap. 4.2*).



### HAUPTFENSTER / Window / Exploratory curves (F12)

Das Fenster **EXPLORATORY CURVES** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (F12 funktioniert nur, wenn das Hauptfenster aktiviert ist)(siehe *Kap. 4.3*).

Die geöffneten Fenster sind mit einem Häkchen markiert.

## Anzeigeeinstellungen für das Hauptfenster

### HAUPTFENSTER / Window / Status bar

Statusleiste im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** ein-/ausschalten.

**HAUPTFENSTER / WINDOW / TOOLBAR**

Symbolleiste im Hauptfenster

**797 VA COMPUTRACE** ein-/ausschalten.

# 3 Allgemeine Einstellungen für «Exploratory» und «Determination»

## 3.1 Elektroden

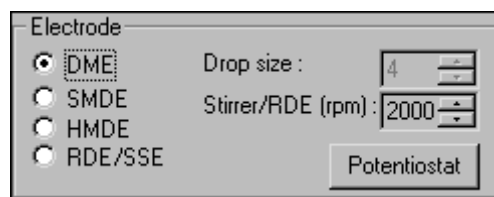
### MME

**MME** steht für **Multi-Mode-Elektrode** und ist die normalerweise im 797 VA Computrace Stand eingesetzte Arbeitselektrode. Sie vereint die wichtigsten polarographischen und voltammetrischen Quecksilberelektroden in einer einzigen Konstruktion:

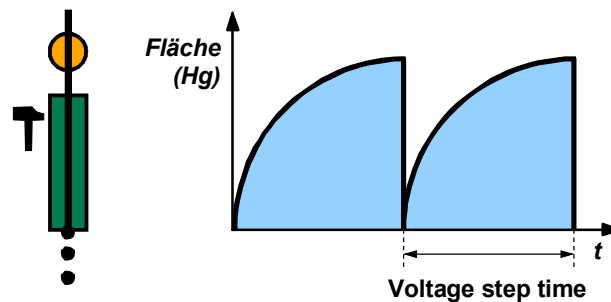
- DME**                      Tropfende Quecksilberelektrode
- SMDE**                    Statische Quecksilbertropfenelektrode
- HMDE**                    Hängende Quecksilbertropfenelektrode

Zu Installation und Unterhalt der Multi-Mode-Elektrode siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*.

### DME



**DME** ist eine Betriebsart der Multi-Mode-Elektrode und steht für **Dropping Mercury Electrode** (Tropfende Quecksilberelektrode). Die DME ist die klassische Quecksilberelektrode, bei der das Quecksilber frei aus der Glaskapillare ausfließt, bis der Hg-Tropfen nach der im Messmodus einstellbaren Zeit **Voltage step time** durch den Klopfmechanismus abgeschlagen wird.



## Hinweise:

- Die DME kann im Modus «Exploratory» für die Messmodi DC, NP, DP und AC benutzt werden. Im Modus «Determination» kann die DME für die Messmodi DP und AC benutzt werden.
- Ein Vorteil der DME gegenüber der SMDE liegt darin, dass die MME-Kapillare mechanisch weniger stark beansprucht wird.
- Ein Nachteil der DME gegenüber SMDE und HMDE ist der höhere Quecksilberverbrauch und die geringere Empfindlichkeit, da sich die Elektrodenoberfläche auch während der Messphase stetig verändert.

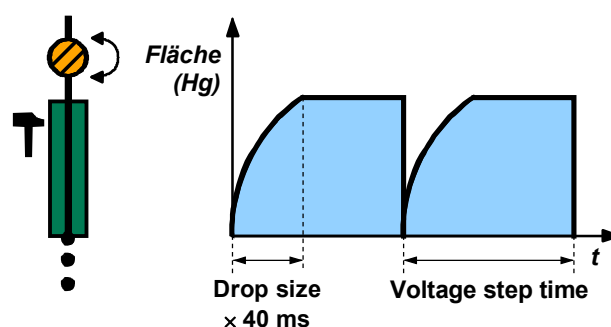
## SMDE

Elektrode	
<input type="radio"/> DME	Drop size : <input type="text" value="4"/>
<input checked="" type="radio"/> SMDE	Stirrer/RDE (rpm) : <input type="text" value="2000"/>
<input type="radio"/> HMDE	
<input type="radio"/> RDE/SSE	
<input type="button" value="Potentiostat"/>	

**SMDE** ist eine Betriebsart der Multi-Mode-Elektrode und steht für **Static Mercury Drop Electrode** (Statische Quecksilbertropfenelektrode). Die SMDE vereint die Eigenschaften der DME und HMDE: wie bei der DME wird der Tropfen ständig erneuert, während der Messung ist die Tropfenoberfläche aber konstant wie bei der HMDE. Jeder Quecksilbertropfen wird nach der im Messmodus eingestellten Zeit **Voltage step time** durch den Abschlagmechanismus abgeschlagen.

**Drop size [ 1...9 ; 4 ]**

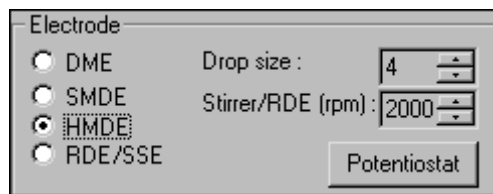
Grösse des Quecksilbertropfens (Oberfläche  $0.15 \text{ mm}^2 \dots 0.60 \text{ mm}^2$ ).



## Hinweise:

- Die SMDE kann im Modus «Exploratory» für die Messmodi DC, NP, DP und AC benutzt werden. Im Modus «Determination» kann die DME für die Messmodi DP und AC benutzt werden
- Gegenüber der DME besitzt die SMDE den Vorteil der grösseren Empfindlichkeit, da die Elektrodenoberfläche und damit die Grundlinie auch während der Messphase konstant bleibt, zudem wird weniger Quecksilber verbraucht. Dagegen ist die MME-Kapillare einer grösseren mechanischen Beanspruchung ausgesetzt als bei der DME.
- Gegenüber der HMDE besitzt die SMDE den Nachteil des grösseren Quecksilberverbrauchs, zudem wird die MME mechanisch stärker beansprucht.

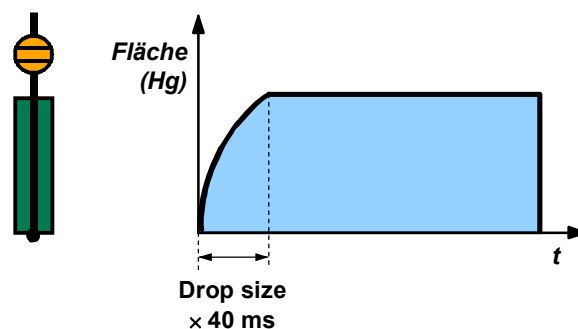
## HMDE



**HMDE** ist eine Betriebsart der Multi-Mode-Elektrode und steht für **Hanging Mercury Drop Electrode** (Hängende Quecksilbertropfenelektrode). Vier Quecksilbertropfen von definierter Grösse werden nacheinander an der MME gebildet. Der letzte Tropfen bleibt hängen und bildet so die hängende Quecksilbertropfenelektrode, an der ein Sweep durchgeführt wird, im allgemeinen nach vorangehender Anreicherung (Stripping-Technik).

### Drop size [ 1...9 ; 4 ]

Grösse des Quecksilbertropfens (Oberfläche 0.15 mm<sup>2</sup>... 0.60 mm<sup>2</sup>).



### Hinweise:

- Die HMDE kann für alle Messmodi ausser CPVS benutzt werden.
- Die HMDE wird vor allem für die sehr empfindliche Inverse Voltammetrie (Stripping Voltammetry) eingesetzt, bei der die zu bestimmenden Spezies zuerst elektrochemisch angereichert und erst anschliessend gemessen werden.

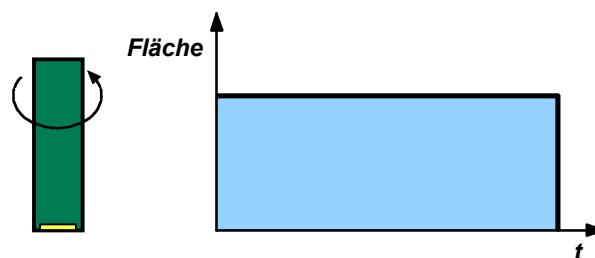
## RDE/SSE



**RDE** steht für **Rotating Disk Electrode** (Rotierende Scheibenelektrode) und wird für Direkt- und Inversbestimmungen mit Festkörperelektroden (**Solid State Electrodes SSE**) verwendet.

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

Umdrehungen der RDE pro Minute. Die eingestellte Umdrehungsgeschwindigkeit bleibt aktiv während allen Vorbereitungsschritten bis zum Start des Sweeps.



### Hinweise:

- Die RDE kann für alle Messmodi benutzt werden.
- Für den 797 VA Computrace Stand ist als Option eine Antriebsachse mit verschiedenen Elektrodentyps erhältlich (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
- Zu Installation und Unterhalt der RDE siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*.

## 3.2 VA-Messmodi

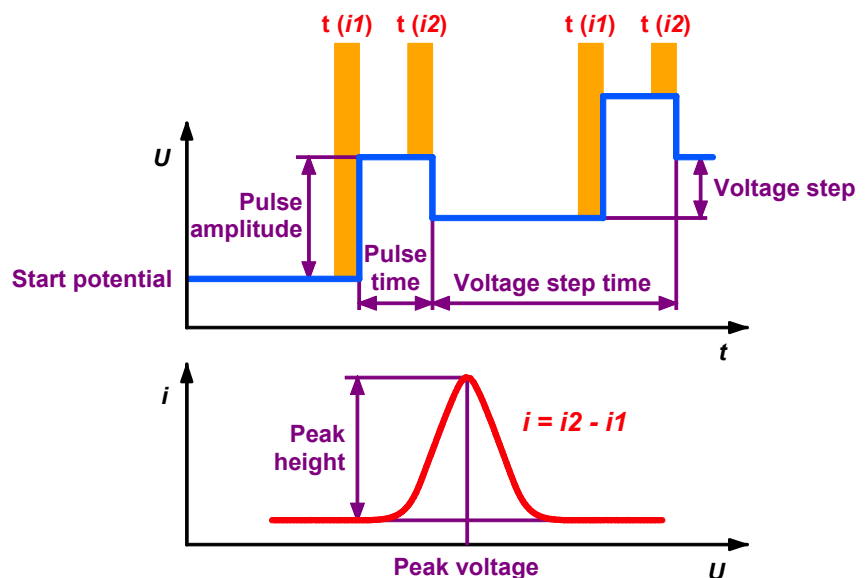
### DP – Differential-Puls-Voltammetrie

Allgemeines:

**DP** oder **Differential-Puls-Voltammetrie** ist die umfassendste und am häufigsten angewendete voltammetrische Bestimmungsmethode. Sie ist für reversible wie irreversible Systeme gleich gut geeignet und bietet eine hohe Empfindlichkeit. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus DP durch die Wahl von **DP - Differential pulse** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der DP-Voltammetrie werden einer schrittweise anwachsenden Gleichspannungsrampe Rechteckpulse mit kleiner, konstanter Amplitude überlagert. Die Messungen des Stroms  $i$  als Funktion der Spannung  $U$  erfolgen dabei unmittelbar vor dem Puls und am Ende des Pulses. Aus den Differenzen der beiden Strommessungen erhält man peakförmige Kurven, die mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear**, **polynomial**, **horizontal** oder **exponential** ausgewertet werden können.



## Sweep-Parameter:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement):	<input type="checkbox"/>
Start potential (V):	-0.9
End potential (V):	-0.1
Pulse amplitude (V):	0.05
Pulse time (s):	0.04
Voltage step (V):	0.006
Voltage step time (s):	0.4
Sweep rate (V/s):	0.0150

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Pulsamplitude des auf die Gleichspannung aufgesetzten Spannungspulses (pos. Werte = gleich wie Sweeprichtung; neg. Werte = umgekehrt wie Sweeprichtung).

**Pulse time (s) [ > 500  $\mu$ s ; 0.04 s ]**

Pulszeit; Zeitintervall, während dem ein Spannungspuls auf die Gleichspannung aufgesetzt wird.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsschrittzeit; Zeit, nach der die Spannung um den Betrag **Voltage step** erhöht bzw. erniedrigt wird.

**Sweep rate (V/s) [ nur Anzeige ]**

Anzeige der Rampensteilheit **Voltage step / Voltage step time**.

## Hinweise:

- Der Messmodus DP kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
  - Voltage step time > Pulse time + 10 ms** (HMDE/RDE)
  - Voltage step time > Pulse time + 220 ms** (DME)
  - Voltage step time > Pulse time + Drop size  $\times$  40 ms + 200 ms** (SMDE)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
  - Pulse time  $\geq$  40 ms  $\rightarrow$  t (i) = 20/16.67 ms** (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)
  - Pulse time < 40 ms  $\rightarrow$  t (i) = 0.5  $\times$  Pulse time**

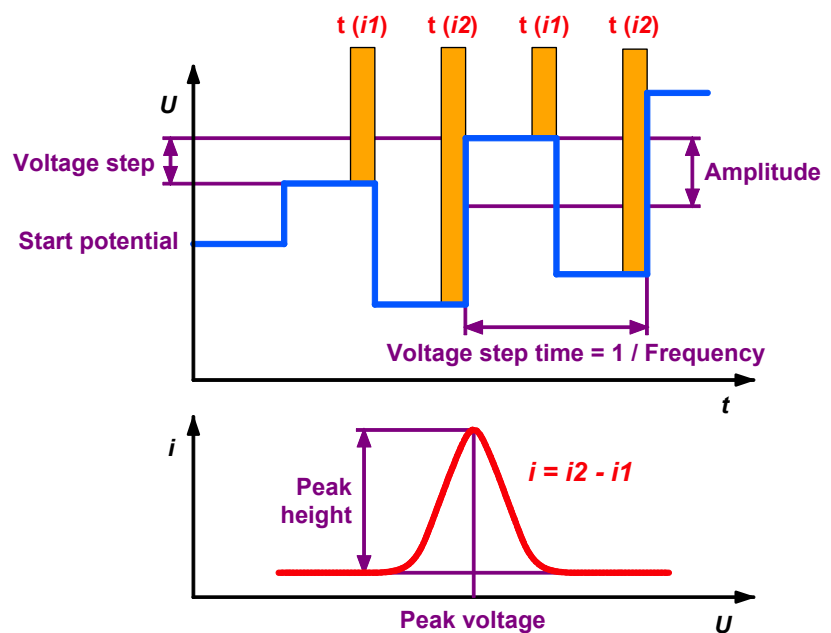
## SqW – Square Wave Voltammetrie

Allgemeines:

**SqW** oder **Square Wave Voltammetrie** eignet sich vor allem für reversible Elektrodenprozesse. Verwendet wird sie insbesondere für empfindliche, inversvoltammetrische Bestimmungen an der HMDE oder RDE. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus SqW durch die Wahl von **SqW - Square wave** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der SqW-Voltammetrie wird einer schrittweise anwachsenden Gleichspannungsrampe eine rechteckförmige Wechselfspannung mit kleiner, konstanter Amplitude und niedriger Frequenz überlagert. Der Strom  $i$  wird als Funktion der Spannung  $U$  bei maximaler und minimaler Rechteckspannung gemessen. Aus den phasenabhängigen Differenzen der Strommessungen erhält man peakförmige Kurven, die mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear, polynomial, horizontal** oder **exponential** ausgewertet werden können.



## Sweep-Parameter:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement):	<input type="checkbox"/>
Start potential (V):	-0.9
End potential (V):	-0.1
Voltage step (V):	0.006
Amplitude (V):	0.02
Frequency (Hz):	50
Sweep rate (V/s):	0.3000

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

**Amplitude (V) [ > 0...+1 V ; 0.02 V ]**

Spannungsamplitude der überlagerten Rechteckspannung.

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

Frequenz der überlagerten Rechteckspannung, welche die Spannungsschrittzeit **Voltage step time** definiert (**Voltage step time = 1 / Frequency**).

**Sweep rate (V/s) [ nur Anzeige ]**

Anzeige der Rampensteilheit **Voltage step / Voltage step time**.

## Hinweise:

- Der Messmodus SqW kann nur mit den Elektrodenarten HMDE oder RDE verwendet werden.
- Falls Ihre Kurven hohes Rauschen haben, setzen Sie **Highest current range** und **Lowest current range** im **POTENTIOSTAT** Fenster auf den gleichen Wert (siehe *Kap. 9.6 SqW Problems*)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:  
**Voltage step time ≤ 80 ms → t (i) = 20/16.67 ms** (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)  
**Voltage step time > 80 ms → t (i) = 0.5 × Voltage step time**

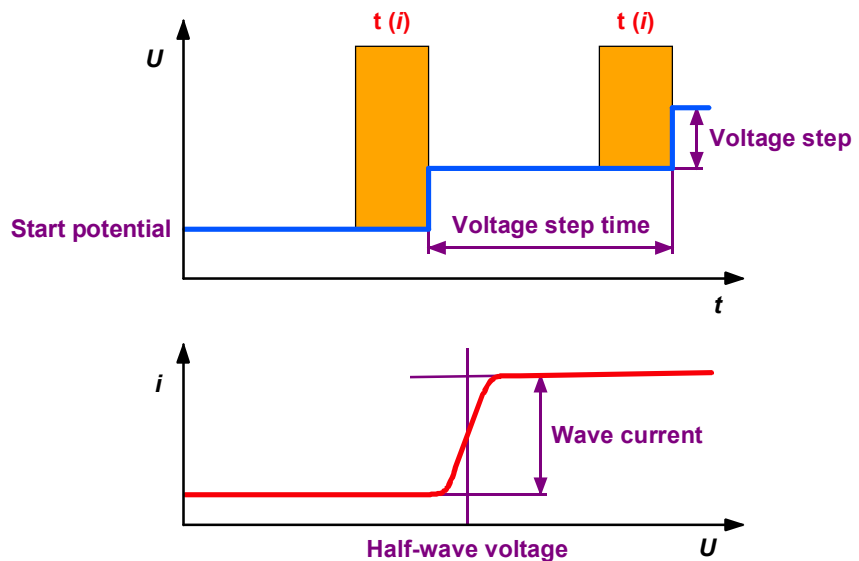
## DC – Gleichstromvoltammetrie

Allgemeines:

**DC** oder **Sampled Direct Current Voltammetrie** ist die klassische, einfachste voltammetrische Messmethode mit begrenzter Empfindlichkeit. Sie dient hauptsächlich zur Untersuchung von reversiblen Redoxsystemen. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus DC durch die Wahl von **DC - Sampled direct current** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der DC-Voltammetrie wird die an der Arbeitselektrode anliegende Gleichspannung kontinuierlich verändert und der dabei fließende Strom  $i$  als Funktion der Spannung  $U$  gemessen. Für die DME und SMDE erhält man dabei normalerweise stufenförmige Kurven, die in der Betriebsart «Exploratory» mit Hilfe der Tangentenmethode ausgewertet werden können.



## Sweep-Parameter:

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):	0.4
Sweep rate (V/s):	0.0150

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsschrittzeit; Zeit, nach der die Spannung um den Betrag **Voltage step** erhöht bzw. erniedrigt wird.

**Sweep rate (V/s) [ nur Anzeige ]**

Anzeige der Rampensteilheit **Voltage step / Voltage step time**.

## Hinweise:

- Der Messmodus DC kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden ausser für DME und SMDE im Modus «Determination».
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
  - Voltage step time > 270  $\mu$ s** (HMDE/RDE)
  - Voltage step time > 220 ms** (DME)
  - Voltage step time > Drop size  $\times$  40 ms + 200 ms** (SMDE)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
  - t (i) = 20/16.67 ms** (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)

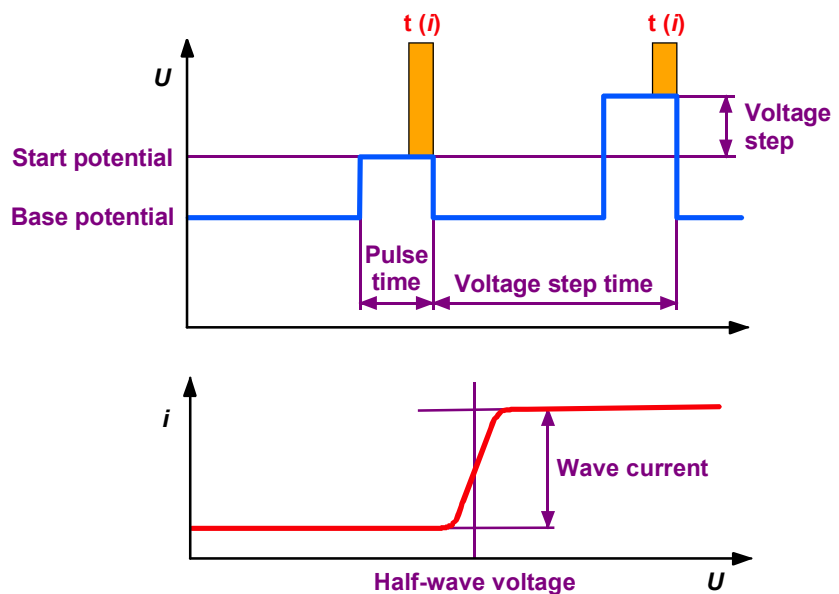
**NP – Normal-Puls-Voltammetrie (nur für «Exploratory»)**

Allgemeines:

**NP** oder **Normal-Puls-Voltammetrie** ist die klassische, pulsvoltammetrische Messmethode mit direkter Strommessung. Sie eignet sich ebenso gut für irreversible wie für reversible Systeme und bietet eine höhere Empfindlichkeit als die DC-Voltammetrie. Der Messmodus NP kann nur in der Betriebsart «Exploratory» durch die Wahl von **NP - Normal pulse** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der NP-Voltammetrie werden einer konstanten Gleichspannung rechteckförmige Pulse mit zunehmender Amplitude überlagert. Der Strom  $i$  wird als Funktion der Spannung  $U$  am Ende des Pulses gemessen. Aus Strommessungen erhält man normalerweise stufenförmige Kurven, die mit Hilfe der Tangentenmethode ausgewertet werden können.



## Sweep-Parameter:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement):	<input type="checkbox"/>
Start potential (V):	-0.9
End potential (V):	-0.1
Base potential (V):	-0.9
Pulse time (s):	0.04
Voltage step (V):	0.006
Voltage step time (s):	0.4
Sweep rate (V/s):	0.0150

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Basisspannung für den Spannungssweep.

**Pulse time (s) [  $\geq 500 \mu\text{s}$  ; 0.04 s ]**

Pulszeit; Zeitintervall, während dem ein Spannungspuls auf die Basisspannung aufgesetzt wird.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsschrittzeit; Zeit, nach der die Spannung um den Betrag **Voltage step** erhöht bzw. erniedrigt wird.

**Sweep rate (V/s) [ nur Anzeige ]**

Anzeige der Rampensteilheit **Voltage step / Voltage step time**.

## Hinweise:

- Der Messmodus NP kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden (aber nur im exploratory mode).
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
  - Voltage step time** > **Pulse time** + 10 ms (HMDE/RDE)
  - Voltage step time** > **Pulse time** + 220 ms (DME)
  - Voltage step time** > **Pulse time** + **Drop size** × 40 ms + 200 ms (SMDE)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
  - Pulse time**  $\geq$  40 ms  $\rightarrow$  **t (i)** = 20/16.67 ms (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)
  - Pulse time** < 40 ms  $\rightarrow$  **t (i)** = 0.5 × **Pulse time**

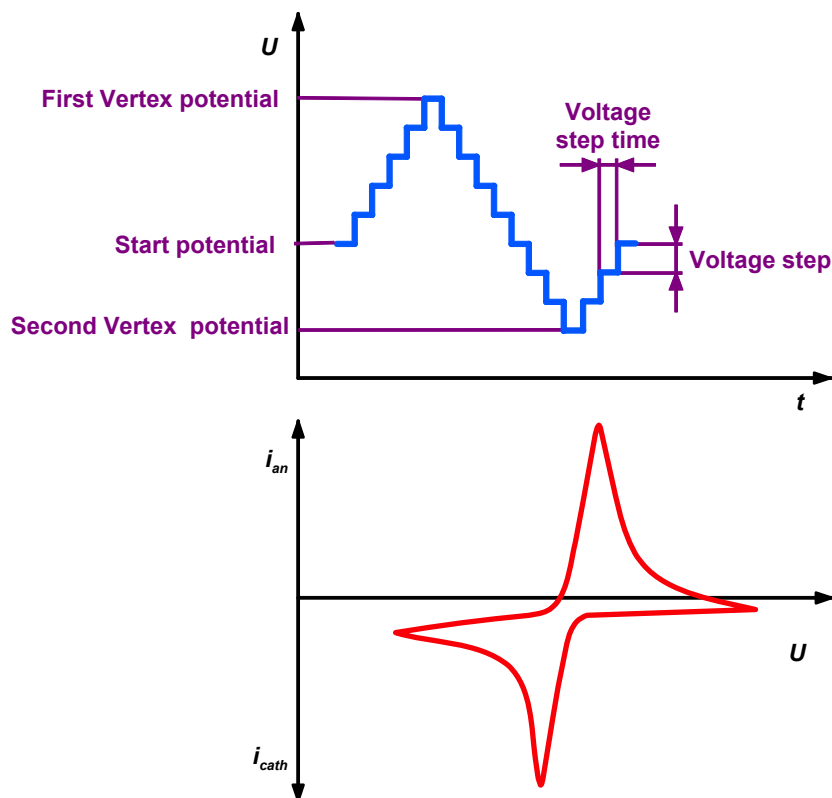
## CV – Zyklische Voltammetrie

Allgemeines:

**CV** oder **Cyclic voltammetry** dient hauptsächlich zur Untersuchung der Reversibilität von Elektrodenprozessen und für kinetische Studien. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determinativ» kann der Messmodus CV durch die Wahl von **CV - Cyclic voltammetry** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der zyklischen Voltammetrie wird die Spannung einmal oder mehrmals mit konstanter Spannungsänderungsgeschwindigkeit von der Startspannung zur Endspannung und wieder zurück geändert. Der Strom  $i$  wird dabei als Funktion der Spannung  $U$  gemessen. Die letzten aufgezeichneten Kurven können mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear**, **polynomial**, **horizontal** oder **exponential** ausgewertet werden.



## Sweep-Parameter:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement):	<input type="checkbox"/>
Start potential (V):	-0.9
First vertex potential (V):	-0.1
Second vertex potential (V):	-0.9
Voltage step (V):	0.006
Sweep rate (V/s):	0.1
No. of sweeps:	1
Save last	1 sweeps

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

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

Startspannung für den Spannungssweep.

**First vertex potential (V) [ -5...+5 V ; -0.1 V ]**

Erster Wendepunkt für den Potential-Sweep.

**Second vertex potential (V) [ -5...+5 V ; -0.9 V ]**

Zweiter Wendepunkt für den Potential-Sweep (kann vom **Start potential** verschieden sein).

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsänderungsgeschwindigkeit = **Voltage step / Voltage step time**.

**No. of sweeps [ > 0 ; 1 ]**

Anzahl Zyklen.

**Save last ... sweeps]**

Anzahl Zyklen, die gespeichert werden sollen.

---

**Achtung:** Totale Anzahl gespeicherter Sweeps ist die Anzahl von **Save last sweeps** multipliziert mit **No. of replications**.

---

## Hinweise:

- Der Messmodus CV kann nur mit den Elektrodenarten HMDE oder RDE verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** und **Sweep rate** gilt die folgende Bedingung:  
**Voltage step time = Voltage step / Sweep rate > 270 μs**
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:  
**Voltage step time ≥ 80 ms → t (i) = 20/16.67 ms** (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)  
**Voltage step time < 80 ms → t (i) = Voltage step time / 4** (Voltage step time = Voltage step / Sweep rate)

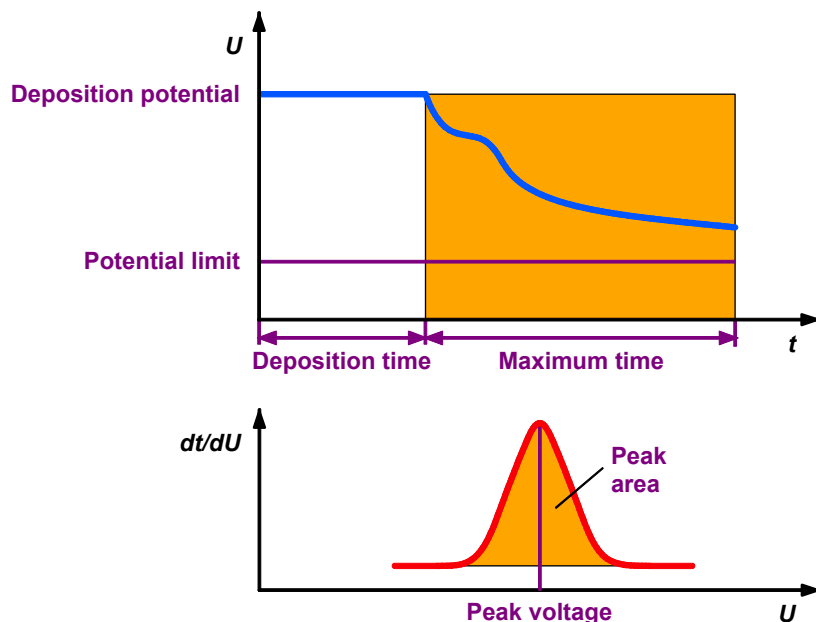
## PSA – Potentiometric Stripping Analysis

Allgemeines:

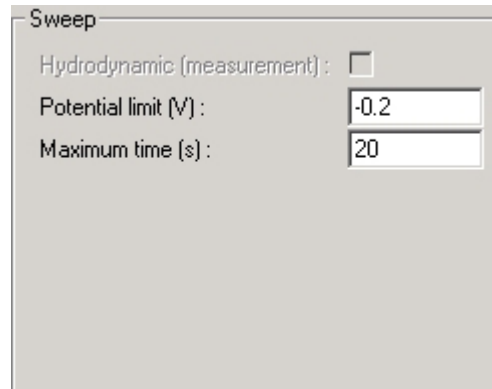
**PSA** oder **Potentiometric stripping analysis** mit chemischer Oxidation dient hauptsächlich dazu, Substanzen in organischer Matrix mit Hilfe von Quecksilberfilmelektroden ohne vorherigen Aufschluss zu bestimmen. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus PSA durch die Wahl von **PSA - Potentiometric stripping analysis** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Beim Messmodus PSA werden die zu bestimmenden Substanzen mit der konstanten Anreicherungsspannung **Deposition potential** während einer vorbestimmten Anreicherungszeit **Deposition time** an der Arbeitselektrode abgeschieden. Danach wird die angelegte Spannung ausgeschaltet und die Spannung **U** als Funktion der Zeit **t** mit einer Messfrequenz von 69.69 kHz gemessen. Die Messzeit ist dabei entweder durch die Spannungsbegrenzung **Potential limit** oder durch die Zeitbegrenzung **Maximum time** begrenzt. Aus der Spannungsmessung **U** vs. **t** werden die Verweilzeiten **dt/dU** vs. **U** berechnet. Daraus erhält man peakförmige Kurven, die ausgewertet werden können. Die Peakspannung **Peak voltage** ist dabei charakteristisch für die Substanz und die Peakfläche **Peak area** proportional zu deren Konzentration.



## Sweep Parameter:



The screenshot shows a dialog box titled "Sweep" with three settings:

- Hydrodynamic (measurement):
- Potential limit (V):
- Maximum time (s):

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

**Potential limit (V) [ -5...+5 V ; -0.2 V ]**

Spannungsbegrenzung für den PSA-Sweep.

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

Zeitbegrenzung für den PSA-Sweep.

## Hinweise:

- Der Messmodus PSA sollte nur mit der Elektrodenart RDE (hauptsächlich mit Hg-Film) verwendet werden.

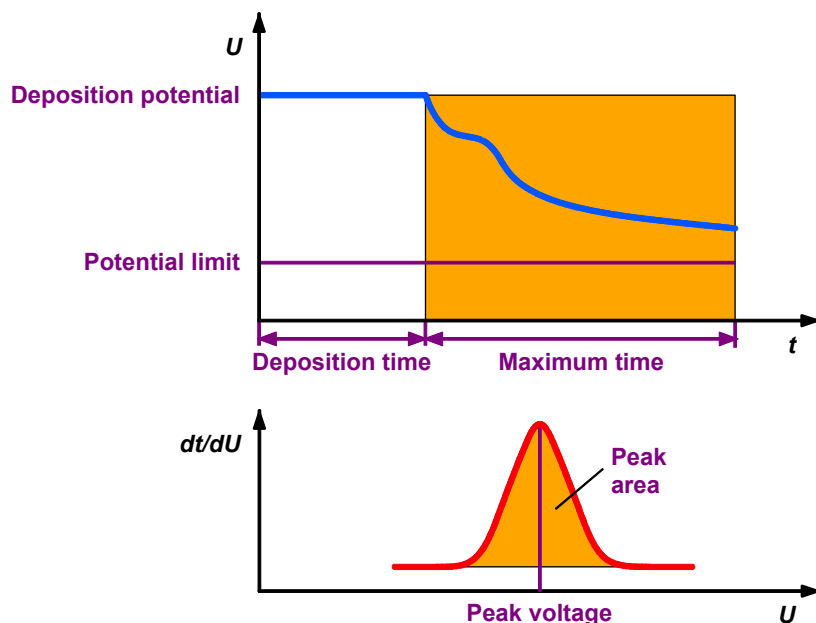
## CCPSA – Constant Current Potentiometric Stripping Analysis

Allgemeines:

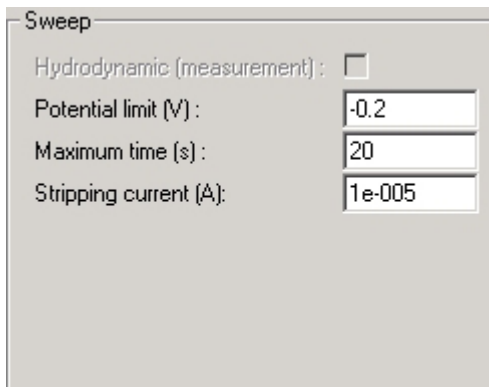
**CCPSA** oder **Constant Current Potentiometric stripping analysis** mit Oxidation durch einen angelegten konstanten Strom dient hauptsächlich dazu, Substanzen in organischer Matrix mit Hilfe von Quecksilberfilmelektroden ohne vorherigen Aufschluss zu bestimmen. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus CCPSA durch die Wahl von **CCPSA – Constant Current Potentiometric stripping analysis** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Beim Messmodus CCPSA werden die zu bestimmenden Substanzen mit der konstanten Anreicherungsspannung **Deposition potential** während einer vorbestimmten Anreicherungszeit **Deposition time** an der Arbeitselektrode abgeschieden. Danach wird die angelegte Spannung ausgeschaltet und ein konstanter Strom angelegt. Die Spannung **U** wird als Funktion der Zeit **t** mit einer Messfrequenz von 69.69 kHz gemessen. Die Messzeit ist dabei entweder durch die Spannungsbegrenzung **Potential limit** oder durch die Zeitbegrenzung **Maximum time** begrenzt. Aus der Spannungsmessung **U** vs. **t** werden die Verweilzeiten **dt/dU** vs. **U** berechnet. Daraus erhält man peakförmige Kurven, die ausgewertet werden können. Die Peakspannung **Peak voltage** ist dabei charakteristisch für die Substanz und die Peakfläche **Peak area** proportional zu deren Konzentration.



## Sweep Parameter:

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; off ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

**Potential limit (V) [ -5...+5 V ; -0.2 V ]**

Spannungsbegrenzung für den PSA-Sweep.

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

Zeitbegrenzung für den PSA-Sweep.

**Stripping current (A) [ > 0 ; 1e-005 ]**

Konstanter Strom, der nach dem Ausschalten des Potentials angelegt wird.

## Hinweise:

- Der Messmodus CCPSA sollte nur mit der Elektrodenart RDE (hauptsächlich mit Hg-Film) verwendet werden.

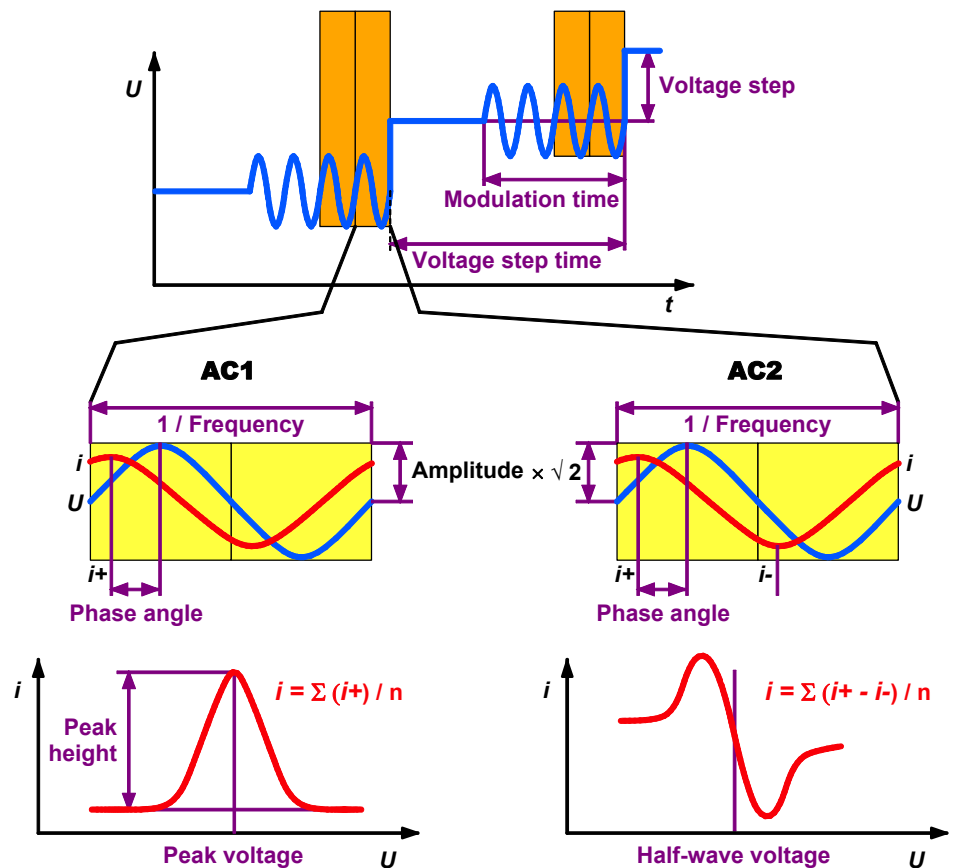
### AC – Wechselstromvoltammetrie

Allgemeines:

**AC** oder **Wechselstromvoltammetrie** eignet sich vor allem für Bestimmungen, die auf reversiblen Redoxreaktionen beruhen. Gegenüber irreversiblen Reaktionen ist sie weitgehend unempfindlich. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus AC durch die Wahl von **AC - Alternating current voltammetry** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der AC-Voltammetrie wird einer schrittweise anwachsenden Gleichspannungsrampe eine digital erzeugte, sinusförmige Wechselspannung mit kleiner, konstanter Amplitude und niedriger Frequenz überlagert. Gemessen wird die 1. oder 2. Harmonische Welle der durch die Wechselspannung verursachten Wechselstromkomponente **i** als Funktion der Spannung **U**. Dabei erhält man peakförmige (AC1) oder sinusförmige (AC2) Kurven, welche mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear, polynomial, horizontal** oder **exponential** ausgewertet werden können.



## Sweep Parameter:

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 ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsschrittzeit; Zeit, nach der die Spannung um den Betrag **Voltage step** erhöht bzw. erniedrigt wird.

**Amplitude (V) [ -1...+1 V ; 0.01 V ]**

Spannungsamplitude der überlagerten Sinusspannung (RMS-Wert).

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

Modulationszeit; Zeitintervall, während dem die Sinusspannung der Gleichspannung überlagert wird.

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

Frequenz der überlagerten Sinusspannung.

**Phase sensitive [ on, off ; on ]**

Phasensensitive Messung ein-/ausschalten.

**(deg) [ -180/-90...+180/+90° ; 0° ]**

Phasenwinkel; Phasenverschiebung des Wechselstroms in Bezug auf die Wechselspannung. Für AC1 beträgt der maximale Phasenwinkel  $\pm 180^\circ$ , für AC2  $\pm 90^\circ$ .

**2nd harmonic [ on, off ; off ]**

Messung der 2. Harmonischen Wellen (AC2) ein-/ausschalten.

## Hinweise:

- Der Messmodus AC kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:  
**Voltage step time > Modulation time + 450 ms** (HMDE/RDE)

**Voltage step time > Modulation time + 470 ms (DME)**  
**Voltage step time > Modulation time + Drop size \* 40 ms + 450 ms (SMDE)**

- **Modulation time > 2 / Frequency**
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:  
**t (i) = Modulation time / 2**

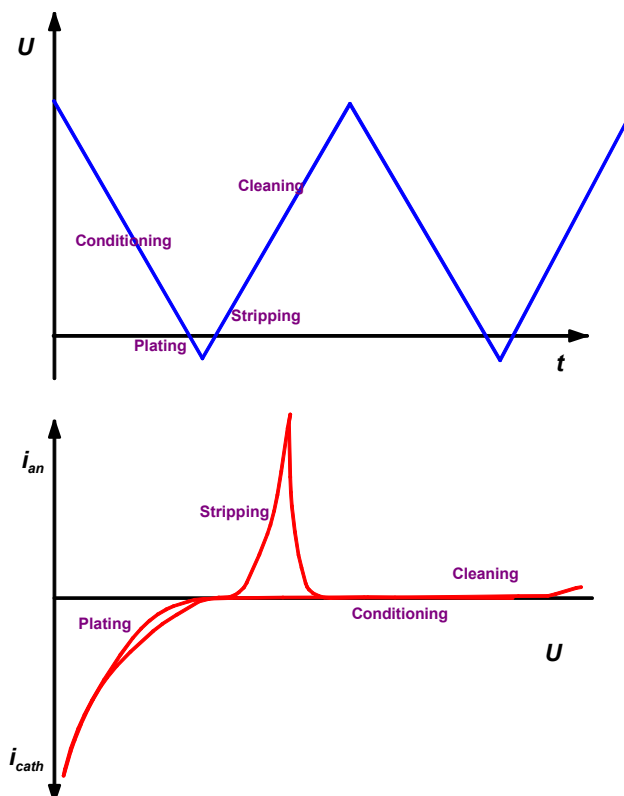
### CVS - Cyclic Voltammetric Stripping

General:

**CVS** oder **Cyclic Voltammetric Stripping** wird hauptsächlich zur Bestimmung verschiedener organischer Additive von Galvanikbad Elektrolyten verwendet. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus CVS durch die Wahl von **CVS – Cyclic Voltammetric Stripping** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden.

Beschreibung:

Bei der CVS (Cyclic Voltammetric Stripping) wird das Potential einer RDE (z.B. Pt) in einem Galvanikbad mit einer konstanten Geschwindigkeit zwischen zwei bzw. drei Potentialpunkten dynamisch variiert. Der Strom **i** wird als Funktion der Spannung **U** gemessen. Die letzten aufgezeichneten Kurven werden gespeichert und können mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear**, **polynomial**, **horizontal** oder **exponential** ausgewertet werden.



## Sweep-Parameter:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input checked="" type="checkbox"/>
Start potential (V) :	1.625
First vertex potential (V) :	-0.175
Second vertex potential (V) :	1.625
Voltage step (V) :	0.006
Sweep rate (V/s) :	0.1
No. of sweeps :	3
Save last	<input type="text" value="2"/> sweeps

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; on ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Startspannung für den Spannungssweep.

**Achtung:** Das **Start potential** muss zwischen dem **First vertex potential** und dem **Second vertex potential** liegen.

**First vertex potential (V) [ -5...+5 V ; -0.175 V ]**

Erster Wendepunkt des Spannungssweep.

**Second vertex potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Zweiter Wendepunkt des Spannungssweep (kann vom **Start potential** verschieden sein).

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsänderungsgeschwindigkeit = **Voltage step / Voltage step time**.

**No. of sweeps [ > 0 ; 3 ]**

Anzahl Zyklen.

**Save last ... sweeps [ > 0 ; 2 ]**

Anzahl Zyklen, die gespeichert werden sollen.

**Achtung:** Totale Anzahl gespeicherter Sweeps ist die Anzahl von **Save last sweeps** multipliziert mit **No. of replications**.

## Hinweise:

- Der Messmodus CVS wird hauptsächlich mit RDE Elektroden angewendet. HMDE ist möglich.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** und **Sweep rate** gilt die folgende Bedingung:  
**Voltage step time = Voltage step / Sweep rate > 270 µs**
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:  
**Voltage step time ≥ 80 ms → t (i) = 20/16.67 ms** (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)

**Voltage step time < 80 ms** → **t (i) = Voltage step time / 4** (Voltage step time = Voltage step / Sweep rate)

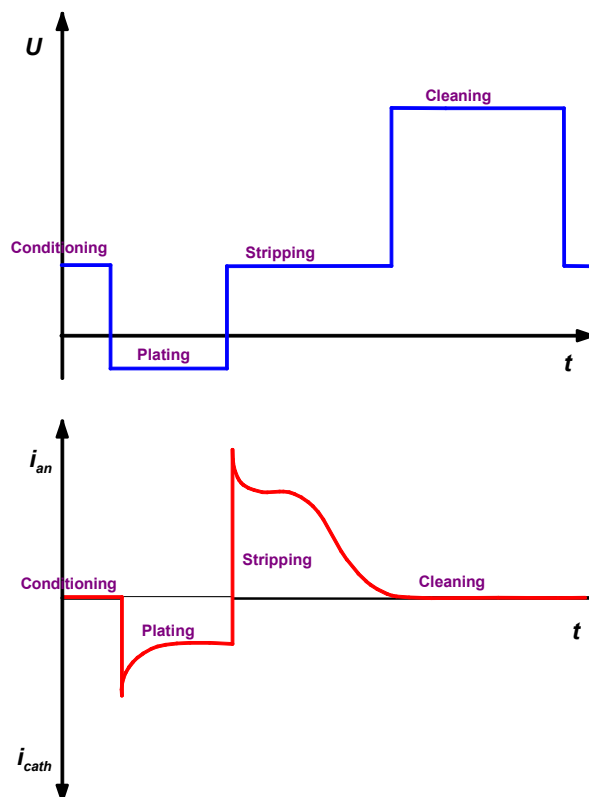
### CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping

Allgemeines:

**CPVS** oder **Cyclic Pulse Voltammetric Stripping** wird hauptsächlich zur Bestimmung verschiedener organischer Additive von Galvanikbad Elektrolyten verwendet. CPVS wird vor allem bei hohem Eisengehalt der Lösung eingesetzt. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus CPVS durch die Wahl von **CPVS – Cyclic Pulse Voltammetric Stripping** für den Parameter **Mode** im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** oder **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gesetzt werden..

Beschreibung:

Bei der CPVS (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping) wird das Potential einer RDE (z.B. Pt) mit gepulsten diskreten Schritten zwischen unterschiedlichen Potentialen gewechselt. Der Strom **i** wird als Funktion der Zeit **t** gemessen. Die letzten aufgezeichneten Kurven werden gespeichert und können mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear** oder **horizontal** ausgewertet werden.



Sweep-Parameter:

Sweep	
Hydrodynamic (measurement) :	<input checked="" type="checkbox"/>
Equilibration potential (V) :	0.45
Equilibration time (s) :	5
Plating potential (V) :	-0.2
Plating time (s) :	4
Edit stripping steps :	...
End cleaning potential (V) :	1.625
End cleaning time (s) :	5
Interval time (s) :	0.01
No. of sweeps :	3
Save last	2 sweeps

**Hydrodynamic (measurement) [ on, off ; on ]**

Rühren der RDE/SSE während des Sweeps ein-/ausschalten.

**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 0.45 V ]**

Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

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

Während dieser Zeit wird das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

**Plating potential (V) [ -5...+5 V ; -0.2 V ]**

Spannung während der Plating-Periode.

**Plating time (s) [ > 0 s ; 4 s ]**

Länge der Plating-Periode.

**Edit stripping steps** 

Editieren der Stripping Schritte. Setzen Sie im **Edit stripping steps** Fenster ein Häkchen um einen Stripping Schritt festzulegen und definieren Sie dessen Parameter **Potential (V)** (**Standardwert: 0.25, 1.125, 1.475, 1.625 V**) und **Step time (s)** (**Standardwert: 10, 1, 1, 5 s**).

**End cleaning potential (V) [-5...+5 V ; 1.625 V ]**

Spannung während der Reinigungs-Periode.

**End cleaning time (s) [ > 0 s ; 5 s ]**

Länge der Reinigungs-Periode.

**Interval time (s) [ 0.001...1 s ; 0.01 s ]**

Intervallzeit zwischen zwei Datenpunkten.

**No. of sweeps [ > 0 ; 3 ]**

Anzahl Zyklen.

**Save last ... sweeps [ > 0 ; 2 ]**

Anzahl Zyklen, die gespeichert werden sollen.

---

**Achtung:** Totale Anzahl gespeicherter Sweeps ist die Anzahl von **Save last sweeps** multipliziert mit **No. of replications**.

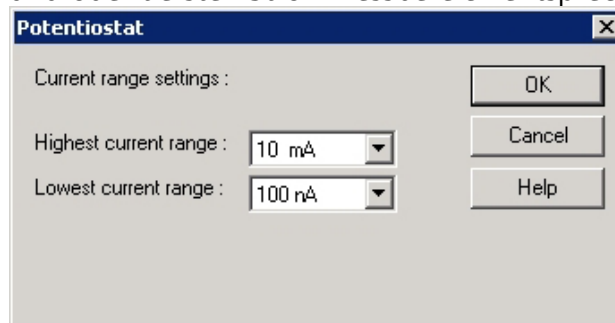
---

**Hinweise:**

- Der Messmodus CPVS kann nur mit RDE Elektroden angewendet werden.
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:  
**Interval time**  $\geq$  **100 ms**  $\rightarrow$  **t (i) = 20/16.67 ms** (bei Netzfrequenz 50/60 Hz)  
**Interval time**  $<$  **100 ms**  $\square$  **t (i) = Interval time / 4**

### 3.3 Potentiostat

Der im 797 VA Computrace Stand eingebaute Potentiostat arbeitet normalerweise mit voller Empfindlichkeit für Strommessungen im Bereich von 5 pA bis 80 mA. Abhängig vom gemessenen Strom wird dabei automatisch der innerhalb der kleinsten und grössten Stufe liegende passende Strommessbereich ausgewählt. Zur Vermeidung von ungewollten Stromsprüngen bei schnellen Messungen mit CV, CVS, SqW oder DC ist es sinnvoll, den höchsten und/oder tiefsten Strommessbereich entsprechend einzuschränken.



**Highest current range [ 10 nA, 1/10/100  $\mu$ A, 1/10 mA ; 10 mA ]**  
Begrenzung des höchsten Strommessbereichs.

**Lowest current range [ 10 nA, 1/10/100  $\mu$ A, 1/10 mA ; 100 nA ]**  
Begrenzung des tiefsten Strommessbereichs.

**Achtung:** Wenn Sie mit dem Messmodi SqW arbeiten, sollten Sie zur Minimierung von Detektionsproblemen, die aufgrund des hohen Stroms und der hohen Spannungsänderungsgeschwindigkeit auftreten können, einen fixen Strombereich definieren. Setzen Sie dazu den **Highest current range** und den **Lowest current range** im **POTENTIOSTAT** Fenster auf den gleichen Wert (siehe Kap. 9.6 SqW Problems).

Aufgrund der limitierten Bandbreite einiger Strombereiche sind die wählbaren Werte für **Voltage step time** oder **Frequency** für bestimmte Strombereiche auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters eingeschränkt.

Die folgende Tabelle zeigt die möglichen Werte für die Modes DP, SqW\*\*, AC, NP, DC, CV\*, CVS\*:

<b>Current range</b>	<b>Voltage step time</b>
10 nA	> 50 ms
100 nA	> 5 ms
1 $\mu$ A	> 0.5 ms
10 $\mu$ A	> 0.5 ms
100 $\mu$ A	> 0.5 ms
1 mA	> 0.5 ms
10 mA	> 0.5 ms

\* CV und CVS: Voltage step time = Voltage step / Sweep rate

\*\* SqW: Voltage step time = 1 / Frequency

## 3.4 Allgemeiner Programmablauf

### Übersicht über den Programmablauf

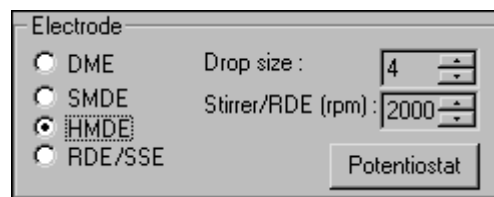
Der allgemeine Programmablauf ist für die beiden Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» identisch und umfasst die folgenden Schritte:

1. **Elektrodentest**  
Testen der Elektroden (nur für Betriebsart «Determination»).
2. **Rühren**  
Optionales Rühren der Probelösung während der Vorbereitungsschritte bis zum Start der Wartezeit (Details siehe *Rühren*).
3. **Entlüften**  
Optionales Entlüften der Probelösung während der Entlüftungszeit **Initial purge time** (Details siehe *Entlüften*).
4. **Tropfenbildung**  
Bildung von Quecksilbertropfen an der MME falls **DME**, **SMDE** oder **HMDE** gewählt wurde (Details siehe *Kap. 3.1*).
5. **Konditionierzyklen**  
Optionales Konditionieren von Festkörperelektroden durch Anlegen von zyklischen Konditioniersweeps (Details siehe *Konditionieren von Festkörperelektroden*).
6. **Reinigung**  
Optionale Reinigung von Festkörperelektroden durch Anlegen einer Reinigungsspannung während der Reinigungszeit **Cleaning time** (Details siehe *Vorbehandlung*).
7. **Abscheidung**  
Optionale elektrochemisch Abscheidung für inverse Voltammetrie während der Abscheidungszeit **Deposition time** (Details siehe *Vorbehandlung*).
8. **Wartezeit**  
Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Start potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet (Details siehe *Vorbehandlung*).
9. **Spannungsdurchlauf (Sweep)**  
Start des vom gewählten Messmodus abhängigen Sweeps (Details siehe *VA Messmodi, Kap. 3.2*).
10. **Ruhepotential**  
Optionale Anwendung einer Ruhepotential **Stand-by potential** vor Beginn und nach Beendigung des Sweeps (Details siehe *Ruhepotential*).

**Achtung:** Falls Sie mit den Galvanikbad-Modi **CVS** und **CPVS** arbeiten, ist der Programmablauf anders (siehe *Kap. 8.6 Programmablauf in der Galvanikbad VA*)

## Rühren

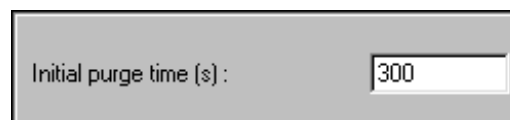
Bei eingeschaltetem Rührer (**Stirrer > 0 rpm**) wird die Lösung im Messgefäß am 797 VA Computrace Stand während allen Vorbereitungsschritten bis zum Start der Ruhezeit gerührt. Ausnahme: Hydrodynamische Messungen im CV-Modus. In diesem Fall wird während der Messung immer gerührt.



**Stirrer (rpm) [ 0...3000 rpm ; 2000 rpm ]**  
Umdrehungen des Rührers pro Minute.

## Entlüften

Unter Entlüften versteht man die Sättigung der Messlösung mit einem Inertgas zur Entfernung des elektrochemisch aktiven und damit störenden Sauerstoffes. Bei dem am VA Computrace Stand eingestellten Inertgasdurchsatz von ca. 20 L/h genügt dazu im allgemeinen eine Entlüftungszeit von 3...5 min. Für eine effektive Entlüftung sollte die Messlösung zusätzlich gerührt werden.



**Initial purge time (s) [ 0...80600 s ; 300 s ]** (**Initial mixing time** mit CVS und CPVS, siehe *Kap. 6.3 "Initial mixing time" mit CVS und CPVS*)  
Entlüftungszeit vor der ersten Messung der Probelösung.

## Konditionieren von Festkörperelektroden

Festkörperelektroden (besonders Kohlenstoffelektroden) lassen sich durch eine frei wählbare Anzahl von Konditionierzyklen elektrochemisch regenerieren. Bei jedem Konditionierzyklus wird die Spannung mit einer Geschwindigkeit von 1 V/s von der Startspannung **Start potential** zur Endspannung **End potential** und zurück geändert.

Conditioning cycles	
Start potential (V) :	-1.2
End potential (V) :	-0.1
No. of cycles :	0

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

Startspannung für den zyklischen Konditioniersweep.

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

Endspannung für den zyklischen Konditioniersweep.

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

Anzahl Konditionierzyklen.

---

**Achtung:** Falls Sie mit den Galvanikbad-Modi **CVS** und **CPVS** arbeiten, sind andere Standardwerte eingestellt (siehe *Kap. 6.3 Conditioning cycles mit CVS und CPVS*)

---

## Vorbehandlung

Die Vorbehandlung einer Elektrode vor dem Start eines Sweeps kann die drei folgenden Schritte umfassen:

- Die **Reinigungsspannung** kann für die elektrochemische Reinigung von Festkörperelektrodenoberflächen benutzt werden, die mit Produkten von Elektrodenredoxprozessen verunreinigt sind.
- Die **Abscheidungsspannung** dient zur elektrochemischen Anreicherung in der Inversen Voltammetrie.
- Während der Wartezeit **Equilibration time** wird die Startspannung des Sweeps an die Elektrode angelegt.

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 ]**

Reinigungsspannung; Spannung, die während der Reinigungszeit **Cleaning time** an die Elektroden angelegt wird.

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

Reinigungszeit; Zeit, während der die Reinigungsspannung **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

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

Abscheidungsspannung; Spannung, die während der Abscheidungszeit **Deposition time** angelegt wird.

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

Abscheidungszeit; Zeit, während der die Abscheidungsspannung **Deposition potential** angelegt wird.

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

Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Start potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

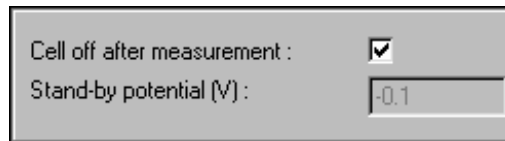
---

**Achtung:** Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS ist Deposition nicht möglich, und es kann ein separates Equilibration Potential angelegt werden. Bei CPVS ist das Equilibration Potential Bestandteil des Sweeps.

---

## Ruhspannung

Die **Ruhspannung** kann nach Beendigung der Messung an die Elektroden angelegt werden. Sie bleibt solange wirksam, bis sie manuell im Fenster **COMPUTRACE CONTROL** ausgeschaltet wird oder bis bei der nächsten Messung eine neue Spannung an die Elektroden angelegt wird.

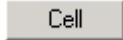

**Cell off after measurement [ on, off ; on ]**

Automatisches Ausschalten der an die Elektroden angelegten Spannung nach Beendigung der Messung aktivieren/deaktivieren.

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

Ruhspannung, die nach Beendigung der Messung angelegt wird, falls **Cell off after measurement** auf **off** gesetzt ist.

---

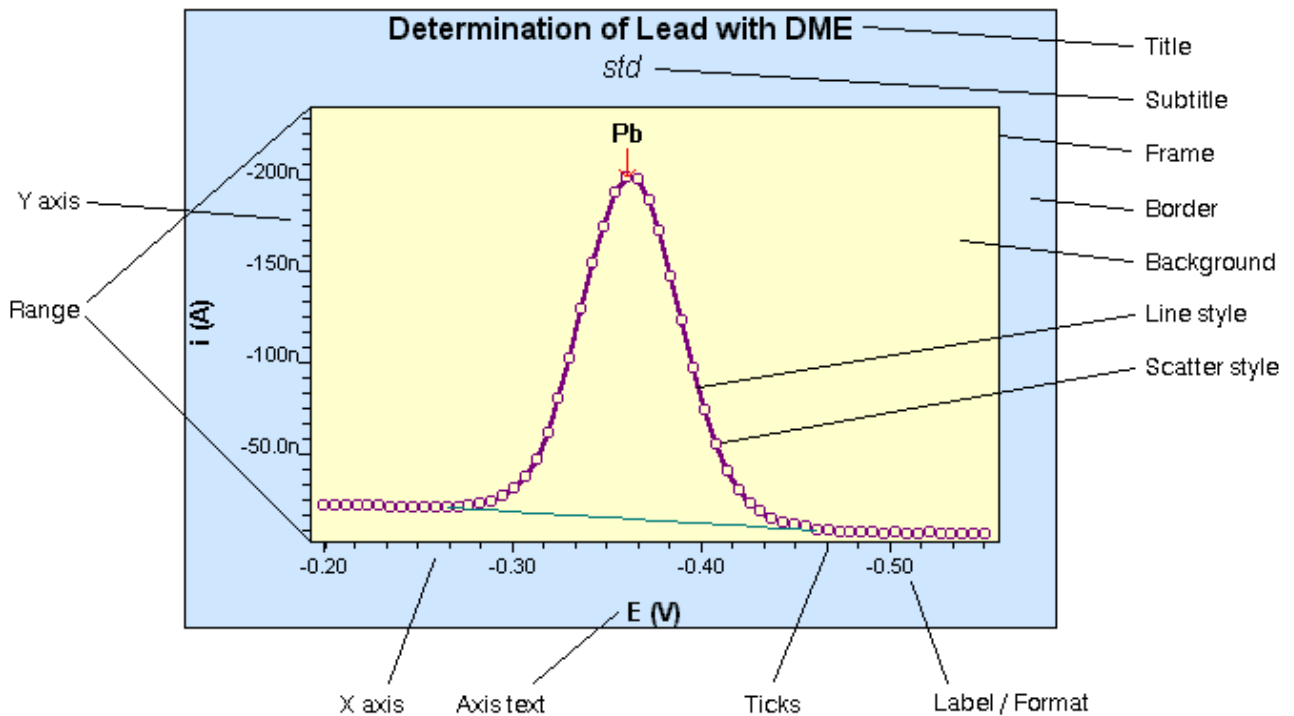
**Achtung:** Falls Sie ein Elektrodenkabel entfernen wollen, und **Cell off after measurement** (auf dem Voltammetric Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters) nicht aktiviert ist, müssen Sie das **Stand-by potential** durch Klicken des Knopfes  im **COMPUTRACE CONTROL** Fenster ausschalten.

---

## 3.5 Grafische Einstellungen

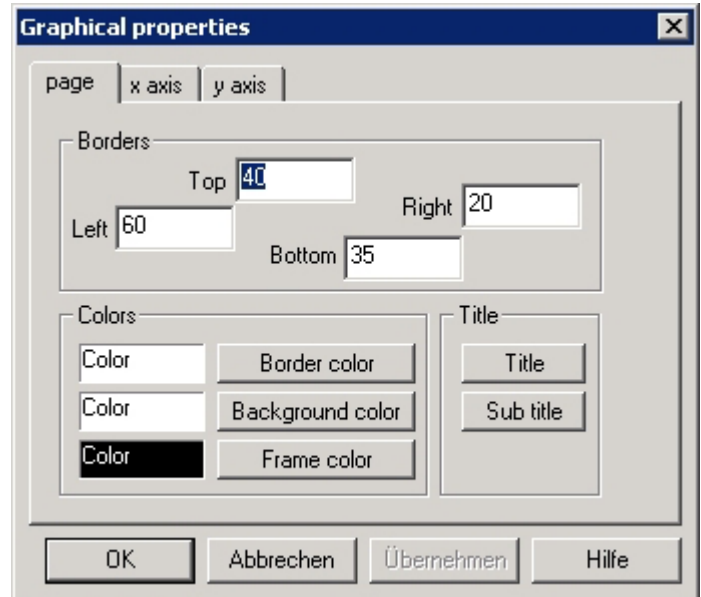
### Elemente von Kurvenfenstern

Alle Kurvenfenster in den Fenstern **EXPLORATORY CURVES**, **DETERMINATION CURVES** und **MONITOR** besitzen dieselben Elemente, die in den Fenstern **GRAPHICAL PROPERTIES** und **LINE PROPERTIES** nach Belieben geändert werden können (siehe unten).



### Bildeigenschaften

Die Bildeigenschaften aller Kurvenfenster können auf dem Blatt **page** des Fensters **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden.



#### Borders (Ränder)

**Top** [ ≥ 0 pt ; 40 pt (for determination curves)]

**Left** [ ≥ 0 pt ; 60 pt (for determination curves)]

**Right** [ ≥ 0 pt ; 20 pt (for determination curves)]

**Bottom** [ ≥ 0 pt ; 35 pt (for determination curves)]

Randgröße in Punkten (Distanz zwischen dem

äusseren Rahmen des Kurvenfensters und dem Rahmen innerhalb des Kurvenfensters).

### Colors (Farben)

Border color

Randfarbe im Kurvenfenster.

Background color

Hintergrundfarbe im Kurvenfenster.

Frame color

Rahmenfarbe im Kurvenfenster.

### Title

Title

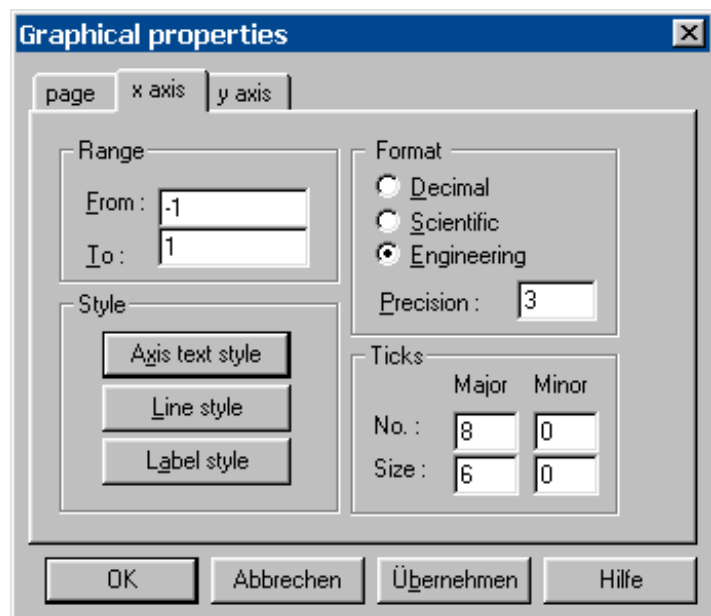
Schrift für Titel im Kurvenfenster (keine Funktion im Fenster **MONITORING**).

Sub title

Schrift für Untertitel im Kurvenfenster (keine Funktion in den Fenstern **EXPLORATORY CURVES** und **MONITORING**).

## Achseneigenschaften

Die Eigenschaften für die X- und Y-Achsen aller Kurvenfenster können auf dem Blatt **x axis** oder **y axis** des Fensters **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden.



### Range (Bereich für X-Achse)

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

Unterer Grenzwert für X-Achse (Spannung)  
(t(s) für CPVS, U(V) für alle anderen Modi)

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

Oberer Grenzwert für X-Achse (Spannung)  
(t(s) für CPVS, U(V) für alle anderen Modi)

### Range (Bereich für Y-Achse)

#### From [ > 0 ; -1e-10 ]

Unterer Grenzwert für Y-Achse  
(dt/dU (s/V) für PSA und CCPSA; I(A) für alle anderen Modi)

#### To [ > 0 ; 1e-10 ]

Oberer Grenzwert für Y-Achse  
(dt/dU (s/V) für PSA und CCPSA; I(A) für alle anderen Modi)

### Style (Stil)

#### Axis text style

Schrift für Achsenbeschriftung der X- und Y-Achse.

#### Line style

Linieigenschaften für die X- und Y-Achse im Fenster **LINE PROPERTIES** (siehe Kap. 3.5 *Linieigenschaften*).

#### Label style

Schrift für Achsentitel der X- und Y-Achse.

### Format

Format für Achsenbeschriftung der X- und Y-Achse. Die folgenden Optionen sind verfügbar:

#### Decimal

± ##.### (Fließkommazahl)

#### Scientific

± #.### e ± ### (wissenschaftl. Format)

#### Engineering

± ###.## + prefix (technisches Format)

#### Precision [ ≥ 0 ; 3 ]

Anzahl signifikanter Stellen für die Achsenbeschriftung der X- und Y-Achse.

### Ticks (Skalierungsstriche)

Definition von Haupt- und Hilfsstrichen für die X- und Y-Achse.

#### No. [ ≥ 0 ; 8 ]

Anzahl von Haupt- und Hilfsstrichen für die X- und Y-Achse. In manchen Fällen wird die eingegebene Zahl automatisch auf- oder abgerundet.

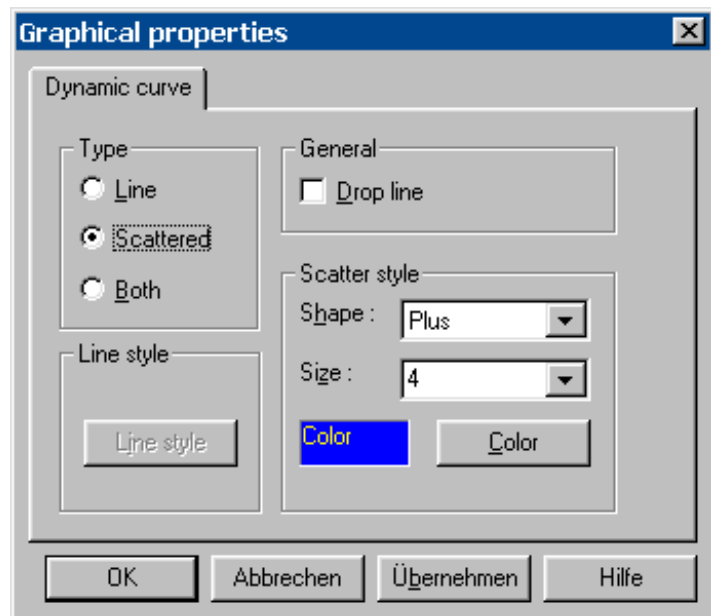
#### Size [ ≥ 0 pt ; 6 pt ]

Grösse in Punkten von Haupt- und Hilfsstrichen für die X- und Y-Achse.

## Kurveneigenschaften

Die grafischen Eigenschaften für alle Kurven können auf dem entsprechenden Blatt **..... curve** (**Dynamic curve**, **Selected curve** und

**Other curves** für Signalkurven; **blank**, **sample** und **other curves** für Bestimmungskurven; **Monitor curve** für Monitorkurven) im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden.



#### Type (Kurventyp)

##### **Line**

Messpunkte mit einer geraden Linie verbinden.

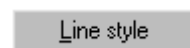
##### **Scattered**

Für jeden Messpunkt ein Symbol zeichnen.

##### **Both**

Messpunkte mit einer geraden Linie verbinden und für jeden Messpunkt ein Symbol zeichnen.

#### Line style



Wahl der Linieneigenschaften für die Kurve im Fenster **LINE PROPERTIES** (siehe Kap. 3.5 *Linieneigenschaften*).

#### General

##### **Drop line**

Senkrechte Linien zwischen jedem Messpunkt und der unteren X-Achse zeichnen.

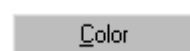
#### Scatter style

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

Auswahl eines Symbols für die Messpunkte.

##### **Size [ 1...12 ; 4 ]**

Größe des Symbols in Punkten.

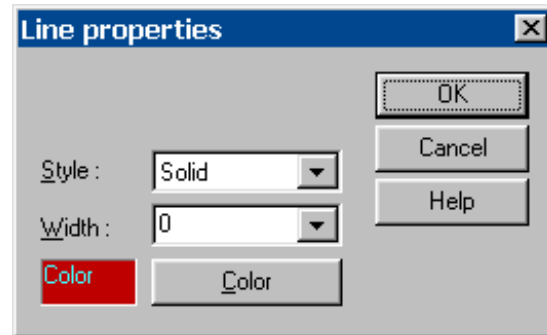


Farbe des Symbols.

## Linieneigenschaften

Definition der Linieneigenschaften für Achsen- und Kurvenlinien.  
Um zum **LINE PROPERTIES** Fenster zu gelangen, klicken Sie

 im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES**.




**Style** [ different styles ; Solid ]

Linienform (ausgezogen, gestrichelt, etc.).

**Width** [ 0...8 ; 0 ]

Liniendicke in Punkten (0 = Haarlinie).



Linienfarbe.

# 4 Betriebsart «Exploratory»

## 4.1 Übersicht über Betriebsart «Exploratory»

### Besonderheiten der Betriebsart «Exploratory»

Der Programmteil «Exploratory» wurde speziell für die praxisorientierte **qualitative voltammetrische Analytik** konzipiert. Er umfasst zehn verschiedene Messtechniken und ist kurvenorientiert. Sie erhalten Voltammogramme und die dazugehörigen Parameter in zwei Fenstern nebeneinander dargestellt. Die verschiedenen Voltammogramme können übereinandergelegt werden, womit ein Vergleich der Kurven sehr einfach wird.

Peaks oder Stufen der gemessenen Kurven können automatisch oder manuell nach Setzen der Fusspunkte ausgewertet werden. Durch Abfahren der Kurven mit einem Cursor sind auch die gemessenen Strom- und Spannungswerte zugänglich.

Dank seiner Möglichkeiten ist dieser Programmteil sehr hilfreich bei der Entwicklung und Optimierung von Methoden für die quantitative Bestimmung von Substanzen. Die optimierten voltammetrischen Parameter können nämlich direkt in die Arbeitsmethode im Programmteil «Determination» übernommen werden.

### Wahl der Betriebsart «Exploratory»



#### HAUPTFENSTER / Mode / Exploratory

Wechsel zur Betriebsart «Exploratory» für die Aufnahme und Anzeige von Signalen.

### Fenster in der Betriebsart «Exploratory»



#### HAUPTFENSTER / Window / Exploratory specification (F11)

Das Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** wird geöffnet oder (falls es schon offen ist) geschlossen.



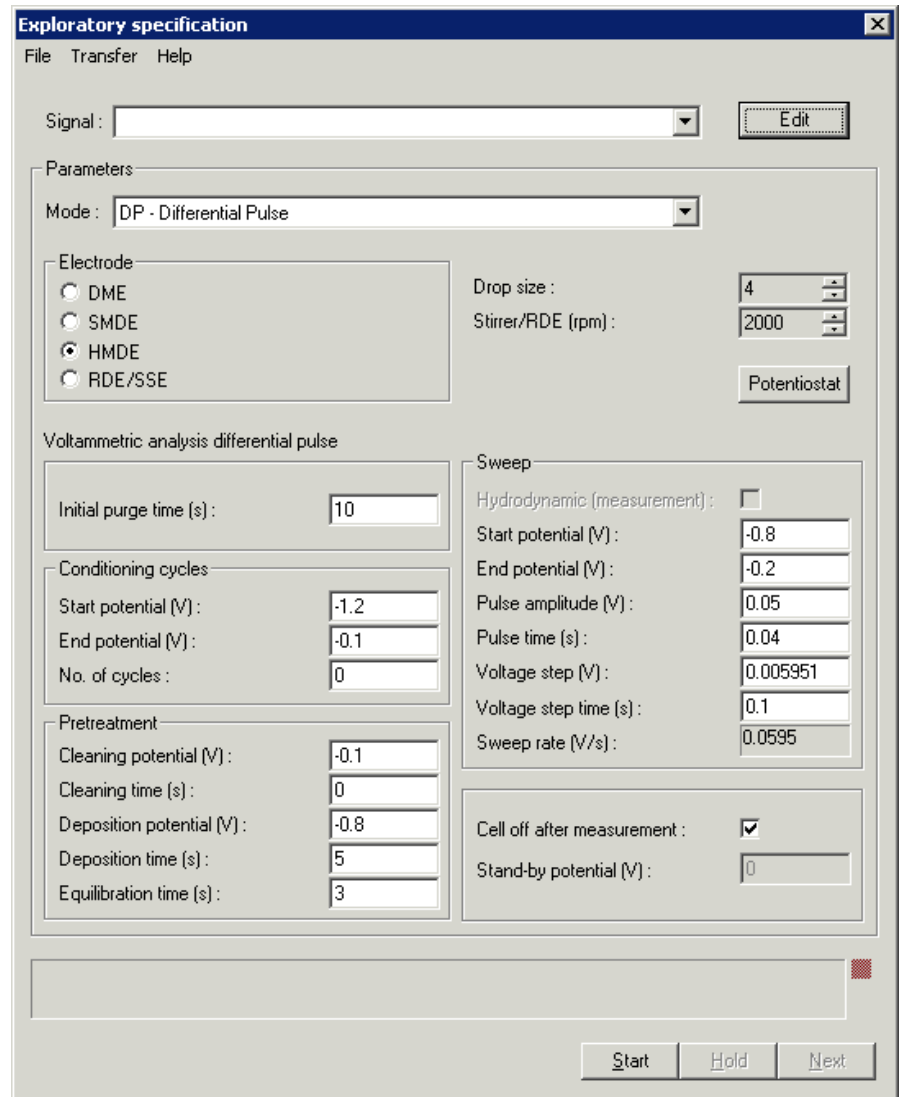
#### HAUPTFENSTER / Window / Exploratory curves (F12)

Das Fenster **EXPLORATORY CURVES** wird geöffnet oder (falls es schon offen ist) geschlossen.

## 4.2 Fenster «Exploratory specification»

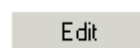
### Einstellungen im Fenster «Exploratory specification»

Das Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** enthält alle Einstellungen für die Aufnahme von Signalkurven. Die meisten Einstellungen sind für die beiden Betriebsarten «Exploratory» und «Determinati-on» identisch und werden deshalb in *Kap. 5* beschrieben.




#### Signal

Wahl einer Signaldati, die mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt werden soll. Solange ein Signal ausgewählt ist, können die Einstellungen nicht editiert werden.



Durch Klicken von **<Edit>** können die aktuell geladenen Einstellungen geändert werden. Die Auswahl des Signals wird aufgehoben. Die Einstellungen können ins Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATION** übertragen werden.

<b>Mode</b>	Wahl des VA-Messmodus, siehe <i>VA Messmodi Kap. 3.2</i>
<b>Electrode</b>	siehe <i>Elektroden, Kap. 3.1</i>
<b>Drop size</b>	siehe <i>Elektroden, Kap. 3.1</i>
<b>Stirrer</b>	siehe <i>Rühren, Kap. 3.4</i>
 <b>Potentiostat</b>	siehe <i>Potentiostat, Kap. 3.3</i>
<b>Initial purging time</b> (Initial mixing time mit CVS und CPVS)	siehe <i>Entlüften Kap. 3.4</i> , und <i>“Initial mixing time“ mit CVS und CPVS Kap. 6.3</i>
<b>Conditioning cycles</b>	siehe <i>Konditionieren von Festkörperelektroden Kap. 3.4</i> , und <i>Conditioning cycles mit CVS und CPVS Kap. 6.3</i>
<b>Pretreatment</b>	siehe <i>Vorbehandlung Kap. 3.4</i> , und <i>Vorbehandlung mit CVS und CPVS Kap. 6.3</i>
<b>Sweep</b>	Parameter des ausgewählten Messmodus, siehe <i>VA Messmodi Kap. 3.2</i>
<b>Cell off after measurement</b>	Automatisches Ausschalten der an die Elektroden angelegten Spannung nach Beendigung der Messung aktivieren/deaktivieren.
<b>Stand-by potential</b>	siehe <i>Ruhepotential, Kap. 3.4</i>

## Signale laden und speichern

Signaldateien (\*.sig) enthalten Messdaten und Spezifikationen eines in der Betriebsart «Exploratory» aufgenommenen Signals.



### **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / New parameters**

Standardparameter für ausgewählte Elektrode und Messmodus laden.



### **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**

Laden einer bestehenden Signaldatei. Normalerweise werden Signaldateien im Verzeichnis **Data** gespeichert.



### **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Save signal ...**

Das im Arbeitsspeicher geladene Signal wird in einer neuen Datei gespeichert (dies ist nur für das mit einem Stern \* markierte Signal möglich). Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Signaldatei ein.

### **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Export signal points**

Speichern der Messpunkte des im Arbeitsspeicher geladenen Signals in eine neue Datei mit der Erweiterung \*.txt. Diese Textdatei enthält als erstes

den Block mit den verwendeten Methodenparametern. Es folgt der Sweepblock, der am Anfang die Anzahl Messwerte und anschliessend alle X- und Y-Werte enthält. Die Dateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Excel importiert werden.

**EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Export voltammetric parameters ...**

Speichern der Voltammetrieparameter des im Arbeitsspeicher geladenen Signals in eine ASCII-Datei mit der Erweiterung \*.txt. Diese Dateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Excel oder Textverarbeitungsprogramme wie Word importiert werden.

## Parameter und Daten übertragen

Messparameter und/oder Messpunkte von Signaldateien können zwischen den Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» übertragen werden.

**EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / To working method**

Messparameter vom Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** ins Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** übertragen.

**EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / From working method**

Messparameter vom Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ins Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** übertragen.

**EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / From determination method**

Messparameter vom Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** ins Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** übertragen.

**EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Data to determination**

Messdaten der geladenen Signaldatei zur geladenen Bestimmungsdatei übertragen. Der Datensatz, in den die Messdaten übertragen werden sollen, muss durch die Angabe des VR-Codes (Nummer von Variation und Replikation) spezifiziert werden.

Variation: 0, 1, 2 ... (0 = Blank, 1 = Probe, 2 = erste Addition, ...)

Replikation: 1, 2, 3 ...

## Signalmessungen durchführen

Signalmessungen in der Betriebsart «Exploratory» können mit Hilfe der folgenden Symbole (im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE**)

oder Knöpfe (im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION**) durchgeführt werden:



### Messung starten

Der im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** definierte Programmablauf (siehe *Kap. 3.4*) wird gestartet. Jeder Programmablaufschritt wird auf der ersten Zeile des Statusfensters neben dem Knopf **<Start>** angezeigt.

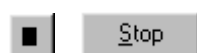


Der laufende Spannungssweep wird kontinuierlich im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt, wobei die Achsen automatisch skaliert werden. Eine manuelle Neuskalierung erreicht man durch Drücken der Taste <F4>.

Das Aufleuchten des roten Lichtes auf der linken Seite des Knopfes **<Stop>** zeigt eine Stromüberladung ("Overload") an. Stoppen Sie in diesem Fall die Messung und ändern Sie die Messparameter.

Auf der zweiten Linie des Statusfensters werden Hinweise oder Fehlermeldungen zur laufenden Messung angezeigt.

Eine laufende Messung kann gestoppt, unterbrochen und fortgesetzt werden. Jeder Schritt im Programmablauf kann durch Klicken auf den Knopf **<Next>** abgekürzt werden.



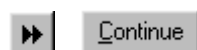
### Messung stoppen

Laufende Messung sofort stoppen.



### Messung unterbrechen

Laufende Messung sofort unterbrechen.



### Messung fortsetzen

Unterbrochene Messung fortsetzen.



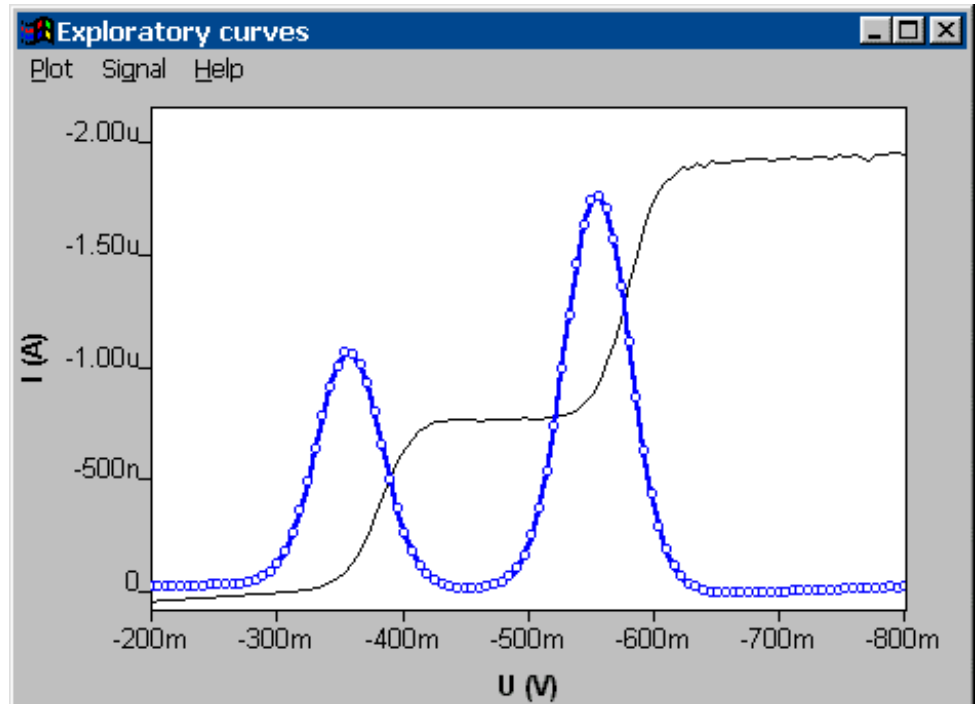
### Nächster Schritt

Gehe zu nächstem Schritt im Programmablauf.

## 4.3 Signalkurven

### Fenster «Exploratory curves»

Das Fenster **EXPLORATORY CURVES** zeigt alle Kurven der geladenen Signaldateien und (falls ein Spannungssweep läuft) die aktuelle Messkurve.



Wird eine Signalkurve geladen oder aufgenommen, so haben die Achsen folgende Orientierung:

**X-Achse** Die zuletzt geladene oder gemessene Signalkurve wird von links nach rechts angezeigt. Für zyklische Sweeps wird der Vorwärtssweep von links nach rechts angezeigt.

**Y-Achse** Die Y-Achse wird immer mit den positiven Werten oben angezeigt.

### Signalkurven laden

Signalkurven werden in das Fenster **EXPLORATORY CURVES** geladen, indem die Signaldatei (\*.sig) in das Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** geladen wird.



#### **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**

Laden einer bestehenden Signaldatei. Normalerweise werden Signaldateien im Verzeichnis **Data** gespeichert. Es können auch mehrere Signaldateien gleichzeitig markiert (Ctrl + Klicken) und geladen werden.

## Signalkurven auswählen

Eine der im Fenster **EXPLORATORY CURVES** geladenen Signalkurven wird immer mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt, welche anders gewählt werden können als für alle anderen Kurven (siehe *Kurveigenschaften*, Kap. 3.5). Diese Signalkurve wird im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** ausgewählt. Ein Stern \* in diesem Feld markiert diejenige Signaldatei, deren Parameter im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** geladen sind. Nur diese Datei kann gespeichert werden.

## Zoomen

Einzelne Kurvenbereiche im Fenster **EXPLORATORY CURVES** können durch Zoomen der gewünschten Fläche mit gedrückter linker Maustaste vergrößert werden (Zurücksetzen siehe *Autoskalierung*).

## Autoskalierung

### **EXPLORATORY CURVES / Plot / Auto scale (F4)**

Zoomen zurücksetzen und X- und Y-Achse so skalieren, dass alle Messpunkte von allen Signalkurven sichtbar sind. Diese Funktion ist auch bei laufenden Messungen aktiv.

## Achsen invertieren

### **EXPLORATORY CURVES / Plot / Swap axis / abscissa**

X-Achse für die aktuelle Signalkurve invertieren.

### **EXPLORATORY CURVES / Plot / Swap axis / ordinate**

Y-Achse für die aktuelle Signalkurve invertieren.

## Grafische Eigenschaften für Signalkurven

### **EXPLORATORY CURVES / Plot / Page properties**

Die Bildeigenschaften des Fensters **EXPLORATORY CURVES** können auf dem Blatt **page** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Bildeigenschaften*, Kap. 3.5).

Die Eigenschaften der X- und Y-Achsen können auf den Blättern **x axis** und **y axis** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Achseneigenschaften*, Kap. 3.5).

### **EXPLORATORY CURVES / Plot / Dynamic signal properties**

Die Eigenschaften der dynamischen Signalkurve (laufende Messung) können auf dem Blatt **Dynamic curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften*, Kap. 3.5).

### **EXPLORATORY CURVES / Plot / Selected signal properties**

Die Eigenschaften der ausgewählten Signalkurve

können auf dem Blatt **Selected curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften, Kap. 3.5*).

**EXPLORATORY CURVES / Plot / Other signal properties**

Die Eigenschaften aller anderer Signalkurven können auf dem Blatt **Other curves** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften, Kap. 3.5*).

---

**Achtung:** Die Linieneigenschaften von Achsen oder Signalkurven können im **LINE PROPERTIES** Fenster definiert werden (Details siehe *Linieneigenschaften, Kap. 3.5*)

---

### Kopieren in Zwischenablage

**EXPLORATORY CURVES / Plot / Copy to clipboard**

Der aktuelle Inhalt des Fensters **EXPLORATORY CURVES** wird in die Zwischenablage kopiert.

### Als erweitertes Metafile abspeichern

**EXPLORATORY CURVES / Plot / Save as enhanced metafile**

Speichert den aktuellen Inhalt des **EXPLORATORY CURVES** Fensters als erweitertes Metafile (\*.emf).

### Beschriftung ändern

**EXPLORATORY CURVES / Plot / Change Y axis text**

Beschriftungstext für Y-Achse ändern.

**EXPLORATORY CURVES / Plot / Change title**

Den oberhalb der Kurve angezeigten Titeltext ändern.

### Signalkurven löschen

Eine einzelne oder alle Signalkurven, die im Fenster **EXPLORATORY CURVES** geladen sind, können durch die Wahl des entsprechenden Menüpunktes im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** gelöscht werden.

**EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Clear**

Löschen der ausgewählten Signalkurve im Fenster **EXPLORATORY CURVES**.

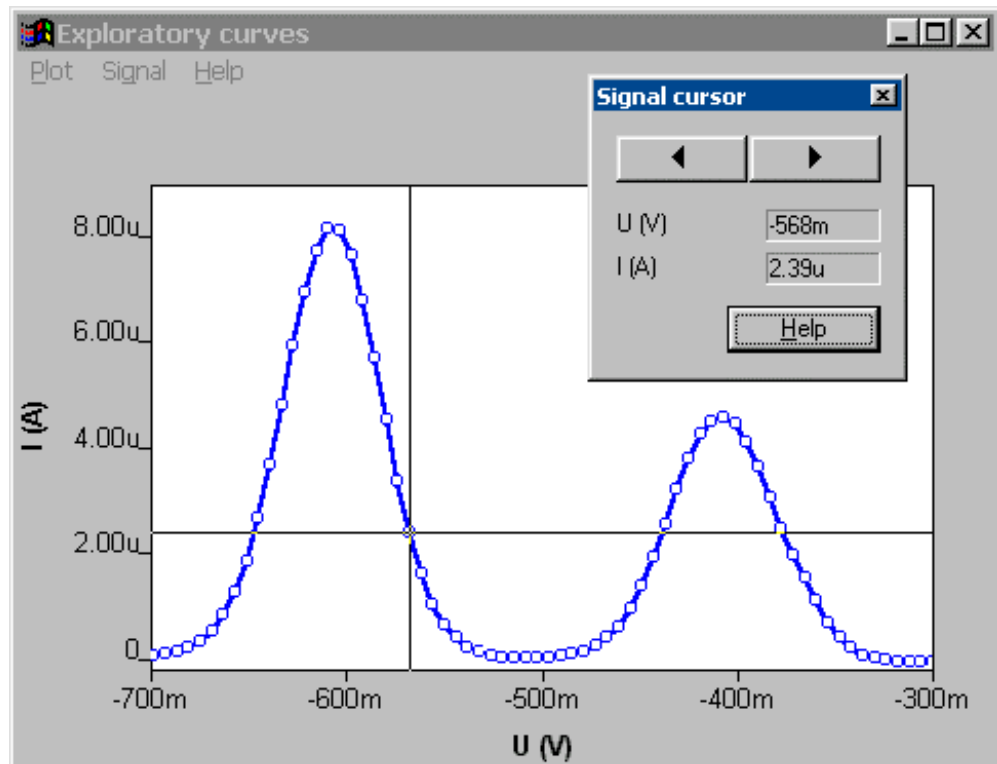
**EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Clear all**

Löschen aller Signalkurven im Fenster **EXPLORATORY CURVES**.

## Signal-Cursor

### EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Signal cursor

Öffnen des Fensters **SIGNAL CURSOR** für die Auswahl der Messpunkte. Der X- und Y-Wert des ausgewählten Messpunktes wird im Fenster angezeigt.



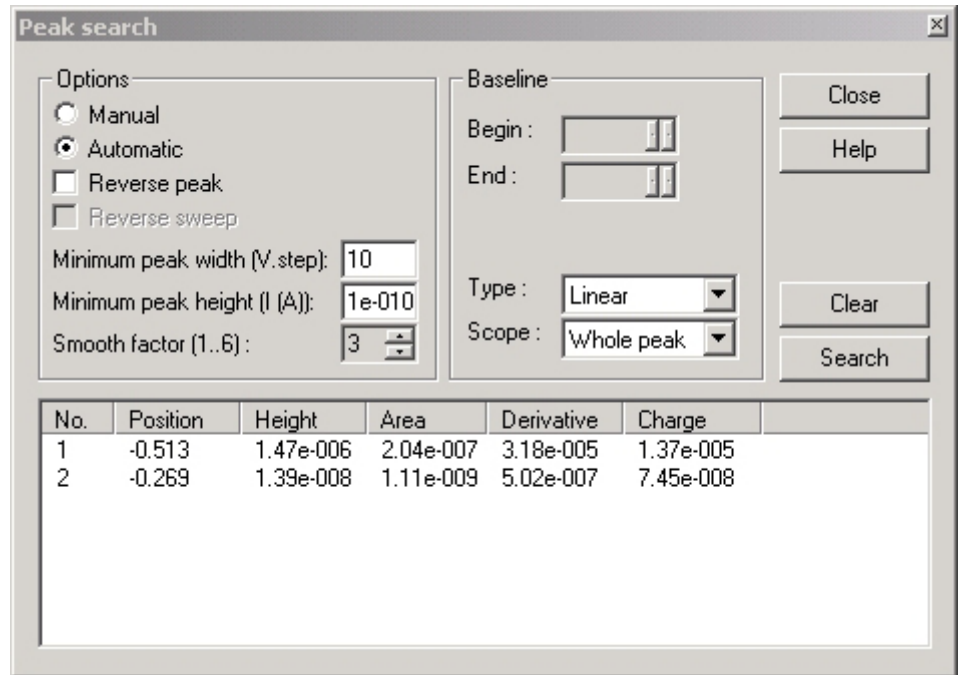
Cursor zum nächsten oder vorhergehenden Messpunkt auf dem ausgewählten Signal verschieben.

## Peaksuche

Automatische oder manuelle Peakauswertung von aufgenommenen Signalkurven. Die Resultate (Peakposition, Höhe, Fläche, Ableitung) werden in der Resultattabelle aufgeführt, die berechneten Basislinien und Peakpositionen werden zusätzlich im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt.

### EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search

Öffnen des Fensters **PEAK SEARCH** für den Start der quantitativen Peakauswertung.



**Options** Allgemeine Parameter zur Peakauswertung.

**Manual**

Die Fusspunkte für die Basislinienberechnung müssen manuell gesetzt werden.

**Automatic**

Die Fusspunkte für die Basislinienberechnung werden automatisch berechnet.

**Reverse peak**

Auswertung von umgekehrten Peaks ermöglichen (Peaks mit entgegengesetzter Richtung verglichen mit der Sweeprichtung: negative Peaks bei anodischen Sweeps; positive Peaks bei kathodischen Sweeps).

**Reverse sweep**

Auswertung im Rückwärtssweep von zyklischen Voltammogrammen ermöglichen (nur bei CV und CVS).

**Minimum peak width (V.step) [ ≥ 0 ; 10 ]**

Minimale Peakbreite für die Peakerkennung, anzugeben als Anzahl Spannungsschritte **Voltage steps** (= Anzahl Messpunkte).

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


Minimale Peakhöhe für Peakerkennung.


**Smooth factor [ 1...6 ; 3 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky-Golay-Glättung der Basislinie (1 = min., 6 = max. Glättung).

**Baseline** Parameter für Basislinienberechnung.

**Begin (V)** (für CPVS: s) [ **Start potential...End potential ; -** ]  
Manuelle Einstellung des Start-Fusspunktes für die

Basislinienberechnung. Die Werte können durch Klicken der Knöpfe  oder durch Klicken ins Eingabefeld und Drücken der Pfeiltasten ↑ oder ↓ erhöht oder erniedrigt werden. Bei automatischer Peakauswertung ist dieses Feld nicht editierbar (Anzeige **n/a**).

**End (V)** (für CPVS: **s**) [ **Start potential...End potential ; -** ]  
Manuelle Einstellung des End-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Die Werte können durch Klicken der Knöpfe  oder durch Klicken ins Eingabefeld und Drücken der Pfeiltasten ↑ oder ↓ erhöht oder erniedrigt werden. Bei automatischer Peakauswertung ist dieses Feld nicht editierbar (Anzeige **n/a**).

**Type** [ **Linear, Polynomial, Exponential ; Linear** ]  
Wahl des Basislinientyps. Automatische Peakbestimmung ist nur möglich mit den Typen linear und horizontal.

**Scope** [ **Whole peak, Front end, Rear end ; Whole peak** ]  
Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn als Basislinientyp **Linear** ausgewählt ist.



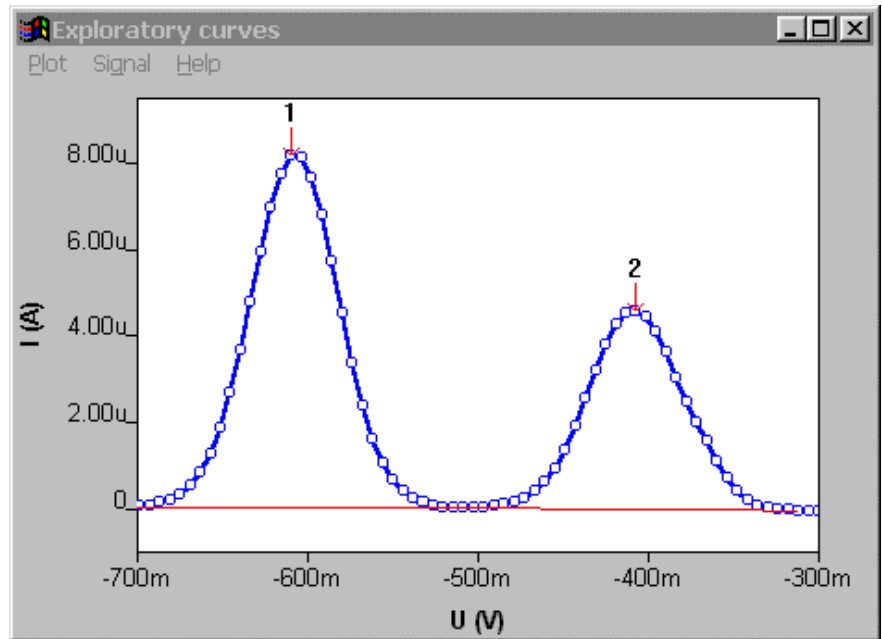
Fenster **PEAK SEARCH** schliessen.



Löschen aller Resultate der Peakauswertungen, die in der Resultattabelle und im Fenster **EXPLORATORY CURVES** eingetragen sind.



Peakauswertung mit den aktuell im Fenster **PEAK SEARCH** eingetragenen Parametern starten. Die berechneten Basislinien und Peakpositionen werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt.



### Resultattabelle

Anzeige der Resultate der Peakauswertung.

- No.** Resultatnummer. Diese Nummer wird auch im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Durch Klicken dieser Nummer mit der rechten Maustaste wird das folgende Menü geöffnet:

**Edit baseline**

Öffnen des Fensters **EDIT BASELINE** zur nachträglichen Änderung der Peakauswertung für den ausgewählten Peak (siehe *Basislinie editieren*, Kap. 4.3).

**Copy**

Kopieren der ausgewählten Resultatzeile in die Zwischenablage.

**Copy Peak List**

Kopieren aller Resultatzeilen in die Zwischenablage.

**Copy Graphed Results**

Der aktuelle Inhalt des Fensters **EXPLORATORY CURVES** wird in die Zwischenablage kopiert.

**Position (V)**

Berechnete Peakspannung am Peakmaximum.

**Height (A)**

Berechnete Peakhöhe von der Basislinie bis zum Peakmaximum.

**Area (W)**

Berechnete Peakfläche zwischen der Basislinie und der Peakkurve.

**Derivative**

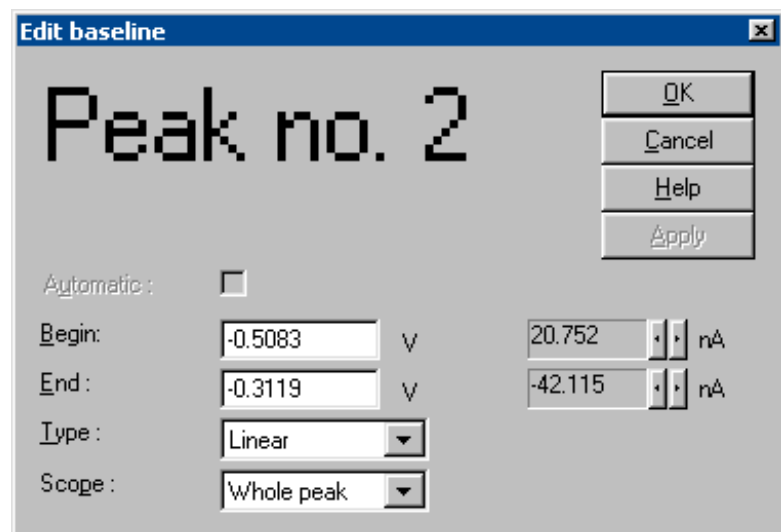
Berechnete Differenz zwischen dem positiven und negativen Maximum der ersten Ableitung des Voltammogramms.


**Charge (C)**

Berechnete Ladung die während des entsprechenden Peaks übertragen wurde.


**Basislinie editieren**

Nachträgliche Änderung der Peakauswertung für einen gefundenen Peak. Die Resultate werden im Fenster **PEAK SEARCH** angezeigt. Dieses Fenster wird geöffnet, indem man mit der rechten Taste auf die Nummer eines gefundenen Peaks im Fenster **PEAK SEARCH** klickt und den Menüpunkt **Edit baseline** auswählt.

**Begin**

Manuelle Einstellung des Start-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Der Fusspunkt kann entweder durch Ändern des Spannungswertes (Zeit bei CPVS) im ersten Feld oder durch Klicken der Knöpfe  im zweiten Feld, welches den aktuellen Stromwert anzeigt, bewegt werden.

**End**

Manuelle Einstellung des End-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Der Fusspunkt kann entweder durch Ändern des Spannungswertes (Zeit bei CPVS) im ersten Feld oder durch Klicken der Knöpfe  im zweiten Feld, welches den aktuellen Stromwert anzeigt, bewegt werden.

**Type of baseline [ Linear, Polynomial, Exponential, Horizontal ; Linear ]**

Wahl des Basislinientyps.

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

Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn als Basislinientyp **Linear** ausgewählt ist.



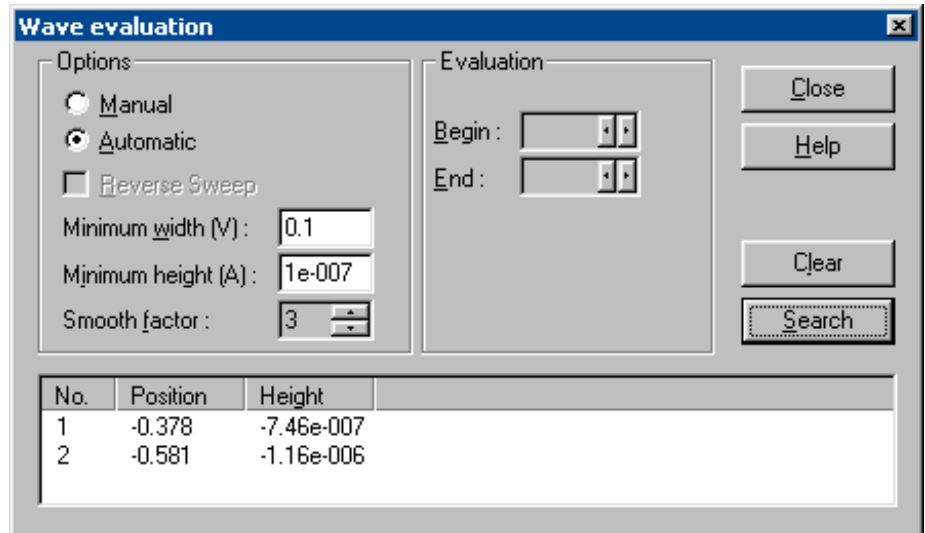
Neue Peakauswertung mit den aktuell im Fenster **EDIT PEAK** eingetragenen Parametern starten.

## Stufenauswertung

Automatische Auswertung von Stufen in aufgenommenen DC- und NP-Signalkurven. Die Resultate (Position des Halbstepentials und Stufenhöhe) werden in der Resultattabelle aufgeführt, die berechneten Tangenten und Positionen der Halbstepentiale werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt.

### EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Wave evaluation

Öffnen des Fensters **WAVE EVALUATION** für den Start der quantitativen Stufenauswertung.



**Options** Allgemeine Parameter zur Stufenauswertung.

#### **Manual**

Manuelle Stufenauswertung. Die Start- und Endpunkte für die Tangentenberechnung müssen manuell gesetzt werden.

#### **Automatic**

Automatische Stufenauswertung. Die Start- und Endpunkte für die Tangentenberechnung werden automatisch gesetzt.

#### **Minimum width (V) [ > 0...5 V ; 0.1 V ]**

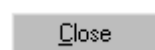
Minimale Breite für die Stufenerkennung.

#### **Minimum height (A) [ > 50 pA ; 100 nA ]**

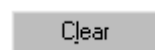
Minimale Stufenhöhe für die Stufenerkennung.

#### **Smooth factor [ 1...6 ; 3 ]**

Glättungsfaktor für die Savitzky-Golay-Glättung der Stufe (**1** = minimale Glättung, **6** = maximale Glättung).

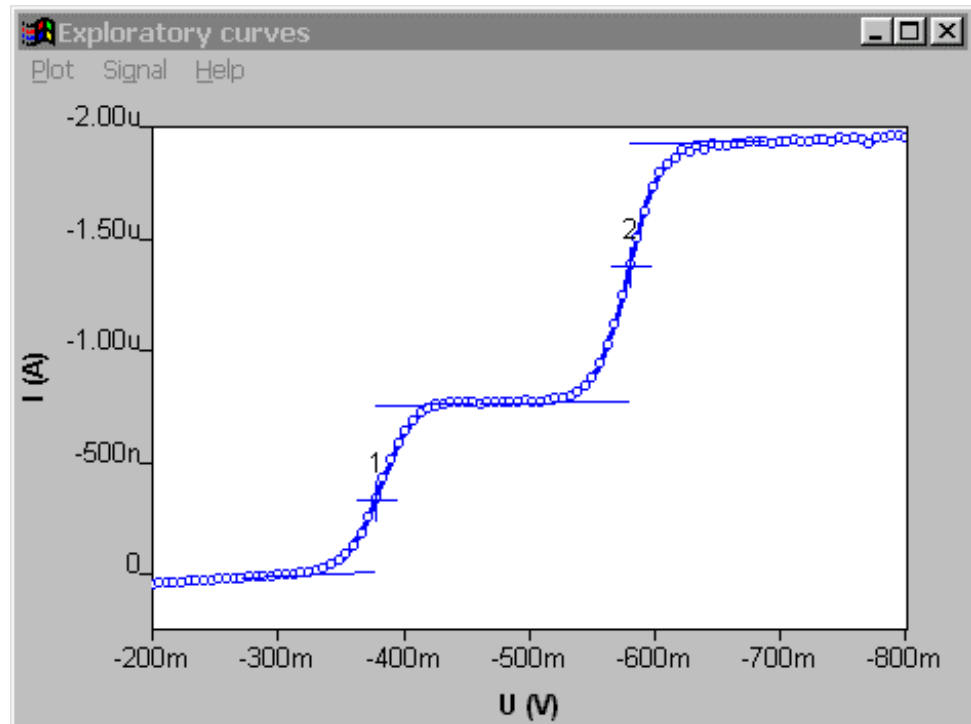


Fenster **WAVE EVALUATION** schliessen.



Löschen aller Resultate der Stufenauswertungen, die in der Resultattabelle und im Fenster **EXPLORATORY CURVES** eingetragen sind.

Stufenauswertung mit den aktuell im Fenster **WA-VE EVALUATION** eingetragenen Parametern starten. Die berechneten Positionen der Halbstufenpotentiale und Tangenten werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt.



### Resultattabelle

Anzeige der Resultate der Stufenauswertung.

**No.** Resultatnummer. Diese Nummer wird auch im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Durch Klicken dieser Nummer mit der rechten Maustaste wird das folgende Menü geöffnet:

#### **Copy**

Kopieren der ausgewählten Resultatzeile in die Zwischenablage.

#### **Copy All** oder **Copy Wave List**

Kopieren aller Resultatzeilen in die Zwischenablage.

#### **Copy Graphed Results**

Der aktuelle Inhalt des Fensters **EXPLORATORY CURVES** wird in die Zwischenablage kopiert.

#### **Position (V)**

Berechnete Halbstufenspannung.

#### **Height (A)**

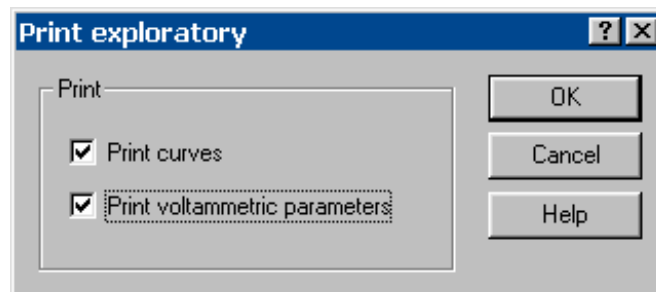
Berechnete Stufenhöhe zwischen den Tangenten an der Position des Halbstufenpotentials.

## 4.4 Drucken in der Betriebsart «Exploratory»



### HAUPTFENSTER / File / Print (Ctrl+P)

Parameter und/oder Kurven drucken. Es erscheint das Fenster **PRINT EXPLORATORY** zur Auswahl der zu druckenden Elemente.



Wird **Print curves** aktiviert, so wird der Inhalt des Fensters **EXPLORATORY CURVES** auf der oberen Seitenhälfte (bei Druck im Hochformat) oder auf der ganzen Seite (bei Druck im Querformat) gedruckt.

Wird **Print voltammetric parameters** aktiviert, so werden die im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** definierten voltammetrischen Parameter gedruckt.

Kurven und voltammetrische Parameter werden immer auf zwei verschiedenen Seiten gedruckt.

# 5 Betriebsart «Determination»

## 5.1 Übersicht über Betriebsart «Determination»

### Besonderheiten der Betriebsart «Determination»

Der Programmteil «Determination» dient zur **quantitativen voltammetrischen Analyse** anorganischer und organischer Substanzen. Er umfasst neun verschiedene Messtechniken und die Möglichkeit zur Inversvoltammetrie (Stripping-Methoden). Die quantitative Auswertung kann via Standardaddition oder Kalibrierkurve vorgenommen werden.

Die Peakauswertung erfolgt automatisch, für die Approximation der Basislinie sind verschiedene Funktionen (linear, polynomisch, horizontal, exponentiell) wählbar. Bei asymmetrischen Peaks besteht die Möglichkeit, nur die vordere oder hintere Peakhälfte auszuwerten.

Peakauswertung und Resultatberechnung werden in einem individuell zusammenstellbaren **Report** dokumentiert, der auch Voltammogramme und Kalibrierkurven enthalten kann.

Die Parameter für die voltammetrische Analyse werden in einer Methodendatei gespeichert. Die im Arbeitsspeicher geladene und für neue Bestimmungen benutzte Methode wird als **Arbeitsmethode ("Working Method")** bezeichnet. Im Gegensatz dazu bezeichnet die **Bestimmungsmethode ("Determination Method")** jene Methode, welche für die Aufnahme der geladenen Bestimmung benutzt wurde und zusammen mit den Messdaten in der Bestimmungsdatei abgespeichert wurde.

### Wahl der Betriebsart «Determination»



#### HAUPTFENSTER / Mode / **D**etermination

Wechsel zur Betriebsart «Determination» für die Aufnahme und Anzeige von Bestimmungen.

### Fenster in der Betriebsart «Determination»



#### HAUPTFENSTER / Window / Working method specification (F6)

Das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** wird geöffnet oder (falls schon offen) geschlossen. Es enthält die Spezifikationen der im Arbeitsspeicher geladenen Arbeitsmethode.


**HAUPTFENSTER / Window / Monitor (F7)**

Das Fenster **MONITOR** wird geöffnet oder (falls schon offen) geschlossen. Es dient zum Start einer Bestimmung mit Hilfe der Arbeitsmethode und zeigt die aktuellen Messkurven der laufenden Bestimmung an.


**HAUPTFENSTER / Window / Determination curves (F8)**

Das Fenster **DETERMINATION CURVES** wird geöffnet oder (falls schon offen) geschlossen. Es zeigt Bestimmungs- und Kalibrierkurven der geladenen Bestimmung und bietet die Möglichkeit für Nachberechnungen und Änderungen der geladenen Bestimmung.


**HAUPTFENSTER / Window / Results (F9)**

Das Fenster **RESULTS** wird geöffnet oder (falls schon offen) geschlossen. Es enthält den ausführlichen Report der geladenen Bestimmung.


**HAUPTFENSTER / Window / Sample table (F10)**

Das Fenster **SAMPLE TABLE** wird geöffnet oder (falls schon offen) geschlossen. (Nur wählbar, wenn auf dem **GENERAL SETTINGS/Automation** Blatt **Use sample table** für **Working method source** eingestellt wurde)

## 5.2 Arbeitsmethode

### Methoden laden und speichern

Methodendateien (\*.mth) enthalten alle Spezifikationen und Parameter für die Durchführung einer Bestimmung.


**HAUPTFENSTER / File / New method (Ctrl+N)**

Laden einer Standardmethode mit DP-Modus in den Arbeitsspeicher für das Erstellen einer neuen Methode.


**HAUPTFENSTER / File / Load method (Ctrl+O)**

Laden einer bestehenden Methodendatei in den Arbeitsspeicher. Der Name der geladenen Methode wird in der Statusleiste des Hauptfensters **797 VA COMPUTRACE** angezeigt.


**HAUPTFENSTER / File / Save method (Ctrl+S)**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode. Die alte Datei wird überschrieben.

**HAUPTFENSTER / File / Save method as ...**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode in einer neuen Datei. Geben Sie Na-

men und Verzeichnis für die Speicherung der Methodendatei ein.

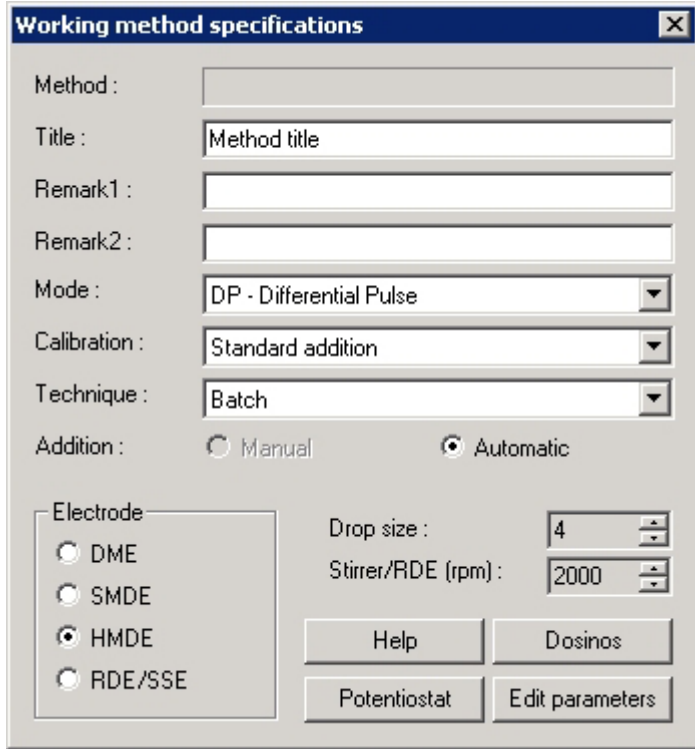
#### HAUPTFENSTER / File / Export results ...

Speichern des Resultatreports der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in eine ASCII-Datei mit der Erweiterung **\*.txt**. Diese Textdateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel importiert werden.

**Achtung:** Der Standardordner in den die Methoden abgespeichert bzw. von dem sie geladen werden, wird auf dem **User directories** Blatt des **USER RIGHTS** Fensters definiert.

### Fenster «Working method specifications»

Das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** enthält die wichtigsten Spezifikationen der Arbeitsmethode (im Arbeitsspeicher geladene Methode). Die restlichen Einstellungen und Parameter für die Arbeitsmethode können durch Klicken der Knöpfe **<Edit parameters>**, **<Potentiostat>** und **<Dosinos>** aufgerufen werden.



#### Method [ nur Anzeige ]

Dateiname der im Arbeitsspeicher geladenen Methode (nur sichtbar, wenn die Methode bereits gespeichert wurde).

#### Title [ 0...68 Zeichen ; "Method title" ]

Methodentitel.

#### Remark1 [ 0...68 Zeichen ; ]

Bemerkung 1 zu Methode.

**Remark2 [ 0...68 Zeichen ; ]**

Bemerkung 2 zu Methode.

**Mode**

Wahl des VA-Messmodus (siehe *VA Messmodi, Kap. 3.2*).

**Calibration [ siehe unten ; Standard addition manual ]**

Wahl der Kalibriertechnik (siehe auch *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS, Kap. 6.2*):

**Standard addition**

Standardaddition. Die Anzahl Aufstockungen wird auf dem Blatt **Determination** definiert, die Standard-Lösungen auf dem Blatt **Substances**, und die Dosiergeräte im Fenster **DOSINOS**.

**Sample with calibration curve**

Probenbestimmung mit Hilfe von zuvor aufgenommenen Kalibrierkurven. Die Bestimmung mit der aufgenommenen Kalibrierkurve muss auf dem Blatt **Determination** definiert werden.

**Record calibration curve**

Aufnahme von Kalibrierkurven. Die Anzahl von Lösungszugaben wird auf dem Blatt **Determination** definiert, die Lösungen selber auf dem Blatt **Substances** und die Dosiergeräte im Fenster **DOSINOS**.

---

**Achtung:** Bei den beiden Galvanikbad-Modi CVS und CPVS gibt es andere **Calibration**-Techniken. Siehe *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS, Kap. 6.2*.

---

**Technique [ siehe unten ; Batch ]**

Wahl der Messtechnik:

**Batch**

Messung ohne Lösungsaustausch.

**Batch with solution exchange**(nicht auswählbar mit den Modi CPVS und CVS)

Messung mit Lösungsaustausch für jede Standardaddition oder Kalibrierlösung.

**Taken from calibration curve**

Diese Option wird automatisch eingestellt, falls **Sample with calibration curve** gewählt wurde.

**Addition [ Manual, Automatic ; Manual ]**

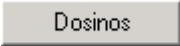

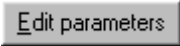
Wahl der manuellen oder automatischen Standardaddition bzw. Aufnahme von Kalibrierkurven:

**Manual**

Manuelle Standardaddition bzw. Aufnahme von Kalibrierkurven mit Hilfe einer Pipette.

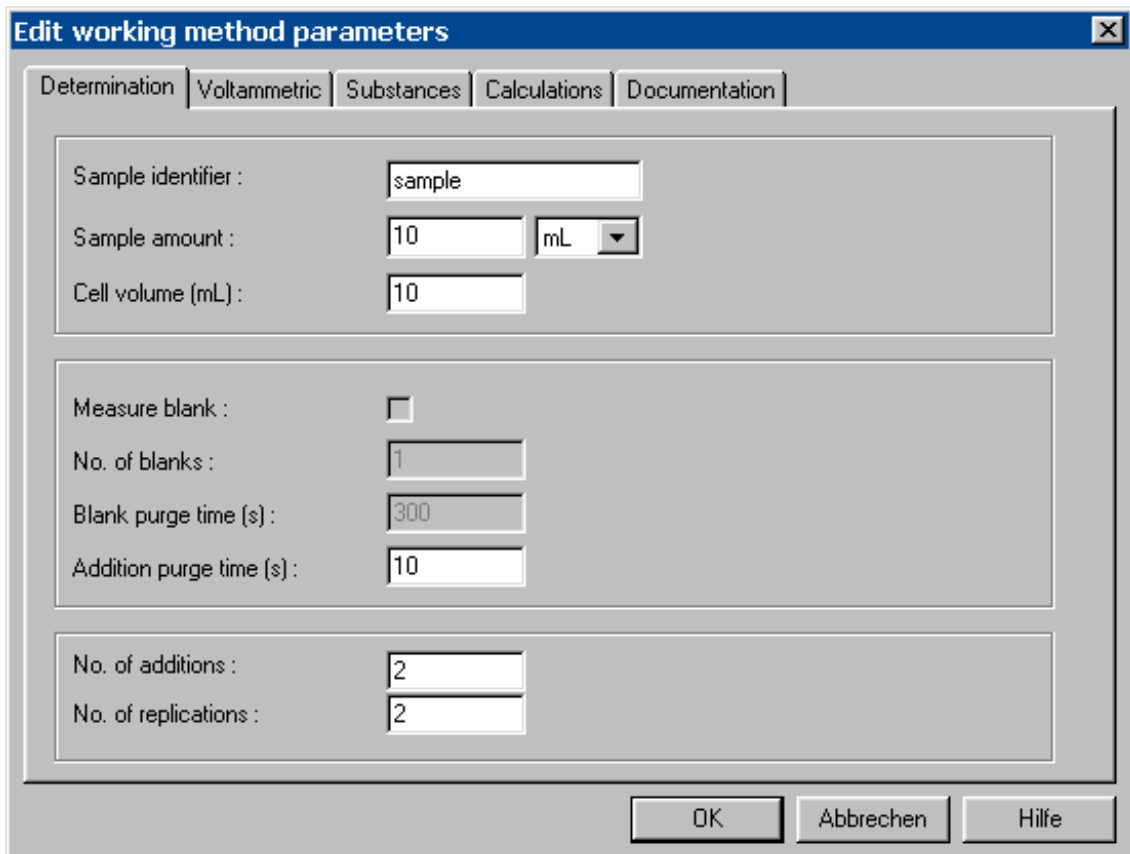
**Automatic**

Automatische Standardaddition bzw. Aufnahme von Kalibrierkurven mit Hilfe von Dosiergeräten.

<b>Electrode</b>	Wahl der Elektrode (siehe <i>Elektroden</i> , Kap. 3.1).
<b>Drop size</b>	Tropfengröße für SMDE oder HMDE (siehe <i>Elektroden</i> , Kap. 3.1).
<b>Stirrer</b>	Rühreinstellungen (siehe <i>Rühren</i> , Kap. 3.4).
	Dosiergeräteeinstellungen (siehe <i>Dosiergeräte</i> , Kap. 5.2).
	Potentiostat-Einstellungen (siehe <i>Potentiostat</i> , Kap. 3.3).
	Parameter der Arbeitsmethode editieren (siehe <i>Blatt «Determination»</i> , <i>Blatt «Voltammetric»</i> , <i>Blatt «Substances»</i> , und <i>Dokumentation</i> ).

## Blatt «Determination»

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab.



**Sample identifier** [ 32 Zeichen ; "sample" ]  
Probenidentifikation.

**Achtung:** Der **Sample identifier** wird im Dateinamen übernommen. Damit beim automatisierten Betrieb mit Probenwechsler jeweils die aktuelle

Kalibrationsdatei für die Berechnung übernommen wird, muss der bei der Aufnahme der Kalibrationskurve (mit **Calibration-Technik Record calibration curve**) angegebene **Sample identifier**, mit dem Dateinamen der Kalibrationsdatei die bei der Probenbestimmung (mit der **Calibration-Technik Sample with calibration curve**) für den Parameter **Calibration curve** (siehe unten) angegeben wird, übereinstimmen.

Beispiel für **Sample identifier** : CalibrationLead

**Sample amount (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Menge der ins Messgefäß zugegebenen Probe.

**Sample unit [ mL, g ; mL ]**

Wahl der Einheit für die Probenmenge.

**Achtung:** Die auf dem **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS/Determination** Blatt ausgewählte Sample unit bestimmt die Auswahlliste für die **Final Unit** im **CALCULATION** Fenster.

mL → #g / #L [g/L]

g → #g / #g [g/kg]

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer(manuell zugegeben oder vordosiert mit einem Dosiergerät)) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probenkonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Achtung:** Die Proben- und Lösungsparameter (**Sample identifier, Sample amount, Sample unit, Cell volume**) sind für die Galvanikbad-Modi CVS und CPVS anders.

**Measure blank [ on, off ; off ]**

Messung einer Blindlösung vor der Probenbestimmung. Die gemessene Blindkurve wird anschließend automatisch von allen nachträglich aufgenommenen Kurven subtrahiert. Diese Hintergrundkompensation wird vorwiegend dazu benutzt, die durch den Grundelektrolyt bedingten Störungen zu reduzieren. Zu diesen Störungen gehören sowohl die Anwesenheit der zu bestimmenden Substanz (Blindwert) als auch diejenige von fremden, im selben Bereich elektroaktiven Substanzen.

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

Anzahl Messungen der Blindlösung zur Bestimmung der Blindkurve. Wird mehrmals gemessen,

so wird aus den einzelnen Messungen eine mittlere Blindwertkurve bestimmt.

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

Entlüftungszeit vor der Messung der Blindlösung.

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

Entlüftungszeit für alle nachfolgenden Messungen nach der Messung der Probe (bei Standard-addition) oder der ersten Kalibrierlösung falls **Batch** für **Technique** gewählt wurde (für die erste Messung wird die Entlüftungszeit **Initial purge time** verwendet).

---

**Achtung:** Die Blank-Messungs-Parameter (**Measure blank, No. of blanks, Blank purge time, Addition purge time**) sind für die Galvanikbad-Modi CVS und CPVS anders.

---

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

Entlüftungszeit nach Lösungswechsel falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde.

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

Anzahl Zugaben von Aufstock- oder Kalibrierlösungen falls **Batch** für **Technique** gewählt wurde.

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

Anzahl der zu messenden Lösungen falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde.

**Calibration curve [ Pfad + Dateiname ; ]**

Wahl der Bestimmungsdatei mit der aufgenommenen Kalibrierkurve, welche verwendet werden soll, falls **Sample with calibration curve** für **Calibration** gewählt wurde. Wird auch mit der **Calibration-Technik "DT Suppressors with calibration curve"** in den beiden Galvanikbad-Modi CVS und CPVS gebraucht.

---

**Achtung:** Damit beim automatisierten Betrieb mit Probenwechsler jeweils die aktuelle Kalibrationsdatei für die Berechnung übernommen wird, muss der Dateiname der Kalibrationsdatei die bei der Probenbestimmung für den Parameter **Calibration curve** (mit **Calibration-Technik Sample with calibration curve**) angegeben wurde, mit dem bei der Aufnahme der Kalibrationskurve (mit **Calibration-Technik Record calibration curve**) angegebenen **Sample identifier** (siehe oben), übereinstimmen.

---

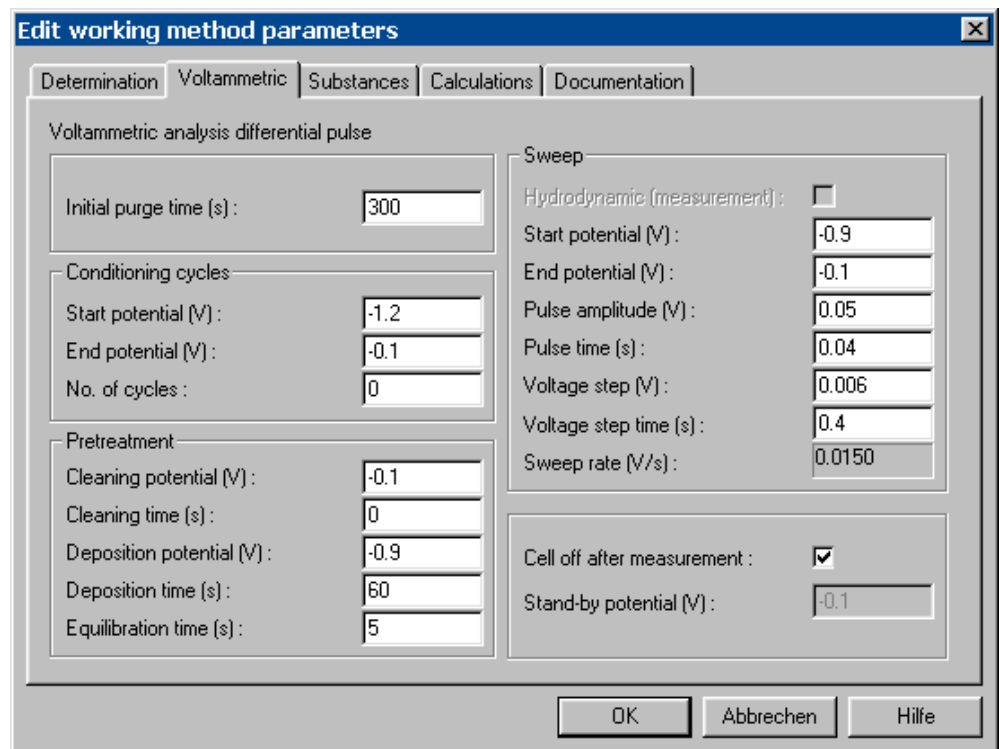
Beispiel für **Calibration curve** :  
 C:\Programme\Metrohm\797 VA Computrace\Data\CalibrationLead.dth

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

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt «Voltammetric»**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab.



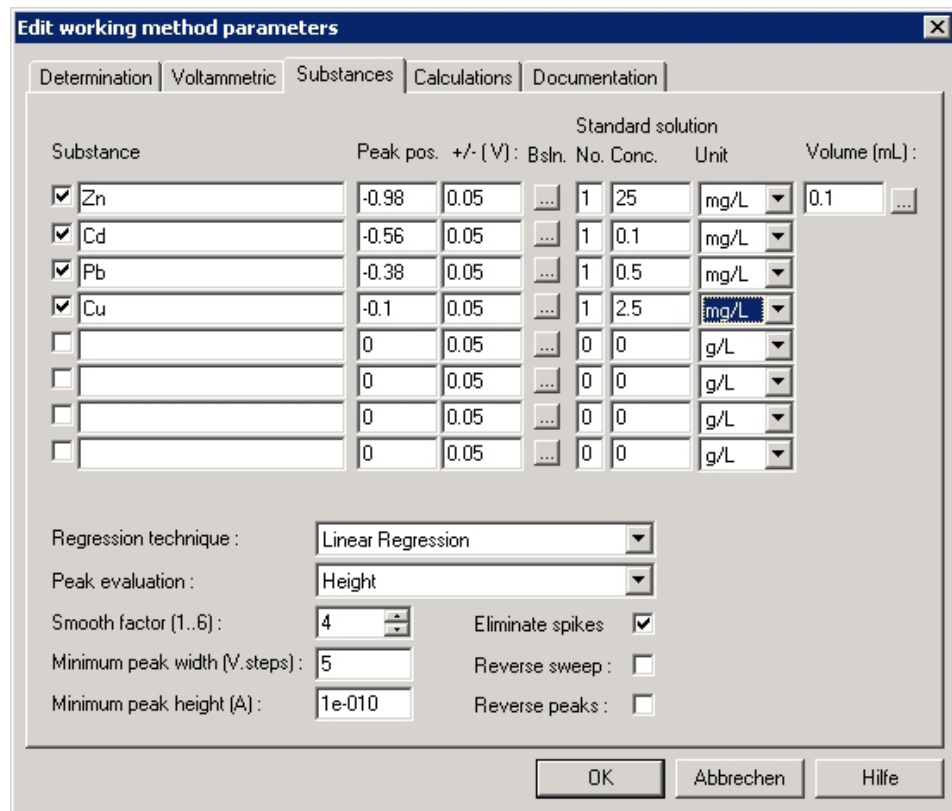
Für eine detaillierte Beschreibung dieser Parameter siehe *Kap. 3.4 Allgemeiner Programmablauf*, und *Kap. 3.2 VA Messmodi*.

Wenn Sie mit den Galvanikbad-Modi CVS oder CPVS arbeiten, siehe *Kap. 8.6 Programmablauf in der Galvanikbad VA*.

**Blatt «Substances»**

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von

Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab.



Substance	Peak pos. +/- (V)	Bslh. No.	Conc.	Unit	Volume (mL)
<input checked="" type="checkbox"/> Zn	-0.98	0.05	1	25	mg/L
<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	0.05	0	0	g/L
<input type="checkbox"/>	0	0.05	0	0	g/L
<input type="checkbox"/>	0	0.05	0	0	g/L
<input type="checkbox"/>	0	0.05	0	0	g/L

Regression technique: Linear Regression

Peak evaluation: Height

Smooth factor (1..6): 4

Minimum peak width (V.steps): 5

Minimum peak height (A): 1e-010

Eliminate spikes:

Reverse sweep:

Reverse peaks:


**Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.

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

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

**Bslh.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie*, Kap. 5.2). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Standard solution (Additive solution mit CVS und CPVS)**

Definition von Standard-Lösungen für die Standardaddition oder von Lösungen für die Aufnahme von Kalibrierkurven. Diese Parameter werden nicht angezeigt falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde.

**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Lösung, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch

mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes sein. Falls gemischte Standards verwendet werden, muss die Nummer dieser Mischlösung bei jeder der darin enthaltenen Substanzen eingegeben werden.

---

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4..7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1..4).

---


**Conc. [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung.

**Unit [ pg/L...g/L ; g/L ]**

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung. Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS:  
[ fL/L...mL/L ; mL/L ]

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe, Kap. 5.2*). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde oder falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

 Cell

Klicken Sie diesen Knopf um das Fenster **CELL CONCENTRATIONS** zu öffnen, in dem die Konzentrationen der für die Standardaddition oder für die Aufnahme von Kalibrierkurven verwendeten Lösungen für die ausgewählte Substanz eingegeben werden können (Details siehe *Konzentrationen von Lösungen, Kap. 5.2*). Dieser Knopf erscheint nur falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde.

**Regression technique [ siehe unten ; Linear Regression ]**

Wahl der Regressionstechnik:

**Linear Regression**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

**Nonlinear Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet. Diese Option ist nur verfügbar, falls **Record calibration curve**, **DT Record calibration curve** oder **RC Record response curve** für **Calibration** gewählt wurde.

**Linear Regression (through Zero)**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet, die durch den Nullpunkt geht. Diese Option ist nur verfügbar, falls **Record calibration curve**, **DT Record calibration curve** oder **RC Record response curve** für **Calibration** gewählt wurde.

**Nonlinear Regression (through Zero)**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet, die durch den Nullpunkt geht. Diese Option ist nur verfügbar, falls **Record calibration curve**, **DT Record calibration curve** oder **RC Record response curve** für **Calibration** gewählt wurde.

**Linear Interpolation**

Die Regression wird mit einer linearen Interpolation durch 2 Punkte berechnet. Diese Option ist nur verfügbar, falls **Record calibration curve**, **DT Record calibration curve** oder **RC Record response curve** für **Calibration** gewählt wurde.

**Quadratic Interpolation**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet. Diese Option ist nur verfügbar, falls **Record calibration curve**, **DT Record calibration curve**, **DT Suppressors with Calibration Curve** oder **RC Record response curve** für **Calibration** gewählt wurde.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Height ]**

Wahl der Auswertegrösse für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung). Siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*

**Minimum peak width (V.step) [ ≥ 5 ; 5 ]**

Minimale Peakbreite für die Peakerkennung, anzugeben als Anzahl Spannungsschritte **Voltage steps** (= Anzahl Messpunkte).

**Minimum peak height (A) [ > 1 pA ; 100 pA ]**

Minimale Peakhöhe für die Peakerkennung.

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**


Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nur bei CV und CVS).

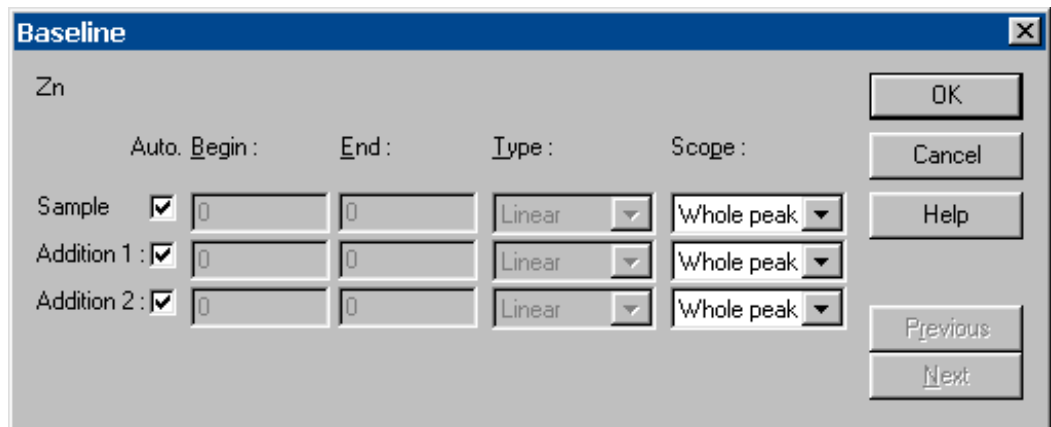
**Reverse peaks [ on, off ; off ]**

Peakauswertung von umgekehrten Peaks ermöglichen (Peaks mit entgegengesetzter Orientierung zur Sweep- oder Pulsrichtung).

**Achtung:** Falls Sie mit den Galvanikbad-Modi CVS oder CPVS arbeiten ist die Parameterliste anders.

## Basislinie

Das Fenster **BASELINE** enthält die Einstellungen für die Basislinienberechnung für eine einzelne Variations-Messung (= alle Replikationsmessungen der Probe, Aufstockung oder Kalibrierung) einer Substanz und wird durch Klicken auf den Knopf  in der Spalte **Bsln.** auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** geöffnet.



	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 ]**

Automatische Peakauswertung ein-/ausschalten.

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

Manuelle Einstellung des Start-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Falls **Auto** eingeschaltet ist, wird der automatisch berechnete Start-Fusspunkt angezeigt und das Feld kann nicht editiert werden.

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

Manuelle Einstellung des End-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Falls **Auto** eingeschaltet ist, wird der automatisch berechnete End-Fusspunkt angezeigt und das Feld kann nicht editiert werden.

**Type [ Linear, Polynomial, Exponential, Horizontal ; Linear ]**

Wahl des Basislinientyps. Falls **Auto** eingeschaltet ist, wird **Linear** angezeigt und das Feld kann nicht editiert werden.

**Scope** [ **Whole peak, Front end, Rear end ; Whole peak** ]  
Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung.  
Kann nur mit dem **Type** "Linear" editiert werden.

Previous

Wechsel zur vorhergehenden Seite in diesem Fenster.

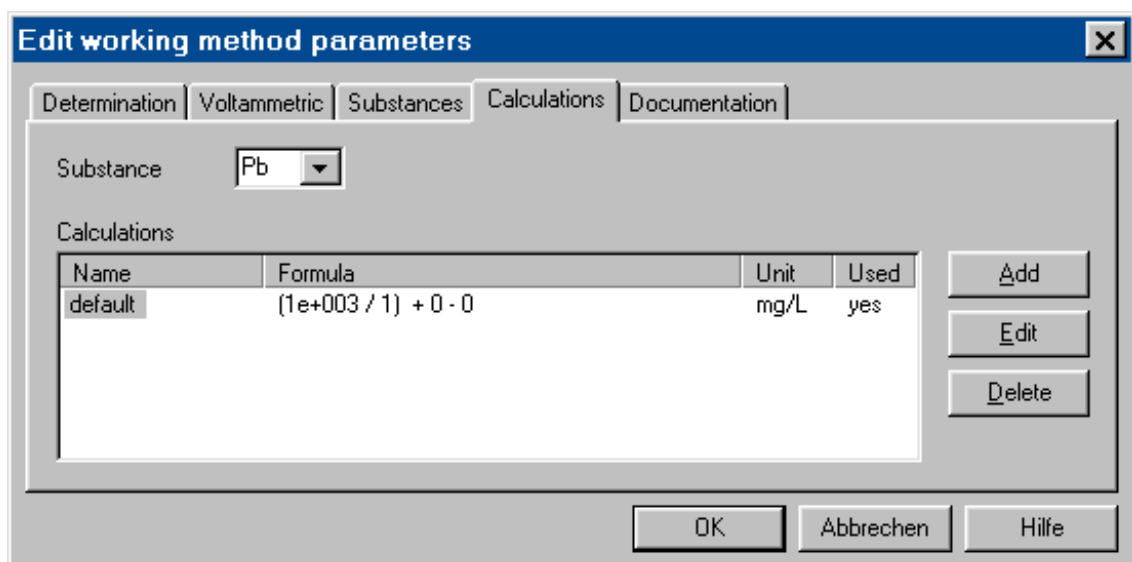
Next

Wechsel zur nächsten Seite in diesem Fenster.

**Achtung:** Für Galvanikbad VA empfiehlt Metrohm den Gebrauch der horizontalen Basislinie mit einem fixen Beginn und Ende.

## Blatt «Calculations»

Das Blatt **Calculations** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält für jede Substanz eine Tabelle mit allen für die Berechnung der Schlussresultate verwendeten Formeln.



### Substance

Wahl der Substanz mit den zugehörigen Berechnungsformeln.

### Calculations

Anzeige der definierten Berechnungsformeln.

#### Name

Name der Berechnungsformel. Ein Doppelklick auf den Namen öffnet das Fenster **CALCULATION** für das Editieren der Formel.

#### Formula

Anzeige der Berechnungsformel.

#### Unit

Einheit der Berechnungsformel.

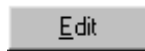
#### Used

Anzeige, ob die Formel verwendet wird oder nicht.

Die Verwendung der Formel kann geändert werden, indem mit der rechten Maustaste auf das Feld **Name** geklickt wird und eine der Menüoptionen **Use**, **Use all** oder **Use only** ausgewählt wird. Im Falle von **Use all** wird die erste Formel zur Resultatanzeige im **Calibration curve** Fenster verwendet.



Neue Berechnungsformel hinzufügen. Es öffnet sich automatisch das Fenster **CALCULATION** für das Editieren der Formel.



Es öffnet sich automatisch das Fenster **CALCULATION** für das Editieren der Formel.

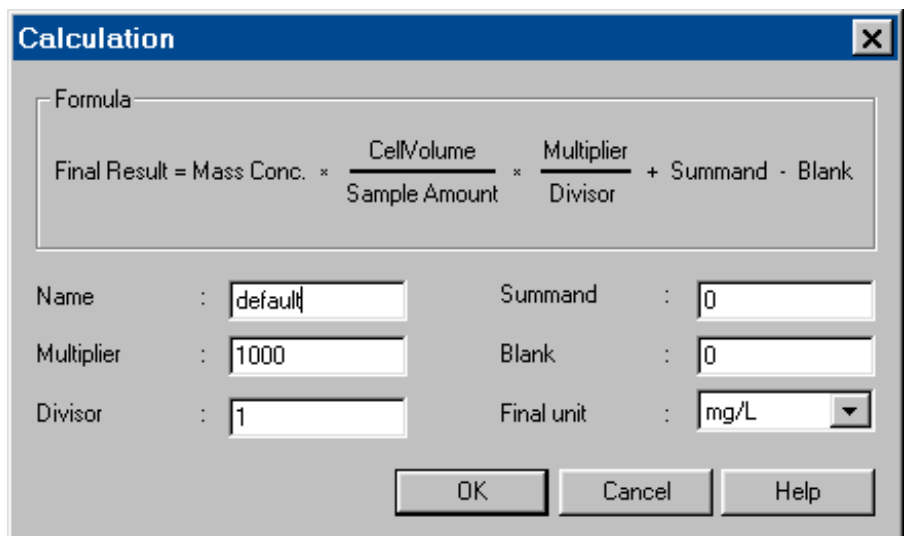


Ausgewählte Formel löschen.

**Achtung:** Falls Sie mit den Galvanikbad-Modi CVS bzw. CPVS und der **Calibration**-Technik "Standard addition plating bath" arbeiten, gibt es kein **Calculation** Blatt im **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fenster.

## Berechnung

Das Fenster **CALCULATION** wird geöffnet, wenn eine neue Formel auf dem Blatt **Calculations** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** hinzugefügt oder eine bestehende Formel editiert wird. Es enthält Formeln und Parameter für die Berechnung des Schlussresultats für die ausgewählte Substanz.



### Formula

Allgemeine Berechnungsformel für Schlussresultat.

### Name

Anwenderspezifischer Name für die Berechnungsformel.

**Final unit**

[ pg/L...g/L ; g/L ]

Falls auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters **mL** als Probeneinheit ausgewählt wurde.

[ pg/kg...g/kg ; g/kg ]

Falls auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters **g** als Probeneinheit ausgewählt wurde.

[ fL/L...mL/L ; mL/L ]

Falls mit CVS oder CPVS gearbeitet wird.

Einheit des Endresultats. Hängt von den auf dem **EDIT WORKING METHOD PARAMETER/Determination** gewählten Einheiten ab.

Für **Calibration**-Techniken, die nicht mit den Galvanikbad VA Modi verbunden sind wird folgende Formel angegeben:

Formula	
Final Result =	$\text{Conc.} \times \frac{\text{Cell Volume}}{\text{Sample Amount}} \times \frac{\text{Multipller}}{\text{Divisor}} + \text{Summand} \cdot \text{Blank}$

**Final Result**

Endresultat der Bestimmung. Am unteren Ende des Resultatblatts angezeigt.

**Conc.**

Die durch Messungen und interne Standard-Additions-Berechnungen erhaltene Probenkonzentration (wird im Substanz-Teil des Resultatblatts angezeigt).

**Cell Volume**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer (manuell zugegeben oder vordosiert mit einem Dosiergerät)) im Messgefäß beim Start der Bestimmung (wird im Proben-Teil des Resultatblatts angezeigt).

**Sample Amount**

Probenmenge, die in das Messgefäß gegeben wurde (wird im Proben-Teil des Resultatblatts angezeigt).

**Multipller** [ beliebige Zahl ; 1 ]

Multiplikator für Berechnungsformel.

**Divisor** [ beliebige Zahl ; 1 ]

Divisor für Berechnungsformel.

**Summand** [ beliebige Zahl ; 0 ]

Summand für Berechnungsformel.

**Blank** [ beliebige Zahl ; 0 ]

Blindwert, der vom Schlussresultat subtrahiert wird.

Für die Galvanikbad VA **Calibration**-Techniken "LAT" und "MLAT" (für Brightener Bestimmung), sowie "RC Sample with response curve" (für Suppressor Bestimmung) wird folgende Formel angegeben:

Formula	
Final Result =	$\text{Conc.} \times \frac{\text{Cell Volume}}{\text{Volume Prod. Bath}} \times \frac{\text{Multiplier}}{\text{Divisor}} + \text{Summand} - \text{Blank}$

#### Volume Prod. Bath

Das Volumen der zugebenen Badprobe (siehe *Badprobe, Kap. 6.4*).

Für die Galvanikbad VA **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve" (zur Bestimmung des "Calibration Factor" in der Suppressor Bestimmung) wird folgende Formel angegeben:

Formula	
Cal. factor Z =	$\frac{V(\text{std}) \cdot c(\text{std})}{V(\text{VMS}) + V(\text{std})} \times \frac{\text{Multiplier}}{\text{Divisor}} + \text{Summand} - \text{Blank}$

#### Cal. factor Z

Ist der "Calibration Factor", der für die Berechnung der Suppressor Konzentration im Bad benötigt wird. Er wird an der "Evaluation ratio" bestimmt. Die Standardeinheit für den **Cal. factor Z** ist mL/L. mL/L wird für alle internen Berechnungen verwendet, auch wenn die Ausgabeeinheit verändert wurde.

#### V(std)

Ist das Volumen der zugegebenen Suppressor-Standard-Lösung an der "Evaluation ratio".

#### c(std)

Ist die Konzentration der Suppressor-Standard-Lösung.

#### V(VMS)

Ist das Volumen zugegebener VMS (Virgin Make-up Solution).

Für die Galvanikbad VA **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" (für Suppressor Bestimmung) wird folgende Formel angegeben:

Formula	
Final result =	$Z \times \frac{V(\text{VMS}) + V(\text{prod.bath})}{V(\text{prod.bath})} \times \frac{\text{Multiplier}}{\text{Divisor}} + \text{Summand} - \text{Blank}$

#### Z


Ist der "Calibration Factor", der für die Berechnung der Suppressor Konzentration im Bad benötigt wird. Er wird an der "Evaluation ratio" bestimmt. Die Standardeinheit für den **Cal. factor Z** ist

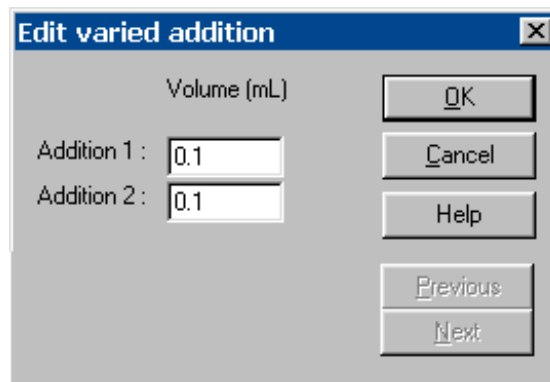
mL/L. mL/L wird für alle internen Berechnungen verwendet, auch wenn die Ausgabereinheit verändert wurde.

### V (prod.bath)

Ist das Volumen zugegebener Badprobe an der "Evaluation ratio".

## Variable Zugabe

Variable Zugabevolumina können im Fenster **EDIT VARIED ADDITION** eingegeben werden, welches durch Klicken auf den Knopf  für die ausgewählte Substanz in der Spalte **Volume** auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** geöffnet wird.

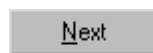


### Volume (mL) [ > 0.01 mL ; 0 mL ]

Zugabevolumen für jede Zugabe.




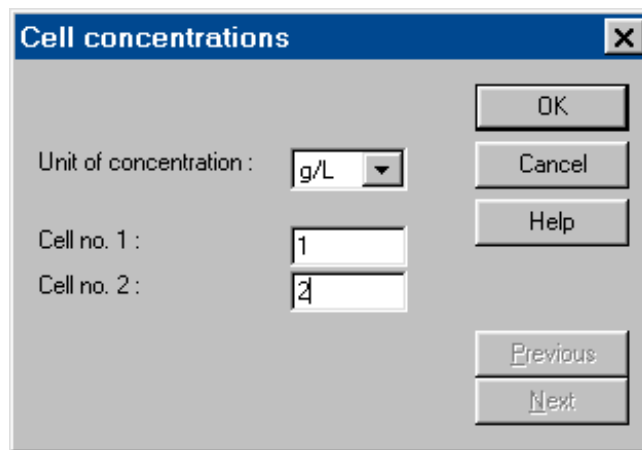
Wechsel zur vorhergehenden Seite in diesem Fenster.



Wechsel zur nächsten Seite in diesem Fenster.

## Konzentrationen von Lösungen

Falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde, müssen die Konzentrationen der für die Kalibrierung verwendeten Lösungen im Fenster **CELL CONCENTRATIONS** eingegeben werden, welches durch Klicken auf den Knopf  für die ausgewählte Substanz auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** geöffnet wird.



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

Einheit für die Konzentration der Lösung X.

**Cell no. X [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für die Konzentration der Lösung X.



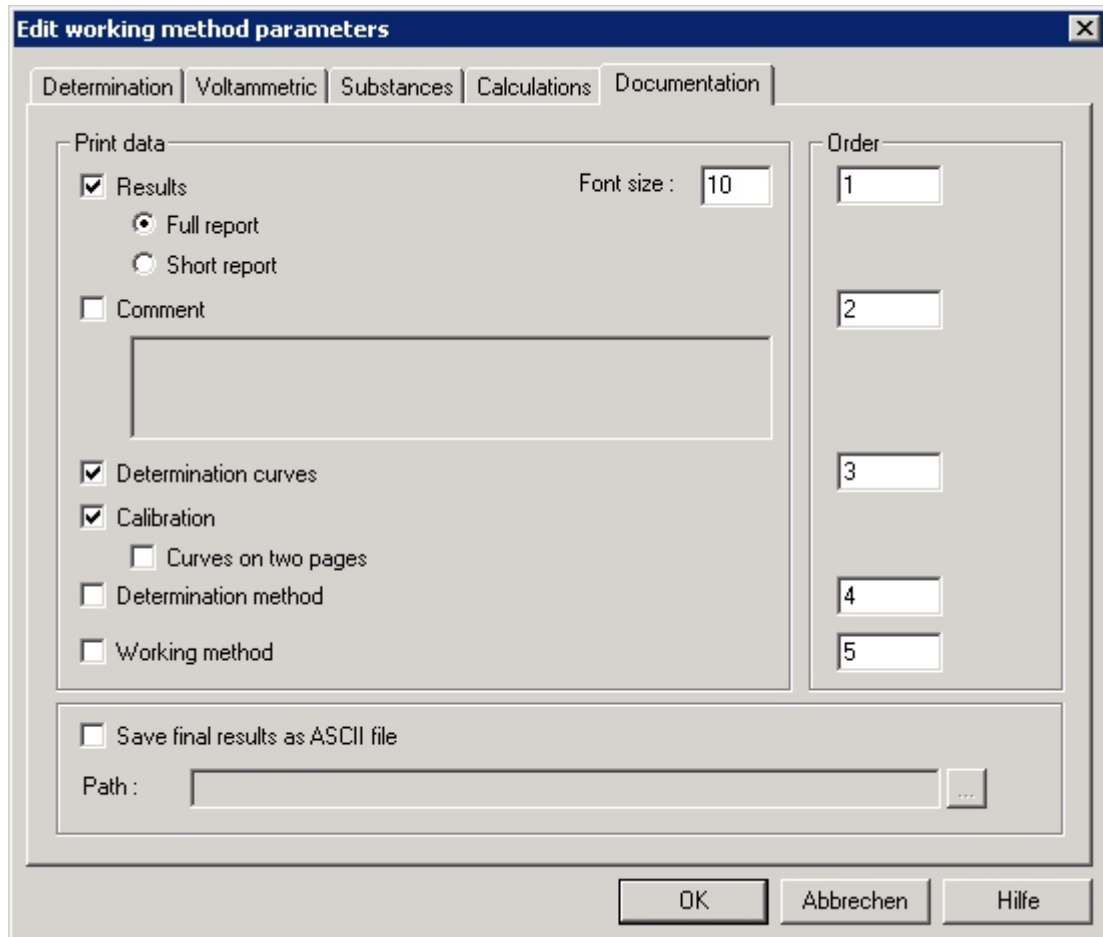
Wechsel zur vorhergehenden Seite.



Wechsel zur nächsten Seite in diesem Fenster.

**Dokumentation**

Auf dem Blatt **Documentation** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** können die Reportelemente angegeben werden, welche am Ende einer Bestimmung automatisch ausgedruckt werden. Diese Einstellungen gehören zur Methode und werden mit ihr gespeichert.


**Results**

Automatischer Ausdruck von **Full report** (vollständiger Report) oder **Short report** (Kurzreport).

**Font size**

Schriftgröße in Punkten für den Reportausdruck.

**Comment**

Automatischer Ausdruck des im Eingabefeld definierten Methodenkomentars.

**Determination curves**

Automatischer Ausdruck aller Voltammogramme.

**Calibration**

Automatischer Ausdruck aller Kalibrierkurven.

**Curves on two pages**

Falls diese Option aktiviert ist, werden die Bestimmungs- und Kalibrierkurven auf zwei verschiedenen Seiten ausgedruckt, falls nicht, auf einer gemeinsamen Seite.

**Determination method**

Automatischer Ausdruck der Parameter der Bestimmungsmethode.

**Working method**

Automatischer Ausdruck der Parameter der im Arbeitsspeicher geladenen Arbeitsmethode.


**Order [ 1...6 ; ]**

Reihenfolge für Ausdruck der Reportelemente.

**Save final results as ASCII file**

Automatische Speicherung des vollständigen Reports in einer ASCII-Datei.

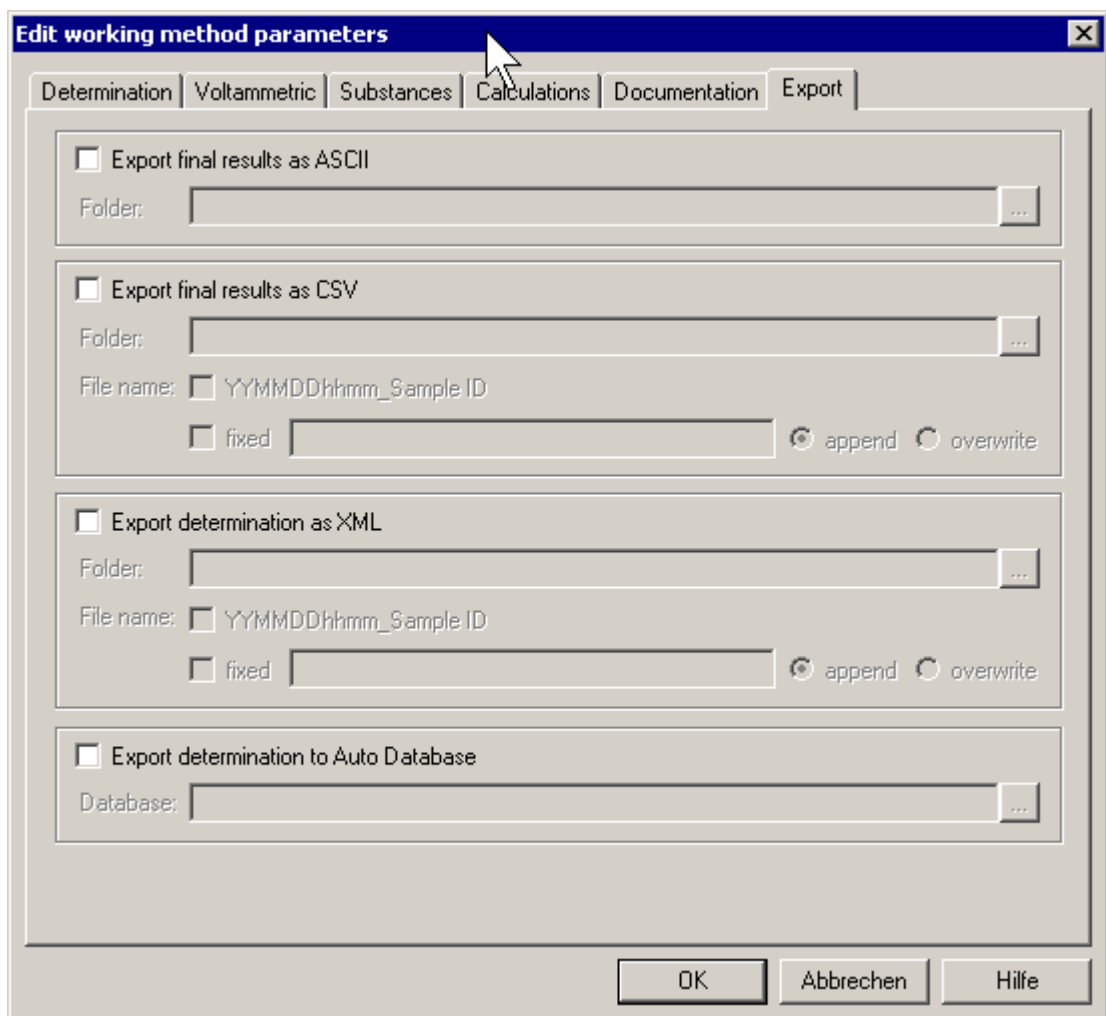
**Path**

Pfad für das Speichern der ausgewählten Reportelemente in einer ASCII-Datei. Der Pfad kann durch Klicken auf den Knopf  geändert werden.

**Export**

Auf dem Blatt **Documentation** im F

Auf dem Blatt **Export** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** können Einstellungen für den Export von Bestimmungen und Resultaten, welche am Ende einer Bestimmung automatisch gespeichert werden, angegeben werden. Diese Einstellungen gehören zur Methode und werden mit ihr gespeichert.




**Export final results as ASCII**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erfolgt die

Ausgabe des vollständigen Reports in einer ASCII-Datei.


**Folder**

Zielordner für die Ausgabe der ausgewählten Reportelemente in einer ASCII-Datei. Der Ordner kann durch Klicken auf den Knopf  geändert werden.

**Export final results as CSV**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erfolgt die Ausgabe des vollständigen Reports in einer CSV-Datei.

**Folder**

Zielordner für die Ausgabe der ausgewählten Reportelemente in einer CSV-Datei. Der Ordner kann durch Klicken auf den Knopf  geändert werden.

**File name**

Wahl des Dateinamens

**YYMMDDhhmm\_Sample ID**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erhält die CSV-Datei automatisch einen Namen, der aus dem Datum und der Proben ID zusammengesetzt ist. Dieses Kontrollkästchen ist automatisch aktiviert, wenn **Export final results as CSV** aktiviert ist.

**Fixed**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erhält die CSV-Datei automatisch den im Textfeld eingegebenen Namen.

**Append**

Wird diese Option gewählt, so wird die neue CSV-Datei an eine möglicherweise bereits bestehende CSV-Datei mit dem gleichen Namen angehängt.


**Overwrite**

Wird diese Option gewählt, so wird eine möglicherweise bereits bestehende CSV-Datei mit dem gleichen Namen durch die neue CSV-Datei überschrieben.

**Export determination as XML**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erfolgt die Ausgabe des vollständigen Reports in einer XML-Datei.

**Folder**

Zielordner für die Ausgabe der ausgewählten Reportelemente in einer XML-Datei. Der Ordner kann durch Klicken auf den Knopf  geändert werden.

**File name**

Wahl des Dateinamens

**YYMMDDhhmm\_Sample ID**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erhält die XML-Datei automatisch einen Namen, der aus dem Datum und der Proben ID zusammengesetzt ist. Dieses Kontrollkästchen ist automatisch akti-

viert, wenn **Export final results as XML** aktiviert ist.

**Fixed**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erhält die XML -Datei automatisch den im Textfeld eingegebenen Namen.

**Append**

Wird diese Option gewählt, so wird die neue XML -Datei an eine möglicherweise bereits bestehende XML -Datei mit dem gleichen Namen angehängt.


**Overwrite**

Wird diese Option gewählt, so wird eine möglicherweise bereits bestehende XML -Datei mit dem gleichen Namen durch die neue XML -Datei überschrieben.

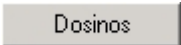
**Export determination to Auto Database**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, erfolgt die Ausgabe der Bestimmungsdaten in einer Datenbank.

**Database**

Datenbank, in welcher der Export gespeichert werden soll. Die Datenbank kann durch Klicken auf den Knopf  gewählt werden.

**Dosiergeräte**

Der Einsatz von Dosiergeräten (Möglichkeiten: Dosino 700/800, Dosimat 685/805) für die automatische Zugabe von Lösungen muss im Fenster **DOSINOS** definiert werden, welches durch Klicken auf den Knopf  im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geöffnet wird.

**Achtung:** Stellen Sie sicher, dass **Automatic** für **Addition** im **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** Fenster selektiert ist.

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4...7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1...4).

	Use :	Use for predose :	Volume of predose (mL) :	Use after sample transfer :	Volume after sample transfer (mL) :	Content :
Dosino 1 (800, 50mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 1
Dosino 2 (0, 0mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 2
Dosino 3 (0, 0mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 3
Dosino 4 (0, 0mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 4
Dosino 5 (0, 0mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 5
Dosino 6 (0, 0mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 6
Dosino 7 (0, 0mL) :	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 7

**Use [ on, off ; off ]**

Kontrollkästchen für Dosiergeräte, die für die automatische Zugabe von Lösungen eingesetzt werden. Für die Zugabe von Standardlösungen muss das Dosiergerät dieselbe Nummer aufweisen wie die auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** eingegebene Nummer **Standard solution No..**

**Use for predose [ on, off ; off ]**

Einsatz eines Dosiergerätes für die Zugabe von Hilfslösungen (z.B. Puffer, oder VMS bei automatisierter Galvanikbadanalyse) beim Start der Bestimmung.

**Volume of predose (mL) [ 0.01 ... 1000 mL ; 0 mL ]**

Volumen der beim Start der Bestimmung zugegebenen Hilfslösung (z.B. Puffer, oder VMS bei automatisierter Galvanikbadanalyse). Dieses Volumen muss beim Berechnen des **Cell volume** berücksichtigt werden.

**Use after sample transfer [ on, off ; off ]** (nur mit den beiden Galvanikbad-Modi CVS und CPVS und der **Calibration**-Technik "MLAT" oder "RC Sample with response curve")

Einsatz eines Dosiergerätes für die Zugabe von Hilfslösung (z.B. Suppressor) nach dem Proben-transfer.

**Volume after sample transfer [ 0.01 ... 1000 mL ; 0 mL ]** (nur mit den beiden Galvanikbad-Modi CVS und CPVS und der **Calibration**-Technik "MLAT" oder "RC Sample with response curve")

Volumen für die Zugabe von Hilfslösung (z.B. Suppressor) nach dem Proben-transfer.

**Content [ 46 Zeichen ; "solution" ]**

Bemerkungen zur Lösung.

---

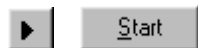
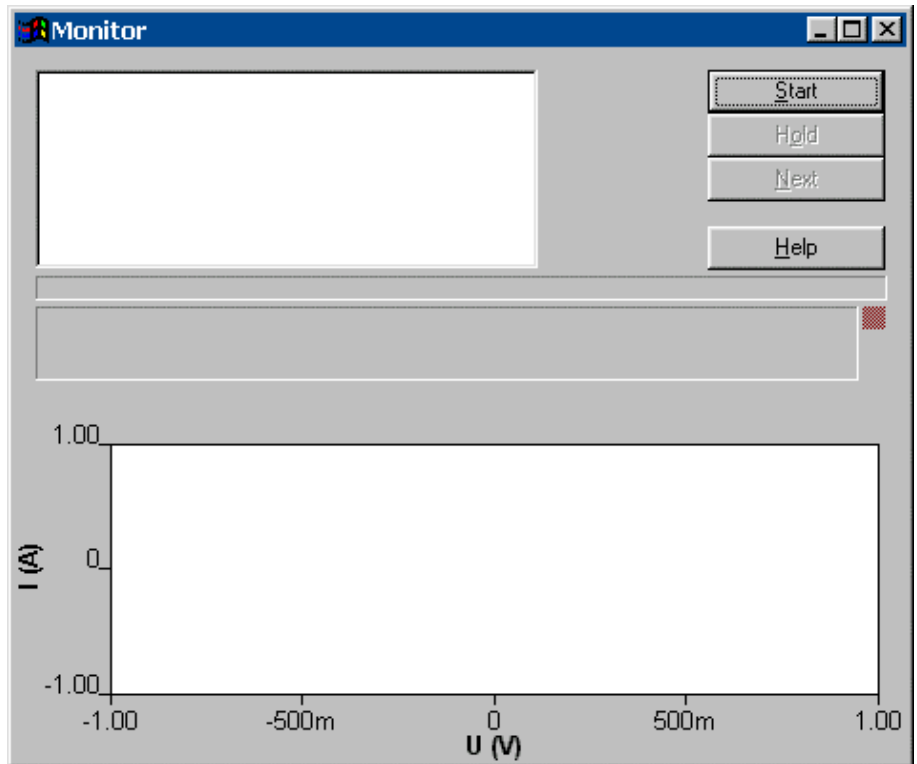
**Achtung:** Dosiergeräte-Parameter können nur überschrieben werden, wenn ein Häkchen ins **Use** - Feld gemacht wird.

---

## 5.3 Monitor

### Bestimmung starten

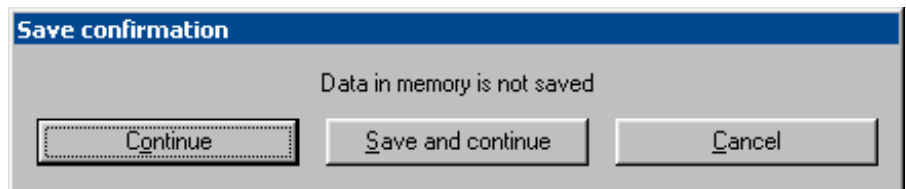
Falls keine Bestimmung läuft, kann im Fenster **MONITOR** eine neue Bestimmung mit der aktuellen Arbeitsmethode gestartet werden.



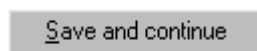
**Bestimmung starten**

Der in der Arbeitsmethode definierte Programmablauf (siehe *Kap. 3.4*) wird gestartet.

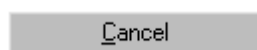
Falls die vorhergehende Bestimmung noch nicht gespeichert wurde, erscheint das Fenster **SAVE CONFIRMATION** mit der Meldung **Data in memory is not saved** und offeriert die folgenden Optionen:



Neue Bestimmung starten ohne die vorhergehende Bestimmung zu speichern.



Vorhergehende Bestimmung speichern und danach neue Bestimmung starten.



Start der neuen Bestimmung abbrechen.

**Bestimmung stoppen/unterbrechen**

Eine laufende Bestimmung kann gestoppt, unterbrochen und fortgesetzt werden. Jeder Schritt im Programmablauf kann durch Klicken auf den Knopf **<Next>** abgekürzt werden.



Stop

**Bestimmung stoppen**

Laufende Bestimmung sofort stoppen.



Hold

**Bestimmung unterbrechen**

Laufende Bestimmung unterbrechen.



Continue

**Bestimmung fortsetzen**

Unterbrochene Bestimmung fortsetzen.



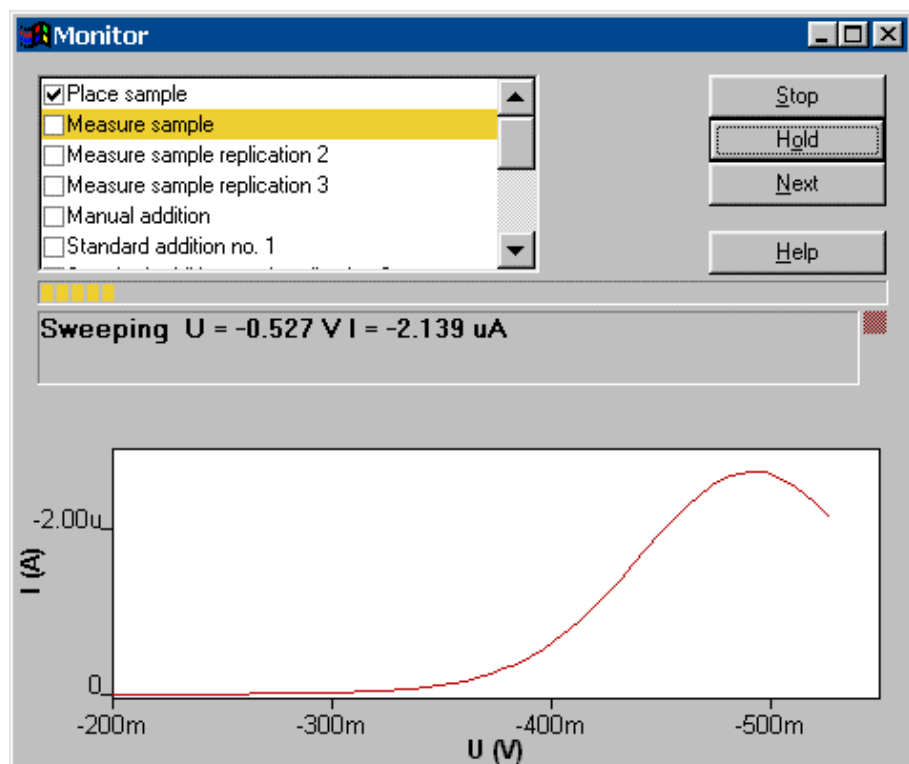
Next

**Nächster Schritt**

Laufenden Programmschritt abbrechen und zum nächsten Schritt im Programmablauf gehen.

**Bestimmung überwachen**

Nach dem Start einer Bestimmung kann diese im Fenster **MONITOR** überwacht werden.



Alle **Schritte im Programmablauf** werden im oberen Feld neben den Kontrollknöpfen angezeigt. Die bereits ausgeführten Schritte sind mit einem Häkchen versehen, der laufende Schritt ist farbig hervorgehoben.

Unterhalb dieses Feldes zeigt der **Statusanzeiger** in Balkenform den Fortschritt der Bestimmung an.

Darunter werden die **Details des laufenden Programmschrittes** in der ersten Zeile des Statusfeldes angezeigt. Auf der zweiten Zeile des Statusfeldes erscheinen **Hinweise und Fehlermeldungen** zur laufenden Bestimmung. Das Aufleuchten des roten Lichtes auf der rechten Seite des Statusfeldes zeigt eine **Strom-**

**überlast** an. Stoppen Sie in diesem Fall die Bestimmung und ändern Sie die Methodenparameter.

Ein laufender Spannungssweep wird kontinuierlich im Fenster **MONITORING** angezeigt, wobei die Achsen automatisch skaliert werden. Eine manuelle Neuskalierung erreicht man mit der Taste <F4> oder durch mit der Option **Auto scale** des kontextsensitiven Menüs. Am Ende jedes Spannungssweeps wird die aufgenommene Kurve ins Fenster **DETERMINATION CURVES** kopiert.

## Meldungsfenster während der Bestimmung

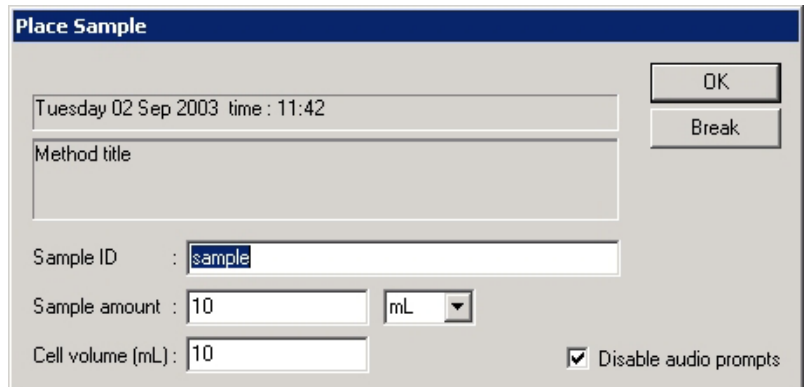
Bei einigen Schritten im Programmablauf erscheinen zusätzliche Fenster, die vom Anwender eine Aktion oder Eingabe verlangen.

### PLACE BLANK

Falls die Option **Measure blank** auf dem Blatt **Determination** aktiviert ist, erscheint die Meldung **Place blank and press OK**. Geben Sie die Blindlösung ins Messgefäß und drücken Sie <OK>.

### PLACE SAMPLE

Dieses Fenster erscheint bei allen Bestimmungen mit Standardaddition oder Kalibrierkurve.



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

#### **Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Ausdruck wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

#### **Sample amount [ > 0 ; 10 ]**

Probenmenge; Menge der ins Messgefäß zugegebenen Probe. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Wert wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

#### **Sample unit [ mL, g ; mL ]**

Einheit für die Probe. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Wert wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

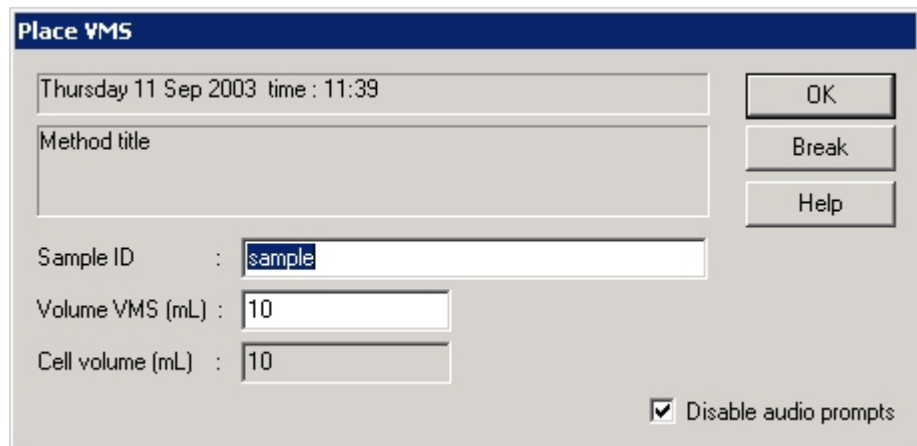
**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer (manuell oder automatisch mit Dosiergerät zugegeben) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

Geben Sie die Probelösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**PLACE VMS**

Dieses Fenster erscheint in der Galvanikbad VA mit den **Calibration**-Techniken "Standard addition plating bath", "DT Suppressors with calibration curve" und "DT Record calibration curve".



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

**Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Ausdruck wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

**Volume VMS (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

(nur mit "DT Suppressors with calibration curve" und "DT Record calibration curve")

Das Volumen der zugegebenen "Virgin Make-up Solution" (siehe *VMS (Virgin Make-up Solution)*, Kap. 6.4) wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

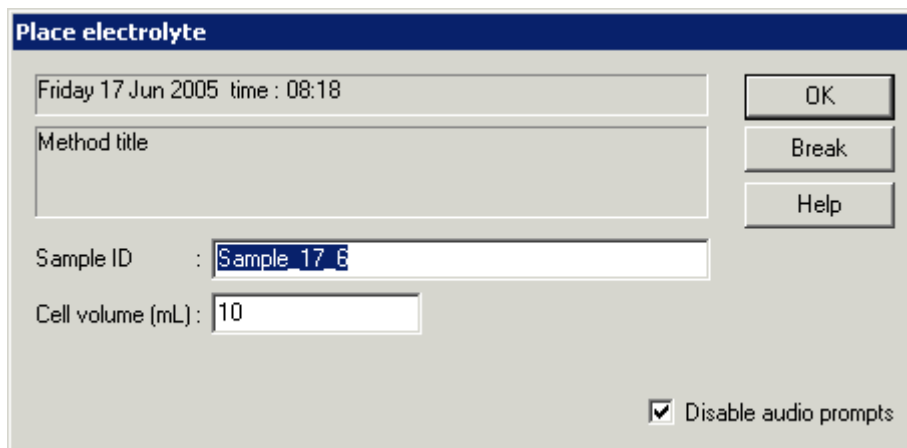
**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer (manuell oder automatisch mit Dosiergerät zugegeben) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen. Bei der **Calibration**-Technik "Standard addition plating bath" kann es bei Bedarf geändert werden.

Geben Sie die VMS-Lösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**PLACE ELECTROLYTE**

Dieses Fenster erscheint in der Galvanikbad VA mit den **Calibration**-Techniken "RC Sample with response curve" und "RC Record response curve".



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

**Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Ausdruck wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

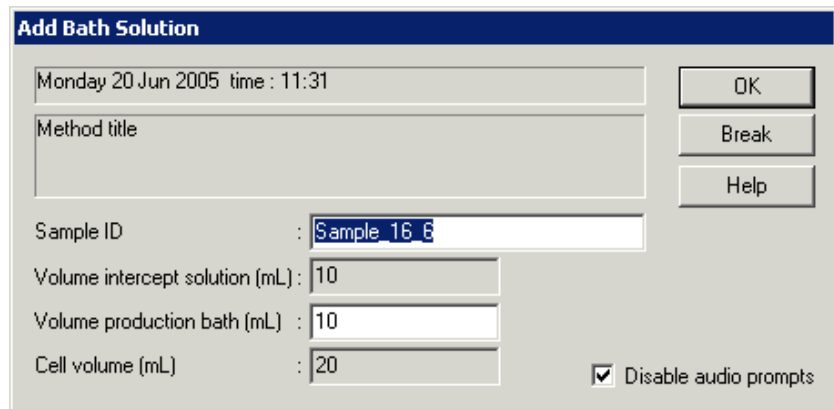
**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]** (bei "RC Sample with response curve" nur Anzeige)

Geben Sie bei "RC Record response curve" enddas Volumen der zugegebenen Electrolyte Lösung an. Bei der "RC Sample with response curve" wird hier das auf dem Blatt **Determination** angegebene **Cell volume** angezeigt.

Geben Sie die Electrolyte-Lösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

### ADD BATH SOLUTION

Dieses Fenster erscheint in der Galvanikbad VA mit der **Calibration**-Technik "MLAT Standard addition for brighteners".



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

#### **Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Ausdruck wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

#### **Volume intercept solution (mL) [> 0 mL ; 10 mL] [nur Anzeige]**

Das Volumen der zugegebenen Intercept-Lösung wird angezeigt.

#### **Volume production bath (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Das Volumen der zugegebenen "Badprobe" (siehe *Badprobe*, Kap. 6.4) wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer (manuell oder automatisch mit Dosiergerät zugegeben) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

Geben Sie die Probelösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

### PLACE BATH SOLUTION

Dieses Fenster erscheint in der Galvanikbad VA mit den **Calibration**-Technik "LAT Standard addition

for brighteners" und "RC Sample with response curve".

Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

**Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Ausdruck wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

**Volume production bath (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Das Volumen der zugegebenen "Badprobe" (siehe *Badprobe*, Kap. 6.4) wird angezeigt.

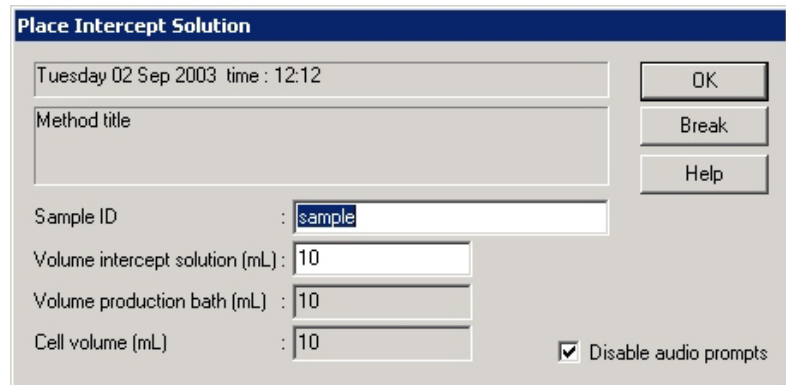
**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Zellvolumen im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Abhängig davon, ob die Electrolyte-Lösung vor der Zugabe der Badprobe entfernt wurde.

Geben Sie die "Badprobe" ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**PLACE INTERCEPT SOLUTION**

Dieses Fenster erscheint in der Galvanikbad VA mit den **Calibration**-Technik "MLAT Standard addition for brighteners" und "LAT Record calibration curve".



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

**Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Ausdruck wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

**Volume intercept solution (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Das Volumen der zugegebenen Intercept-Lösung wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

**Volume production bath (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [nur Anzeige]** (wird nur bei MLAT angezeigt)

Das Volumen der zugegebenen "Badprobe" (siehe *Badprobe*, Kap. 6.4) wird angezeigt.

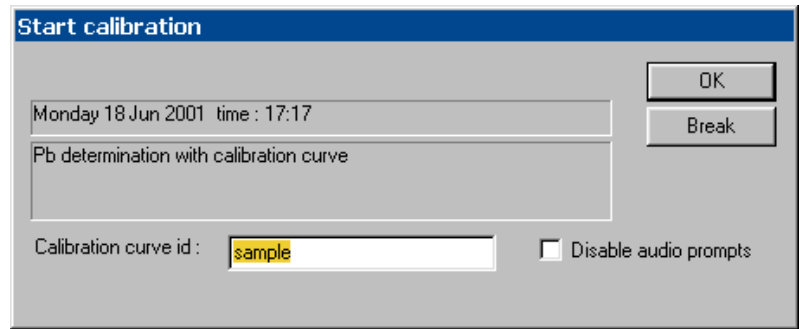
**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [nur Anzeige]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer (manuell oder automatisch mit Dosiergerät zugegeben)) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

Geben Sie die "Intercept-Lösung" ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**START CALIBRATION**

Dieses Fenster erscheint bei der Aufnahme von Kalibrierkurven.



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **YYMMTTHHMM** (Jahr-Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **0706181712\_sample.dth**).

**Calibration curve id [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Identifikation für Kalibrierkurve.

Geben Sie die Kalibrierlösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**MANUAL ADDITION**

Dieses Fenster erscheint vor jeder manuellen Zugabe von Standardlösungen für Bestimmungen mit Standardaddition oder bei der Aufnahme von Kalibrierkurven.



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

Das auf dem Blatt **Substances** definierte Zugabevolumen wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden. Geben Sie diese Lösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**BATCH SOLUTION EXCHANGE**

Dieses Fenster erscheint, falls die Option **Batch with solution exchange** als Messtechnik gewählt wurde. Die Nummer der Kalibrierlösung, die Substanzen und ihre Konzentrationen, welche auf dem Blatt **Substances** definiert sind, werden angezeigt. Geben Sie diese Lösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

**END OF DETERMINATION**

Dieses Fenster erscheint am Ende der Bestimmung. Durch Drücken von **<OK>** wird die Bestimmung automatisch gespeichert, falls die Option

**Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** im Fenster **GENERAL SETTINGS** eingeschaltet ist. Die auf dem Blatt **Documentation** definierten Reportelemente werden automatisch ausgedruckt.

## Grafische Eigenschaften für Monitorkurven

Die grafischen Eigenschaften für die im Fenster **MONITORING** angezeigten Kurven können durch die Wahl der entsprechenden Punkte im kontextsensitiven Menü eingestellt werden.

### **MONITORING / Page properties**

Die Bildeigenschaften des Fensters **MONITORING** können auf dem Blatt **page** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Bildeigenschaften, Kap. 3.5*).

Die Eigenschaften der X- und Y-Achsen können auf den Blättern **x axis** und **y axis** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Achseneigenschaften, Kap. 3.5*).

### **MONITORING / Curve properties**

Die Eigenschaften der Live-Kurve können auf dem Blatt **Monitor curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften, Kap. 3.5*).

## Kopieren in Zwischenablage

### **MONITORING / Copy to clipboard**

Die aktuelle Live-Kurve im Fenster **MONITORING** wird in die Zwischenablage kopiert.

## 5.4 Bestimmungskurven

### Bestimmungen laden und speichern

Bestimmungsdateien (\*.dth) enthalten die Messdaten und die für die Bestimmung verwendete Methode. Bestehende Dateien können mit Hilfe der folgenden Befehle geladen, erneut gespeichert und exportiert werden:



#### **HAUPTFENSTER / File / Load determination**

Laden einer bestehenden Bestimmungsdatei in den Arbeitsspeicher. Der Name der geladenen Bestimmung wird in der Statuszeile im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** angezeigt. Die aktuelle Arbeitsmethode wird **nicht** automatisch durch die Bestimmungsmethode überschrieben, aber deren

Parameter können nachträglich in die Arbeitsmethode kopiert werden.



**HAUPTFENSTER / File / Save determination**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung. Die alte Datei wird überschrieben.

**HAUPTFENSTER / File / Save determination as ...**

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in einer neuen Datei. Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Bestimmungsdatei ein. Falls der Dateiname schon vorhanden ist, fragt Windows ob Sie die existierende Datei überschreiben möchten.

**HAUPTFENSTER / File / Save calibration curve**

(nur vorhanden wenn im **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fenster "Record calibration curve" als **Calibration**-Technik ausgewählt wurde)  
Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Kalibrationskurve. Die alte Datei wird überschrieben.

**HAUPTFENSTER / File / Save calibration curve as**

(nur vorhanden wenn im **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fenster "Record calibration curve" als **Calibration**-Technik ausgewählt wurde)  
Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Kalibrationskurve in einer neuen Datei. Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Bestimmungsdatei ein. Falls der Dateiname schon vorhanden ist, fragt Windows ob Sie die existierende Datei überschreiben möchten.

**HAUPTFENSTER / File / Save response curve**

(nur vorhanden wenn im **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fenster "RC Record response curve" als **Calibration**-Technik ausgewählt wurde)  
Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen „response curve“. Die alte Datei wird überschrieben.

**HAUPTFENSTER / File / Save response curve as**

(nur vorhanden wenn im **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fenster "RC Record response curve" als **Calibration**-Technik ausgewählt wurde)  
Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen „response curve“ in einer neuen Datei. Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Bestimmungsdatei ein. Falls der Dateiname schon vorhanden ist, fragt Windows ob Sie die existierende Datei überschreiben möchten.

**HAUPTFENSTER / File / Export determination points**

Speichern der Messpunkte aller Sweeps der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in eine

neue Datei mit der Erweiterung **\*.txt**. Diese Textdatei enthält als erstes den Block mit den verwendeten Methodenparametern. Es folgen die einzelnen Sweepblöcke, die am Anfang VR-Nummer und Anzahl Messwerte und anschließend alle X- und Y-Werte enthalten. Die Datendateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel importiert werden.

**HAUPTFENSTER / File / Export extended determination points...**

Die beim **erweiterten Export von Bestimmungsmesspunkten** gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die voltammetrischen Parameter, ein Block mit Peakauswertung, ein Block Basislinie, ein Block Lösungen, ein Block Export-Optionen und die Sweepblöcke mit X- und Y-Werten, vor denen jeweils VR-Nummer und Anzahl Messwerte aufgeführt sind.

**HAUPTFENSTER / File / Export results / Current Determination...**

Speichern des Resultatreports der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung in eine ASCII-Datei mit einer der folgenden Erweiterungen: **\*.txt, \*.csv, \*.xml**. Diese Textdateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel (\*.txt und \*.csv) oder in ein LIMS (\*.csv und \*.xml) importiert werden.

**HAUPTFENSTER / File / Export results / Determinations...**

Speichern des Resultatreports einer ausgewählten Bestimmung in eine ASCII-Datei mit einer der folgenden Erweiterungen: **\*.txt, \*.csv, \*.xml**. Diese Textdateien können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel (\*.txt und \*.csv) oder in ein LIMS (\*.csv und \*.xml) importiert werden.

## Parameter in Arbeitsmethode kopieren

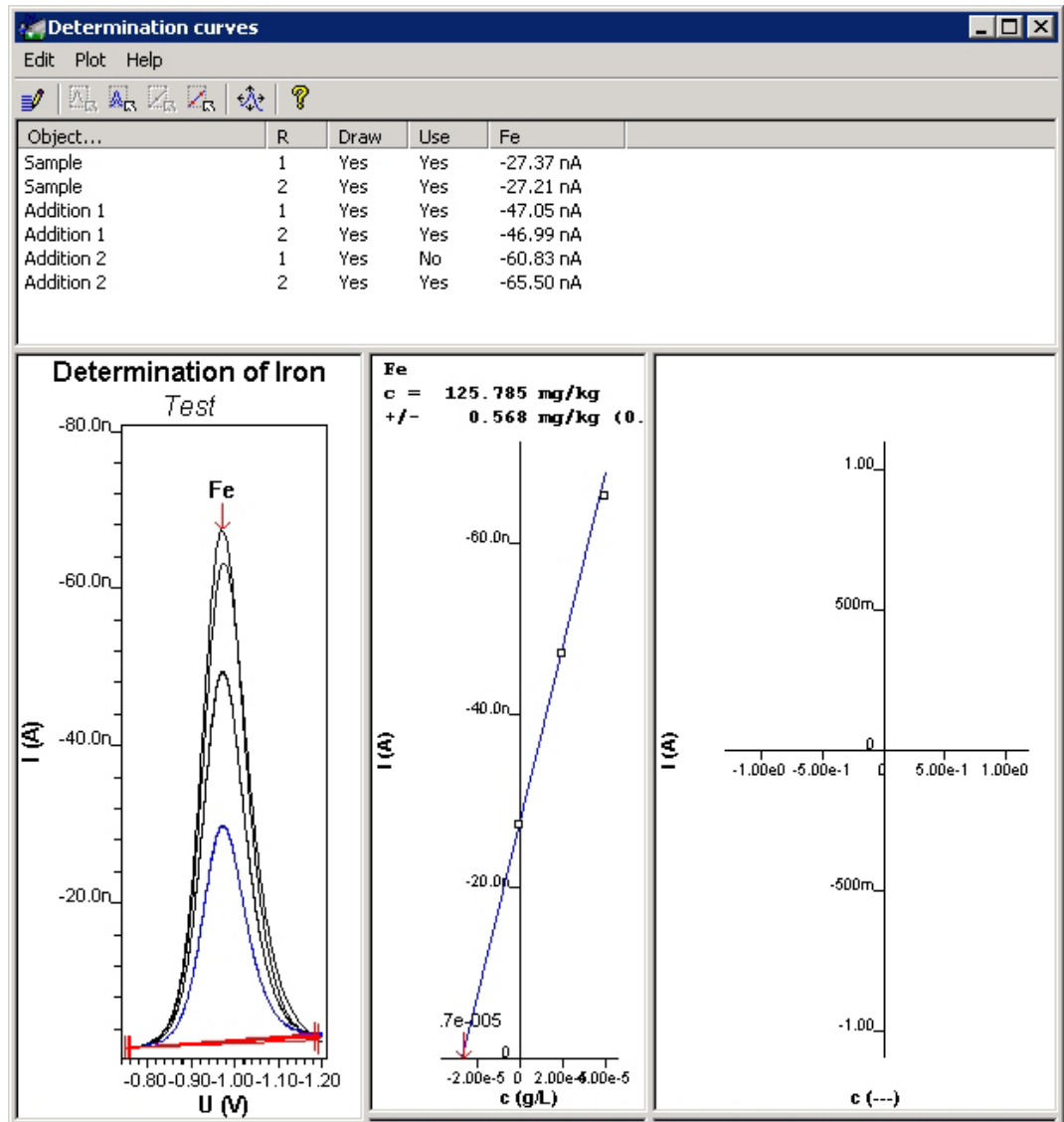
**DETERMINATION CURVES / Edit /**

**Copy parameters to working method**

Methodenparameter der geladenen Bestimmung ins Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (Arbeitsmethode) kopieren.

## Fenster «Determination curves»

Das Fenster **DETERMINATION CURVES** zeigt die Bestimmungs- und Kalibrierkurven der geladenen Bestimmung.



Das Fenster **DETERMINATION CURVES** enthält die folgenden zehn Unterfenster, die innerhalb des Fensters **DETERMINATION CURVES** durch Ziehen der Rahmen mit der Maus vergrößert oder verkleinert werden können:

**Liste der Kurven**

Im obersten Unterfenster werden alle verfügbaren Bestimmungskurven und die ermittelten Peakhöhen bzw. Ladungsmengen aufgelistet.

**Bestimmungskurven**

Das untere, linke Unterfenster zeigt einzelne oder alle Bestimmungskurven.

**Kalibrierkurven**

Auf der rechten Seite der Bestimmungskurven befinden sich acht Unterfenster für die Anzeige der Kalibrierkurven der acht möglichen Substanzen.

## Parameter der Bestimmungsmethode editieren



### **DETERMINATION CURVES / Edit /**

#### **Determination method parameters**

Öffnen des Fensters **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** für die Anzeige und Änderung der Parameter der Bestimmungsmethode. Dieses Fenster enthält die Blätter **Specifications**, **Determination**, **Voltammetric**, **Substances** und **Calculations**. Werden Parameter im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** geändert und danach **<OK>** gedrückt, wird die Bestimmung automatisch neu berechnet.

---

**Achtung:** Unabhängig davon, ob Felder wirklich geändert wurden oder nicht, hat das Klicken auf **<OK>** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** zur Folge, dass in der Zeile Modified das Änderungsdatum eingetragen wird. Falls die Bestimmung nicht als "modifiziert" markiert werden soll, muss das **EDIT DETERMINATION PARAMETERS** Fenster via **<Abbrechen>** geschlossen werden.

---

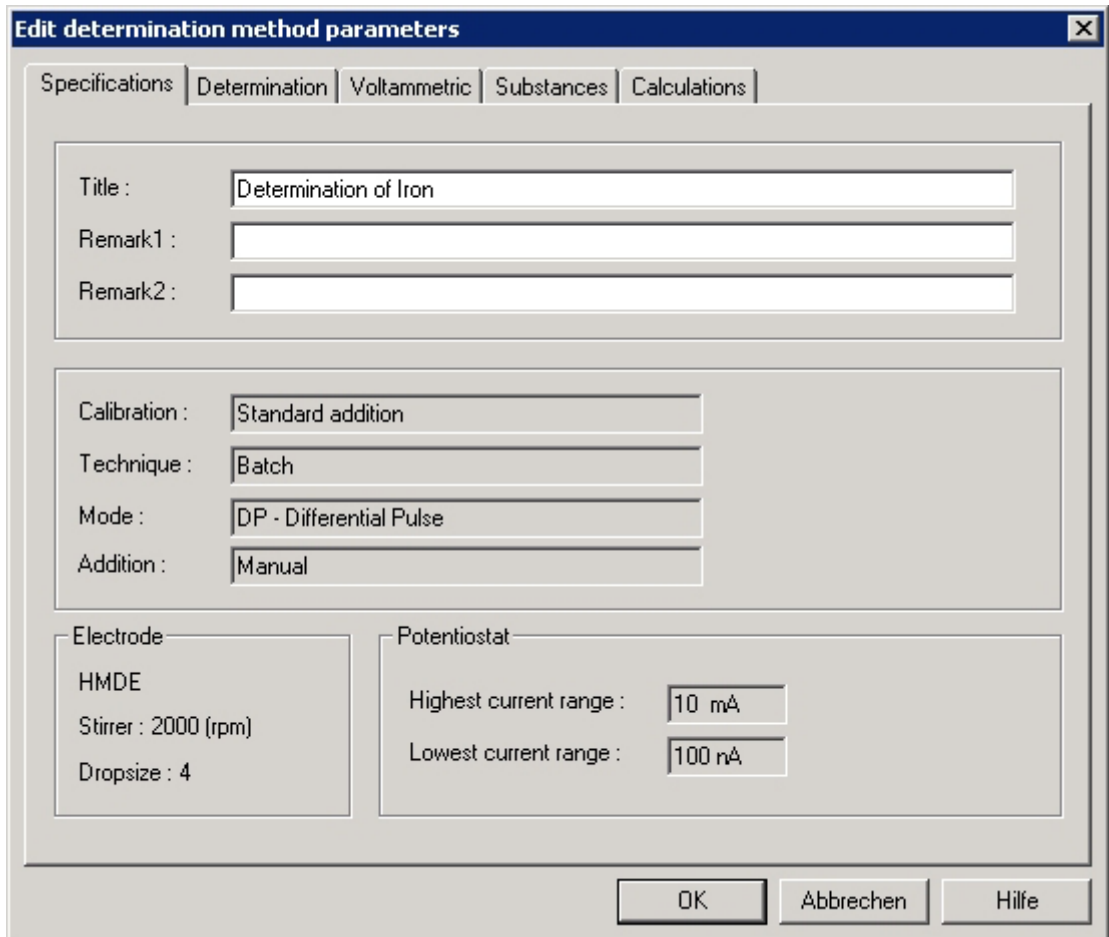
---

**Achtung:** Diese Parameter werden **nicht** automatisch für die nächste Bestimmung benutzt. Benutzen Sie dafür den Befehl **Copy parameters to working method** (siehe *Parameter in Arbeitsmethode kopieren*, Kap. 5.4).

---

## Blatt «Specifications»

Das Blatt **Specifications** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält die wichtigsten Spezifikationen der Bestimmungsmethode. Editierbar sind nur **Title**, **Remark1** und **Remark2**.



**Title [ 0...68 Zeichen ; "Method title" ]**

Methodentitel.

**Remark1 [ 0...68 Zeichen ; ]**

Bemerkung 1 zur Methode.

**Remark2 [ 0...68 Zeichen ; ]**

Bemerkung 2 zur Methode.

**Calibration [ nur Anzeige ]**

Anzeige des für die Bestimmung verwendeten Kalibriermodus (Details siehe *Fenster «Working method specifications», Kap. 5.2*).

**Technique [ nur Anzeige ]**

Anzeige der für die Bestimmung verwendeten Messtechnik (Details siehe *Fenster «Working method specifications», Kap. 5.2*).

**Mode [ nur Anzeige ]**

Anzeige des verwendeten VA-Messmodus (Details siehe *VA Messmodi, Kap. 3.2*).

**Addition [ nur Anzeige ]**

Anzeige des benutzten Additions-Typ (Details siehe *Fenster «Working method specifications», Kap. 5.2*).

**Electrode [ nur Anzeige ]**

Anzeige der verwendeten Elektrode (Details siehe *Elektroden, Kap. 3.1*).

**Stirrer [ nur Anzeige ]**

Anzeige der verwendeten Rührereinstellung (Details siehe *Rühren, Kap. 3.4*).

**Drop size [ nur Anzeige ]**

Anzeige der verwendeten Tropfengröße (Details siehe *Elektroden, Kap. 3.1*).

**Potentiostat [ nur Anzeige ]**

Anzeige der verwendeten Potentiostateinstellungen (Details siehe *Potentiostat, Kap. 3.3*).

**Blatt «Determination»**

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** zeigt die für die Durchführung der Bestimmung verwendeten allgemeinen Einstellungen. Für Details, siehe das identische Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW, Kap. 5.2**. Editierbar sind nur **Sample identifier**, **Sample amount** (nicht mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS) und **Cell volume**.

**Blatt «Voltammetric»**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält die für die Durchführung der Bestimmung verwendeten Vorbereitungsschritte und den gewählten VA-Messmodus. Für Details, siehe das identische Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW, Kap. 5.2**. Alle Parameter sind nicht editierbar.

**Blatt «Substances»**

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält die für die Durchführung der Bestimmung verwendeten Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Zugabelösungen, für die Peakauswertung und Resultatberechnung. Für Details, siehe das identische Blatt **Substances** Blatt des Fensters **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS, Kap 5.2**.

## Blatt «Calculations»

Das Blatt **Calculations** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält pro Substanz eine Tabelle mit den für die Berechnung der Schlussresultate verwendeten Berechnungsformeln. Für Details, siehe das identische Blatt **Calculations** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, Kap. 5.2.

## Blatt «Export»

Das Blatt **Export** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält Einstellungen für den Export der Bestimmungen in andere Dateiformate. Für Details, siehe das identische Blatt **Export** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW**.

## Zugabeparameter editieren

### **DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / **Draw****

Zeichnen der in der Liste der Kurven ausgewählten Kurve ein-/ausschalten. Der Eintrag in der Spalte **Draw** wird geändert.



### **DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / **Draw selected****

Nur die in der Liste der Kurven ausgewählten Kurven zeichnen. Für alle anderen Kurven wird der Eintrag in der Spalte **Draw** auf **No** gesetzt.



### **DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / **Draw all****

Alle verfügbaren Kurven zeichnen. Für alle Kurven wird der Eintrag in der Spalte **Draw** auf **Yes** gesetzt.

### **DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / **Use****

Verwendung des in der Liste der Kurven ausgewählten Objekts für die Berechnung ein-/ausschalten. Der Eintrag in der Spalte **Use** wird geändert und die Resultatberechnung wird neu gestartet.



### **DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / **Use selected****

Nur die in der Liste der Kurven ausgewählten Objekte für die Berechnung verwenden. Für alle anderen Objekte wird der Eintrag in der Spalte **Use** auf **No** gesetzt.



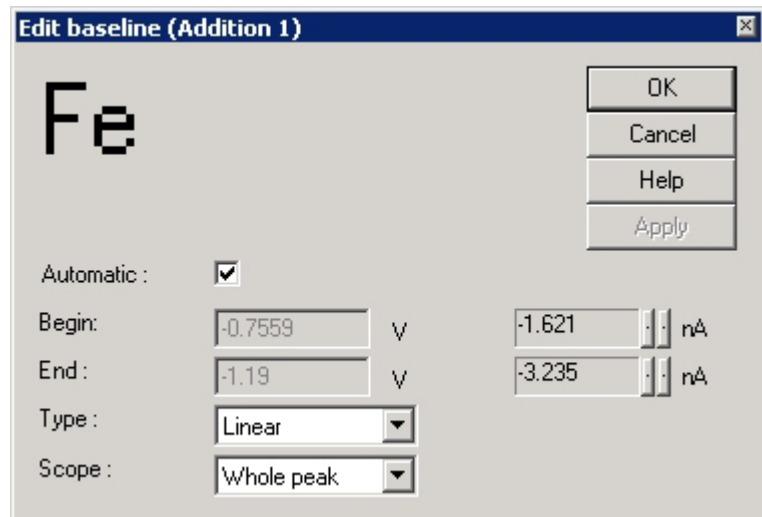
### **DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / **Use all****

Alle verfügbaren Objekte für die Berechnung verwenden. Für alle Objekte wird der Eintrag in der Spalte **Use** auf **Yes** gesetzt.

## Basislinie editieren

### DETERMINATION CURVES / Edit / Baselines / "Substance name"


Fenster **EDIT BASELINE** öffnen zum Ändern der Basislinienberechnung für den ausgewählten Substanzpeak. Die neu berechnete Peakhöhe wird in der Liste der Kurven in der Spalte **Substance** angezeigt.




#### **Automatic**

Automatische Basislinienberechnung ein-/ausschalten.

#### **Begin**

Manuelle Einstellung des Start-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Der Fusspunkt kann durch Ändern des Spannungswertes (Zeit für CPVS) im ersten Feld oder durch Klicken der Knöpfe  im zweiten Feld, welches den aktuellen Stromwert anzeigt, bewegt werden. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn **Automatic** ausgeschaltet ist.

#### **End**

Manuelle Einstellung des End-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Der Fusspunkt kann durch Ändern des Spannungswertes (Zeit für CPVS) im ersten Feld oder durch Klicken der Knöpfe  im zweiten Feld, welches den aktuellen Stromwert anzeigt, bewegt werden. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn **Automatic** ausgeschaltet ist.

#### **Type** [ **Linear, Polynomial, Exponential, Horizontal ; Linear** ]

Wahl des Basislinientyps. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn **Automatic** ausgeschaltet ist.

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

Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung. Dieses Feld kann nur editiert werden, wenn der Basislinientyp **Linear** gewählt wurde.



Neue Basislinienberechnung mit den aktuell im Fenster **EDIT BASELINE** eingetragenen Parametern starten.

## Zoomen

Einzelne gewünschte Bereiche im Unterfenster für Bestimmungskurven können durch Zoomen mit gedrückter linker Maustaste vergrößert werden (Zurücksetzen siehe *Auto scaling*).

## Autoskalierung



### **DETERMINATION CURVES / Plot / Auto scale (F4)**

Zoomen zurücksetzen und X- und Y-Achse so skalieren, dass alle Messpunkte von allen Bestimmungskurven sichtbar sind.

## Achsen invertieren

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Swap axis / abscissa**

X-Achse für aktuelle Bestimmungskurve invertieren.

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Swap axis / ordinate**

Y-Achse für aktuelle Bestimmungskurve invertieren.

## Basislinien anzeigen

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Show baselines**

Ist diese Option aktiviert, so werden die berechneten Basislinien im Unterfenster für die Bestimmungskurven angezeigt.

## Unbekannte Peaks anzeigen

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Show Unknown peaks**

Ist diese Option aktiviert, so werden alle gefundenen aber keiner Substanz zugeordneten Peaks im Unterfenster für die Bestimmungskurven mit "**Unk**" markiert.

## Ausreisser anzeigen

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Show Spikes**

Ist diese Option aktiviert, so werden Ausreisser als rote Punkte angezeigt.

## Grafische Eigenschaften für Bestimmungskurven

Im Unterfenster für die Bestimmungskurven werden die Achsen standardmässig mit folgender Orientierung eingezeichnet:

**X-Achse** Die Bestimmungskurven werden von links nach rechts angezeigt (für anodische Sweeps: von – zu +; für kathodische Sweeps: von + zu –). Bei zyklischen Sweeps wird der Vorwärtssweep von links nach rechts angezeigt.

**Y-Achse** Die Y-Achse wird immer von unten nach oben mit der gleichen Richtung wie die X-Achse angezeigt (für anodische Sweeps: von – zu +; für kathodische Sweeps: von + zu –).

Für Bestimmungskurven können die folgenden grafischen Eigenschaften eingestellt werden:

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Curves window**

Die Bildeigenschaften des Unterfensters für Bestimmungskurven können auf dem Blatt **page** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Bildeigenschaften, Kap. 3.5*). Die Eigenschaften der X- und Y-Achsen können auf den Blättern **x axis** und **y axis** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Achseneigenschaften, Kap. 3.5*).

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Blank**

Die Eigenschaften der Blindkurve können auf dem Blatt **Blank** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften, Kap. 3.5*).

### **DETERMINATION CURVES / Properties / Sample**

Die Eigenschaften der Probenkurve können auf dem Blatt **Sample** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften, Kap. 3.5*).

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Other**

Die Eigenschaften aller anderer Bestimmungskurven können auf dem Blatt **Other curves** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveigenschaften, Kap. 3.5*).

### **DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Baselines**

Die Eigenschaften der Basislinie können im Fenster **LINE PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Linieneigenschaften, Kap. 3.5*).

---

**Achtung:** Die Linieneigenschaften der Bestimmungskurvenlinien können im **LINE PROPERTIES** Fenster eingestellt werden (Details siehe *Linieneigenschaften, Kap. 3.5*).

---

## Grafische Eigenschaften für Kalibrierkurven

Die grafischen Eigenschaften für Kalibrierkurven in den Unterfenstern für Kalibrierkurven können durch Wahl der entsprechenden Optionen im kontextsensitiven Menü eingestellt werden.

### **DETERMINATION CURVES / Page properties**

Die Bildeigenschaften der Unterfenster für Kalibrierkurven können auf dem Blatt **page** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** (siehe *Bildeigenschaften, Kap. 3.5*). die Eigenschaften der X- und Y-Achsen auf den Blättern **x axis** und **y axis** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Achseneigenschaften, Kap. 3.5*).

## Grafik kopieren/exportieren

Der aktuelle Inhalt der Unterfenster für Bestimmungs- oder Kalibrierkurven kann in die Zwischenablage kopiert oder als EMF-Datei gespeichert werden (über rechte Maustaste aufrufen).

### **DETERMINATION CURVES / Copy to clipboard**

Der Inhalt des ausgewählten Unterfensters wird in die Zwischenablage kopiert.

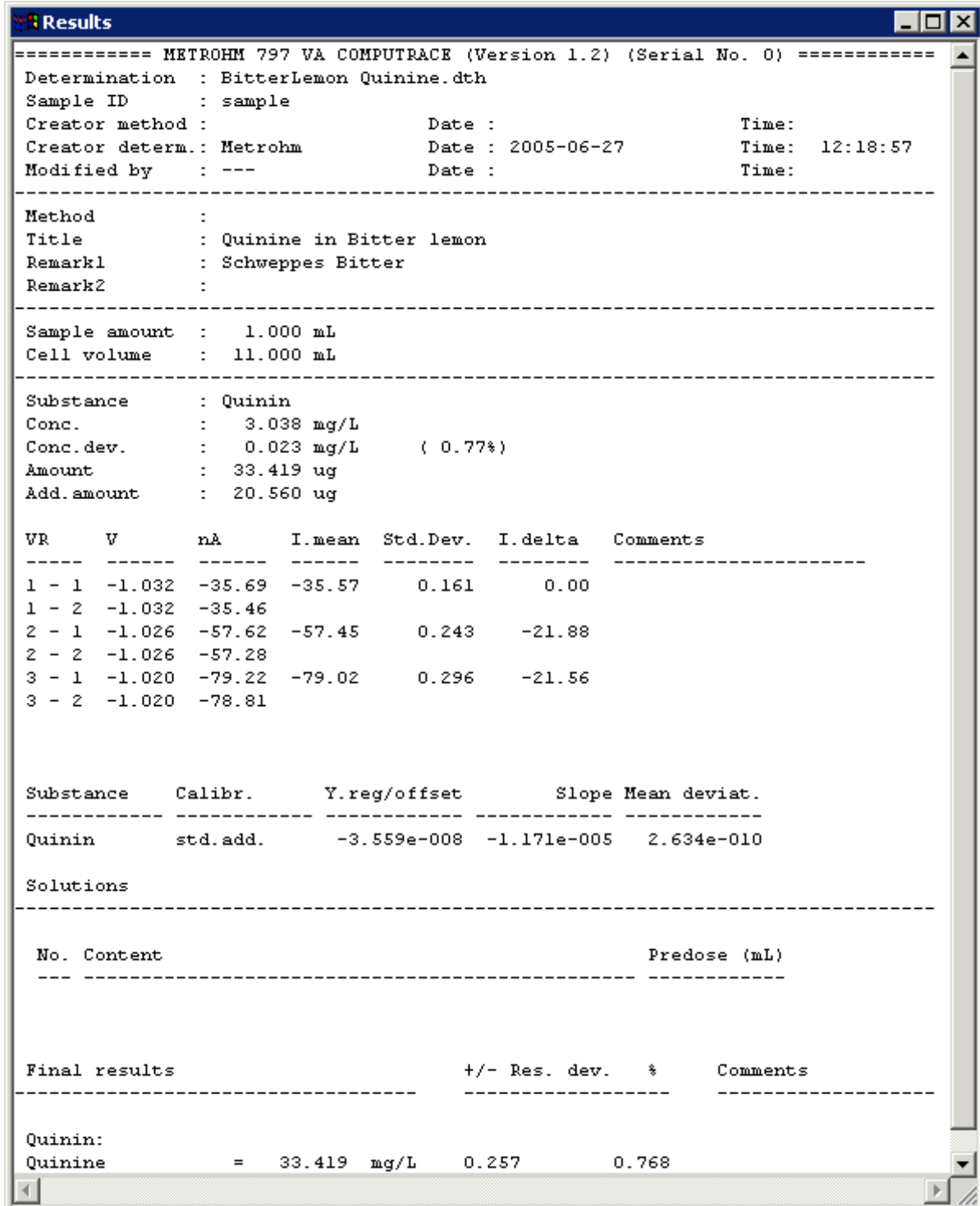
### **DETERMINATION CURVES / Save as enhanced metafile**

Der Inhalt des ausgewählten Unterfensters wird als EMF-Datei (Enhanced Metafile) im ausgewählten Verzeichnis gespeichert.

## 5.5 Resultate

### Übersicht über das Resultatfenster

Das Fenster **RESULTS** enthält das vollständige Protokoll der geladenen Bestimmung. Falls die Bestimmung neu berechnet wird, wird das Fenster **RESULTS** automatisch aktualisiert.



```

===== METROHM 797 VA COMPUTRACE (Version 1.2) (Serial No. 0) =====
Determination   : BitterLemon Quinine.dth
Sample ID      : sample
Creator method  :                               Date :                               Time:
Creator determ.: Metrohm                      Date : 2005-06-27          Time: 12:18:57
Modified by    : ---                          Date :                               Time:
-----
Method         :
Title          : Quinine in Bitter lemon
Remark1        : Schweppes Bitter
Remark2        :
-----
Sample amount  : 1.000 mL
Cell volume    : 11.000 mL
-----
Substance      : Quinin
Conc.          : 3.038 mg/L
Conc.dev.      : 0.023 mg/L ( 0.77%)
Amount         : 33.419 ug
Add.amount     : 20.560 ug
-----
VR      V      nA      I.mean  Std.Dev.  I.delta  Comments
-----
1 - 1   -1.032  -35.69   -35.57   0.161     0.00
1 - 2   -1.032  -35.46
2 - 1   -1.026  -57.62   -57.45   0.243     -21.88
2 - 2   -1.026  -57.28
3 - 1   -1.020  -79.22   -79.02   0.296     -21.56
3 - 2   -1.020  -78.81
-----
Substance  Calibr.      Y.reg/offset      Slope Mean deviat.
-----
Quinin     std.add.     -3.559e-008      -1.171e-005      2.634e-010
-----
Solutions
-----
No. Content                                Predose (mL)
-----
-----
Final results                                +/- Res. dev.  %      Comments
-----
Quinin:
Quinine    =    33.419 mg/L    0.257    0.768

```

Das Fenster **RESULTS** besteht aus den folgenden Teilen:

## Kopfzeile

### **Metrohm 797 VA Computrace**

Hersteller- und Geräte name.

### **(Version w1.3.x)**

Versionsnummer der PC-Software.

### **(Serial No.)**

Seriennummer des Gerätes.

## Bestimmungsdaten

### **Determination**

Name der Bestimmungsdatei

### **Sample ID**

Probenidentifikation (siehe **Sample identifier** auf dem Blatt **Determination**).

### **Creator method**

Name des eingeloggten Anwenders, der die **Methode** mit der die Bestimmung durchgeführt wurde erstellt hat.

### **Creator determ.**

Name des eingeloggten Anwenders, der die Bestimmung gestartet hat mit Datum **Date** und Zeit **Time** des Bestimmungsstarts.

### **Modified by**

Name des eingeloggten Anwenders, der die Bestimmung zuletzt verändert hat mit Datum **Date** und Zeit **Time** der Änderung. Die Anzeige von "---" bedeutet, dass eine unveränderte Bestimmung vorliegt.

## Methodendaten

### **Method**

Name der für die Bestimmung verwendeten Methode.

### **Title**

Methodentitel.

### **Remark1**

Bemerkung 1 zur Methode.

### **Remark2**

Bemerkung 2 zur Methode.

## Probedaten

### **Cell volume**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen im Messgefäß beim Start der Bestimmung (siehe **Cell volume** auf dem Blatt **Determination**, Kap. 5.2).

### **Sample amount**

Probemenge; Menge der ins Messgefäß zugegebenen

Probe (siehe **Sample amount** auf dem Blatt **Determination**, Kap. 5.2).

---

**Achtung:** Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS, und der **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" wird **volume Intercept solution** anstatt **Sample amount** angezeigt.

---



---

**Achtung:** Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS, und den **Calibration**-Techniken "LAT Standard addition for brighteners", "MLAT Standard addition for brighteners" und "RC Sample with response curve" wird **volume prod. bath** anstatt **Sample amount** angezeigt.

---

## Substanzauswertung

### Substance

Substanzname (siehe **Substance** auf dem Blatt **Substances**, Kap. 5.2).

### Conc.

Berechnete Substanzkonzentration bezogen auf das Gesamtvolumen an Lösung (**Cell volume**) im Messgefäß beim Start des ersten Sweeps.

### Conc.dev.

Absolute und relative Gesamtstreuung der berechneten Substanzkonzentration **Conc..**

### Amount

Absolute Substanzmenge im Messgefäß.

### Add.amount

Substanzmenge, welche bei jeder Standardaddition zugegeben wurde (nur bei konstanter Aufstockung verfügbar).

---

**Achtung:** Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS, werden noch andere Werte angezeigt.

---

## Peakauswertung

**VR** Nummer der Variation und Replikation.

**v** Gefundene Peakspannung (V).

**A;W;A/V;C {for PSA/CCPSA: s/V;s;s/(V\*V)}**

Berechnete Auswertegrösse (Höhe, Fläche, Ableitung oder Ladung)

**i.mean; P.mean; mean; Q.mean(Nur mit den Modi CVS und CPVS)**

Mittelwert der Auswertegrössen für alle Replikationen einer Variation.

**Std.Dev.**

Standardabweichung der Auswertgrößen für alle Replikationen einer Variation.

**i.delta; P.delta; delta; Q.delta** (Nur mit den Modi CVS und CPVS)

Differenz zwischen zwei aufeinanderfolgenden Mittelwerten von Auswertgrößen.

**Comments**

Anzeige von Hinweisen bei irgendwelchen Fehlern im Sweep (z.B. **Ovl. in scan** = Overload während des Sweeps; **Ovl. in CDE** = Overload während der Reinigung oder Abscheidung; **Ovl. in cond. cycles** = Overload während Konditionierzyklen; **No peak found** = Kein Peak gefunden für definierte Substanz; **Not used** = Peak wird nicht zur Berechnung verwendet).

---

**Achtung:** Für CVS und CPVS, werden noch 2 weitere Werte angezeigt: V(mL) und Q/Q(0).

---

## Kalibrierdaten

**Substance**

Substanzname (siehe **Substance** auf dem Blatt **Substances**, Kap. 5.2).

**Calibr.**

Kalibriertechnik **std.add.**, **rec.cc.** oder **smp.cc.** (siehe **Calibration** auf dem Blatt **Specifications**, Kap. 5.2).

Für Galvanikbad Analytik: **Calibration**-Techniken **dt.rec.cc.**, **dt.cc.**, **mlat**, **lat**, **rec.rc.**, **sam.rc** (siehe **Calibration**-Techniken mit CVS und CPVS, Kap. 6.2).

**Y.reg/offset**

Aus der Standardadditionskurve berechnete Auswertgröße für die Probe (für Standardadditionen) oder Achsenabschnitt der Kalibrierkurve (für Kalibrierkurven).

**Slope**

Steigung der Standardadditions- oder Kalibrierkurve

**Nonlin**

Nichtlinearer Faktor für nichtlineare Kalibrierkurven (nur angezeigt, wenn für Parameter **Regression technique** "Non-linear Regression" ausgewählt wurde).

**Corr.Coeff**

Korrelationskoeffizient für lineare Kalibrierkurven (nur angezeigt, wenn für Parameter **Regression technique** "Linear Regression" ausgewählt wurde).

**Mean deviat.**

Berechnete mittlere Streuung der Messwerte um die Standardadditions- bzw. Kalibrierkurve.

## Solutions

**No.** Nummer des für die Lösungszugabe verwendeten Dosiergerätes.

**Content**

Bemerkungen zu den Lösungen (siehe **Content** im Fenster **DOSINOS**, Kap. 5.2).

**predose volume (mL)**

Falls das Dosiergerät für die Zugabe von Hilfslösungen beim Start der Messung verwendet wird, wird hier das Volumen der zugegebenen Hilfslösung angezeigt.

**Electrode test**

Gibt den Status des Elektrodentests vor der Bestimmung an.

---

**Achtung:** Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS, und der **Calibration**-Technik "MLAT Standard addition for brighteners" und "RC Sample with response curve" wird noch zusätzlich **dosed volume after sample transfer (mL)** angezeigt.

---

## Schlussresultate

**Final results**

Berechnete Resultate für die im Fenster **CALCULATION** definierten Verrechnungsformeln.

**Res.dev.**

Absolute und relative Streuung der Schlussresultate.

## Text in Zwischenablage kopieren

Ausgewählter Text im Fenster **RESULTS** kann durch die Wahl der Option **Copy** des kontextsensitiven Menüs in die Zwischenablage kopiert werden.

**RESULTS / Select all**

Den ganzen Text im Fenster **RESULTS** auswählen.

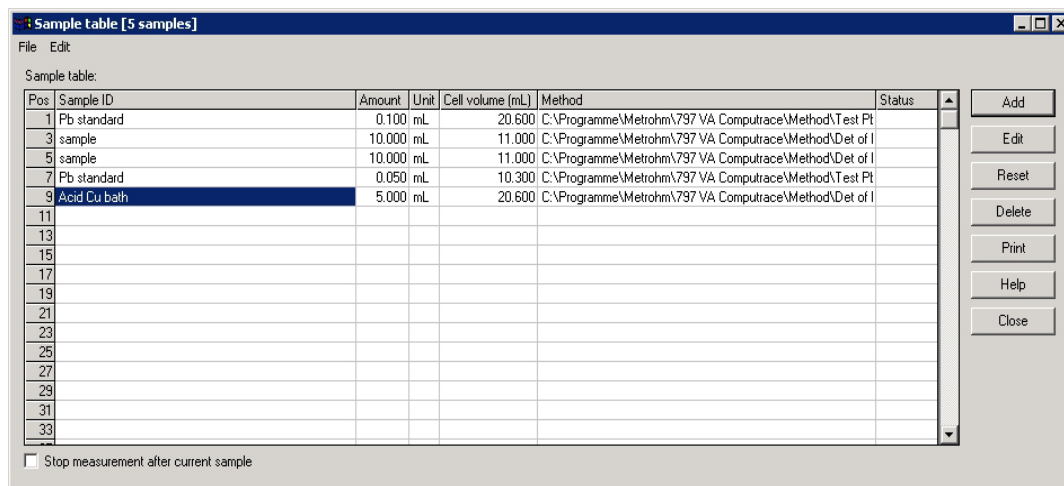
**RESULTS / Copy**

Den ausgewählten Text in die Zwischenablage kopieren.

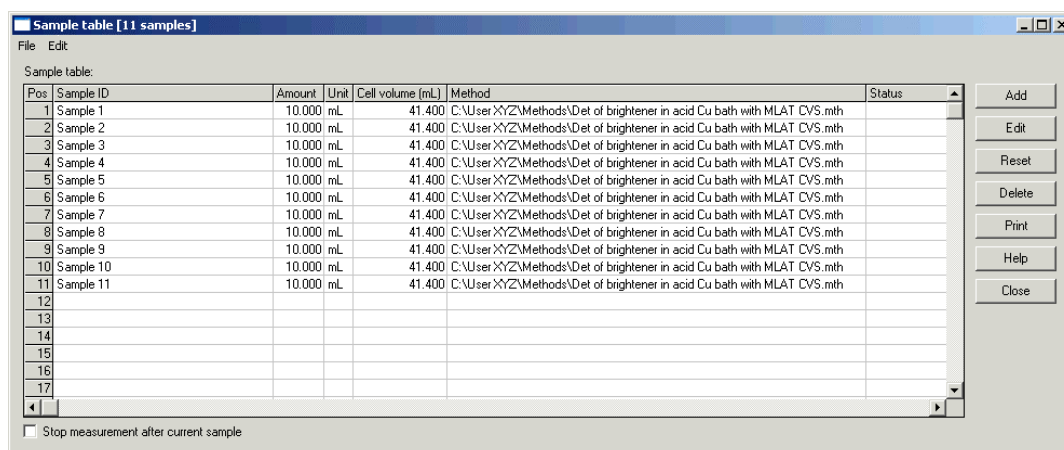
## 5.6 Proben-tabelle

Im Fenster **SAMPLE TABLE** werden die Probedaten der geladenen Proben-tabelle angezeigt.

Mit dem 863 Compact VA Autosampler:



Mit dem 838 Advanced Sample Processor:



**Pos.** [ für 863: 1, 3, 5 ... 127; nur Anzeige ]  
 [ für 838: 1, 2, 3 ... 112; nur Anzeige ]  
 Position der Probe auf dem Probenrack.

Für den **863** Compact VA Autosampler werden nur die ungeraden Nummern angezeigt, da auf den geraden Positionen für jedes Probengefäß ein zweites, mit Spüllösung gefülltes Gefäß platziert werden muss.

Für den **838** Advanced Sample Processor werden in der Proben-tabelle alle Nummern angezeigt: Startpunkt für die Zeile 1 der Proben-tabelle ist auf dem Rack jeweils die letzte Position + 1 (nach dem Einschalten des 838 startet er mit Rack-Position 1). Falls Sie bei einer anderen Position beginnen wollen, geben Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe an.

**Sample ID [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation.

**Amount [ > 0 ; 10 ]**

Probemenge; Menge der ins Messgefäss zugegebenen Probe.

**Unit [ mL, g ; mL ]**

Wahl der Einheit für die Probemenge.

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer (manuell oder automatisch mit Dosiergerät zugegeben)) im Messgefäss beim Start der Bestimmung. Die berechneten Substanzmassenkonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Method**

Selektion der für diese Probe angewendeten Methode.

**Status [ nur Anzeige ]**

Statusanzeige: **Measuring** (Messen), **Done** (Bestimmung beendet) oder "leer" (bereit für neuen Start).



Neue Zeile zur Probentabelle hinzufügen. Es öffnet sich das Fenster **SAMPLE**, in dem die Parameter **Method, Sample ID, Sample amount, Sample unit** und **Cell volume** eingegeben werden können.



Ausgewählte Zeile der Probentabelle editieren. Es öffnet sich das Fenster **SAMPLE**, in dem die Parameter **Method, Sample ID, Sample amount, Sample unit** und **Cell volume** eingegeben werden können.



**Status** der Probentabellenzeilen auf "leer" setzen, damit die aktuelle Probentabelle neu gestartet werden kann.



Inhalt der ausgewählten Probentabellenzeile löschen.



Probentabelle drucken.

**Probentabelle laden/speichern**

Probentabellen-Dateien (\*.spt) mit Probedaten können mit den folgenden Befehlen erstellt, geladen und gespeichert werden:

**SAMPLE TABLE / File / New**

Leere Probentabelle in Arbeitsspeicher laden.

**SAMPLE TABLE / File / Load**

Bestehende Probentabelle in Arbeitsspeicher laden. Der Name der Probentabelle wird in der Statuszeile des Hauptfensters **797 VA COMPUTRACE**

angezeigt.

**SAMPLE TABLE / File / Save**

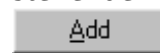
Aktuell im Arbeitsspeicher geladene Probentabelle speichern. Falls die Probentabelle seit dem Laden geändert wurde, erscheint die Meldung **The file already exists. Overwrite?**. Klicken Sie auf **Yes**, um die Probentabelle zu überschreiben oder auf **No**, um das Speichern abzubrechen.

**SAMPLE TABLE / File / Save As ...**

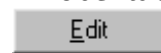
Aktuell im Arbeitsspeicher geladene Probentabelle in einer neuen Datei speichern. Geben Sie Name und Verzeichnis für die Speicherung der Probentabellen-Datei ein. Falls der Dateiname schon vorhanden ist, fragt Windows, ob Sie die existierende Datei überschreiben möchten.

## Probentabelle editieren

Für das Hinzufügen von neuen Zeilen oder die Änderung von bestehenden Zeilen in Probentabellen benutzt man die Knöpfe



oder



. Daneben bestehen zusätzlich noch die folgenden Möglichkeiten zum Editieren:

**SAMPLE TABLE / Edit / Cut**

Ausgewählte Probentabellenzeile ausschneiden und in der Zwischenablage speichern.

**SAMPLE TABLE / Edit / Copy**

Ausgewählte Probentabellenzeile in die Zwischenablage kopieren.

**SAMPLE TABLE / Edit / Copy previous**

Inhalt der vorhergehenden Zeile in die ausgewählte Probentabellenzeile kopieren.

**SAMPLE TABLE / Edit / Paste**

Inhalt der Zwischenablage in die ausgewählte Probentabellenzeile kopieren.

**SAMPLE TABLE / Edit / Delete**

Inhalt der ausgewählten Probentabellenzeile löschen.

**SAMPLE TABLE / Edit / Reset**

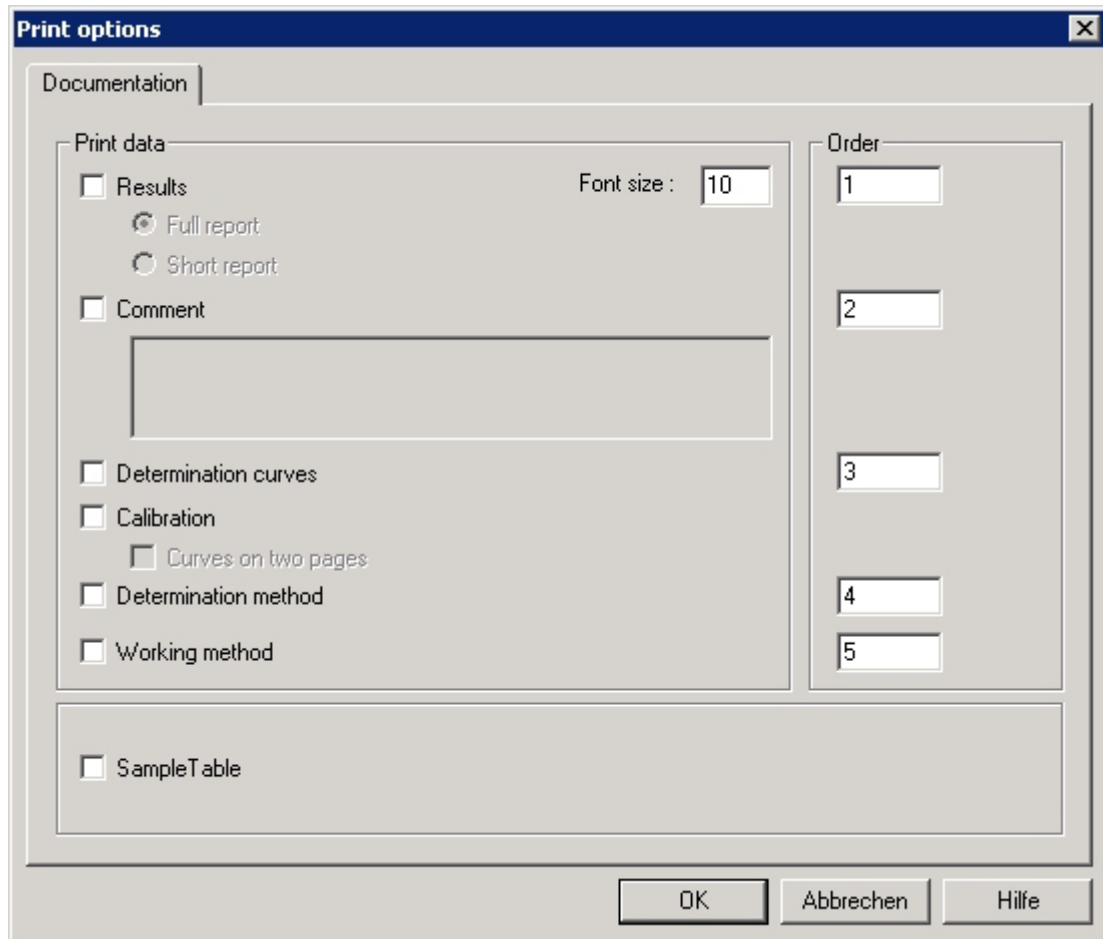
**Status** der Probentabellenzeilen zurücksetzen, um einen Neustart der Probentabelle zu ermöglichen.

## 5.7 Drucken in der Betriebsart «Determination»



**HAUPTFENSTER / File / Print (Ctrl+P)**

Reporte und/oder Kurven drucken. Es erscheint das Fenster **PRINT OPTIONS** zur Auswahl der zu druckenden Elemente.


**Results**

Ausdruck von **Full report** (vollständiger Report) oder **Short report** (Kurzreport).

**Font size**

Schriftgröße in Punkten für den Reportausdruck.

**Comment**

Ausdruck des im Eingabefeld definierten Methodenkommentars.

**Determination curves**

Ausdruck aller Voltammogramme.

**Calibration**

Ausdruck aller Kalibrierkurven.

**Curves on two pages**

Falls diese Option aktiviert ist, werden die Bestimmungs- und Kalibrierkurven auf zwei verschiedenen Seiten ausgedruckt, falls nicht, auf einer gemeinsamen Seite.

**Determination method**

Ausdruck der Parameter der Bestimmungsmethode.

**Working method**

Ausdruck der Parameter der im Arbeitsspeicher geladenen Arbeitsmethode.

**Order [ 1...6 ; ]**

Reihenfolge für Ausdruck der Reportelemente.

**Sample table**

Ausdruck der Probentabelle.

## 5.8 Datenverarbeitung und Auswertung

### Datentransfer

Nach dem Start einer Bestimmung werden die Parameter der Arbeitsmethode ("Working Method") in die Bestimmungsmethode ("Determination Method") kopiert.

Die für die voltammetrische Messung notwendigen Parameter werden dann vom PC via USB-Verbindung zum VA Computrace 797 geschickt. Der interne Prozessor startet und steuert die Datenerfassung im VA Computrace Stand und empfängt und speichert die Messdaten. Am Ende jedes Voltammogramms werden die aufgenommenen Daten zurück zum PC geschickt, wo sie ausgewertet und in einer Bestimmungsdatei gespeichert werden.

### Datenerfassung

Der 797 VA Computrace Stand arbeitet nach dem potentiostatischen 3-Elektroden-Prinzip, bei welchem die Spannung der Arbeitselektrode mit Hilfe einer unbelasteten Bezugelektrode auf den vorgegebenen Sollwert geregelt wird und der Strom über eine separate Hilfselektrode fließt. Dabei wird der Spannungsabfall in der Messlösung automatisch kompensiert. Die Strommessung mit Digitalisierung erfolgt unter automatischer Anpassung der Verstärkerempfindlichkeit an den aktuellen Messwert, so dass immer mit optimaler Genauigkeit gemessen wird.

Die Art der Messwertaufnahme, der Messbereich und die Messfrequenz werden durch die Wahl von Elektrode, VA-Messmodus und den entsprechenden Sweep-Parametern definiert. Dabei sind die folgenden Kombinationen von Elektrode und VA-Messmodus möglich:

	DC	NP	DP	SqW	AC	CV	PSA	CCPSA	CVS	CPVS
DME	(●)	(●)	•		•					
SMDE	(●)	(●)	•		•					
HMDE	•	(●)	•	•	•	•	•	•	•	
RDE	•	(●)	•	•	•	•	•	•	•	•

(●) Diese Kombination kann nur im Modus «Exploratory» verwendet werden

Die pro Einzelmessung aufgenommenen Messwertpaare werden in Datenblöcken gespeichert, welche durch die VR-Nummer (Variation und Replikation) eindeutig gekennzeichnet sind. Anhand dieser Identifikation können die einzelnen Sweeps für die Anzeige ausgewählt werden.

Im Zusammenhang mit der Messwertaufnahme gelten für Sweeps folgende Regeln:

- Die maximale Anzahl Variationen (V) ist auf 29 (1 Probe + 28 Additionen) beschränkt, die maximale Anzahl Replikationen (R) auf 10.
- Die maximale Anzahl Messwerte wird nur durch den Speicherplatz von 2 MB beschränkt. Wird dieser überschritten, so erscheint die Meldung **There is not enough memory available to measure the desired points**. Reduzieren Sie in diesem Fall die Anzahl Datenpunkte pro Sweep.

## Hintergrundkompensation

In Bestimmungen mit **Hintergrundkompensation** (Option **Measure blank** aktiviert) werden die bei der Messung der Blindprobe aufgenommenen Messwerte von den Messwerten jedes nachfolgenden Sweeps subtrahiert.

## Glättung und Ableitung

Anschliessend an die Hintergrundkompensation werden die Messwerte geglättet. Dies geschieht in einem gleitenden Fenster nach dem Savitzky-Golay-Verfahren. Die Anzahl Punkte für das Glättungsfenster wird durch den gewählten Glättungsfaktor **Smooth factor** definiert:

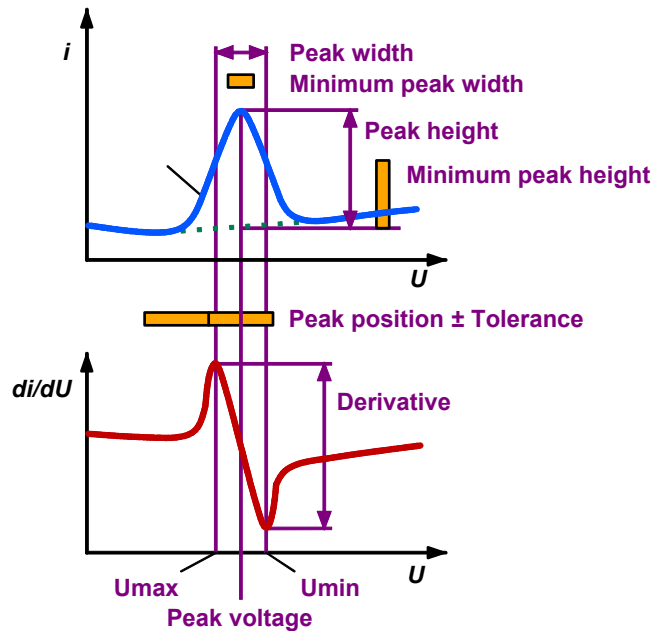
<b>1</b>	3 Punkte
<b>2</b>	5 Punkte
<b>3</b>	7 Punkte
<b>4</b>	9 Punkte
<b>5</b>	11 Punkte
<b>6</b>	13 Punkte

Welcher Glättungsfaktor angewendet werden kann, hängt im wesentlichen von der Anzahl zur Verfügung stehender Datenpunkte ab. Je mehr Punkte die Kurve aufweist, um so höher kann der Glättungsfaktor gewählt werden ohne die Kurve zu stark zu verändern. Obwohl die geglättete Kurve selber nicht angezeigt werden kann, ist der Einfluss der Glättung indirekt an der Peakerkennung und Basislinienberechnung ersichtlich.

Bei der Glättung wird die Kurve automatisch auch differenziert, womit man die abgeleitete Kurve (erste Ableitung) erhält, die für die Peakerkennung benutzt wird.

## Peakerkennung

Mit Hilfe der abgeleiteten Kurve wird nach aufeinanderfolgenden Minima und Maxima gesucht. Ein Maximum gefolgt von einem Minimum zeigt einen normalen Peak an, ein Minimum gefolgt von einem Maximum einen umgekehrten Peak (reverse peak). Anhand dieser Werte werden die Peakspannung **Peak voltage** und die Peakbreite **Peak width** für jeden Peak bestimmt. Nach der Peakdetektion wird eine Basislinie konstruiert und die Peakhöhe **Peak height** aus dem Peakmaximumwert minus dem Wert der Basislinie an der Position der Peakspannung bestimmt.



- **Peak voltage** =  $(U_{max} + U_{min}) / 2$
- **Peak width** =  $|U_{min} - U_{max}|$
- **Peak height** = **Peakhöhe bei der Peakspannung**

Die gefundenen Peaks werden anhand dieser Schätzwerte und der auf dem Blatt **Substances** definierten Erkennungsparameter den dort definierten Substanzen zugeordnet. Dabei werden die folgenden drei Erkennungstests durchgeführt:

**Peakspannungstest:** **Peak voltage** = **Peak position** ± **Tolerance**

**Peakbreitetest:** **Peak width** > **Minimum peak width**

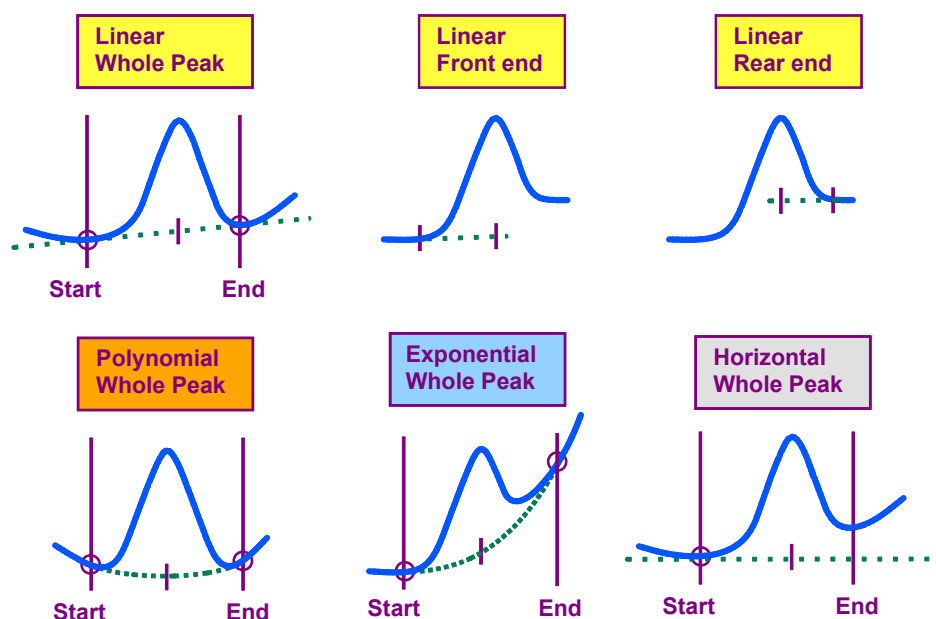
**Peakhöhentest:** **Peak height** > **Minimum peak height**

Sind alle drei Testbedingungen erfüllt, wird dieser Peak der entsprechenden Substanz zugeordnet und damit als Substanzpeak anerkannt. In der Kurvenanzeige wird dieser Peak mit dem Substanznamen "**Substance**" markiert.

Falls nur die beiden letzten Bedingungen erfüllt sind, wird dieser Peak als unbekannter Peak (Unknown peak) erkannt und keiner Substanz zugeordnet. In der Kurvenanzeige wird dieser Peak mit "**Unk**" markiert.

## Basislinienberechnung

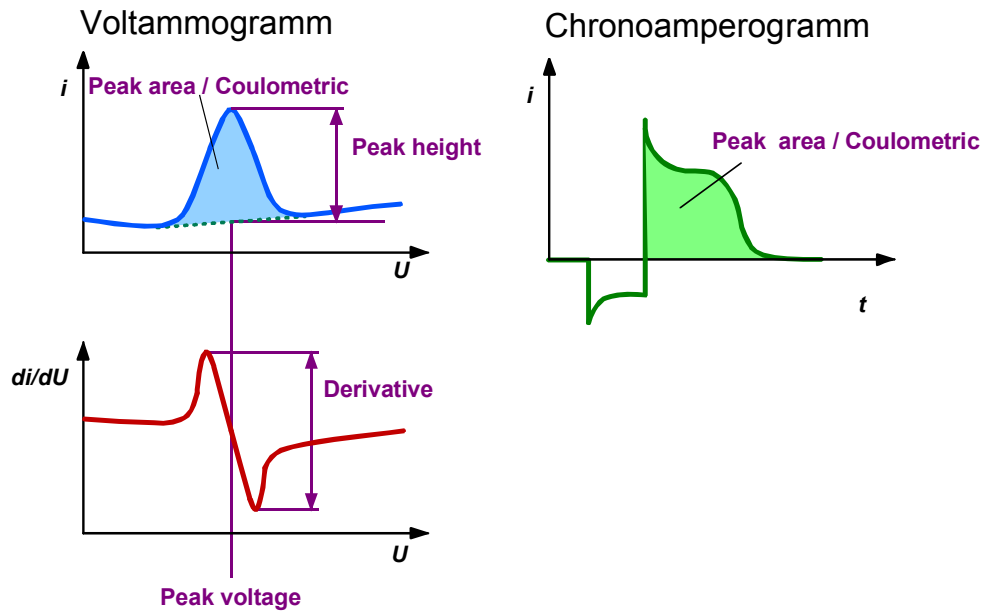
Die Auswertung von erkannten Peaks erfolgt mit Hilfe von approximierten Basislinien. Die Berechnung der Basislinie für einen geglätteten Substanzpeak wird durch die für diese Substanz im Fenster **BASELINE** festgelegten Basislinienparameter bestimmt (siehe *Basislinie*, Kap. 5.2). Für die Basislinienberechnung bestehen folgende Möglichkeiten:



Standardmässig werden Start- und Endfusspunkt der Basislinien automatisch berechnet. Falls erwünscht, können diese Fusspunkte auf bestimmte Spannungswerte fixiert werden. Für asymmetrische Peaks oder Doppelpicks sollte der Basislinienbereich **Front end** oder **Rear end** gewählt werden.

## Berechnung der Auswertegrösse

Die Auswertegrösse ist für alle Peaks einer Bestimmung identisch und muss auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** definiert werden (siehe *Fenster «Working method specifications»*, Kap. 5.2). Mit Hilfe der berechneten Basislinien wird für jeden Substanzpeak die festgelegte Auswertegrösse **Height**, **Area**, **Derivative** oder **Coulometric** bestimmt und als Resultat angezeigt.



Beim Vergleich der Auswertgrößen **Area** und **Coulometric** sollte man den Unterschied zwischen Voltammogrammen und Chronoamperogrammen berücksichtigen:

**Voltammogramm:**

- **Area** ist gleich der Leistung  
(Spannung \* Strom):  $V \cdot A = W$
- **Coulometric** ist gleich der Ladung  
(Spannung \* Strom / Spannungsänderungsgeschwindigkeit):  $V \cdot A / (V/s) = A \cdot s = C$

**Chronoamperogramm:**

- **Area** ist gleich der Ladung  
(Strom \* Zeit):  $A \cdot s = C$
- **Coulometric** ist gleich der Ladung  
(Strom \* Zeit):  $A \cdot s = C$

**Gehaltsberechnung**

Bei polarographischen und voltammetrischen Verfahren sind die gemessenen Auswertgrößen (**Height, Area, Derivative** oder **Coulometric**) für eine Substanz proportional zu deren Massenkonzentration. Der Zusammenhang zwischen Auswertgröße und Massenkonzentration muss durch eine Kalibrierung mit Bezugslösungen ermittelt werden. Dazu stehen beim VA Computrace 797 die beiden folgenden Techniken zur Verfügung:

- **Standardaddition**  
Gehaltsbestimmung anhand der ein- oder mehrmaligen Zugabe einer Standardlösung.

- **Kalibrierkurve**

Gehaltsbestimmung anhand einer zuvor mit Bezugslösungen bestimmten Kalibrierkurve.

Ziel der beiden Kalibrierverfahren ist es, die Konzentration der Probe **c(s)** berechnen, welche durch die gefundene Substanzmenge **Amount** und die Probemenge **Sample amount** (als Masse oder Volumen) im Messgefäß definiert ist:

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

---

**Achtung:** Mit den Galvanikbad-Modi CVS und CPVS werden andere **Calibration**-Techniken gebraucht.

---

## Verdünnungsrechnung

In allen Fällen, in denen die Probemenge im Messgefäß vor dem Start des ersten Sweeps verdünnt wird (z.B. durch Pufferzugabe), muss dies durch Eingabe von **Sample amount** und **Cell volume** auf dem Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** berücksichtigt werden (siehe *Blatt* «Determination», *Kap. 5.2*).

Falls die Probe zusätzlich nach dem Start des ersten Sweeps verdünnt wird (z.B. durch Zugabe von Standard-Lösungen), wird die Verdünnung fortlaufend für jeden Verdünnungsschritt neu berechnet, so dass in der Kalibrierkurve für jede Messlösung die effektive Massenkonzentration im Messgefäß angezeigt wird.

Ein eventuell durch Dosiergeräte und die Funktion **Use for predose** oder **Use after sample transfer** zugegebenes Hilfslösungsvolumen wird nicht in die Verdünnungsrechnung mit einbezogen, sondern muss bereits im **Cell volume** berücksichtigt werden.

## Berechnung der Standardaddition

Beim Standardadditionsverfahren (auch Aufstocktechnik genannt) wird der Probe ein- oder mehrmals eine bekannte Menge der zu bestimmenden Substanz zugesetzt. Die Zugabe kann manuell oder automatisch mit Hilfe eines Dosiergerätes erfolgen. Zur Berechnung der gesuchten Massenkonzentration der Probe wird das folgende Verfahren angewendet:

1. **Messung der Probelösung**

Die Probelösung mit der unbekanntem Massenkonzentration **c(s)** der Probe wird ein- oder mehrmals gemessen (definiert durch **No. of replications**). Dabei erhält man:

<b>EV(s)</b>	Auswertgröße einer Einzelmessung für die Probe
<b>mean(s)</b>	Mittelwert aller Auswertgrößen für die Probe

**Std. dev. (s)** Standardabweichung des Einzelwertes  
 $EV(s) = s(s)$

## 2. Messung der aufgestockten Probelösungen

Die Probelösung wird **n** mal (definiert durch **No. of additions**) mit einer Standardlösung mit bekannter Massenkonzentration **c(st)** aufgestockt. Jede dieser aufgestockten Lösungen wird ein- oder mehrmals (definiert durch **No. of replications**) gemessen. Dabei erhält man:

**EV(n)** Auswertegrösse einer Einzelmessung für die aufgestockte Probe **n**

**mean(n)** Mittelwert aller Auswertegrössen für die aufgestockte Probe **n**

**Std. dev. (n)** Standardabweichung des Einzelwertes  
 $EV(n) = s(n)$

**c(n) – c(s)** Differenz der Massenkonzentrationen zwischen der aufgestockten Probe **n** und der ursprünglichen Probelösung

## 3. Bestimmung der Standardadditionskurve

Für die Berechnung der linearen Standardadditionskurve werden die Parameter **a** und **b** der linearen Regressionskurve  $y = a + bx$  durch gewichtete Fehlerquadratminimierung mit  $y = EV$  und  $x = c - c(s)$  bestimmt, wobei als Gewichtungsfaktor für jeden Punkt die Standardabweichung der Replikationen verwendet wird. Die Parameter **a** und **b** werden im Fenster **RESULTS** angezeigt und haben folgende Bedeutung:

**a = Y. reg/offset** Achsenabschnitt der Standardadditionskurve

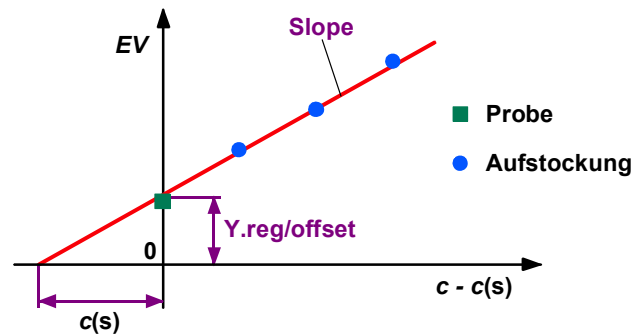
**b = slope** Steigung der Standardadditionskurve

## 4. Berechnung der Massenkonzentration c(s)

Voraussetzung für die Anwendung der Standardaddition ist, dass für **c** = 0 auch die Auswertegrösse **EV** = 0 ist. Setzt man für diese beiden Grössen in der Kalibrierfunktion 0 ein, so kann die gesuchte Massenkonzentration **c(s)** aus der folgenden Gleichung berechnet werden:

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

In der grafischen Darstellung der Standardadditionskurve ist die gesuchte Massenkonzentration auf der x-Achse durch den Abstand vom Nullpunkt zum Schnittpunkt mit der Kalibrierfunktion gegeben.



#### 5. Berechnung der Resultatstreuung **Conc.dev.**

Die Gesamtstreuung **Conc.dev.** der berechneten Substanzkonzentration **Conc.** wird mit einer linearen Fehlerrechnung bestimmt. Unabhängig von der Anzahl Messungen wird die Gesamtstreuung **Conc.dev.** immer so berechnet, dass **Conc. ± Conc.dev.** den Bereich angibt, in welchem die Massenkonzentration mit einer Wahrscheinlichkeit von 68.3% erwartet werden darf.

### Regeln für die Standardaddition

Die **Standardaddition** ist die übliche **Calibration**-Technik für den grössten Teil der mit dem VA Computrace 797 möglichen Anwendungen. Ihr Vorteil liegt in der hohen Sicherheit, da die Kalibrierung in der Probe unter realen Matrixverhältnissen erfolgt und sämtliche Messparameter unverändert bleiben. Im Hinblick auf optionale Richtigkeit und Streuung gelten folgende **Regeln**:

- **Linearitätsbereich überprüfen**

Für jede Substanz sollte bei der Ausarbeitung der Methode der Linearitätsbereich überprüft werden. Stocken Sie dazu mehrmals über einen grossen Konzentrationsbereich auf. Anhand der im Fenster **DETERMINATION CURVES** angezeigten Kalibrierkurve können Sie entscheiden, in welchem Bereich die Standardaddition linear und in welchem sie nichtlinear ist.

- **Aufstockverfahren**

Liegt der Substanzgehalt im linearen Bereich, so ist eine mehrmalige Aufstockung nur dann sinnvoll, wenn Sie bei jeder Bestimmung die Linearität kontrollieren wollen. Zur Verringerung der Streuung ist es besser, nur einmal aufzustocken und dafür die Zahl der Replikationen so gross wie möglich zu wählen.

- **Aufstockverhältnis 1:2 bis 1:5**

Das optimale Aufstockverhältnis für die gesamte Aufstockung liegt bei 1:2 bis 1:5, d.h. die Summe aller Aufstockmengen sollte das 2- bis 5-fache der im Messgefäss vorhandenen Probenmenge betragen. Dies lässt sich nachträglich leicht anhand der im Fenster **RESULTS** angezeigten Parameter **Amount** und **Add.Amount** kontrollieren.

- **Berücksichtigung von Blindwerten**

Allfällige Blindwerte müssen separat bestimmt und in der Formelrechnung im Fenster **CALCULATION** subtrahiert werden.

## Berechnung der Kalibrierkurve

Die Gehaltsbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve erfolgt in zwei Schritten:

- Zuerst wird der Zusammenhang zwischen der Massenkonzentration  $c$  einer Substanz und der Auswertegrösse  $EV$  durch Messen verschiedener Bezugslösungen ermittelt.

**Achtung:** "Mindestanzahl" sowie "Empfohlene Anzahl" der zu messenden Kalibrierpunkte hängt von der gewählten **Regression technique** auf dem Blatt **Substances** des Fensters **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** ab:

	Mindestanzahl	Empfohlene Anzahl
Linear Regression:	2	$\geq 3$
Nonlinear Regression:	3	$\geq 5$
Linear Regression (through Zero):	1	$\geq 2$
Nonlinear Regression (through Zero):	2	$\geq 4$
Linear Interpolation:	2	$\geq 2$
Quadratic Interpolation:	3	$\geq 5$

Sobald weniger als die "Empfohlene Anzahl" an Messpunkten für eine bestimmte Regression verwendet werden, ist es möglich, dass die Regressionskurve nicht ideal angepasst werden kann. Verwenden Sie daher bitte immer die "Empfohlene Anzahl" an Messpunkten.

- Anschliessend wird die Probe gemessen und anhand der aufgenommenen Kalibrierkurve deren Massenkonzentration  $c(s)$  bestimmt.

Bei der Gehaltsbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve wird zur Berechnung der gesuchten Massenkonzentration  $c(s)$  der Probe folgendes Verfahren angewendet:

### 1. Messung der Kalibrierlösungen

Die Kalibrierlösungen mit bekannter Massenkonzentration  $c(n)$  werden alle mehrmals gemessen (definiert durch **No. of replications**). Dabei erhält man:

$EV(n)$	Auswertegrösse einer Einzelmessung für die Kalibrierlösung $n$
$mean(n)$	Mittelwert aller Auswertegrössen für die Kalibrierlösung $n$
$Std. dev. (n)$	Standardabweichung des Einzelwertes $EV(n) = s(n)$

**c(eff,n)**

Effektive Massenkonzentrationen der Kalibrierlösungen (wird aus **c(n)** unter Berücksichtigung der Verdünnung berechnet)

## 2. Bestimmung der Kalibrierkurve

Für die Berechnung der Kalibrierkurve stehen vier Modellfunktionen zur Verfügung, die unter **Regression technique** auf dem Blatt **Substances** ausgewählt werden können:

$$y = a + bx$$

Gerade = **Linear Regression / Linear Interpolation**

$$y = bx$$

Gerade durch den Nullpunkt = **Linear Regression (through Zero)**

$$y = a + bx + dx^4$$

Nichtlineare Kurve 4. Grades = **Nonlinear Regression**

$$y = bx + dx^4$$

Nichtlineare Kurve 4. Grades durch den Nullpunkt = **Nonlinear Regression (through Zero)**

$$y = a + bx + cx^2$$

Nichtlineare Kurve 2. Grades = **Quadratic Regression**

Die Parameter **a**, **b** und **d** der Regressionskurve werden durch gewichtete Fehlerquadratminimierung mit **y = EV** und **x = c(eff)** bestimmt. Die Parameter werden im Fenster **RESULTS** angezeigt und haben folgende Bedeutung:

**a = Y.reg/offset**

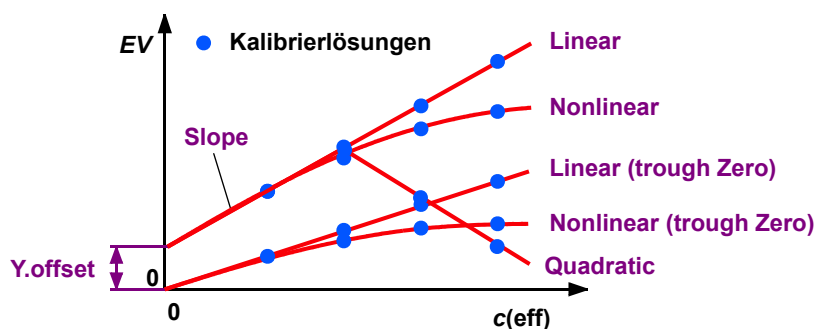
Achsenabschnitt der Kalibrierkurve

**b = slope**

Steigung der Kalibrierkurve im linearen Bereich

**d = Nonlin.**

Nichtlinearitätsfaktor



## 3. Messung der Probelösung

Die Probelösung mit der unbekanntem Massenkonzentration **c(s)** der Probe wird ein- oder mehrmals gemessen (definiert durch **No. of replications**). Dabei erhält man:

**EV(s)**

Auswertegröße einer Einzelmessung für die Probe

**mean(s)**

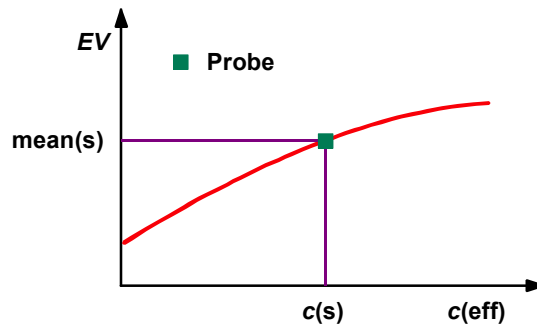
Mittelwert aller Auswertegrößen für die Probe

**Std. dev. (s)** Standardabweichung des Einzelwertes  
 $EV(s) = s(s)$

4. **Berechnung der Massenkonzentration  $c(s)$**

Die gesuchte Massenkonzentration  $c(s)$  der Probe wird durch Einsetzen von  $mean(s)$  in die zuvor bestimmte Kalibrierfunktion berechnet:

$$mean(s) = d c(s)^4 + b c(s) - a$$



5. **Berechnung der Resultatstreuung **Conc.dev.****

Die Gesamtstreuung **Conc.dev.** der berechneten Substanzkonzentration **Conc.** wird mit einer linearen Fehlerrechnung bestimmt, welche sowohl den Fehlerbeitrag aus der Messung wie auch denjenigen aus der Kalibrierung berücksichtigt. Unabhängig von der Anzahl Messungen wird die Gesamtstreuung **Conc.dev.** immer so berechnet, dass  $Conc. \pm Conc.dev.$  den Bereich angibt, in welchem die Massenkonzentration mit einer Wahrscheinlichkeit von 68.3% erwartet werden darf.

**Regeln für die Kalibrierkurve**

Die Resultatermittlung mit Hilfe einer **Kalibrierkurve** bringt gegenüber Standardadditionen eine Zeitersparnis, ist aber nur zulässig

- wenn die Matrix aller Proben und Kalibrierlösungen identisch ist oder keinen Einfluss auf die Messung hat.
- wenn bei den Messungen sämtliche Messparameter (Kapillare, Temperatur, etc.) unverändert bleiben.
- wenn die Richtigkeit der einzelnen Resultate regelmässig mit dem Standardadditions-Verfahren überprüft wird.

Im Hinblick auf optimale Richtigkeit und Streuung gilt es bei der Kalibrierkurven einige **Regeln** zu beachten:

• **Linearitätsbereich überprüfen**

Für jede Substanz sollte bei der Ausarbeitung der Methode der Linearitätsbereich der Kalibrierkurve überprüft werden, indem diese über einen grossen Konzentrationsbereich aufgenommen wird. Anhand der im Fenster **DETERMINATION CURVES** angezeigten Kalibrierkurve können Sie dann entscheiden, in welchem Bereich die Kurve linear ist.

- Arbeiten im linearen Bereich**  
 Bei der Durchführung von Bestimmungen im linearen Bereich wird im Hinblick auf möglichst kleine Streuung empfohlen, vor allem im untersten und obersten Teil dieses Bereichs zu kalibrieren und die Zahl der Replikationen so gross wie möglich zu wählen.
- Achsenabschnitt überprüfen**  
 Die Grösse des Achsenabschnittes gibt einen Hinweis auf einen möglichen systematischen Fehler oder Blindwert. Um diesen Fehler in die effektive Massenkonzentration in g/L umzurechnen, muss **Y.offset** durch **Slope** dividiert werden.
- Arbeitsbereich festlegen**  
 Die Kalibrierkurve ist nur für den Bereich zwischen den Kalibrierlösungen mit der tiefsten und höchsten Massenkonzentration definiert. Extrapolationen über diesen Bereich hinaus sind nicht zulässig.
- Temperatur konstant halten**  
 Wegen der grossen Temperaturabhängigkeit der Messwerte ( $\geq 2\%/^{\circ}\text{C}$ ) wird empfohlen, mit thermostatisiertem Messgefäss 6.1418.220 zu arbeiten.
- Berücksichtigung von Blindwerten**  
 Allfällige Blindwerte müssen separat bestimmt und in der Formelrechnung im Fenster **CALCULATION** subtrahiert werden.

## Formelberechnung

Der letzte Schritt in der Auswertung ist die Berechnung der im Fenster **CALCULATION** eingetragenen Rechenformel für die Ausgabe der Schlussresultate **Final results**:

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

Ohne Änderung der Standardwerte für **Multiplier**, **Divisor** und **Summand** wird das Schlussresultat **Final Result** als Konzentration multipliziert mit dem Zellvolumen **Cell volume** und dividiert durch die Probenmenge **Sample amount** berechnet. Das Schlussresultat erhält die im Fenster **CALCULATION** unter **Final unit** gewählte Einheit.

# 6 Galvanikbad VA

## 6.1 Galvanikbad VA - Einleitung

Der VA Computrace 797 hat zwei spezielle Modi für die Galvanikbad Analyse: **CVS** (Cyclic Voltammetric Stripping) und **CPVS** (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping). Beim Arbeiten mit diesen Modi gibt es im Vergleich zu den anderen Modi einige abweichende Einstellungen und Optionen.

## 6.2 Calibration-Techniken mit CVS und CPVS

Mit CVS und CPVS gibt es 8 **Calibration**-Techniken:

- Standard addition plating bath
- LAT Record intercept value
- LAT Standard addition for brighteners
- MLAT Standard addition for brighteners
- DT Suppressors with calibration curve
- DT Record calibration curve
- RC Sample with response curve
- RC Record response curve

### Standard addition plating bath

"Standard addition plating bath" ist eine **Calibration**-Technik für CVS und CPVS. Sie wird hauptsächlich für Methodenentwicklung verwendet:

- Optimierung von Additionsvolumen und -konzentrationen (z.B. um die "Addition ratio" bei "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve" zwischen 5 und 20 Additionen zu erreichen)
- Optimierung der Verdünnung mit "Intercept-Lösung" bei der "MLAT"
- Prüfung des linearen Bereichs der Standardaddition (bei der "LAT" und "MLAT")

## Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "Standard addition plating bath"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "Standard addition plating bath" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der **Sample identifier** wird im Dateinamen übernommen.

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (z.B. Virgin Make-up Solution, siehe *VMS (Virgin Make-up Solution)*, Kap. 6.4) im Messgefäss zu Beginn der Bestimmung.

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning*, Kap. 6.3)

Ein Häkchen ins Feld aktiviert das Konditionieren.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungsmessungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungsmessungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Diese "Totale Anzahl von Konditionierungsmessungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]**

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungsmessungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungsmessungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---



---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]** wie auch **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]** aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**Addition mixing time [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Mischzeit nach Additionen (für die erste Messung wird die **Initial mixing time** verwendet).

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

Anzahl Zugaben von Standard-Lösungen.

**No. of replications [ 1...10 ; 2 ]**

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "Standard addition plating bath"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab. Mit "Standard addition plating bath" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Initial mixing time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]** (siehe *"Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles** (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2 V ]**

Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

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

Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

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

Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s) [ 0...80600 s ; 5 s ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

### Sweep

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*)

## Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "Standard addition plating bath"

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration-Technik** im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "Standard addition plating bath" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.


Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**

Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie, Kap. 5.2*). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Additive solution**

Definition der Standard-Lösungen für die Standardaddition.

**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Lösung, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes

sein. Falls gemischte Standards verwendet werden, muss die Nummer dieser Mischlösung bei jeder der darin enthaltenen Substanzen eingegeben werden.

---

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4..7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1..4).

---


**Conc. [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung.

**Unit [ fL/L...mL/L ; mL/L ]**

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung.

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe, Kap. 5.2*). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Coulometric ]**

Wahl der Auswertegrösse für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nicht definierbar mit CPVS).

## LAT Record intercept value

"LAT Record intercept value" ist eine **Calibration**-Technik für CVS und CPVS. Mit ihr kann der "Intercept-Wert" bestimmt werden. Dieser "Intercept-Wert" wird dann bei der **Calibration**-Technik "LAT Standard addition for brighteners" automatisch zur Brightener-Bestimmung eingesetzt.

**Achtung:** Wenn möglich sollte "MLAT" die bevorzugte **Calibration**-Technik zur Bestimmung von Brightener sein. Mit "MLAT" werden "Intercept-Lösung" und Badlösung zusammen gemessen, was Abweichungen aufgrund Lösungsaustausches und zeitlicher Versetzung von Messungen minimiert.

**Achtung:** Damit der "Intercept-Wert" automatisch übernommen werden kann, muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

## Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "LAT Record intercept value"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "LAT Record intercept value" müssen folgende Parameter definiert werden:

### Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]

Probenidentifikation.

**Achtung:** Der hier angegebene **Sample identifier** wird für den Dateinamen übernommen. Damit bei der Brightener-Analyse mit dem 838 Advanced Sample Processor und "LAT" für die Berechnung jeweils die richtige Intercept-Datei verwendet wird, muss der **Sample identifier** mit dem Namen der Intercept-Datei die für den Parameter **Intercept determination** auf dem Blatt **Determination** mit **Calibration**-Technik "LAT" angegebenen wird, übereinstimmen.

Beispiel für **Sample identifier**: Intercept

### Volume intercept solution (mL) [> 0 mL ; 10 mL]

Das Volumen der addierten Intercept-Lösung (siehe *Intercept-Lösung*, Kap. 6.4).

### Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [ nur Anzeige ]

Zeigt das für **Volume intercept solution** angegebene Volumen an.

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning*, Kap. 6.3)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]**

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---



---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]** wie auch **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]** aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**No. of replications [ 1...10 ; 2 ]**

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "LAT Record intercept value"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ge-

wählten Messmodus ab. Mit "LAT Record intercept value" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Initial mixing time (s)** [ 0...80600 s ; 10 s ] (siehe "Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles** (siehe *Conditioning cycles* mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

**Start potential (V)** [ -5...+5 V ; 0.2 V ]

Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V)** [ -5...+5 V ; 1.625 V ]

Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

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

Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung* mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

**Cleaning potential (V)** [ -5...+5 V ; 1.625 V ]

Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

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

Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V)** [ -5...+5 V ; 1.625 V ] (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s)** [ 0...80600 s ; 5 s ] (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

### Sweep

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe CVS - *Cyclic Voltammetric Stripping* Kap. 3.2, und CPVS - *Cyclic Pulse Voltammetric Stripping* Kap. 3.2)

## Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "LAT Record intercept value"

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im

Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "LAT Record intercept value" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.


Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**

Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie*, Kap. 5.2). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Coulometric ]**

Wahl der Auswertegröße für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung*, Kap. 5.8).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nicht definierbar mit CPVS).

## LAT Standard addition for brighteners

Linear **A**pproximation **T**echnique ("LAT Standard addition for brighteners") ist eine **C**alibration-Technik für CVS und CPVS. Sie wird hauptsächlich zur Bestimmung von Brightener in Galvanikbädern gebraucht. Sie wird nur angewendet, wenn die Differenz zwi-

schen Q("Intercept-Lösung" + Badlösung) und Q(nur "Intercept-Lösung") zu klein ist für die Verwendung von "MLAT Standard addition for brighteners".

Der für die Berechnung benötigte "Intercept-Wert" kann mit der **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" aufgenommen und automatisch übernommen werden.

**Achtung:** Wenn möglich sollte "MLAT" die bevorzugte **Calibration**-Technik zur Bestimmung von Brightener sein. Mit "MLAT" werden "Intercept-Lösung" und Badlösung nacheinander in dem gleichen Methodenablauf gemessen, was Abweichungen aufgrund Lösungsaustausches und zeitlicher Versetzung von Messungen minimiert.

**Achtung:** Damit der "Intercept-Wert" automatisch übernommen werden kann, muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

### Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "LAT"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "LAT Standard addition for brighteners" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der **Sample identifier** wird im Dateinamen übernommen.

**Volume production bath (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Das Volumen der addierten Badprobe (siehe *Badprobe, Kap. 6.4*).

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Badprobe + allfällige Hilfslösung) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.


Der verwendete "Intercept-Wert" kann auf 2 Arten festgelegt werden:

**Intercept value (mC) [> 0 ; 0 ] [± ; 0 ]**

Geben Sie den zuvor aufgenommenen und aus dem Report herausgelesenen "Intercept-Wert" an.

**Intercept determination**

Definieren Sie hier die Intercept-Datei (die Datei, in der die Bestimmung des "Intercept-Wertes" abge-

speichert wurde/wird). Die Methode liest den Wert für die Berechnung dann automatisch heraus. Benutzen Sie den Knopf  zur Dateisuche.

---

**Achtung:** Damit bei der Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "LAT" jeweils die aktuelle Intercept-Datei zur Berechnung verwendet wird, muss der Name der für den **Intercept determination** angegebenen Intercept-Datei mit dem **Sample identifier** auf dem Blatt **Determination** (mit **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value"), übereinstimmen.

---

Beispiel für **Intercept determination**:  
C:\User XYZ\Data\Intercept.dth

---

**Achtung:** Damit bei der Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "LAT" jeweils die aktuelle Intercept-Datei zur Berechnung verwendet wird, muss der Pfad der für den **Intercept determination** angegebenen Intercept-Datei mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

---



---

**Achtung:** Damit die neue Intercept Datei automatisch übernommen wird muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Check-box **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning*, Kap. 6.3)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric** Blatt). Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]**

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps

der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---



---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev** (%) [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**Addition mixing time [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Mischzeit nach Additionen (für die erste Messung wird die **Initial mixing time** verwendet).

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

Anzahl Zugaben von Standard-Lösungen.

**No. of replications [ 1...10 ; 2 ]**

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "LAT"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab. Mit "LAT Standard addition for brighteners" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Initial mixing time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]** (siehe "Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)  
Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles** (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2 V ]**

Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

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

Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

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

Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s) [ 0...80600 s ; 5 s ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

**Sweep**

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*).

**Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "LAT"**

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "LAT Standard addition for brighteners" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.


 Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**

Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie, Kap. 5.2*). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Additive solution**

Definition der Standard-Lösungen für die Standardaddition.

**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Lösung, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes sein. Falls gemischte Standards verwendet werden, muss die Nummer dieser Mischlösung bei jeder der darin enthaltenen Substanzen eingegeben werden.

---

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4..7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1..4).

---


**Conc. [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung.

**Unit [ fL/L...mL/L ; mL/L ]**

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung.

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe, Kap. 5.2*). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

**Contamination potential [ -5...5 ; 1.125 V ]**

Mit Messmodus CVS: Ist es aktiviert, wird im letzten Sweep (in anodischer Richtung) der Badmessung der Stromwert beim definierten Potential ausgelesen.

Mit Messmodus CPVS: Es kann einer der definierten Stripping Steps (Voltammetric-Blatt mit Calibration-Technik "LAT") ausgewählt werden Ist es

aktiviert, wird im letzten Sweep der Badmessung am Ende des definierten Stripping Steps der Stromwert ausgelesen.

Der Kontaminationsstrom korreliert mit der Konzentration der organischen Abbauprodukte im Galvanikbad.

**Chloride potential [ -5...5 ; 1.475 V ]**

Mit Messmodi CVS: Ist es aktiviert, wird beim letzten Sweep bei der beim definierten Potential der Stromwert ausgelesen.

Mit Messmodus CPVS: Es kann einer der definierten Stripping Steps (Voltammetric-Blatt mit Calibration-Technik "LAT") ausgewählt werden. Ist es aktiviert, wird im letzten Sweep der Badmessung am Ende des definierten Stripping Steps der Stromwert ausgelesen.

Der Chloridstrom korreliert mit der Konzentration der Chlorid-Ionen im Galvanikbad.

**Regression technique [ Linear Regression ]**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Coulometric ]**

Wahl der Auswertegröße für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nicht definierbar mit CPVS).

**MLAT Standard addition for brighteners**

**Modified Linear Approximation Technique** ("MLAT Standard addition for brighteners") ist eine **Calibration**-Technik für CVS und CPVS. Sie ist die Standard **Calibration**-Technik zur Bestimmung von

Brightener in Galvanikbädern. Falls die Differenz zwischen  $Q$ ("Intercept-Lösung" + "Badlösung") und  $Q$ (nur "Intercept-Lösung") zu klein ist, versuchen Sie es mit "LAT Standard addition for brighteners".

### Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "MLAT"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "MLAT Standard addition for brighteners" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der **Sample identifier** wird im Dateinamen übernommen.

**Volume production bath (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Das Volumen der addierten Badprobe (siehe *Badprobe, Kap. 6.4*).

**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 20 mL ] [ nur Anzeige ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen ("Intercept-Lösung" + "Badprobe") im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probenkonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Volume intercept solution (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Volumen der addierten "Intercept-Lösung".

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning, Kap. 6.3*)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]**

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---

---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev** (%) [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**Additional conditioning after sample transfer**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, so wird nach der Probenzugabe eine weitere Konditionierung der Elektrode gestartet. Das Kontrollkästchen kann nur gewählt werden, wenn auch **Initial electrode conditioning** aktiviert ist.

**Addition mixing time [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Mischzeit nach Additionen (für die erste Messung wird die **Initial mixing time** verwendet).

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

Anzahl Zugaben von Standard-Lösungen.

**No. of replications [ 1...10 ; 2 ]**

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "MLAT"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab. Mit "MLAT Standard addition for brighteners" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Initial mixing time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]** (siehe "*Initial mixing time*" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles** (siehe *Conditioning cycles* mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2 V ]**

Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

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

Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.**Cleaning time (s) [ 0...80600 s ; 0 s ]**Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.**Equilibration time (s) [ 0...80600 s ; 5 s ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.**Sweep**Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*)**Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "MLAT"**

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "MLAT Standard addition for brighteners" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Substance [ 24 Zeichen ; ]**


Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.

Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe

*Basislinie, Kap. 5.2*). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Additive solution**

Definition der Standard-Lösungen für die Standardaddition.

**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Lösung, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes sein. Falls gemischte Standards verwendet werden, muss die Nummer dieser Mischlösung bei jeder der darin enthaltenen Substanzen eingegeben werden.

---

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4..7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1...4).

---


**Conc. [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung.

**Unit [ fL/L...mL/L ; mL/L ]**

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung.

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe, Kap. 5.2*). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

**Contamination potential [ -5...5 ; 1.125 V ]**

Mit Messmodus CVS: Ist es aktiviert, wird im letzten Sweep (in anodischer Richtung) der Badmessung der Stromwert beim definierten Potential ausgelesen.

Mit Messmodus CPVS: Es kann einer der definierten Stripping Steps (Voltammetric-Blatt mit Calibration-Technik "MLAT") ausgewählt werden. Ist es aktiviert, wird im letzten Sweep der Badmessung am Ende des definierten Stripping Steps der Stromwert ausgelesen.

Der Kontaminationsstrom korreliert mit der Konzentration der organischen Abbauprodukte im Galvanikbad.

**Chloride potential [ -5...5 ; 1.475 V ]**

Mit Messmodi CVS: Ist es aktiviert, wird beim letzten Sweep bei der beim definierten Potential der Stromwert ausgelesen.

Mit Messmodus CPVS: Es kann einer der definierten Stripping Steps (Voltammetric-Blatt mit Calibration-Technik "MLAT") ausgewählt werden. Ist es aktiviert, wird im letzten Sweep der Badmessung am Ende des definierten Stripping Steps der Stromwert ausgelesen.

Der Chloridstrom korreliert mit der Konzentration der Chlorid-Ionen im Galvanikbad.

**Regression technique [ Linear Regression ]**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Coulometric ]**

Wahl der Auswertegrösse für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nicht definierbar mit CPVS).

**DT Suppressors with calibration curve**

"DT Suppressors with calibration curve" ist eine "Dilution Titration Calibration Technique" (Verdünnungs Titration Kalibrierstechnik) für CVS und CPVS. Sie wird hauptsächlich zur Bestimmung von Suppressors in Galvanikbädern gebraucht.

Wählen Sie im Feld **Calibration curve** des **Determination** Blattes die gewünschte Kalibrierkurve aus (verwenden Sie "DT Record calibration curve" zur Aufnahme der entsprechenden Kalibrierkurve). Die Parameter des **Voltammetric** Blattes werden automatisch auf die

Werte, die zur Aufnahme der Kalibrierkurve benutzt wurden, eingestellt.

---

**Achtung:** Damit die neue Kalibrationsdatei übernommen werden kann, muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

### **Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "DT Suppressors with calibration curve"**

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "DT Suppressors with calibration curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der **Sample identifier** wird im Dateinamen übernommen.

**Volume VMS (mL) (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Volumen der "Virgin Make-up Solution" (siehe *VMS (Virgin Make-up Solution)*, Kap. 6.4).

**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [ nur Anzeige ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (ist gleich gross wie das Volumen der VMS (Virgin Make-up Solution)) im Messgefäss beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning*, Kap. 6.3)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric** Blatt). Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]**

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---

---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev** (%) [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**Addition mixing time** [ 0...80600 s ; 10 s ]

Mischzeit nach Additionen (für die erste Messung wird die **Initial mixing time** verwendet).

**Calibration curve** [ path + file name ; ]

Auswahl der Bestimmungsdatei, die die gewünschte Kalibrierkurve enthält (die Kalibrierkurve kann mit der **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve" aufgenommen werden).

---

**Achtung:** Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT" jeweils die aktuelle Kalibrationsdatei zur Berechnung verwendet wird, muss der Name der für **Calibration curve** angegebenen Kalibrationsdatei mit dem **Sample identifier** auf dem **Determination**-Blatt mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve", übereinstimmen.

---

Beispiel für **Calibration curve**:

C:\User XYZ\Data\Calibration Suppressor.dth

---

**Achtung:** Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT" jeweils die aktuelle Kalibrationsdatei zur Berechnung verwendet wird, muss der Pfad der für **Calibration curve** angegebenen Kalibrationsdatei mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

---

---

**Achtung:** Damit die neue Kalibrationsdatei automatisch übernommen wird muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

**No. of replications** [ 1...10 ; 2 ]

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messun-

gen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

### **Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "DT Suppressors with calibration curve"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Bei der **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" sind die Parameter des **Voltammetric** Blattes nicht bearbeitbar. Sie sind abhängig von den Parametern bei der Aufnahme der Kalibrationskurve.

Folgende Parameter werden angezeigt:

**Initial mixing time (s) [ nur Anzeige ] [ 0...80600 s ; 10 s ]** (siehe "Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)  
Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles [ nur Anzeige ]** (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2 V ] [ nur Anzeige ]**  
Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ] [ nur Anzeige ]**  
Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

**No. of cycles [ 0...X ; 0 ] [ nur Anzeige ]**  
Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbereitung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ] [ nur Anzeige ]**  
Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

**Cleaning time (s) [ 0...80600 s ; 0 s ] [ nur Anzeige ]**  
Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)  
Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s) [ 0...80600 s ; 5 s ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)  
Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht ak-

tiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

#### **Sweep [ nur Anzeige ]**

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*).

### **Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "DT Suppressors with calibration curve"**

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "DT Suppressors with calibration curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

#### **Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.


Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**

Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

#### **Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie, Kap. 5.2*). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

#### **Plating bath solution**

Definieren der Badproben die zur Standardaddition gebraucht werden. Die Konzentration des Probenbads ist nicht bekannt (das ist die Konzentration, die bestimmt werden soll).


**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Lösung, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes sein. Normalerweise wird nur eine Badprobe benötigt (diejenige, die bestimmt wird).

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4..7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1...4).

---

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe, Kap. 5.2*). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

**Regression technique**

Wahl der Regressionstechnik:

**Linear Regression**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

**Nonlinear Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet.

**Linear Interpolation**

Die Regression wird mit einer linearen Interpolation durch 2 Punkte berechnet.

**Quadratic Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet.

**Peak evaluation [ Coulometric ] [ nur Anzeige ]**

Wahl der Auswertegröße für den Peak:

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1..6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nicht definierbar mit CPVS).

**Endpoint und evaluation criteria:**

**Addition ratio Q/Q(0) [ 0...1 ; 0.3 ]**

Die "Addition ratio" definiert das Endpunkt Kriterium. Nach Erreichen dieses Punktes wird die

Standardaddition gestoppt und der "Calibration Factor" berechnet.

**Evaluation ratio Q/Q(0) [ nur Anzeige ]**

Die "Evaluation ratio" definiert den Berechnungspunkt des "Calibration Factor Z".

**Begin of evaluation Q/Q(0) [ 0...1 ; 1.0 ]**

Für die Berechnung der Regression (linear, nonlinear und quadratisch) werden nur die Messpunkte zwischen dem „Begin of evaluation“ und der „Evaluation ratio“ verwendet.

## DT Record calibration curve

"DT Record calibration curve" wird zur Aufnahme von Kalibrierkurven mit der "Dilution Titration Calibration Technique" (Verdünnungs Titration Kalibrationstechnik) für CVS und CPVS benutzt. "Dilution Titration Calibration Technique" wird hauptsächlich zur Bestimmung von Suppressor in Galvanikbädern gebraucht. Die mit dieser **Calibration**-Technik aufgenommenen Kalibrierkurven werden mit der **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" zur Bestimmung von Suppressor-Konzentrationen verwendet.

---

**Achtung:** Damit die neue Kalibrationsdatei übernommen werden kann, muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

## Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "DT Record calibration curve"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "DT Record calibration curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation.

---

**Achtung:** Der hier angegebene **Sample identifier** wird für den Dateinamen übernommen. Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT" jeweils die richtige Kalibrationsdatei verwendet wird, muss dieser **Sample identifier** mit dem Namen der Kalibrationsdatei die für den Parameter **Calibration curve** auf dem Blatt **Determination** mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" angegebenen wurde, übereinstimmen.

---

Beispiel für **Sample identifier**:  
Calibration Suppressor

---

**Achtung:** Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT" jeweils die aktuelle Kalibrationsdatei zur Berechnung verwendet wird, muss der Pfad der für den Parameter **Calibration curve** auf dem Blatt **Determination** mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" angegebenen Datei mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggtten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

---

**Achtung:** Damit die neue Kalibrationsdatei automatisch übernommen wird muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

**Volume VMS (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ]**

Volumen der "Virgin Make-up Solution" (siehe *VMS (Virgin Make-up Solution)*, Kap. 6.4).

**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [ nur Anzeige ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (ist gleich gross wie das Volume der VMS (Virgin Make-up Solution)) im Messgefäss beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning*, Kap. 6.3)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric** Blatt). Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]**

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---



---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev** (%) [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**Addition mixing time [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Mischzeit nach Additionen (für die erste Messung wird die **Initial mixing time** verwendet).

**No. of replications [ 1...10 ; 2 ]**

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "DT Record calibration curve"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab. Mit "DT Record calibration curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Initial mixing time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]** (siehe "Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles** (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2 V ]**

Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

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

Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]**

Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

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

Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s) [ 0...80600 s ; 5 s ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

### Sweep

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*)

## Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "DT Record calibration curve"

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "DT Record calibration curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.


Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**

Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie, Kap. 5.2*). Klicken Sie den Knopf  um

das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Suppressor standard solution**

Definition der Standard-Lösungen für die Standardaddition.

**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Badprobe, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes sein.

---

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4...7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1...4).

---


**Conc. [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung (Suppressor-Standard-Lösung).

**Unit [ fL/L...mL/L ; mL/L ]**

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung (Suppressor-Standard-Lösung).

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe*, Kap. 5.2). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

**Regression technique [ siehe unten ; Linear Regression ]**

Wahl der Regressionstechnik:

**Linear Regression**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

**Nonlinear Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet.

**Linear Interpolation**

Die Regression wird mit einer linearen Interpolation durch 2 Punkte berechnet.

**Quadratic Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Coulometric ]**

Wahl der Auswertegröße für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nur bei CV und CVS).

**Endpoint und evaluation criteria:**
**Addition ratio Q/Q(0) [ 0...1 ; 0.3 ]**

Die "Addition ratio" definiert das Endpunkt Kriterium. Nach Erreichen dieses Punktes wird die Standardaddition gestoppt und der "Calibration Factor" berechnet.

**Evaluation ratio Q/Q(0) [ 0...1 ; 0.5 ]**

Die "Evaluation ratio" definiert den Berechnungspunkt des "Calibration Factor Z".

**Begin of evaluation Q/Q(0) [ 0...1 ; 1.0 ]**

Für die Berechnung der Regression (linear, nonlinear und quadratisch) werden nur die Messpunkte zwischen dem „Begin of evaluation“ und der „Evaluation ratio“ verwendet.

**RC Sample with response curve**

"RC Sample with response curve" ist eine "Response Curve Technik" für CVS und CPVS. Die Response Curve ist eine normalisierte Kalibrierkurve für Galvanikbad-Additive mit suppressierender Wirkung. Die "Response Curve Technik" wird zur Bestimmung von Suppressor in Galvanikbädern gebraucht, wenn die "Dilution Titration Technik" nicht angewendet werden kann.

Wählen Sie im Feld **Response curve** des **Determination** Blattes die gewünschte Kalibrierkurve aus (Verwenden Sie "RC Record response curve" zur Aufnahme der entsprechenden Response Curve).

**Achtung:** Damit die neue "Response Curve"-Datei automatisch übernommen werden kann, muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

### Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "RC Sample with response curve"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "RC Sample with response curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]**

Probenidentifikation. Der **Sample identifier** wird im Dateinamen übernommen.

**Volume production bath (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Das Volumen der addierten Badprobe (siehe *Badprobe, Kap. 6.4*).

**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [ nur Anzeige ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (ist gleich gross wie das Volumen der VMS (Virgin Make-up Solution)) im Messgefäss beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **Conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Add production bath to electrolyte [ on, off ; off ]**

Ist es aktiviert, wird die Badprobe zur Electrolyte-Lösung hinzugegeben. Ist es **nicht** aktiviert, wird die Electrolyte-Lösung zuerst abgesaugt bevor die Badprobe ins Messgefäss gegeben wird.

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning, Kap. 6.3*)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%)** [ >0.1 ; 1 ]

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---



---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev (%)** [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

#### **Additional conditioning after sample transfer**

Wird dieses Kontrollkästchen aktiviert, so wird nach der Probenzugabe eine weitere Konditionierung der Elektrode gestartet. Das Kontrollkästchen kann nur gewählt werden, wenn auch **Initial electrode conditioning** aktiviert ist.

#### **Response curve** [ path + file name ; ]

Auswahl der Bestimmungsdatei, die die gewünschte Response Curve enthält (die Response Curve kann mit der **Calibration**-Technik "RC Record response curve" aufgenommen werden).

---

**Achtung:** Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC" jeweils die aktuelle Response-Curve-Datei zur Berechnung verwendet wird, muss der Name der für **Response-Curve** angegebenen Kalibrationsdatei mit dem **Sample identifier** auf dem **Determination**-Blatt mit **Calibration**-Technik "RC Record response curve", übereinstimmen.

---

Beispiel für **Response curve**:

C:\User XYZ\Data\Response curve.dth

---

**Achtung:** Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC" jeweils die aktuelle Response-Curve-Datei zur Berechnung verwendet wird, muss der Pfad der für **Response curve** angegebenen Response-Curve-Datei mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

---

---

**Achtung:** Damit die neue Response-Curve-Datei automatisch übernommen wird muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

**No. of replications [ 1...10 ; 2 ]**

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric** Blatt). Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

**Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "RC Sample with response curve"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Bei der **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" sind die Parameter des **Voltammetric** Blattes nicht bearbeitbar. Sie sind abhängig von den Parametern bei der Aufnahme der Response Curve.

Folgende Parameter werden angezeigt:

**Initial mixing time (s) [ nur Anzeige ] [ 0...80600 s ; 10 s ]** (siehe "Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)  
Rührzeit vor der ersten Messung der Electrolyte- und Probelösung.

**Conditioning Cycles [ nur Anzeige ]** (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2 V ] [ nur Anzeige ]**  
Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ] [ nur Anzeige ]**  
Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

**No. of cycles [ 0...X ; 0 ] [ nur Anzeige ]**  
Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ] [ nur Anzeige ]**  
Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

**Cleaning time (s) [ 0...80600 s ; 0 s ] [ nur Anzeige ]**  
Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V) [ -5...+5 V ; 1.625 V ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)  
 Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s) [ 0...80600 s ; 5 s ]** (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)  
 Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

**Sweep [ nur Anzeige ]**

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*).

**Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "RC Sample with response curve"**

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "RC Sample with response curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Substance [ 24 Zeichen ; ]**

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.


Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**

Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie, Kap. 5.2*). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Regression technique [ nur Anzeige ]**

Die Regressions-Technik wird angezeigt.

**Peak evaluation [ Coulometric ] [ nur Anzeige ]**

Wahl der Auswertegröße für den Peak:

### Coulometric

Während des Peaks übertragene Ladung.

#### Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (1 = min., 6 = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

#### Eliminate spikes

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

#### Reverse sweep [ on, off ; off ]

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nicht definierbar mit CPVS).

#### Endpoint and evaluation criteria

##### Begin of evaluation Q/Q(0) [ nur Anzeige ]

Für die Berechnung der Regression (linear, nonlinear und quadratisch) werden nur die Messpunkte zwischen dem „Begin of evaluation“ und der „Evaluation ratio“ verwendet.

## RC Record response curve

"RC Sample with response curve" ist eine "Response Curve Technik" für CVS und CPVS. Die Response Curve ist eine normalisierte Kalibrierkurve für Galvanikbad-Additive mit suppressierender Wirkung. Die "Response Curve Technik" wird zur Bestimmung von Suppressor in Galvanikbädern gebraucht, wenn die "Dilution Titration Technik" nicht angewendet werden kann. Die mit dieser **Calibration**-Technik aufgenommenen "Response Curves" werden mit der **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" zur Bestimmung von Suppressor-Konzentrationen verwendet.

---

**Achtung:** Damit die neue "Response Curve"-Datei automatisch übernommen werden kann, muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

---

## Blatt "Determination" mit Calibration-Technik "RC Record response curve"

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält allgemeine Einstellungen für die Durchführung von Bestimmungen. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik und der Mess-**Technique** ab. Mit "RC Record response curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

#### Sample identifier [ 32 Zeichen ; "sample" ]

Probenidentifikation.

---

**Achtung:** Der hier angegebene **Sample identifier** wird für den Dateinamen übernommen. Damit bei

der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC" jeweils die richtige Response-Curve-Datei verwendet wird, muss dieser **Sample identifier** mit dem Namen der Kalibrationsdatei die für den Parameter **CResponse curve** auf dem Blatt **Determination** mit **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" angegebenen wurde, übereinstimmen.

Beispiel für **Sample identifier**:  
Response curve

**Achtung:** Damit bei der "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC" jeweils die aktuelle Response-Curve-Datei zur Berechnung verwendet wird, muss der Pfad der für den Parameter **Response curve** auf dem Blatt **Determination** mit **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" angegebenen Datei mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

**Achtung:** Damit die neue Response-Curve-Datei automatisch übernommen wird muss auf dem **General** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fenster die Checkbox **Save calibration curves additionally without date and time** aktiviert sein.

**Volume electrolyte (mL) (mL) [> 0 mL ; 10 mL]**

Volumen der "Electrolyte-Lösung" (siehe *Electrolyte-Lösung, Kap. 6.4*).

**Cell volume (mL) [ > 0 mL ; 10 mL ] [ nur Anzeige ]**

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen im Messgefäß (entspricht dem Volumen der Electrolyte-Lösung) beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probekonzentrationen **conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

**Initial electrode conditioning** (siehe *Initial electrode conditioning, Kap. 6.3*)

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

**No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]**

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Diese "Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen" darf nicht grösser als 100 sein.

oder **Auto Std.dev (%)** [ >0.1 ; 1 ]

Definieren bis zu welcher "Std.dev." die Konditionierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

---

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

---



---

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev (%)** [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

---

**Addition mixing time** [ 0...80600 s ; 10 s ]

Mischzeit nach Additionen (für die erste Messung wird die **Initial mixing time** verwendet).

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

Anzahl Zugaben von Standard-Lösungen.

**No. of replications** [ 1...10 ; 2 ]

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung, Konditionierungs-Messung). Für zyklische Modi (CV, CVS, CPVS) ist die "Totale Anzahl Messungen" die **No. of replications** multipliziert mit der Anzahl von **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Die "Totale Anzahl Messungen" darf 10 nicht übersteigen.

### **Blatt "Voltammetric" mit Calibration-Technik "RC Record response curve"**

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab. Mit "RC Record response curve" müssen folgende Parameter definiert werden:

**Initial mixing time (s)** [ 0...80600 s ; 10 s ] (siehe "Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3)

Rührzeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning Cycles** (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Start potential (V)** [ -5...+5 V ; 0.2 V ]

Spannung zu Beginn der zyklischen Konditionierung.

**End potential (V)** [ -5...+5 V ; 1.625 V ]

Spannung am Ende der zyklischen Konditionierung.

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

Anzahl von Konditionierzyklen.

**Pretreatment** (siehe *Vorbehandlung mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)

**Cleaning potential (V)** [ -5...+5 V ; 1.625 V ]

Angelegte Spannung während der **Cleaning time**.

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

Zeitdauer während der das **Cleaning potential** an die Elektroden angelegt wird.

**Equilibration potential (V)** [ -5...+5 V ; 1.625 V ] (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Angelegte Spannung während der **Equilibration time**.

**Equilibration time (s)** [ 0...80600 s ; 5 s ] (Dieser Parameter ist bei CPVS im Sweep)

Wartezeit vor dem Sweep, während der das **Equilibration potential** an die Elektroden angelegt wird. Falls **Hydrodynamic (measurement)** nicht aktiviert ist, wird der Rührer während dieser Zeit ausgeschaltet.

### Sweep

Die Sweep-Parameter hängen vom gewählten Mode ab (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Kap. 3.2*)

## Blatt "Substances" mit Calibration-Technik "RC Record response curve"

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Erkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab. Mit "RC Record response curve" müssen folgende Parameter definiert werden:


**Substance** [ 24 Zeichen ; ]

Substanzname. Für die Zuordnung eines gefundenen Peaks zu dieser Substanz muss das Kontrollkästchen links neben dem Substanznamen aktiviert werden.

Mit CVS: **Peak pos. +/- (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]**  
 Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Mit CPVS: **Step potential [ nur Anzeige ; step 1: 0.2 V ]**  
 Anzeige der im Fenster **edit stripping steps** definierten Spannungswerte.

**Bsln.**

Parameter für Basislinienberechnung (Details siehe *Basislinie*, Kap. 5.2). Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **BASELINE** für die ausgewählte Substanz zu öffnen.

**Suppressor standard solution**

Definition der Standard-Lösungen für die Standardaddition.

**No. [ 0...8 ; 0 ]**

Nummer der Badprobe, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosiergerätes sein.

---

**Achtung:** Dosino 1..3 bezeichnen am 797 VA Computrace angeschlossenen Dosinos. Dosino 4..7 bezeichnen am 846 Dosing Interface angeschlossene Dosinos (an MSB 1..4).

---


**Conc. [ > 0 ; 0 ]**

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung (Suppressor-Standard-Lösung).

**Unit [ fL/L...mL/L ; mL/L ]**

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung (Suppressor-Standard-Lösung).

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

Zugabevolumen. Für die Eingabe von variablen Zugabevolumen muss der Knopf  geklickt werden, um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** für die ausgewählte Substanz zu öffnen (Details siehe *Variable Zugabe*, Kap. 5.2). Bei variabler Zugabe wird in diesem Feld anstelle eines Wertes **var** angezeigt. Dieses Feld erscheint nur einmal für Lösungen mit derselben Nummer (gemischte Standards) und wird nicht angezeigt, falls **0** als Lösungsnummer eingegeben wurde.

**Regression technique [ siehe unten ; Linear Regression ]**

Wahl der Regressionstechnik:

**Linear Regression**

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

**Nonlinear Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve

berechnet.

**Linear Interpolation**

Die Regression wird mit einer linearen Interpolation durch 2 Punkte berechnet.

**Quadratic Regression**

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet.

**Peak evaluation [ Height, Area, Derivative, Coulometric ; Coulometric ]**

Wahl der Auswertegröße für den Peak:

**Height**

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

**Area**

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

**Derivative**

Differenz zwischen positivem und negativem Maximum der 1. Ableitung des Voltammogramms.

**Coulometric**

Während des Peaks übertragene Ladung.

**Smooth factor [ 1...6 ; 4 ]**

Glättungsfaktor für Savitzky/Golay-Glättung der Basislinie (**1** = min., **6** = max. Glättung) (siehe *Glättung und Ableitung, Kap. 5.8*).

**Eliminate spikes**

Eliminierung von Spitzen zur Glättung des Signals.

**Reverse sweep [ on, off ; off ]**

Peakauswertung des Rückwärtspeaks von zyklischen Sweeps ermöglichen (nur bei CV und CVS).

**Endpoint and evaluation criteria**

**Begin of evaluation Q/Q(0) [ 0...1 ; 1.0 ]**

Für die Berechnung der Regression (linear, nonlinear und quadratisch) werden nur die Messpunkte zwischen dem „Begin of evaluation“ und der „Evaluation ratio“ verwendet.

## 6.3 Andere Einstellungen und Optionen mit CVS und CPVS

- Abscheidung und Äquilibrierung (siehe *Vorbehandlung Kap. 3.4*, und *Vorbehandlung mit CVS und CPVS Kap. 6.3*)
- "Initial mixing time" anstatt "Initial purge time" in den Voltammetric-Einstellungen (siehe *Entlüften Kap. 3.4*, und *"Initial mixing time" mit CVS und CPVS, Kap. 6.3*)
- Andere Sweep Parameter auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping Kap. 3.2*, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping, Kap. 3.2*)

- Andere Standardeinstellungen für conditioning cycles auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters (siehe *Conditioning cycles mit CVS und CPVS*, Kap. 6.3)
  - Es werden andere **Calibration**-Techniken verwendet (siehe *Fenster «Working method specifications»* Kap. 5.2, und *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS* Kap. 6.2)
  - Andere Bestimmungsparameter auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fenster (siehe *Blatt «Determination»* für andere Modi Kap. 5.2, sowie unter der **Calibration**-Technik die Sie anwenden *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS*, Kap. 6.2)
  - Andere **Technique** Optionen (**Batch with solution exchange** können mit CVS und CPVS nicht verwendet werden, siehe auch *Fenster «Working method specifications»* Kap. 5.2)
  - Mit CVS und CPVS wird die RDE/SSE-Elektrode verwendet (siehe *CVS - Cyclic Voltammetric Stripping* Kap. 3.2, und *CPVS - Cyclic Pulse Voltammetric Stripping*, Kap. 3.2)
  - Andere Substanzparameter auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fenster (siehe *Blatt «Substances»* für andere Modi Kap. 5.2, sowie unter der **Calibration**-Technik die Sie anwenden *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS*, Kap. 6.2)
  - Einige unterschiedliche Resultate-Details (siehe
  - *Hinweis: Wenn sowohl No. of conditioning measurements* [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev** (%) [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.
- Additional conditioning after sample transfer** (Nur aktiv bei MLAT und RC Sample with response curve , und wenn Initial electrode conditioning aktiviert ist)  
Wenn es aktiviert ist, wird nach dem Probentransfer erneut konditioniert (mit den gleichen Einstellungen wie bei Initial electrode conditioning).
- Resultate Details mit CVS und CPVS Kap. 6.3, und *Resultate* Kap. 5.5)

## Vorbehandlung mit CVS und CPVS

Mit CVS und CPVS ist Abscheidung nicht möglich. Für die Äquilibrierung können Sie ein spezifisches **Equilibration potential** definieren, das so positiv gewählt werden sollte, dass keine Metallabscheidung an der Elektrode erfolgt (mit den anderen Modi wird das **Start potential** als **Equilibration potential** genommen, Siehe *Vorbehandlung* für andere Modi Kap. 3.4).

## “Initial mixing time” mit CVS und CPVS

Es gibt keine “Initial purge time” (siehe *Entlüften Kap. 3.4*) mit CVS und CPVS, da das Entlüften nicht notwendig ist (Gründe: Festkörperelektroden sind weniger empfindlich gegenüber Sauerstoffeinträgen; es wird mit höheren Strömen gemessen; es wird im positiven Spannungsbereich gemessen). Stattdessen gibt es eine “Initial mixing time”.

In der Betriebsart Exploratory, befindet sich dieses Feld im **EXPLORATORY SPECIFICATION** Fenster. In der Betriebsart Determination, befindet sich dieses Feld auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters.

## Conditioning cycles mit CVS und CPVS

Mit CVS und CPVS verläuft der Sweep hauptsächlich im positiven Bereich. Deshalb sind die Standardeinstellungen positiv (vergleiche mit *Konditionieren von Festkörperelektroden, Kap. 3.4*)

### Start potential (V) [ -5...+5 V ; 0.2V ]

Anfangsspannung des zyklischen Konditionier-sweeps.

### End potential (V) [ -5...+5 V ; 1.575 V ]

Endspannung des zyklischen Konditioniersweeps.

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

Anzahl Konditionierzyklen.

## Initial electrode conditioning

Bei der Arbeit mit der RDE/SSE Elektrode, braucht es zusätzliche Konditionierung (siehe *Konditionieren von Festkörperelektroden, Kap. 3.4*). Mit CVS und CPVS sollten vorangehende “Konditionierungs-Messungen” (mit **Conditioning cycles, Pretreatment** und **Sweep**) durchgeführt werden. Es sollte solange konditioniert werden, bis der Bestimmungswert stabil ist.

### Initial electrode conditioning

Machen Sie ein Häkchen zur Aktivierung der Konditionierungs-Messungen.

### No. of conditioning measurements [ 1...100 ; 1 ]

Anzahl Wiederholungen der Konditionierungs-Messungen definieren. Die “Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen” ist die Anzahl **No. of conditioning measurements** multipliziert mit der Anzahl **Save last .. sweeps (Voltammetric Blatt)**. Diese “Totale Anzahl von Konditionierungs-Messungen” darf nicht grösser als 100 sein.

### oder Auto Std.dev (%) [ >0.1 ; 1 ]

Definieren, bis zu welcher “Std.dev.” die Konditio-

nierungs-Messungen wiederholt werden. Die "Std.Dev." wird aus allen gespeicherten Sweeps der letzten zwei "Konditionierungs-Messungen" berechnet.

**Achtung:** Falls Sie hier einen kleinen Wert setzen (z.B. < 1%), kann es lange dauern, bis die Zielabweichung erreicht wird.

**Hinweis:** Wenn sowohl **No. of conditioning measurements** [ 1...100 ; 1 ] wie auch **Auto Std.dev (%)** [ >0.1 ; 1 ] aktiviert sind, wird die Konditionierung beendet, sobald das erste der beiden Kriterien erreicht ist.

**Additional conditioning after sample transfer** (Nur aktiv bei MLAT und RC Sample with response curve, und wenn Initial electrode conditioning aktiviert ist)  
Wenn es aktiviert ist, wird nach dem Probentransfer erneut konditioniert (mit den gleichen Einstellungen wie bei Initial electrode conditioning).

## Resultate Details mit CVS und CPVS

Mit CVS und CPVS werden einige zusätzlichen Informationen im **RESULTS** Fenster angezeigt (vergleiche mit *Resultate mit anderen Modi Kap. 5.5*):

**Peak evaluation** (siehe auch *Peakauswertung* mit anderen Modi, *Kap. 5.5*)

**Q.Mean**

Mittelwert der bestimmten Ladung für alle Replikationen einer Variation.

**Q.delt**

Differenz zwischen zwei aufeinanderfolgenden Mittelwerten von der bestimmten Ladung.

**v (mL)**

Addiertes Volumen.

**q/q(0)**

Normalisierung der bestimmten Ladung.

**Calibration data** (siehe auch *Kalibrierdaten* mit anderen Modi, *Kap. 5.5*)

**calibr.**

**Calibration**-Techniken dt.rec.cc., dt.cc, mlat, lat, rec.rc, smp.rc (siehe *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS, Kap. 6.2*)

**Sample data** (siehe auch *Probedaten* mit anderen Modi, Kap. 5.5)

**Intercept value**

Gemessener Wert der "Intercept-Lösung" (siehe *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS*, Kap. 6.2)

**Substance evaluation** (siehe auch *Substanzauswertung* mit anderen Modi, Kap. 5.5)

**Volume**

Mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve": Volumen der zugegebenen Suppressor-Standard-Lösung an der "Evaluation ratio".

Mit **Calibration**-Technik "Suppressors with calibration curve": Volumen der zugegebenen Suppressor-Standard-Lösung an der "Evaluation ratio".

**v.dev**

Mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve": Abweichung der zugegebenen Suppressor-Standard-Lösung an der "Evaluation ratio".

Mit **Calibration**-Technik "Suppressors with calibration curve": Abweichung der zugegebenen Suppressor-Standard-Lösung an der "Evaluation ratio".

**Cal. factor (#L/L)**

"Calibration factor" wird für Suppressor-Bestimmung in Galvanikbädern gebraucht (angezeigt mit den **Calibration**-Techniken "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve").

**Final Results** (siehe auch *Schlussresultate*, Kap. 5.5)

**Calibration factor**

"Calibration factor" wird für Suppressor-Bestimmung in Galvanikbädern gebraucht (angezeigt mit den **Calibration**-Techniken "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve").

**Intercept value**

"Intercept-Wert", wird für Brightener-Bestimmung in Galvanikbädern gebraucht (angezeigt mit der **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value").

**Contamination current**

Der Kontaminationsstrom korreliert mit der Konzentration der organischen Abbauprodukte im Galvanikbad.

**Chloride current**

Der Chloridstrom korreliert mit der Konzentration der Chlorid-Ionen im Galvanikbad.

## 6.4 Einige Definitionen im Zusammenhang mit CVS und CPVS

Einige Definitionen für die Arbeit mit den **Calibration**-Techniken der Modi CVS und CPVS:

- VMS (Virgin Make-up Solution)
- Intercept-Lösung
- Intercept-Wert
- Badprobe
- Addition ratio
- Evaluation ratio
- Begin of evaluation
- Contamination potential
- Chloride potential
- Calibration factor
- Suppressor
- Brightener
- Electrolyte-Lösung

### VMS (Virgin Make-up Solution)

Die VMS (Virgin Make-up Solution) ist eine Galvanikbadlösung identisch mit der zu analysierenden. Einziger Unterschied: Sie enthält keine organischen Additive.

---

**Achtung:** Die Zusammensetzung der VMS Lösung sollte immer so gut wie möglich an die Badlösung angepasst werden.

---

Sie wird in der Galvanikbad-Analyse mit den Modi CVS und CPVS und den **Calibration**-Techniken "Standard addition plating bath", "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve" gebraucht.

---

**Achtung:** Verwenden Sie immer VMS Lösung zur Verdünnung von Brightener- oder Suppressor-Standard-Lösungen, nie Wasser.

---

### Intercept-Lösung

Die "Intercept-Lösung" (Intercept Solution) ist VMS (Virgin Make-up Solution) + Suppressor. Sie wird in der Galvanikbad-Analyse mit den Modi CVS und CPVS und den **Calibration**-Techniken "LAT Record intercept value" und "MLAT Standard addition for brighteners" gebraucht.

**Achtung:** Die "Intercept-Lösung" sollte immer so gut wie möglich an die Badlösung angepasst sein.

---

### **Intercept-Wert**

Der "Intercept-Wert" (Intercept Value) ist die beim Messen der "Intercept-Lösung" erhaltene Ladung. Er wird in der Galvanikbad-Analyse mit den Modi CVS und CPVS und der **Calibration**-Technik "LAT Standard addition for brighteners" gebraucht und sollte regelmässig neu bestimmt werden. Er kann mit der **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" aufgenommen werden.

### **Badprobe**

Die "Badprobe" ("Production bath solution" oder "Plating bath solution") ist die Probelösung, die in der Galvanikbad VA analysiert wird. Sie wird in der Galvanikbad-Analyse mit den Modi CVS und CPVS gebraucht.

### **Addition ratio**

Die "Addition ratio" ist ein bestimmtes  $Q/Q(0)$  Verhältnis, welches die Anzahl Additionen in den beiden "Verdünnungs Titrations Technik" **Calibration**-Techniken "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve" definiert (mit den Modi CVS und CPVS). Sie sollte normalerweise um 0.3 sein und kann auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert werden.

Die "Addition ratio" definiert ein Endpunkt-Kriterium. Nach dem Erreichen dieses Punktes wird die Standardaddition gestoppt und der "Calibration Factor" berechnet.

**Achtung:** Es muss folgende Bedingung erfüllt sein: „Begin of evaluation“ > „Evaluation ratio“ > „Addition ratio“.

---

### **Evaluation ratio**

Die "Evaluation ratio" ist ein bestimmtes  $Q/Q(0)$  Verhältnis und definiert den Berechnungspunkt des "Calibration Factor Z". Sie wird in den beiden "Verdünnungs Titrations Technik" **Calibration**-Techniken "DT Record calibration curve" und "DT Suppressors with calibration curve" (mit den Modi CVS und CPVS) gebraucht. Sie sollte normalerweise um 0.5 sein und kann auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert werden

Für die Regression werden alle Punkte zwischen 1 und dem Messpunkt nach der "Evaluation ratio" gebraucht.

**Achtung:** Es muss folgende Bedingung erfüllt sein: „Begin of evaluation“ > „Evaluation ratio“ > „Addition ratio“.

---

## Begin of evaluation

Für die Berechnung der Regression (linear, nonlinear und quadratisch) werden nur die Messpunkte zwischen dem „Begin of evaluation“ und der „Evaluation ratio“ verwendet. Sie wird in den **Calibration**-Techniken DT Record calibration curve, DT Suppressors with calibration curve, RC Sample with response curve und RC Record response curve (mit den Modi CVS und CPVS) gebraucht. Sie sollte normalerweise um 1.0 sein und kann auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert werden.

**Achtung:** Es muss folgende Bedingung erfüllt sein: „Begin of evaluation“ > „Evaluation ratio“ > „Addition ratio“.

## Contamination potential

Der Kontaminationsstrom korreliert mit der Konzentration der organischen Abbauprodukte im Galvanikbad. Es wird in den Calibration-Techniken LAT Standard addition for brighteners und MLAT Standard addition for brighteners (mit den Modi CVS und CPVS) gebraucht.

## Chloride potential

Der Chloridstrom korreliert mit der Konzentration der Chlorid-Ionen im Galvanikbad. Es wird in den Calibration-Techniken LAT Standard addition for brighteners und MLAT Standard addition for brighteners (mit den Modi CVS und CPVS) gebraucht.

## Calibration Factor Z

Der "Calibration Factor Z" wird mit der **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve" bestimmt.

Er wird für die Suppressor Bestimmung mit der **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" gebraucht.

Er wird über folgende Gleichung berechnet:

$$Z = \frac{V_{Std} * c_{Std}}{V_{VMS} + V_{Std}}$$

$V_{Std}$

Ist das Volumen zugegebener Suppressor-Standard-Lösung an der "Evaluation ratio".

$c_{Std}$

Ist die Konzentration der Suppressor-Standard-Lösung.

$V_{VMS}$

Ist das Volumen der VMS (Virgin Make-up Solution).

Z ist gleich der Suppressor Konzentration in der Messzelle an der "Evaluation ratio".

**Suppressor**

Jede der unterschiedlichen Komponenten der Galvanikbadlösung, die das Abscheiden verkleinern.

**Brightener**

Jede der unterschiedlichen Komponenten der Galvanikbadlösung, die das Abscheiden vergrößern.

**Electrolyte-Lösung**

Die Electrolyte-Lösung (Electrolyte Solution) ist eine Mischung aus VMS und den Additiven, die bei einer Bestimmung mit der Response-Curve-Technik nicht bestimmt werden sollen.

# 7 Handbedienung

## 7.1 Computrace-Steuerung

### Wahl der Computrace-Steuerung

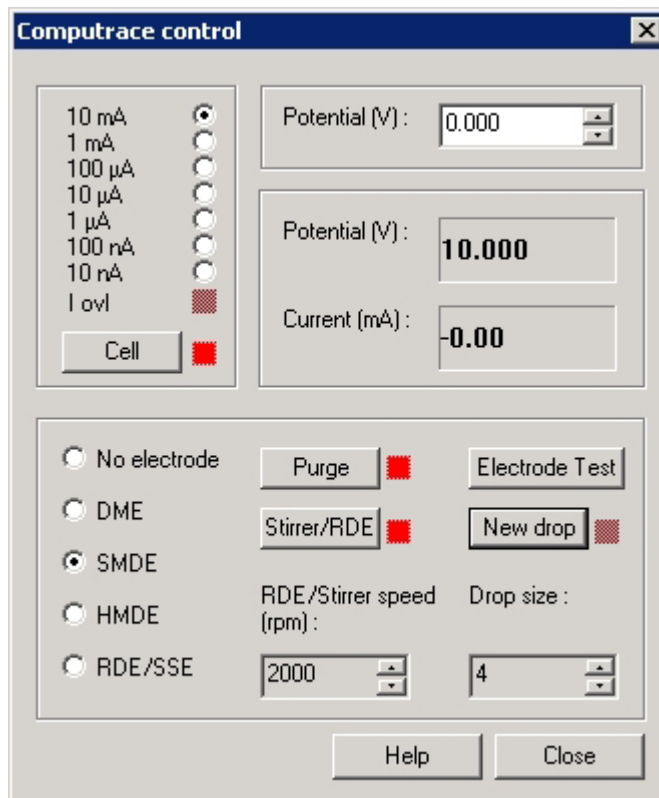


#### HAUPTFENSTER / Utility / Computrace control

Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 797 starten.




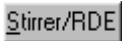

### Fenster «Computrace control»

Das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** dient zur manuellen Steuerung des VA Computrace Standes 797.



#### 10 mA ... 10 nA

Wahl des Strombereichs für Messungen im Handbedienungsmodus.

<b>I ovl</b>	Das Aufleuchten des roten Lichtes zeigt eine Stromüberlast ("Overload") an.
	Strommessung ein-/ausschalten. Nach dem Einschalten wird der eingestellte Spannungswert <b>Potential</b> an den Elektroden angelegt und der Strom kontinuierlich gemessen. Dieser Modus wird durch das Aufleuchten des roten Lichtes neben dem Knopf <b>&lt;Cell&gt;</b> angezeigt.
<b>Potential (V) [ -5...+5 V ; 0 V ]</b>	Spannung, die an die Elektroden angelegt werden soll.
<b>Potential (V) [ nur Anzeige ]</b>	Anzeige der Spannung, die an den Elektroden angelegt ist.
<b>Current (xA) [ nur Anzeige ]</b>	Anzeige des gemessenen Stroms.
<b>No electrode</b>	Keine Elektrode am 797 VA Computrace Stand angeschlossen. Diese Einstellung dient vor allem zum Wechsel der Elektroden am Stand.
<b>DME</b>	Wahl der Tropfenden Quecksilberelektrode (DME).
<b>SMDE</b>	Wahl der Statischen Quecksilbertropfenelektrode (SMDE).
<b>HMDE</b>	Wahl der Hängenden Quecksilbertropfenelektrode (HMDE).
<b>RDE/SSE</b>	Wahl der Rotierenden Scheibenelektrode (RDE).
	Inertgas-Entlüftung ein-/ausschalten.
	Testet die Elektroden (siehe <i>MME testen</i> , Kap. 8.10).
<hr/>	
<b>Achtung:</b> Gelegentliche Elektrodentests sollten über diesen Weg ausgeführt werden und nicht mit dem "GLP Wizard" (damit die GLP Daten nicht überschrieben werden).	
<hr/>	
	Rührer/RDE mit der eingestellten Geschwindigkeit <b>RDE/Stirrer speed</b> ein-/ausschalten.
<b>RDE/Stirrer speed (rpm) [ 0...3000 rpm ; 2000 rpm ]</b>	Umdrehungen pro Minute für Rührer/RDE.
	DME: Freies Tropfen an der MME einschalten. SMDE: Tropfen in Intervallen von ca. 1 s an der MME einschalten. HMDE: Bildung eines neuen Einzeltropfens an der MME .

**Drop size [ 1...9 ; 4 ]**

Grösse des Quecksilbertropfens (Oberfläche 0.15 mm<sup>2</sup> ... 0.60 mm<sup>2</sup>).

## 7.2 Dosiergeräte-Steuerung

### Wahl der Dosiergeräte-Steuerung

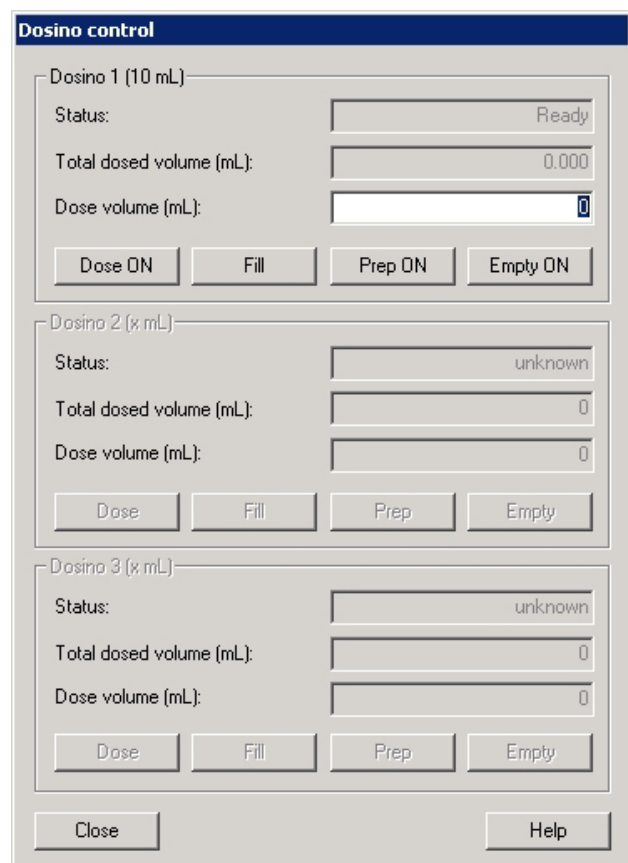


#### HAUPTFENSTER / Utility / Dosino control

Manuelle Steuerung der am 797 VA Computrace Stand bzw. am 846 Dosing Interface angeschlossenen Dosiergeräte (Möglichkeiten: Dosino 700/800, Dosimat 685/805).

### Fenster «Dosino control»

Das Fenster **DOSINO CONTROL** dient zur manuellen Steuerung der am 797 VA Computrace Stand (unter **Dosing Processor**) bzw. am 846 Dosing Interface (unter **Dosing Interface**) angeschlossenen Dosiergeräte.



The screenshot shows the 'Dosino control' window with the following details:

- Dosino 1 (10 mL):** Status: Ready; Total dosed volume (mL): 0.000; Dose volume (mL): 0. Buttons: Dose ON, Fill, Prep ON, Empty ON.
- Dosino 2 (x mL):** Status: unknown; Total dosed volume (mL): 0; Dose volume (mL): 0. Buttons: Dose, Fill, Prep, Empty.
- Dosino 3 (x mL):** Status: unknown; Total dosed volume (mL): 0; Dose volume (mL): 0. Buttons: Dose, Fill, Prep, Empty.
- Bottom buttons: Close, Help.

#### Dosino 1..7 (x mL)

3 Dosiergeräte können am 797 VA Computrace

Stand angeschlossen werden, 4 weitere an einem 846 Dosing Interface. Jedes kann individuell eingestellt werden.

**Status [ nur Anzeige ]**

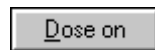
Anzeige des gegenwärtigen Status des Dosiergerätes.

**Total dosed volume (mL) [ > 0.01 mL ; 0 mL ]**

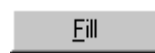
Anzeige des seit der letzten Füllung abgegebenen Volumens (Erster Wert) und aufaddiertes Volumen, falls die Anzeige nach dem Füllen nicht zurückgestellt wird (Wert in Klammern).

**Dosed volume (mL)**

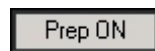
Dosiert das eingegebene Volumen.



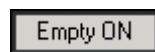
Dosieren einschalten. Es wird solange Lösung zugegeben, bis der Knopf **<Dose off>** gedrückt oder das **Dose volume (mL)** erreicht wird.



Der Bürettenzylinder des Dosiergerätes wird gefüllt.



Bürettenzylinder und Schläuche werden gefüllt. Wird zum Beseitigen von Luftbläschen, Wechseln von Lösungen und Reinigen gebraucht.



Leert den Dosino (nicht anwendbar mit Dosimaten).

## 7.3 Pumpen-Steuerung

### Wahl der Pumpen-Steuerung

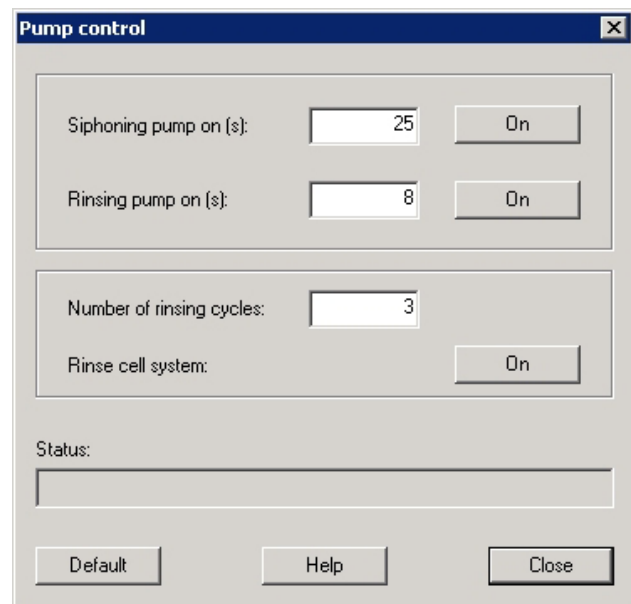


**HAUPTFENSTER / Utility / Pump control**

Manuelle Steuerung der am 797 VA Computrace Stand angeschlossenen 843 Pump Station (bzw. 823 Membrane Pump Units).

### Fenster «Pump control»

Das Fenster **PUMP CONTROL** dient zur manuellen Kontrolle der am 797 VA Computrace Stand angeschlossenen Pumpen.



### Siphoning pump on (s)

Dauer des Absaugens definieren. Absaugen starten durch Klicken des  Knopfes, stoppen durch Klicken des  Knopfes.

### Rinsing pump on (s)

Dauer des Spülens definieren. Spülen starten durch Klicken des  Knopfes, stoppen durch Klicken des  Knopfes.

### Number of rinsing cycles

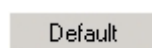
Anzahl Absaug/Spül-Zyklen (nach Aktivierung von **Rinse cell system**). Ein Zyklus ist jeweils einmal Absaugen und Spülen. Länge des Absaugens und Spülens sind in den Feldern **Siphoning pump on (s)** und **Rinsing pump on (s)** definiert.

### Rinse cell system

Absaugen und Spülen der Messzelle. Die Einstellungen können in den Feldern **Number of rinsing cycles**, **Siphoning pump on (s)** und **Rinsing pump on (s)** definiert werden. Starten durch Klicken des  Knopfes, stoppen durch Klicken des  Knopfes.

### Status

Anzeige des aktuellen Status der Pumpen.



Absaugen/Spülen - Einstellungen vom **GENERAL SETTINGS/Automation** Blatt (siehe *Automation-Einstellungen, Kap. 2.7*) werden ins **PUMP CONTROL** Fenster übernommen.

## 7.4 Filmbildung

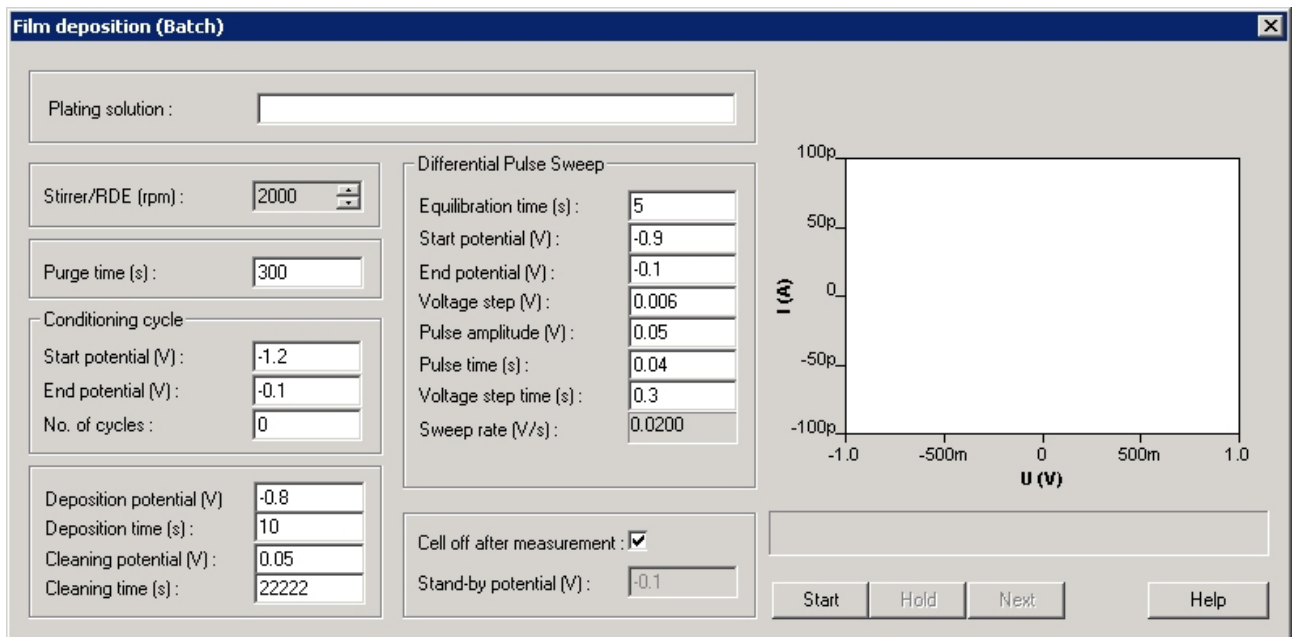
### Wahl der Filmbildung

#### HAUPTFENSTER / Utility / Film deposition

Bildung eines Quecksilberfilms auf Festkörperelektroden im 797 VA Computrace Stand starten.

### Fenster «Film deposition»

Das Fenster **FILM DEPOSITION** dient zur Bildung eines Quecksilber- oder Metallfilms auf Festkörperelektroden im 797 VA Computrace Stand.



#### **Plating solution [ 48 Zeichen ; ]**

Name der für die Filmbildung benutzten Elektrolytlösung.

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

Umdrehungen pro Minute der Rotierenden Scheibenelektrode. Die RDE rotiert während allen Vorbereitungsschritten bis zum Start des Reinigungssweeps.

#### **Purge time (s) [ 0...80600 s ; 300 s ]**

Entlüftungszeit vor der ersten Messung der Probelösung.

#### **Conditioning cycles**

Vor der Filmbildung kann die Festkörperelektrode durch eine frei wählbare Anzahl von Konditionierzyklen elektrochemisch regeneriert werden. Bei jedem Konditionierzyklus wird die Spannung mit einer Geschwindigkeit von 1 V/s von der Startspannung **Start potential** zur Endspannung **End potential** und zurück geändert.

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

Startspannung für den zyklischen Konditioniersweep.

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

Endspannung für den zyklischen Konditioniersweep.

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

Anzahl Konditionierzyklen.

**Deposition potential (V) [ -5...+5 V ; -0.8 V ]**

Abscheidungsspannung; Spannung, die während der Abscheidungszeit **Deposition time** an den Elektroden angelegt wird.

**Deposition time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Abscheidungszeit; Zeit, während der die Abscheidungsspannung **Deposition potential** an den Elektroden angelegt wird.

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; -0.05 V ]**

Reinigungsspannung; Spannung, die während der Reinigungszeit **Cleaning time** an den Elektroden angelegt wird.

**Cleaning time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Reinigungszeit; Zeit, während der die Reinigungsspannung **Cleaning potential** an den Elektroden angelegt wird.

**Sweep**

Parameter des am Ende der Filmbildung für den Elektroden-test benutzten DP-Sweeps (siehe *VA Messmodi, Kap. 3.2*).

**Cell off after measurement [ on, off ; on ]**

Automatisches Ausschalten der an die Elektroden angelegten Spannung nach Beendigung der Messung aktivieren/deaktivieren.

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

Ruhespannung, die nach Beendigung der Messung an die Elektroden angelegt wird, falls **Cell off after measurement** auf **off** gesetzt ist.

## 7.5 Reinigung

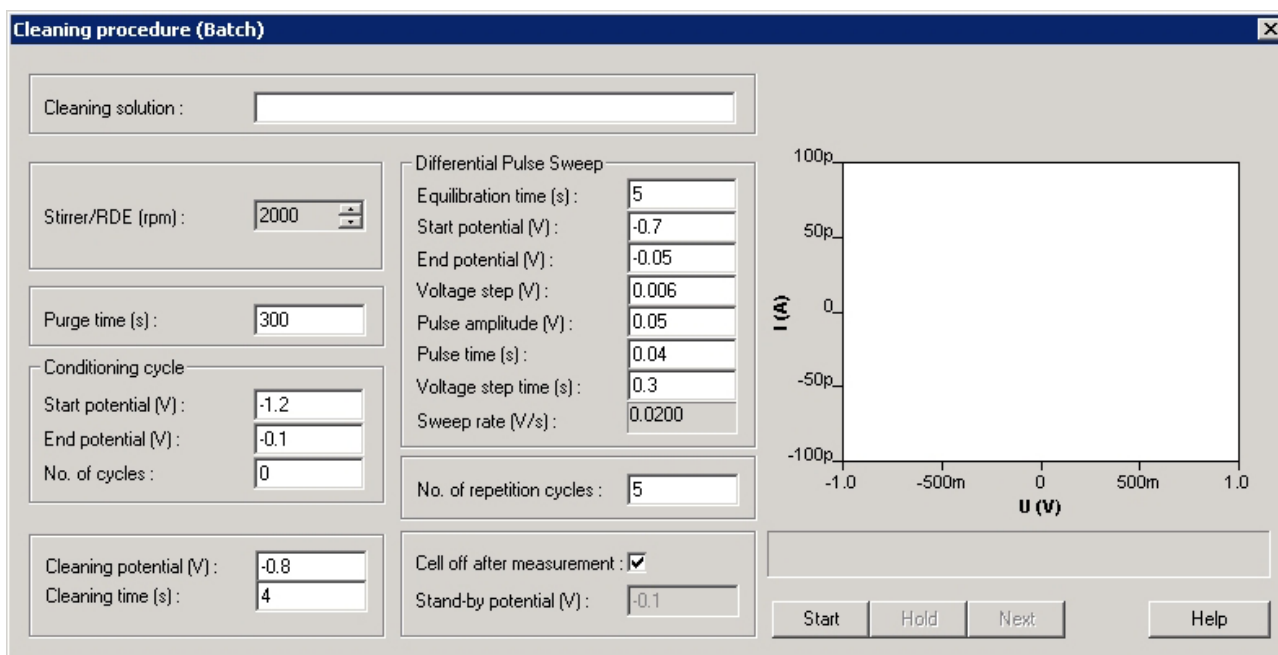
### Wahl der Reinigung

**HAUPTFENSTER / Utility / Cleaning procedure**

Reinigung für Festkörperelektroden im 797 VA Computrace Stand starten.

### Fenster «Cleaning procedure»

Das Fenster **CLEANING PROCEDURE** dient zur elektrochemischen Reinigung von Festkörperelektroden am 797 VA Computrace Stand.



**Cleaning solution [ 48 Zeichen ; ]**

Name der für die elektrochemische Reinigung von Festkörperelektroden benutzten Reinigungslösung.

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

Umdrehungen pro Minute der Rotierenden Scheibenelektrode. Die RDE rotiert während allen Vorbereitungsritten bis zum Start des Reinigungssweeps.

**Purge time (s) [ 0...80600 s ; 300 s ]**

Entlüftungszeit vor der ersten Messung der Probelösung.

**Conditioning cycles**

Elektrochemische Regenerierung von Festkörperelektroden durch eine frei wählbare Anzahl von Konditionierzyklen. Bei jedem Konditionierzyklus wird die Spannung mit einer Geschwindigkeit von 1 V/s von der Startspannung **Start potential** zur Endspannung **End potential** und zurück geändert.

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

Startspannung für den zyklischen Konditioniersweep.

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

Endspannung für den zyklischen Konditioniersweep.

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

Anzahl Konditionierzyklen.

**Cleaning potential (V) [ -5...+5 V ; -0.8 V ]**

Reinigungsspannung; Spannung, die während der Reinigungszeit **Cleaning time** an den Elektroden angelegt wird.

**Cleaning time (s) [ 0...80600 s ; 10 s ]**

Reinigungszeit; Zeit, während der die Reinigungsspannung **Cleaning potential** an den Elektroden angelegt wird.

**Sweep**

Parameter des am Ende der Reinigungszyklen für den Elektrodentest benutzten DP-Sweeps (siehe *VA Messmodi, Kap. 3.2*).

**No. of repetition cycles [ 0...X ; 5 ]**

Anzahl Wiederholungen der Reinigungszyklen und Reinigungsspannung.

**Cell off after measurement [ on, off ; on ]**

Automatisches Ausschalten der an die Elektroden angelegten Spannung nach Beendigung der Messung aktivieren/deaktivieren.

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

Ruhespannung, die nach Beendigung der Messung an die Elektroden angelegt wird, falls **Cell off after measurement** auf **off** gesetzt ist.

# 8 Wie gehe ich vor ...?

## 8.1 Installation und Programmstart

### Dosiergeräte für automatische Zugabe installieren

1. Schliessen Sie die Dosiergeräte (Möglichkeiten: Dosino 700/800, Dosimat 685/805) am 797 VA Computrace Stand bzw. am 846 Dosing Interface an (siehe *Installation von Dosiergeräten, Kap. 1.3*).
2. Legen Sie die Hardware-Einstellungen für die Dosiergeräte fest.
3. Selektieren Sie **Automatic** für **Addition** im **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** Fenster.
4. Definieren Sie die Zugabe- oder Hilfslösung im Fenster **DOSINOS** (siehe *Dosiergeräte, Kap. 5.2*).
5. Die im Feld **No.** auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters angegebene Nummer sollte mit der Nummer des Dosiergerätes, welches für die Zugabe dieser Substanz verwendet wird, übereinstimmen.

### Geräte einschalten und Programm starten

1. Schalten Sie den PC an.
2. Schliessen Sie die Dosiergeräte (siehe *Installation von Dosiergeräten, Kap. 1.3*), den Probenwechsler (siehe *Installation des 863 Compact VA Autosamplers Kap. 1.3; Installation des 838 Advanced Sample Processor Kap. 1.3*) und die 843 Pump Station an den 797 VA Computrace Stand an.
3. Schliessen Sie den **797 VA Computrace Stand** am PC an (via USB).
4. Schalten Sie den 797 VA Computrace Stand, den Probenwechsler und die Relay Box 731 ein.
5. Starten Sie die VA Computrace 797 Software 1.3.x (siehe *Programm VA Computrace starten, Kap. 2.2*).
6. Geben Sie **Name** und **Password** im Fenster **VA COMPUTRACE LOGIN** ein (siehe *Login, Kap. 2.6*).
7. Wählen Sie die Betriebsart «Exploratory» oder «Determination» (siehe *Mode Menü, Kap. 2.4*).
8. Öffnen Sie die gewünschten Fenster in der Betriebsart «Exploratory» (Exploratory specifications, Exploratory curves) oder in der

Betriebsart «Determination» (Working method specifications, Monitor, Determination curves, Results, Sample table).


---

**Achtung:** Beim Ausschalten der Instrumente, schalten Sie zuerst die Relay Box 731 aus.

---

## 8.2 Anwenderzugriffsrechte

### Neuen Anwender definieren

1. Öffnen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **HAUPTFENSTER / User / User rights**.
2. Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **ADD NEW USER** zu öffnen.
3. Geben Sie Name **Name** und Passwort **Password** des neuen Anwenders ein.
4. Schliessen Sie das Fenster **ADD NEW USER** durch Klicken auf **<OK>**.
5. Wählen Sie den neuen Anwender in der Liste aller Anwender aus und legen Sie dessen Zugriffsrechte fest (siehe *Zugriffsrechte, Kap. 2.6*).
6. Schliessen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **<OK>**.

### Zugriffsrechte ändern

1. Öffnen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **HAUPTFENSTER / User / User rights**.
2. Wählen Sie den gewünschten Anwender in der Liste aller Anwender aus und ändern Sie dessen Zugriffsrechte (siehe *Zugriffsrechte, Kap. 2.6*).
3. Auf dem **User directories** Blatt können Sie definieren, wo Daten und Methoden für den jeweiligen Anwender gespeichert werden.
4. Schliessen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **<OK>**.

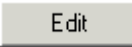
## 8.3 Signale in der Betriebsart «Exploratory»in

### Signalkurve laden

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Exploratory**.
2. Klicken Sie auf  oder **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**.

3. Wählen Sie eine oder mehrere (Ctrl + Klicken) gewünschte Signaldateien **\*.sig** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**.

---

**Achtung:** Sobald eine Signalkurve gemessen oder geladen wurde, sind die voltammetrischen Parameter nicht mehr editierbar. Sollen die Parameter vor der Aufnahme einer neuen Signalkurve verändert werden, muss zuerst der Knopf  geklickt werden.

---


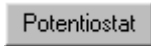
### Signalkurve speichern


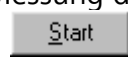
1. Wählen Sie die gewünschte Signalkurve aus der Liste im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATIONS** aus.
2. Klicken Sie auf  oder **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Save signal**.
3. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis aus, geben Sie den Namen der Signaldatei **\*.sig** im Fenster **Datei speichern als** ein und klicken Sie auf den Knopf **<Speichern>**. Beachten Sie, dass für jeden Anwender unter **USER DIRECTORIES** ein eigenes Datenverzeichnis definiert werden kann.

### Signalkurven automatisch speichern

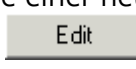
1. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und schalten Sie die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** ein.
2. Klicken Sie auf **797 VA COMPUTRACE / User / User rights** und wählen Sie auf dem **User directories** Blatt (siehe *Zugriffsrechte, Kap. 2.6*), in welchen Sie die Ihre Signaldaten speichern wollen. Durch Klicken des Knopfes **<Browse>** können Sie Ihren Arbeitsplatz durchsuchen.

### Signalkurve aufnehmen

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Exploratory**.
2. Wählen Sie die Elektrode **Electrode** und die Tropfengröße **Drop size** (für SMDE und HMDE) im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus (siehe *Elektroden, Kap. 3.1*).
3. Stellen Sie die Geschwindigkeit für Rührer **Stirrer** oder **RDE** ein (siehe *Rühren, Kap. 3.4*).
4. Falls nötig, klicken Sie auf  und begrenzen Sie die beiden Parameter **Highest current range** oder **Lowest current range** im Fenster **POTENTIOSTAT** (siehe *Potentiostat, Kap. 3.3*).


5. Wählen Sie den gewünschten VA-Messmodus im Feld **Mode** aus (siehe *VA Messmodi*, Kap. 3.2).
6. Stellen Sie die Entlüftungszeit **Initial purge time** ein (siehe *Entlüften*, Kap. 3.4).
7. Stellen Sie die Parameter für die Vorbehandlung der Festkörperelektroden ein (siehe *Vorbehandlung*, Kap. 3.4).
8. Stellen Sie die Sweep-Parameter **Sweep** des gewählten VA-Messmodus ein (siehe *VA Messmodi*, Kap. 3.2).
9. Falls erwünscht, stellen Sie die Ruhespannung **Stand-by potential** nach der Messung ein (siehe *Ruhespannung*, Kap. 3.4).
10. Falls die aufgenommene Signalkurve am Ende der Messung automatisch gespeichert werden soll, klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und schalten Sie die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** ein.
11. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  oder den Knopf  (siehe *Signalmessungen durchführen*, Kap. 4.2).

---



**Achtung:** Sobald eine Signalkurve gemessen oder geladen wurde, sind die voltammetrischen Parameter nicht mehr editierbar. Sollen die Parameter vor der Aufnahme einer neuen Signalkurve verändert werden, muss zuerst der Knopf  geklickt werden.

---


## Signalpeaks automatisch auswerten

1. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus. Die ausgewählte Signalkurve wird mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt.
2. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search**. Das Fenster **PEAK SEARCH** wird geöffnet.
3. Stellen Sie die Parameter **Reverse peak**, **Reverse sweep** (nur für CV), **Minimum peak width**, **Smooth factor**, **Minimum peak height** und **Scope** für die Peakauswertung ein (siehe *Peaksuche*, Kap. 4.3).
4. Klicken Sie auf den Knopf . Die berechneten Basislinien und Peakpositionen werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Die Resultate der Auswertung werden in der Resultatliste im Fenster **PEAK SEARCH** angezeigt.
5. Falls keine Peaks gefunden wurden, versuchen Sie, die Parameter zur Peaksuche **Minimum peak width**, **Smooth factor** und **Minimum peak height** für die automatische Peakauswertung zu ändern oder wechseln sie zur manuellen Peakauswertung.


### Signalpeaks manuell auswerten

1. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus. Die ausgewählte Signalkurve wird mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt.
2. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search**. Das Fenster **PEAK SEARCH** wird geöffnet.
3. Schalten Sie die Option **Manual** ein.
4. Stellen Sie die Parameter **Reverse peak**, **Reverse sweep** (nur für CV und CVS), **Minimum peak width**, **Smooth factor** und **Minimum peak height** für die Peakauswertung ein (siehe *Peaksuche*, Kap. 4.3).
5. Setzen Sie die Start- und Endfusspunkte für die Basislinienberechnung durch Drücken der Knöpfe  der Felder **Begin** oder **End**.
6. Wählen Sie die Parameter **Type** und **Scope** für die Basislinie.
7. Klicken Sie auf den Knopf . Die berechneten Basislinien und Peakpositionen werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Die Resultate der Auswertung werden in der Resultatliste im Fenster **PEAK SEARCH** angezeigt.

### Signalstufen auswerten

1. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus. Die ausgewählte Signalkurve wird mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt.
2. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Wave evaluation**. Das Fenster **WAVE EVALUATION** wird geöffnet.
3. Stellen Sie die Parameter **Minimum width**, **Minimum peak height** und **Smooth factor** für die Stufenauswertung ein (siehe *Stufenauswertung*, Kap. 4.3).
4. Klicken Sie auf den Knopf . Die berechneten Tangenten und Positionen der Halbstufenpotentiale werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Die Resultate der Auswertung werden in der Resultatliste im Fenster **WAVE EVALUATION** angezeigt.



### Signalkurven und/oder voltammetrische Parameter drucken

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Print**. Das Fenster **PRINT EXPLORATORY** wird geöffnet.
2. Schalten Sie die Option **Print curves** ein, falls der Inhalt des Fensters **EXPLORATORY CURVES** gedruckt werden soll.



3. Schalten Sie die Option **Print voltammetric parameters** ein, falls die Parameter im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** gedruckt werden sollen.
4. Klicken Sie auf den Knopf **<OK>**.
5. Wählen Sie die Parameter und Eigenschaften für das Drucken im Fenster **PRINTER SETUP** aus und klicken Sie auf **<OK>**.

## 8.4 Methoden in der Betriebsart «Determination»



### Methode laden

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / **Load method****.
3. Wählen Sie die gewünschte Methodendatei **\*.mth** im Fenster **OPEN** und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.


### Parameter von Bestimmungsmethoden kopieren

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / **Load determination****.
3. Wählen Sie die gewünschte Bestimmungsdatei **\*.dth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird in das Fenster **DETERMINATION CURVES** geladen.
4. Klicken Sie auf **DETERMINATION CURVES / Edit / Copy parameters to working method**.

### Parameter von Signaldateien kopieren

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Exploratory**.
2. Klicken Sie auf  oder **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / **Load signal****.
3. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei **\*.sig** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**.
4. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / **To working method****.




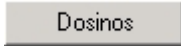


### Arbeitsmethode speichern

1. Falls Sie eine geänderte Arbeitsmethode ("Working Method") unter demselben Namen speichern wollen, klicken Sie auf 




oder **HAUPTFENSTER / File / Save method**. Die alte Datei wird überschrieben.


2. Falls Sie die Arbeitsmethode unter einem neuen Namen speichern wollen, klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / File / Save method as**. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis aus, geben Sie den Methodennamen **\*.mth** im Fenster **SAVE AS** ein und klicken Sie auf **<Save>**.

### Arbeitsmethode editieren

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load method**.
4. Wählen Sie die gewünschte Methodendatei **\*.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Setzen Sie die Parameter im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** auf die gewünschten Werte (siehe *Fenster «Working method specifications»*, Kap. 5.2).
6. Falls Dosiergeräte für die automatische Lösungszugabe verwendet werden sollen, klicken Sie auf  und setzen Sie die Parameter auf die gewünschten Werte (siehe *Dosiergeräte*, Kap. 5.2).
7. Falls nötig, klicken Sie auf  und begrenzen Sie die Parameter **Highest current range** oder **Lowest current range** im Fenster **POTENTIOSTAT** (siehe *Potentiostat*, Kap. 3.3).
8. Klicken Sie auf  und setzen Sie die Parameter auf den Blättern **Determination**, **Voltammetric**, **Substances**, **Calculations**, **Documentation** und **Export** (siehe Kap. 5.2) im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS**.
9. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.

### Methode abändern für automatische Hintergrundkompensation



1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load method**.

4. Wählen Sie die gewünschte Methodendatei **\*.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Klicken Sie auf den Knopf  im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** und wählen Sie das Blatt **Determination**.
6. Schalten Sie die Option **Measure blank** ein, wählen Sie die Anzahl Messungen unter **No. of blanks** und geben Sie die Entlüftungszeit **Blank purge time** für die Blindprobe ein.
7. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.


Falls Sie eine Bestimmung mit dieser abgeänderten Methode starten, werden Sie zuerst aufgefordert, die zuvor definierte Anzahl von Blindlösungen ins Messgefäß zu geben. Die resultierende Blindkurve wird dann automatisch von allen nachfolgend gemessenen Kurven subtrahiert.

## 8.5 Bestimmungen mit voltammetrischer Spurenanalytik

### Bestimmung laden

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load determination**.
3. Wählen Sie die gewünschte Bestimmungsdatei **\*.dth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird in das Fenster **DETERMINATION CURVES** geladen.
4. Falls die Methodenparameter der geladenen Bestimmung für eine neue Messung verwendet werden sollen, kopieren Sie die Parameter der Bestimmungsmethode in die Arbeitsmethode, indem Sie auf **DETERMINATION CURVES / Edit / Copy parameters to working method** klicken.

### Bestimmung speichern

1. Falls Sie die geladene und abgeänderte Bestimmung unter demselben Namen speichern wollen, klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Save determination**. Die alte Datei wird überschrieben.
2. Falls Sie die geladene Bestimmung unter einem neuen Namen speichern wollen, klicken Sie **MAIN WINDOW / File / Save determination as**. Wählen Sie den gewünschten Ordner, geben Sie im Fenster **Datei speichern unter** den gewünschten Dateinamen **\*.dth** an, und klicken Sie den **<Speichern>** Knopf.

## Bestimmungen automatisch speichern




1. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Setting / General settings** und schalten Sie die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** ein.
2. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / User / User rights** und wählen Sie den gewünschten Ordner **Data folder** auf dem **User directories** Blatt (siehe *Zugriffsrechte, Kap. 2.6*). Mit **Browse** können Sie ihren Arbeitsplatz durchsuchen.



## Bestimmung durchführen

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS**.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden, Kap. 8.4*).
4. Falls erwünscht, ändern Sie die geladene Methode (siehe *Wie gehe ich vor: Arbeitsmethode editieren, Kap. 8.4*).
5. Geben Sie die Messlösung in das Messgefäß am 797 VA Computrace Stand.
6. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
7. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
8. Folgen Sie den Anweisungen in den angezeigten Meldungsfenstern.

## Testbestimmung mit der Blei-Test-Methode durchführen

Mit Hilfe dieser Beispielmethode zur Bestimmung von Blei in der mitgelieferten Ionenstandardlösung unter Verwendung der DME können Sie auf einfache Art überprüfen, ob das VA Computrace System 797 einwandfrei funktioniert.

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load method**.

4. Wählen Sie die Methodendatei **Test Pb in standard solution.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Geben Sie 20 mL Reinstwasser ins leere Messgefäß am 797 VA Computrace Stand.
6. Geben Sie 0.5 mL Kaliumchlorid  $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$  (Metrohm Nr. 6.2308.020) ins Messgefäß.
7. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
8. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**. Das Fenster **PLACE SAMPLE** erscheint.
9. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100  $\mu\text{L}$  Blei-Ionenstandardlösung  $\beta(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$  (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
10. Die Messlösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **MANUAL ADDITION**.
11. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100  $\mu\text{L}$  Blei-Ionenstandardlösung  $\beta(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$  (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
12. Die aufgestockte Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **MANUAL ADDITION**.
13. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100  $\mu\text{L}$  Blei-Ionenstandardlösung  $\beta(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$  (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
14. Die zweimal aufgestockte Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **END OF DETERMINATION**.
15. Klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird (falls die automatische Speicherung auf dem Blatt **General** im Fenster **GENERAL SETTINGS** eingeschaltet ist) automatisch gespeichert und der Resultatreport wird ausgedruckt.

### Bestimmungen mit dem 863 Compact VA Autosampler durchführen

1. Installieren Sie den 863 Compact VA Autosampler (siehe *Installation des 863 Compact VA Autosamplers, Kap. 1.3*) und stellen Sie die **Methode 2** ein.
2. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und selektieren Sie das **Hardware** Blatt.
3. Definieren Sie das Feld **Sample processor** auf dem **Hardware** Blatt.

4. Modifizieren Sie die Parameter für die Automation auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters wie gewünscht.
5. Falls erwünscht, testen Sie die Automations-Parameter: Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und wählen Sie das Blatt **Automation**. Füllen Sie zwei Probengefäße mit Wasser und setzen Sie die Gefäße hintereinander auf dem Probenrack auf. Klicken Sie auf , überprüfen Sie die Automations-Parameter und ändern Sie diese bei Bedarf.
6. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
7. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
8. Laden Sie die gewünschte Methode im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden, Kap. 8.4*).
9. Falls erwünscht, ändern Sie die geladene Methode (siehe *Wie gehe ich vor: Arbeitsmethode editieren, Kap. 8.4*).
10. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Sample table** um das Fenster **SAMPLE TABLE** zu öffnen.
11. Laden Sie die gewünschte Probentabelle oder ändern Sie die aktuell geladene Probentabelle (siehe *Probentabelle, Kap. 5.6*).
12. Pipettieren Sie die gewünschte Probemenge in die Probengefäße und setzen Sie diese an den ungeraden Positionen auf dem Probenrack des 863 Compact VA Autosamplers ein. Setzen Sie für jedes Probengefäß ein mit Spüllösung (Volumen Spüllösung = Volumen Probelösung) gefülltes Gefäß an die der Probe folgenden geraden Position auf dem Probenrack ein.
13. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Folgen Sie den Anweisungen in den angezeigten Meldungsfenstern.

---



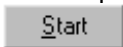
**Achtung:** Falls Sie alle Proben einer Messreihe mit der gleichen Methode bestimmen wollen, selektieren Sie **Repeat current method** als **Working method source** auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters. Das **SAMPLE TABLE** Fenster kann mit **Repeat current method** nicht geöffnet werden

---

## VA-Bestimmungen mit dem 838 Advanced Sample Processor durchführen

1. Installieren Sie den 838 Advanced Sample Processor (siehe *Installation des 838 Advanced Sample Processor, Kap. 1.3*) und stellen Sie die geeignete Methode ein (abhängig davon, was bestimmt werden soll, siehe *Kap. 8.5 "VA-Bestimmungen mit dem 838 Advanced Sample Processor durchführen", Kap. 8.6 "Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "MLAT", Kap. 8.6 "Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "LAT", Kap. 8.6 "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT", Kap. 8.6 "Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC"*).
2. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und selektieren Sie das **Hardware** Blatt.
3. Definieren Sie das Feld **Sample processor** auf dem **Hardware** Blatt.
4. Modifizieren Sie die Parameter für die Automation auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters wie gewünscht.
5. Falls erwünscht, testen Sie die Automations-Parameter: Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und wählen Sie das Blatt **Automation**. Füllen Sie zwei Probengefäße mit Wasser und setzen Sie die Gefäße hintereinander auf dem Probenrack auf. Klicken Sie auf , überprüfen Sie die Automations-Parameter und ändern Sie diese bei Bedarf.
6. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
7. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
8. Laden Sie die gewünschte Methode im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden, Kap. 8.4*).
9. Falls erwünscht, ändern Sie die geladene Methode (siehe *Wie gehe ich vor: Arbeitsmethode editieren, Kap. 8.4*).
10. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Sample table** um das Fenster **SAMPLE TABLE** zu öffnen.
11. Laden Sie die gewünschte Probentabelle oder ändern Sie die aktuell geladene Probentabelle (siehe *Probentabelle, Kap. 5.6*).
12. Pipettieren Sie die gewünschte Probemenge in die Probengefäße und setzen Sie diese der Reihe nach auf die Positionen auf dem Probenrack des 838 Advanced Sample Processor ein. Es können 50-mL-Probengefäße (auf den äusseren

beiden Ringen) oder 11-mL-Probengefäße verwendet werden (auf den inneren beiden Ringen). Setzen Sie jeweils auf den äusseren der beiden Ringe (als Beispiel Position 1) die Probe und auf den inneren der beiden Ringe an die entsprechende Position (als Beispiel Position 29) die Spüllösung. Geben Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe an.

13. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Folgen Sie den Anweisungen in den angezeigten Meldungsfenstern.

---

**Achtung:** Falls Sie alle Proben einer Messreihe mit der gleichen Methode bestimmen wollen, selektieren Sie **Repeat current method** als **Working method source** auf dem **Automation** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters. Das **SAMPLE TABLE** Fenster kann mit **Repeat current method** nicht geöffnet werden.

---

### 838-Methode für VA-Bestimmung

Für automatisierte Spurenanalytik mit dem **838 Advanced Sample Processor** sollte am Probenwechsler die Methode **VA** ausgewählt werden. Die Methode VA hat folgenden Ablauf:







#### VA


<b>parameters</b>			
<b>method</b>		<b>VA</b>	
<b>number of samples</b>		<b>rack</b>	> Anzahl Proben, die abgearbeitet werden (ganzes Probenrack)
<b>&gt;start sequence</b>			
<b>1 CTL:Rm:</b>		<b>INIT</b>	> Initialisierung der Remote-Schnittstelle
<b>2 Move 1 :</b>		<b>sample</b>	> Erste Probe an Pos. "SAMPLE"
<b>3 CTL:Rm:</b>		<b>*****1</b>	> Remote-Start des CT797
<b>4 CTL:Rm:</b>		<b>*****0</b>	
<b>&gt;sample sequence</b>			
<b>1 SCN:Rm:</b>		<b>*****1**</b>	> Warten auf eingehendes Signal vom CT797
<b>2 MOVE 1 :</b>		<b>sample</b>	> Nadel zur Probenposition fahren
<b>3 LIFT: 1 :</b>		<b>work mm</b>	> Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
<b>4 PERISTALT: 300 s</b>		<b>10</b>	> Probe transferieren
<b>5 CTL:Rm:</b>		<b>*****1</b>	> Anzeige einblenden: sample transfer ready

6	CTL:Rm:	*****0	
7	MOVE 1 :	+28	> Nadel zur Spülposition fahren
8	LIFT: 1	work mm	> Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
9	PERISTALT: 5 s	10	> Spüllösung in die Nadel saugen
10	SCN:Rm:	*****1**	> Warten auf eingehendes Signal vom CT797
11	PERISTALT: 300 s	10	> Nadel spülen
12	CTL:Rm:	*****1	> Anzeige einblenden: needle cleaning ready
13	CTL:Rm:	*****0	


Definieren Sie vor dem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

### Bestehende Bestimmung neu berechnen

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load determination**.
3. Wählen Sie die gewünschte Bestimmungsdatei **\*.dth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird in das Fenster **DETERMINATION CURVES** geladen.
4. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Results** um das Fenster **RESULTS** zu öffnen.
5. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Determination curves** um das Fenster **DETERMINATION CURVES** zu öffnen.
6. Ordnen Sie die Unterfenster im Fenster **DETERMINATION CURVES** so an, dass die Liste der Kurven, die Bestimmungskurven und die Kalibrierkurven sichtbar sind.
7. Falls erwünscht, wählen Sie ein oder mehrere (Ctrl + Klicken) Objekte in der Liste der Kurven aus und klicken Sie auf  oder **Show selected ...** des kontextsensitiven Menüs um die ausgewählte(n) Bestimmungskurve(n) anzuzeigen.
8. Falls erwünscht, zoomen Sie die den gewünschten Bereich im Unterfenster der Bestimmungskurven.
9. Klicken Sie auf  oder **DETERMINATION CURVES / Edit / Determination method parameters** um das Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
10. Ändern Sie die Parameter (z.B. **Sample amount**, **Cell volume**, **Peak position**, Basislinienparameter, Konzentrationen der Standardlösungen, Berechnungsparameter) auf die gewünschten Werte auf den Blättern **Specifications**, **Determination**, **Substances** und **Calculations** (siehe *Kap. 5.2*).

11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**. Die Bestimmung wird neu berechnet und die neuen Resultate werden im Fenster **RESULTS** angezeigt.
12. Falls erwünscht, wiederholen Sie die Schritte 10 und 11 ein- oder mehrmals.
13. Falls Sie die geänderte Bestimmung unter demselben Namen speichern wollen, klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Save determination**. Die alte Datei wird überschrieben.
14. Falls Sie die geänderte Bestimmung unter einem neuen Namen speichern wollen, klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / File / Save determination as**. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis aus, geben Sie den Namen **\*.dth** für die Bestimmungsdatei im Fenster **SAVE AS** ein und klicken Sie auf den Knopf **<Save>**.

### Resultate und Kurven einer Bestimmung drucken

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Print**. Das Fenster **PRINT OPTIONS** wird geöffnet.
2. Wählen Sie die zu druckenden Elemente aus (siehe *Drucken in der Betriebsart «Determination», Kap. 5.7*).
3. Wählen Sie die Reihenfolge des Ausdrucks für die eingeschalteten Elemente aus.
4. Schliessen Sie das Fenster **PRINT OPTIONS** durch Klicken auf **<OK>**.

## 8.6 Analyse von Galvanikbädern

### Einführung

Mit dem VA Computrace 797 kann man Galvanikbäder analysieren. Zwei Modi wurden speziell für die Galvanikbad-Analyse eingebaut: CVS (Cyclic Voltammetric Stripping) und CPVS (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping).

Mit diesen beiden Modi stehen 8 verschiedene **Calibration**-Techniken zur Verfügung:

Für Methoden-Optimierung:

**"Standard addition plating bath"** (diese **Calibration**-Technik wird zur Entwicklung und Optimierung von Methoden verwendet)

Für Brightener Analyse:

**"MLAT Standard addition for brighteners"** (Modified Linear Approximation Technique)

"**LAT Standard addition for brighteners**" (Linear Approximation Technique)

"**LAT Record intercept value**" (wird zur Aufnahme des "Intercept-Wertes" verwendet)

Für Suppressor Analyse:

"Dilution-Titration-Technik"

"**DT Record calibration curve**" (wird zur Aufnahme der Kalibrierkurve verwendet)

"**DT Suppressors with calibration curve**" (wird zur Probenbestimmung verwendet)

"Response-Curve-Technik"

"**RC Record response curve**" (Wird zur Aufnahme der Response Kurve verwendet)

"**RC Sample with response curve**" (Wird zur Probenbestimmung verwendet)

### Auswahl des Modus für die Galvanikbad VA

Für die Durchführung von Galvanikbad VA können Sie zwischen **2** Modi auswählen: **CVS** (Cyclic Voltammetric Stripping) und **CPVS** (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping).

Selektiert werden können sie im **Mode** Feld auf dem **Determination** Blatt des **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fensters.

CVS ist der Standard-Modus für Galvanikbad VA. Für Brightener-Analyse in Badlösungen mit einem hohen Eisengehalt sollten Sie den Modus CPVS wählen.

### Auswahl der Calibration-Technik für die Galvanikbad VA

Bei der Arbeit mit den Modi CVS oder CPVS, stehen im **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fenster **8** verschiedene **Calibration**-Techniken zur Verfügung:

Für Methoden-Optimierung:

"**Standard addition plating bath**"

Diese **Calibration**-Technik wird zur Entwicklung und Optimierung von Methoden verwendet. Sie gibt Informationen über das Ansprechverhalten einzelner Komponenten im Bad.

Für Brightener-Analyse:

**MLAT**

"MLAT Standard addition for brighteners"

Diese **Calibration**-Technik wird zur Analyse von Brightener verwendet. Sie ist die Standard **Calibration**-Technik zur Bestimmung von Brightener in Galvanikbädern (Ausnahme: Falls die Differenz zwischen  $Q(\text{"Intercept-Lösung"} + \text{"Badlösung"})$  und  $Q(\text{"Intercept-Lösung"})$  zu klein ist; versuchen Sie es dann mit "LAT Standard addition for brighteners").

Typisches Standard-Additions Schema für "MLAT":

1. Geben Sie die "Intercept-Lösung" ins Messgefäß und klicken Sie Start. In der ersten Messung nach der Konditionierung der Elektrode wird der "Intercept-Wert"  $Q(\text{intercept})$  bestimmt.
2. Fügen Sie die "Badlösung" hinzu und messen Sie den Wert  $Q(\text{Intercept} + \text{Bad})$ .
3. Addieren Sie mehrere Male Brightener-Standard-Lösung und messen Sie  $Q(\text{Addition})$  für jede Addition.

## LAT

"LAT Standard addition for brighteners" (und "LAT Record intercept value" zur Aufnahme des "Intercept-Wertes").

Die zweite (nur, wenn MLAT ungeeignet ist anzuwendende) Calibration-Technik für Brightener ist "LAT Standard addition for brighteners". Im Unterschied zur "MLAT" wird die "Intercept-Lösung" mit dem "Intercept-Wert"  $Q(\text{Intercept})$  zuerst gemessen, und dann für die eigentliche Probenmessung entfernt.

1. Ermittlung des "Intercept-Wertes". Er kann auf zwei Arten ermittelt werden:
  - A. Mit der **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value". Diese **Calibration**-Technik wird nur zur Bestimmung des "Intercept-Wertes" verwendet:
    1. Geben Sie die Intercept-Lösung ins Messgefäß und klicken Sie Start.
    2. Lösung messen und Datei speichern.
  - B. Mit der **Calibration**-Technik "LAT Standard addition for brighteners":
    1. Setzen Sie **No. of additions** und den **Intercept value (mC)** auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters auf 0. Für **Intercept determination** soll keine Datei angegeben sein.
    2. Geben Sie die "Intercept-Lösung" ins Messgefäß und klicken Sie Start. Lesen Sie nach der Messung "Q.Mean" aus dem Resultate-Blatt: Das ist der "Intercept-Wert"  $Q(\text{Intercept})$  für diese Lösung.
2. Die eigentliche Bestimmung der Badlösung folgt dann mit der **Calibration**-Technik "LAT Standard addition for brighteners":
  1. Entfernen Sie die "Intercept-Lösung" aus dem Messgefäß.
  2. Falls Sie den "Intercept-Wert" nach der Methode **A** bestimmt haben:
 

Auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters für **Intercept determination** den Pfad und Dateinamen der mit "LAT Record intercept value" aufgenommenen Bestimmung angeben.

Falls Sie den "Intercept-Wert" nach der Methode **B** bestimmt haben:
 

Auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters für **Intercept value** den ermittelten "Intercept-Wert" angeben.

3. Definieren Sie **No. of additions** auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters.
4. Geben Sie die Badlösung ins Messgefäß und klicken Sie auf Start. Q(Bad) wird bestimmt.
5. Addieren Sie mehrmals Brightener-Standard-Lösung und messen Sie Q(Addition) für jede Addition. Normalerweise werden zwei bis drei Standardadditionen für die Bestimmung des Brighteners gemacht.

---

**Achtung:** Falls Sie mehrere Messungen von Badlösungen mit der gleichen Zusammensetzung machen, können Sie die eigentliche Bestimmung der Badlösung mehrere Male mit gleichem "Intercept-Wert" wiederholen. Der "Intercept-Wert" sollte jedoch in regelmässigen Abständen neu bestimmt werden.

---

Für Suppressor-Analyse:

#### **Dilution-Titration-Technik**

"DT Suppressors with calibration curve", und "DT Record calibration curve" zur Aufnahme der Kalibrationskurve.

Die "Verdünnungs-Titrations-Technik" wird für die Bestimmung von Suppressor gebraucht. Sie besteht aus zwei Messabschnitten:

##### A. "DT Record calibration curve"

Diese **Calibration**-Technik wird durch Addition einer Standard-Lösung mit einer bekannten Suppressor Konzentration zur Aufnahme der Kalibrierkurve und Bestimmung des "Calibration Factor" gebraucht.

Typisches Standard-Additions Schema für DT Record calibration curve:

1. Definieren Sie die "Addition ratio" und die "Evaluation ratio" auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters.
2. Geben Sie die VMS (Virgin Make-up Solution) ins Messgefäß und klicken Sie auf Start. Q(0) wird bestimmt.
3. Addieren Sie Suppressor-Standard-Lösung und messen Sie Q(Addition) für jede Addition, bis  $Q/Q(0) < \text{"Addition ratio"}$ . Wenn die "Addition ratio" mit weniger als 5 oder mehr als 20 Additionen erreicht wird, sollte die Konzentration der Suppressor-Standard-Lösung oder das Additionsvolumen angepasst werden.

##### B. "DT Suppressors with calibration curve"

Diese **Calibration**-Technik wird zur Bestimmung der Suppressor Konzentration gebraucht. Das Schema ist ähnlich wie bei "DT Record calibration curve", nur wird nicht Standard-Lösung sondern "Badprobe" zur VMS addiert wird.

Typisches Standard-Additions Schema für "DT Suppressors with calibration curve":

1. Wählen Sie eine vorher aufgenommene **Calibration curve** auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters. Benützen Sie den  Knopf zur Suche nach einer Kalibrationskurven-Datei. Addition und Evaluation ratio werden automatisch auf die Werte gesetzt, die bei der Aufnahme der Kalibrationskurve eingestellt waren.
2. Geben Sie die VMS (Virgin Make-up Solution) ins Messgefäß und klicken Sie auf Start.  $Q(0)$  wird bestimmt.
3. Addieren Sie "Badprobe" und messen Sie  $Q(\text{addition})$  für jede Addition, bis  $Q/Q(0) < \text{"Addition ratio"}$ .

### Response-Curve-Technik

"RC Sample with response curve", und "RC Record response curve" zur Aufnahme der Response Curve.

Die "Response-Curve-Technik" wird für die Bestimmung von Suppressor gebraucht, wenn die "Dilution-Titration-Technik" ungeeignet ist. Sie besteht aus zwei Messabschnitten:

#### A. "RC Record response curve"

Diese **Calibration**-Technik wird zur Aufnahme der Response Curve verwendet. Diese wird durch Addition einer Standard-Lösung mit einer bekannten Suppressor Konzentration zu einer Electrolyte-Lösung ermittelt.

Typisches Standard-Additions Schema für "RC Record response curve":

1. Geben Sie die Electrolyte-Lösung ins Messgefäß und klicken Sie Start.  $Q(0)$  wird bestimmt.
2. Addieren Sie Suppressor-Standard-Lösung und messen Sie  $Q(\text{Addition})$  für jede Addition.

#### B. "RC Sample with response curve"

Diese **Calibration**-Technik wird zur Bestimmung der Suppressor-Konzentration verwendet.

1. Wählen Sie eine vorher aufgenommene "Response curve" auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters. Benützen Sie den  Knopf zur Suche nach einer Response-Curve-Datei.

2. Geben Sie die Electrolyte-Lösung ins Messgefäß und klicken Sie auf Start. Q(0) wird bestimmt.
3. Entfernen Sie die Electrolyte-Lösung.
4. Geben Sie die Badprobe ins Messgefäß und messen Sie Q.

### Programmablauf in der Galvanikbad VA

Der Programmablauf mit den Galvanikbad Modi CVS und CPVS enthält folgende Schritte:

1. **Initial mixing time**
2. **Initial electrode conditioning**
  - a. **Conditioning cycles** (Anzahl Konditionierzyklen ist im Feld **No. of cycles** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert)
  - b. **Pretreatment**
  - c. **Sweep** (Anzahl Sweeps ist im Feld **No. of sweeps** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert)

---

**Achtung:** Die Anzahl dieser "Initial electrode conditioning Messungen" können Sie auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definieren. Sie können entweder eine fixe Anzahl oder eine "Std.dev." als Abweichungslimite einstellen.

---

3. Erste Messung:
  - a. **Conditioning cycles** (Anzahl Konditionierzyklen ist im Feld **No. of cycles** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert)
  - b. **Pretreatment**
  - c. **Sweep** (siehe CVS und CPVS) (Anzahl Sweeps ist im Feld **No. of sweeps**, Anzahl gespeicherte Sweeps im Feld **Save last .. sweeps** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert)

---

**Achtung:** Anstatt nur die Sweeps zu wiederholen, können Sie auch den ganzen Messzyklus wiederholen. Definieren Sie die Anzahl Wiederholungen im Feld **No. of replications** auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters. Metrohm empfiehlt die Anzahl Wiederholungen **No. of replications** auf 1, die Anzahl Sweeps **No. of sweeps** auf 4 und **Save last .. sweeps** auf 2 zu setzen.

---

## 4. Erste Addition:

Addieren Sie die Standard- oder Bad-Lösung (hängt von der Wahl der **Calibration**-Technik ab). Sie können es manuell oder automatisch mit Dosiergeräten machen. Das Volumen **Volume** sollte auf dem **Substances** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fenster definiert werden.

5. **Addition mixing time**:

Die "Addition mixing time" (Mischzeit nach Additionen) kann auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fenster definiert werden.

## 6. Zweite Messung:

- a. **Conditioning cycles** (Anzahl Konditionierzyklen ist im Feld **No. of cycles** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert)
- b. **Pretreatment**
- c. **Sweep** (siehe CVS und CPVS) (Anzahl Sweeps ist im Feld **No. of sweeps**, Anzahl gespeicherte Sweeps im Feld **Save last .. sweeps** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters definiert)

---

**Achtung:** Anstatt nur die Sweeps zu wiederholen, können Sie auch den ganzen Messzyklus wiederholen. Definieren Sie die Anzahl Wiederholungen im Feld **No. of replications** auf dem **Determination** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters. Metrohm empfiehlt, die Anzahl Wiederholungen **No. of replications** auf 1, die Anzahl Sweeps **No. of sweeps** auf 4 und **Save last .. sweeps** auf 2 zu setzen.

---

## 7. Zweite Addition

8. **Addition mixing time**

Fahren Sie so lange wie nötig mit Messungen, Additionen und Mischen fort.

## Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "MLAT"

Für die automatisierte Brightener-Bestimmung mit dem **838 Advanced Sample Processor** und der **Calibration**-Technik "MLAT" werden folgende Installationen und Einstellungen empfohlen:

### Geräte

Installieren Sie den **838 Advanced Sample Processor**, drei **800 Dosinos** und eine **732 Relay Box** mit zwei **823 Membrane Pump Units** (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung 797* und *Gebrauchsanweisung 838*).

Dosinos:

Dosino 1:	50-mL-Wechseleinheit	VMS-Lösung
Dosino 2:	2-mL-Wechseleinheit	Brightener-Standard-Lösung
Dosino 3:	2-mL-Wechseleinheit	Suppressor-Konzentrat

### Methode am 838

Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

Stellen Sie am 838 Advanced Sample Processor die Methode **LAT** ein.

#### LAT

parameters					
method		LAT		rack	
number of samples					> Anzahl Proben, die abgearbeitet werden (ganzes Probenrack)
<b>&gt;start sequence</b>					
1	CTL:Rm:	INIT			> Initialisierung der Remote-Schnittstelle
2	Move 1 :	sample			> Erste Probe an Pos. "SAMPLE"
3	CTL:Rm:	*****1			> Remote-Start des CT797
4	CTL:Rm:	*****0			>
<b>&gt;sample sequence</b>					
1	SCN:Rm:	*****1**			> Warten auf eingehendes Signal vom CT797
2	MOVE 1 :	sample			> Nadel zur Probenposition fahren
3	LIFT: 1 :	work mm			> Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
4	PERISTALT: 300 s	10			> Probe transferieren
5	CTL:Rm:	*****1			> Anzeige einblenden: sample transfer ready
6	CTL:Rm:	*****0			>
7	MOVE 1 :	+28			> Nadel zur Spülposition fahren
8	LIFT: 1	work mm			> Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
9	PERISTALT: 5 s	10			> Spüllösung in die Nadel saugen
10	SCN:Rm:	*****1**			> Warten auf eingehendes Signal vom CT797
11	PERISTALT: 300 s	10			> Nadel spülen
12	CTL:Rm:	*****1			> Anzeige einblenden: needle cleaning ready
13	CTL:Rm:	*****0			>

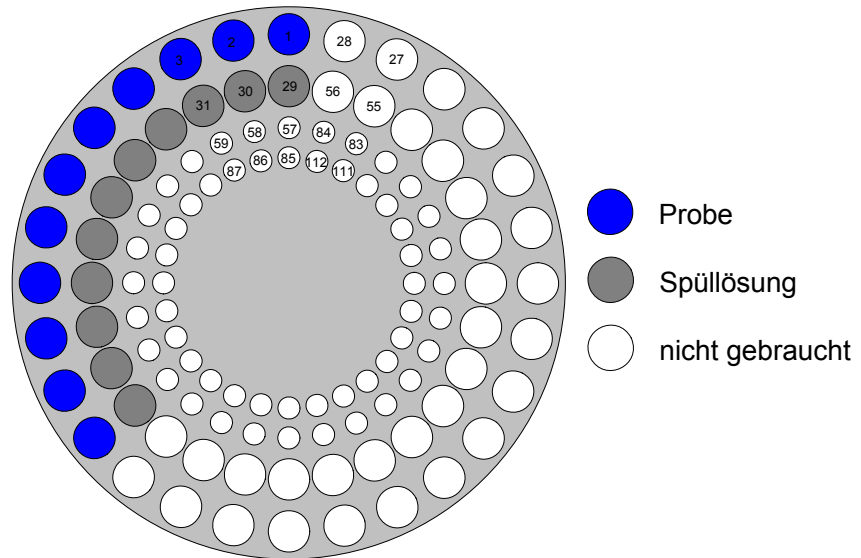
#### Proben

Bei Verwendung von 50-mL-Probengefäßen werden die beiden äusseren Ringe benutzt, bei Verwendung von 11-mL-Probengefäßen die beiden inneren Ringe.

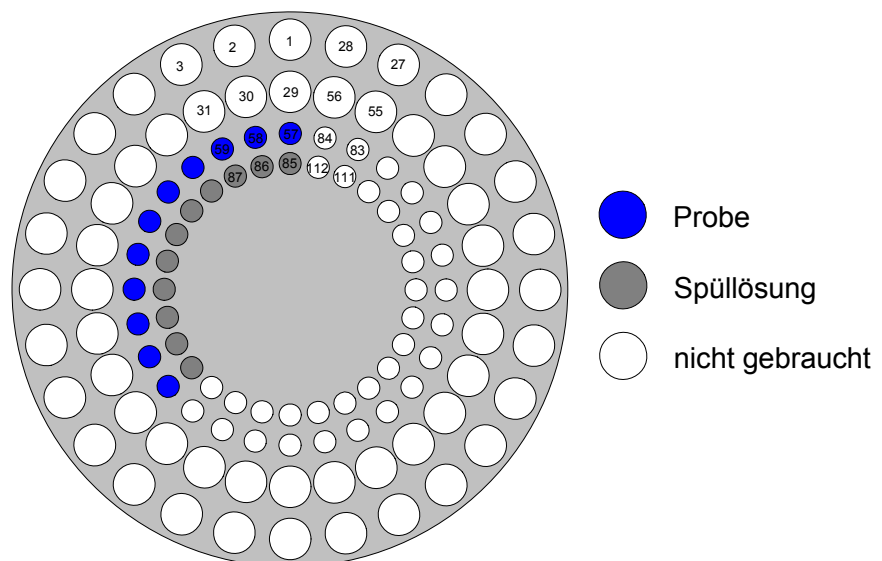
Anordnung: Jeweils auf dem äusseren der beiden Ringe die Probenlösung, auf dem inneren die Spüllösung.

Beispiel für eine Anordnung mit 11 Proben:

⇒ Bei 50-mL-Probengefässen: erste Probe auf Position 1, erste Spüllösung auf Position 29:



⇒ Bei 11-mL-Probengefässen: erste Probe auf Position 57, erste Spüllösung auf Position 85:



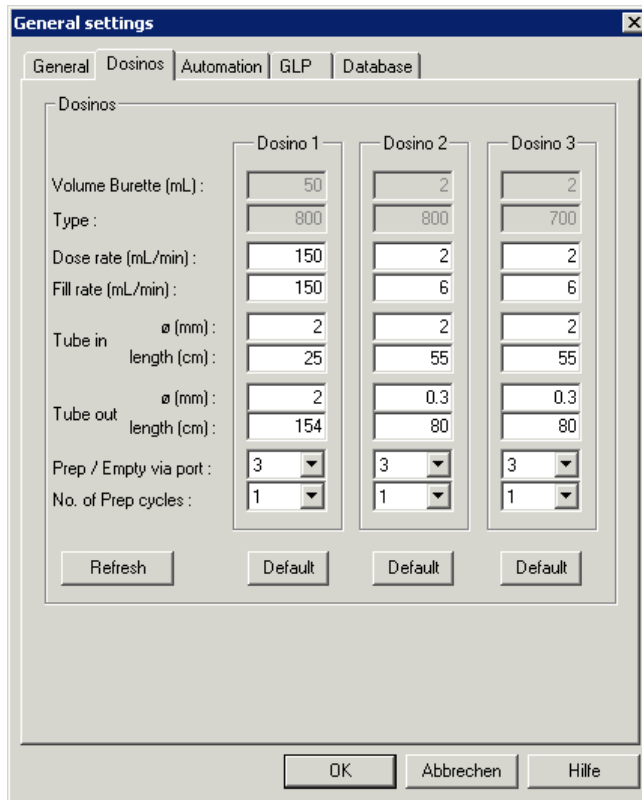

---

**Achtung:** Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

---

### Allgemeine Einstellungen in der 797 Software

Einstellungen auf dem Blatt **Dosinos** des **GENERAL SETTINGS** Fensters der 797 Software:



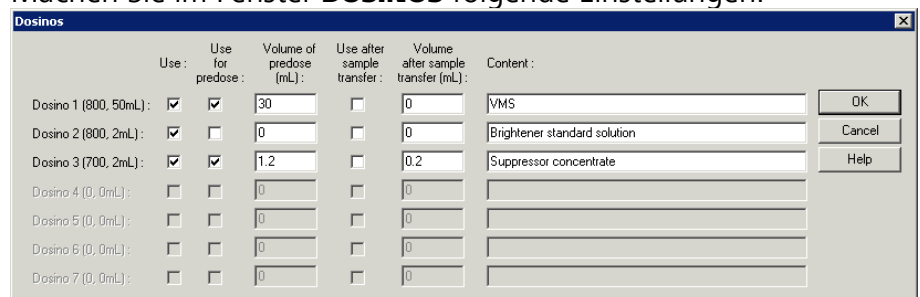
Es wird für alle Dosinos in Gebrauch jeweils ein "Prep-Zyklus" empfohlen.

Wählen Sie auf dem Blatt **Automation** des **GENERAL SETTINGS** Fensters den 838 Advanced Sample Processor aus, die Default-Einstellungen können übernommen werden (Knopf <Default> klicken).

### Methoden-Parameter für den 797

Für **Mode** sollte CVS oder CPVS und für **Calibration** "MLAT" eingestellt sein.

Machen Sie im Fenster **DOSINOS** folgende Einstellungen:



VMS und Suppressor-Konzentrat werden via **Use for predose** vor dem Probentransfer dem Messgefäß zugegeben. Zusammen bilden sie die "Intercept-Lösung". Nach dem Probentransfer wird noch zusätzliches Suppressor-Konzentrat zugegeben um die Suppressor-Konzentration konstant zu halten.

Für die Addition von Brightener-Standard-Lösung wird Dosino 2 verwendet. Dies soll auch auf dem Blatt **Substances** des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters angegeben werden (hier das Fenster für CVS):

**Edit working method parameters**

Determination Voltammetric Substances Calculations Documentation

Substance Peak pos. +/- (V) : Bsln. No. Conc. Unit Volume (mL) :

Substance	Peak pos. +/- (V)	Bsln.	No.	Conc.	Unit	Volume (mL)
<input checked="" type="checkbox"/> Brightener	0.28	0.05	...	2	1000	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L

Regression technique : Linear Regression

Peak evaluation : Coulometric

Smooth factor (1..6) : 1

Eliminate spikes :

Reverse sweep :

OK Abbrechen Hilfe

## Probentabelle

Führen Sie die Proben der Reihe nach in der Probentabelle auf, und ordnen Sie eine geeignete Methode zu (beachten Sie die oben beschriebenen Methoden-Parameter):

**Sample table [11 samples]**

File Edit

Pos	Sample ID	Amount	Unit	Cell volume (mL)	Method	Status
1	Sample 1	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
2	Sample 2	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
3	Sample 3	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
4	Sample 4	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
5	Sample 5	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
6	Sample 6	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
7	Sample 7	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
8	Sample 8	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
9	Sample 9	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
10	Sample 10	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
11	Sample 11	10.000	mL	41.400	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with MLAT CVS.mh	
12						
13						
14						
15						
16						
17						

Stop measurement after current sample

Add Edit Reset Delete Print Help Close

Starten Sie dann die Bestimmung.

## Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und "LAT"

"LAT" sollte nur angewendet werden, wenn die Differenz zwischen Q(Intercept-Lösung + Badlösung) und Q(nur Intercept-Lösung) zu klein ist für "MLAT".

Für die automatisierte Brightener-Bestimmung mit dem **838 Advanced Sample Processor** und der **Calibration**-Technik "LAT" werden folgende Installationen und Einstellungen empfohlen:

### Geräte

Installieren Sie den **838 Advanced Sample Processor**, einen **800 Dosino** und eine **732 Relay Box** mit zwei **823 Membrane**

**Pump Units** (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung 797* und *Gebrauchsanweisung 838*).

Dosinos:

(Dosino 1: wird nicht gebraucht)

Dosino 2: 2-mL-Wechseleinheit      Brightener-Standard-Lösung

(Dosino 3: wird nicht gebraucht)

### Methode am 838

Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

Stellen Sie am 838 Advanced Sample Processor die Methode **LAT** ein.

#### LAT

```

parameters
  method                LAT
  number of samples     rack > Anzahl Proben, die abgearbeitet werden (ganzes Probenrack)

>start sequence
  1 CTL:Rm:                INIT > Initialisierung der Remote-Schnittstelle
  2 Move 1 :                sample > Erste Probe an Pos.1
  3 CTL:Rm:                *****1 > Remote-Start des CT797
  4 CTL:Rm:                *****0 >

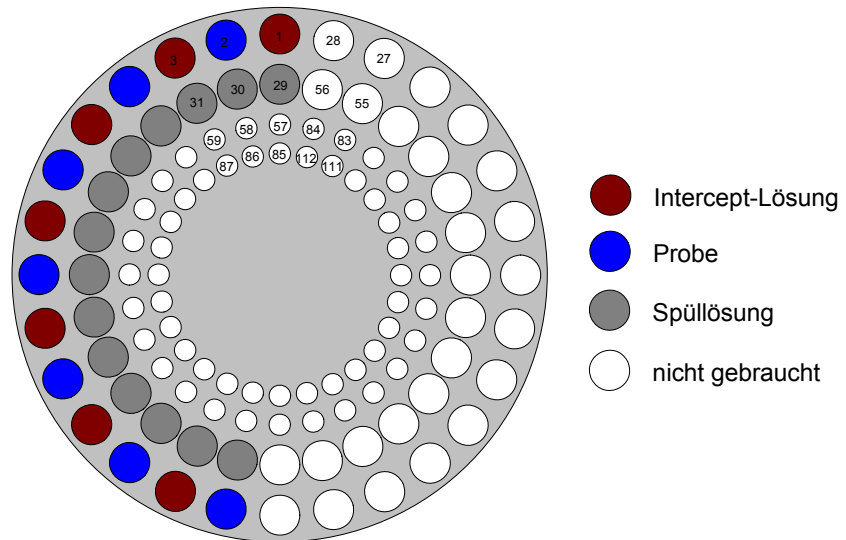
>sample sequence
  1 SCN:Rm:                *****1** > Warten auf eingehendes Signal vom CT797
  2 MOVE 1 :                sample > Nadel zur Probenposition fahren
  3 LIFT: 1 :                work mm > Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
  4 PERISTALT: 300 s        10 > Probe transferieren
  5 CTL:Rm:                *****1 > Anzeige einblenden: sample transfer ready
  6 CTL:Rm:                *****0 >
  7 MOVE 1 :                +28 > Nadel zur Spülposition fahren
  8 LIFT: 1 :                work mm > Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
  9 PERISTALT: 5 s         10 > Spüllösung in die Nadel saugen
  10 SCN:Rm:                *****1** > Warten auf eingehendes Signal vom CT797
  11 PERISTALT: 300 s        10 > Nadel spülen
  12 CTL:Rm:                *****1 > Anzeige einblenden: needle cleaning ready
  13 CTL:Rm:                *****0 >
    
```

### Proben

50-mL-Probengefäße können auf den äusseren beiden Ringen des Racks platziert werden (falls Sie 11-mL-Probengefäße verwenden wollen - auf den inneren beiden Ringen).

Anordnung: Auf dem äusseren der beiden Ringe abwechslungsweise "Intercept-Lösung" und Probenlösung, auf dem inneren die Spüllösung.

Beispiel für eine Anordnung mit 7 Proben:




---

**Achtung:** Auch wenn die erste Probe an Position 2 gestellt wird, bleibt die Startposition in der Start-Sequenz der Methode am 838 Advanced Sample Processor die Position 1 (Aufnahme des "Intercept-Wertes").

---



---

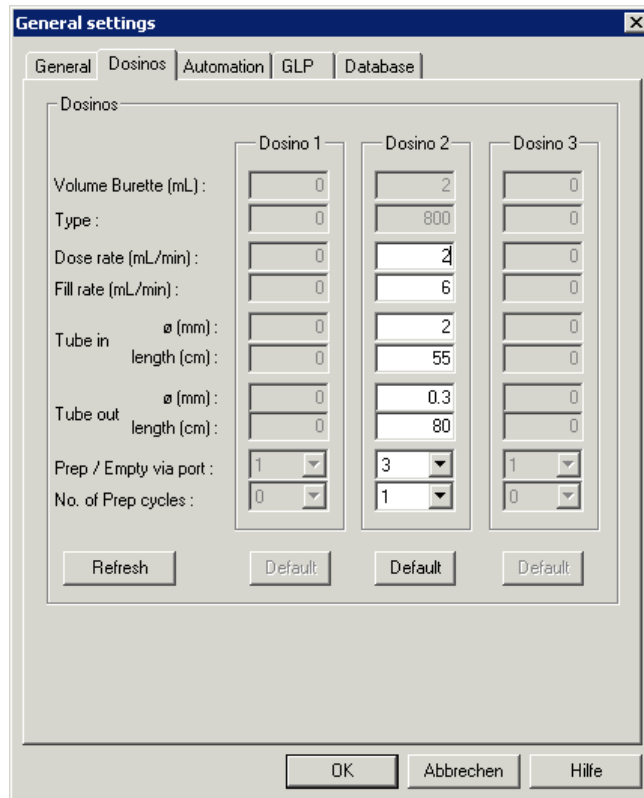
**Achtung:** Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

---

### Allgemeine Einstellungen in der 797 Software

Auf dem Blatt **General** des **GENERAL SETTINGS** Fensters sollten beide Optionen aktiviert sein, damit ein neu aufgenommenener Intercept-Wert den alten automatisch ersetzt.

Einstellungen auf dem Blatt **Dosinos** des **GENERAL SETTINGS** Fensters der 797 Software:



Es wird ein "Prep-Zyklus" empfohlen.

Wählen Sie auf dem Blatt **Automation** des **GENERAL SETTINGS** Fensters den 838 Advanced Sample Processor aus, die Default-Einstellungen können übernommen werden (Knopf <**Default**> klicken).

### Methoden-Parameter für den 797

Es wird empfohlen, den "Intercept-Wert" mit der **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" aufzunehmen (so wird er in eine Datei abgespeichert und kann bei der Probenbestimmung automatisch herausgelesen werden).

Dafür braucht es zwei Methoden, eine für die Bestimmung des "Intercept-Wertes", eine für die Messung der Probe. Für **Mode** sollte bei beiden CVS oder CPVS eingestellt sein.

Bestimmung des "Intercept-Wertes":

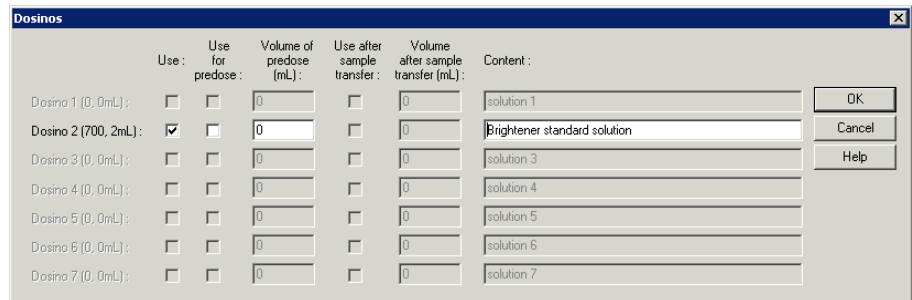
Wählen Sie für **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" aus.

Im Fenster **DOSINOS** sollten die gleichen Einstellungen gemacht werden wie später bei der Proben-Bestimmung mit "LAT Standard addition for brighteners" (siehe unten). Es wird hier bei der Bestimmung des "Intercept-Wertes" aber keine Addition gemacht.

Bestimmung der Probe:

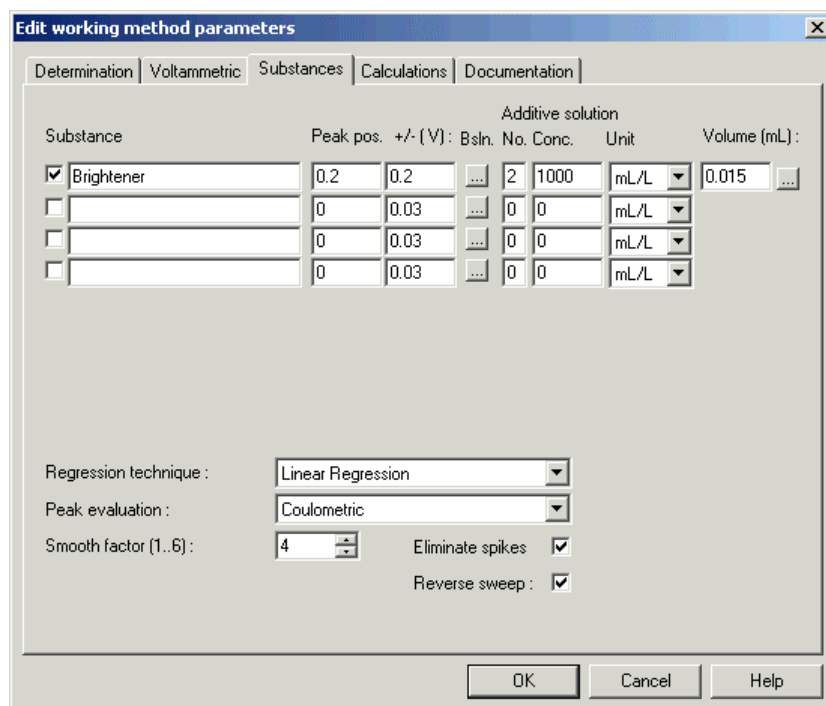
Wählen Sie für **Calibration**-Technik "LAT Standard addition for brighteners" aus.

Im Fenster Dosinos sollten folgende Einstellungen gemacht werden:



	Use:	Use for pre-dose:	Volume of pre-dose (mL):	Use after sample transfer:	Volume after sample transfer (mL):	Content:
Dosino 1 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 1
<b>Dosino 2 (700, 2mL):</b>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	Brightener standard solution
Dosino 3 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 3
Dosino 4 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 4
Dosino 5 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 5
Dosino 6 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 6
Dosino 7 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	solution 7

Nach Zugabe der Probe, wird via Dosino 2 Brightener-Standard-Lösung addiert. Dies soll auch auf dem Blatt **Substances** des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters angegeben werden (hier das Fenster für CVS):



Substance	Peak pos.	+/- (V)	Bsln. No.	Conc.	Unit	Volume (mL)	
<input checked="" type="checkbox"/> Brightener	0.2	0.2	...	2	1000	mL/L	0.015
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L	
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L	
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L	

Regression technique: Linear Regression

Peak evaluation: Coulometric

Smooth factor (1..6): 4

Eliminate spikes:

Reverse sweep:

Auf dem Blatt **Determination** des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters sollte dann unter Menüpunkt **Intercept determination** die Datei, in der der mit "LAT Record intercept value" aufgenommene "Intercept-Wert" abgespeichert ist, angegeben werden (hier das Fenster für CVS):

**Achtung:** Damit bei der Berechnung jeweils die aktuelle Intercept-Datei verwendet wird, muss der Name der für den Parameter **Intercept determination** angegebenen Intercept-Datei mit dem Parameter **Sample identifier** auf dem Blatt **Determination** mit **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" übereinstimmen.

**Achtung:** Damit bei der Berechnung jeweils die aktuelle Intercept-Datei verwendet wird, muss der Pfad der für den Parameter **Intercept determination** angegebenen Intercept-Datei mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

### Probentabelle

In der Probentabelle sollte (angepasst an die Belegung auf dem Probenrack) abwechselungsweise eine Methode mit **Calibration**-Technik "LAT Record intercept value" (als erste) und **Calibration**-Technik "LAT Standard addition for brighteners" aufgeführt sein:

Pos	Sample ID	Amount	Unit	Cell volume (mL)	Method	Status
1	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
2	Sample 1	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
3	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
4	Sample 2	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
5	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
6	Sample 3	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
7	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
8	Sample 4	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
9	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
10	Sample 5	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
11	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
12	Sample 6	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
13	Intercept	31.200	mL	31.200	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Intercept value.mth	
14	Sample 7	30.000	mL	30.600	C:\User\XYZ\Methods\Det of brightener in acid Cu bath with LAT CVS Determination.mth	
15						
16						
17						
18						

Starten Sie dann die Bestimmung.

## Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT

Für die automatisierte Suppressor-Bestimmung mit dem **838 Advanced Sample Processor** und der "Dilution TitrationTechnik" werden folgende Installationen und Einstellungen empfohlen:

### Geräte

Installieren Sie den **838 Advanced Sample Processor**, zwei **800 Dosinos** und eine **732 Relay Box** mit zwei **823 Membrane Pump Units** (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung 797* und *Gebrauchsanweisung 838*).

Dosinos:

Dosino 1:	50-mL-Wechseleinheit	VMS-Lösung
(Dosino 2:	wird nicht gebraucht)	
Dosino 3:	2-mL-Wechseleinheit	Probe / Suppressor-Standard-Lösung

Dosino 3 **muss** bei der Aufnahme der Kalibrierkurve für die Zugabe von Suppressor-Standard-Lösung, bei der Proben-Bestimmung für die Zugabe von Probe benutzt werden. Er ist direkt mit der Pipettier- und Injektionsnadel des 838 Advanced Sample Processors verbunden.

### Methode am 838

Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

Stellen Sie am 838 Advanced Sample Processor die Methode **DT** ein.

---

**Achtung:** Für diese Methode muss die genaue Anzahl Proben unter Parameter **number of samples** angegeben werden. Der Dosino wird sonst am Ende nicht gespült.

---

### DT

parameters			
method		DT	
number of samples		16	> Anzahl Proben (z.B.16) die abgearbeitet werden sollen.
>start sequence			
1	CTL:Rm:	INIT	> Initialisierung der Remote-Schnittstelle
2	Move 1 :	sample	> Erste Probe an Pos. "SAMPLE"
3	CTL:Rm:	*****1	> Remote-Start des CT797
4	CTL:Rm:	*****0	>
>sample sequence			
1	SCN:Rm:	*****1**	> Warten auf eingehendes Signal vom CT797

2	MOVE	1	:	sample	>	Nadel zur Probenposition fahren
3	LIFT:	1	:	work mm	>	Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
4	CTL:Rm:			*****1	>	Anzeige einblenden: Needle immersed in sample vessel
5	CTL:Rm:			*****0	>	
 >final sequence						
1	SCN:Rm:			*****1**	>	Warten auf eingehendes Signal vom CT797
2	MOVE	1	:	next	>	Nadel zur Probenposition fahren
3	LIFT:	1	:	work mm	>	Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
4	CTL:Rm:			*****1	>	Anzeige einblenden: Needle immersed in rinsing sol.
5	CTL:Rm:			*****0	>	

---

**Achtung:** Werden (wie in diesem Beispiel) alle benutzten Dosinos am 797 angeschlossen, müssen die ursprünglich bei der **sample sequence** aufgeführten Punkte 6 – 10 gelöscht werden.

---

### Proben

Proben und Suppressor-Standard-Lösungen werden auf dem Rack platziert. Empfohlen wird die Verwendung der inneren beiden Ringe mit den 11-mL-Probengefäßen. Wie oft die Kalibrierkurve aufgenommen werden muss (mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve"), hängt von der Chemie des Bades ab.

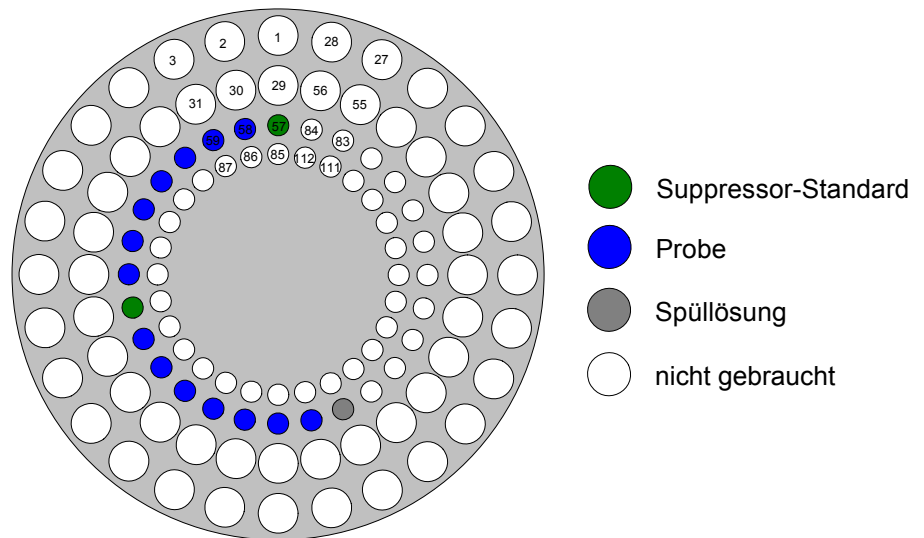
---

**Achtung:** Ans Ende der Messreihe muss zum Spülen ein Probengefäß mit Wasser gestellt werden.

---

Anordnung: Zu Beginn eine Suppressor-Standard-Lösung, dann Proben, und abhängig von der Chemie dazwischen wieder Suppressor-Standard-Lösung zur Neu-Kalibrierung. Am Ende Wasser zum Spülen.

Beispiel für ein Probenrack mit 14 Proben-, 2 Suppressor-Standard-Lösungen und einer Spüllösung:

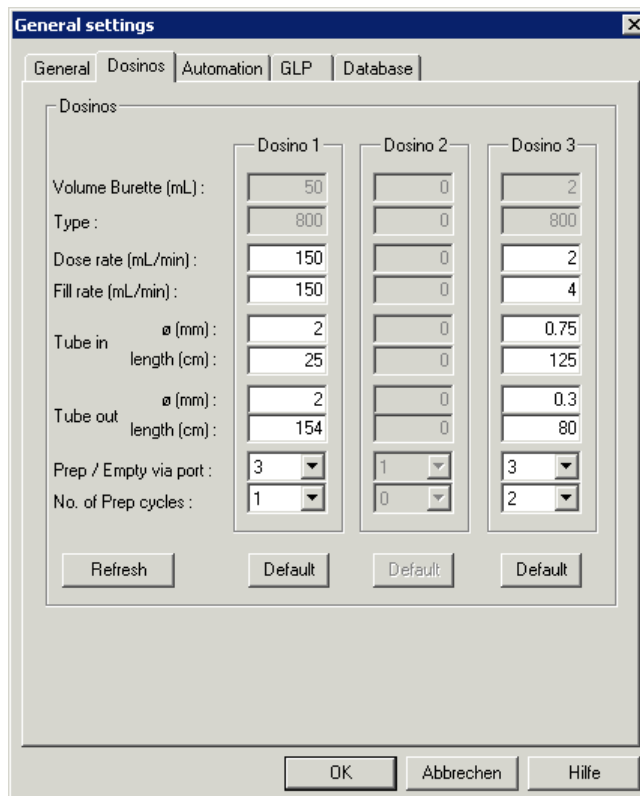


**Achtung:** Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

### Allgemeine Einstellungen in der 797 Software

Auf dem Blatt **General** des **GENERAL SETTINGS** Fensters sollten beide Optionen aktiviert sein, damit eine neu aufgenommene Kalibration die alte automatisch ersetzt.

Einstellungen auf dem Blatt **Dosinos** des **GENERAL SETTINGS** Fensters der 797 Software:



Parameter	Dosino 1	Dosino 2	Dosino 3
Volume Burette (mL) :	50	0	2
Type :	800	0	800
Dose rate (mL/min) :	150	0	2
Fill rate (mL/min) :	150	0	4
Tube in ø (mm) :	2	0	0.75
Tube in length (cm) :	25	0	125
Tube out ø (mm) :	2	0	0.3
Tube out length (cm) :	154	0	80
Prep / Empty via port :	3	1	3
No. of Prep cycles :	1	0	2

Es wird für Dosino1 ein "Prep-Zyklus", für Dosino 3 zwei "Prep-Zyklen" empfohlen.

Wählen Sie auf dem Blatt **Automation** des **GENERAL SETTINGS** Fensters den 838 Advanced Sample Processor aus, die Default-Einstellungen können übernommen werden (Knopf <Default> klicken).

### Methoden-Parameter für den 797

Für die Suppressor-Bestimmung braucht es zwei Schritte. Einen für die Aufnahme der Kalibrationskurve mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve", dann einen zweiten mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" für die eigentliche Bestimmung. Für **Mode** sollte bei beiden CVS oder CPVS eingestellt sein.

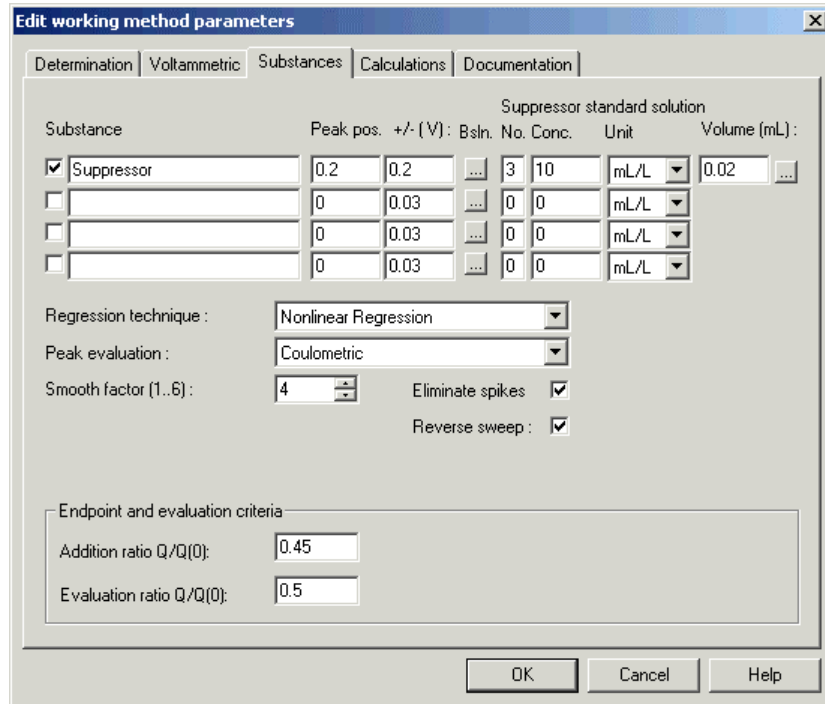
Aufnahme der Kalibrationskurve:

Wählen Sie für **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve" aus.

Machen Sie im Fenster Dosinos folgende Einstellungen:

	Use:	Use for predose:	Volume of predose (mL):	Use after sample transfer:	Volume after sample transfer (mL):	Content:
Dosino 1 (800, 50mL):	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input type="checkbox"/>	0	VMS
Dosino 2 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 3 (800, 2mL):	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	Suppressor standard / Plating bath solution
Dosino 4 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 5 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 6 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 7 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	

VMS-Lösung wird via **Use for predose** dem Messgefäß zugegeben. Dann wird via Dosino 3 **Suppressor-Standard-Lösung** dazuaddiert. Dies soll auch auf dem Blatt **Substances** des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters angegeben werden (hier das Fenster für CVS):



Substance	Peak pos. +/- (V)	Bsln.	No.	Conc.	Unit	Volume (mL)
<input checked="" type="checkbox"/> Suppressor	0.2	0.2	...	3	10	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.03	...	0	0	mL/L

Regression technique : Nonlinear Regression

Peak evaluation : Coulometric

Smooth factor (1..6) : 4

Eliminate spikes :

Reverse sweep :

Endpoint and evaluation criteria

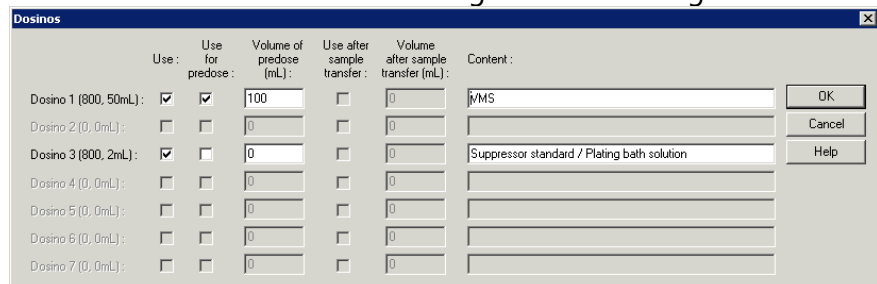
Addition ratio Q/Q(0) : 0.45

Evaluation ratio Q/Q(0) : 0.5

Bestimmung der Probe:

Wählen Sie für **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" aus.

Machen Sie im Fenster Dosinos folgende Einstellungen:



	Use	Use for predose	Volume of predose (mL)	Use after sample transfer	Volume after sample transfer (mL)	Content
Dosino 1 (800, 50mL):	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input type="checkbox"/>	0	VMS
Dosino 2 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 3 (800, 2mL):	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	Suppressor standard / Plating bath solution
Dosino 4 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 5 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 6 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 7 (0, 0mL):	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	

VMS-Lösung wird via **Use for predose** dem Messgefäß zugegeben. Dann wird via Dosino 3 **Probe** dazuaddiert. Dies soll auch auf dem Blatt **Substances** des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters angegeben werden (hier das Fenster für CVS):

Substance	Peak pos. +/- (V)	Bsln. No.	Volume (mL)
<input checked="" type="checkbox"/> Suppressor	0.2	0.2	0.02
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0
<input type="checkbox"/>	0	0.03	0

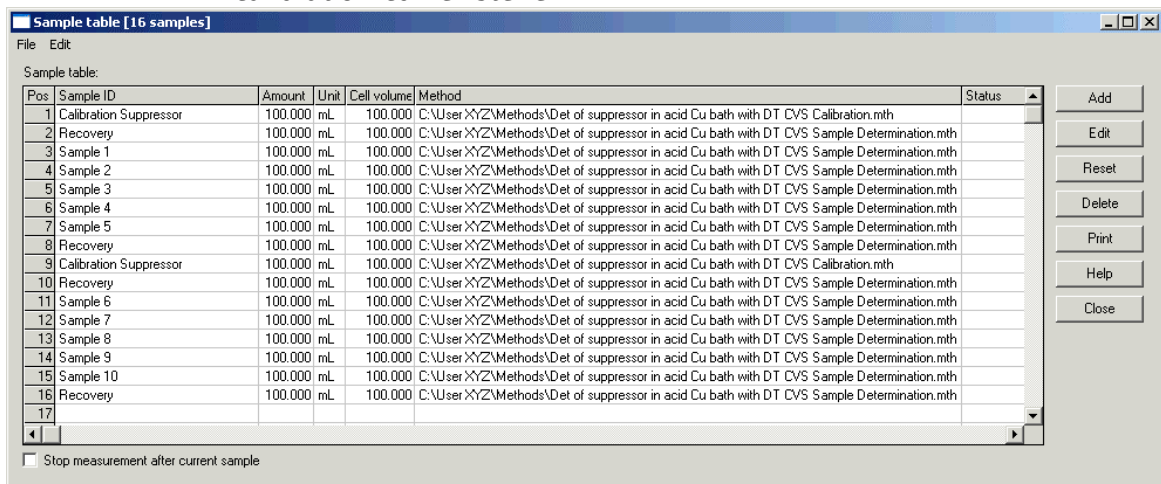
Das Blatt **Determination** des Fensters für CVS:

**Achtung:** Damit bei der Berechnung jeweils die richtige Kalibrationsdatei verwendet wird, muss der Name der Kalibrationsdatei die für den Parameter **Calibration curve** auf dem Blatt **Determination** des Fensters **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" angegeben ist, mit dem Namen des Parameters **Sample identifier** auf dem **Determination**-Blatt (mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve"), übereinstimmen.

**Achtung:** Damit bei der Berechnung jeweils die richtige Kalibrationsdatei verwendet wird, muss der Pfad der Kalibrationsdatei die für den Parameter **Calibration curve** auf dem Blatt **Determination** des Fensters **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" angegeben ist, mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggtten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

## Probentabelle

In der Probentabelle sollte (angepasst an die Belegung auf dem Probenrack) jeweils für eine Suppressor-Standard-Lösung eine Methode mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve" und für Proben eine Methode mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" stehen:



Pos	Sample ID	Amount	Unit	Cell volume	Method	Status
1	Calibration Suppressor	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Calibration.mth	
2	Recovery	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
3	Sample 1	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
4	Sample 2	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
5	Sample 3	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
6	Sample 4	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
7	Sample 5	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
8	Recovery	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
9	Calibration Suppressor	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Calibration.mth	
10	Recovery	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
11	Sample 6	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
12	Sample 7	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
13	Sample 8	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
14	Sample 9	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
15	Sample 10	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
16	Recovery	100.000	mL	100.000	C:\User\XYZ\Methods\Det of suppressor in acid Cu bath with DT CVS Sample Determination.mth	
17						

Starten Sie dann die Bestimmung.

## Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC

Für die automatisierte Brightener-Bestimmung mit dem **838 Advanced Sample Processor** und der "Response Curve Technik" werden folgende Installationen und Einstellungen empfohlen:

**Achtung:** Die "Response Curve Technik" wird dann zur Bestimmung von Suppressor in Galvanikbädern gebraucht, wenn die "Dilution Titration Technik" nicht angewendet werden kann.

## Geräte

Installieren Sie den **838 Advanced Sample Processor**, einen **800 Dosino** und eine **732 Relay Box** mit zwei **823 Membrane Pump Units** (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung 797* und *Gebrauchsanweisung 838*).

Dosinos:

Dosino 1:	50 mL Wechseleinheit	Electrolyte-Lösung
(Dosino 2:	wird nicht gebraucht)	
Dosino 3:	2 mL Wechseleinheit	Suppressor-Standard-Lösung

### Methode am 838

Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

Stellen Sie am 838 Advanced Sample Processor die Methode **LAT** ein.

#### LAT

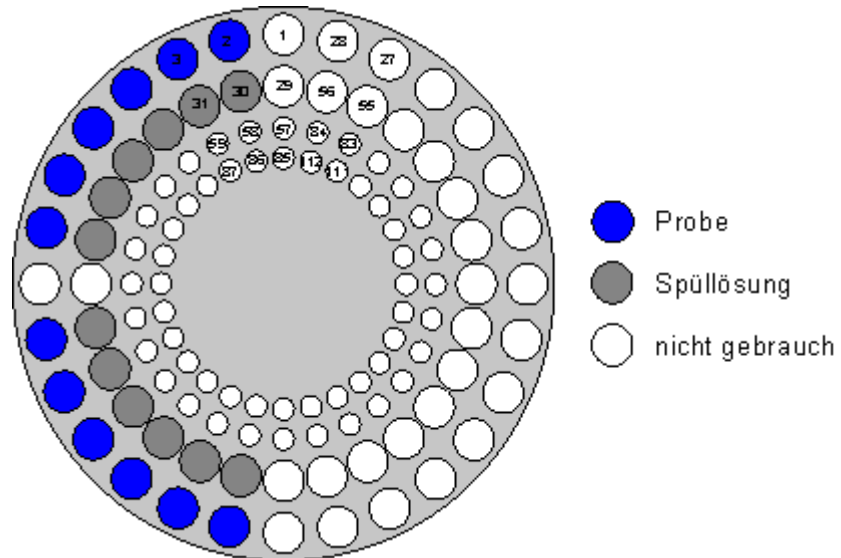
parameters				
method			<b>LAT</b>	
number of samples			<b>rack</b>	> Anzahl Proben, die abgearbeitet werden (ganzes Probenrack)
<b>&gt;start sequence</b>				
1	CTL:Rm:		<b>INIT</b>	> Initialisierung der Remote-Schnittstelle
2	Move	1	:	<b>sample</b> > Erste Probe an Pos.1
3	CTL:Rm:		<b>*****1</b>	> Remote-Start des CT797
4	CTL:Rm:		<b>*****0</b>	>
<b>&gt;sample sequence</b>				
1	SCN:Rm:		<b>*****1**</b>	> Warten auf eingehendes Signal vom CT797
2	MOVE	1	:	<b>sample</b> > Nadel zur Probenposition fahren
3	LIFT:	1	:	<b>work mm</b> > Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
4	PERISTALT:	300 s		<b>10</b> > Probe transferieren
5	CTL:Rm:		<b>*****1</b>	> Anzeige einblenden: sample transfer ready
6	CTL:Rm:		<b>*****0</b>	>
7	MOVE	1	:	<b>+28</b> > Nadel zur Spülposition fahren
8	LIFT:	1	:	<b>work mm</b> > Lift mit Nadel auf Arbeitshöhe fahren
9	PERISTALT:	5 s		<b>10</b> > Spüllösung in die Nadel saugen
10	SCN:Rm:		<b>*****1**</b>	> Warten auf eingehendes Signal vom CT797
11	PERISTALT:	300 s		<b>10</b> > Nadel spülen
12	CTL:Rm:		<b>*****1</b>	> Anzeige einblenden: needle cleaning ready
13	CTL:Rm:		<b>*****0</b>	>

### Proben

50-mL-Probengefäße können auf den äusseren beiden Ringen des Racks platziert werden (falls Sie 11-mL-Probengefäße verwenden wollen - auf den inneren beiden Ringen).).

Anordnung: Auf dem äusseren der beiden Ringe sollte für jede Methode mit der **Calibration**-Technik "RC Record response curve" ein leeres Probengefäss und für jede Methode mit der **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" eine Probe stehen (siehe Probentabelle weiter unten).

Beispiel für eine Anordnung mit 12 Proben:




---

**Achtung:** Auch wenn die erste Probe an Position 2 gestellt wird, bleibt die Startposition in der Start-Sequenz der Methode am 838 Advanced Sample Processor die Position 1 (Aufnahme der "Response curve").

---



---

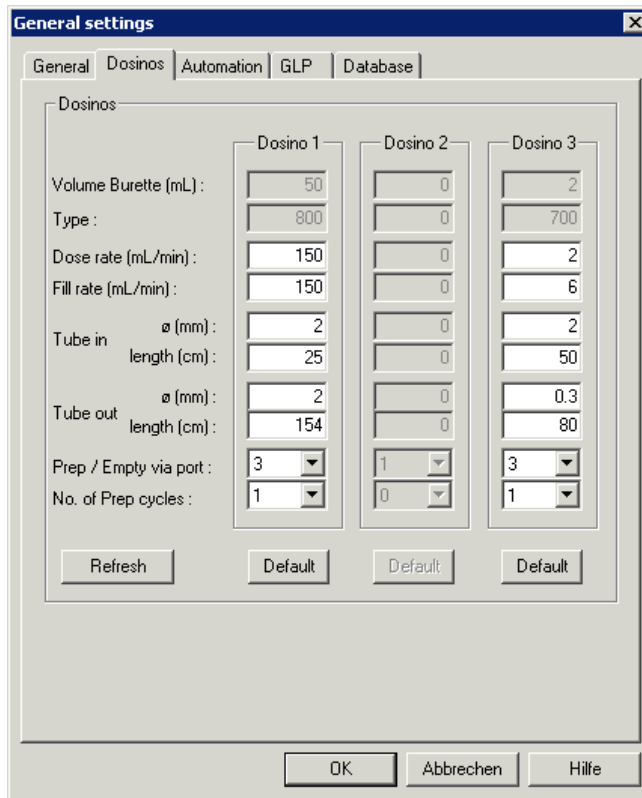
**Achtung:** Definieren Sie vor jedem Start die Position der ersten Probe, indem Sie für den Parameter "**SAMPLE**" auf der Tastatur des 838 die Position der ersten Probe angeben.

---

### Allgemeine Einstellungen in der 797 Software

Auf dem Blatt **General** des **GENERAL SETTINGS** Fensters sollten beide Optionen aktiviert sein, damit eine neu aufgenommene Kalibration die alte automatisch ersetzt.

Einstellungen auf dem Blatt **Dosinos** des **GENERAL SETTINGS** Fensters der 797 Software:



Es wird für beide Dosino ein "Prep-Zyklus" empfohlen.

Wählen Sie auf dem Blatt **Automation** des **GENERAL SETTINGS** Fensters den 838 Advanced Sample Processor aus, die Default-Einstellungen können übernommen werden (Knopf <Default> klicken).

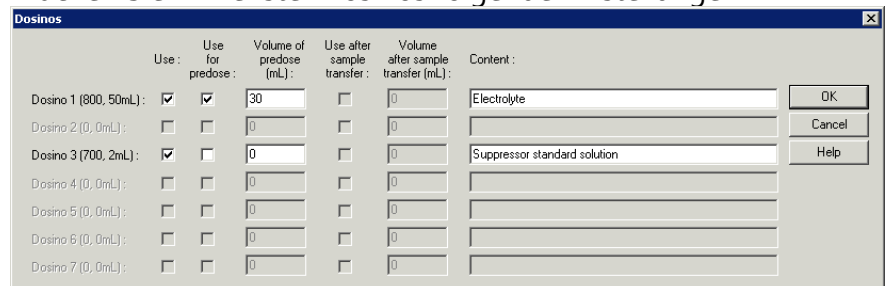
### Methoden-Parameter für den 797

Für die Suppressor-Bestimmung braucht es zwei Schritte. Einen für die Aufnahme der "Response Curve" mit **Calibration**-Technik "RC Record response curve", dann einen zweiten mit **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" für die eigentliche Bestimmung. Für **Mode** sollte bei beiden CVS oder CPVS eingestellt sein.

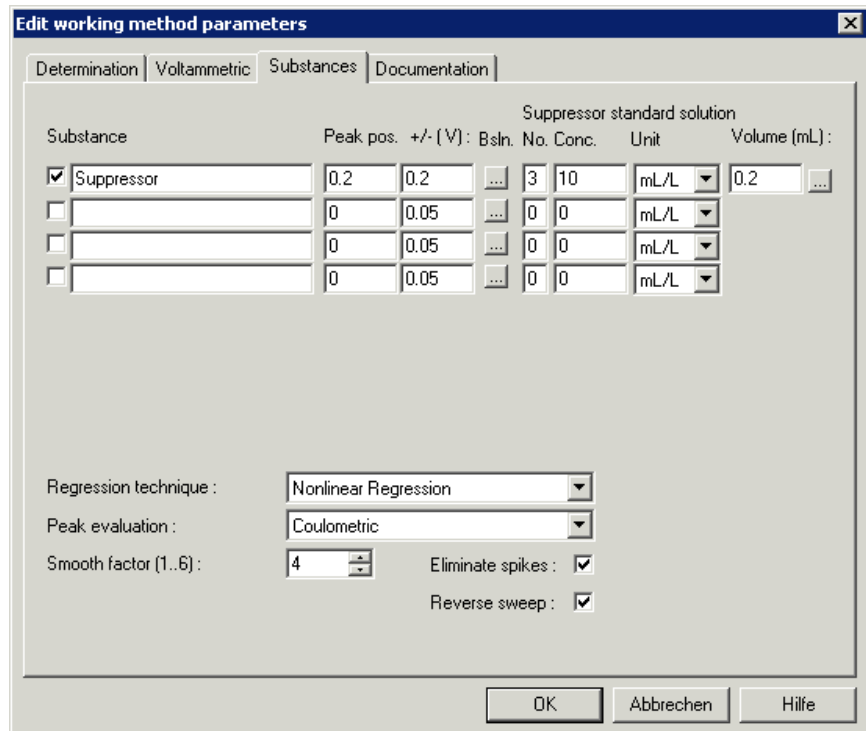
Aufnahme der Response Curve:

Wählen Sie für **Calibration**-Technik "RC Record response curve" aus.

Machen Sie im Fenster Dosinos folgende Einstellungen:



Nach der Zugabe von Electrolyte-Lösung wird via Dosino 3 **Suppressor-Standard-Lösung** dazuaddiert. Dies soll auch auf dem Blatt **Substances** des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters angegeben werden (hier das Fenster für CVS):



Substance	Peak pos. +/- (V)	Bsln. No.	Conc.	Unit	Volume (mL)
<input checked="" type="checkbox"/> Suppressor	0.2	0.2	3	10	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.05	0	0	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.05	0	0	mL/L
<input type="checkbox"/>	0	0.05	0	0	mL/L

Regression technique : Nonlinear Regression

Peak evaluation : Coulometric

Smooth factor (1..6) : 4

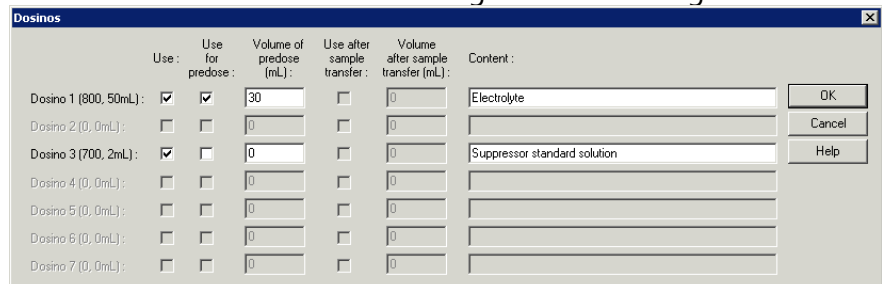
Eliminate spikes :

Reverse sweep :

Bestimmung der Probe:

Wählen Sie für **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" aus.

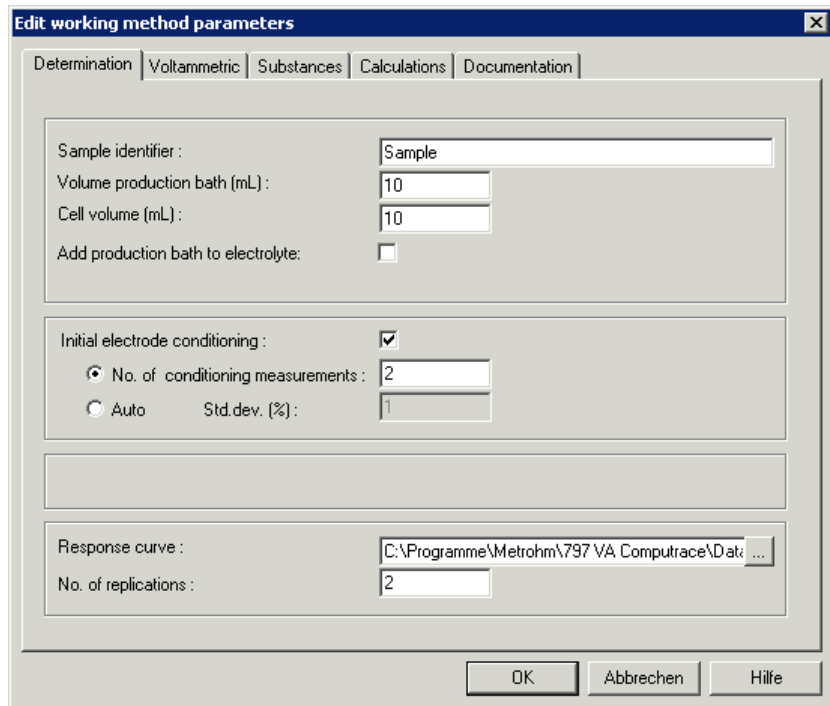
Machen Sie im Fenster Dosinos folgende Einstellungen:



Dosino	Use	Use for predose	Volume of predose (mL)	Use after sample transfer	Volume after sample transfer (mL)	Content
Dosino 1 (800, 50mL)	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	30	<input type="checkbox"/>	0	Electrolyte
Dosino 2 (0, 0mL)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 3 (700, 2mL)	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	Suppressor standard solution
Dosino 4 (0, 0mL)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 5 (0, 0mL)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 6 (0, 0mL)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	
Dosino 7 (0, 0mL)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>	0	

Electrolyte-Lösung wird via **Use for predose** dem Messgefäß zugegeben. Dann wird das Messgefäß geleert (nur wenn **Add production bath to electrolyte** auf dem Blatt **Determination** des Fensters für CVS nicht aktiviert wurde) und anschliessend die Probe zugegeben.

Das Blatt **Determination** des Fensters für CVS:



**Achtung:** Damit bei der Berechnung jeweils die richtige Response-Curve-Datei verwendet wird, muss der Name der Response-Curve-Datei die für den Parameter **Response curve** auf dem Blatt **Determination** des Fensters **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** mit **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" angegeben ist, mit dem Namen des Parameters **Sample identifier** auf dem **Determination**-Blatt (mit **Calibration**-Technik "RC Record response curve"), übereinstimmen.

**Achtung:** Damit bei der Berechnung jeweils die richtige Response-Curve-Datei verwendet wird, muss der Pfad der Response-Curve-Datei die für den Parameter **Response curve** auf dem Blatt **Determination** des Fensters **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** mit **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" angegeben ist, mit dem Pfad für den Parameter **Data folder** (für den aktuell eingeloggten User) auf dem Blatt **User Directories** des **USER RIGHTS** Fensters, übereinstimmen.

### Probentabelle

In der Probentabelle sollte (angepasst an die Belegung auf dem Probenrack) jeweils für eine Suppressor-Standard-Lösung eine Methode mit **Calibration**-Technik "DT Record calibration curve" und für Proben eine Methode mit **Calibration**-Technik "DT Suppressors with calibration curve" stehen:

In der Probentabelle sollte (angepasst an die Belegung auf dem Probenrack) jeweils für jedes leere Messgefäß auf dem Probenrack eine Methode mit **Calibration**-Technik "RC Record response curve" und für jede Probe eine Methode mit **Calibration**-Technik "RC Sample with response curve" stehen (siehe Proben, oben):

Pos	Sample ID	Amount	Unit	Cell volume	Method	Status
1	Response curve	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Response curve.mth	
2	Recovery	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
3	Sample 1	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
4	Sample 2	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
5	Sample 3	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
6	Sample 4	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
7	Sample 5	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
8	Recovery	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
9	Response curve	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Response curve.mth	
10	Recovery	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
11	Sample 1	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
12	Sample 2	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
13	Sample 3	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
14	Sample 4	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
15	Sample 5	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
16	Recovery	30.000	mL	30.000	C:\User\XYZ\Det of suppressor in acid Cu bath with RC CVS Sample determination.mth	
17						




Stop measurement after current sample

Starten Sie dann die Bestimmung.

## 8.7 Standardadditions-Technik

### Manuelle Standardaddition ohne Lösungsaustausch



Bei der manuellen Standardaddition ohne Lösungsaustausch wird der Probe ein- oder mehrmals eine bekannte Menge der zu bestimmenden Substanz mit Hilfe einer Pipette zugesetzt. Gehen Sie dazu wie folgt vor:






1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*, Kap. 8.4).
4. Wählen Sie die Option **Standard addition** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und die Anzahl Standardadditionen im Feld **No. of additions** ein. (falls Sie mit den Modi CVS oder CPVS arbeiten, siehe Kap. 6.2 *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS* für eine Beschreibung der Parameter auf dem **Determination** Blatt).

9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe *Kap. 5.2*) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Standard-Lösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind.
10. Falls die Standardaddition mit variablen Zugabevolumina erfolgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
12. Geben Sie die Probelösung ins Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.
13. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
16. Geben Sie jedesmal, wenn im Fenster **MANUAL ADDITION** eine Standardaddition verlangt wird, die Standard-Lösung mit Hilfe einer Pipette ins Messgefäss.

## Manuelle Standardaddition mit Lösungsaustausch



Bei der manuellen Standardaddition mit Lösungsaustausch wird für jede Standardaddition eine neue Lösung verwendet. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden, Kap. 8.4*).
4. Wählen Sie die Option **Standard addition** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.

6. Wählen Sie die Option **Batch with solution exchange** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus (ist nicht wählbar mit den Modi CVS und CPVS).
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe *Kap. 5.2*) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und die Anzahl der aufgestockten Lösungen im Feld **No. of cells** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe *Kap. 5.2*) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Konzentrationen der aufgestockten Probelösungen in dem durch Klicken auf den Knopf  geöffneten Fenster **CELL CONCENTRATIONS** definiert sind.
10. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
11. Geben Sie die Probelösung ins Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.
12. Klicken Sie auf  oder **97 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
13. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
14. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
15. Ersetzen Sie jedesmal, wenn im Fenster **BATCH SOLUTION EXCHANGE** ein Lösungsaustausch verlangt wird, die alte Messlösung durch die nächste aufgestockte Probelösung.

## Automatische Standardaddition

Bei der automatischen Standardaddition wird der Probe ein- oder mehrmals automatisch eine bekannte Menge der zu bestimmenden Substanz mit Hilfe von 700/800 Dosinos oder 685/805 Dosimaten zugesetzt. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Installieren Sie die Dosiergeräte am 797 VA Computrace Stand (siehe *Wie gehe ich vor: Dosiergeräte für automatische Zugabe installieren*, *Kap. 8.1*).
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.



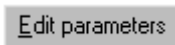

4. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*, Kap. 8.4).
5. Wählen Sie die Option **Standard addition** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Automatic** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **DOSINOS** zu öffnen.
8. Schalten Sie die Dosiergeräte, welche für die Standardaddition verwendet werden sollen, im Feld **Used** ein (siehe *Dosiergeräte*, Kap. 5.2)
9. Schliessen Sie das Fenster **DOSINOS** durch Klicken auf **<OK>**.
10. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
11. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und die Anzahl Standardadditionen im Feld **No. of additions** ein (Falls Sie mit den Modi CVS oder CPVS arbeiten, siehe Kap. 6.2 *Calibration-Techniken mit CVS und CPVS* für eine Beschreibung der Parameter auf dem **Determination** Blatt).
12. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Standard-Lösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind. Die Nummer **No.** der Standard-Lösung muss dabei identisch sein mit der Nummer des Dosiergerätes, der für die automatische Zugabe dieser Lösung verwendet wird.
13. Falls die Standardaddition mit variablen Zugabevolumina erfolgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
14. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
15. Geben Sie die Probelösung in das Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.
16. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
17. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.




18. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.

## 8.8 Kalibrierkurven-Technik

### Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve durch Zugabe von Standardlösung



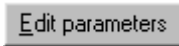

Diese Methode wird dazu verwendet, durch mehrmalige manuelle Zugabe einer konzentrierten Standardlösung in die Messlösung mit Hilfe einer Pipette verschiedene Kalibrierlösungen herzustellen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:




1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*, Kap. 8.4).
4. Wählen Sie die Option **Record calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus (ist nicht auswählbar mit den Modi CVS und CPVS).
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie das Zellvolumen **Cell volume** und die Anzahl der Zugaben im Feld **No. of additions** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Standardlösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind.
10. Falls die Zugabe der Standardlösungen mit variablen Zugabevolumina erfolgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
12. Geben Sie die Elektrolytlösung (z.B. Puffer) ins Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.

13. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Geben Sie die Identifikation **Calibration curve id** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **START CALIBRATION** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
16. Geben Sie jedesmal, wenn im Fenster **MANUAL ADDITION** eine Lösungszugabe verlangt wird, mit Hilfe einer Pipette die Standardlösung ins Messgefäß zu.

### Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve mit Lösungsaustausch

Diese Methode wird dazu verwendet, mit Hilfe verschiedener Kalibrierlösungen von bekannter Konzentration eine Kalibrierkurve aufzunehmen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:




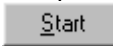
1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*, Kap. 8.4).
4. Wählen Sie die Option **Record calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus (ist nicht auswählbar mit den Modi CVS und CPVS).
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch with solution exchange** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe *Kap. 5.2*) und geben Sie das Zellvolumen **Cell volume** und die Anzahl der Kalibrierlösungen im Feld **No. of cells** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe *Kap. 5.2*) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingetragene Substanz die Konzentrationen der Kalibrierlösungen in dem durch Klicken auf den Knopf  geöffneten Fenster **CELL CONCENTRATIONS** definiert sind.

10. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
11. Geben Sie die erste Kalibrierlösung ins Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.
12. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
13. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
14. Geben Sie die Identifikation **Calibration curve id** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **START CALIBRATION** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
15. Ersetzen Sie jedesmal, wenn im Fenster **BATCH SOLUTION EXCHANGE** ein Lösungsaustausch verlangt wird, die alte Messlösung durch die nächste Kalibrierlösung.

### Automatische Aufnahme der Kalibrierkurve



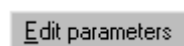
Diese Methode wird dazu verwendet, durch mehrmalige automatische Zugabe einer konzentrierten Standardlösung in die Messlösung mit Hilfe eines 700/800 Dosinos oder 685/805 Dosimaten verschiedene Kalibrierlösungen herzustellen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:




1. Installieren Sie die Dosiergeräte am 797 VA Computrace Stand (siehe *Wie gehe ich vor: Dosiergeräte für automatische Zugabe installieren, Kap. 8.1*).
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
4. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden, Kap. 8.4*).
5. Wählen Sie die Option **Record calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus (ist nicht auswählbar mit den Modi CVS und CPVS).
6. Wählen Sie die Option **Automatic** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe *Kap. 5.2*) und geben Sie das Zellvolumen **Cell volume** und die Anzahl der Lösungszugaben im Feld **No. of additions** ein.

9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe *Kap. 5.2*) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Standardlösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind. Die Nummer **No.** der Standardlösung muss dabei identisch sein mit der Nummer des Dosiergerätes das für die automatische Zugabe dieser Lösung verwendet wird.
10. Falls die Zugabe der Standardlösung mit variablen Zugabevolumina erfolgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
12. Geben Sie die Elektrolytlösung (z.B. Puffer) ins Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.
13. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Geben Sie die Identifikation **Calibration curve id** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **START CALIBRATION** ein und klicken Sie auf **<OK>**.

## Probenbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve

Um eine Probenbestimmung mit Hilfe einer zuvor aufgenommenen Kalibrierkurve durchführen zu können, muss diese Kalibrierkurve aufgenommen und gespeichert worden sein. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden, Kap. 8.4*).
4. Wählen Sie die Option **Sample with calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus (ist nicht auswählbar mit den Modi CVS und CPVS).
5. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.

6. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe *Kap. 5.2*) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und Name und Verzeichnis der Bestimmung mit der aufgenommenen Kalibrierkurve im Feld **Calibration curve** ein.
7. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
8. Geben Sie die Probelösung ins Messgefäss im 797 VA Computrace Stand.
9. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
10. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
11. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.

## 8.9 Arbeiten mit Filmelektroden

### Quecksilberfilm abscheiden

Geeignete Methoden für die Bestimmung von Schwermetallen mit Hilfe von Quecksilberfilmelektroden werden in den Application Bulletins 241 oder 254 beschrieben.

1. Polieren Sie den Glassy Carbon (6.1204.110) oder Ultra Trace Elektrodentip (6.1204.100) mit einer Aufschlämmung aus Aluminiumoxidpulver (6.2802.000) und Wasser und setzen Sie ihn im 797 VA Computrace Stand ein.
2. Geben Sie die Elektrolytlösung ins Messgefäss, z.B.: Geben Sie 10 mL Reinstwasser, 200  $\mu\text{L}$   $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$  und 50  $\mu\text{L}$   $c(\text{Hg(II)}) = 1 \text{ g/L}$  ins leere Messgefäss am 797 VA Computrace Stand.
3. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Utility / Film deposition** um das Fenster **FILM DEPOSITION** zu öffnen.
4. Geben Sie geeignete Werte für die Parameter ein.
5. Klicken Sie auf den Knopf **<Start>**.
6. Überprüfen Sie das resultierende Testvoltammogramm. Das Voltammogramm sollte ein kleines Rauschen und einen tiefen Hintergrundstrom (im tiefen  $\mu\text{A}$ -Bereich) aufweisen. Zudem sollten keine Störpeaks sichtbar sein.

### Quecksilberfilm entfernen



Ein Quecksilberfilm kann einfach mit einem Papiertuch abgewischt werden. Das Reinigungsverfahren kann dazu benutzt werden, den

Quecksilberfilm elektrochemisch zu entfernen oder die Elektrodenoberfläche nach der mechanischen Entfernung des Quecksilberfilms zu reinigen.




1. Geben Sie die Reinigungslösung ins Messgefäß, z.B.: Geben Sie 10 mL Reinstwasser und 1 mL  $w(\text{HNO}_3) = 0.65$  ins leere Messgefäß am 797 VA Computrace Stand.
2. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Utility / Cleaning procedure** um das Fenster **CLEANING PROCEDURE** zu öffnen.
3. Geben Sie geeignete Werte für die Parameter ein.
4. Klicken Sie auf den Knopf **<Start>**.
5. Überprüfen Sie das resultierende Testvoltammogramm. Das Voltammogramm sollte ein kleines Rauschen und einen tiefen Hintergrundstrom (im tiefen  $\mu\text{A}$ -Bereich) aufweisen. Falls alles Quecksilber oxidiert wurde, ist kein Quecksilberpeak mehr vorhanden.

## 8.10 Diagnose

### Entlüften testen




1. Schliessen Sie das Inertgas am 797 VA Computrace Stand an (siehe *Hardware Manual*).
2. Stellen Sie sicher, dass der Inertgasdruck  $1 \pm 0.2$  bar beträgt.
3. Geben Sie 20 mL Reinstwasser ins leere Messgefäß am 797 VA Computrace Stand.
4. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
5. Wählen Sie **HMDE** und klicken Sie auf .
6. Überprüfen Sie, ob Inertgasblasen durch die Lösung perlen.

### Rühren testen




1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
2. Wählen Sie **HMDE** und klicken Sie auf .
3. Ändern Sie die Umdrehungsgeschwindigkeit durch Klicken auf die Knöpfe  im Feld **RDE/stirrer speed**.

### MME testen

1. Installieren Sie die MME am 797 VA Computrace Stand (siehe *Hardware Manual*).

2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
3. Wählen Sie **DME**, **SMDE** oder **HMDE** und klicken Sie .
4. Wählen Sie Multi-Mode Electrode (**MME**).
5. Füllen Sie das Messgefäß mit der angegebenen Lösung.
6. Klicken Sie den  Knopf.



## RDE testen

1. Installieren Sie die RDE am 797 VA Computrace Stand (siehe *Hardware Manual*).
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
3. Wählen Sie **RDE/SSE** und klicken Sie .
4. Wählen Sie **RDE/SSE**.
5. Füllen Sie das Messgefäß mit der angegebenen Lösung.
6. Klicken Sie den  Knopf.

## Linearitätstest



Um die Linearität der Strommessung zu überprüfen, wird die am 797 VA Computrace Stand eingebaute Dummy Cell zusammen mit der Testmethode **Test797\_L.mth** verwendet. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load method**.
4. Wählen Sie die Methodendatei **Test797\_L.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Schliessen Sie die Dummy Cell am 797 VA Computrace Stand an: Schliessen Sie das Elektrodenkabel AE an der Klemmschraube **AE**, das Elektrodenkabel RE an der Klemmschraube **RE** und das Elektrodenkabel WE an der Klemmschraube **WE-L** an.
6. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.

7. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
8. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
9. Am Ende der Messung wird eine Kurve ausgedruckt. Diese Kurve sollte die folgenden Bedingungen erfüllen:
  - Die aufgezeichnete Diagonale muss gerade sein.
  - Bei -200 mV sollte der Strom -1.6...-2.4  $\mu\text{A}$  sein.
  - Bei +200 mV sollte der Strom +1.6...+2.4  $\mu\text{A}$  sein.


## Peaktest

Um die Peakmessung zu überprüfen, wird die am 797 VA Computrace Stand eingebaute Dummy Cell zusammen mit der Testmethode **Test797\_D.mth** verwendet. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / File / Load method**.
4. Wählen Sie die Methodendatei **Test797\_D.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Schliessen Sie die Dummy Cell am 797 VA Computrace Stand an: Schliessen Sie das Elektrodenkabel AE an der Klemmschraube **AE**, das Elektrodenkabel RE an der Klemmschraube **RE** und das Elektrodenkabel WE an der Klemmschraube **WE-D** an.
6. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
7. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **797 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
8. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
9. Am Ende der Messung wird eine Kurve ausgedruckt. Diese Kurve sollte die folgenden Bedingungen erfüllen:

- Ein symmetrischer, gaussförmiger Peak sollte aufgezeichnet werden. Die Auswertung muss ein Resultat für die Peakspannung und den Peakstrom liefern, welche im vollständigen Protokoll ausgedruckt werden.
- Die Peakspannung  $U$  sollte -450 ... -550 mV sein.

### GLP Validierung

Die GLP Validierung wird über den **GLP Wizard** (siehe *Kap. 2.7, GLP Wizard*) durchgeführt. Klicken Sie den Knopf  auf dem **GLP** Blatt des **GENERAL SETTINGS** Fensters um sie zu starten.

# 9 Fehlerbehebung

## 9.1 Allgemeines Vorgehen bei Fehlermeldungen

Fehlermeldungen und Warnungen werden im Fenster **CT797** angezeigt. Lesen Sie die Informationen zu den möglichen Gründen und der Vorgehensweise zur Fehlerbehebung und klicken Sie auf **<OK>**.

## 9.2 Verbindungsprobleme

### Fehlermeldung "Could not start the embedded system"

Falls diese Fehlermeldung nach dem Start des VA Computrace Programms erscheint, hat sich die USB-Verbindung nicht richtig aufgebaut. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Schalten Sie den 797 VA Computrace Stand ein.
2. Wenn das Computrace an eingeschaltet ist, versuchen Sie die Software neu zu starten.
3. Wenn 1.) und 2.) nicht erfolgreich waren: Schliessen Sie die Software, schalten Sie den 797 VA Computrace Stand aus, warten Sie ein paar Sekunden, dann starten Sie den 797 VA Computrace Stand und die Software erneut.

## 9.3 Softwareprobleme

### Fehlermeldung "No access to software"

Falls Sie nicht mehr einloggen können, da sämtliche Passwörter unbekannt sind, gehen Sie wie folgt vor:

1. Deinstallieren Sie die Software (siehe *Deinstallation, Kap. 1.3*).
2. Installieren Sie die Software neu.

### Fehlermeldung "Die Datei 'ecousb.sys' wird benötigt"

Diese Meldung erscheint bei Problemen mit dem USB-Anschluss. Gehen Sie dann wie folgt vor:

1. Legen Sie die Installations-CD in das CD-Laufwerk ein.
2. Wählen Sie mit **<Durchsuchen>** das CD-Laufwerk aus und drücken Sie auf **<OK>**.

## Falsche Sprache im Help

Falls Sie die Sprache im Help wechseln möchten, installieren Sie die Software neu. Wählen Sie dabei die Option **Programm ändern** und anschliessend die gewünschte Sprache.

## Fehlermeldung "Please select a new database file"

Wenn Sie mit der neuen Programm-Version «797 VA Computrace Software 1.3.x» in eine mit einer alten Programm-Version «797 VA Computrace Software 1.X» erstellten Datenbank exportieren, erscheint die Fehlermeldung:

"The selected database file was created with a previous version of CT797. The data cannot be written to this database.


Please select a new database file".

Ursache für den Fehler ist, dass die Dateien-Struktur bei Version w1.3.x anders ist als bei den Vorgänger-Versionen 1.X.



Schliessen Sie die Autodatabase, und bestätigen Sie die Fehlermeldung mit <OK>. Das Auswahlfenster **SELECT DETERMINATION DATABASE FILE** öffnet sich. Wählen sie eine mit der Version w1.3.x erstellte Datenbank, oder erstellen Sie eine neue indem Sie einen neuen Namen eingeben und <Öffnen> klicken.

## 9.4 Dosiergerät Probleme

### Dosiergerät funktioniert nicht

1. Überprüfen Sie das Verbindungskabel zwischen Dosiergerät und 797 VA Computrace Stand bzw. 846 Dosing Interface.
2. Klicken Sie auf **HAUPTFENSTER / Settings / General settings** und überprüfen Sie die Einträge auf den Blättern **Dosinos / Dosing Interface** im Fenster **GENERAL SETTINGS** (siehe *Installation von Dosiergeräten, Kap. 1.3*).
3. Klicken Sie den Knopf .
4. Selektieren Sie **Automatic** für **Addition** im **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** Fenster.
5. Aktivieren Sie das Dosiergerät im Fenster **DOSINO** für jede Methode (siehe *Dosiergeräte, Kap. 5.2*).
6. Überprüfen Sie, ob die Lösungsnummer **No.** auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** definiert ist. Die Nummer, die im Feld **No.** auf dem **Substances** Blatt des **Edit working method parameters** Fensters angegeben wird, sollte mit dem entsprechenden Dosiergerät, das für die Zugabe dieser Substanz gebraucht wird, übereinstimmen.

## Unreproduzierbare Standardadditionen mit dem Dosiergerät

1. Klicken Sie auf  oder **HAUPTFENSTER / Utility / Dosino control** um das Fenster **DOSINO CONTROL** zu öffnen (siehe Fenster «Dosino control», Kap. 7.2).
2. Überprüfen Sie, ob sich noch Luftblasen im Glaszylinder der Wechseleinheit befinden. Ist dies der Fall, wiederholen Sie die Füllprozedur durch Klicken auf den Knopf .
3. Schliessen Sie das Fenster **DOSINO CONTROL**.
4. Überprüfen Sie die Einstellungen für die Dosiergeschwindigkeit **Dose rate** auf dem Blatt **Dosinos**. Die maximale Dosiergeschwindigkeit bei Verwendung der 4-fach-Mikrospitze 6.1824.000 beträgt 2 mL/min.

## 9.5 Allgemeine Regeln für die VA-Spurenanalytik

### Chemikalien und Ausrüstung

1. Die Reinheit der Reagenzien spielt bei der Ermittlung von Resultaten eine wichtige Rolle. Für die Ermittlung tiefer Konzentrationen sollten nur hochreine Chemikalien benutzt werden (siehe VA Application Note V-49).
2. Messgefäß, Elektroden und alle anderen Teile, die in Kontakt mit der Probelösung treten, müssen sauber und frei von störenden Substanzen sein.

### Elektrolyten

1. Der pH-Wert spielt bei einer Bestimmung eine wichtige Rolle (z.B. für Zn, Cd, Pb, Cu sollte er ca. 4.5 sein). Oft werden Acetat-, Ammoniumacetat- oder PIPES-Puffer verwendet. Weitere Informationen siehe *Application Bulletins*.
2. Der Elektrolyt muss ausreichend leitend und konzentriert sein.
3. Die Reinheit des Elektrolyten sowie die Sauberkeit der Reagenzienflaschen spielen eine wichtige Rolle.
4. Die Haltbarkeit des Elektrolyten ist besonders bei organischen Zusätzen (Puffersubstanz, Komplexbildner) begrenzt. Die Lösung muss unter Umständen täglich frisch angesetzt werden.

### Standardlösungen

1. Die Standardlösungen sollten angesäuert sein (ca. pH = 1...2) und in Plastikflaschen aufbewahrt werden.
2. Verdünnte Standardlösungen (ppb-Bereich) sind sehr instabil und müssen frisch zubereitet werden. Sie müssen entsprechend angesäuert sein.

3. Die Konzentration der Standardlösungen muss so abgestimmt werden, dass ein Volumen zwischen 20 und 500  $\mu\text{L}$  dosiert wird.
4. Standardadditionen sind empfehlenswert. Die Peakhöhe nach der letzten Aufstockung sollte 2...5 mal so hoch sein wie der Probenpeak.
5. 1000 ppm-Lösungen werden oft als Stammlösungen verwendet. Sie sind über längere Zeiten stabil. Verdünnungen werden in verdünnter Säure angesetzt.

## Proben

1. Die Probenmenge ist von der zu bestimmenden Elementkonzentration abhängig.
2. Wenn man die Matrix der Probe kennt, kann man die Analyse besser beurteilen (organische Bestandteile?).
3. Bei verunreinigter Probe oder Verdacht darauf muss ein Aufschluss durchgeführt werden (siehe Metrohm Monographie «Probenvorbereitungstechniken in der voltammetrischen Spurenanalyse»).
4. Es werden sehr viele Fehler bei der Probenahme und bei der Lagerung der Probe gemacht. Man sollte sehr vorsichtig und kritisch bleiben.
5. Die Probe soll mit dem Elektrolyten gut lösbar und mischbar sein.

## Blindwerte, Kontamination

Falls die **Ergebnisse zu hoch sind**, sollten folgende Punkte überprüft werden:

1. Sind die Verdünnungen richtig gemacht worden?
2. Sind Kontaminationsrisiken ausgeschlossen?
3. Kontaminationsrisiken sind bei tiefen Konzentrationen sehr hoch: Messgefäße sollten mit verdünnter  $\text{HNO}_3$ -Lösung konditioniert werden.
4. Sind die Chemikalien rein genug? In tiefen Konzentrationen sollten "Suprapur"-Reagenzien benutzt werden.
5. Es wurden in der vorherigen Analyse sehr hohe Konzentrationen gemessen: Elektroden und Messgefäß sorgfältig reinigen und konditionieren (Memory-Effekte).
6. Wurde die Standardaddition richtig durchgeführt? Ist das Volumen an der Pipettiereinheit richtig eingestellt worden?

Falls die **Ergebnisse zu niedrig sind**, sollten folgende Punkte überprüft werden:

1. Konzentration zu hoch?  
HMDE überladen, DME/SMDE einschalten?

2. Puffer nicht in Ordnung?  
Wenn nötig, neu herstellen.
3. Aufstockverhältnis zu klein?
4. Aufstockverhältnis zu hoch?

### Wahl des VA-Messmodus

Folgende Punkte sollten bei der Auswahl des VA-Messmodus beachtet werden:

1. **DP** (Differential-Puls) sollte immer zuerst gewählt werden. Es ist die umfassendste und am häufigsten angewendete voltammetrische Bestimmungsmethode und für reversible wie irreversible Systeme gleich gut geeignet. Sie bietet eine hohe Empfindlichkeit bis hinab zu  $10^{-8}$  mol/L und ein Trennungsvermögen von 1:50'000.
2. **DC** (Direct Current = Gleichstromvoltammetrie) ist die klassische, einfachste VA-Methode mit begrenzter Empfindlichkeit (bis zu  $10^{-5}$  mol/L) und einem Trennungsvermögen von nur 1:10. Sie dient hauptsächlich als Lehrmodus, zum Erklären von Reduktions- und Oxidationsprozessen und für die Stripping Voltammetrie. In der Betriebsart Determination kann DC nur mit den stationären Elektroden (HMDE, RDE) eingesetzt werden.
3. **NP** (Normal Pulse) ist die klassische pulsvoltammetrische VA-Methode mit direkter Strommessung. Sie eignet sich ebenso gut für irreversible wie für reversible Systeme und bietet eine höhere Empfindlichkeit als die DC-Voltammetrie. Der Messmodus NP kann nur in der Betriebsart «Exploratory» verwendet werden.
4. **AC1** (Wechselstromvoltammetrie der 1. Harmonischen) eignet sich vor allem für Bestimmungen, die auf reversiblen Redoxreaktionen beruhen und ist weitgehend unempfindlich gegenüber irreversiblen Reaktionen.
5. **AC2** (Wechselstromvoltammetrie der 2. Harmonischen) eignet sich ebenfalls für Bestimmungen, die auf reversiblen Redoxreaktionen beruhen. Gegenüber dem Modus AC1 erreicht man oft eine Steigerung an Empfindlichkeit, Auflösung und Trennfähigkeit.

---

**Achtung:** Um im **AC2** Modus messen zu können, wählen Sie **AC – Alternating Current Voltammetry** als **Mode** im **WORKING METHOD SPECIFICATION** Fenster, klicken Sie  und kreuzen Sie das Kästchen **2nd harmonic** auf dem **Voltammetric** Blatt des **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** Fensters an.

---

6. **SqW** (Square Wave Voltammetrie) eignet sich vor allem für reversible Elektrodenprozesse und kinetische Untersuchungen. Verwendet wird sie insbesondere für empfindliche, inversvoltammetrische Bestimmungen an der HMDE oder RDE.

7. **PSA** (Potentiometric Stripping Voltammetry = Chronopotentiometrie) dient hauptsächlich dazu, Amalgam-bildende Substanzen in organischer Matrix mit Hilfe von Quecksilberfilmelektroden ohne vorherigen Aufschluss zu bestimmen. Es können nur Substanzen bestimmt werden, die ein Amalgam bilden.
8. **CCPSA** (Constant Current Potentiometric Stripping Analysis) dient hauptsächlich dazu Substanzen in organischer Matrix mit Hilfe von Quecksilberfilmelektroden oder Rotierenden Edelmetallelektroden ohne vorherigen Aufschluss zu bestimmen.
9. **CV** (Cyclic Voltammetry = Zyklische Voltammetrie) dient hauptsächlich zur Untersuchung von reversiblen Elektrodenprozessen und kinetischen Studien.
10. **CVS** (Cyclic Voltammetric Stripping) dient hauptsächlich dazu, Organische Zusätze in Galvanikbädern zu bestimmen.
11. **CPVS** (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping) dient hauptsächlich dazu, Organische Zusätze in Galvanikbädern zu bestimmen. CPVS ist ein chronoamperometrischer Modus, Strom wird gegen Zeit gemessen.

## 9.6 Voltammetrische Probleme

### Niedriger Grundstrom oder instabile Grundlinie

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Konzentration des Elektrolyten und pH der Lösung überprüfen.
2. Startspannung **Start potential** und Endspannung **End potential** des Sweeps überprüfen.
3. Ist die Ionenkonzentration in der Lösung zu hoch: Elektrolyt verdünnen.
4. Ist die Probe entgast worden? Empfehlenswert ist eine Entgastung mit Stickstoff während mindestens 5 min, bei alkalischen Lösungen sind ca. 10 min empfehlenswert.
5. Ist die Bezugselektrode genügend aufgefüllt (innen und aussen, siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*)?
6. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **DME/SMDE**:

1. Die Elektrode tropft unregelmässig: MME überprüfen. Nadel und Kapillare justieren. Falls nötig, Kapillare auswechseln oder Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Abschlagmechanismus am VA Stand überprüfen. Ist die Klopfstärke zu schwach, die entsprechende Schlitzschraube am Ventilblock während des Betriebes in Gegenuhrzeigerrichtung dre-

hen, bis bei jeder Klopfauflösung ein Tropfen abfällt (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

3. Ist der Gasdruck richtig eingestellt (1 bar)?
4. Ist die zu bestimmende Konzentration wesentlich tiefer als angenommen: Probenvolumen erhöhen oder Elektrodenart wechseln (z.B. HMDE).

Mit **HMDE**:

1. Die Elektrode tropft oder der Tropfen bleibt nicht hängen: MME überprüfen. Falls nötig, Kapillare austauschen und Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Ist die zu bestimmende Konzentration wesentlich höher als angenommen: Probenvolumen reduzieren und Elektrodenart wechseln (z.B. HMDE zu SMDE oder DME).

Mit **RDE/SSE**:

1. Ist die richtige RDE eingesetzt worden?
2. RDE austauschen.
3. Ist die Elektrode konditioniert worden (z.B. unter Verwendung von **Conditioning cycles** und **Cleaning potential**)?
4. Ist die zu bestimmende Konzentration wesentlich höher als angenommen: Probenvolumen reduzieren.
5. Normalerweise ist der Grundstrom höher, wenn man die RDE anstelle der MME verwendet. Ein Grundstrom von mehreren 100 nA ist durchaus möglich.

## Kurven mit hohem Rauschen

Arbeiten Sie im SqW Modus (falls ja, siehe *SqW Problems, Kap. 9.6*)? Falls nein:

Mit **allen MME Typen**:

1. Nadel justieren.
2. Kapillare wechseln und Nadel ersetzen (siehe *Hardware Manual*). Falls nötig die MME reinigen (siehe *Hardware Manual*).
3. Abschlagmechanismus am VA Stand überprüfen. Ist die Klopfstärke zu schwach, die entsprechende Schlitzschraube am Ventilblock während des Betriebes in Gegenuhrzeigerrichtung drehen, bis bei jeder Klopfauflösung ein Tropfen abfällt (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
4. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **DME/SMDE**:

1. Die Elektrode tropft unregelmäßig: MME überprüfen. Nadel und Kapillare justieren. Falls nötig, Kapillare austauschen und

Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

2. Tropft die Elektrode zu schnell: **Voltage step time** auf dem Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** reduzieren.

Mit **HMDE**:

1. Ist die Elektrodenoberfläche überladen: Abscheidungsspannung und -Zeit kontrollieren.
2. Kein Tropfen an der Kapillare: Kapillare auswechseln und Dichtungsnadel auswechseln (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

## SqW Problems

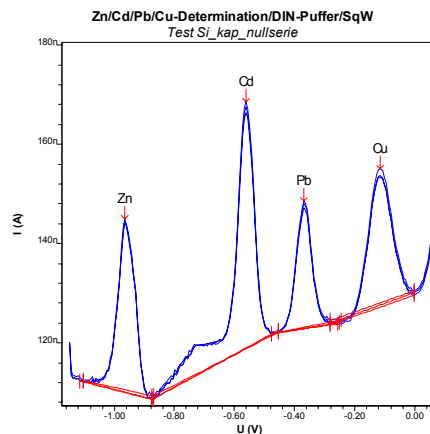
Um im "Square wave" Modus gute Resultate zu erhalten, sollten die Potentiostat-Parameter **Highest current range** und **Lowest current range** auf den gleichen Wert eingestellt werden. Um das optimale Strom-Niveau zu ermitteln, braucht es Tests. Es sollte so klein wie möglich sein, aber grösser als der erwartete Maximalpeak (um das Rauschen zu minimieren ohne die Peakform zu beeinflussen).

### Beispiel:

(für alle Messungen: Amplitude: 0.02 V , Frequenz: 50 Hz)

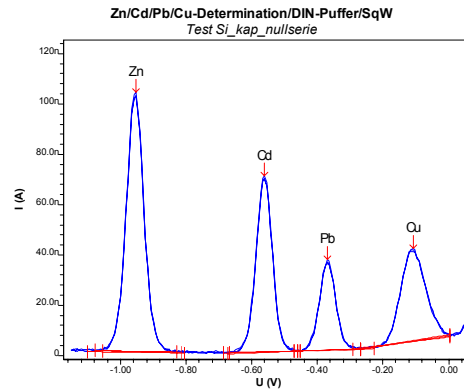
**Highest current range:** 10 nA

**Lowest current range:** 10 nA



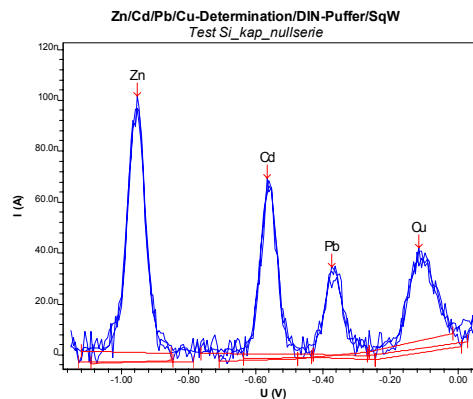
**Highest current range:** 1  $\mu$ A

**Lowest current range:** 1  $\mu$ A



**Highest current range:** 10  $\mu$ A

**Lowest current range:** 10  $\mu$ A



**Standardadditionskurven sind nicht reproduzierbar**

Mit **allen Elektrodenarten:**

1. Methodenparameter überprüfen (Rührzeit, etc.).
2. Pipettieren überprüfen: Das Pipettieren der Standardlösungen muss durch ein und dieselbe Person oder mit demselben Gerät bzw. derselben Pipette durchgeführt werden. Ist die Pipettierreinheit korrekt benutzt worden? Wann sind die Pipetten zuletzt kalibriert worden (GLP)?
3. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder gleichwertige Probenvorbereitung durchführen.
4. Sind die Kalibrierlösungen zu alt?
5. Wäre eine Kalibrierkurve besser geeignet?

Mit **MME:**

1. MME überprüfen, wenn nötig Kapillare und Dichtungsnadel auswechseln (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Die Linearität an der HMDE ist naturgemäss nicht so gut wie an der DME. Der lineare Bereich ist im allgemeinen nicht grösser als 1 - 2 Zehnerpotenzen.

Mit **RDE/SSE:**

1. RDE überprüfen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

## Peak verschoben

1. pH der Lösung überprüfen und einstellen.
2. Elektrolytzusammensetzung überprüfen und wenn nötig korrigieren. Benutzen Sie anstelle einer Säure eine Pufferlösung.
3. Aufstockung mit Standard durchführen, um zu kontrollieren, ob der richtige Peak ausgewertet wurde.
4. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder gleichwertige Probenvorbereitung durchführen.
5. Halbstufenpotential im Gerät neu eingeben und die Ergebnisse neu berechnen.
6. Bezugselektrode überprüfen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
7. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

## Kein Peak gefunden

Mit **allen Elektroden-Typen**:

1. Der Peak ist nur verschoben: Halbstufenpotential einstellen und die Resultate neu berechnen lassen.
2. Die Probenkonzentration ist zu klein: Probevolumen oder Probenmenge erhöhen.
3. Startspannung **Start potential** und Endspannung **End potential** des Sweeps überprüfen.
4. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.
5. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder gleichwertige Probenvorbereitung durchführen.

Mit **DME/SMDE**:

1. Die Konzentration des zu bestimmenden Ions ist zu klein, statt DME oder SMDE die HMDE (Stripping Voltammetrie) verwenden.

Mit **HMDE**:

1. Ist der Komplexbildner vergessen worden? (Adsorptive Stripping Voltammetrie).
2. Die Abscheidungszeit **Deposition time** für die Inversvoltammetrie ist zu kurz: Abscheidungszeit auf dem Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** erhöhen.
3. Kein Hg-Tropfen an der Kapillare: MME überprüfen. Dichtungsnadel und Kapillare justieren. Falls nötig, Kapillare auswechseln und Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Mit **RDE/SSE**:

1. Der Grundstrom ist zu hoch: Versuchen Sie den Grundstrom durch elektrochemisches Konditionieren zu verbessern.
2. Die Abscheidungszeit **Deposition time** für die Inversvoltammetrie ist zu kurz: Abscheidungszeit auf dem Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** erhöhen.

### Der Peak ist im obersten mA-Bereich

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Die Konzentration des zu bestimmenden Ions ist zu hoch: Probenvolumen reduzieren, Analyse nochmals durchführen.

Mit **HMDE**:

1. Die Abscheidungszeit **Deposition time** ist zu hoch: Abscheidungszeit reduzieren.
2. Falls nötig, anstelle der HMDE die SMDE- oder DME-Elektrode benutzen.

Mit **RDE/SSE**:

1. Der Grundstrom ist zu hoch, Elektrode neu polieren.
2. Die Abscheidungszeit **Deposition time** ist zu hoch: Abscheidungszeit reduzieren.
3. Abscheidungsspannung **Deposition potential** überprüfen.

### Doppelpeak

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder geeignete Probenvorbereitung durchführen.
2. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.
3. Ist ein zweites Element beim selben Potential vorhanden: Probe mit diesem Element aufstocken und Analyse nochmals durchführen. Wenn der zweite Peak höher geworden ist, ist das zweite Element anwesend. Wäre es möglich, dieses zweite Element selektiv mit einem Komplexbildner zu maskieren?
4. Bei Cu: ohne Chlorid im Elektrolyten arbeiten oder Chloridkonzentration massiv erhöhen.
5. Fällt eine Substanz im Messgefäß aus (z.B. Bleiperchloratstandard mit KCl als Elektrolyt)?
6. Andere zusammengesetzte Eluenten ausprobieren (Komplexbildnersubstanz).
7. Methodenparameter überprüfen.
8. Anderen Messmodus wie AC1 ausprobieren. Ist eine Substanz reversibel und die zweite irreversibel, so wird mit AC1 nur die reversible Substanz detektiert.

Mit **MME**:

1. MME überprüfen, wenn nötig Kapillare und Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Mit **RDE/SSE**:

1. RDE überprüfen und falls nötig neu polieren (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

### Peaks der Standardaddition verschoben

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Standardlösungen zu stark angesäuert.
2. Pufferkapazität des Elektrolyten nicht ausreichend: Elektrolytvolumen erhöhen.
3. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **HMDE**:

1. Bei Verwendung der HMDE sind Potentialverschiebungen über 20...30 mV oft normal und damit zu akzeptieren; besonders bei der Adsorption Stripping Voltammetrie.

Mit **RDE/SSE**:

1. Elektrodenoberfläche überladen: Probevolumen reduzieren.

### Keine Aufstockung

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Ist die richtige Standardlösung benutzt worden oder ist die Konzentration zu klein: Volumen der Standardaddition erhöhen oder höhere Konzentration anwenden oder Probenmenge entsprechend reduzieren.
2. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder geeignete Probenvorbereitung durchführen.
3. Konzentration des Analyten zu gross: Verdünnen.
4. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **HMDE**:

1. Standard-Lösung, die Metallkomplexbildner enthalten brauchen Zeit den Komplex zu formen.

### Ausreisser / Signalsprünge im Voltammogramm

1. Für MME: Elektrode überprüfen.
2. Dynamischen Bereich des Potentiostaten reduzieren (siehe *Potentiostat, Kap. 3.3*).

## Sauerstoff in der Messlösung

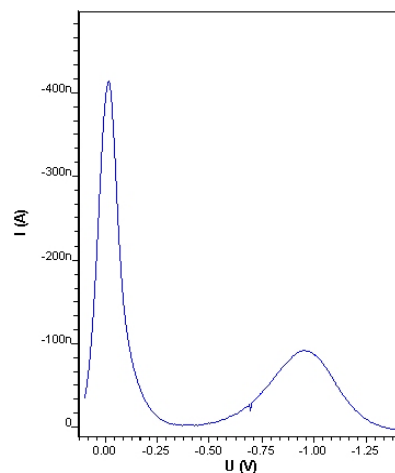
Sauerstoff kann elektrochemisch reduziert werden und gibt im Voltammogramm zwei Stufen, wovon eine durch das Auftreten eines ausgeprägten Maximums gekennzeichnet ist. Die Sauerstoffreduktion kann aus zwei Gründen stören:

- Die Signale der zu bestimmenden Substanzen werden durch die Sauerstoffstufen überdeckt. Dies macht sich vor allem in der Spurenanalyse bemerkbar, weil der Sauerstoff in luftgesättigten Lösungen in relativ hoher Konzentration vorliegt (ca. 8 mg/L bei Raumtemperatur).
- Das beim 1. Schritt der Sauerstoffreduktion gebildete Wasserstoffperoxid kann mit bestimmten Substanzen weiter reagieren.

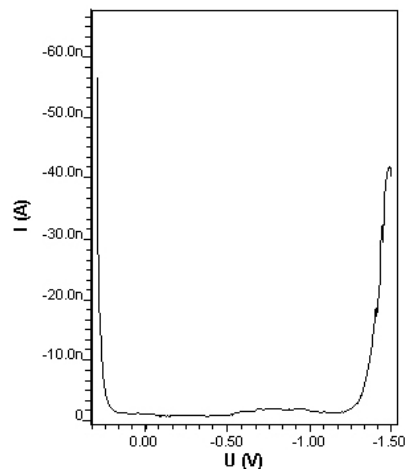
Aus diesen Gründen muss der Sauerstoff vor der polarographischen Analyse durch Sättigen mit einem Inertgas (meist Stickstoff) aus der Messlösung entfernt werden. Bei dem am 797 VA Computrace Stand ab Werk eingestellten Inertgasdurchsatz von ca. 20 L/h genügt dazu im allgemeinen eine Entlüftungszeit von 3...5 Minuten.

Vergleichen Sie die Kurven (0.1 mol/L  $\text{KNO}_3$ ) vor und nach dem Entlüften:

Vor dem Entlüften (Hat noch Sauerstoff in der Lösung):



Nach dem Entlüften (Sauerstoff aus der Lösung entfernt):



### Ungeeignete Zwischenelektrolytlösung in der Bezugs elektrode

Bei der Wahl der Zwischenelektrolytlösung in der Bezugs elektrode müssen mögliche Komplikationen mit den in der Messlösung vorhandenen Substanzen in Betracht gezogen werden.

Bei der häufig verwendeten Zwischenelektrolytlösung **KCl 3 mol/L** können z.B. folgende Störungen auftreten:

- **Ausfällung von  $\text{KClO}_4$  im Keramikdiaphragma bei Grundelektrolyten, welche  $\text{HClO}_4$  enthalten**  
Bei teilweiser Verstopfung können unerklärliche Nebenpeaks auftreten. Zur Vermeidung von solchen Ausfällungen muss bei  $\text{HClO}_4$ -haltigen Messlösungen eine Kalium-freie Zwischenelektrolytlösung (z.B.  $\text{NaCl}$  3 mol/L) eingesetzt werden.
- **Einschleppen von Chlorid durch KCl-Ausfluss aus der Bezugs elektrode**  
Der Ausfluss von Zwischenelektrolyt aus dem Keramikdiaphragma des Elektrolytgefäßes 6.1245.010 (Bestandteil der Bezugs elektrode) beträgt 2...5  $\mu\text{L/h}$ . Das so in die Messlösung ausfließende Chlorid kann bei der Cu-Bestimmung Störungen hervorrufen (siehe also *Komplexbildung*, Kap. 9.6). Als Gegenmassnahme empfiehlt sich die Verwendung von Chlorid-freien Zwischenelektrolytlösungen (z.B.  $\text{KNO}_3$  ges.).

### Überladen der Arbeitselektrode

Die Anreicherung von Spezies an polarisierten Elektroden führt bei ungünstigen Verhältnissen (grosse Konzentrationen und/oder lange Anreicherungszeiten) zu Überladungserscheinungen wie nichtlineare Aufstockungen oder Aufspaltung in Mehrfach-Peaks, die durch Sättigung und unterschiedliche Abscheidungsformen verursacht werden.

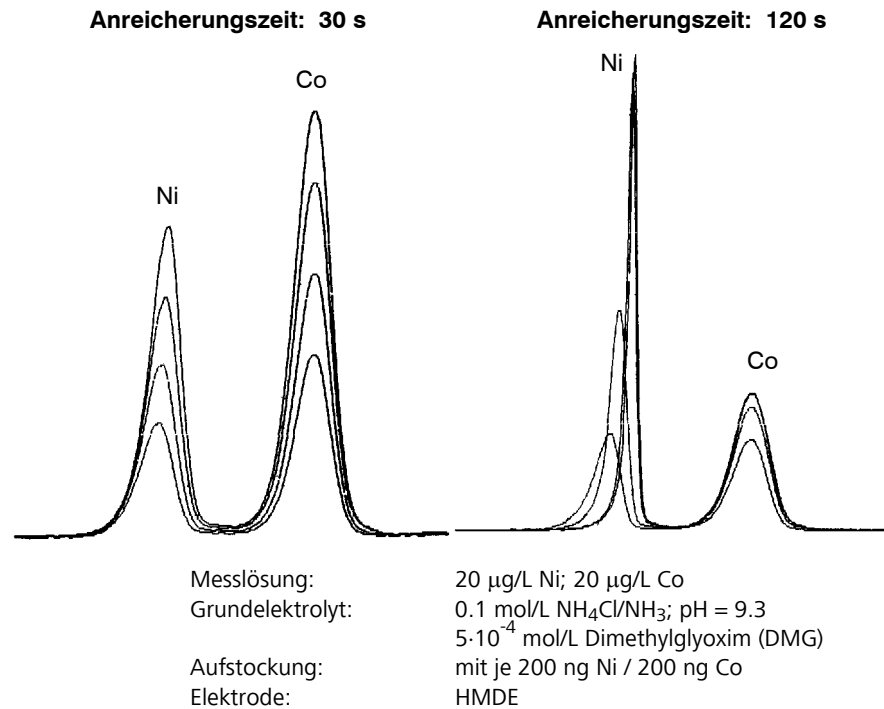
Eine **kürzere Anreicherungszeit** führt meistens zur Lösung des Problems. Als Faustregel gilt, dass im allgemeinen nur in Lösungen mit einer Massenkonzentration  $\rho < 0.5 \text{ mg/L}$  (= 0.5 ppm) überhaupt

angereichert werden soll. In verschiedenen Fällen kann auch bereits ab Konzentrationen  $\rho < 100 \mu\text{g/L}$  ohne Anreicherung gearbeitet werden (z.B. DP-Voltammetrie an der HMDE oder auch an der DME).

Die Auswirkungen einer zu langen Anreicherungszeit zeigen die beiden folgenden Beispiele:

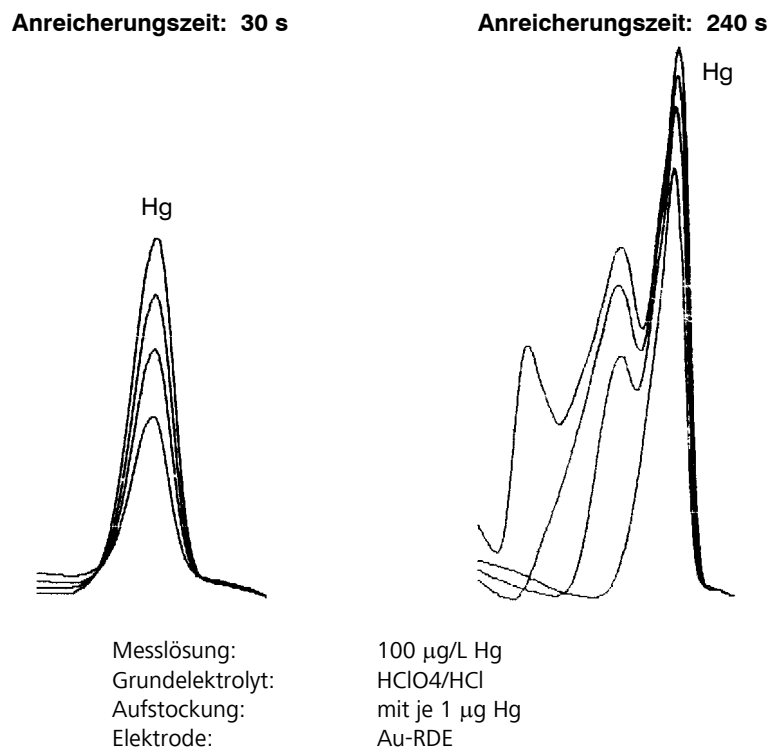
- Nickel- und Kobalt-Bestimmung im Spurenbereich durch kathodische Adsorptionsinversvoltammetrie (mit Dimethylglyoxim-Komplexen)**

Die Verlängerung der Anreicherungszeit von 30 s auf 120 s (bei sonst identischen Messparametern) führt zu nichtlinearen Aufstockungen und im Falle des Nickels zusätzlich zu Verschiebungen des Peakmaximums:



- Quecksilber-Bestimmung an der Goldelektrode**

Beim Verlängern der Anreicherungszeit von 30 s auf 240 s treten beim Aufstocken Nebenpeaks auf:



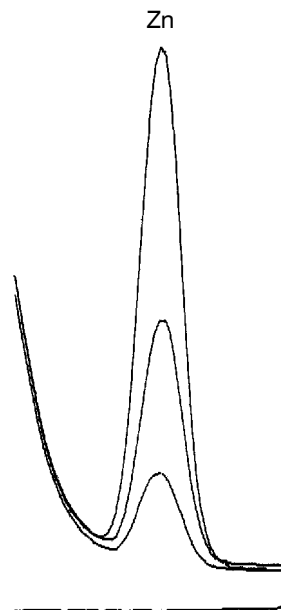
## Störungen an der HMDE durch Gas-Bildung

Bilden sich bei der HMDE während der Abscheidungsphase Gase, kann es zum Tropfenabfall oder zu einem Kontaktunterbruch in der Hg-Kapillare kommen. Das folgende Beispiel zeigt einen solchen Fall:

- **Bestimmung von Zink in deionisiertem Wasser**

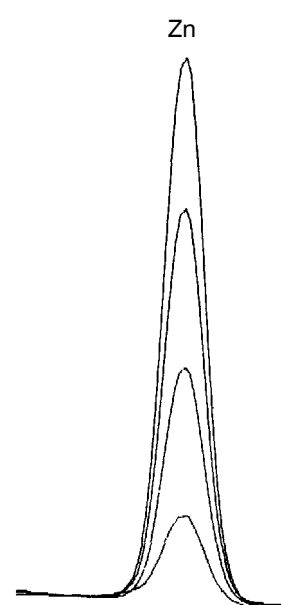
Wird die Zink-Probe mit  $\text{HClO}_4$  auf  $\text{pH} = 2$  angesäuert, so bildet sich bei der zur Anreicherung gewählten Spannung auch Wasserstoff. Dies führt im vorliegenden Beispiel bei der 2. Aufstockung dazu, dass ein Hg-Tropfen vorzeitig abfällt und somit keine Auswertung vorgenommen werden kann. Wird Acetatpuffer ( $\text{pH} = 4.64$ ) eingesetzt, treten keine derartigen Schwierigkeiten auf. Voraussetzung dafür ist allerdings, dass Chemikalien höchster Reinheit verwendet werden, um den Zink-Blindwert möglichst niedrig zu halten (empfehlenswert ist die Herstellung des Acetatpuffers aus reinstem Ammoniak und reiner Essigsäure).

**Grundelektrolyt:**  
0.01 mol/L  $\text{HClO}_4$ ;  $\text{pH} = 2$



Messlösung:  
Aufstockung:  
Elektrode:

**Grundelektrolyt:**  
Acetatpuffer  $\text{pH} = 4.64$



Deionisiertes Wasser  
mit je 50 ng Zn  
HMDE (Anreicherung 60 s bei  $-1.2$  V)

## Komplexbildung

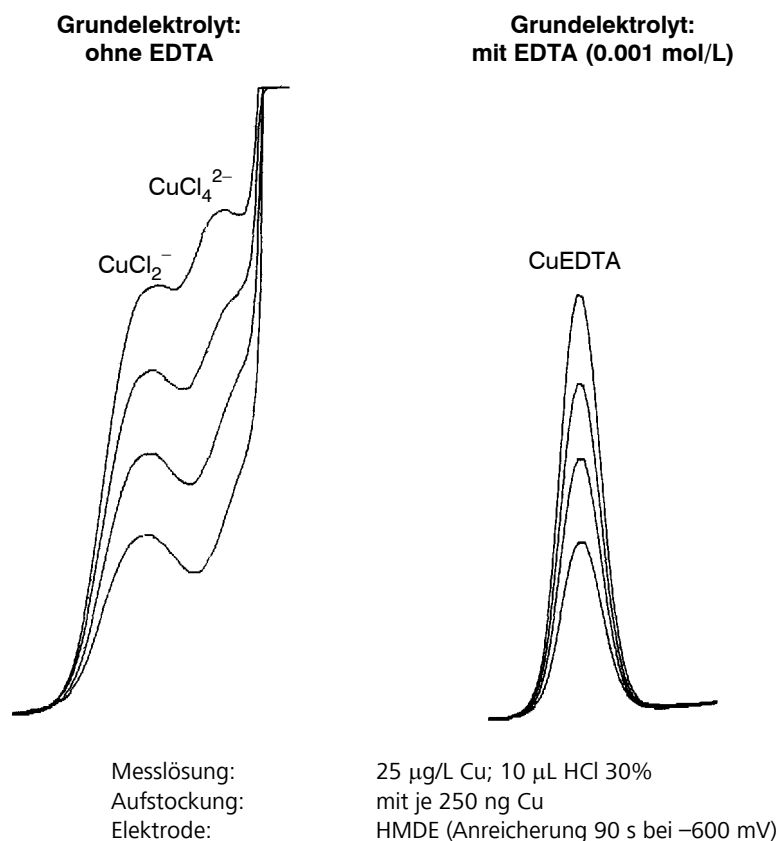
Polarographisch bestimmbare Substanzen können je nach Zusammensetzung der Messlösung in verschiedenen komplexierten Formen vorliegen. Da mit der Komplexbildung immer auch eine Verschiebung des Halbstufenpotentials und des Grenzstromes verbunden ist, können Schwierigkeiten bei der Peak-Auswertung entstehen. Solche Schwierigkeiten müssen durch entsprechende Verände-

rungen in der Zusammensetzung des Grundelektrolyten behoben werden.

Ist es nicht möglich, die störenden Komplexbildner aus der Messlösung zu entfernen oder sie durch geeignete Substanzen zu maskieren, hilft oft eine pH-Änderung des Grundelektrolyten. Eine weitere viel benutzte Massnahme ist die Zugabe eines stark komplexierenden Liganden (z.B. EDTA), um die zu bestimmende Substanz vollständig in eine definierte Form zu bringen. Die letztere Möglichkeit wird auch im folgenden Beispiel benutzt:

- **Kupfer-Bestimmung in chloridhaltigen Lösungen**

Kupfer kann in chloridhaltigen Lösungen sowohl als  $\text{CuCl}_4^{2-}$ -Komplex wie auch als  $\text{CuCl}_2^-$ -Komplex vorliegen. Die beiden zugehörigen Strompeaks liegen nahe beieinander. In ungünstigen Fällen ist die Bestimmung des Kupfers nicht möglich. Die Schwierigkeiten verschwinden nach der Zugabe des Komplexbildners EDTA, weil nun alles Kupfer vollständig als Cu-EDTA-Komplex vorliegt. (Auch die Erhöhung der Chloridkonzentration [z.B. durch Zusatz von 1 mL einer 1.5 mol/L KCl-Lösung höchster Reinheit pro 10 mL Messlösung] ergäbe einen eindeutig definierten Strompeak für  $\text{CuCl}_2^-$ .)



### Peak auf stark gekrümmter Basislinie

Liegen Peaks auf stark gekrümmter Basislinie vor, so sollte in erster Linie durch chemische oder messtechnische Gegenmassnahmen

versucht werden, die Beeinträchtigung der Peakauswertung durch die stark gekrümmte Basislinie zu beseitigen. Solche Massnahmen sind u.a. längere Entlüftungszeiten (siehe *Sauerstoff in der Messlösung*, Kap. 9.6), Änderung des pH-Wertes, Änderung der Grundelektrolytkonzentration, Änderung oder Wechsel des Grundelektrolyten, Einsatz von Komplexbildnern (siehe *Komplexbildung*, Kap. 9.6), längere Anreicherungszeiten und Wechsel der Messtechnik.

Falls die Krümmung der Basislinie durch die oben genannten Massnahmen nicht oder nur teilweise beseitigt werden kann, besteht beim VA Computrace 797 die Möglichkeit, gekrümmte Basislinien durch die Wahl von **Polynomial** oder **Exponential** für den Basislinientyp **Type** (siehe *Basislinie*, Kap. 5.2).

Eine weitere Möglichkeit zur Auswertung von Peaks auf gekrümmten Basislinien bietet die Hintergrundkompensation (Background subtraction), dies vor allem dann, wenn die gekrümmte Basislinie eindeutig auf den Grundelektrolyten zurückzuführen ist (siehe *Blatt «Determination»*, Kap. 5.2).

## Peak-Überlappung

Falls die Peaküberlappung einen kritischen Grad erreicht hat, bei dem die berechnete Peakhöhe bzw. Peakfläche durch den Nachbarpeak verfälscht wird, wird empfohlen, die Überlappung durch einen Wechsel bei der Berechnung der Basislinie zu berücksichtigen. Wählen Sie dazu die Optionen **Front end** oder **Rear end** für den Basislinienbereich **Scope** (siehe *Basislinie*, Kap. 5.2).

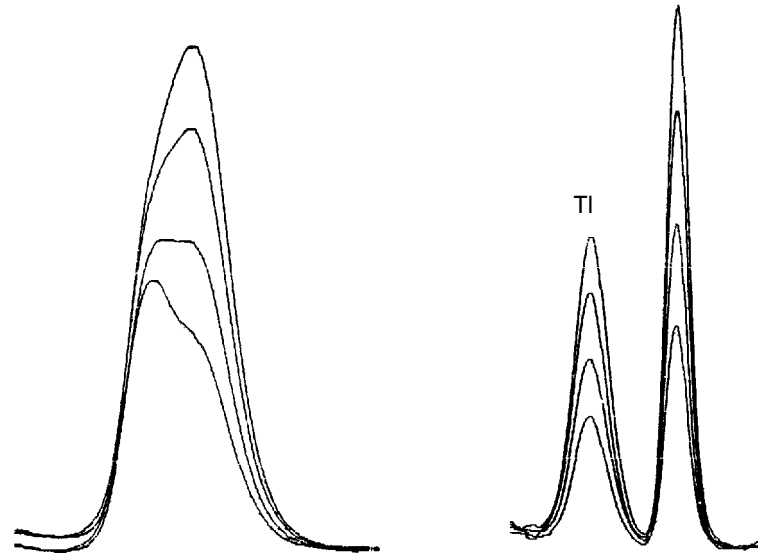
Falls die Überlappung zu gross ist, kann der Peak nicht mehr ausgewertet werden. In diesem Fall muss durch chemische oder messtechnische Gegenmassnahmen versucht werden, solche Peaks besser zu trennen. Mögliche Massnahmen sind u.a. Änderung des pH-Wertes, Änderung der Grundelektrodenkonzentration, Wechsel des Grundelektrolyten, Einsatz von Komplexbildnern (siehe *Komplexbildung*, Kap. 9.6), längere Anreicherungszeiten und Änderung oder Wechsel der Messtechnik.

- **Bestimmung von Blei und Thallium**

Bei einem Grundelektrolyt mit pH = 1 überlappen Pb und Tl-Peak sehr stark. Durch pH-Änderung auf pH = 13 werden die beiden Peaks getrennt. (Die Trennung von Blei und Thallium kann auch durch Nachelektrolyse oder in Acetatpuffer mit EDTA vorgenommen werden.)

**Grundelektrolyt:**  
pH = 1

**Grundelektrolyt:**  
pH = 13  
Pb



Messlösung:  
Aufstockung:  
Elektrode:

0.5 mg/L Pb; 1 mg/L TI  
mit je 10 µg Pb und 10 µg TI  
SMDE

### Kalibrierung mit chemisch nicht isoformen Standards

Bei allen möglichen **Calibration**-Techniken muss sichergestellt werden, dass die zur Kalibrierung verwendeten Standards chemisch isoform sind mit den zu bestimmenden Substanzen. Die Standardsubstanzen müssen also die gleiche Wertigkeit (z.B. bei Fe, Al) oder Komplexbildungsform (z.B. bei As, Cr, Se) aufweisen, wie die in der Messlösung bereits vorhandenen Substanzen. Ist dies nicht der Fall, kann die Kalibrierung wegen der unterschiedlichen Peakspannungen und Empfindlichkeiten vollständig falsche Resultate liefern.

### Ergebnisse nicht reproduzierbar

Voltammetrische Messungen (inklusive CVS und CPVS!) sind stark temperaturabhängig.

Damit die Messergebnisse reproduzierbar sind, sollten folgende Punkte beachtet werden:

- Vermeiden Sie starke temperaturschwankungen im Labor.
- Stellen Sie das Gerät nicht direkt unter dem Auslass einer Klimaanlage auf.
- Verwenden Sie bei Bedarf eine thermostatisierbare Messzelle mit Anschluss an einen Thermostaten/Kryostaten.

# Softwarelizenzvereinbarung

Die Nutzung dieser Software unterliegt der nachfolgend aufgeführten Lizenzvereinbarung zwischen Ihnen und Metrohm AG. Diese Lizenzvereinbarung haben Sie bereits mit der Offerte erhalten und zur Kenntnis genommen und mit Erteilung Ihres Auftrags an die Metrohm AG oder an eine ihrer Vertriebsgesellschaften bzw. mit der Auftragsbestätigung durch Metrohm oder eine ihrer Vertriebsgesellschaften akzeptiert. Spätestens mit der Benutzung der Software zeigen Sie an, dass Sie die Lizenzvereinbarung kennen und mit deren Bestimmungen einverstanden sind.

1. Metrohm gewährt Ihnen das nicht übertragbare und nicht ausschliessliche Recht, die Software in Verbindung mit Metrohm-Analysengeräten einzusetzen.
2. Die Urheberrechte an der Software verbleiben bei Metrohm oder einem Lizenzgeber von Metrohm. Hinweise auf vertrauliche Behandlung, Eigentumsvermerke oder Urheberrechtsvermerke dürfen von Ihnen weder verändert noch entfernt werden. Sie dürfen die Software weder verkaufen, noch vermieten oder an Dritte sonst wie weitergeben, es sei denn für den Gebrauch mit Analysengeräten der Metrohm-Gruppe und falls der Dritte die Bestimmungen dieser Lizenzvereinbarung ausdrücklich akzeptiert. Nicht gestattet ist sodann das Verändern und das Kopieren der Software als Ganzes und in Teilen. Zulässig ist nur die Erstellung einer Kopie zu Back-up-Zwecken.
3. Die Lizenzgebühr für die beschriebene Nutzung ist im Kaufpreis des Analysengeräts inbegriffen oder wird bei separater Abgabe der Software mit dieser in Rechnung gestellt. Sollten Sie den Kaufpreis oder die Lizenzgebühr aus irgendeinem Grunde bei Fälligkeit nicht vollumfänglich bezahlen, erlischt das Nutzungsrecht an der Software und Metrohm kann deren Rückgabe oder deren Löschung in Ihrem System verlangen.
4. Metrohm bietet Ihnen Gewähr dafür, dass sich die Software beim ordnungsgemässen Betrieb zum angebotenen Einsatz mit Analysengeräten der Metrohm-Gruppe eignet und dass die Software ordnungsgemäss auf dem Datenträger gespeichert ist. Trifft dies nicht zu, können Sie von Metrohm und/ oder ihrer Vertriebsgesellschaft verlangen, dass Ihnen gegen Rückgabe der beanstandeten eine neue einwandfreie Software zur Verfügung gestellt wird. Diese Gewährleistung richtet sich ausschliesslich an den Erstbetreiber der Software.

5. Jede weitergehende Gewährleistung und Haftung wird von Metrohm und ihrer Vertriebsgesellschaft ausgeschlossen. Metrohm und ihre Vertriebsgesellschaft haften insbesondere weder für Drittschäden oder Folgeschäden, Datenverluste, entgangenen Gewinn, Betriebsunterbruch etc.
6. Diese Vereinbarung gilt bis sie beendet wird. Sie können diese Vereinbarung beenden, indem Sie die Software sowie jede Kopie davon vernichten. Die Vereinbarung wird ausserdem beendet, wenn Sie gegen eine ihrer Bestimmungen verstossen. Auch in diesem Fall müssen Sie die Software sowie jede Kopie vernichten, wobei Metrohm zudem das Recht hat, dies von Ihnen ausdrücklich zu verlangen.
7. Änderungen und Ergänzungen dieser Vereinbarung bedürfen der Schriftform. Das Schrifterfordernis gilt auch für eine Änderung dieser Bestimmung. Sollten Teile dieser Vereinbarung nichtig oder rechtsunwirksam sein oder werden, gilt der Rest der Vereinbarung weiter. Die Vereinbarung ist dann so auszulegen und anzuwenden, dass der mit dem unwirksamen Teil angestrebte Zweck dennoch so weit als möglich erreicht wird.

Gerichtsstand: Für die Beurteilung allfälliger Streitigkeiten aus dieser Vereinbarung sind die Gerichte am Sitz der Metrohm AG zuständig. Metrohm kann auch den Gerichtsstand am Sitz des Beklagten beanspruchen.

# Konformitätserklärung – Softwarevalidierung

Die Software "VA Computrace 797" wurde in Bezug auf Design, Test und Unterhalt gemäss den Anforderungen des Qualitätssystems ISO 9001 entwickelt. Die Vorgehensweise bei der Programmentwicklung ist im Dokument "Project procedure for creating Metrodata software" (in Englisch) beschrieben, das bei Metrohm auf Anfrage erhältlich ist.

Die Software wurde in Bezug auf Funktionalität sowie Richtigkeit und Genauigkeit der Resultate validiert. Die technischen Spezifikationen und die Softwarefunktionen sind in der Gebrauchsanweisung beschrieben.

Herisau, 08. June 2007



D. Strohm

Vice President  
Head of R&D



Ch. Buchmann

Production and  
Quality Assurance Manager

# Index

## 8

- 838 Advanced Sample Processor
  - Methode für VA-Bestimmung ..... 225
  - Programmablauf für Brightener-Analyse mit LAT ..... 239
  - Programmablauf für Brightener-Analyse mit MLAT ..... 234
  - Programmablauf für Suppressor-Analyse mit DT ..... 245
  - Programmablauf für Suppressor-Analyse mit RC ..... 251
  - VA-Bestimmungen durchführen .. 224
- 863 Compact VA Autosampler
  - Bestimmung durchführen ..... 223
  - Installation ..... 4

## A

- Ableitung ..... 86, 144
- Abscheidung
  - Abscheidungsspannung .. 65, 67, 210
  - Abscheidungszeit ..... 68
  - Quecksilberfilm abscheiden ..... 265
- AC ..... 57, 274
- Achsen invertieren ..... 80, 131
- Achsenabschnitt ..... 137
- Achseneigenschaften ..... 70
- Achsentitel ..... 71
- Add Bath Solution ..... 118
- Addition purge time ..... 96
- Administrator ..... 19
- Allgemeine Einstellungen ..... 22
- Allgemeine Informationen ..... 2
- Allgemeine Regeln für die VA-Spurenanalytik ..... 272
- Allgemeiner Programmablauf ..... 65
- Als erweitertes Metafile abspeichern 81
- Amplitude ..... 46, 58
- Analist ..... 19
- Analyse von Galvanikbädern ..... 228
- Andere Einstellungen und Optionen mit CVS und CPVS ..... 195
- Anordnung von Fenstern ..... 37
- Anreicherung ..... 41, 67
- Anwender
  - Menü ..... 18
  - Neuen Anwender definieren ..... 214
  - Übersicht über die Zugriffsrechte .. 22
  - Zugriffsrechte ..... 19, 214
- Anzahl Zugaben ..... 96
- Arbeitsmethode
  - Basislinie ..... 101
  - Berechnung ..... 103
  - Blatt Calculations ..... 102
  - Blatt Determination ..... 94
  - Blatt Substances ..... 97
  - Blatt Voltammetric ..... 97
  - Definition ..... 91
  - Dokumentation ..... 107
  - Export ..... 109
  - Konzentrationen von Lösungen .. 106
  - Spezifikationen ..... 92
  - Variable Zugabe ..... 106
- Area ..... 100
- Ausreisser ..... 281

- Ausreisser anzeigen ..... 131
- Ausrüstung ..... 272
- Auswertegrösse ..... 136
- Automation-Einstellungen ..... 27
- Automatische Peakauswertung 101, 130
- Automatische Reportausgabe ..... 107
- Automatische Zugabe von Lösungen 213
- Autosampler
  - Installation ..... 4
- Autoskalierung ..... 80, 131

## B

- Badprobe ..... 118, 119, 120
- Base potential ..... 50
- Basislinie
  - Basislinien anzeigen ..... 131
  - Basislinienberechnung ..... 86, 146
  - Basislinienbereich .. 84, 86, 102, 130, 146
  - Basislinieneigenschaften ..... 132
  - Basislinienparameter ..... 83, 101, 130
  - Basislinientyp ..... 84, 86, 101, 130
  - Editieren ..... 86
- Basisspannung ..... 50
- Batch ..... 93
- Batch solution exchange ..... 121
- Batch with solution exchange ..... 93
- Bemerkungen ..... 93, 127, 135
- Berechnung ..... 103
- Berechnung der Auswertegrösse .... 146
- Beschriftung ändern ..... 81
- Bestimmung
  - Automatische Speicherung ..... 221
  - Bestimmung laden ..... 220
  - Bestimmung speichern ..... 221
  - Bestimmung speichern als ..... 221
  - Bestimmungsdateien ..... 13
  - Bestimmungsdaten ..... 135
  - Bestimmungsmethode editieren .. 126
  - Blatt Determination ..... 128
  - Blatt Specifications ..... 126
  - Blatt Substances ..... 128
  - Blatt Voltammetric ..... 128
  - Dateiname .. 115, 116, 117, 118, 119, 120, 121
  - Drucken ..... 227
  - Drucken der Methodenparameter 142
  - Durchführen ..... 221
  - Fortsetzen ..... 114
  - Laden ..... 13, 122
  - Meldungsfenster ..... 115
  - Messpunkte exportieren ..... 14, 124
  - mit 863 Compact VA Autosampler 223
  - Name der Bestimmungsdatei ..... 135
  - Neuberechnung ..... 226
  - Speichern ..... 13, 123
  - Speichern als ..... 13, 123
  - Start ..... 113
  - Stopp ..... 114
  - Überwachen ..... 114
  - Unterbruch ..... 114
  - VA-Bestimmungen mit dem 838 Advanced Sample Processor ..... 224
  - Zugabeparameter editieren ..... 129
- Bestimmungskurven
  - Achsen invertieren ..... 131
  - Achseigenschaften ..... 70
  - Autoskalierung ..... 131

- Bildeigenschaften ..... 69
- Drucken ..... 141
- Exportieren ..... 133
- Fenster ..... 124
- Grafische Eigenschaften ..... 132
- Kopieren ..... 133
- Kurveigenschaften ..... 72
- Laden und speichern ..... 122
- Linieigenschaften ..... 73
- Unterenfenster für Bestimmungskurven ..... 125
- Unterenfenster für Kalibrierkurven .. 125
- Zoomen ..... 131

- Bestimmungsmethode
  - Parameter editieren ..... 126
- Betriebsart ..... 17, 39, 74, 75, 77, 90
- Bildeigenschaften ..... 69
- Blank purge time ..... 96
- Blatt Calculations ..... 102
- Blatt Determination ..... 94, 128
- Blatt Substances ..... 97, 128
- Blatt Voltammetric ..... 97, 128
- Blindkurve ..... 132
- Blindlösung ..... 115
- Blindwert ..... 220, 273
- Blindwertbestimmung ..... 95
- Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und LAT
  - Programmablauf ..... 239
- Brightener-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und MLAT
  - Programmablauf ..... 234

## C

- Calibration
  - Auswahl der Technik ..... 93
- CCPSA ..... 55, 275
- Cell purge time ..... 96
- Charge ..... 86
- Chemikalien ..... 272
- Cleaning
  - Cleaning potential ..... 211
  - Cleaning procedure ..... 266
  - Cleaning time ..... 67
- Computrace-Steuerung ..... 17, 204
- Constant Current Potentiometric stripping analysis ..... 55
- Could not start the embedded system ..... 270
- Coulometric ..... 100
- CPVS ..... 61, 275
- Creator ..... 19
- CV ..... 51, 275
- CVS ..... 59, 275
- Cyclic Pulse Voltammetric Stripping .. 61
- Cyclic Voltammetric Stripping ..... 59

## D

- Dateien
  - csv-Datei ..... 7
  - Dateitypen ..... 7
  - DTH-Datei ..... 3, 7
  - Menü ..... 13
  - MTH-Datei ..... 8
  - SIG-Datei ..... 3, 8, 76, 79

SPT-Datei .....	8
TXT-Datei .....	8
xml-Datei .....	9
Datenbank Export/Import.....	14
Datenbank-Einstellungen .....	35
Datenerfassung .....	143
Datentransfer .....	143
Datenverarbeitung und Auswertung	143
DC .....	47, 274
Deinstallation .....	6
Demoversion.....	2
Deposition	
Deposition time.....	68, 210
Derivative.....	100
Determination	
Calculations Blatt .....	129
Diagnose.....	266
Differential-Puls-Voltammetrie .....	43
Divisor.....	104
DME.....	39, 205
Dokumentation .....	107
Doppelpeak.....	280
Dosieren	
Dosiergerät .....	112
Dosiergeräte .....	111
Fehlerbehebung .....	271
Installation .....	213
Dosiergeräte-Steuerung .....	17, 206
Dosino	
Steuerung .....	206
DP.....	43, 274
Drop line.....	72
Drucken .....	16
Automatische Reportausgabe.....	107
Bestimmung .....	227
Betriebsart «Determination» .....	141
Betriebsart «Exploratory».....	89
Reihenfolge.....	109, 143
Signalkurven .....	218
Voltammetrische Parameter .....	218
DT Record calibration curve.....	180
Determination Blatt.....	180
Substances Blatt.....	183
Voltammetric Blatt .....	182
DT Suppressors with calibration curve	
.....	174
Determination Blatt.....	175
Substances Blatt .....	178
Voltammetric Blatt .....	177
Dummy Cell .....	267, 268

## E

Edit stripping steps.....	62
Editieren	
Arbeitsmethode .....	219
Basislinie .....	130
Elektrochemische Regenerierung	66, 209, 211
Elektrode.....	143
Elektroden.....	39, 94, 128, 205
Elektrodentest.....	65, 205
Elektrolyten.....	272
Elektrolytlösung .....	209
Elemente von Kurvenfenstern.....	68
Eliminate spikes.....	101
End cleaning potential.....	62
End cleaning time .....	62
End of determination .....	121
End potential .....	44, 46, 48, 50, 58, 67

End-Fusspunkt.....	101, 130
Endspannung ...	44, 46, 48, 50, 58, 210, 211
Entlüften	65, 66, 96, 205, 209, 211, 266
Entlüftungszeit .....	66
Exit.....	12
Exponentielle Basislinie	84, 86, 101, 130
Export .....	109
Grafik .....	133
Methode .....	13
Resultate .....	92
Voltammetrieparameter .....	77
Export von Messpunkten	14, 16, 76, 124

## F

Farben.....	70
Fehlerbehebung	
Dosiergerät Probleme.....	271
Fehlermeldungen .....	270
Softwareprobleme.....	270
Verbindungsprobleme .....	270
Voltammetrische Probleme.....	275
Fehlermeldungen .....	270
Fenster .....	79, 112
Festkörperelektroden .....	66, 209, 211
Filmbildung .....	18, 209, 265
Filmelektroden .....	265
First vertex potential.....	52, 60
Format .....	71
Formelberechnung .....	154
Frequency .....	46, 58
Fusspunkt.....	83, 86, 101, 130

## G

Galvanikbad VA	
Auswahl der Calibration-Technik	229
Auswahl des Modus .....	228
Programmablauf .....	233
Gas-Bildung .....	286
Gehaltsberechnung .....	147
Gekrümmte Basislinie.....	287
Geräte einschalten .....	213
Glättung.....	144
Gleichstromvoltammetrie .....	47
GLP .....	31
GLP Diagnostics .....	33
GLP Dummy Cell Tests.....	34
GLP Einstellungen.....	31
GLP Electrode tests.....	34
GLP Validation of a chosen method	35
GLP Wizard .....	32
Grafische Eigenschaften für	
Kalibrierkurven .....	133
Grafische Einstellungen .....	68
Graphikauflösung.....	2

## H

Halbstufenpotential.....	87
Hardware	
Systemvoraussetzungen .....	2
Hauptfenster	
Elemente.....	10
Menüs.....	10
Programmfenster .....	37
Schliessen.....	12
Symbole .....	11
Übersicht.....	10

Height .....	100
Help .....	10
Highest current range .....	64
Hilfslösungen .....	112
Hintergrundfarbe .....	70
Hintergrundkompensation	95, 144, 220
Hinweise .....	137
HMDE .....	41, 205
Horizontale Basislinie.....	86, 101, 130
Hydrodynamic	44, 46, 48, 50, 52, 54, 56, 58, 60, 62

## I

Inertgas.....	66
Initial purge time .....	66, 211
Instabile Grundlinie .....	275
Installation .....	2, 213
Installation des 838 Advanced Sample Processor .....	5
Installation von der Hardware .....	2
Installation von Dosiergeräten .....	4
Intercept-Lösung .....	120
Inverse Voltammetrie .....	45, 67
Isoforme Standards .....	289

## K

Kalibrierdaten.....	137
Kalibrierkurve	
Automatische Aufnahme.....	263
Berechnung.....	151
Exportieren.....	133
Kopieren .....	133
Manuelle Aufnahme mit	
Lösungsaustausch .....	262
Manuelle Aufnahme ohne	
Lösungsaustausch .....	261
Probenbestimmung .....	264
Regeln.....	153
Kalibrierung	
Identifikation .....	121
Kalibriertechnik .....	137, 147
Moduswahl .....	127
Kein Peak gefunden .....	279
Keine Aufstockung .....	281
Kennspannung.....	98
Kohlenstoffelektroden.....	66
Kommentar.....	108, 142
Komplexbildung .....	286
Konditionieren .....	66, 211
Konditionierzyklen.....	65, 209
Konformitätserklärung .....	292
Kontamination .....	273
Kontext-sensitive Menüs .....	9
Konzentration	
Konzentrationseinheit .....	107
Lösungen .....	106
Lösungskonzentration .....	107
Zugabelösungen.....	99
Kopfzeile .....	135
Kopieren	
Grafik .....	133
Kopieren in Zwischenablage ...	81, 85, 88, 122
Parameter in Arbeitsmethode	
kopieren.....	124
Parameter von	
Bestimmungsmethoden kopieren	218
Parameter von Signaldateien kopieren	218

Text in Zwischenablage kopieren	138
Kurven mit hohem Rauschen	276
Kurveigenschaften	72
Kurzreport	142

## L

Laden	
Bestimmung	122
Load Bestimmung	220
Methode	91, 218
Signalkurve	79, 214
Ladungsmengen	125
LAT	
Determination Blatt	164
Substances Blatt	167
Voltammetric Blatt	166
LAT Record intercept value	160
Determination Blatt	160
Substances Blatt	162
Voltammetric Blatt	161
LAT Standard addition for brighteners	163
Line style	72
Lineare Basislinie	84, 86, 101, 130
Linearitätstest	267
Linie	72
Liniendicke	73
Linieigenschaften	71, 73
Linienfarbe	73
Linienform	73
Liste der Kurven	125
Login	12, 18
Lowest current range	64

## M

Manual	121
Maximum time	54, 56
Measure	20
Meldungsfenster	115
Menü	10, 17, 22
Menüleiste	10
Messtechnik	93, 127
Messung fortsetzen	78
Messung unterbrechen	78
Methode	
Arbeitsmethode editieren	219
Drucken der Parameter	142
Export	13
Laden	13, 91, 218
Methodendateien	13
Neue Methode erstellen	13, 91
Parameter von	
Bestimmungsmethoden kopieren	218
Parameter von Signaldateien kopieren	218
Speichern	13, 91, 219
Speichern als	13, 91, 219
Methodendaten	135
Methodenname	92, 135
Methodentitel	92, 127, 135
Minimale Peakbreite	83, 100
Minimale Peakhöhe	83, 100
Mittlere Streuung	138
MLAT	
Determination Blatt	170
Substances Blatt	172
Voltammetric Blatt	171
MLAT Standard addition for brighteners	169

MME	39, 267
Modulation time	58
Modulationszeit	58
Monitorkurven	
Grafische Eigenschaften	122
Kopieren in Zwischenablage	122
Multi-Mode-Elektrode	39
Multiplikator	104

## N

Nächster Schritt	78, 114
Name	20
Neuberechnung einer Bestimmung	226
Neuen Anwender definieren	214
Nichtreproduzierbare	
Standardadditionskurven	278
Niedriger Grundstrom	275
Normal-Puls-Voltammetrie	49
NP	49, 274

## Ö

Öffnen von Programmfenstern	37
-----------------------------	----

## O

Overload	78, 115, 205
----------	--------------

## P

Parameter und Daten übertragen	77
Password	20
PC-Software	
Versionsnummer	135
Peak	
Auswertegröße	100
Basislinie editieren	85
Doppelpeak	280
Gefundene Peakspannung	136
Kennspannung	98
Peak im obersten $\mu\text{A}$ -Bereich	280
Peak verschoben	279
Peakauswertung	136
Peakbreite	145
Peakbreitetest	145
Peakerkennung	145
Peakfläche	85, 100
Peakhöhe	85, 100, 125, 145
Peakhöhetest	145
Peakspannung	85, 145
Peakspannungstest	145
Peaksuche	82, 216, 217
Peakttest	268
Peak-Überlappung	288
Peaks der Standardaddition verschoben	281
Phasenwinkel	58
Place Bath Solution	119
Place blank	115
Place Intercept Solution	119
Place sample	115
Place VMS	116, 117
Plating potential	62
Plating time	62
Polynomische Basislinie	84, 86, 101, 130
Potential limit	54, 56
Potentiometric stripping analysis	53
Potentiostat	64, 128
Predose	112
Print GLP report	17

Printer setup	16
Probe	
Probedaten	135
Probemenge	148
Probenbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve	264
Probenidentifikation	94, 115, 116, 117, 118, 119, 120
Probenkurve	132
Probenmenge	95, 115
Probemenge	140
Proben	
Generelle Regeln	273
Probeneinheit	140
Probenidentifikation	140
Probenposition	139
Probentabelle	139
Programm	
Programm VA Computrace beenden	12
Programm VA Computrace starten	12
Programmablauf	65, 114
Programmstart	213
Übersicht über die Programmfenster	6
Programmbeschreibung	1
PSA	53, 275
Pulsamplitude	44
Pulse amplitude	44
Pulse time	44, 50
Pulszeit	44, 50
Pumpen-Steuerung	17, 207

## Q

Quecksilberfilmelektroden	53, 266
Quit	17

## R

Rahmenfarbe	70
Rampensteilheit	44, 46, 48, 50
Ränder	69
Randfarbe	70
Range	70
Rauschen	276
RC Record response curve	190
Determination Blatt	190
Substances Blatt	193
Voltammetric Blatt	192
RC Sample with response curve	185
Determination Blatt	186
Substances Blatt	189
Voltammetric Blatt	188
RDE	42, 205, 267
ReadOnly	20
Rechenformel	154
Registrierung	2
Regressionstechnik	99
Reinigung	
Reinigungslösung	211, 266
Reinigungsspannung	65, 67, 210, 211
Reinigungsverfahren	18, 210
Reinigungszeit	67, 210, 211
Remove a mercury film	266
Replikation	77, 97, 136
Replikationen	144
Resultate	85, 88, 134
Exportieren	92
Resultatnummer	85, 88
Resultattabelle	85, 88
Reverse peaks	101

Ruhepotential ..... 65, 68  
 Rühren . 65, 66, 94, 128, 205, 209, 211, 266

## S

Sauerstoff ..... 66  
 Sauerstoff in der Messlösung ..... 282  
 Save  
     Save settings ..... 36  
 Savitzky-Golay-Glättung ..... 83, 87, 144  
 Scatter style ..... 72  
 Scattered ..... 72  
 Schliessen von Programmfenstern .... 37  
 Schlussresultate ..... 138  
 Scope ..... 84  
 Second vertex potential ..... 52, 60  
 Sicherheitssystem ..... 19  
 Signal  
     Aufnehmen ..... 215  
     Automatisch speichern ..... 215  
     Automatische Peakauswertung .. 216  
     Laden ..... 16, 76, 79, 214  
     Manuelle Peakauswertung ..... 217  
     Messpunkte exportieren ..... 16, 76  
     Signaldateien ..... 16  
     Speichern als ..... 16, 76, 215  
     Standardparameter ..... 16, 76  
     Stufenauswertung ..... 217  
     Voltammetrieparameter exportieren ..... 77  
 Signal cursor ..... 82  
 Signalkurven  
     Achsen invertieren ..... 80  
     Achseigenschaften ..... 70  
     Als erweitertes Metafile abspeichern ..... 81  
     Aufnehmen ..... 215  
     Auswahl ..... 80  
     Autoskalierung ..... 80  
     Beschriftung ändern ..... 81  
     Bildeigenschaften ..... 69  
     Drucken ..... 89, 218  
     Grafische Eigenschaften ..... 80  
     Kopieren in Zwischenablage ..... 81  
     Kurveigenschaften ..... 72  
     Laden ..... 79  
     Linienigenschaften ..... 73  
     Löschen ..... 81  
     Signalmessungen durchführen ..... 77  
     Zoomen ..... 80  
 Signalsprünge ..... 281  
 Size ..... 72  
 Skalierungsstriche ..... 71  
 SMDE ..... 40, 205  
 Smooth factor ..... 100  
 Software  
     Lizenzvereinbarung ..... 290  
 Softwarevalidierung ..... 292  
 Solutions ..... 138  
 Spannungsamplitude ..... 46, 58  
 Spannungsbegrenzung ..... 54  
 Spannungsschritt ..... 46, 48, 50, 58

Spannungsschrittzeit ..... 48, 50, 58  
 Speichern  
     Bestimmung speichern ..... 123, 221  
     Bestimmung speichern als .. 123, 221  
     Kalibration speichern ..... 123  
     Kalibration speichern als ..... 123  
     Methode speichern ..... 91, 219  
     Methode speichern als ..... 91, 219  
     Signal automatisch speichern ..... 215  
     Signal speichern als ..... 215  
 Square Wave Voltammetrie ..... 45  
 SqW ..... 45, 274  
 SSE ..... 42, 205  
 Standard addition plating bath ..... 155  
     Blatt ..... 156, 157, 158  
 Standardabweichung ..... 137  
 Standardaddition  
     Auswahl der Technik ..... 93  
     Berechnung ..... 148  
     Manuelle Zugabe mit Lösungsaustausch ..... 258  
     Manuelle Zugabe ohne Lösungsaustausch ..... 257  
     Regeln ..... 150  
 Standardlösungen ..... 98, 121, 272  
 Stand-by potential ..... 210, 212  
 Start  
     Bestimmung ..... 113  
     Kalibrierung ..... 120  
     Messung ..... 78  
     Startspannung 44, 46, 48, 50, 52, 58, 60, 67, 209, 211  
 Start-Fusspunkt ..... 101, 130  
 Startspannung .. 44, 46, 48, 50, 58, 211  
 Statusanzeige ..... 140  
 Statusanzeiger ..... 114  
 Statusleiste ..... 10  
 Steigung ..... 137  
 Stil ..... 71  
 Stopp  
     Messung stoppen ..... 78  
 Streuung der Schlussresultate ..... 138  
 Stripping current ..... 56  
 Stromüberlast ..... 115, 205  
 Stufenauswertung ..... 87, 217  
 Substanzauswertung ..... 136  
 Substanzkonzentration ..... 136  
     Gesamtstreuung ..... 136  
 Substanzmenge  
     absolute ..... 136  
     zugegeben ..... 136  
 Substanzname ..... 98, 136  
 Summand ..... 104  
 Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und DT  
     Programmablauf ..... 245  
 Suppressor-Analyse mit 838 Advanced Sample Processor und RC  
     Programmablauf ..... 251  
 Sweep ..... 65  
 Sweep rate ..... 44, 46, 48, 50, 52, 60

Sweep-Parameter 44, 46, 48, 50, 52, 54, 56, 58, 60, 61  
 Symbole ..... 11  
 Symbolleiste ..... 10

## T

Test  
     Entlüften ..... 266  
     MME ..... 267  
     RDE ..... 267  
     Rühren ..... 266  
 Testbestimmung ..... 222  
 Titel ..... 70, 92, 127  
 Tropfenbildung ..... 65  
 Tropfengrösse ..... 94, 128, 206

## Ü

Überladen der Arbeitselektrode ..... 283  
 Übersicht über das Resultatfenster . 134

## U

Unbekannte Peaks anzeigen ..... 131  
 Ungeeignete Zwischenelektrolytlösung ..... 283  
 Unreproduzierbare Standardadditionen ..... 272  
 USB-Verbindung ..... 143  
 User  
     User name ..... 21

## V

VA-Messmodi ..... 43  
 VA-Messmodus ..... 127, 143, 274  
 Variable Zugabe ..... 106  
 Variation ..... 77, 97, 101, 136, 144  
 Verdünnungsrechnung ..... 148  
 Virgin Make-up Solution ..... 116  
 Vollständiger Report ..... 142  
 Voltage step. 44, 46, 48, 50, 52, 58, 60  
 Voltage step time ..... 44, 48, 50, 58  
 Vorbehandlung: ..... 67  
 Vorbereitungsschritte ..... 65, 97

## W

Wartezeit ..... 65  
 Wechselstromvoltammetrie ..... 57  
 Window ..... 10

## Z

Zellvolumen ..... 95, 148  
 Zoomen ..... 80, 131  
 Zugabevolumen ..... 99, 106  
 Zugriffsrechte ändern ..... 214  
 Zyklische Voltammetrie ..... 51