

Tutorial VA (Spurenanalytik)

8.0103.8014DE / v1 / 2024-12-24



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



Tutorial VA (Spurenanalytik)

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

Diese Dokumentation ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte vorbehalten.

Bei dieser Dokumentation handelt es sich um ein Originaldokument.

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

Haftungsausschluss

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

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Aufbau des Tutorials	1
1.2	Programmbeschreibung	1
1.3	Darstellungskonventionen	2
2	Vorbereitungen	3
2.1	Ausrüstung	3
2.2	Lösungen herstellen	4
3	Konfiguration	5
3.1	Software starten	5
4	Manuelle Bestimmung	7
4.1	Konfiguration	7
4.1.1	Gerät konfigurieren	7
4.1.2	Elektroden konfigurieren	8
4.2	ASV-Bestimmung manuell mit Standardaddition	8
4.2.1	Methode erstellen	9
4.2.2	Bestimmung durchführen	21
4.2.3	Methode anpassen	22
4.3	ASV-Bestimmung manuell mit externer Kalibrierung	34
4.3.1	Methode erstellen	34
4.3.2	Bestimmung durchführen	38
5	Teilautomatisierte Bestimmung	41
5.1	Konfiguration	42
5.1.1	Gerät konfigurieren	42
5.1.2	Elektroden konfigurieren	42
5.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	42
5.1.4	Lösungen definieren	45
5.2	ASV-Bestimmung teilautomatisiert mit Standardaddition	47
5.2.1	Methode erstellen	47
5.2.2	Bestimmung durchführen	52
6	Automatisierte Bestimmung	55
6.1	Konfiguration	56
6.1.1	Geräte konfigurieren	56
6.1.2	Elektroden konfigurieren	59
6.1.3	Dosiereinheiten konfigurieren	60



6.1.4	Lösungen definieren	60
6.2	ASV-Bestimmung automatisiert mit Standardaddition ...	60
6.2.1	Methode erstellen	60
6.2.2	Probentabelle erstellen	68
6.2.3	Bestimmung durchführen	72
7	Bestimmungen bearbeiten	74
7.1	Bestimmungen sichten	74
7.2	Kurven anschauen	76
7.3	Bestimmungen nachbearbeiten	79
7.3.1	Nachbearbeitung öffnen	79
7.3.2	Peakerkennung anpassen	80
7.3.3	Basislinien und Fusspunkte in der Methode ändern	81
7.3.4	Basislinien und Fusspunkte für einzelne Kurven anpassen	82
7.3.5	Konzentration und Volumen von Standards anpassen	83
7.3.6	Probenmenge und Volumen von Hilfslösungen anpassen	85
7.4	Reportvorlage bearbeiten	87
7.5	Bestimmungsreport drucken	90
	Index	92

1 Einleitung

1.1 Aufbau des Tutorials

Der vorliegende Tutorial beschreibt den ersten Umgang mit der Software **viva**. Anhand der manuellen, teilautomatisierten und automatisierten Bestimmung von Cadmium und Blei mit anodischer Stripping-Voltammetrie werden Sie in die wichtigsten Bedienelemente eingeführt.

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

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

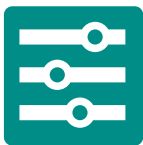
Im Programmteil **Arbeitsplatz** führen Sie die Bestimmungen durch und nehmen Live-Änderungen vor.

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

1.2 Programmbeschreibung

viva besteht aus folgenden Programmteilen:

Konfiguration



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

Methode



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

Arbeitsplatz



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








Datenbank



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

1.3 Darstellungskonventionen

In der vorliegenden Dokumentation können folgende Symbole und Formattierungen vorkommen:

(5-12)	Querverweis auf Abbildungslegende Die 1. Zahl entspricht der Abbildungsnummer, die 2. dem Geräteelement in der Abbildung.
1	Anweisungsschritt Schritte nacheinander ausführen.
Methode	Dialogtext, Parameter in der Software
Datei ▶ Neu	Menü bzw. Menüpunkt
[Weiter]	Schaltfläche oder Taste
	WARNUNG Dieses Zeichen weist auf eine allgemeine Lebens- oder Verletzungsgefahr hin.
	WARNUNG Dieses Zeichen warnt vor elektrischer Gefährdung.
	WARNUNG Dieses Zeichen warnt vor Hitze oder heissen Geräteteilen.
	WARNUNG Dieses Zeichen warnt vor biologischer Gefährdung.
	WARNUNG Warnung vor optischer Strahlung
	VORSICHT Dieses Zeichen weist auf eine mögliche Beschädigung von Geräten oder Geräteteilen hin.
	HINWEIS Dieses Zeichen markiert zusätzliche Informationen und Ratschläge.

2 Vorbereitungen

2.1 Ausrüstung

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

Geräte

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

Elektroden

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

Reagenzien

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

Zubehör

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



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

2.2 Lösungen herstellen

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



HINWEIS

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



HINWEIS

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

3 Konfiguration

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

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

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

3.1 Software starten



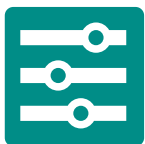
HINWEIS

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

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

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

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



Geräte

Anzeige der automatisch erkannten Geräte.

Dosiereinheiten

Anzeige der automatisch erkannten Dosiereinheiten.

Lösungen

Anzeige der Daten der definierten Lösungen.

Sensoren/Elektroden

Anzeige der Daten für alle definierten Sensoren und Elektroden.



Rackdaten

Anzeige der Daten der automatisch erkannten Metrohm-Probenracks.

Common Variablen

Anzeige der Daten aller Common Variablen.

Globale Variablen

Anzeige der Daten aller Globalen Variablen.

Kalibrierdaten

Anzeige der gespeicherten Kalibrierfunktionen.

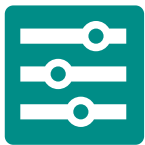
4 Manuelle Bestimmung

Eine manuelle Bestimmung wird mit folgendem Gerät durchgeführt:

- 884 Professional VA

4.1 Konfiguration

4.1.1 Gerät konfigurieren



884 Professional VA

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

1 Gerät anschliessen

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

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

Die folgende Meldung erscheint:

009-108 Gerät speichern – Das neue Gerät '884 Professional VA' mit Seriennummer 'Seriennummer' wurde erkannt. – Soll es in der Gerätetabelle gespeichert werden?

2 Gerät in Tabelle speichern

Die Meldung mit **[Ja]** bestätigen.

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

3 Gerätenamen ändern (optional)

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

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



HINWEIS

Um eine hohe Messgenauigkeit zu gewährleisten, muss der Kalibrator aktiviert werden (siehe Handbuch – Kurzanleitung 884 Professional VA).

4.1.2 Elektroden konfigurieren

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

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

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

Bearbeiten ▼

4.2 ASV-Bestimmung manuell mit Standardaddition

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die zum Aufnehmen und Auswerten von Voltammogrammen nötig sind. Dazu gehören:

- Geräte und deren Startparameter
- Ablauf einer Methode definieren. Er besteht aus Spuren, die aus verschiedenen Befehlen aufgebaut sind.
- Parameter für die Auswertung der Voltammogramme
- Resultatdefinitionen
- Dokumentation der Ergebnisse

In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

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

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

4.2.1 Methode erstellen

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

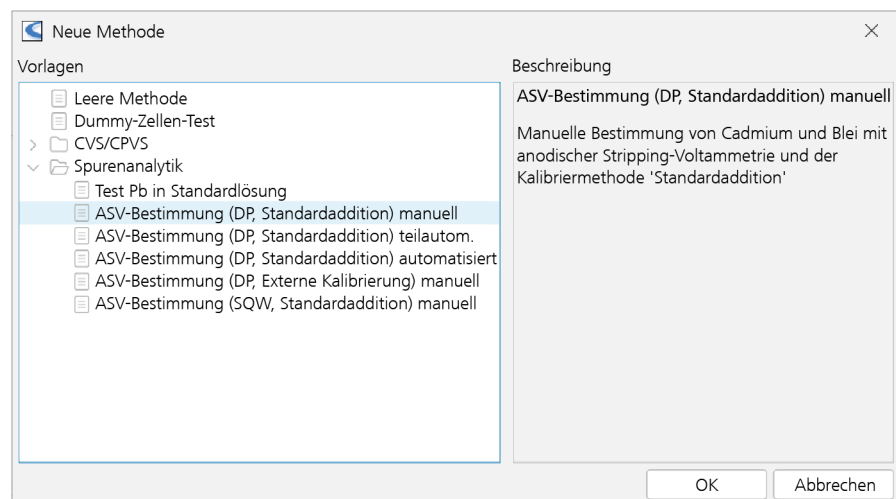
Es ist empfehlenswert, mit einer Methodenvorlage zu arbeiten. Sie haben aber auch die Möglichkeit, eine Methode komplett neu zu erstellen. Dazu wählen Sie die Methodenvorlage **Leere Methode**.

4.2.1.1 Methodenvorlage laden



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

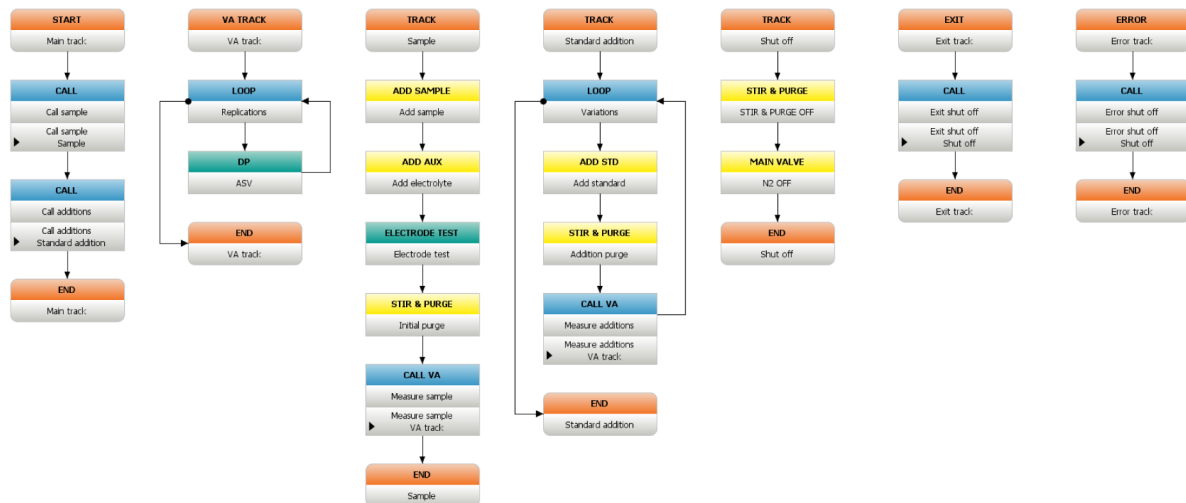
2 Über das Menü **Datei ► Neu...** das Dialogfenster **Neue Methode** öffnen.



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.

4.2 ASV-Bestimmung manuell mit Standardaddition



Eine Methode besteht jeweils aus den beiden Unterfenstern **Methodenablauf** und **Auswertung**:

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

Der Methodenablauf setzt sich aus unterschiedlichen Spuren (im englischen TRACK) zusammen. Eine Spur wiederum kann einen oder mehrere Befehle mit unterschiedlicher Funktionalität enthalten. Die Funktionalität ist an der Farbe des Befehls erkennbar:

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

Durch sogenannte Aufrufbefehle (im englischen CALL) kann von einer Spur zu einer anderen gewechselt werden. Innerhalb einer Spur werden die Befehle sequentiell abgearbeitet. Ist eine Spur beendet, geht es zurück zu dem Aufrufbefehl, von dem die Spur gestartet wurde.

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

Spur (TRACK)	Funktion
Main track	Der Main track ist die Hauptspur der Methode. Jede Analyse beginnt mit dem Main track . Die Befehle im Main track (CALL) rufen die entsprechenden Spuren auf. Sobald eine aufgerufene Spur komplett durchlaufen ist, wird automatisch der nächste Befehl im Main track ausgeführt.
VA track	Der VA track beinhaltet die eigentliche Messung. Voltammetriebefehle (Ausnahme ELECTRODE TEST) können nur in einer VA Spur eingefügt werden. Dies soll sicherstellen, dass bei jeder Messung mit denselben voltammetrischen Parametern gemessen wird.
Sample	Die Sample Spur dient zur Zugabe und zum Messen der Probe.
Standard addition	Die Standard addition Spur dient zur Zugabe der Standardlösung und zum Messen der aufgestockten Probe.
Shut off	Die Shut off Spur dient zum Stoppen des Rührers sowie zum Schliessen des Hauptventils der Stickstoff-Zufuhr.
Exit track	Der Exit track dient zum Beenden der Analyse. Der Exit track wird automatisch aufgerufen, sobald der Main track abgeschlossen ist.
Error track	Der Error track definiert das Vorgehen im Falle einer Störung. Der Error track wird automatisch aufgerufen, sobald eine Störung vorliegt.

Die Auswertung beinhaltet folgende Bereiche:

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

4.2.1.2 Beschreibung der Methode

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

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

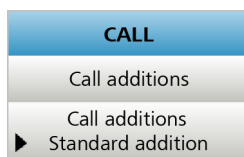


HINWEIS

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



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



Standardlösung hinzufügen und entlüften

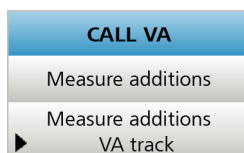
Sobald die Messung der Probe abgeschlossen ist, wird die Probe mit der Standardlösung aufgestockt. Dazu wird durch den Befehl **CALL - Call additions** im **Main track** die **Standard addition** Spur aufgerufen. Die **Standard addition** Spur beinhaltet wiederum folgende Befehle, die in der angegebenen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



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

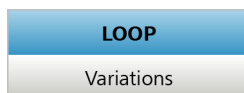


Steuert das Rühren und Entlüften der durch die Standardlösung aufgestockten Lösung. Durch einen Doppelklick auf den Befehl öffnet sich ein Fenster, in dem der Rührer sowie die Entlüftung parametrisiert werden.



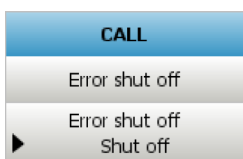
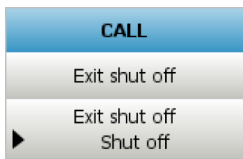
Einfach aufgestockte Lösung messen

Sobald die Standardlösung hinzugegeben und entlüftet wurde, beginnt die Messung der aufgestockten Probe. Die Messung (**VA track**) wird durch den Befehl **CALL VA - Measure additions** in der **Standard addition** Spur aufgerufen. Bedingt durch den **LOOP - Replications** Befehl im **VA track** wird die Messung erneut zwei Mal durchgeführt (siehe "Probe messen", Seite 12).



Zweifach aufgestockte Lösung messen

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



Messung beenden

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

Der Rührer und das Entlüften der Messlösung werden deaktiviert.

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

Fehlerspur

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

4.2.1.3 Befehlsparameter definieren

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

- 1 In folgenden Befehlen das verwendete Gerät definieren. Dazu jeweils auf den Befehl doppelklicken und im Feld **Gerätename** das korrekte Gerät auswählen:
 - **DP - ASV**
 - **ELECTRODE TEST - Electrode test**
 - **STIR & PURGE - Initial purge**
 - **STIR & PURGE - Addition purge**
 - **STIR & PURGE - STIR & PURGE OFF**
 - **MAIN VALVE - N2 OFF**



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

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

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

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

ADD AUX - Add electrolyte

Befehlsname: Add electrolyte

Hilfslösung

Lösung: Electrolyte

Volumen: 1 mL

Volumen verrechnen

Zugabe

Manuell zugeben

Bereits zugegeben

Mit Dosierer zugeben

Meldung

Standardmeldung anzeigen

Benutzerdefinierte Meldung anzeigen

OK Abbrechen

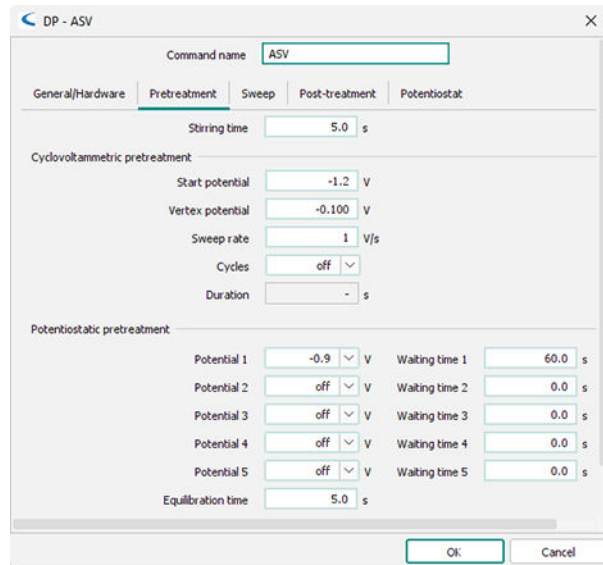
4 Mit **[OK]** das Dialogfenster schliessen.



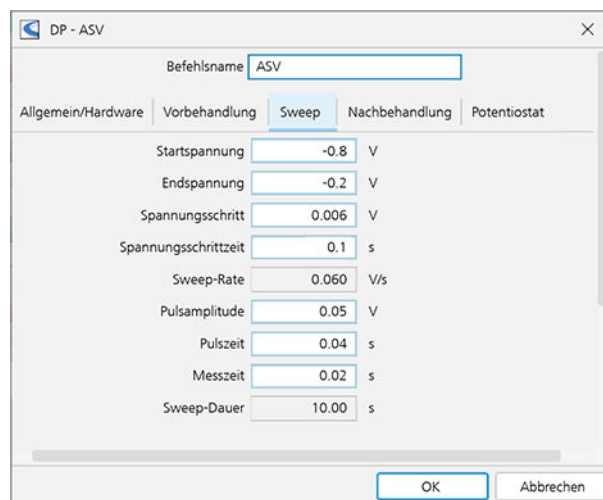
5 Schritte 2 - 4 für die Standardlösung (Befehl **ADD STD - Add standard**) wiederholen.



6 Den Befehl **DP - ASV** doppelklicken. Auf der Registerkarte **Vorbehandlung** finden Sie **Anreicherungspotential** und **Anreicherungszeit** (Spannung # und Wartezeit #).



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



7 Die applikationsspezifischen Parameter aus der Applikationsdokumentation eintragen.

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

4.2.1.4 Auswertung definieren

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

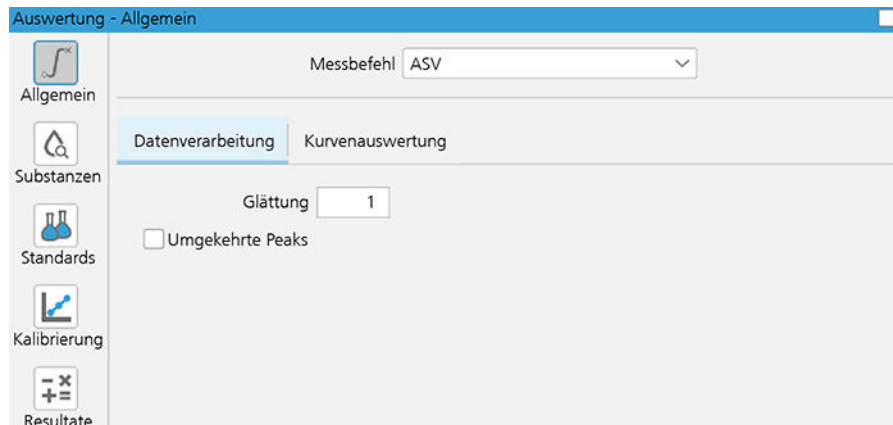
In den Methodenvorlagen sind alle Auswerteparameter vordefiniert. Diese müssen jedoch an die jeweilige Applikation angepasst werden.

Allgemein

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



- 1 Die Schaltfläche **Allgemein** anklicken.



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

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

Substanzen

Im Bereich **Substanzen** wird definiert, nach welchen Substanzen gesucht werden soll.

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

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



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



Auswertung - Substanzen

Messbefehl ASV

Anerkennung Basislinien

	Substanz	Aktiv	Kennspannung	Toleranz	Min. Breite	Max. Breite	Min. Messgr
▶ 1	Cd	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.58	0.05	0.01	0.5	200 pA
2	Pb	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.38	0.05	0.01	0.5	200 pA
*							

Bearbeiten

Standards

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



HINWEIS

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



- 1 Die Schaltfläche **Standards** anklicken.
- 2 Das Menü **Bearbeiten ▶ Übernehmen aus ADD STD** anklicken.
Der im Befehl **ADD STD** im Feld **Lösung** eingetragene Lösungsname wird in die Spalte * eingetragen, sofern die Lösung nicht schon in der Tabelle vorhanden ist. Die Angaben der Konzentrationen der Substanzen im Standard entsprechend dem tatsächlich verwendeten Standard anpassen.

Auswertung - Standards

Standards

	Substanz	Standard	*
▶ 1	Cd	0.1 mg/L	
2	Pb	1.0 mg/L	

Bearbeiten

Kalibrierung

Im Bereich **Kalibrierung** wird die Kalibriermethode, in diesem Fall **Standardaddition**, ausgewählt. Auf der Registerkarte **Kalibrierkurven** wird der Kalibrierkurventyp (bei der Standardaddition ist lediglich eine lineare Regression möglich) und die Auswertegrösse (Peakfläche oder Peakhöhe) definiert.



- 1 Die Schaltfläche **Kalibrierung** anklicken.

Auswertung - Kalibrierung

Allgemein Kalibrierkurven

Messbefehl ASV

	Substanz	Auswertegrösse	Kurventyp	Gewichtung
▶ 1	Cd	Höhe	Lineare Regression	<input checked="" type="checkbox"/>
2	Pb	Höhe	Lineare Regression	<input checked="" type="checkbox"/>

Bearbeiten

Resultate

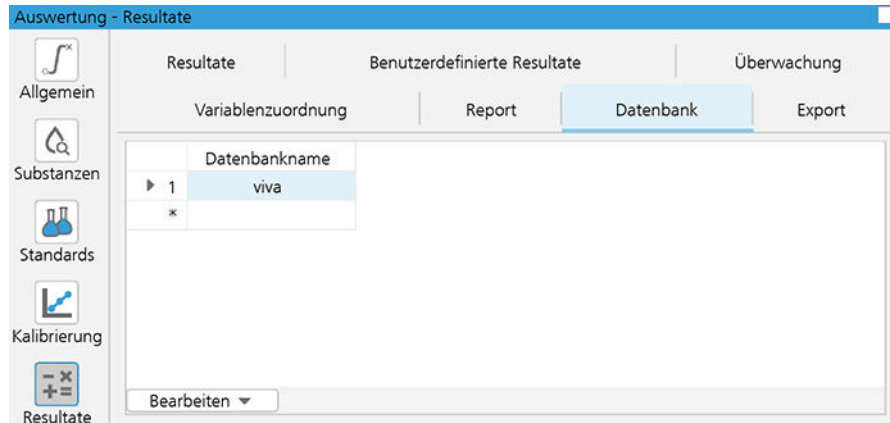
Im Bereich **Resultate** wird die Datenbank angegeben, in der die Bestimmungen abgelegt werden. Der automatische Ausdruck, der Export und zusätzliche Resultate können vom Benutzer definiert werden.



- 1 **Datenbank ändern (optional)**

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

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



2 Report definieren (optional)

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

4.2.1.5 Methodentest durchführen

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

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

4.2.1.6 Methode speichern

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

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

- 2 Im Feld **Methodenname** den Namen für die Methode (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - manuell**) eingeben.
- 3 **[Speichern]** anklicken.

4.2.2 Bestimmung durchführen

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



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

The screenshot shows the 'Ablauf' dialog box with the following details:

- Buttons: Start (green play), Stop (grey square), Hold (grey play).
- Status: READY
- Bestimmungsparameter:
 - Anwender: [Empty text box]
 - Anmerkung: [Empty text box]
 - Probennummer: 0
- Proben Daten:
 - Methode: Bestimmung von Cd und Pb - manuell
 - ID1: [Empty dropdown]
 - ID2: [Empty dropdown]
 - ID3: [Empty dropdown]
 - Proben typ: Probe
 - Probenmenge: 1.0
 - Probenmengen einheit: mL

- 3 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - manuell**) auswählen.
- 4 In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- 5 Im Feld **Sample type (Proben typ)** die Option **Probe** auswählen.
- 6 Im Feld **Sample amount (Probenmenge)** das Probenvolumen (z. B. **10**) eintragen und bei der **Sample amount unit (Probenmengen einheit)** **mL** auswählen.
- 7 Um die Analyse zu starten, **[Start]** drücken.
Die Analyse wird gestartet.



- Mit **[OK]** bestätigen.

ADD STD - Add standard

Befehlsname: ADD Cd

Standard

Lösung: Standard Cd

Zugabeinkremente

Anzahl: 1

Zugabevolumen 1: 0.100 mL

Zugabe

Manuell zugeben

Bereits zugegeben

Mit Dosierer zugeben

Meldung

Standardmeldung anzeigen

Benutzerdefinierte Meldung anzeigen

OK Abbrechen

3 Neue Standardlösung im Methodenablauf hinzufügen

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

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

- Mit **[OK]** bestätigen.

4 Standards in den Auswerteparametern anpassen

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

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



HINWEIS

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

- **Konfiguration:** Lösung im Unterfenster **Lösungen** definieren (siehe Kapitel 5.1.4, Seite 45).
- **Methode:** Im Unterfenster **Methodenablauf** im entsprechenden **ADD STD** Befehl den Lösungsnamen aus der Liste auswählen (siehe Kapitel 5.2.1.3, Seite 49).
- **Methode:** Im Unterfenster **Auswertung** die Lösungsnamen aus dem **Methodenablauf** mit Hilfe der Funktion **Übernehmen aus ADD STD** wie in diesem Kapitel beschrieben übernehmen.

Auswertung - Standards

Standards

	Substanz	Standard Cd	Standard Pb	*
▶ 1	Cd	1.0 mg/L	0 mg/L	
2	Pb	0 mg/L	1.0 mg/L	

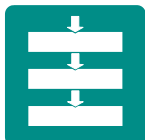
Bearbeiten ▾

5 Methode speichern

- Methodentest durchführen (siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 20).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 20).

4.2.3.2 Substanzen ändern

In der Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition) manuell** wird die Probe mittels Standardaddition auf Cd und Pb untersucht. Im folgenden Beispiel lernen Sie, was zu ändern ist, falls anstelle von Cd und Pb zum Beispiel Zn und Cu bestimmt werden sollen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:




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

- 2 **Im Voltammetriebefehl die Anreicherungs- und die Sweep-Parameter anpassen**
 - Im Unterfenster **Methodenablauf** den Voltammetriebefehl **DP - ASV** doppelklicken.
 - Auf der Registerkarte **Vorbehandlung** die Spannungen und Zeiten unter **Potentiostatische Vorbehandlung** entsprechend der Applikationsdokumentation oder den zu erwartenden Peakspannungen anpassen. (Im Beispiel müsste wegen der Bestimmung von Zn die Spannung -0.9 auf -1.15 V geändert werden.)
 - Auf der Registerkarte **Sweep** die Start- und Endspannung entsprechend der Applikationsdokumentation oder den zu erwartenden Peakspannungen anpassen. (Im Beispiel der Bestimmung von Zn und Cu müsste die Startspannung auf -1.15 V und die Endspannung auf 0.05 V geändert werden.)

- 3 **Substanzen und Standards in den Auswerteparametern ändern**
 - Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
 - Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Substanzen**  anklicken.
 - Die Substanzen anpassen. Dazu auf die erste Substanz (**Cd**) doppelklicken. Das Dialogfenster **Substanzen - Anerkennung** öffnet sich.
 - Benennung der Substanz ändern (in diesem Beispiel **Zn**).
 - Die applikationsspezifischen Werte für die **Kennspannung** eingeben (im Fall von Zn z. B. -1.0 V). Die Werte für **Toleranz**, **Min. Breite/Max. Breite** und **Min. Messgröße** müssen in der Regel nicht angepasst werden.

- Das Vorgehen für die zweite Substanz (in diesem Beispiel **Cu**, Kennspannung -0.1 V) wiederholen.

4 Standardlösung anpassen

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Standards**  anklicken.
- Konzentration der Standardlösung entsprechend der Applikationsdokumentation anpassen. Soll die Standardaddition mit zwei separaten Standards erfolgen, gemäss *Kapitel 4.2.3.1 auf Seite 22* vorgehen.
- Im Unterfenster **Methodenablauf** den Befehl **ADD STD - Add standard** doppelklicken.
- Gegebenenfalls das Zugabevolumen anpassen.

5 Methode speichern

- Methodentest durchführen (*siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 20*).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (*siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 20*).

4.2.3.3 Zusätzliche Substanzen hinzufügen

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




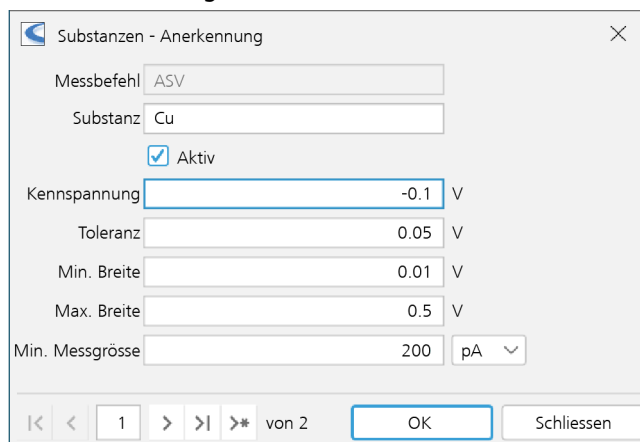
- Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.
 - Falls noch nicht geschehen, die Methodenvorlage **ASV-Bestimmung (DP, Standardaddition) manuell** laden (*siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9*).

2 Im Voltammetriebefehl die Anreicherungs- und die Sweep-Parameter anpassen

- Im Unterfenster **Methodenablauf** den Voltammetriebefehl **DP - ASV** doppelklicken.
- Auf der Registerkarte **Vorbereitung** die Spannungen und Zeiten unter **Potentiostatische Vorbereitung** entsprechend der Applikationsdokumentation oder den zu erwartenden Peakspannungen anpassen. (Soll im Beispiel die bestehende Methode um Cu erweitert werden, muss in diesem Fall hier nichts geändert werden.)
- Auf der Registerkarte **Sweep** die Start- und Endspannung entsprechend der Applikationsdokumentation oder den zu erwartenden Peakspannungen anpassen. (Soll im Beispiel die bestehende Methode um Cu erweitert werden, muss die Endspannung auf 0.05 V geändert werden, an der Startspannung ändert sich nichts.)

3 Neue Substanz in der Auswertung hinzufügen

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Substanzen**  anklicken.
- Die Registerkarte **Anerkennung** öffnen.
- Mit dem Mauszeiger in die leere Zeile fahren, die rechte Maustaste drücken und **Neu...** wählen.
Das Dialogfenster **Substanzen - Anerkennung** öffnet sich.
- Die neue Substanz (in diesem Beispiel **Cu**) eintragen.
- Die applikationsspezifischen Werte für die **Kennspannung** (beim Beispiel Cu -0.1 V) eintragen. Die Werte für **Toleranz**, **Min. Breite/Max. Breite** und **Min. Messgröße** müssen in der Regel nicht angepasst werden.
- Mit **[OK]** bestätigen.



Substanzen - Anerkennung

Messbefehl: ASV

Substanz: Cu

Aktiv

Kennspannung: -0.1 V

Toleranz: 0.05 V

Min. Breite: 0.01 V

Max. Breite: 0.5 V

Min. Messgröße: 200 pA

1 von 2

OK Schliessen

4 Konzentration der Standardlösung definieren

- Im Unterfenster **Auswertung** die Schaltfläche **Standards** anklicken.
- Bei einem gemischten Standard die Konzentration für die neue Substanz anpassen.
- Soll die Standardaddition mit einer separaten Standardlösung erfolgen, gemäss *Kapitel 4.2.3.1 auf Seite 22* vorgehen.

5 Methode speichern

- Methodentest durchführen (*siehe Kapitel 4.2.1.5, Seite 20*).
- Bei erfolgreichem Methodentest die Methode speichern (*siehe Kapitel 4.2.1.6, Seite 20*).

4.2.3.4 Zusätzliche Hilfslösung hinzufügen

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



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

2 Hilfslösung im Methodenablauf hinzufügen



HINWEIS

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

- **Konfiguration:** Lösung im Unterfenster **Lösungen** definieren (*siehe Kapitel 5.1.4, Seite 45*).
- **Methode:** Im Unterfenster **Methodenablauf** im entsprechenden **ADD AUX** Befehl den Lösungsnamen aus der Liste auswählen (*siehe Kapitel 5.2.1.3, Seite 49*).

4.2.3.5 Feste oder vorverdünnte Proben verwenden

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

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

- **Probenmenge: Probenmenge** (Menge der Probe vor dem Verdünnen)
- **Probenmengeneinheit: Probenmengeneinheit** (Einheit der Probe vor dem Verdünnen)
- **Analysenvolumen: Analysenvolumen** (Aliquot der verdünnten Probe, die für die Analyse verwendet wird)
- **Verdünnungsvolumen: Verdünnungsvolumen** (Gesamtvolumen nach dem Verdünnen)

Variablen definieren

Gehen Sie wie folgt vor, um die Variablen in **viva** zu definieren:



- 1 Im Unterfenster **Methodenablauf** den Befehl **Main track** rechtsklicken und **Eigenschaften** auswählen.
Das Fenster **START - Main track** öffnet sich.
- 2 Die Registerkarte **Probendatenvariablen** auswählen.
- 3 In der Variablen-Tabelle rechtsklicken und **Neu** auswählen.
Das Dialogfenster **Probendatenvariable - Neu** öffnet sich.
- 4 Für die erste Variable im Feld **Name Analysenvolumen** eintragen.
- 5 Im Dropdown-Menü **Zuordnung Analysenvolumen** auswählen.
- 6 Mit **[OK]** bestätigen.



Probendatenvariable - Neu

Name:

Typ:

Zuordnung:

Fixwert:

Überprüfung beim Start

Kommentar:

7 Das Vorgehen für das Verdünnungsvolumen wiederholen.

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

START - Main track

Befehlsname:

Algemein | Applikationsnotiz | **Probendatenvariablen**

	Name	Typ	Zuordnung	Fixwert	Kommentar	Überwachung
1	ID1	Text	ID1		Sample identification 1	<input type="checkbox"/>
2	ID2	Text	ID2		Sample identification 2	<input type="checkbox"/>
3	ID3	Text	ID3		Sample identification 3	<input type="checkbox"/>
4	Probentyp	Text	Probentyp		Sample type	<input type="checkbox"/>
5	Probenmenge	Zahl	Probenmenge		Sample amount	<input type="checkbox"/>
6	Probenmengenein...	Text	Probenmengenein...		Sample amount unit	<input type="checkbox"/>
7	Analysenvolumen	Zahl	Analysenvolumen		Analysenvolumen	<input type="checkbox"/>
8	Verdünnungsvolu...	Zahl	Verdünnungsvolu...		Verdünnungsvolumen	<input type="checkbox"/>

Bestimmung durchführen

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



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

- 2 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode auswählen.
- 3 Die für die Verdünnung verwendeten Mengen und Volumina in den Feldern der entsprechenden **Probendatenvariablen** eintragen (als Beispiel werden 0.5 g einer festen Probe aufgelöst und auf 100 mL aufgefüllt, 10 mL davon werden für die Bestimmung verwendet):
- **Probenmenge:** Menge der Probe vor dem Auflösen oder Verdünnen, im Beispiel **0.5**
 - **Probenmengeneinheit:** Einheit der Probenmenge vor dem Auflösen oder Verdünnen, im Beispiel **g**
 - **Analysenvolumen:** Volumen der verdünnten Probe, das zur Analyse eingesetzt wird. Die Angabe muss in mL erfolgen, im Beispiel **10** mL.
 - **Verdünnungsvolumen:** Gesamtvolumen auf das die Probe vor der Analyse verdünnt wurde. Die Angabe muss in mL erfolgen, im Beispiel **100** mL.
- 4 Die Bestimmung durchführen (*siehe Kapitel 4.2.2, Seite 21*). Das automatisch berechnete Ergebnis hat im vorliegenden Beispiel die Einheit #g/g (das richtige Präfix wird automatisch vergeben) und bezieht sich auf die 0.5 g feste Probe.



HINWEIS

Bei Methoden ohne Vorverdünnung (**Probendatenvariablen** **Analysenvolumen** und **Verdünnungsvolumen** erscheinen nicht auf dem Arbeitsplatz) wird beim Befehl **ADD SAMPLE** das unter **Probenmenge** definierte Volumen (oder auch Masse oder Stück) ins Messgefäß gegeben.

Bei Methoden mit Vorverdünnung (**Probendatenvariablen** **Analysenvolumen** und **Verdünnungsvolumen** erscheinen unterhalb der **Probenmenge** auf dem Arbeitsplatz) muss das unter **Analysenvolumen** definierte Volumen ins Messgefäß gegeben werden.

Ablauf

Einzelbestimmung | Bestimmungsserie

Status:

Bestimmungsparameter

Anwender: Probennummer:

Anmerkung:

Probendaten

Methode: Bestimmung von Cd und Pb - manuell

ID1:

ID2:

ID3:

Probentyp: Probe

Probenmenge	0.5	Probenmengeneinheit	g
Analysenvolumen	10		mL
Verdünnungsvolumen	100		mL

4.3 ASV-Bestimmung manuell mit externer Kalibrierung

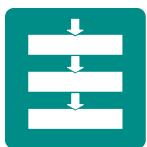
In diesem Kapitel erstellen Sie mit Hilfe von Methodenvorlagen:

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

4.3.1 Methode erstellen

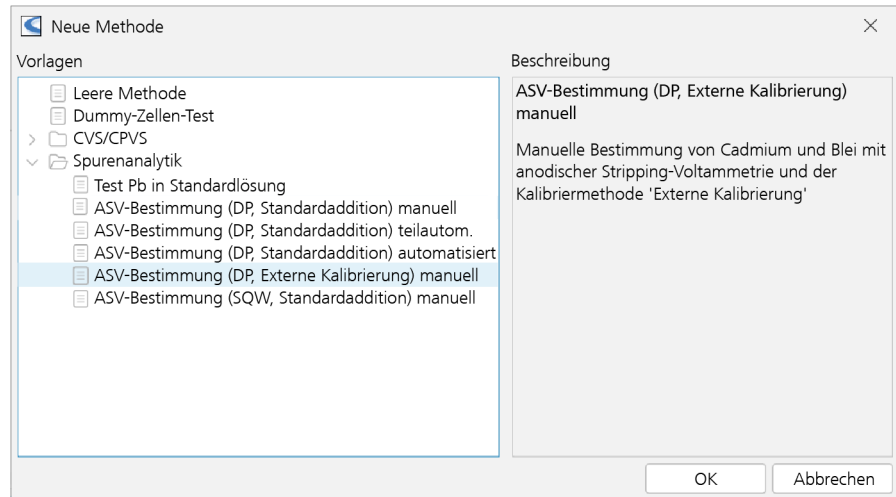
viva enthält Methodenvorlagen, welche alle erforderlichen Befehle enthalten, um eine Bestimmung durchzuführen. Diese Methodenvorlagen können individuell angepasst werden. Sie können z. B. Parameter ändern, eine andere Datenbank zum Speichern von Bestimmungen wählen oder zusätzliche Befehle hinzufügen.

4.3.1.1 Methodenvorlage laden



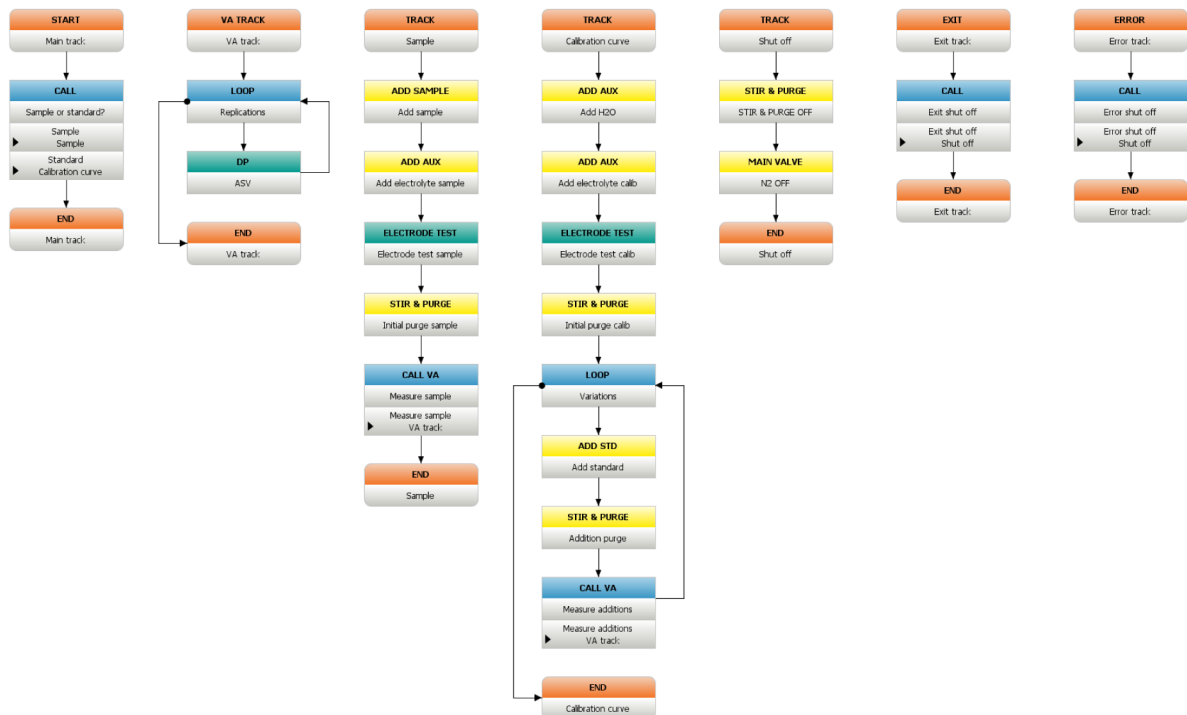
1 Das Symbol des Programmteils **Methode** anklicken.

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



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



Die Methode zur manuellen ASV-Bestimmung mit externer Kalibrierung ist grundsätzlich ähnlich aufgebaut wie die Methode zur manuellen ASV-Bestimmung mit Standardaddition (siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9). Die Methoden unterscheiden sich im Wesentlichen durch die Spur **Calibration curve**, anstelle der Spur **Standard addition**,

sowie dem bedingten Aufruf der Spuren **Sample** oder **Calibration curve** aus der Hauptspur.

Spur	Funktion
Main track	Im Fall der externen Kalibrierung ist der CALL Befehl mit einer Bedingung verknüpft, wodurch der Methodenablauf von dem auf dem Arbeitsplatz gewählten Probenotyp abhängig wird.
Calibration curve	In der Spur Calibration curve sind die Befehle enthalten, die zur Aufzeichnung der Kalibrierkurve benötigt werden. Im Unterschied zu der Spur Sample wird statt Probe Reinstwasser zugegeben. Die Anzahl Kalibrierpunkte wird im LOOP - Variations Befehl bestimmt.

CALL
Sample or standard?
▶ Sample Sample
▶ Standard Calibration curve

Kalibrierkurve aufzeichnen oder Probe messen

Die Methode startet mit dem bedingten Aufruf **CALL - Calibration or sample**. Ist auf dem Arbeitsplatz der Probenotyp **Standard** ausgewählt, wird die Spur **Calibration curve** aufgerufen. Ist der Probenotyp hingegen **Probe**, wird nur die Spur **Sample** durchlaufen.

LOOP
Variations

Anzahl Kalibrierpunkte

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

4.3.1.2 Beschreibung der Methode

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

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

Kalibrierkurve aufzeichnen

1. Wasser und Elektrolyt manuell zugeben und entlüften.
2. Eine bekannte Menge Cadmium und Blei manuell zu addieren.
3. Lösung messen.
4. Manuelle Zugabe von Cadmium und Blei wiederholen und Lösung erneut messen.
5. Zugabe und Messung so oft wiederholen, bis die in der Methode definierte Anzahl Kalibrierpunkte erreicht ist.
6. Messung beendet. Die Software speichert die Kalibrierkurve ab.

Konzentration in der Probe bestimmen

1. Probe und Elektrolyt manuell zugeben und entlüften.
2. Probe messen.
3. Messung beendet. Die Software vergleicht das Probensignal mit der Kalibrierkurve und errechnet das Ergebnis.



HINWEIS

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

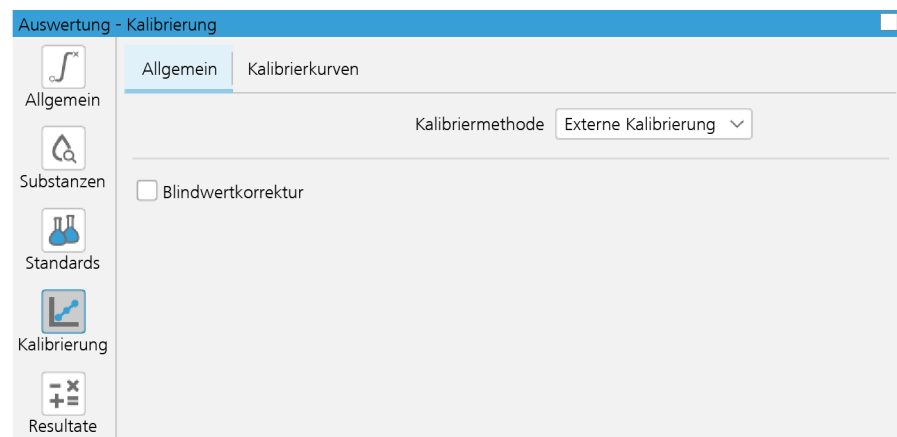
4.3.1.3 Befehlsparameter definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.3, Seite 14)

4.3.1.4 Auswertung definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.4, Seite 16)

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



4.3.1.5 Methodentest durchführen

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

- 1 Das Menü **Datei** ► **Methodentest** oder das Icon ✓ anklicken.
Die Methode wird geprüft. Nach Abschluss der Prüfung erscheint eine Meldung, die auf eventuelle Fehler hinweist.
- 2 Meldung mit **[OK]** bestätigen.

- 3 Fehler, falls vorhanden, korrigieren.
- 4 Den Methodentest so oft durchführen, bis die Meldung **013-118 Methodentest ok** erscheint.

4.3.1.6 Methode speichern

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

- 1 Über das Menü **Datei ▶ Speichern unter...** das Dialogfenster **Methode speichern** öffnen.
- 2 Im Feld **Methodenname** den Namen für die Methode eingeben (z. B. **ASV-Bestimmung mit externer Kalibrierung**).
- 3 **[Speichern]** anklicken.

4.3.2 Bestimmung durchführen

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

4.3.2.1 Kalibrierkurve aufzeichnen



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode auswählen (z. B. **ASV-Bestimmung mit externer Kalibrierung**).
- 4 In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- 5 Im Feld **Sample type (Probentyp)** **Standard** auswählen.
- 6 **[Start]** drücken.
- 7 Das in der Meldung angezeigte Volumen Wasser in das Messgefäß pipettieren. Die Zugabe durch klicken auf **[Weiter]** bestätigen.

 **Start**

Die Aufforderung für die Zugabe der Hilfslösung erscheint.

8 Das in der Meldung angezeigte Volumen der Hilfslösung in das Messgefäß pipettieren.

9 Messarm mit den Elektroden herunter klappen.

10 **[Weiter]** anklicken.

Die Messlösung wird 5 Minuten entlüftet. Danach erscheint die Aufforderung für die Zugabe der Standardlösung.



HINWEIS

Alle jetzt noch zuzugebenden Lösungen müssen über die Pipettieröffnung in das Messgefäß gegeben werden, um die Rückdiffusion von Luftsauerstoff so gering wie möglich zu halten.

11 Das in der Meldung angezeigte Volumen der Standardlösung in das Messgefäß pipettieren.

12 **[Weiter]** anklicken. Die erste Standardlösung wird zweimal gemessen. Anschliessend erscheint erneut die Aufforderung für die Zugabe der Standardlösung.

13 Das in der Meldung angezeigte Volumen der Standardlösung in das Messgefäß pipettieren.

14 **[Weiter]** anklicken. Die nächste Standardlösung wird zweimal gemessen. Anschliessend erscheint erneut die Aufforderung für die Zugabe der Standardlösung.

15 Schritte 13 und 14 so oft wiederholen, bis die Messung beendet ist. Nach Abschluss der Kalibrierung wird in der vordefinierten Datenbank und im Kalibrierdatenpool (einsehbar in der **Konfiguration** unter **Kalibrierdaten**) ein neuer Eintrag erstellt.

4.3.2.2 Konzentration in der Probe bestimmen



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

5 Teilautomatisierte Bestimmung

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

Für eine teilautomatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

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



HINWEIS

Im folgenden Beispiel wird die Probe weiterhin von Hand hinzugegeben.



Dosiereinheit initialisieren

Gehen Sie wie folgt vor:

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

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

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

Oder:

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

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

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

Port	Länge	Durchmesser
Dosierport 1	135.0 cm	2.0 mm
Dosierport 2	0.0 cm	2.0 mm
Füllport	15.0 cm	2.0 mm
Spezialport	0.0 cm	2.0 mm

4 Im Feld **Name** den Namen **5 mL Electrolyte** eintragen.

5 Im Bereich **Schlauchparameter** Länge und Durchmesser der tatsächlich angeschlossenen Schläuche und Kapillaren eintragen (siehe *Handbuch 884 Professional VA* oder das Application Bulletin (z. B. AB 425 oder 426) mit der Aufbauanleitung des entsprechenden Systems).

6 **[OK]** anklicken.

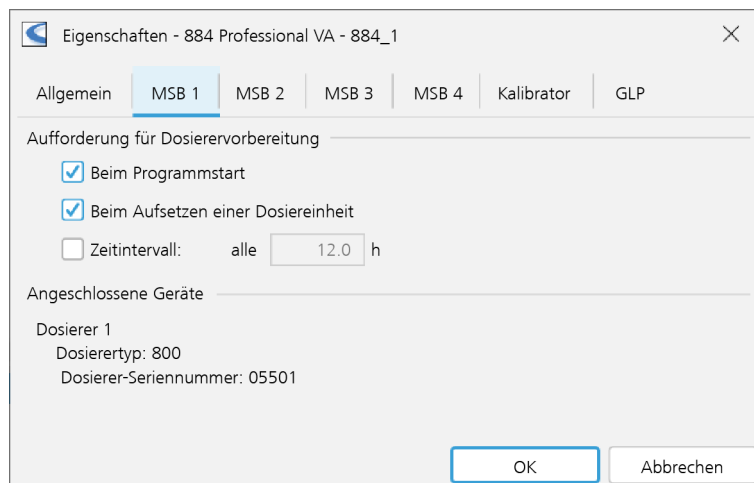
Die Dosiereinheit wird automatisch im Unterfenster **Dosiereinheiten** des Programmteils **Konfiguration** angezeigt.

7 Die andere Dosiereinheit mit dem 2 mL Zylinder anschließen und **2 mL Standard** benennen. Auch für diese Dosiereinheit die entsprechenden Schlauchlängen- und durchmesser eintragen.

Dosiereinheit vorbereiten

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

- 1 In der Gerätetabelle im Unterfenster **Geräte** den Gerätenamen des 884 Professional VA (z. B. **884_1**) auswählen und doppelklicken.
Das Dialogfenster **Eigenschaften - 884 Professional VA - 'Gerätename'** wird geöffnet.
- 2 Auf den Registerkarten **MSB 1 bis MSB 4**, im Bereich **Aufforderung für Dosierervorbereitung**, die Standardeinstellungen übernehmen.



5.1.4 Lösungen definieren

Bei der teilautomatisierten oder automatisierten Bestimmung werden die Lösungen mit einer Dosiereinheit in das Messgefäß gegeben. Die zu dosierenden Lösungen müssen im Unterfenster **Lösungen** definiert werden.

- 1 In der Konfiguration im Unterfenster **Lösungen** über das Menü **Bearbeiten ► Neu...** das Dialogfenster **Lösung** öffnen.
- 2 Die Registerkarte **Lösung** bearbeiten.
 - Im Feld **Lösungsname** den Namen **Elektrolyt** eintragen.
 - Im Auswahlfeld **Lösungstyp** den Eintrag **Hilfslösung** auswählen.
 - Im Auswahlfeld **Dosiereinheit** den Eintrag **5 mL Electrolyte** auswählen.



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

3 Registerkarte **GLP** bearbeiten (optional)

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

4 Analog die andere Lösung anlegen:

Lösungsname	Dosiereinheit	Lösungstyp
Standard	2 mL Standard	Standardlösung

5.2 ASV-Bestimmung teilautomatisiert mit Standardaddition

Eine Methode ist eine Ablaufvorschrift zur Bearbeitung einer Probe. Sie umfasst alle Bestandteile, die für die Aufnahme von Voltammogrammen nötig sind. Dazu gehören:

- Geräte und deren Parameter
- Ablauf einer Methode definieren. Er besteht aus Spuren, die aus verschiedenen Befehlen aufgebaut sind.
- Parameter für die Auswertung der Voltammogramme
- Resultatdefinitionen

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

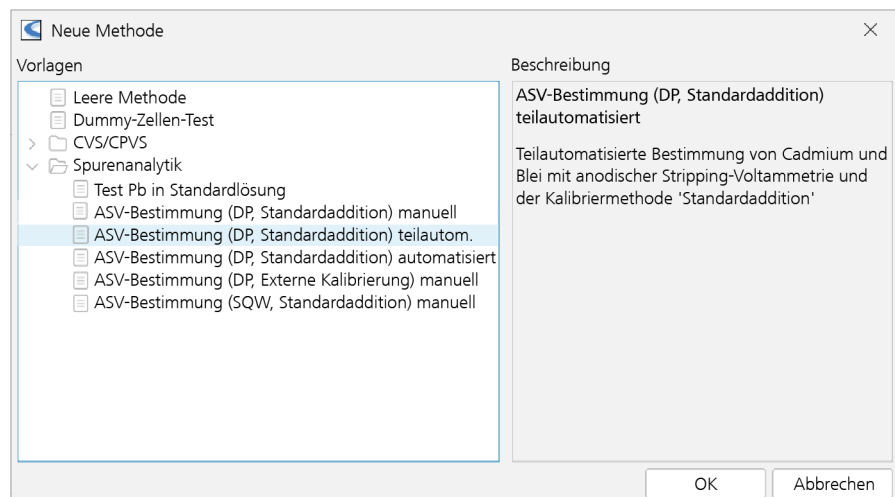
5.2.1 Methode erstellen

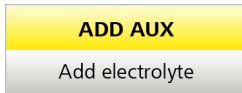
5.2.1.1 Methodenvorlage laden



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

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





Zugabe der Standard- und Hilfslösungen

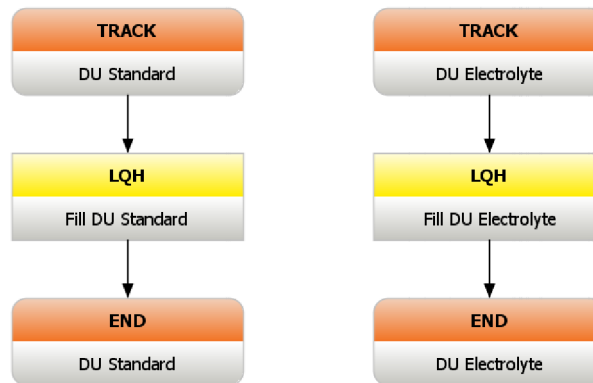
Im Befehl zur Dosierung der Standardlösung (**ADD STD - Add standard**) ist unter **Zugabe** die Checkbox **Mit Dosierer zugeben** aktiviert.

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

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

Spuren DU Standard und DU Electrolyte

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



5.2.1.3 Befehlsparameter definieren



HINWEIS

Für weitere Informationen zu den Befehlsparametern *Kapitel 4.2.1.3 auf Seite 14* beachten.

Im Gegensatz zur manuellen Bestimmung werden die Standard- und Hilfslösungen mit einem Dosino in das Messgefäß dosiert.



1 Den Befehl **ADD STD - Add standard** doppelklicken. Das Dialogfenster **ADD STD - Add standard** wird geöffnet.

2 Unter **Lösung Standard** auswählen



HINWEIS

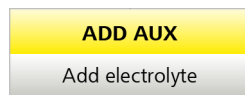
Für Lösungen, die über eine Kapillare (< 1 mm Innendurchmesser, wie z. B. die 4-fach-Mikrodosierspitze) zugegeben werden, sollte die Dosierrate nicht grösser als 2 mL/min sein.

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



HINWEIS

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



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

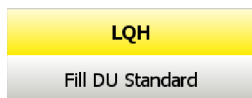
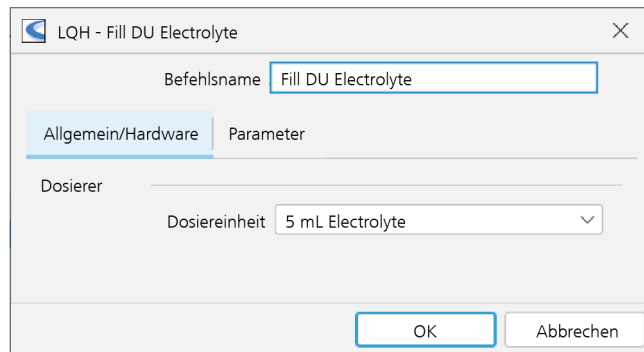
- 5** Unter **Lösung Elektrolyt** auswählen.

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



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

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



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

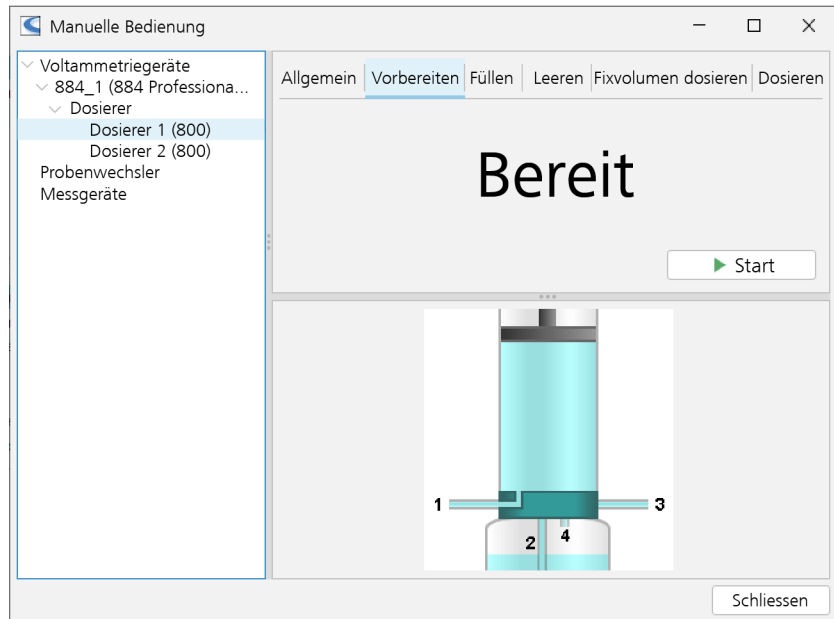
5.2.1.4 Auswertung definieren

(siehe Kapitel 4.2.1.4, Seite 16)

5.2.1.5 Methodentest durchführen

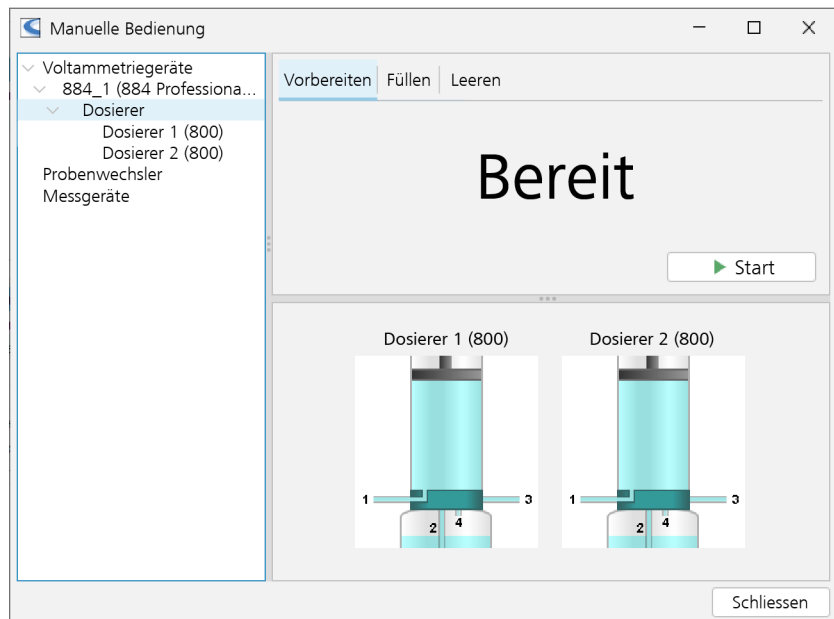
Um die Methode vor dem Speichern auf Plausibilität zu testen, gehen Sie wie folgt vor:

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



oder

Dosierer auswählen, um alle angeschlossenen Dosierer vorzubereiten.



3 Messgefäß entfernen und einen Abfallbecher unter den Messkopf in die Auffangwanne stellen.

4 Die Registerkarte **Vorbereiten** auswählen und **[Start]** drücken.

- 5 Um eine Verdünnung oder Verunreinigung der Lösung im Dosierzylinder zu vermeiden, empfiehlt es sich, die Dosiereinheiten ein zweites Mal vorzubereiten. Dazu Schritt 4 wiederholen.
- 6 Nachdem die Vorbereitung beendet ist, das Messgefäß in den Halter am Gerät einsetzen und den Messkopfarm absenken.

Bestimmung durchführen



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Einzelbestimmung** wählen.
- 3 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - teilautomatisiert**) auswählen.
- 4 In den Feldern **ID1 - ID3** bei Bedarf die zur Charakterisierung der Probe nötigen Proben-IDs eintragen.
- 5 Im Feld **Sample type (Probentyp)** die Option **Probe** auswählen.
- 6 Im Feld **Sample amount (Probenmenge)** das Probenvolumen (z. B. **10**) angeben und für die **Sample amount unit (Probenmengen-einheit)** **mL** auswählen.
- 7 Um die Analyse zu starten, **[Start]** drücken.
Die Aufforderung für die Zugabe der Probe erscheint.

▶ Start

- 8 Das in der Meldung angezeigte Probenvolumen in das Messgefäß pipettieren.

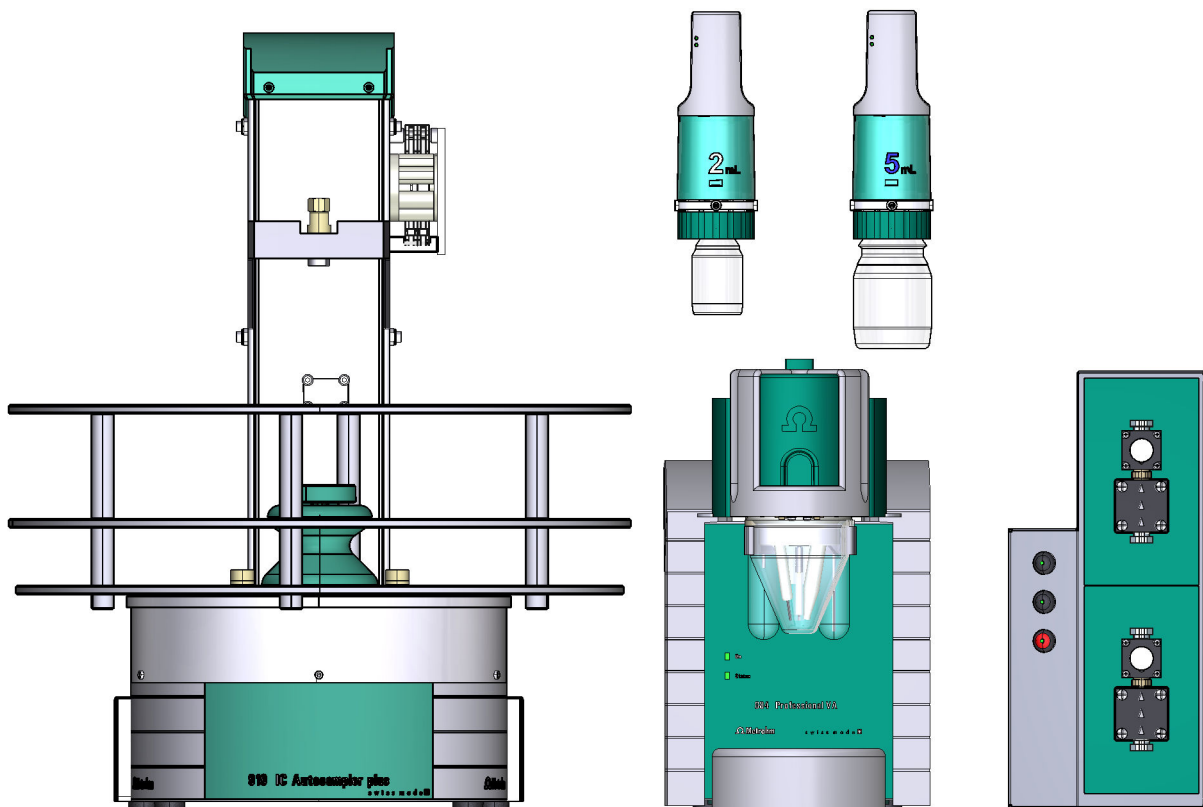
- 9 **[Weiter]** anklicken.

Die Bestimmung wird gestartet. Die Hilfslösung und später auch die Standardlösung werden automatisch dosiert. Nach Abschluss der Bestimmung wird in der vordefinierten Datenbank ein neuer Eintrag erstellt.

6 Automatisierte Bestimmung

Für eine automatisierte Bestimmung wird folgende Ausrüstung benötigt:

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



6.1 Konfiguration

6.1.1 Geräte konfigurieren

884 Professional VA

(siehe Kapitel 4.1.1, Seite 7).

919 IC Autosampler plus

1 Gerät anschliessen

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

2 Gerät einschalten

Die Geräteparameter des 919 IC Autosampler plus werden automatisch erkannt.

Die folgende Meldung erscheint:

009-108 Gerät speichern – Das neue Gerät '919.0020 IC Autosampler plus' mit Seriennummer 'Seriennummer' wurde erkannt. – Soll es in der Gerätetabelle gespeichert werden?

3 Gerät in Tabelle speichern

Die Meldung mit **[Ja]** bestätigen.

Das Dialogfenster **Eigenschaften - 919 IC Autosampler plus** -'Gerätename' wird geöffnet.

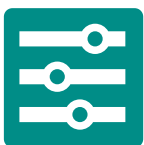
4 Gerätenamen ändern (optional)

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

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

5 Turmparameter definieren

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



- Die Registerkarte **Turm** wählen.

Eigenschaften - 919.0020 IC Autosampler plus - 919 IC Autosampl...

Ausgangsposition | MSB 1 | MSB 2 | MSB 3 | GLP

Allgemein | **Turm** | Rack

Turmparameter

Max. Liftweg mm

Min. Becherradius mm

Liftgeschwindigkeit mm/s

Achsenabstand mm

Swing Head

Seriennummer

Schwenkposition mm

Spülposition mm

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

- Im Feld **Max. Liftweg** den Wert **135** eintragen.

6 Rackparameter definieren

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

Eigenschaften - 919.0020 IC Autosampler plus - 919 IC Autosampl...

Ausgangsposition | MSB 1 | MSB 2 | MSB 3 | GLP

Allgemein | Turm | **Rack**


Rackname

Rackcode

Anzahl Positionen

Drehgeschwindigkeit %s

- Die Schaltfläche **[Rackdaten]** anklicken.

- Die Registerkarte **Bewegen** öffnen.
- Im Bereich **Rackposition** in Feld **Zielposition** die Nummer der Position eingeben, in die das Probenvial eingesetzt wurde.
- Im Bereich **Rackposition** auf **[Start]** klicken. Die eingestellte Rackposition wird angefahren.
- Im Bereich **Liftposition** in Feld **Zielposition** die Position **Arbeitsposition** wählen.
- Im Bereich **Liftposition** auf **[Start]** klicken. Die eingestellte Liftposition wird angefahren.
- Im Bereich **Liftposition** mit der Pfeiltaste  die Nadel langsam nach unten bewegen, bis sie nicht mehr als 0.5 mm über dem Boden des Probenvials steht.



HINWEIS

Lässt sich die Nadel nicht weit genug herunter fahren, so ist in den Geräteeigenschaften des 919 IC Autosampler plus der **Max. Liftweg** zu klein eingestellt (*siehe "919 IC Autosampler plus", Seite 56*).

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

800 Dosino mit 807 Dosing Unit anschliessen

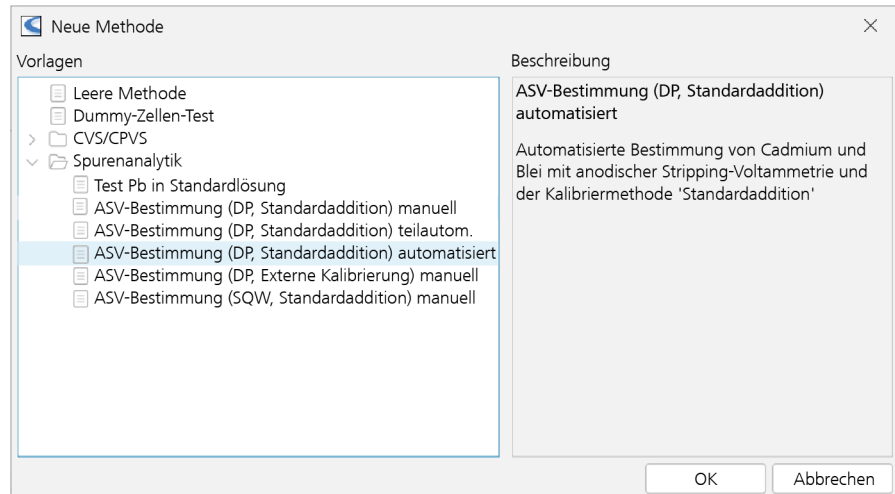
(*siehe "800 Dosino mit Dosiereinheit anschliessen", Seite 42*)

Dosiereinheit in 884 Professional VA initialisieren

(*siehe "Dosiereinheit initialisieren", Seite 43*)

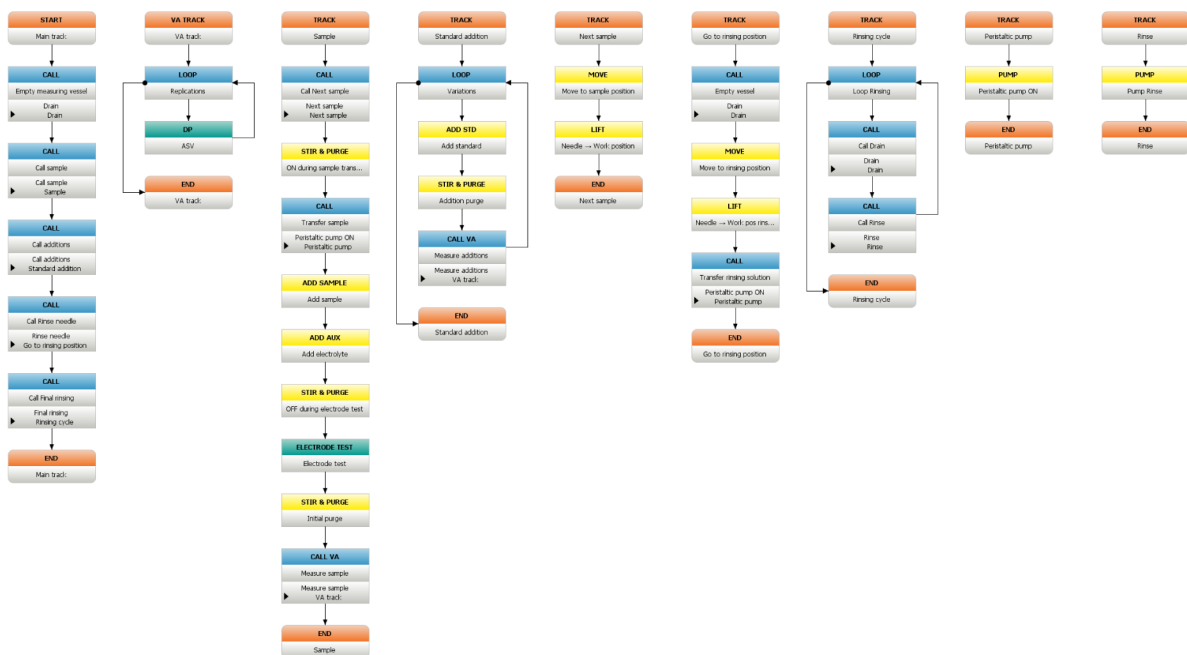
6.1.2 Elektroden konfigurieren

(*siehe Kapitel 4.1.2, Seite 8*)



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

Die Methodenvorlage wird geöffnet.



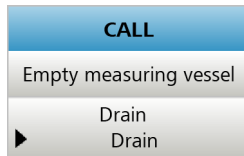
Die Auswertung unterscheidet sich nicht von der einer manuellen oder teilautomatisierten Bestimmung mit Standardaddition.

Der Methodenablauf der automatisierten ASV-Bestimmung entspricht weitgehend dem Ablauf der manuellen ASV-Bestimmung (siehe Kapitel 4.2.1.1, Seite 9) und der teilautomatisierten ASV-Bestimmung (siehe Kapitel 5.2.1.1, Seite 47). Zur Steuerung des Probenwechslers,

7. Zweifach aufgestockte Lösung messen
8. Transferschlauch spülen
9. Messgefäß spülen
10. Messung beenden

Messgefäß entleeren

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



Aktiviert die Pumpe zum Absaugen der Restflüssigkeiten im Messgefäß.

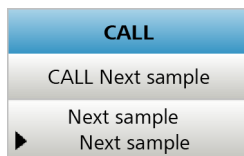
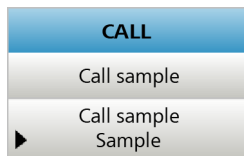


HINWEIS

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

Probe automatisiert hinzufügen und entlüften

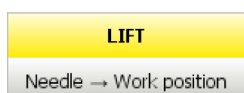
Ruft die **Sample** Spur auf, welche im Grundlegenden die Schritte zum Hinzufügen und Entlüften der Probe enthält. Die **Sample** Spur setzt sich aus folgenden Befehlen zusammen, die in der angegebenen Reihenfolge ausgeführt werden:



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



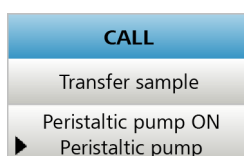
Das Rack mit der nächsten Probe wird zur Nadel bewegt.



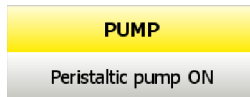
Der Arm des Probenwechslers fährt in die Arbeitsposition, d.h. die Nadel wird in die Probe eingetaucht.



Schaltet den Rührer und das Entlüften ein.



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



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



HINWEIS

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

Die Zugabe der Hilfslösung (Elektrolyt) über den Dosino, sowie der Elektrodentest und das Entlüften der Messlösung funktionieren analog zur teilautomatisierten (siehe Kapitel 5.2.1.2, Seite 48), respektive manuellen Bestimmung (siehe Kapitel 4.2.1.2, Seite 11).

Schaltet den Rührer und das Entlüften aus.



Probe messen

Das Messen der Probe funktioniert analog zur manuellen ASV-Bestimmung (siehe "Probe messen", Seite 12).

Standardlösung automatisiert hinzufügen und entlüften

Die automatische Zugabe der Standardlösung über einen Dosino funktioniert analog zur teilautomatisierten Bestimmung (siehe Kapitel 5.2.1.2, Seite 48).

Einfach aufgestockte Lösung messen

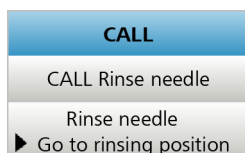
Das Messen der einfach aufgestockten Lösung funktioniert analog zur manuellen ASV-Bestimmung (siehe "Einfach aufgestockte Lösung messen", Seite 13).

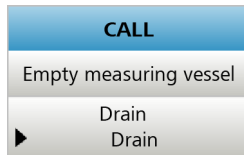
Zweifach aufgestockte Lösung messen

Das Messen der zweifach aufgestockten Lösung funktioniert analog zur manuellen ASV-Bestimmung (siehe "Zweifach aufgestockte Lösung messen", Seite 13).

Transferschlauch spülen

Ruft die **Go to rinsing position** Spur auf.

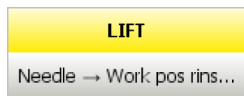




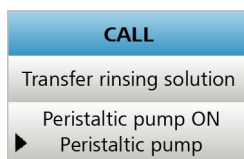
Ruft die **Drain** Spur zum Entleeren des Messgefäßes erneut auf.



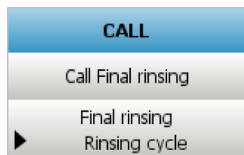
Die Spülflüssigkeit (Reinstwasser) auf dem Rack wird zur Nadel bewegt. Die Position der Spüllösung wird automatisch durch die im Feld **Nummer** eingetragene Formel "= 'SD.Sample position' + 28" errechnet.



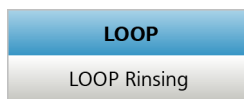
Der Arm des Probenwechslers fährt in die Arbeitsposition, d.h. die Nadel wird in die Spülflüssigkeit eingetaucht.



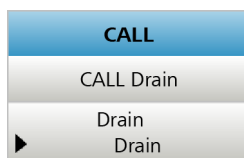
Ruft die **Peristaltic pump** Spur erneut auf, diesmal zum Spülen des Transferschlauchs.



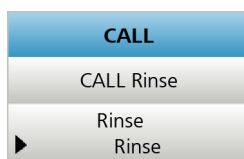
Ruft die **Rinsing cycle** Spur auf. Diese dient dazu das Messgefäß zu entleeren und anschliessend mit Frischwasser zu befüllen.



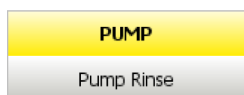
Der Vorgang zum Entleeren und Spülen des Messgefäßes wird so oft wiederholt, wie im **LOOP - LOOP Rinsing** Befehl definiert.



Ruft die **Drain** Spur zum Entleeren des Messgefäßes erneut auf.



Ruft die **Rinse** Spur zum Spülen des Messgefäßes auf.

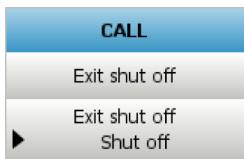


Aktiviert die Pumpe zum Spülen des Messgefäßes.



HINWEIS

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



Messung beenden

Ruft die **Shut off** Spur auf.



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



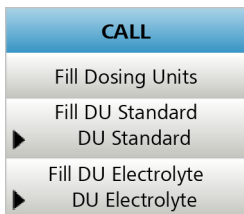
Der Arm des Probenwechslers mit der Nadel fährt in die Ruheposition.



Der Rührer und das Entlüften der Messlösung werden deaktiviert.



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



Ruft die Spuren zum Befüllen der Dosinos auf (*siehe Kapitel 5.2.1.2, Seite 48*).

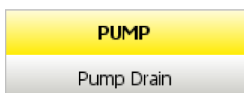
6.2.1.3 Befehlsparameter definieren



HINWEIS

Für weitere Informationen zu den Befehlsparametern *Kapitel 4.2.1.3 auf Seite 14* und *Kapitel 5.2.1.3 auf Seite 49* beachten.

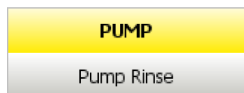
Zusätzlich zu den Befehlsparametern, die bereits in den Kapiteln der manuellen und teilautomatisierten Bestimmung beschrieben sind, müssen die Pumpzeiten der Peristaltikpumpe und der externen Pumpen definiert werden. Dazu wie folgt vorgehen:



- 1** Den Befehl **PUMP - PUMP Drain** doppelklicken.
Das Dialogfenster **PUMP - PUMP Drain** wird geöffnet.

- 2** Im Feld **Betriebsdauer** die gewünschte Pumpzeit eintragen. Als Richtwert für die Pumpzeit kann die Tabelle unten dienen.

- 3 Mit **[OK]** bestätigen.



- 4 Den Befehl **PUMP - PUMP Rinse** doppelklicken.

Das Dialogfenster **PUMP - PUMP Rinse** wird geöffnet.

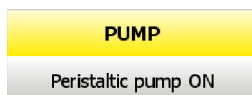
- 5 Im Feld **Betriebsdauer** die gewünschte Pumpzeit eintragen und mit **[OK]** bestätigen.



HINWEIS

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

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



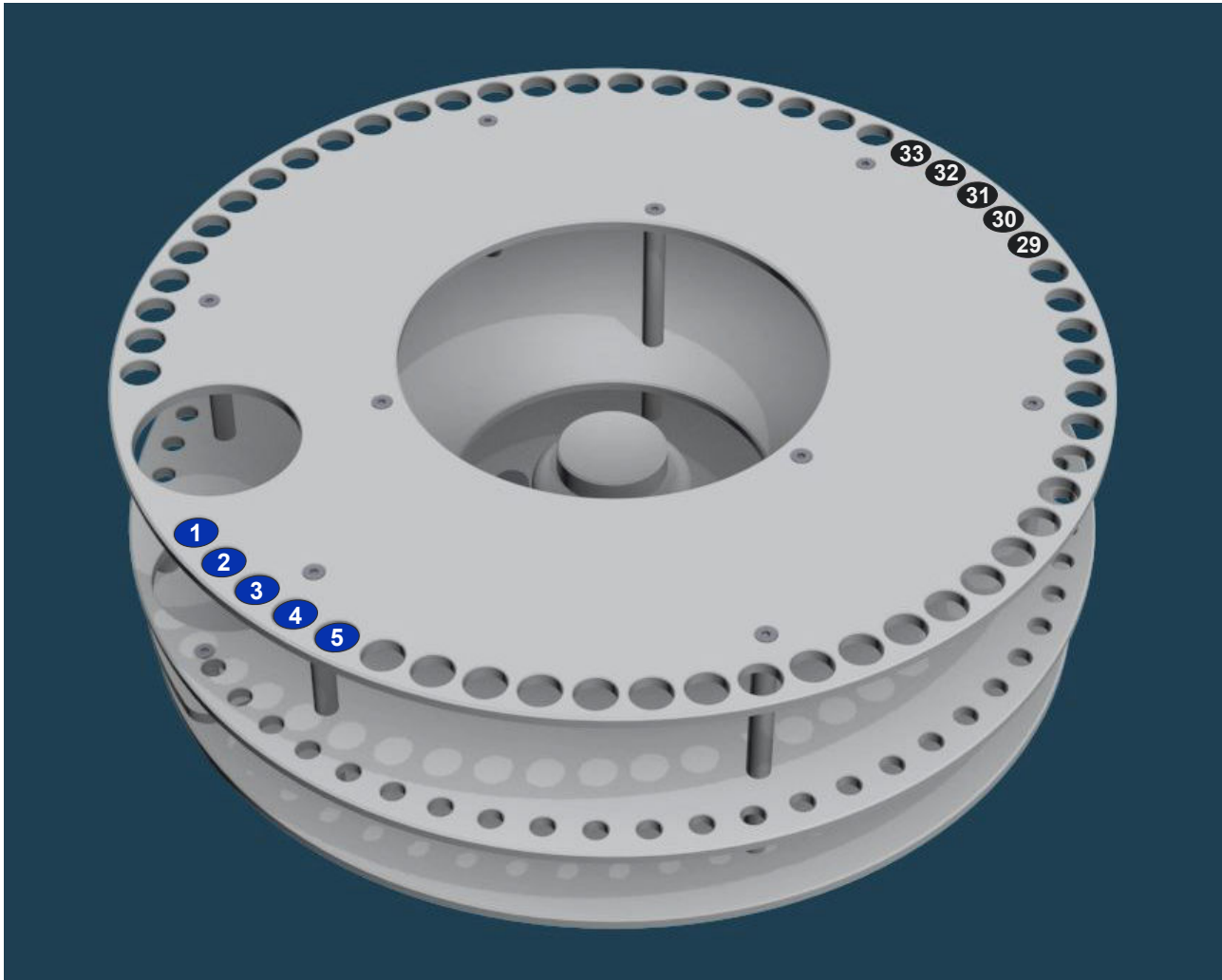
- 6 Den Befehl **PUMP - Peristaltic pump ON** doppelklicken. Das Dialogfenster **PUMP - Peristaltic pump ON** wird geöffnet.

- 7 Im Feld **Betriebsdauer** die gewünschte Pumpzeit eintragen und mit **[OK]** bestätigen.

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

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

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



- Probe
- Spüllösung (dest. Wasser)

Dosiereinheit vorbereiten

(siehe "Dosiereinheit vorbereiten", Seite 52)

Probentabelle erstellen



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

Ablauf

Einzelbestimmung | **Bestimmungsserie**

Status:

Bestimmungsparameter

Anwender: Probennummer:

Anmerkung:

Autostart: von

Probendaten

	Methode	ID 1	ID2	ID3	Probentyp	Probenposition	Proben
▶ *							

- 3 Über die Schaltfläche **[Bearbeiten]** ► **Zeile bearbeiten** das Dialogfenster **Zeile bearbeiten - Arbeitsplatzprobentabelle - Arbeitsplatz 'Name'** öffnen.
- 4 Im Feld **Methode** die aus der Methodenvorlage erstellte Methode (z. B. **Bestimmung von Cd und Pb - automatisiert**) auswählen.

Zeile bearbeiten - Arbeitsplatzprobentabelle - Arbeitsplatz

Methode: ...

ID1:

ID2:

ID3:

Probentyp:

Probenposition:

Probenmenge:

Analysenvolumen:

Verdünnungsvolumen:

Sample amount unit:

mL

mL

Zeile: von 1


5 Probeninformationen eingeben



HINWEIS

In der Probentabelle müssen ausschliesslich die Positionen der Proben definiert werden. Die Positionen der Spüllösungen ergeben sich aus der Formel " = 'SD.Sample position' + 28" im Befehl **MOVE - MOVE to rinsing position.**

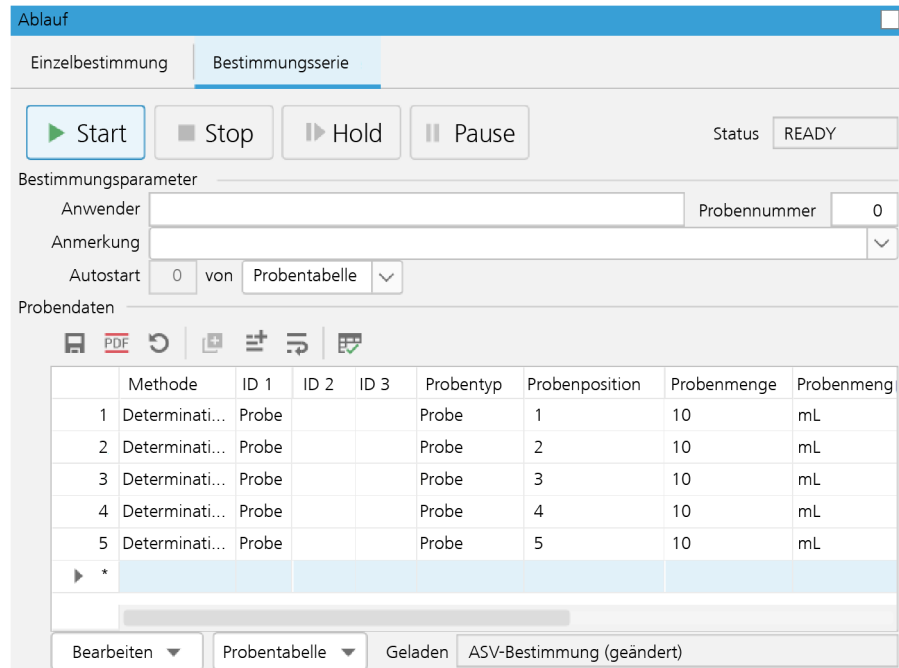
Geben Sie in die Felder folgende Werte ein:

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

6 Probentabelle speichern

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

Die vollständige Tabelle sieht wie folgt aus:



6.2.3 Bestimmung durchführen

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



- 1 Das Symbol des Programmteils **Arbeitsplatz** anklicken.
- 2 Im Unterfenster **Ablauf** die Registerkarte **Bestimmungsserie** wählen.
- 3 Über die Schaltfläche **Probentabelle ► Laden...** die zuvor gespeicherte Probentabelle **ASV-Bestimmung** laden.
- 4 Probenrack entsprechend der Probentabelle mit Probe und Spüllösung bestücken.
- 5 Sicherstellen, dass die zu verwendenden Dosiereinheiten mit den entsprechenden Lösungen (Elektrolyt, Standard) gefüllt sind.
- 6 Um die Analyse zu starten, **[Start]** drücken.

 *Start*

Die Analyse wird gestartet. Die Probe wird automatisch ins Messgefäß transferiert. Hilfslösung und Standard werden an der entsprechenden Stelle im Ablauf automatisch dosiert. Am Ende der

Bestimmung wird das Messgefäß entleert und gespült. Nach Abschluss der Analyse wird in der vordefinierten Datenbank ein neuer Eintrag erstellt. Danach wird die nächste Probe analysiert, bis alle Proben in der Probentabelle abgearbeitet sind.

7 Bestimmungen bearbeiten

7.1 Bestimmungen sichten

Sie haben mehrere Möglichkeiten, Ihre Bestimmungen auszuwählen und zu sichten:

- nach einer Spalte sortieren
- über einen Schnellfilter finden
- mit einem Spezialfilter finden
- über das Menü **Suchen**

Sortieren



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

2 Erster Klick in der Tabelle mit allen Datensätzen auf einen Spaltentitel, nach dem sortiert werden soll.

Die Tabelle wird nach der ausgewählten Spalte in aufsteigender Reihenfolge sortiert.

3 Zweiter Klick auf denselben Spaltentitel.

Die Tabelle wird nach der ausgewählten Spalte in absteigender Reihenfolge sortiert.

Schnellfilter

1 Das Menü **Bestimmungen** ► **Filter** ► **Schnellfilter** anklicken.

Der Cursor erhält ein spezielles Filtersymbol. Beim Navigieren innerhalb der Tabelle werden die Zellen, in denen sich der Cursor befindet, gelb hinterlegt.

2 Den Cursor in eine Zelle setzen, die als Filterkriterium dient, und mit der linken Maustaste doppelklicken.

Die Datensätze werden nach dem Inhalt des gewählten Tabellenfeldes gefiltert. Innerhalb der gefilterten Tabelle kann der Schnellfilter erneut angewendet werden.

Spezialfilter

Mit dem Spezialfilter haben Sie die Möglichkeit, die Filterbedingungen detailliert festzulegen.

- 1 Über das Menü **Bestimmungen ► Filter ► Spezialfilter...** das entsprechende Dialogfenster öffnen.
- 2 Über das Menü **Bearbeiten ► Zeile bearbeiten** das Dialogfenster **Filterbedingung Neuer Filter bearbeiten** öffnen.

Filterbedingung Neuer Filter bearbeiten

Verknüpfung
UND

Feld
Weitere...

Bedingung

Gross-/Kleinschreibung beachten
 Stern (*) als Platzhalter verwenden

OK Abbrechen

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

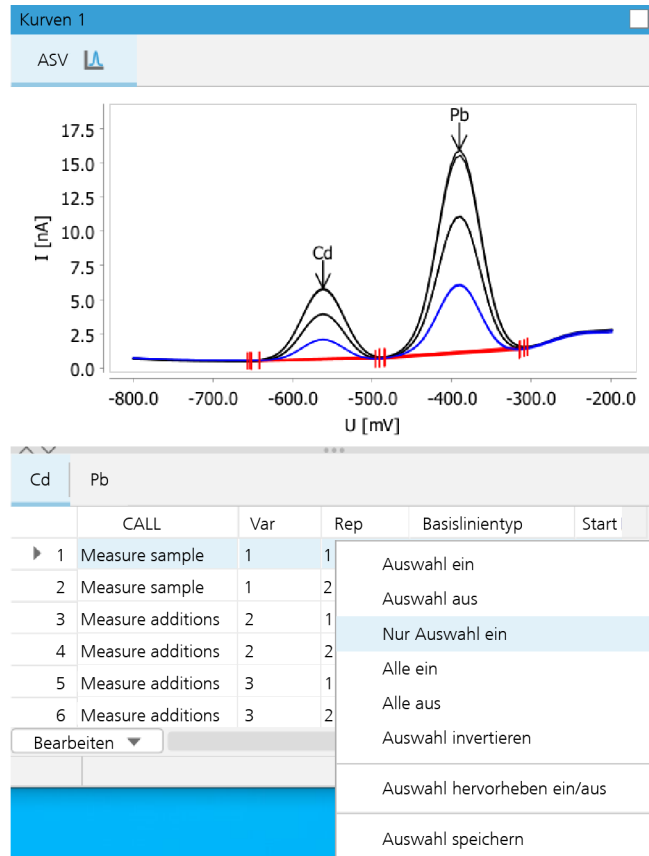
Zoom zurücksetzen

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

Darstellung der Messkurve ändern

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

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




2 Linienanzeige ändern

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


3 Achsenbeschriftung ändern

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

Kalibrierkurve darstellen

- 1 In der Übersichtstabelle einen Datensatz markieren.
- 2 Im Unterfenster **Kurven 1** auf das Symbol  klicken.
Die Kalibrierkurve und die Kalibrierfunktion werden dargestellt.

Messkurven darstellen

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

7.3 Bestimmungen nachbearbeiten


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

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

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

7.3.1 Nachbearbeitung öffnen



- 1 Klicken Sie auf das Symbol des Programnteils **Datenbank**.
- 2 **Bestimmung zum Nachbearbeiten öffnen**
 - Im Unterfenster **Bestimmungsübersicht** eine Bestimmung auswählen.
 - Über das Menü **Bestimmungen ► Nachbearbeiten...** oder das Symbol  das Dialogfenster **Nachbearbeiten** öffnen.

7.3.2 Peakerkennung anpassen

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (siehe Kapitel 7.3.1, Seite 79).
- Im Unterfenster **Änderungen** auf der Registerkarte **Methode** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken.
Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.
- Im Unterfenster **Auswertung - Substanzen** die Registerkarte **Anerkennung** wählen.

2 Peakerkennung anpassen

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

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

3 Nachberechnen

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

4 Änderungen in die Datenbank übernehmen

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

7.3.3 Basislinien und Fusspunkte in der Methode ändern

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 79*).
- Im Unterfenster **Änderungen** auf der Registerkarte **Methode** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken.
Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.
- Im Unterfenster **Auswertung - Substanzen** die Registerkarte **Basislinien** wählen.

2 Basislinien und Fusspunkte anpassen

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

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

3 Nachberechnen

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

Auswahl der Basislinienparameter

Welche Basislinienparameter möchten Sie beim Nachberechnen der Bestimmungen anwenden?

Basislinienparameter jeder einzelnen Bestimmung

Basislinienparameter der aktuell gewählten Bestimmung

Basislinienparameter der Methode

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

4 Änderungen in die Datenbank übernehmen

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

7.3.4 Basislinien und Fusspunkte für einzelne Kurven anpassen

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 79*).

2 Basislinien und Fusspunkte anpassen

- Im Unterfenster **Resultatanzeige** die Registerkarte **Kurven** öffnen.
- In der Tabelle unterhalb der Messkurven die Kurven markieren, für die die Basislinien oder Fusspunkte angepasst werden sollen. Um nur die Kurven anzuzeigen, die bearbeitet werden sollen, wie *auf Seite 77* beschrieben vorgehen.
- Bearbeiten ► Basislinienparameter ► Eigenschaften...** auswählen. Alternativ die gewünschte Messkurve doppelklicken.
- Im Dialogfenster **Substanzen - Basislinie** die Parametrierung nach Bedarf anpassen.

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

3 Nachberechnen

- Im Dialogfenster **Nachbearbeiten** die Schaltfläche **Nachberechnen** anklicken.
Die folgende Meldung erscheint:

Auswahl der Basislinienparameter

Welche Basislinienparameter möchten Sie beim Nachberechnen der Bestimmungen anwenden?

Basislinienparameter jeder einzelnen Bestimmung

Basislinienparameter der aktuell gewählten Bestimmung

Basislinienparameter der Methode

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

4 Änderungen in die Datenbank übernehmen

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

7.3.5 Konzentration und Volumen von Standards anpassen




HINWEIS

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

1 Nachbearbeitung öffnen

- Nachbearbeitung öffnen (*siehe Kapitel 7.3.1, Seite 79*).
- Im Unterfenster **Änderungen** auf der Registerkarte **Methode** die Schaltfläche **Methode ändern** anklicken. Das Dialogfenster **Methodeneditor** wird geöffnet.

2 Konzentration des Standards anpassen

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

- Mit **[OK]** bestätigen.

4 Nachberechnen

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

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

5 Änderungen in die Datenbank übernehmen

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

7.3.6 Probenmenge und Volumen von Hilfslösungen anpassen



HINWEIS

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

7.4 Reportvorlage bearbeiten

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

Reportvorlage öffnen

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

- 1 Programmteil **Datenbank** auswählen.
- 2 Gewünschte Datenbank öffnen.
- 3 In der Bestimmungsübersicht eine oder mehrere Bestimmungen auswählen.
- 4 Das Symbol  oder den Menüpunkt **Extras ► Reportvorlagen ► Öffnen...** anklicken.
Das Programmfenster **Reportvorlage öffnen** wird geöffnet.
- 5 Reportvorlage **DE Report kurz V3_0** auswählen.
- 6 **[Öffnen]** anklicken.
Das Programmfenster mit der ausgewählten Reportvorlage wird geöffnet.

File Edit View Insert Extras Help Reportvorlage - DE Report kurz V... 100 %

viva **Resultatreport** 2023-08-16 11:36:05 UTC+2
Seite 1 von 1 <System\Anwender>

Bestimmung

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

Probendaten

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


<Fixreport: ResultList>

<Fixreport: Curves>

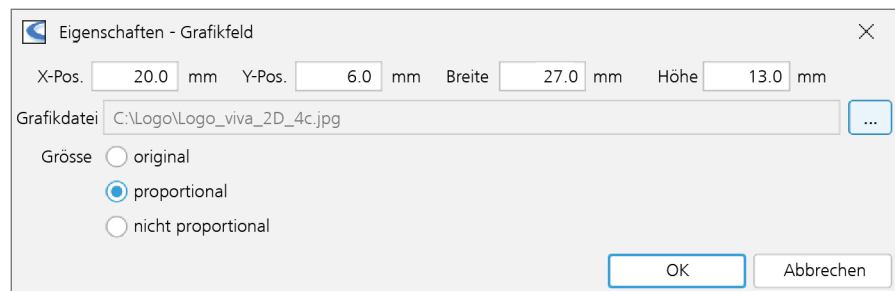
Lizenz ID	<System\Lizenz-ID>
Programmversion	<System\Programm>
Client	<System\Client-ID>


Metrohm

Bild austauschen


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

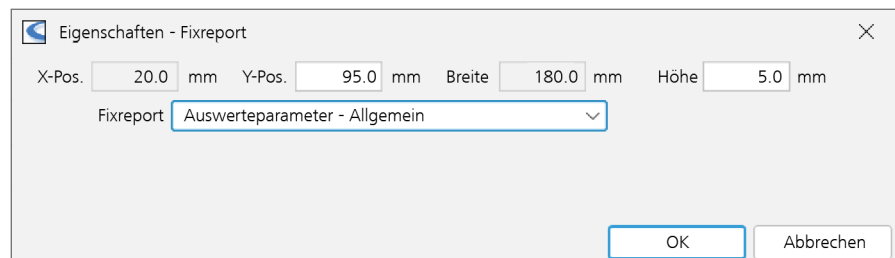
Das Eigenschaftenfenster zum Grafikfeld wird automatisch geöffnet.



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

Neuen Fixreport einfügen

- 1 Das Symbol  auf der Bausteingleiste auswählen und durch Aufziehen eines Feldes mit der linken Maustaste auf der Reportvorlage platzieren.
Das Eigenschaftenfenster zum Fixreport wird automatisch geöffnet.



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

Reportvorlage speichern

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


Das Dialogfenster **Reportvorlage speichern** wird geöffnet.

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

Die Reportvorlage wird unter dem gewünschten Namen gespeichert.

7.5 Bestimmungsreport drucken

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

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

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

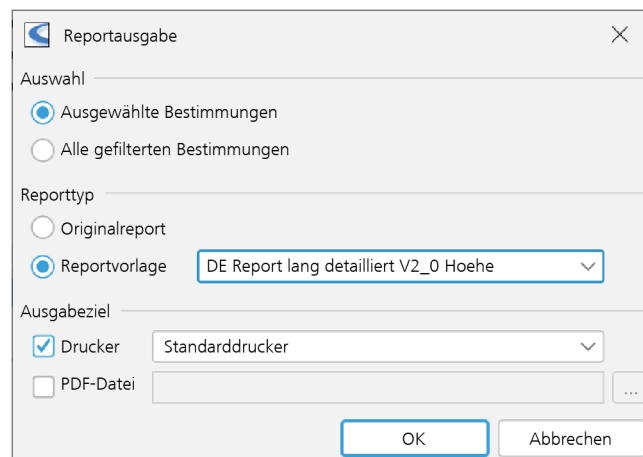
- 4 **[Öffnen]** anklicken.

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

- 5 Gewünschte Bestimmungen auswählen.

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

Das Dialogfenster **Reportausgabe** wird geöffnet.



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

8 Unter **Ausgabeziel** das Kontrollkästchen **Drucker** und/oder **PDF-Datei** auswählen.



HINWEIS

Werden mehrere Reports gleichzeitig als PDF-Datei ausgegeben, wird dem Dateinamen automatisch ein Index angehängt.

9 Im Dialogfenster **Reportausgabe [OK]** anklicken.

Die Reports der ausgewählten Bestimmungen werden ausgegeben.



Standards 83
Vorbereitungen 3
Ausrüstung 3

Lösungen herstellen 4

Z
Zoom 76