

Application Note AN-DV-001

DropView-Lösungen zur Bearbeitung elektrochemischer und optischer Ergebnisse

Vier wichtige Software-Tools für die Bearbeitung und Analyse von Messkurven

Elektrochemie, Spektroskopie und Spektroelektrochemie (SEC) sind in vielen Bereichen weit verbreitete Techniken. Allerdings sind die aus diesen Analysen erhaltenen Messkurven bzw. Messdaten sehr unterschiedlich und nicht alle elektrochemische Peaks und spektroskopische Banden können auf die gleiche Weise ausgewertet werden.

In dieser Application Note werden vier Tools vorgestellt, die in den Softwares DropView 8400 und DropView SPELEC enthalten sind und sowohl die Bearbeitung als auch die Analyse der erfassten Messkurven und Messdaten erleichtern. Die Auswahl des geeigneten Auswerteverfahrens kann den Messprozess unterstützen und somit die Analyse der Ergebnisse erleichtern. Die folgenden Auswerteoptionen werden im Detail erläutert: automeasurement, on curve measurement, free measurement, und step measurement.

INSTRUMENTIERUNG UND SOFTWARE

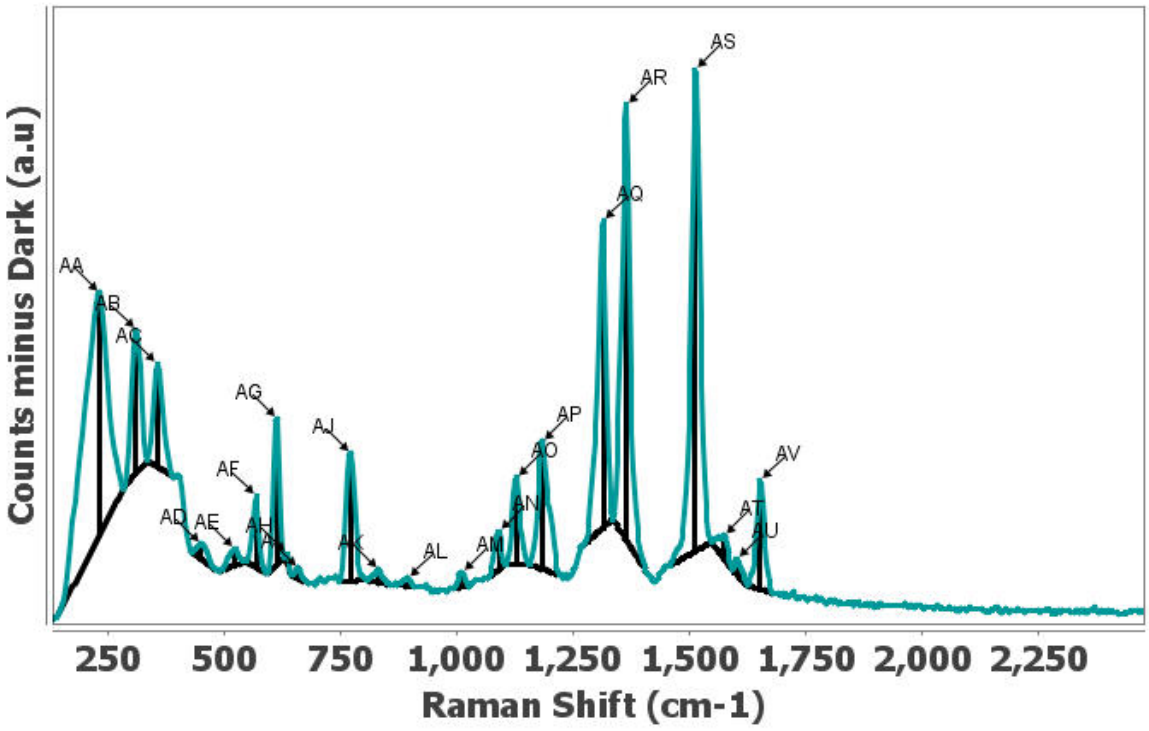
Die in dieser Studie gezeigten Messkurven wurden mit den Messgeräten SPELEC und µStat 400 aufgenommen, die mit der Software DropView SPELEC- bzw. DropView 8400-Software gesteuert werden. Das Messgerät SPELEC ist ein kombiniertes Messsystem, das für elektrochemische, optische und spektroelektrochemische Messungen in verschiedenen Spektralbereichen verwendet werden kann. Das Messgerät µStat 400 ist ein portabler Bipotentiostat/Galvanostat. DropView SPELEC ist eine fortschrittliche und spezielle Software, die spektroelektrochemische Messdaten in Echtzeit erfasst und spezielle Tools für die Datenverarbeitung und -analyse enthält. Die Software DropView 8400 liefert elektrochemische Messdaten und enthält verschiedene Tools für die Datenverarbeitung. In den folgenden Abschnitten werden die verschiedenen Tools zur Auswertung elektrochemischer und spektroskopischer Signale ausführlich erläutert.

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Vier der in den Programmen DropView 8400 und DropView SPELEC verfügbaren Tools wurden implementiert, um Auswertungen an elektrochemischen und spektroskopischen Kurven durchzuführen, wie nachfolgend aufgeführt:

Automeasurement (Software-Symbol)

Dieses Tool ist für automatische Auswertungen an einer Messkurve geeignet. Die Anwendung dieses Tools ist dabei äußerst einfach. Es wird zunächst die gewünschte elektrochemische oder spektroskopische Messkurve und anschließend das Tool *"automeasurement"* ausgewählt. Abbildung 1 zeigt das Ergebnis der Auswertung eines gemessenen Raman-Spektrums mit dem Tool *"automeasurement"*. Wie in der Abbildung zu sehen ist, erkennt dieses Tool alle Raman-Banden und zeigt zudem die mit jeder Bande verbundenen Detailinformationen an.



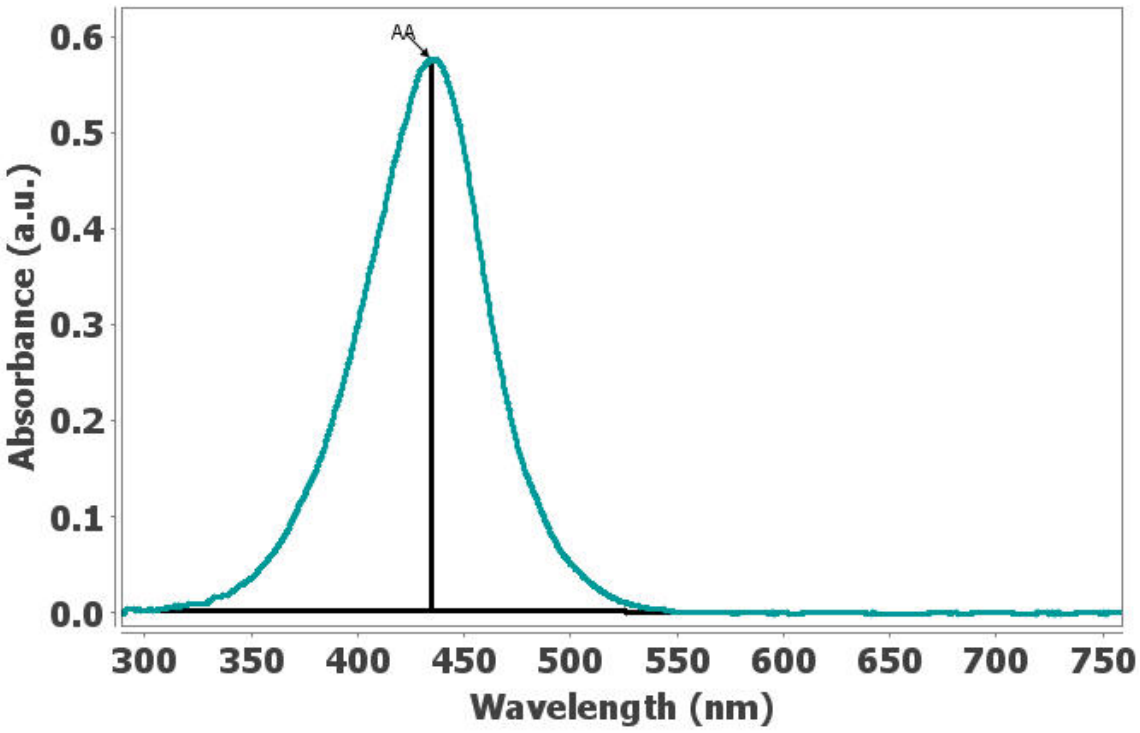
AQ
Height: 600.683 counts (a.u.)
Width: 20.867 cm-1
Peak position: 1314.495 cm-1
Area: 23773.278 counts (a.u.)*cm-1
Peak Area: 13055.26 counts (a.u.)*cm-1
Start: 1272.568 cm-1
End: 1335.304 cm-1
AR
Height: 852.339 counts (a.u.)
Width: 20.619 cm-1
Peak position: 1364.853 cm-1
Area: 29397.476 counts (a.u.)*cm-1
Peak Area: 18843.652 counts (a.u.)*cm-1
Start: 1335.304 cm-1
End: 1408.79 cm-1

Abbildung 1 Raman-Spektrum, gemessen mit dem Tool "automeasurement", mit den Detailinformationen zu den AQ- und AR-Banden.

Zusätzlich wertet dieses Tool die zahlreichen in Abbildung 1 abgebildeten Banden der spektroskopischen Kurve alle gleichzeitig aus, anstatt jede Bande einzeln auf manuelle Weise und bietet damit ein schnelles Verfahren zur Spektren-Auswertung. Zudem können die Standardeinstellungen dieses Tools geändert werden, um die automatische Auswertung entsprechend der Form der ausgewählten Kurve zu optimieren.

On curve measurement (Software-Symbol)

Mit dieser Option kann der Benutzer den Peak zwischen zwei ausgewählten Punkten der Kurve messen. Es ist nicht notwendig, diese beiden Punkte genau zu definieren, da das Tool automatisch den Punkt auf der Kurve sucht, der dem ausgewählten Bereich am nächsten liegt. In Abbildung 2 wird eine gerade Linie zwischen den beiden ausgewählten Punkten (300 nm und 550 nm) gezogen und eine vertikale Linie zur Peakspitze erstellt, deren Höhe dem Maximalwert der UV/VIS-Bande entspricht.



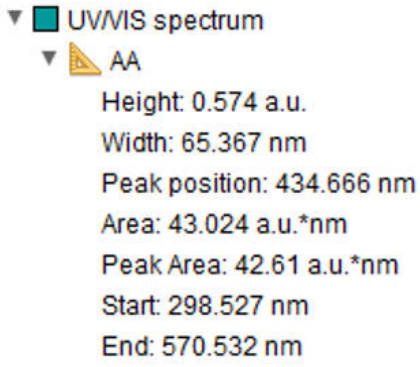
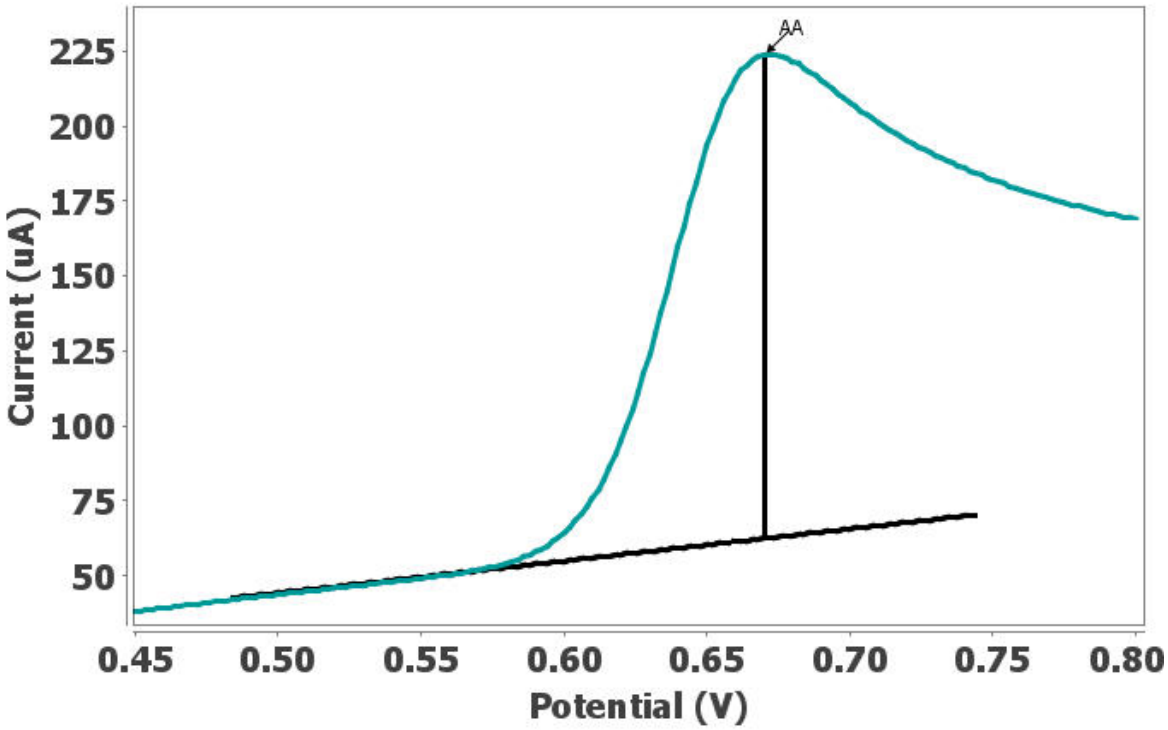


Abbildung 2. UV/VIS-Absoptionsbande mit den zugehörigen Detailinformationen, ausgewertet mit dem Tool "on curve measurement".

Free measurement (Software-Symbol)
Das Tool *"free measurement"* funktioniert ähnlich wie das Tool "*on curve measurement"*, unterscheidet sich jedoch dadurch, dass die ausgewählten Punkte nicht automatisch an die nächstgelegenen Punkte auf der Kurve angepasst werden. Daher müssen die beiden Punkte bei diesem Tool genau definiert werden. In Abbildung 3 wurde der Oxidationspeak in einem Linear-Sweep-Voltammogramm unter Berücksichtigung der Korrektur des kapazitiven Ausgangsstroms ausgewertet.



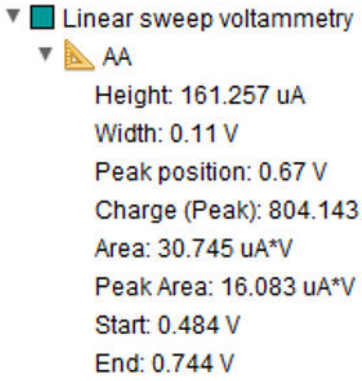
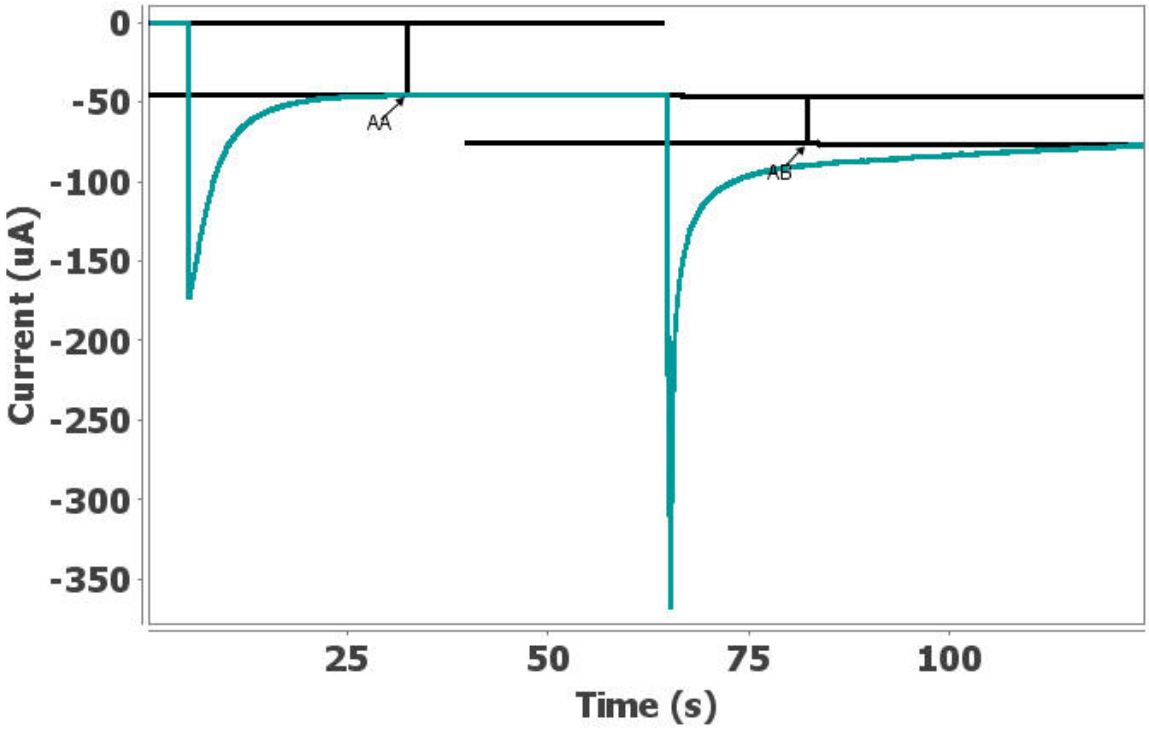


Abbildung 3. Auswertung des Oxidationspeaks mit Hilfe des Tools "free measurement" in einem Linear-Sweep-Voltammogramm, einschließlich der Details zu diesem anodischen Peak.

Step measurement (Software-Symbol)

Das Tool *"step measurement"* eignet sich für die Messung von «Stufen» und ermöglicht es dem Benutzer, drei Hauptpunkte auf der zu messenden Kurve auszuwählen. Um den ersten Punkt zu markieren, wird der nächstgelegene Punkt auf der ausgewählten *Kurve* genommen, genau wie beim Tool *"on curve mneasurement"*. Im Gegensatz dazu müssen die beiden nächsten Punkte genau ausgewählt werden, identisch zum Tool *"free measurement"*. Wie in Abbildung 4 dargestellt, wird das Tool *"step measurement"* bei elektrochemischen Messkurven angewandt, die mit Hilfe der Messtechnik "multipulsed amperometric detection" erhalten werden. Mit diesem Tool wird eine gerade Basislinie zwischen den ersten beiden ausgewählten Punkten gezogen, während der dritte Punkt eine parallele Linie zu dieser Basislinie definiert.



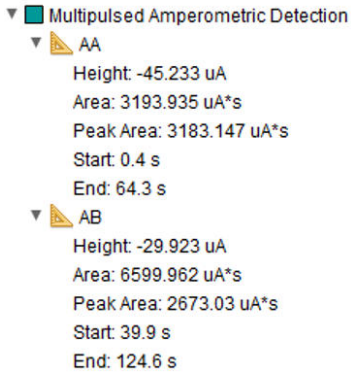


Abbildung 4. Auswertungen an Messkurven mit dem Tool "step measurement", die mittels der Messtechnik "multipulsed amperometric detection" aufgenommen wurden, einschl. der zugehörigen Auswertungsdetails.

FAZIT

Die Software DropView 8400 und DropView SPELEC sind spezifische Lösungen zur Überwachung elektrochemischer Prozesse, bzw. optischer und spektroelektrochemischer Vorgänge. Darüber hinaus bieten beide Programme fortschrittliche Tools zur Datenverarbeitung und Datenanalyse.

In dieser Application Note wird anhand konkreter Beispiele die Anwendung von vier Tools erläutert, die auf die Auswertung elektrochemischer und optischer Messkurven ausgerichtet sind, Die besprochenen Tools umfassen: *"automeasurement"*, *"on curve measurement"*, *"free measurement"*, *und "step measurement"*.

Diese verschiedenen Auswerteoptionen ermöglichen es dem Anwender, das Tool auszuwählen, das die genaueste Auswertung der Messkurven für jeden einzelnen Fall ermöglicht.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

GERÄTEKONFIGURATION



SPELEC UV-VIS-Messgerät (200 - 900 nm)

SPELEC ist ein Messgerät zur Durchführung spektroelektrochemischer Messungen. Es kombiniert in nur einer Box eine Lichtquelle, einen Bipotentiostat/Galvanostat und ein Spektrometer (UV/VIS-Wellenlängenbereich: 200 - 900 nm) mit einer dedizierten spektroelektrochemischen Software, die eine Synchronisation optischer und elektrochemischer Experimente ermöglicht.