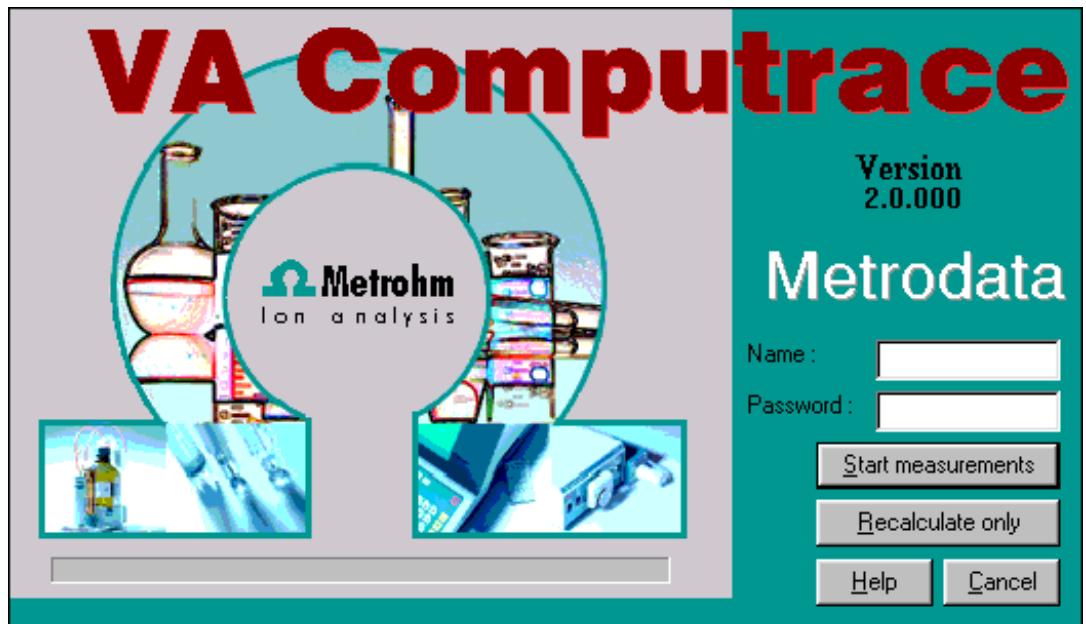




CH-9101 Herisau/Schweiz
Internet www.metrohm.com
E-Mail info@metrohm.ch

2.757.01X0

757 VA Computrace



8.757.8021 Software-Gebrauchsanweisung

14.09.2001 / dö

Diese Gebrauchsanweisung wurde mit Hilfe von
RoboHelp® (eHelp Corporation) erstellt.

Alle Rechte vorbehalten.

Gedruckt in der Schweiz durch Metrohm AG, CH-9101 Herisau 2001

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung	1
1.1 Programmbeschreibung	1
1.2 Allgemeine Informationen	2
Hardware-Voraussetzungen für den PC	2
Demoversion	2
Registrierung	2
1.3 Installation	2
Installation von Software und VA Computrace Interface	2
Installation von Software und Interfacekarte	4
Software Upgrade mit Interfacekarte	5
Installation von Dosimaten	6
Installation des Compact Autosamplers 813	6
Hardware-Einstellungen für Dosimaten	7
Deinstallation	8
1.4 Übersicht über die Programmfenster	8
1.5 Übersicht über die Dateitypen	9
1.6 Kontext-sensitive Menüs	10
2 Hauptfenster	11
2.1 Übersicht über das Hauptfenster	11
Elemente des Hauptfensters	11
Menüs des Hauptfensters	11
Symbole des Hauptfensters	12
2.2 Programm starten und beenden	13
Programm VA Computrace starten	13
Programm VA Computrace beenden	13
2.3 Menü «File»	14
Methodendateien	14
Bestimmungsdateien	14
Signaldateien	15
Drucken von Reports und Kurven	16
Programm beenden	16
2.4 Menü «Mode»	16
Wahl der Betriebsart «Exploratory»	16
Wahl der Betriebsart «Determination»	16

2.5 Menü «Utility»	17
Computrace-Steuerung	17
Dosimat-Steuerung	17
Filmbildung	17
Reinigung	17
2.6 Menü «User»	17
Login	17
Zugriffsrechte	18
Übersicht über die Zugriffsrechte	20
2.7 Menü «Settings»	21
Allgemeine Einstellungen	21
Hardware-Einstellungen	22
Automation	23
Einstellungen speichern	25
2.8 Menü «Window»	25
Anordnung von Fenstern	25
Öffnen und Schliessen von Programmfenstern	25
Anzeigeeinstellungen für das Hauptfenster	26

3 Allgemeine Einstellungen für «Exploratory» und «Determination» **27**

3.1 Elektroden	27
MME	27
DME	27
SMDE	28
HMDE	29
RDE/SSE	30
3.2 VA-Messmodi	31
DP – Differential-Puls-Voltammetrie	31
SqW – Square Wave Voltammetrie	33
DC – Gleichstromvoltammetrie	35
NP – Normal-Puls-Voltammetrie (nur für «Exploratory»)	37
CV – Zyklische Voltammetrie	39
PSA – Potentiometric Stripping Analysis	41
AC – Wechselstromvoltammetrie	43
3.3 Potentiostat	45
3.4 Allgemeiner Programmablauf	45
Übersicht über den Programmablauf	45
Rühren	46
Entlüften	47
Konditionieren von Festkörperelektroden	47
Vorbehandlung	47
Ruhespannung	48

3.5 Grafische Einstellungen	49
Elemente von Kurvenfenstern	49
Bildeigenschaften	50
Achseneigenschaften	51
Kurveneigenschaften	53
Linieneigenschaften	54
4 Betriebsart «Exploratory»	55
4.1 Übersicht über Betriebsart «Exploratory»	55
Besonderheiten der Betriebsart «Exploratory»	55
Wahl der Betriebsart «Exploratory»	55
Fenster in der Betriebsart «Exploratory»	55
4.2 Fenster «Exploratory specification»	56
Einstellungen im Fenster «Exploratory specification»	56
Signale laden und speichern	57
Parameter und Daten übertragen	58
Signalmessungen durchführen	59
4.3 Signalkurven	60
Fenster «Exploratory curves»	60
Signalkurven laden	60
Signalkurven auswählen	61
Zoomen	61
Autoskalierung	61
Achsen invertieren	61
Grafische Eigenschaften für Signalkurven	61
Kopieren in Zwischenablage	62
Beschriftung ändern	62
Signalkurven löschen	62
Signal-Cursor	63
Peaksuche	63
Basislinie editieren	67
Stufenauswertung	68
4.4 Drucken in der Betriebsart «Exploratory»	70

5 Betriebsart «Determination»	71
5.1 Übersicht über Betriebsart «Determination»	71
Besonderheiten der Betriebsart «Determination»	71
Wahl der Betriebsart «Determination»	71
Fenster in der Betriebsart «Determination»	71
5.2 Arbeitsmethode	72
Methoden laden und speichern	72
Fenster «Working method specifications»	73
Blatt «Determination»	75
Blatt «Voltammetric»	77
Blatt «Substances»	78
Basislinie	81
Blatt «Calculations»	82
Berechnung	83
Variable Zugabe	83
Konzentrationen von Lösungen	84
Dokumentation	85
Dosimaten	87
5.3 Monitor	88
Bestimmung starten	88
Bestimmung stoppen/unterbrechen	89
Bestimmung überwachen	89
Meldungsfenster während der Bestimmung	90
Grafische Eigenschaften für Monitorkurven	93
Kopieren in Zwischenablage	93
5.4 Bestimmungskurven	94
Bestimmungen laden und speichern	94
Parameter in Arbeitsmethode kopieren	94
Fenster «Determination curves»	95
Parameter der Bestimmungsmethode editieren	96
Blatt «Specifications»	96
Blatt «Determination»	97
Blatt «Voltammetric»	97
Blatt «Substances»	98
Blatt «Calculations»	98
Zugabeparameter editieren	98
Basislinie editieren	98
Zoomen	99
Autoskalierung	100
Achsen invertieren	100
Basislinien anzeigen	100
Unbekannte Peaks anzeigen	100
Grafische Eigenschaften für Bestimmungskurven	100
Grafische Eigenschaften für Kalibrierkurven	102
Grafik kopieren/exportieren	102

5.5 Resultate	103
Übersicht über das Resultatfenster	103
Kopfzeile.....	104
Bestimmungsdaten.....	104
Probatedaten.....	105
Methodendaten.....	105
Substanzauswertung	105
Peakauswertung	106
Kalibrierdaten.....	106
Lösungen	107
Schlussresultate.....	107
Text in Zwischenablage kopieren	107
5.6 Probentabelle	108
Probentabelle laden/speichern.....	109
Probentabelle editieren	110
5.7 Drucken in der Betriebsart «Determination»	111
5.8 Datenverarbeitung und Auswertung	113
Datentransfer.....	113
Datenerfassung.....	113
Hintergrundkompensation	114
Glättung und Ableitung	114
Peaknerkennung	115
Basislinienberechnung.....	116
Berechnung der Auswertegrösse	117
Gehaltsberechnung	117
Verdünnungsrechnung	118
Berechnung der Standardaddition	118
Regeln für die Standardaddition	120
Berechnung der Kalibrierkurve	121
Regeln für die Kalibrierkurve	123
Formelberechnung.....	124

6 Handbedienung	125
6.1 Computrace-Steuerung	125
Wahl der Computrace-Steuerung	125
Fenster «Computrace control»	125
6.2 Dosimat-Steuerung	127
Wahl der Dosimat-Steuerung	127
Fenster «Dosimat control»	127
6.3 Filmbildung	128
Wahl der Filmbildung	128
Fenster «Film deposition»	128
6.4 Reinigung	130
Wahl der Reinigung	130
Fenster «Cleaning procedure»	130
7 Wie gehe ich vor ...?	133
7.1 Installation und Programmstart	133
Dosimaten für automatische Zugabe installieren	133
Geräte einschalten und Programm starten	133
7.2 Anwenderzugriffsrechte	134
Neuen Anwender definieren	134
Zugriffsrechte ändern	134
7.3 Signale in der Betriebsart «Exploratory»	134
Signalkurve laden	134
Signalkurve speichern	134
Signalkurven automatisch speichern	135
Signalkurve aufnehmen	135
Signalpeaks automatisch auswerten	136
Signalpeaks manuell auswerten	136
Signalstufen auswerten	137
Signalkurven und/oder voltammetrische Parameter drucken ..	137
7.4 Methoden in der Betriebsart «Determination»	138
Methode laden	138
Parameter von Bestimmungsmethoden kopieren	138
Parameter von Signaldateien kopieren	138
Arbeitsmethode speichern	138
Arbeitsmethode editieren	139
Methode abändern für automatische Hintergrundkompensation	139

7.5 Bestimmungen	141
Bestimmung laden	141
Bestimmung speichern	141
Bestimmungen automatisch speichern	141
Bestimmung durchführen	141
Testbestimmung mit der Blei-Test-Methode durchführen	142
Bestimmungen mit dem	
Compact Autosampler 813 durchführen	143
Bestehende Bestimmung neu berechnen	144
Resultate und Kurven einer Bestimmung drucken	145
7.6 Standardadditions-Technik	146
Manuelle Standardaddition ohne Lösungsaustausch	146
Manuelle Standardaddition mit Lösungsaustausch	147
Automatische Standardaddition	148
7.7 Kalibrierkurven-Technik	150
Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve durch Zugabe von	
Standardlösung	150
Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve mit Lösungsaustausch	151
Automatische Aufnahme der Kalibrierkurve	152
Probenbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve	153
7.8 Arbeiten mit Filmelektroden	155
Quecksilberfilm abscheiden	155
Quecksilberfilm entfernen	155
7.9 Diagnose	156
Entlüften testen	156
Rühren testen	156
MME testen	156
Linearitätstest	157
Peaktest	158
GLP-Test	159
8 Fehlerbehebung	161
8.1 Allgemeines Vorgehen bei Fehlermeldungen	161
8.2 Verbindungsprobleme	161
Fehlermeldung "Could not start the embedded system"	161
Fehlermeldung "Cannot reach the hardware"	161
8.3 Softwareprobleme	162
Fehlermeldung "No access to software"	162
Fehlermeldung "Die Datei 'ecousb.sys' wird benötigt"	162
Falsche Sprache im Help	162

8.4 Dosimatprobleme	162
Dosimat funktioniert nicht.....	162
Unreproduzierbare Standardadditionen	
mit dem Dosimaten.....	163
Falsche Volumenanzeige am Dosimaten	163
8.5 Allgemeine Regeln für die VA-Spurenanalytik	164
Chemikalien und Ausrüstung.....	164
Elektrolyten.....	164
Standardlösungen.....	164
Proben.....	165
Blindwerte, Kontamination	165
Wahl des VA-Messmodus.....	166
8.6 Voltammetrische Probleme	167
Niedriger Grundstrom oder instabile Grundlinie.....	167
Kurven mit hohem Rauschen.....	168
Standardadditionskurven sind nicht reproduzierbar	169
Peak verschoben	169
Kein Peak gefunden.....	170
Der Peak ist im obersten μ A-Bereich.....	170
Doppelpeak.....	171
Peaks der Standardaddition verschoben	172
Keine Aufstockung	172
Ausreisser / Signalsprünge im Voltammogramm.....	172
Sauerstoff in der Messlösung	173
Ungeeignete Zwischenelektrolytlösung	
in der Bezugselektrode	173
Überladen der Arbeitselektrode	174
Störungen an der HMDE durch Gas-Bildung	175
Komplexbildung	176
Peak auf stark gekrümmter Basislinie.....	177
Peak-Überlappung	178
Kalibrierung mit chemisch nicht isoformen Standards.....	179
Softwarelizenzvereinbarung	181
Index	183

1 Einführung

1.1 Programmbeschreibung

Mit dem PC-Programm «VA Computrace 2.0» kann das VA Computrace System 757 für voltammetrische Analytik betrieben werden. Dieses System besteht aus den folgenden Komponenten:

- 1.757.0010 **VA Computrace Stand** mit Zubehör
- 3.757.1300 **Interfacekarte für den PC** oder
- 6.5326.000 **VA Computrace Interface**
- 6.2135.010 **Verbindungskabel**
- 6.6032.100 **VA Computrace Software 2.0**

Eine detaillierte Beschreibung der Hardware-Komponenten finden Sie in der **757 Hardware-Gebrauchsanweisung**.

Die vorliegende **757 Software-Gebrauchsanweisung** beschreibt die Möglichkeiten der VA Computrace Software 757. Sie umfasst eine übersichtliche Benutzeroberfläche mit Druckknopfleiste, von der aus die Steuerung des Gerätes, die Methodenentwicklung sowie die Aufnahme und Auswertung der Voltammogramme erfolgt.

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

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

1.2 Allgemeine Informationen

Hardware-Voraussetzungen für den PC

Computer	Pentium II mit 233 MHz oder höher
Betriebssystem	Windows™ 98 oder Windows™ 2000 für den Betrieb mit Interfacekarte; Windows™ 2000 für den Betrieb mit VA Computrace Interface (USB)
Benötigter Speicherplatz	10 MB für Programm-Files min. 100 MB empfohlen für Datenfiles
Arbeitsspeicher RAM	64 MB für Windows™ 98 128 MB für Windows™ 2000
Graphikauflösung	1024×768 oder mehr
Schnittstelle	1 freier ISA-Steckplatz zum Einbau der Interfacekarte oder 1 freier USB-Anschluss für VA Computrace Interface
Drucker	Alle vom Betriebssystem unterstützten Drucker

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

Demoversion

Wird die VA Computrace Software 2.0 (6.6032.100) auf einem PC ohne Interfacekarte oder VA Computrace Interface und ohne Anschluss an den VA Computrace Stand installiert, so kann sie als Demoversion eingesetzt werden, welche auf die Ansicht und Nachberechnung von bestehenden Bestimmungs- oder Signaldateien beschränkt ist.

Registrierung

Senden Sie bitte Ihre **Registrierkarte 8.757.1027** so bald als möglich ein, damit wir Sie als offiziellen Käufer eintragen können. Als registrierter Käufer erhalten Sie allfällige überarbeitete Programmversionen zu einem Vorzugspreis.

1.3 Installation

Installation von Software und VA Computrace Interface

1. Schalten Sie den PC ein und starten Sie das Betriebssystem (Windows™ 2000) ohne Anschluss des VA Computrace Interface via USB-Kabel.
2. Legen Sie die Installations-CD in das CD-Laufwerk ein.
3. Falls Autostart für CD-Laufwerk nicht aktiviert ist: Wählen Sie **<Start>** und **Ausführen**. Suchen Sie die Datei **Setup.exe** auf der Installations-CD und klicken Sie auf **<OK>**.
4. Klicken Sie auf "**757**" und befolgen Sie die Anweisungen des Setup-Programms. Wählen Sie für den Schnittstellentyp die Option **VA Computrace Interface (USB)**.
5. Das Softwarepaket wird im gewünschten Verzeichnis installiert (Standardverzeichnis ist **Programme/Metrohm/757 VA Computrace**). Zusätzlich zu den Programmdateien werden die folgenden Verzeichnisse installiert:

Data

Verzeichnis für die Speicherung von neuen Signalen (*.sig) und Bestimmungsdateien (*.dth).

Demo data

Verzeichnis mit Beispielen von Signal- und Bestimmungsdateien. Das Unterverzeichnis **Practical Voltammetry** enthält alle Beispieldateien zur **Metrohm Monographie 8.757.5001 "Praktikum der Voltammetrie"**, die auf Anfrage bei Metrohm erhältlich ist.

Method

Verzeichnis für die Speicherung von Methodendateien (*.mth) mit Beispielen für die gebräuchlichsten Bestimmungen. Einige grundlegende Methoden sind im Verzeichnis **Method** enthalten; weitere Beispiele finden sich in den Unterverzeichnissen **Application Bulletin**, **Application Notes** und **Hardware Test**.

Hardware

Verzeichnis für Hardwaredateien und -Treiber.

6. Starten Sie den PC neu.
7. Schliessen Sie das VA Computrace Interface mit dem **Kabel 6.2135.010** am 757 VA Computrace Stand an und schalten Sie diesen ein.
8. Verbinden Sie das VA Computrace Interface mit dem **Netzgerät 6.2158.000** und schliessen Sie dieses am Stromnetz an.

9. Schliessen Sie das VA Computrace Interface mit dem **USB-Kabel 6.2151.020** am PC an. Der PC entdeckt ein neues USB-Gerät und startet den Setup Wizard. Legen Sie die Installations-CD im CD-Laufwerk ein und befolgen Sie die Anweisungen des Wizards. Wählen Sie dabei immer die empfohlenen Defaulteinstellungen.
10. Starten Sie die VA Computrace Software.

Installation von Software und Interfacekarte

1. Schalten Sie den PC aus und ziehen Sie das Netzkabel von der Netzsteckdose aus.
2. Stecken Sie alle Kabel zu Peripheriegeräten (Tastatur, Bildschirm, Drucker, etc.) aus.
3. Öffnen Sie den PC und installieren Sie die **Interfacekarte 3.757.1300** in einem freien ISA-Steckplatz (siehe PC-Gebrauchsanweisung).
4. Bauen Sie den PC wieder zusammen.
5. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 aus.
6. Schliessen Sie die Interfacekarte mit Hilfe des **Kabels 6.2135.010** am Anschluss "PC Interface" des VA Computrace Standes 757 an.
7. Schalten sie den PC ein und starten Sie das Betriebssystem (Windows™ 98 oder Windows™ 2000).
8. Legen Sie die Installations-CD in das CD-Laufwerk ein.
9. Falls Autostart für CD-Laufwerk nicht aktiviert ist: Wählen Sie **<Start>** und **Ausführen**. Suchen Sie die Datei **Setup.exe** auf der Installations-CD und klicken Sie auf **<OK>**.
10. Klicken Sie auf "**757**" und befolgen Sie die Anweisungen des Setup-Programms. Wählen Sie für den Schnittstellentyp die Option **VA Computrace Interface (USB)**.
11. Das Softwarepaket wird im gewünschten Verzeichnis installiert (Standardverzeichnis ist **Programme/Metrohm/757 VA Computrace**). Zusätzlich zu den Programmdateien werden die folgenden Verzeichnisse installiert:

Data

Verzeichnis für die Speicherung von neuen Signal-**(*.sig)** und Bestimmungsdateien **(*.dth)**.

Demo data

Verzeichnis mit Beispielen von Signal- und Bestimmungsdateien. Das Unterverzeichnis **Practical Voltammetry** enthält alle Beispiele zur **Metrohm-Mo-**

nographie 8.757.5001 "Praktikum der Voltammetrie", die auf Anfrage bei Metrohm erhältlich ist.

Method

Verzeichnis für die Speicherung von Methodendateien (*.mth) mit Beispielen für die gebräuchlichsten Bestimmungen. Einige grundlegende Methoden sind im Verzeichnis **Method** enthalten; weitere Beispiele finden sich in den Unterverzeichnissen **Application Bulletin**, **Application Notes** und **Hardware Test**.

Hardware

Verzeichnis für Hardwaredateien und -Treiber.

12. Starten Sie den PC neu.
13. Starten Sie die VA Computrace Software.

Software Upgrade mit Interfacekarte

Falls Sie auf einem PC mit eingebauter Interfacekarte einen Programm-Upgrade von VA Computrace 1.0 auf VA Computrace 2.0 vornehmen wollen, gehen Sie wie folgt vor:

1. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 aus.
2. Schalten Sie den PC ein und starten Sie das Betriebssystem (Windows™ 98 oder Windows™ 2000).
3. Wählen Sie **<Start> / Einstellungen / Systemsteuerung** und doppelklicken Sie auf das Symbol **Software**.
4. Wählen Sie aus der Liste **757 VA Computrace** aus und klicken Sie auf **<Hinzufügen/Entfernen>**. Alle Programmdateien und Symbole von VA Computrace 1.0 werden entfernt, alle von Anwendern erstellten Methodendateien und Daten verbleiben in den Ordnern **Data** und **Method** im Programmverzeichnis.
5. Starten Sie den PC neu.
6. Legen Sie die Installations-CD in das CD-Laufwerk ein.
7. Falls Autostart für CD-Laufwerk nicht aktiviert ist: Wählen Sie **<Start>** und **Ausführen**. Suchen Sie die Datei **Setup.exe** auf der Installations-CD und klicken Sie auf **<OK>**.
8. Klicken Sie auf "757" und befolgen Sie die Anweisungen des Setup-Programms. Wählen Sie für den Schnittstellentyp die Option **Interfacekarte (3.757.1300)**.
9. Das Softwarepaket wird im gewünschten Verzeichnis installiert (Standardverzeichnis ist **Programme/Metrohm/757 VA Computrace**). Zusätzlich zu den Programmdateien werden die folgenden Verzeichnisse installiert:

Data

Verzeichnis für die Speicherung von neuen Signalen (*.sig) und Bestimmungsdateien (*.dth).

Demo data

Verzeichnis mit Beispielen von Signal- und Bestimmungsdateien. Das Unterverzeichnis **Practical Voltammetry** enthält alle Beispieldateien zur **Metrohm Monographie 8.757.5001 "Praktikum der Voltammetrie"**, die auf Anfrage bei Metrohm erhältlich ist.

Method

Verzeichnis für die Speicherung von Methodendateien (*.mth) mit Beispielen für die gebräuchlichsten Bestimmungen. Einige grundlegende Methoden sind im Verzeichnis **Method** enthalten; weitere Beispiele finden sich in den Unterverzeichnissen **Application Bulletin**, **Application Notes** und **Hardware Test**.

Hardware

Verzeichnis für Hardwaredateien und -Treiber.

10. Falls erwünscht, kopieren Sie alle von Anwendern erstellten Methoden und Daten aus dem alten Programmverzeichnis in die Ordner **Method** und **Data** des neuen Programmverzeichnisses.
11. Starten Sie den PC neu.
12. Schliessen Sie die Interfacekarte mit Hilfe des **Kabels 6.2135.010** am Anschluss "PC Interface" des VA Computrace Standes 757 an und schalten Sie diesen ein.
13. Starten Sie die VA Computrace Software 2.0.

Installation von Dosimaten

Bis zu fünf **Dosimaten 665** oder **765** können am VA Computrace Stand 757 angeschlossen werden. Für den Anschluss von 1 oder 2 Dosimaten wird das Kabel 6.2141.080 verwendet. Weitere Kabel sind bei Metrohm auf Anfrage erhältlich (6.9921.170 für 5 Dosimaten). Gehen Sie zum Anschluss von 2 Dosimaten wie folgt vor:

1. VA Computrace Stand 757 ausschalten.
2. Dosimaten ausschalten.
3. Anschluss "A" des ersten Dosimaten mit Hilfe des **Kabels 6.2141.080** mit Anschluss "Remote" des VA Computrace Standes 757 verbinden (Kabelende "**665-1**" verwenden).
4. Anschluss "A" des zweiten Dosimaten mit Hilfe des **Kabels 6.2141.080** mit Anschluss "Remote" des VA Computrace Standes 757 verbinden (Kabelende "**665-2**" verwenden).

Achtung: Sind Dosimaten am VA Computrace Stand 757 angeschlossen, so müssen die Geräte immer in der Reihenfolge Dosimat → 757 → PC eingeschaltet werden.

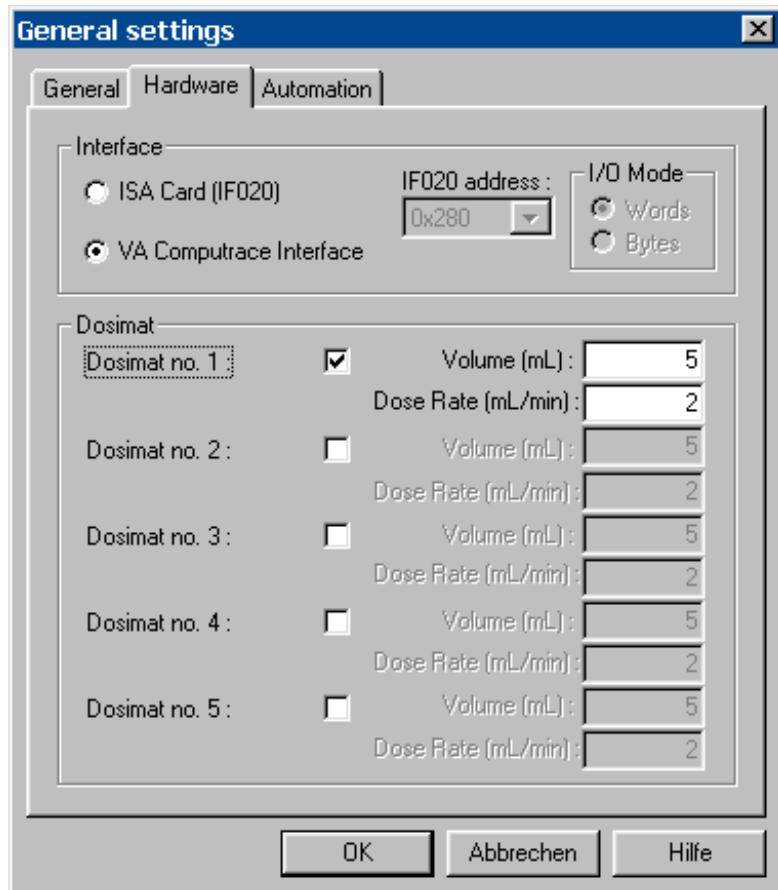
Installation des Compact Autosamplers 813

Am VA Computrace Stand 757 kann ein **Compact Autosampler 813** und eine **Relaisbox 731** (für den Betrieb von zwei **Pump Units 772**) angeschlossen werden. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Compact Autosampler 813, Relaisbox 731 und zwei Pump Units 772 mit Kabel 6.2141.150 am VA Computrace Stand 757 anschliessen (siehe *Gebrauchsanweisung 813*).
2. Zubehör am Compact Autosampler 813 installieren (siehe *Gebrauchsanweisung 813*).
3. Dosimaten 665 oder 765 am VA Computrace Stand 757 installieren (siehe *Gebrauchsanweisung 813*).
4. Am Compact Autosampler 813 **Methode 2** einstellen (siehe *Gebrauchsanweisung 813*).
5. Einstellungen für den Compact Autosampler 813 vornehmen (siehe *Automation, Kap. 2.7*).
6. Hardware-Einstellungen für Dosimaten vornehmen (siehe *Hardware-Einstellungen für Dosimaten*).
7. Aufstock- und Hilfslösungen im Fenster **DOSIMATS** defieren (siehe *Dosimaten, Kap. 5.2*).

Hardware-Einstellungen für Dosimaten

1. PC einschalten und Betriebssystem starten.
2. Starten Sie die VA Computrace Software durch Doppelklick auf das Programmsymbol oder durch Starten der Datei **ct757.exe**.
3. Klicken Sie im Login-Fenster auf **Recalculate only** ohne für **Name** und **Password** etwas einzugeben.
4. Wählen Sie **757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings**. Öffnen Sie das Blatt **Hardware** im Fenster **GENERAL SETTINGS**:
5. Aktivieren Sie für jeden am VA Computrace Stand 757 angeschlossenen Dosimaten 665 oder 765 das Kontrollkästchen **Dosimat no.** und geben Sie unter **Volume** das Volumen der auf dem Dosimaten aufgesetzten Wechsleinheit und unter **Dose Rate** die Dosiergeschwindigkeit des Dosimaten ein.
6. Schliessen Sie die VA Computrace Software, indem Sie auf  klicken oder **File / Exit** wählen.
7. Schalten Sie die am VA Computrace Stand 757 angeschlossenen Dosimaten ein.
8. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 ein.
9. Starten Sie die VA Computrace Software neu.



Achtung: Sind Dosimaten am VA Computrace Stand 757 angeschlossen, so müssen die Geräte immer in der Reihenfolge Dosimat → 757 → PC eingeschaltet werden.

Deinstallation

1. Wählen Sie **<Start> / Einstellungen / Systemsteuerung**.
2. Doppelklicken Sie auf das Symbol **Software**.
3. Wählen Sie aus der Liste **757 VA Computrace** aus und klicken Sie auf **<Hinzufügen/Entfernen>**. Wählen Sie die Option **Entfernen** und klicken Sie auf **<Weiter>**. Alle Programmdateien und Symbole werden entfernt.

1.4 Übersicht über die Programmfenster

VA Computrace 2.0 besteht aus verschiedenen Fenstern, deren Funktionen miteinander verknüpft sind:

757 VA COMPUTRACE

Verwalten von Dateien, Drucken, Auswahl der Betriebsart, Öffnen von anderen Programmfenstern, Hilfsmittel, Login und Zugriffsrechte, Einstellungen, Anordnung und Auswahl der Fenster

EXPLORATORY SPECIFICATIONS

Definition der Methode für Betriebsart «Exploratory» und Kurvenauswertung

EXPLORATORY CURVES

Kurvenanzeige in der Betriebsart «Exploratory»

WORKING METHOD SPECIFICATIONS

Definition der Methode im Arbeitsspeicher für Betriebsart «Determination»

MONITOR

Start von Bestimmungen, Live-Anzeige

DETERMINATION CURVES

Anzeige von Bestimmungs- und Kalibrierkurven, Modifizierung und Neuberechnung von Bestimmungen

RESULTS

Anzeige von Bestimmungsreports

SAMPLE TABLE

Anzeige der Probentabelle (nur verfügbar, wenn die Option **Use Autosampler** auf dem Blatt **Automation** im Fenster **GENERAL SETTINGS** eingeschaltet ist).

COMPUTRACE CONTROL

Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 757

DOSIMAT CONTROL

Manuelle Steuerung von Dosimaten 665 oder 765, die am VA Computrace Stand angeschlossen sind

FILM DEPOSITION

Manuelle Steuerung der Hg-Filmbildung auf Festkörperelektroden

CLEANING PROCEDURE

Manuelle Steuerung der Reinigung von Festkörperelektroden

1.5 Übersicht über die Dateitypen

Die folgenden Dateitypen werden von der 757 VA Computrace Software gebildet:

- *.dth **Bestimmungsdatei** (binäre Datei)
Enthält Bestimmungsdaten und die für die Bestimmung verwendete Methode.
Die Datei ***.dth** wird automatisch im Verzeichnis **Data** gespeichert, falls die Option **Autosave determination and signal** im Fenster **GENERAL SETTINGS** aktiviert wurde.
- *.mth **Methodendatei** (binäre Datei)
Enthält die Methode.
- *.sig **Signaldatei** (binäre Datei)
Enthält Daten und Parameter der in der Betriebsart «Exploratory» aufgenommenen Signalkurve. Die Datei ***.sig** wird automatisch im Verzeichnis **Data** gespeichert, falls die Option **Autosave determination and signal** im Fenster **GENERAL SETTINGS** aktiviert wurde.
- *.spt **Probentabellendatei** (binäre Datei)
Enthält Probentabellendaten.
- *.txt **Textdatei** (ASCII-Datei) für Datenexport
Beim Export von Messpunkten von Bestimmungs- oder Signaldateien werden Textdateien ***.txt** gebildet.
Die beim Export von Bestimmungsmesspunkten gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die Sweepblöcke mit X- und Y-Werten, vor denen jeweils VR-Nummer und Anzahl Messwerte aufgeführt sind.
Die beim Export von Signalmesspunkten gebildete Textdatei enthält als erstes die Parameter der verwendeten Methode. Es folgen die Anzahl Messwerte und der Sweepblock mit X- und Y-Werten.
Textdateien ***.txt** können in Tabellenkalkulationsprogramme wie Microsoft Excel importiert werden.

1.6 Kontext-sensitive Menüs

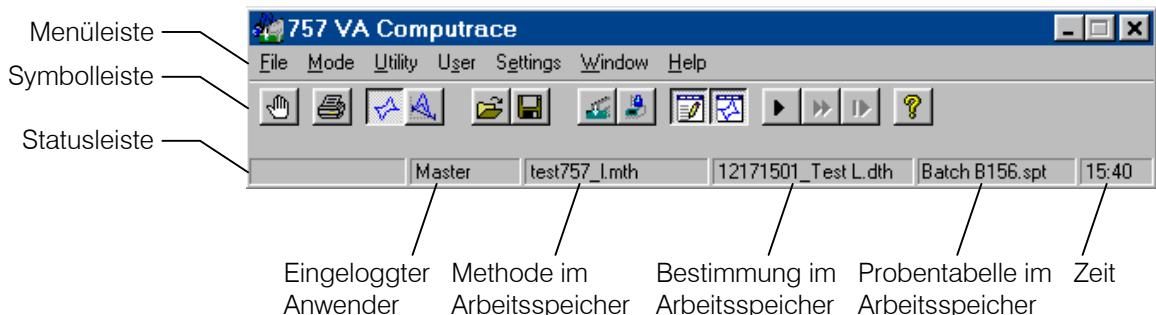
Die meisten Menüfunktionen der Programmfenster können auch durch Klicken mit der **rechten Maustaste** auf das gewünschte Fenster oder Element ausgewählt werden. Die dabei geöffneten Menüoptionen hängen vom ausgewählten aktiven Fenster oder Element ab.

2 Hauptfenster

2.1 Übersicht über das Hauptfenster

Elemente des Hauptfensters

Die Elemente des Hauptfensters **757 VA COMPUTRACE** sind die Menüleiste, die Symbolleiste und die Statusleiste, welche Anwender, Methode und Bestimmung anzeigt.



Menüs des Hauptfensters

<u>File</u>	Laden, Speichern und Export von Methoden-, Bestimmungs- und Signaldateien, Drucken von Reports und Kurven
<u>Mode</u>	Wechsel zwischen Betriebsart «Exploratory» und «Determination»
<u>Utility</u>	Manuelle Steuerung von VA Computrace Stand und Dosimaten; Filmbildung und Reinigung von Festkörperelektroden
<u>User</u>	Anmelden, Verwalten der Zugriffsrechte
<u>Settings</u>	Allgemeine Einstellungen für Speicherung, Standardverzeichnisse, Interfacekarte, VA Computrace Interface und Dosimaten
<u>Window</u>	Anordnen, Öffnen und Schliessen von Programmfenstern
<u>Help</u>	Öffnen der Hilfedatei

Symbolle des Hauptfensters

Je nach ausgewählter Betriebsart («Exploratory» oder «Determination») werden einzelne der folgenden Symbole im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** nicht angezeigt.

-  Programm VA Computrace 2.0 schliessen.
-  Reports und Kurven drucken.
-  Wechsel zur Betriebsart «Exploratory».
-  Wechsel zur Betriebsart «Determination».
-  Standardparameter für Betriebsart «Exploratory» oder «Determination» laden.
-  Methoden- oder Signaldatei laden.
-  Methoden- oder Signaldatei speichern.
-  Bestimmungsdatei laden.
-  Bestimmungsdatei speichern.
-  Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 757.
-  Manuelle Steuerung von Dosimaten.
-  Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** oder **EXPLORATORY SPECIFICATIONS** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **DETERMINATION CURVES** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **MONITOR** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **EXPLORATORY CURVES** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **RESULTS** öffnen oder schliessen.
-  Fenster **SAMPLE TABLE** öffnen oder schliessen.
-  Messung starten.
-  Messung stoppen.
-  Messung unterbrechen.
-  Messung fortsetzen.
-  Gehe zum nächsten Schritt im Programmablauf.

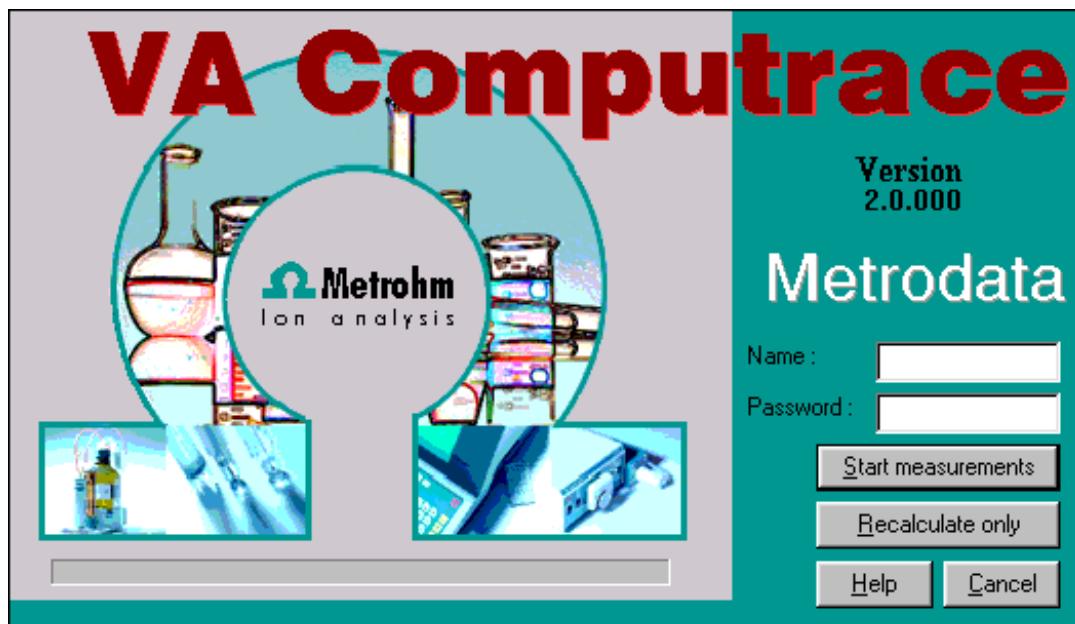
2.2 Programm starten und beenden

Programm VA Computrace starten



Programm starten

Ein Doppelklick auf das Symbol **757 VA Computrace** oder die Datei **Ct757.exe** startet das Programm VA Computrace 2.0. Es erscheint das Fenster **VA COMPUTRACE LOGIN**.



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

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

Programm VA Computrace beenden



757 VA COMPUTRACE / File / Exit

Programm VA Computrace 2.0 beenden.

Das Programm kann auch durch Klicken auf in der rechten oberen Ecke des Hauptfensters **757 VA COMPUTRACE** beendet werden.

2.3 Menü «File»

Methodendateien

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



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

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



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

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



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

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode. Falls die Methode seit dem Laden geändert wurde, erscheint die Meldung **The file already exists. Overwrite?**. Klicken Sie auf **Yes** um die Methodendatei zu überschreiben oder auf **No** um das Speichern abzubrechen.

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

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

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

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

Bestimmungsdateien

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



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

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



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

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung. Falls die Bestimmung seit dem

Laden geändert wurde, erscheint die Meldung **The file already exists. Overwrite?**. Klicken Sie auf **Yes** um die Bestimmungsdatei zu überschreiben oder auf **No** um das Speichern abzubrechen.

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

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

757 VA COMPUTRACE / File / Export determination points

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

757 VA COMPUTRACE / File / Export results ...

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

Signaldateien

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



757 VA COMPUTRACE / File / New parameters

Standardparameter für ausgewählte Elektrode und Messmodus laden.



757 VA COMPUTRACE / File / Load signal

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



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

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

757 VA COMPUTRACE / File / Export signal points

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

Drucken von Reports und Kurven**757 VA COMPUTRACE / File / Print (Ctrl+P)**

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

757 VA COMPUTRACE / File / Printer setup

Auswahl des Druckers und Definition von Papiergrösse und Format.

Programm beenden**757 VA COMPUTRACE / File / Exit**

Programm VA Computrace 2.0 beenden.

Das Programm kann auch durch Klicken auf in der rechten oberen Ecke des Hauptfensters **757 VA COMPUTRACE** beendet werden.

2.4 Menü «Mode»**Wahl der Betriebsart «Exploratory»****757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**

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

Wahl der Betriebsart «Determination»**757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**

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

2.5 Menü «Utility»

Computrace-Steuerung



757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control

Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 757 (Details siehe Kap. 6.1).

Dosimat-Steuerung



757 VA COMPUTRACE / Utility / Dosimat control

Manuelle Steuerung von Dosimaten 665 oder 765, die am VA Computrace Stand 757 angeschlossen sind (Details siehe Kap. 6.2).

Filmbildung

757 VA COMPUTRACE / Utility / Film deposition

Bildung eines Quecksilberfilms auf Festkörperelektroden im VA Computrace Stand 757 (Details siehe Kap. 6.3).

Reinigung

757 VA COMPUTRACE / Utility / Cleaning procedure

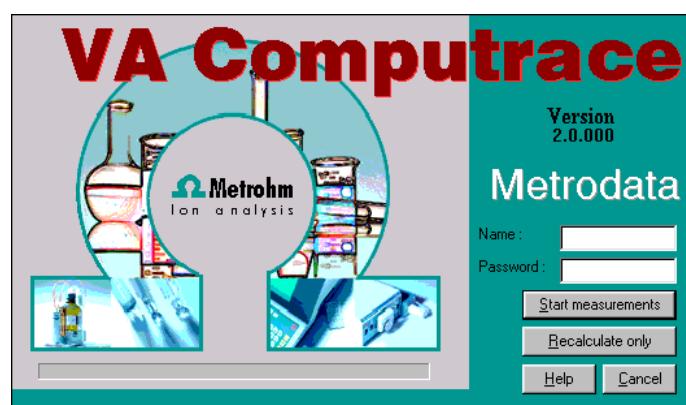
Reinigung für Festkörperelektroden im VA Computrace Stand 757 (Details siehe Kap. 6.4).

2.6 Menü «User»

Login

757 VA COMPUTRACE / User / Login

Das Fenster **VA COMPUTRACE LOGIN** erscheint.



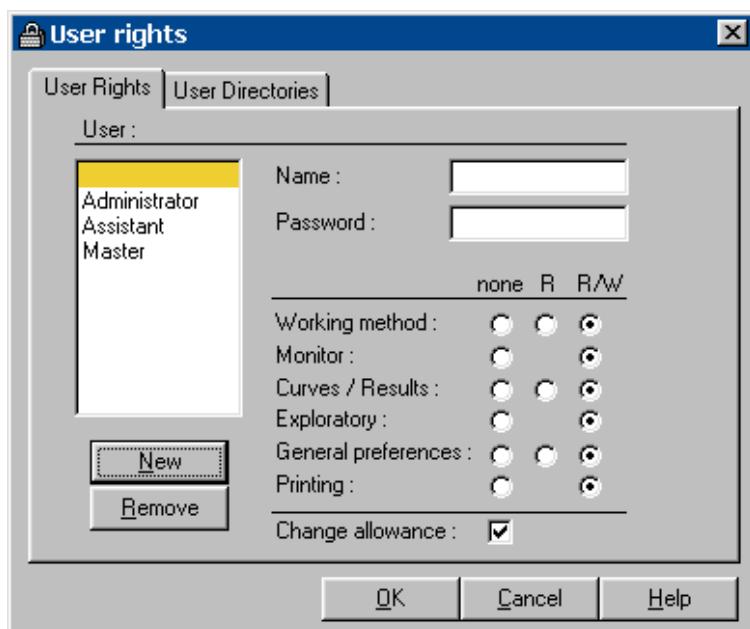
Geben Sie den gewünschten Anwendernamen für **Name** und das Passwort für **Password** ein und klicken Sie auf OK.

Zugriffsrechte

Das Programm «VA Computrace» beinhaltet ein Sicherheitssystem, das auf Anwenderlisten basiert. Jedem Anwender oder jeder Anwenderkategorie können dabei ein Passwort und verschiedene Zugriffsrechte zugeordnet werden. Das Erstellen der Anwenderliste und die Eingabe von Passwörtern geschieht am besten unmittelbar nach dem ersten Programmstart.

757 VA COMPUTRACE / User / User rights

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



User

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

Administrator

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

Master

Zugriff auf alle Programmteile, aber keine Berechtigung zum Ändern der Zugriffsrechte für Anwender.

Assistant

Zugriff nur für Laden und Starten von bestehenden Bestimmungsmethoden.

“ ” (leer)

wie **Administrator**

Name

Anzeige des Anwendernamens. Dieser Name wird im Feld **User** von Reports und Resultatfests-tern angezeigt. Um einen neuen Anwender-
namen einzugeben, klicken Sie auf **<New>**.

Password

Passwort für Anwender ändern. Für jedes einge-
gebene Zeichen wird ein " * " angezeigt.

User rights

Für den ausgewählten Anwender können die
verschiedenen Zugriffsrechte geändert werden:

none Kein Zugriff auf diesen Programmteil.

R Leseberechtigung in diesem Programm-
teil.

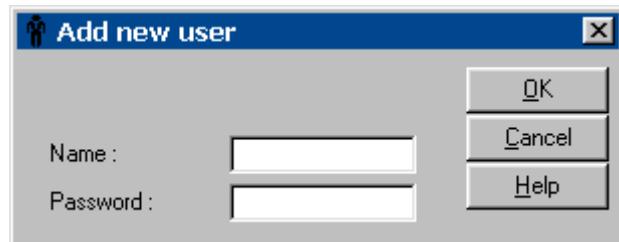
R/W Schreib-/Leseberechtigung in diesem
Programmteil.

Change allowance

Berechtigung zum Ändern von Zugriffs-
rechten.

New

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

**Name [13 Zeichen;]**

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

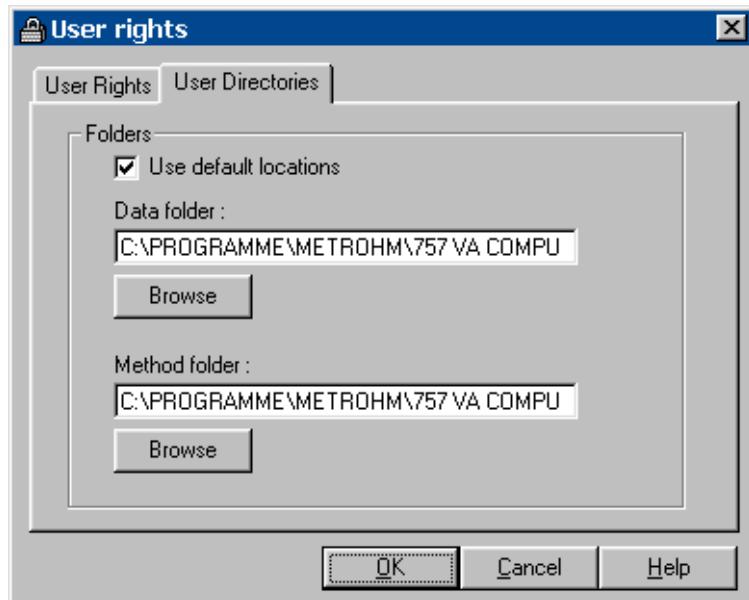
Password

Passwort für Anwender eingeben. Für jedes ein-
gegebene Zeichen wird ein " * " angezeigt.

Remove

Anwender von der Anwenderliste löschen.

Achtung: Stellen Sie sicher, dass nicht alle Anwender mit der ak-
tivierten Option **Change allowance** gelöscht werden, da sonst das
Fenster **USER RIGHTS** nicht mehr geöffnet werden kann und das
Programm neu installiert werden muss.



Use default locations

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

Data folder

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

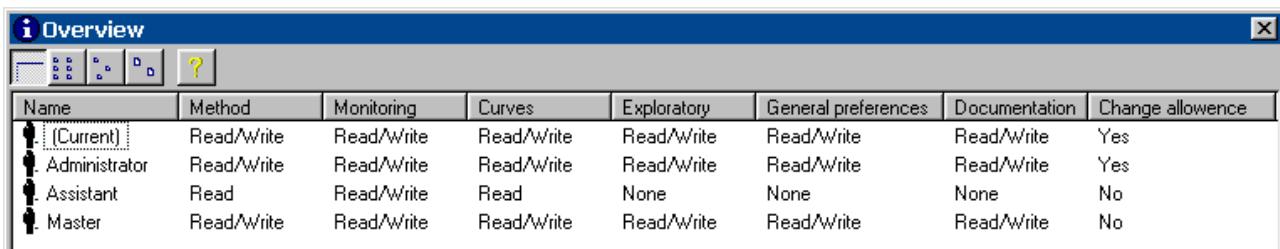
Method folder

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

Übersicht über die Zugriffsrechte

757 VA COMPUTRACE / User / Overview

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



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



Detaillierte Anwenderliste mit alle Zugriffsrechten.



Anwenderliste ohne Zugriffsrechte.



Anwenderliste mit kleinen Symbolen.



Anwenderliste mit grossen Symbolen.



Hilfe.

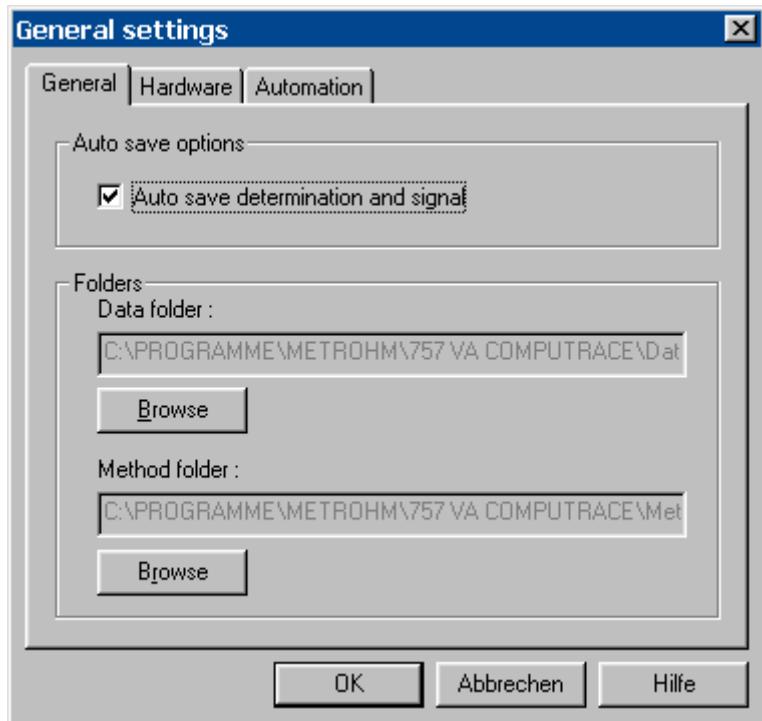
2.7 Menü «Settings»

Allgemeine Einstellungen

757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings

Auf dem Blatt **General** im Fenster **GENERAL**

SETTINGS können die automatische Speicherung und Standardverzeichnisse für die Speicherung von Daten und Methoden definiert werden.



Auto save options

Auto save determination and signal

Falls diese Option aktiviert ist, wird jede Signal- oder Bestimmungsdatei am Ende einer Messung automatisch im angegebenen Datenverzeichnis gespeichert.

Folders

Wahl der Standardverzeichnisse.

Data folder

Standardverzeichnis für die Speicherung von Signaldateien (*.sig) und Bestimmungsdateien (*.dth). Benutzen Sie den Knopf <Browse> zur Änderung eines bestehenden Eintrages.

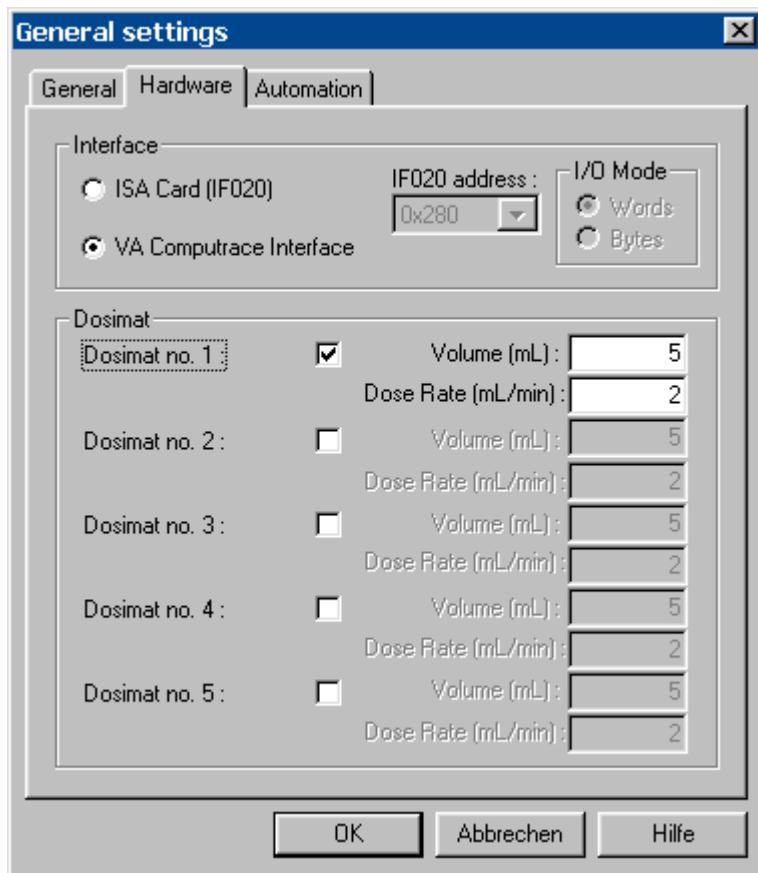
Method folder

Standardverzeichnis für die Speicherung von Methodendateien (*.mth). Benutzen Sie den Knopf <Browse> zur Änderung eines bestehenden Eintrages.

Hardware-Einstellungen

757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings

Auf dem Blatt **Hardware** im Fenster **GENERAL SETTINGS** können Standardeinstellungen für die Interfacekarte, das VA Computrace Interface und die Dosimaten 665 oder 765 definiert werden.



Interface

Wahl des Interfaces für den Betrieb des VA Computrace Standes 757:

ISA Card (IF020)

3.757.1300 Interfacekarte

VA Computrace Interface

6.2155.000 VA Computrace Interface

IF020 address

I/IP-Adresse für die Interfacekarte.

I/O Mode

Input/Output-Transfer-Modus für Interfacekarte. Die Standardeinstellung ist **Words** (16-bit-Kommunikation). Falls die Interfacekarte nicht funktioniert, wechseln Sie auf die Einstellung **Bytes** (8-bit-Kommunikation).

Dosimat

Einstellungen für die Dosimaten 665 oder 765, die am Anschluss «Remote» des VA Computrace Standes 757 angeschlossen sind (Details siehe Kap. 1.3).

Dosimat no. [on, off; off]

Aktivieren Sie dieses Kontrollkästchen für jeden angeschlossenen Dosimaten.

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

Volumen der Wechseinheit des Dosimaten.

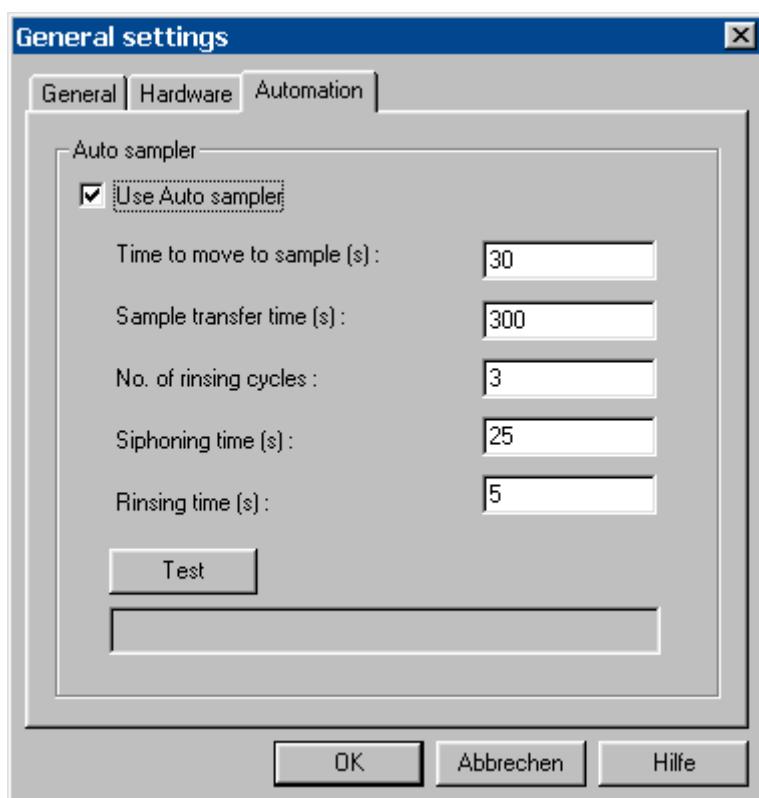
Dose rate (mL/min) [0.001 ... 150 mL/min (abhängig von Wechseinheit)]

Dosiergeschwindigkeit des Dosimaten.

Achtung: Sind Dosimaten am VA Computrace Stand 757 angeschlossen, so müssen die Geräte immer in der Reihenfolge Dosimat → 757 → PC eingeschaltet werden.

Automation**757 VA COMPUTRACE / Settings / General Settings**

Auf dem Blatt **Automation** im Fenster **GENERAL SETTINGS** können Standardeinstellungen für den Betrieb des **Compact Autosamplers 813** und zwei **Pump Units 772** definiert werden.



Use Autosampler

Einsatz des Compact Autosamplers 813 ein-/ausschalten. Ist diese Option ausgeschaltet, ist das Fenster **SAMPLE TABLE** nicht verfügbar.

Achtung: Am Compact Autosampler 813 muss **Methode 2** eingestellt werden.

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

Maximale Zeit, die am Compact Autosampler 813 für den Wechsel von einem Probengefäß zum andern benötigt wird (minimal erlaubte Zeit: **25 s**).

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

Zeit für den Transfer der Probelösung vom Progefäß zum Messgefäß mit Hilfe der Schlauchpumpe am Compact Autosampler 813 (minimal erlaubte Zeit: **30 s**).

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

Anzahl Spülzyklen.

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

Zeit, während der das Messgefäß bei jedem Spülzyklus mit Hilfe der Pump Unit 772 abgesaugt wird.

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

Zeit, während der das Messgefäß bei jedem Spülzyklus mit Hilfe der Pump Unit 772 gespült wird.

Test

Compact Autosampler 813 mit den gesetzten Einstellungen testen.

Achtung: Vor den Start des Tests müssen der Compact Autosampler 813 eingeschaltet, die **Methode 2** am Autosampler eingestellt und zwei mit Wasser gefüllte Probengefäße auf das Probenrak gestellt werden.

Für Details zum Compact Autosampler 813, siehe *Gebrauchsanweisung 813*.

Einstellungen speichern

757 VA COMPUTRACE / Settings / Save now

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

757 VA COMPUTRACE / Settings / Save on exit

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

2.8 Menü «Window»

Anordnung von Fenstern

757 VA COMPUTRACE / Window / Tile

Alle geöffneten Fenster werden nebeneinander angeordnet.

Öffnen und Schliessen von Programmfenstern



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

Das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe Kap. 5.2).



757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor (F7)

Das Fenster **MONITOR** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe Kap. 5.3).



757 VA COMPUTRACE / Window / Determination curves (F8)

Das Fenster **DETERMINATION CURVES** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe Kap. 5.4).



757 VA COMPUTRACE / Window / Results (F9)

Das Fenster **RESULTS** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe Kap. 5.5).



757 VA COMPUTRACE / Window / Sample table (F10)

Das Fenster **SAMPLE TABLE** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe *Kap. 5.6*).



757 VA COMPUTRACE / Window / Exploratory specification (F11)

Das Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe *Kap. 4.2*).



757 VA COMPUTRACE / Window / Exploratory curves (F12)

Das Fenster **EXPLORATORY CURVES** wird geöffnet oder (falls es bereits geöffnet ist) geschlossen (siehe *Kap. 4.3*).

Die geöffneten Fenster sind mit einem Häkchen markiert.

Anzeigeeinstellungen für das Hauptfenster

757 VA COMPUTRACE / Window / Status bar

Statusleiste im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** ein-/ausschalten.

757 VA COMPUTRACE / Window / Toolbar

Symbolleiste im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** ein-/ausschalten.

3 Allgemeine Einstellungen für «Exploratory» und «Determination»

3.1 Elektroden

MME

MME steht für **Multi-Mode-Elektrode** und ist die normalerweise im VA Computrace Stand 757 eingesetzte Arbeitselektrode. Sie vereint die wichtigsten polarographischen und voltammetrischen Quecksilberelektroden in einer einzigen Konstruktion:

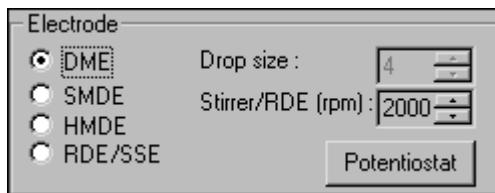
DME Tropfende Quecksilberelektrode

SMDE Statische Quecksilbertropfenelektrode

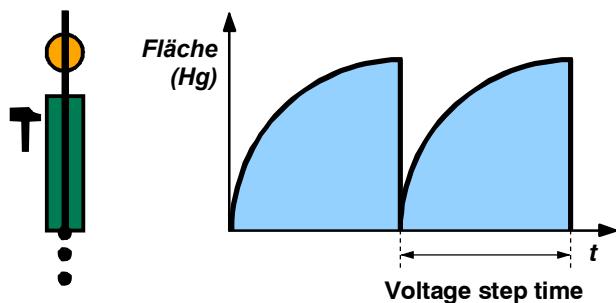
HMDE Hängende Quecksilbertropfenelektrode

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

DME



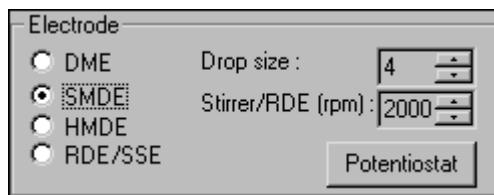
DME ist eine Betriebsart der Multi-Mode-Elektrode und steht für **Dropping Mercury Electrode** (Tropfende Quecksilberelektrode). Die DME ist die klassische Quecksilberelektrode, bei der das Quecksilber frei aus der Glaskapillare ausfliesst, bis der Hg-Tropfen nach der im Messmodus einstellbaren Zeit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



Hinweise:

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

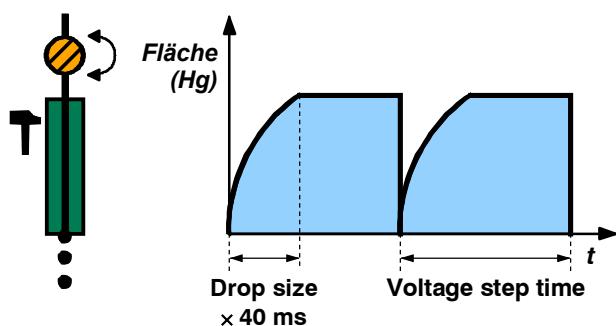
SMDE



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

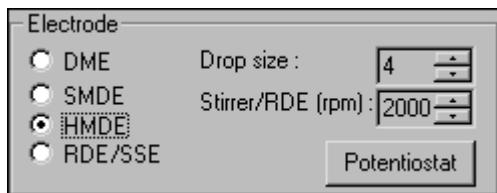
Drop size [1...9 ; 4]

Grösse des Quecksilbertropfens (Oberfläche 0.15 mm²... 0.60 mm²).



Hinweise:

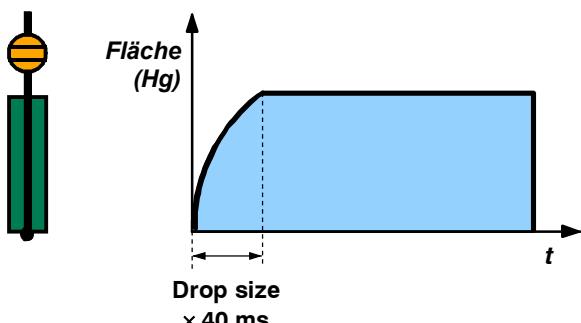
- Die SMDE kann im Modus «Exploratory» für alle Messmodi benutzt werden ausser für SqW, CV und PSA. Im Modus «Determination» kann die DME für alle Messmodi benutzt werden ausser für DC, SqW, CV und PSA.
- Gegenüber der DME besitzt die SMDE den Vorteil der grösseren Empfindlichkeit, da die Elektrodenoberfläche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

HMDE

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

Drop size [1...9 ; 4]

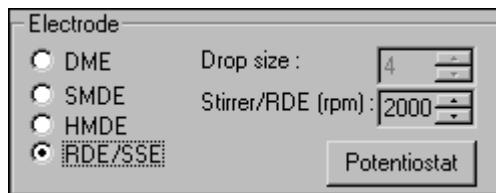
Grösse des Quecksilbertropfens (Oberfläche 0.15 mm²... 0.60 mm²).

**Hinweise:**

- Die HMDE kann für alle Messmodi benutzt werden.
- Die HMDE wird vor allem für die sehr empfindliche Inverse Voltammetrie (Stripping Voltammetry) eingesetzt, bei der die

zu bestimmenden Spezies zuerst elektrochemisch angereichert und erst anschliessend gemessen werden.

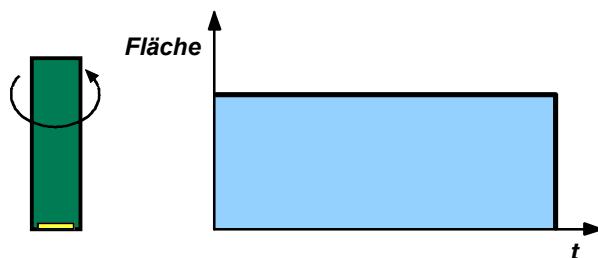
RDE/SSE



RDE steht für **Rotating Disk Electrode** (Rotierende Scheiben-elektrode) und wird für Direkt- und Inversbestimmungen mit Fest-körperelektroden (**Solid State Electrodes SSE**) verwendet.

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

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



Hinweise:

- Die RDE kann für alle Messmodi benutzt werden.
- Für den VA Computrace Stand 757 ist als Option eine Antriebsachse mit verschiedenen Elektrodentips erhältlich (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
- Zu Installation und Unterhalt der RDE siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*.

3.2 VA-Messmodi

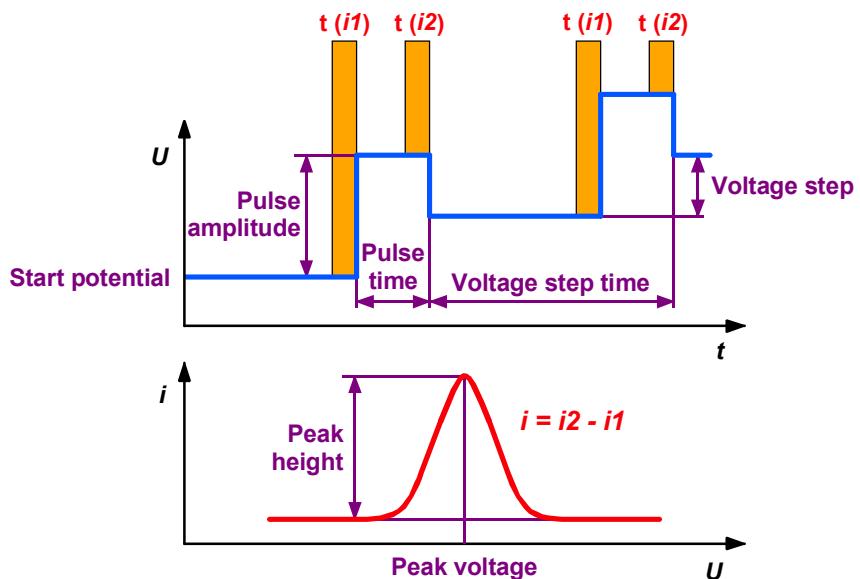
DP – Differential-Puls-Voltammetrie

Allgemeines:

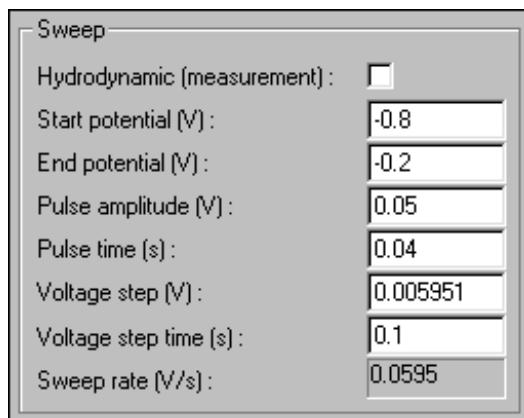
DP or **Differential-Puls-Voltammetrie** ist die umfassendste und am häufigsten angewendete voltammetrische Bestimmungs methode. Sie ist für reversible wie irreversible Systeme gleich gut geeignet und bietet eine hohe Empfindlichkeit. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der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

Beschreibung:

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



Sweep-Parameter:



Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

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

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

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

Pulse time (s) [> 500 µs ; 0.04 s]

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

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

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

Sweep rate (V/s) [nur Anzeige]

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

Hinweise:

- Der Messmodus DP kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
 - Voltage step time > Pulse time + 10 ms** (HMDE/RDE)
 - Voltage step time > Pulse time + 30 ms** (DME)
 - Voltage step time > Pulse time + Drop size × 40 ms + 10 ms** (SMDE)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
 - Pulse time ≥ 40 ms → t (i) = 20/16.67 ms** (50/60 Hz)
 - Pulse time < 40 ms → t (i) = 0.5 × Pulse time**

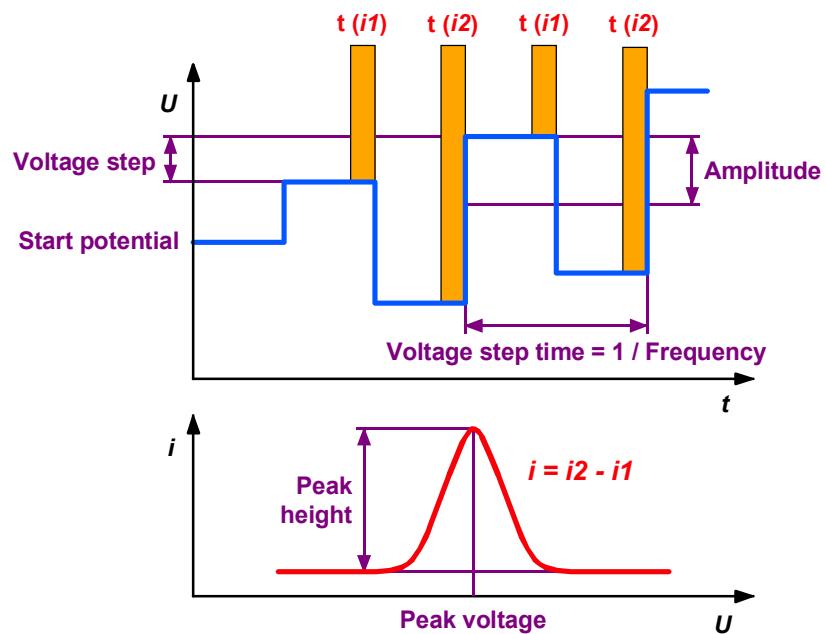
SqW – Square Wave Voltammetrie

Allgemeines:

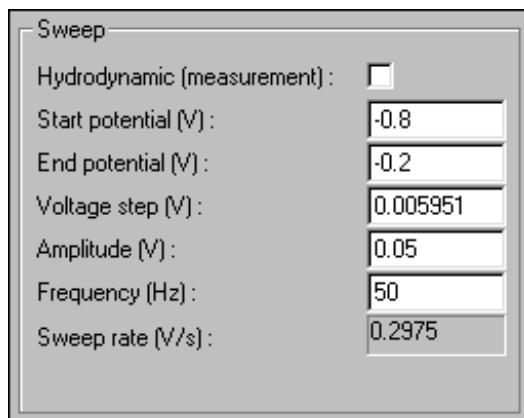
SqW oder **Square Wave Voltammetrie** eignet sich vor allem für reversible Elektrodenprozesse. Verwendet wird sie insbesondere für empfindliche, inversvoltammetrische Bestimmungen an der HMDE oder RDE. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus SqW durch die Wahl von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

Beschreibung:

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



Sweep-Parameter:



Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

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

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Spannungsamplitude der überlagerten Rechteckspannung.

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

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

Sweep rate (V/s) [nur Anzeige]

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

Hinweise:

- Der Messmodus SqW kann nur mit den Elektrodenarten HMDE oder RDE verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
Voltage step time = 1 / **Frequency** > 250 μ s
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
Voltage step time \geq 80 ms \rightarrow **t (i)** = 20/16.67 ms (50/60 Hz)
Voltage step time < 80 ms \rightarrow **t (i)** = 0.5 \times **Voltage step time**

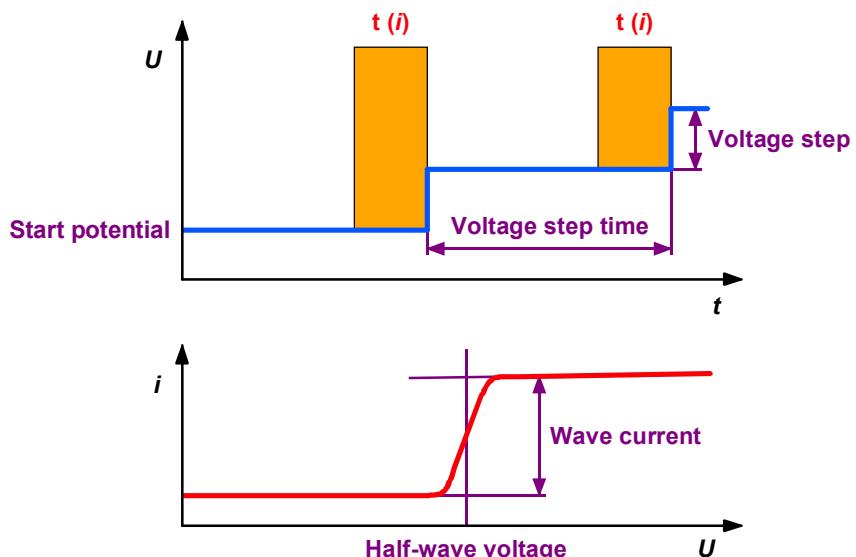
DC – Gleichstromvoltammetrie

Allgemeines:

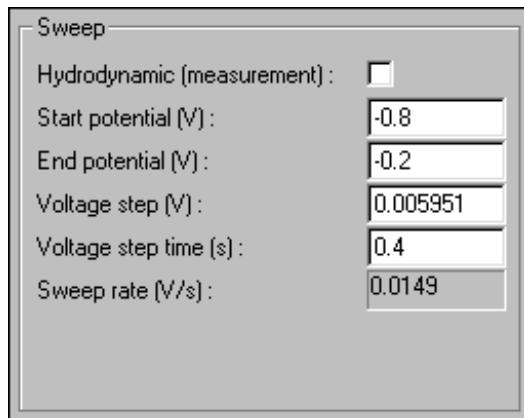
DC oder **Sampled Direct Current Voltammetrie** ist die klassische, einfachste voltammetrische Messmethode mit begrenzter Empfindlichkeit. Sie dient hauptsächlich zur Untersuchung von reversiblen Redoxsystemen. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus DC durch die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

Beschreibung:

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



Sweep-Parameter:

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

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

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

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

Sweep rate (V/s) [nur Anzeige]

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

Hinweise:

- Der Messmodus DC kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden ausser für DME und SMDE im Modus «Determination».
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
 - Voltage step time > 270 µs** (HMDE/RDE)
 - Voltage step time > 20 ms** (DME)
 - Voltage step time > Drop size × 40 ms + 10 ms** (SMDE)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:

$$t (i) = 20/16.67 \text{ ms}$$
 (50/60 Hz)

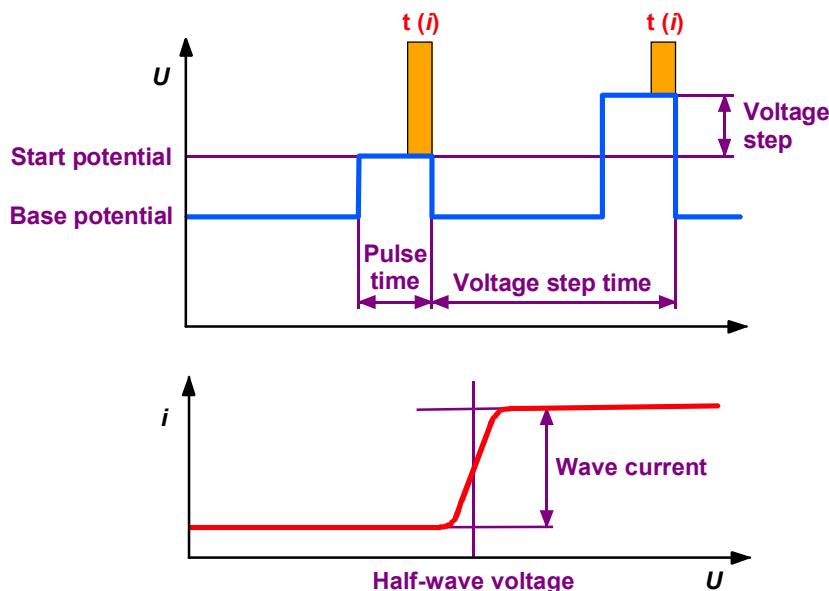
NP – Normal-Puls-Voltammetrie (nur für «Exploratory»)

Allgemeines:

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

Beschreibung:

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



Sweep-Parameter:

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

Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

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

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Basisspannung für den Spannungssweep.

Pulse time (s) [> 500 µs ; 0.04 s]

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

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

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

Sweep rate (V/s) [nur Anzeige]

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

Hinweise:

- Der Messmodus NP kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
 - Voltage step time > Pulse time + 10 ms** (HMDE/RDE)
 - Voltage step time > Pulse time + 30 ms** (DME)
 - Voltage step time > Pulse time + Drop size × 40 ms + 10 ms** (SMDE)
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
 - Pulse time ≥ 40 ms → t (i) = 20/16.67 ms** (50/60 Hz)
 - Pulse time < 40 ms → t (i) = 0.5 × Pulse time**

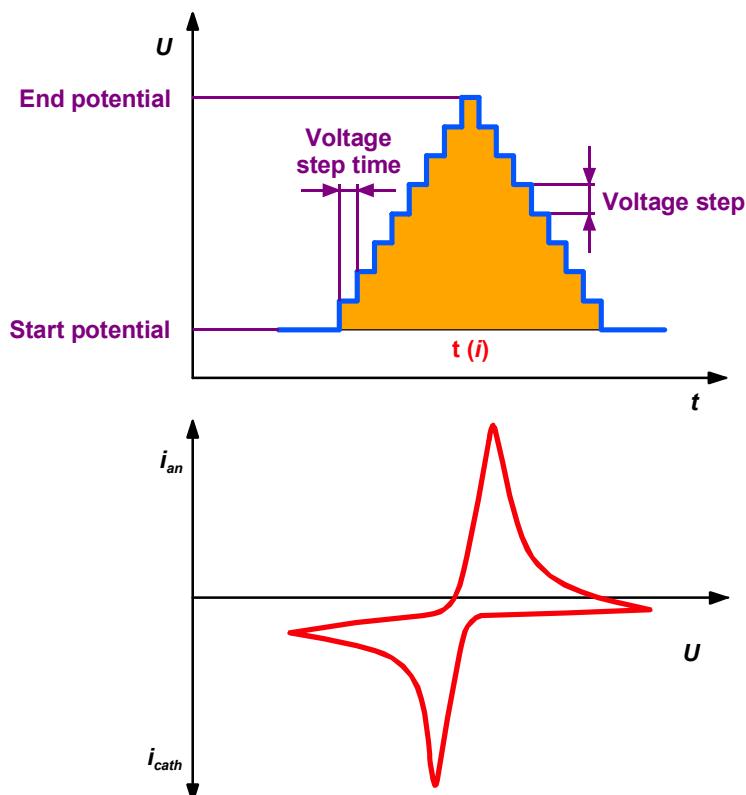
CV – Zyklische Voltammetrie

Allgemeines:

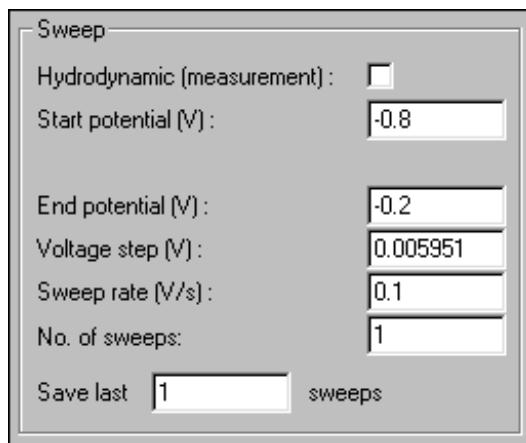
CV oder **Cyclic voltammetry** dient hauptsächlich zur Untersuchung der Reversibilität von Elektrodenprozessen und für kinetische Studien. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus CV durch die Wahl von **CV - Cyclic voltammetry** für den Parameter **Mode** im Fenster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

Beschreibung:

Bei der zyklischen Voltammetrie wird die Spannung einmal oder mehrmals mit hoher, aber konstanter Spannungsänderungsgeschwindigkeit von der Startspannung zur Endspannung und wieder zurück geändert. Der Strom i wird dabei als Funktion der Spannung U gemessen. Die beim letzten Zyklus aufgezeichnete Kurve kann mit Hilfe der Basislinien vom Typ **linear**, **polynomial** oder **exponential** ausgewertet werden.



Sweep-Parameter:



Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

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

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

Rampensteilheit = **Voltage step / Voltage step time**.

No. of sweeps [> 0 ; 1]

Anzahl Zyklen.

Save last ... sweeps]

Anzahl Zyklen, die gespeichert werden sollen.

Hinweise:

- Der Messmodus CV kann nur mit den Elektrodenarten HMDE oder RDE verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** und **Sweep rate** gilt die folgende Bedingung:

$$\text{Voltage step time} = \text{Voltage step} / \text{Sweep rate} > 270 \mu\text{s}$$

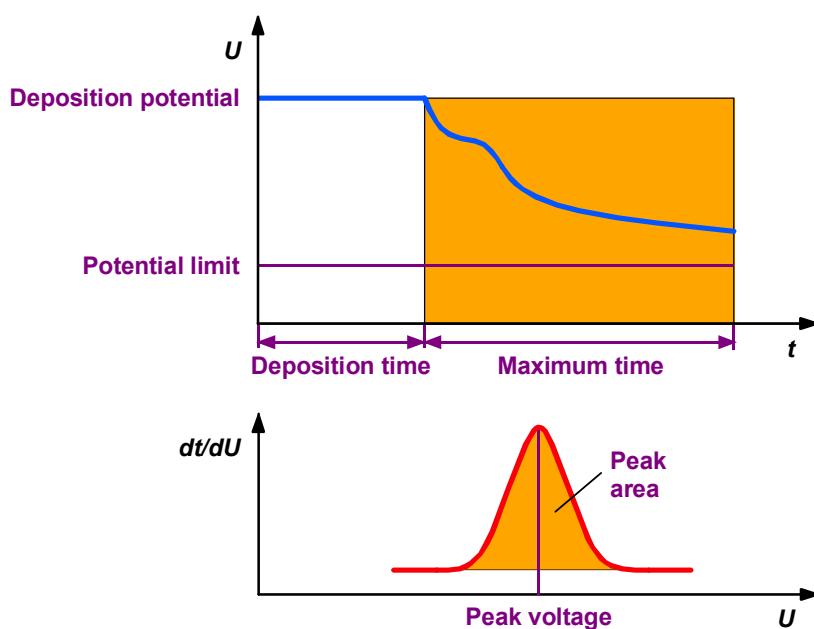
PSA – Potentiometric Stripping Analysis

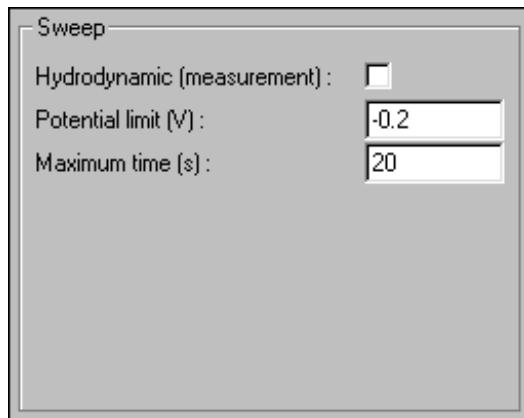
Allgemeines:

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

Beschreibung:

Beim Messmodus PSA werden die zu bestimmenden Substanzen mit der konstanten Ablagerungsspannung **Deposition potential** während einer vorbestimmten Ablagerungszeit **Deposition time** an der Arbeitselektrode abgeschieden. Danach wird die angelegte Spannung ausgeschaltet und die Spannung **U** als Funktion der Zeit **t** mit einer Messfrequenz von 21.39 kHz gemessen. Die Messzeit ist dabei entweder durch die Spannungsbegrenzung **Potential limit** oder durch die Zeitbegrenzung **Maximum time** begrenzt. Aus der Spannungsmessung **U** vs. **t** werden die Verweilzeiten **dt/dU** vs. **U** berechnet. Daraus erhält man peakförmige Kurven, die ausgewertet werden können. Die Peakspannung **Peak voltage** ist dabei charakteristisch für die Substanz und die Peakfläche **Peak area** proportional zu deren Konzentration.



Sweep-Parameter:**Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]**

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

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

Spannungsbegrenzung für den PSA-Sweep.

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

Zeitbegrenzung für den PSA-Sweep.

Hinweise:

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

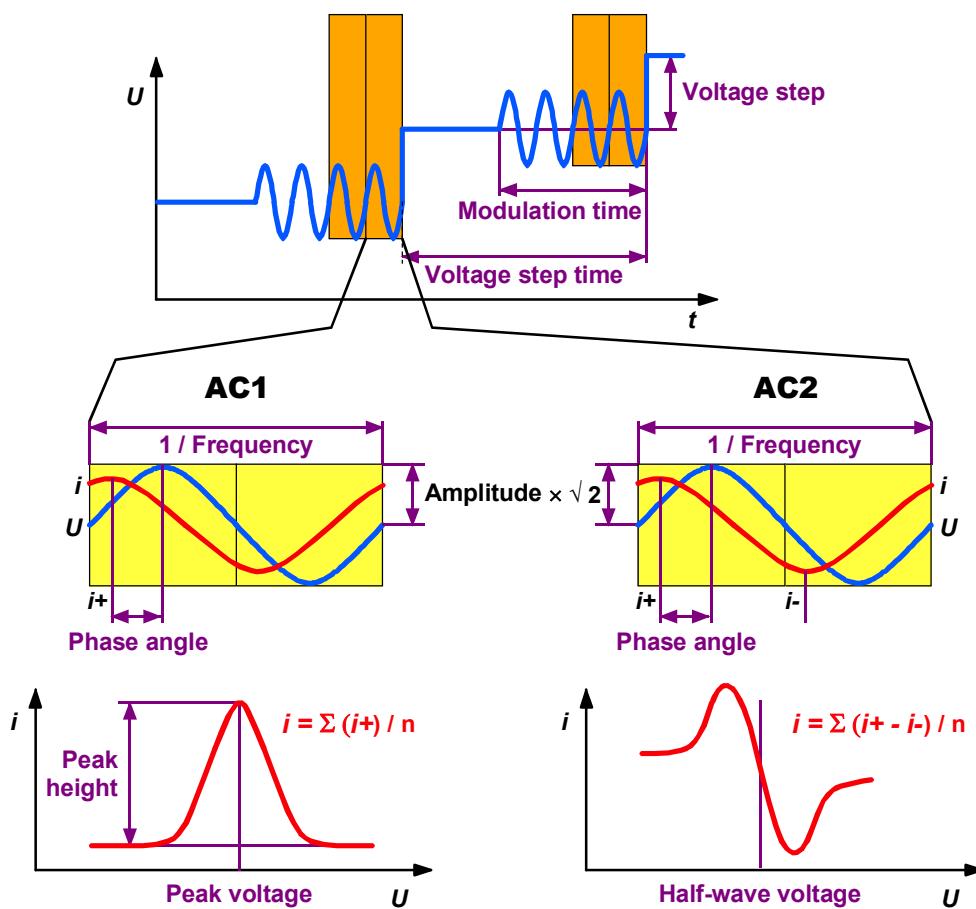
AC – Wechselstromvoltammetrie

Allgemeines:

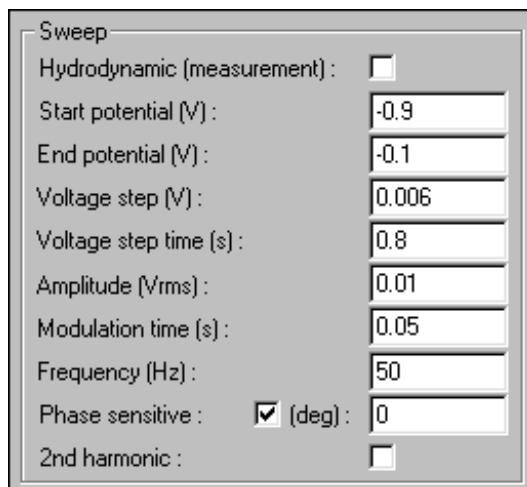
AC oder **Wechselstromvoltammetrie** eignet sich vor allem für Bestimmungen, die auf reversiblen Redoxreaktionen beruhen. Gegenüber irreversiblen Reaktionen ist sie weitgehend unempfindlich. Für beide Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» kann der Messmodus AC durch die Wahl von **AC - Alternating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

Beschreibung:

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



Sweep-Parameter:



Hydrodynamic (measurement) [on, off ; off]

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

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

Startspannung für den Spannungssweep.

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

Endspannung für den Spannungssweep.

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

Spannungsschritt für Gleichspannungsrampe.

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

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

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

Spannungsamplitude der überlagerten Sinusspannung (RMS-Wert).

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

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

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

Frequenz der überlagerten Sinusspannung.

Phase sensitive [on, off ; on]

Phasensensitive Messung ein-/ausschalten.

(deg) [-180/-90...+180/+90° ; 0°]

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

2nd harmonic [on, off ; off]

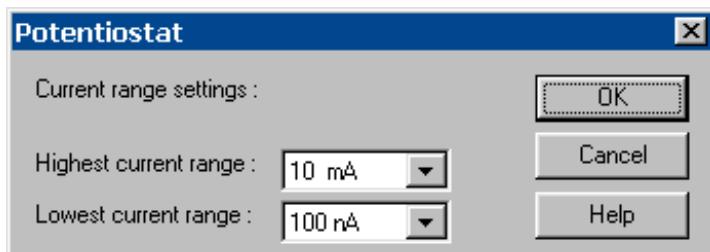
Messung der 2. Harmonischen Wellen (AC2) ein-/ausschalten.

Hinweise:

- Der Messmodus AC kann mit allen Elektrodenarten verwendet werden.
- Für die Festlegung von **Voltage step time** gelten die folgenden Bedingungen:
Modulation time > 2 / Frequency
Modulation time < voltage step time + 0.45 s
- Die Messzeit **t (i)** ist wie folgt definiert:
 $t (i) = \text{Modulation time} / 2$

3.3 Potentiostat

Der im VA Computrace Stand 757 eingebaute Potentiostat arbeitet normalerweise mit voller Empfindlichkeit für Strommessungen im Bereich von 100 pA bis 30 mA. Abhängig vom gemessenen Strom wird dabei automatisch der innerhalb der kleinsten und grössten Stufe liegende passende Strommessbereich ausgewählt. Zur Vermeidung von ungewollten Stromsprüngen bei schnellen Messungen mit CV, SqW oder DC kann es manchmal sinnvoll sein, den höchsten und/oder tiefsten Strommessbereich entsprechend einzuschränken.



Highest current range [100 nA, 1/10/100 µA, 1/10 mA ; 10 mA]

Begrenzung des höchsten Strommessbereichs.

Lowest current range [100 nA, 1/10/100 µA, 1/10 mA ; 100 nA]

Begrenzung des tiefsten Strommessbereichs.

3.4 Allgemeiner Programmablauf

Übersicht über den Programmablauf

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

1. Röhren

Optionales Röhren der Probelösung während der Vorbereitungsschritte bis zum Start der Wartezeit (siehe *Röhren*).

2. **Entlüften**

Optionales Entlüften der Probelösung während der Entlüftungszeit **Initial purge time** (siehe *Entlüften*).

3. **Tropfenbildung**

Bildung von Quecksilbertropfen an der MME falls **DME**, **SMDE** oder **HMDE** gewählt wurde (siehe Kap. 3.1).

4. **Konditionierzyklen**

Optionales Konditionieren von Festkörperelektroden durch Anlegen von zyklischen Konditionersweeps (siehe *Konditionieren*).

5. **Reinigung**

Optionale Reinigung von Festkörperelektroden durch Anlegen einer Reinigungsspannung während der Reinigungszeit **Cleaning time** (siehe *Vorbehandlung*).

6. **Abscheidung**

Optionale elektrochemisch Abscheidung für inverse Voltammetrie während der Abscheidungszeit **Deposition time** (siehe *Vorbehandlung*).

7. **Wartezeit**

Optionale Wartezeit vor dem Start des Sweeps. Während der Wartezeit **Equilibration time** wird das Rühren abgestellt und die Startspannung **Start potential** an die Elektroden angelegt (siehe *Vorbehandlung*).

8. **Spannungsdurchlauf (Sweep)**

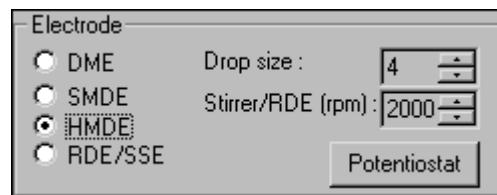
Start des vom gewählten Messmodus abhängigen Sweeps (siehe Kap. 3.2).

9. **Ruhespannung**

Optionale Anwendung einer Ruhespannung **Stand-by potential** nach Beendigung des Sweeps (siehe *Ruhespannung*).

Rühren

Bei eingeschaltetem Rührer (**Stirrer > 0 rpm**) wird die Lösung im Messgefäß am VA Computrace Stand 757 während allen Vorbehandlungsschritten bis zum Start der Ruhezeit gerührt (Ausnahme: Hydrodynamische Messungen im CV-Modus. In diesem Fall wird während der Messung immer gerührt.).



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

Umdrehungen des Rührers pro Minute.

Entlüften

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

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

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

Entlüftungszeit vor der ersten Messung der Probelösung.

Konditionieren von Festkörperelektroden

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

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

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

Startspannung für den zyklischen Konditionersweep.

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

Endspannung für den zyklischen Konditionersweep.

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

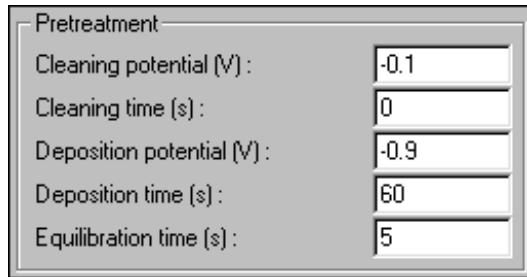
Anzahl Konditionierzyklen.

Vorbehandlung

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

- Die **Reinigungsspannung** kann für die elektrochemische Reinigung von Festkörperelektrodenoberflächen benutzt werden, die mit Produkten von Elektrodenredoxprozessen verunreinigt sind.
- Die **Abscheidungsspannung** dient zur elektrochemischen Anreicherung in der Inversen Voltammetrie.

- Während der Wartezeit **Equilibration time** wird die Startspannung des Sweeps an die Elektrode angelegt.



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

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

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

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

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

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

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

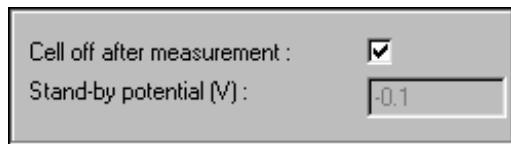
Abscheidungszeit; Zeit, während der die Abscheidungsspannung **Deposition potential** angelegt wird.

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

Wartezeit vor dem Sweepstart. Der Rührer wird ausgeschaltet und die Startspannung angelegt.

Ruhespannung

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



Cell off after measurement [on, off ; on]

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

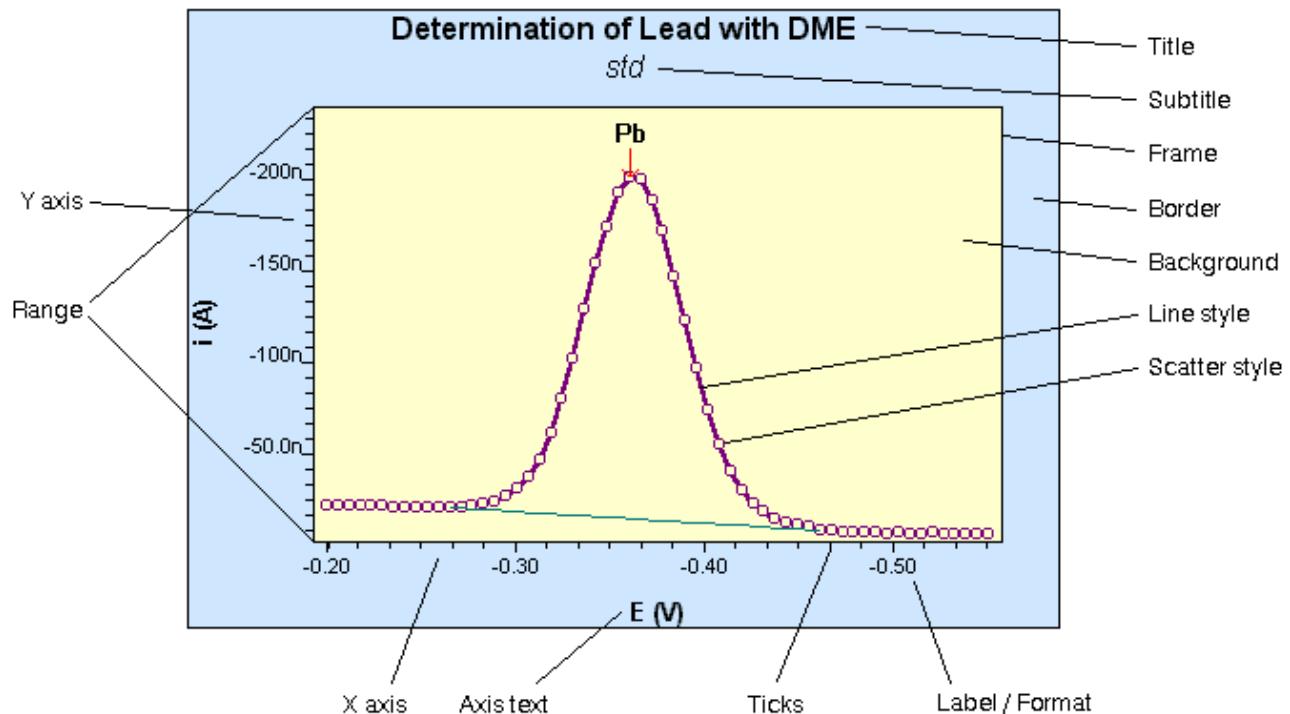
Stand-by potential (V) [-5...+5 V ; -0.1 V]

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

3.5 Grafische Einstellungen

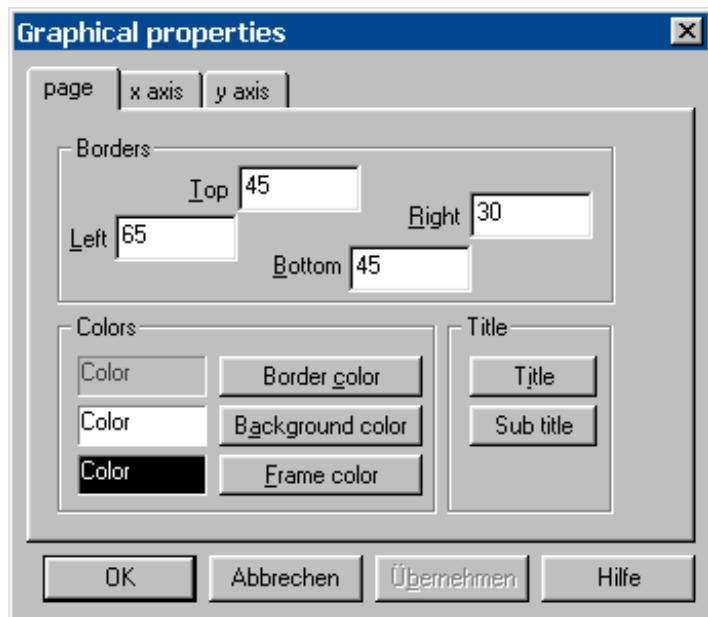
Elemente von Kurvenfenstern

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



Bildeigenschaften

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



Borders (Ränder)

Top [$\geq 0 \text{ pt}$; 45 pt] (Rand oben)

Left [$\geq 0 \text{ pt}$; 65 pt] (Rand links)

Right [$\geq 0 \text{ pt}$; 30 pt] (Rand rechts)

Bottom [$\geq 0 \text{ pt}$; 45 pt] (Rand unten)

Randgrösse in Punkten (Distanz zwischen dem äusseren Rahmen des Kurvenfensters und dem Rahmen innerhalb des Kurvenfensters).

Colors (Farben)

Border color

Randfarbe im Kurvenfenster.

Background color

Hintergrundfarbe im Kurvenfenster.

Frame color

Rahmenfarbe im Kurvenfenster.

Title (Titel)

Title

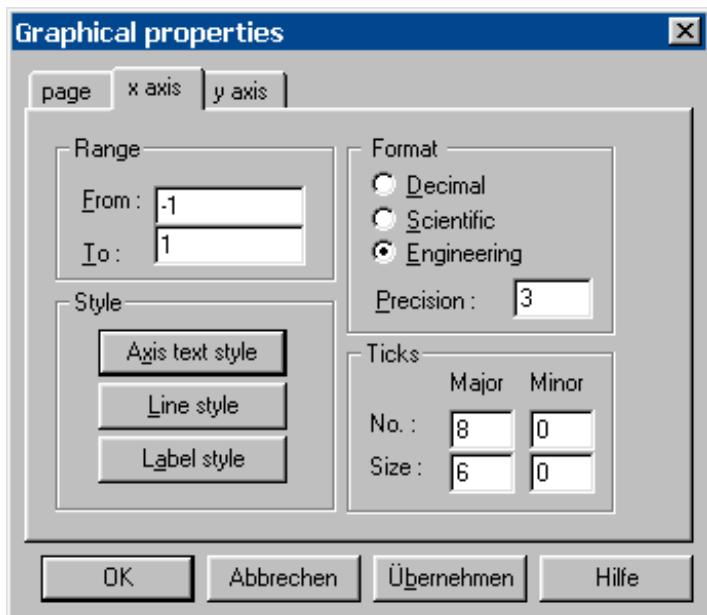
Schrift für Titel im Kurvenfenster (keine Funktion im Fenster **MONITORING**).

Sub title

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

Achseneigenschaften

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



Range (for x axis) (Bereich für X-Achse)

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

Unterer Grenzwert für X-Achse (Spannung).

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

Oberer Grenzwert für X-Achse (Spannung).

Range (for y axis) (Bereich für Y-Achse)

From [> 0 ; -1e-10]

Unterer Grenzwert für Y-Achse
(Strom für VA-Techniken, dt/dU für PSA).

To [> 0 ; 1e-10]

Oberer Grenzwert für Y-Achse
(Strom für VA-Techniken, dt/dU für PSA).

Style (Stil)

Axis text style

Schrift für Achsenbeschriftung der X- und Y-Achse.

Line style

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

Label style

Schrift für Achsentitel der X- und Y-Achse.

Format

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

Decimal

$\pm \#\#\#\#\#$ (Fliesskommazahl)

Scientific

$\pm \#\#\#\#\# \text{e} \pm \#\#\#$ (wissenschaftl. Format)

Engineering

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

Precision [≥ 0 ; 3]

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

Ticks (Skalierungsstriche)

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

No. [≥ 0 ; 8]

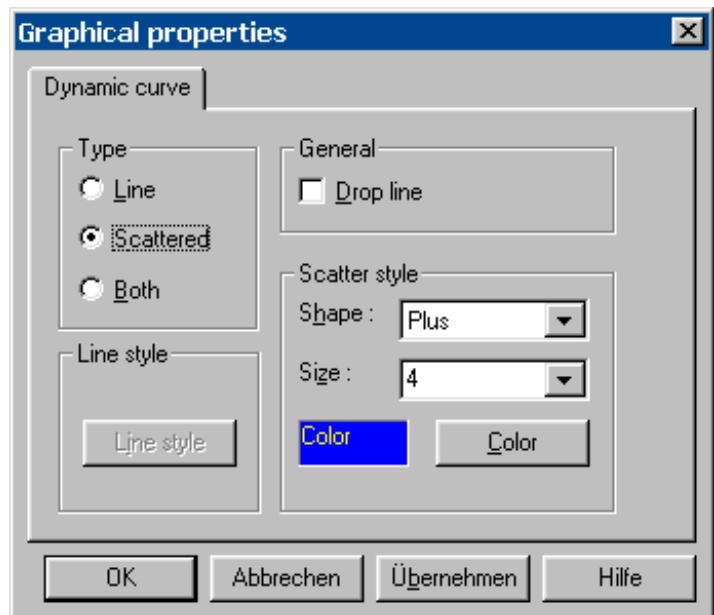
Anzahl von Haupt- und Hilfsstrichen für die X- und Y-Achse. In manchen Fällen wird die eingegebene Zahl automatisch auf- oder abgerundet.

Size [≥ 0 pt ; 6 pt]

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

Kurveneigenschaften

Die grafischen Eigenschaften für alle Kurven können auf dem entsprechenden Blatt **curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden.



Type (Kurventyp)

Line

Messpunkte mit einer geraden Linie verbinden.

Scattered

Für jeden Messpunkt ein Symbol zeichnen.

Both

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

Line style

Line style

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

General

Drop line

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

Scatter style

Shape [**Dot, Box, Circle, Plus, X, Asterisk ; Plus**]
Auswahl eines Symbols für die Messpunkte.

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

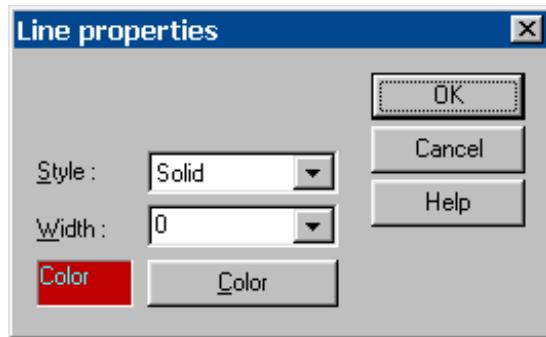
Grösse des Symbols in Punkten.

Color

Farbe des Symbols.

Linieneigenschaften

Definition der Linieneigenschaften für Achsen- und Kurvenlinien.



Style [different styles ; Solid]

Linienform (ausgezogen, gestrichelt, etc.).

Width [0...8 ; 0]

Liniendicke in Punkten (0 = Haarlinie).

 Color

Linienfarbe.

4 Betriebsart «Exploratory»

4.1 Übersicht über Betriebsart «Exploratory»

Besonderheiten der Betriebsart «Exploratory»

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

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

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

Wahl der Betriebsart «Exploratory»



757 VA COMPUTRACE / Mode / **Exploratory**

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

Fenster in der Betriebsart «Exploratory»



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

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



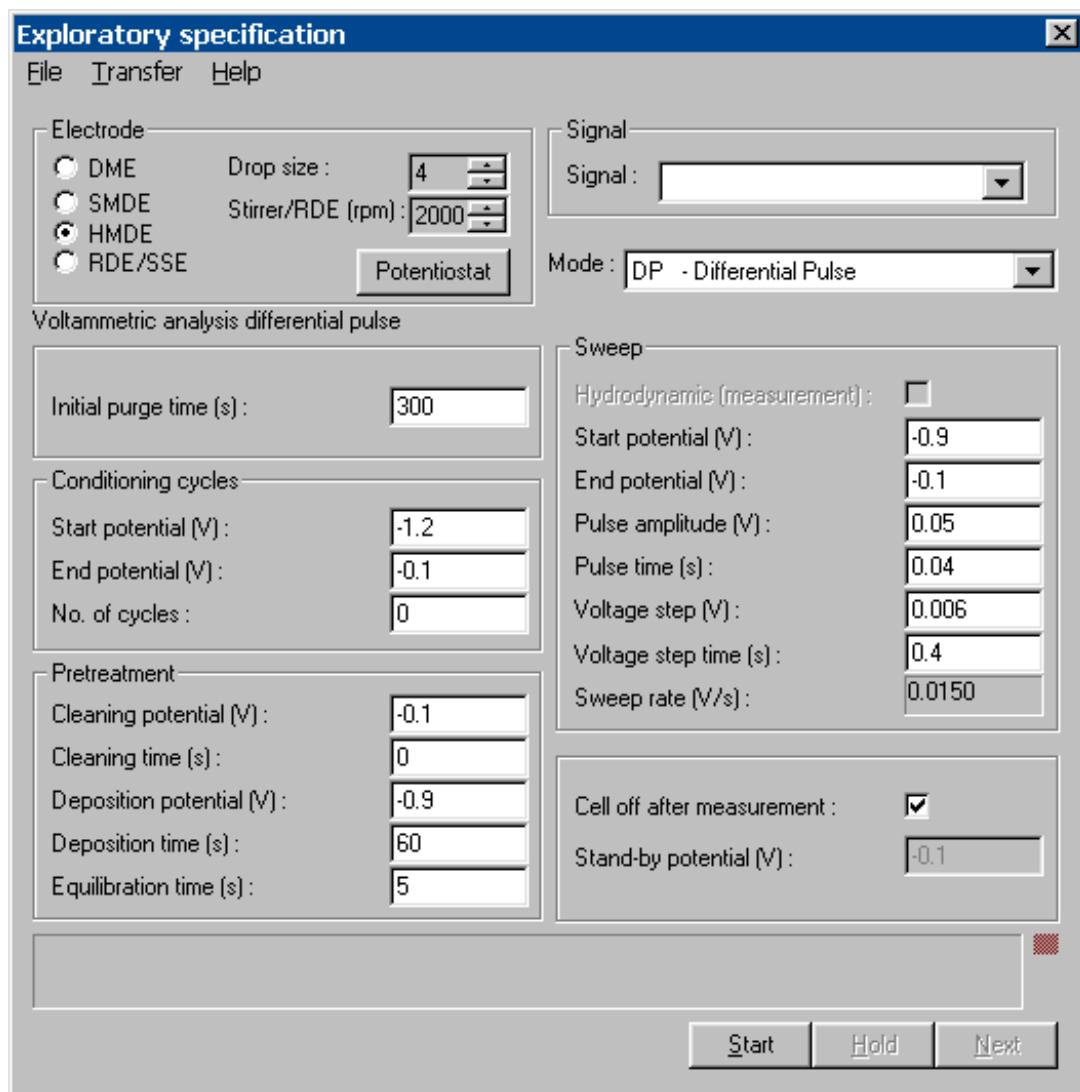
757 VA COMPUTRACE / Window / **Exploratory curves** (F12)

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

4.2 Fenster «Exploratory specification»

Einstellungen im Fenster «Exploratory specification»

Das Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** enthält alle Einstellungen für die Aufnahme von Signalkurven. Die meisten Einstellungen sind für die beiden Betriebsarten «Exploratory» und «Determination» identisch und werden deshalb in *Kapitel 3* beschrieben.



Electrode siehe *Elektroden*, Kap. 3.1

Drop size siehe *Elektroden*, Kap. 3.1

Stirrer siehe *Röhren*, Kap. 3.4

Potentiostat siehe *Potentiostat*, Kap. 3.3

Initial purging time siehe *Entlüften*, Kap. 3.4

Conditioning cycles siehe *Konditionieren*, Kap. 3.4

Pretreatment siehe *Vorbehandlung*, Kap. 3.4

Signal	Wahl einer Signaldatei, die mit den Eigenschaften Selected signal properties angezeigt werden soll. Ein Stern * markiert die Signaldatei, deren Parameter im Arbeitsspeicher geladen sind.
Mode	Wahl des VA-Messmodus, siehe <i>VA-Messmodi, Kap. 3.2</i>
Sweep	Parameter des ausgewählten Messmodus, siehe <i>VA-Messmodi, Kap. 3.2</i>
Stand-by potential	siehe <i>Ruhespannung, Kap. 3.4</i>

Signale laden und speichern

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



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / New parameters

Standardparameter für ausgewählte Elektrode und Messmodus laden.



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal

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



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Save signal as ...

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

EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Export signal points

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

EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Export voltammetric parameters ...

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

Parameter und Daten übertragen

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

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

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

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

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

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

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

EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Data to determination

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

Signalmessungen durchführen

Signalmessungen in der Betriebsart «Exploratory» können mit Hilfe der folgenden Symbole (im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE**) oder Knöpfe (im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION**) durchgeführt werden:



Messung starten

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



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

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

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

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



Messung stoppen

Laufende Messung sofort stoppen.



Messung unterbrechen

Laufende Messung sofort unterbrechen.



Messung fortsetzen

Unterbrochene Messung fortsetzen.



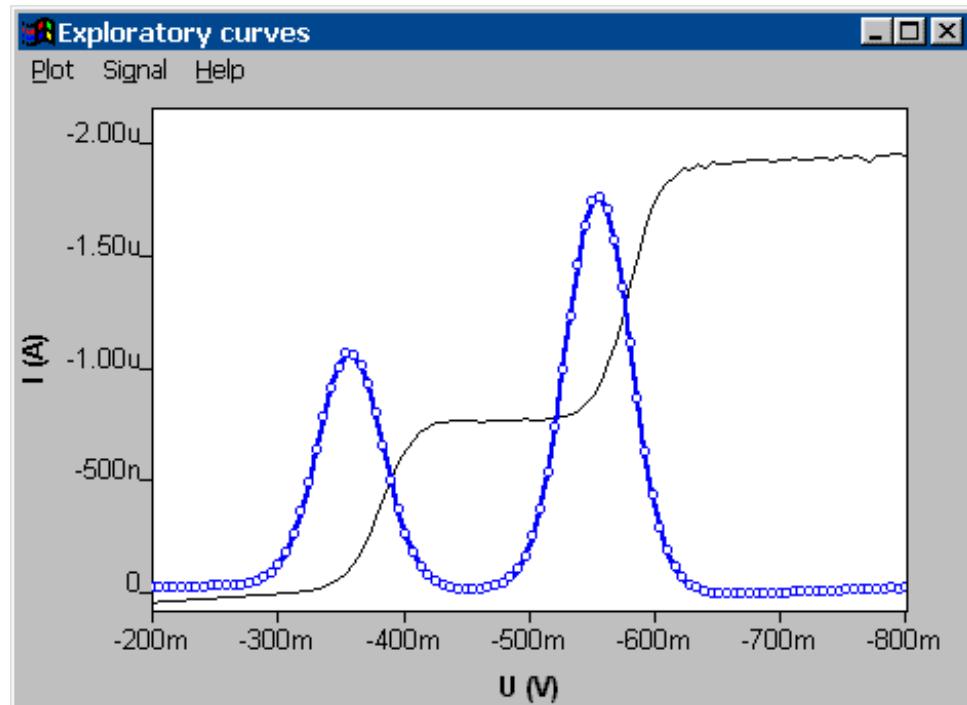
Nächster Schritt

Gehe zu nächstem Schritt im Programmablauf.

4.3 Signalkurven

Fenster «Exploratory curves»

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



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

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

Y-Achse Die Y-Achse wird immer mit den positiven Werten oben und den negativen Werten unten angezeigt.

Signalkurven laden

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



EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal

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

Signalkurven auswählen

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

Zoomen

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

Autoskalierung

EXPLORATORY CURVES / Plot / Auto scale (F4)

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

Achsen invertieren

EXPLORATORY CURVES / Plot / Swap axis / abscissa

X-Achse für die aktuelle Signalkurve invertieren.

EXPLORATORY CURVES / Plot / Swap axis / ordinate

Y-Achse für die aktuelle Signalkurve invertieren.

Grafische Eigenschaften für Signalkurven

EXPLORATORY CURVES / Plot / Page properties

Die Bildeigenschaften des Fensters

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

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

EXPLORATORY CURVES / Plot / Dynamic signal properties

Die Eigenschaften der dynamischen Signalkurve (laufende Messung) können auf dem Blatt **Dynamic curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES**

eingestellt werden (Details siehe *Kurveneigenschaften*, Kap. 3.5).

EXPLORATORY CURVES / Plot / Selected signal properties

Die Eigenschaften der ausgewählten Signalkurve können auf dem Blatt **Selected curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Kurveneigenschaften*, Kap. 3.5).

EXPLORATORY CURVES / Plot / Other signal properties

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

Line style

Die Linieneigenschaften für Achsen oder Signalkurven können im Fenster **LINE PROPERTIES** eingestellt werden (Details siehe *Linieneigenschaften*, Kap. 3.5).

Kopieren in Zwischenablage

EXPLORATORY CURVES / Plot / Copy to clipboard

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

Beschriftung ändern

EXPLORATORY CURVES / Plot / Change Y axis text

Beschriftungstext für Y-Achse ändern.

EXPLORATORY CURVES / Plot / Change title

Den oberhalb der Kurve angezeigten Titeltext ändern.

Signalkurven löschen

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

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Clear

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

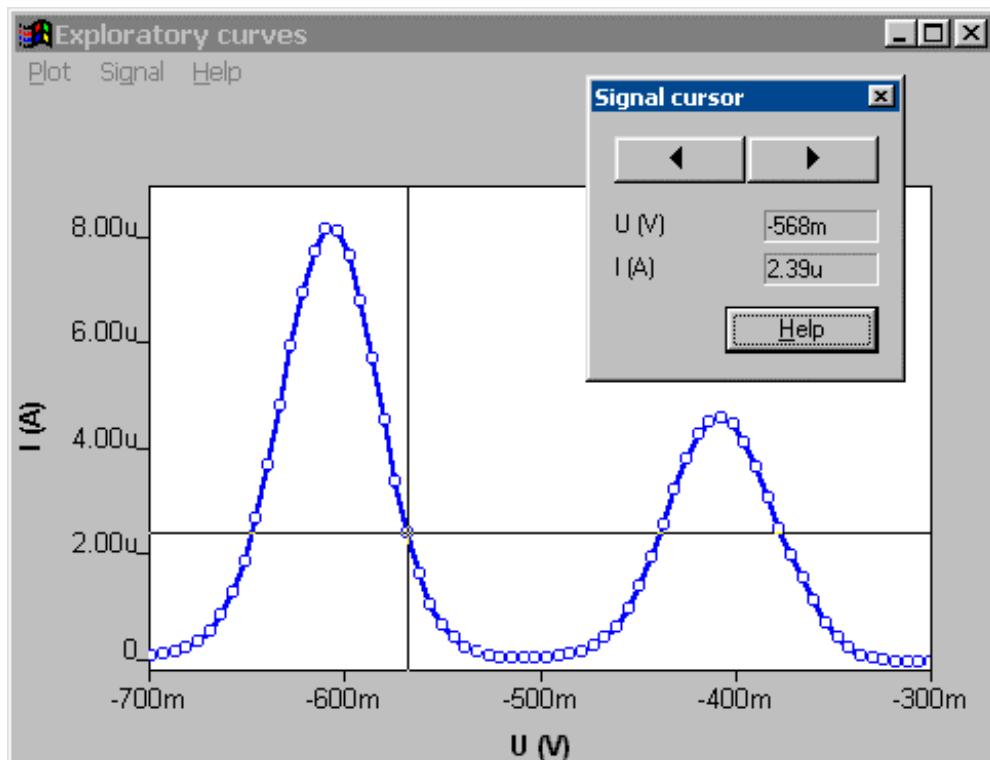
EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Clear all

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

Signal-Cursor

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Signal cursor

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



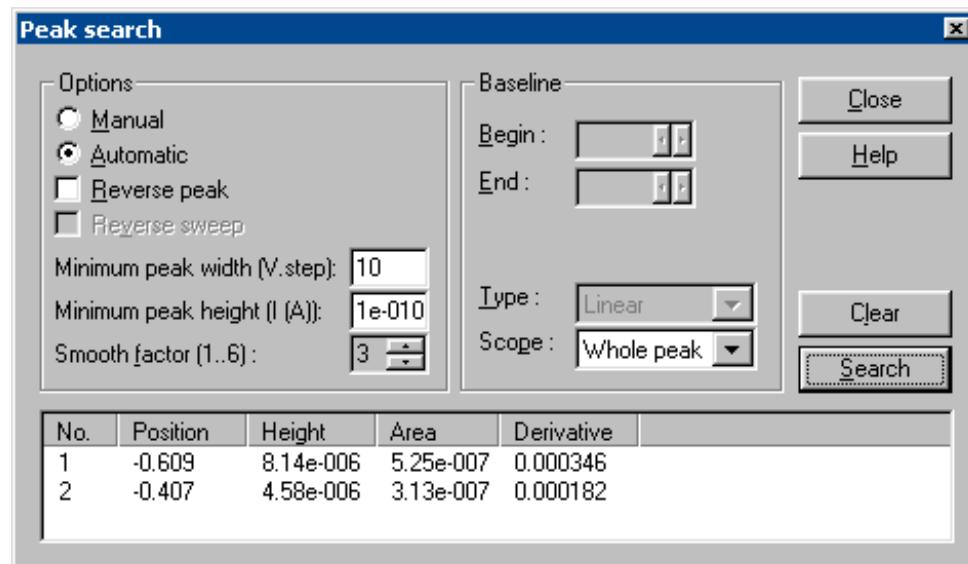
Cursor zum nächsten oder vorhergehenden Messpunkt auf dem ausgewählten Signal verschieben.

Peaksuche

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

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search

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



Options Allgemeine Parameter zur Peakauswertung.

Manual

Die Fusspunkte für die Basislinienberechnung müssen manuell gesetzt werden.

Automatic

Die Fusspunkte für die Basislinienberechnung werden automatisch berechnet.

Reverse peak

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

Reverse sweep

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

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

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

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

Minimale Peakhöhe für Peakanerkennung.

Smooth factor [1...6 ; 3]

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

Baseline Parameter für Basislinienberechnung.

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

Manuelle Einstellung des Start-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Die Werte können durch Klicken der Knöpfe  oder durch Drü-

cken der Tasten \uparrow oder \downarrow erhöht oder erniedrigt werden. Bei automatischer Peakauswertung ist dieses Feld ist nicht editierbar (Anzeige **n/a**).

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

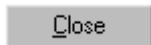
Manuelle Einstellung des End-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Die Werte können durch Klicken der Knöpfe  oder durch Drücken der Tasten \uparrow oder \downarrow erhöht oder erniedrigt werden. Bei automatischer Peakauswertung ist dieses Feld ist nicht editierbar (Anzeige **n/a**).

Type [Linear, Polynomial, Exponential ; Linear]

Wahl des Basislinientyps.

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

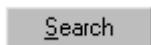
Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn als Basislinientyp **Linear** ausgewählt ist.

 Close

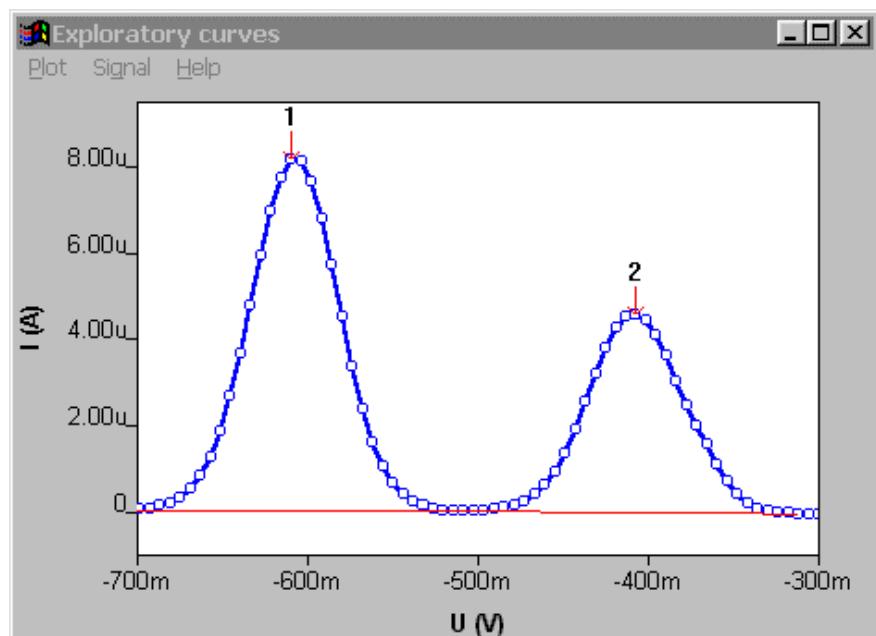
Fenster **PEAK SEARCH** schliessen.

 Clear

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

 Search

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



Resultattabelle

Anzeige der Resultate der Peakauswertung.

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

Edit baseline

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

Copy

Kopieren der ausgewählten Resultatzeile in die Zwischenablage.

Copy All oder Copy Peak List

Kopieren aller Resultatzeilen in die Zwischenablage.

Copy Graphed Results

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

Position (V)

Berechnete Peakspannung am Peakmaximum.

Height (A)

Berechnete Peakhöhe von der Basislinie bis zum Peakmaximum.

Area (W)

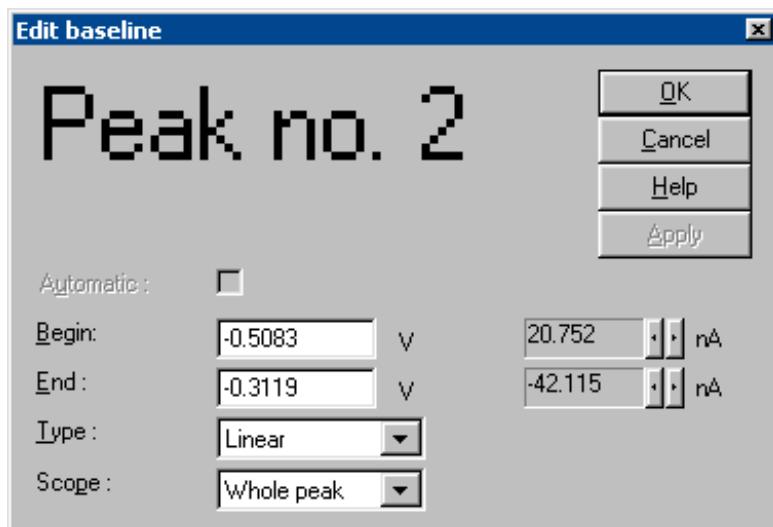
Berechnete Peakfläche zwischen der Basislinie und der Peakkurve.

Derivative

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

Basislinie editieren

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



Begin

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

End

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

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

Wahl des Basislinientyps

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

Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung.

Dieses Feld ist nur editierbar, wenn als Basislinientyp **Linear** ausgewählt ist.

Apply

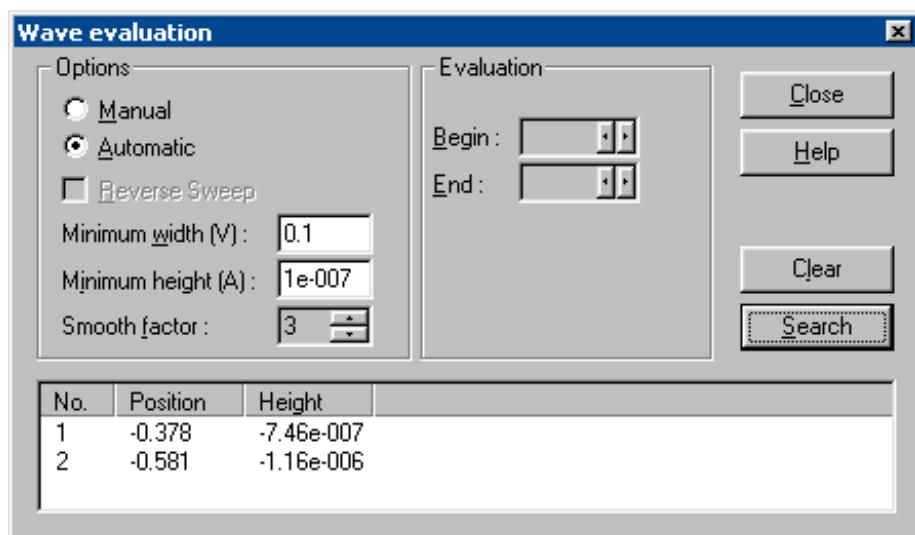
Neue Peakauswertung mit den aktuell im Fenster **EDIT PEAK** eingetragenen Parametern starten.

Stufenauswertung

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

EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Wave evaluation

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



Options Allgemeine Parameter zur Stufenauswertung.

Manual

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

Automatic

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

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

Minimale Breite für die Stufenanerkennung.

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

Minimale Stufenhöhe für die Stufenanerkennung.

Smooth factor [1...6 ; 3]

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

Close

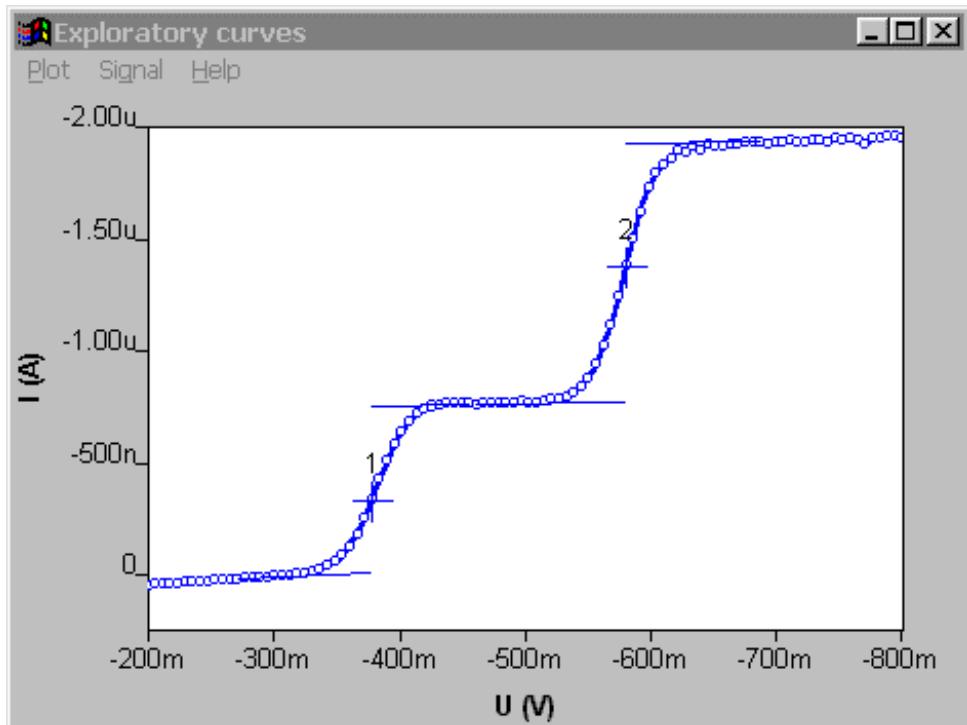
Fenster **WAVE EVALUATION** schliessen.

Clear

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

Search

Stufenauswertung mit den aktuell im Fenster **PEAK SEARCH** eingetragenen Parametern starten. Die berechneten Positionen der Halbstufenpotentiale und Tangenten werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt.



Resultattabelle

Anzeige der Resultate der Stufenauswertung.

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

Copy

Kopieren der ausgewählten Resultatzeile in die Zwischenablage.

Copy All oder **Copy Peak List**

Kopieren aller Resultatzeilen in die Zwischenablage.

Copy Graphed Results

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

Position (V)

Berechnete Halbstufenspannung.

Height (A)

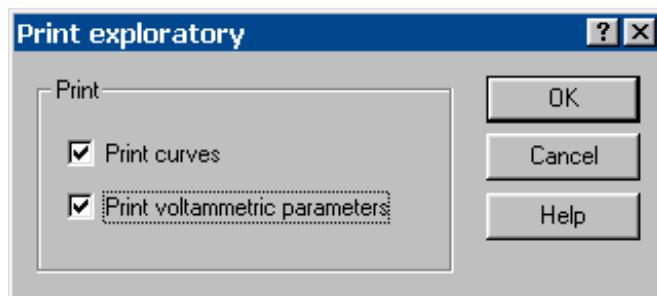
Berechnete Stufenhöhe zwischen den Tangenten an der Position des Halbstufenpotentials.

4.4 Drucken in der Betriebsart «Exploratory»



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

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



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

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

5 Betriebsart «Determination»

5.1 Übersicht über Betriebsart «Determination»

Besonderheiten der Betriebsart «Determination»

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

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

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

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

Wahl der Betriebsart «Determination»



757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination

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

Fenster in der Betriebsart «Determination»



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

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

**757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor (F7)**

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

**757 VA COMPUTRACE / Window / Determination curves (F8)**

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

**757 VA COMPUTRACE / Window / Results (F9)**

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

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

Das Fenster **SAMPLE TABLE** wird geöffnet oder (falls schon offen) geschlossen.

5.2 Arbeitsmethode

Methoden laden und speichern

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

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

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

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

Laden einer bestehenden Methodendatei in den Arbeitsspeicher. Der Name der geladenen Methode wird in der Statusleiste des Hauptfensters **757 VA COMPUTRACE** angezeigt.

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

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode. Falls die Methode seit dem Laden geändert wurde, erscheint die Meldung **The file already exists. Overwrite?**. Klicken Sie auf **Yes** um die Methodendatei zu überschreiben oder auf **No** um das Speichern abzubrechen.

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

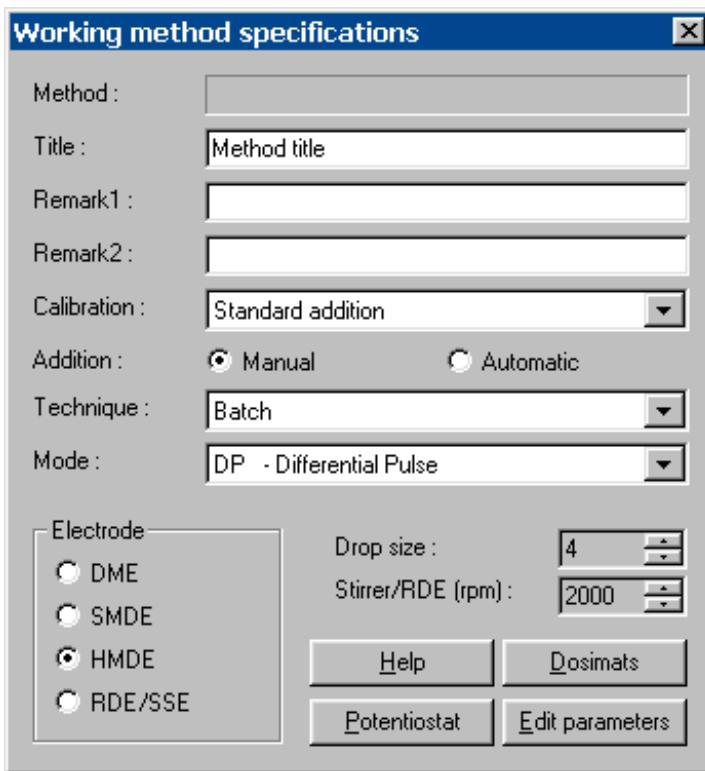
Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Methode in einer neuen Datei. Geben Sie Namen und Verzeichnis für die Speicherung der Methodendatei ein.

757 VA COMPUTRACE / File / Export results ...

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

Fenster «Working method specifications»

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

**Method [nur Anzeige]**

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

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

Methodentitel.

Remark1 [0...68 Zeichen ;]

Bemerkung 1 zu Methode.

Remark2 [0...68 Zeichen ;]

Bemerkung 2 zu Methode.

Calibration [siehe unten ; Standard addition manual]

Wahl der Kalibriertechnik (siehe auch Kap. 5.7):

Standard addition

Standardaddition. Die Anzahl Aufstockungen wird auf dem Blatt **Determination** definiert, die Aufstocklösungen auf dem Blatt **Substances**, und die Dosimaten im Fenster **DOSIMATS**.

Sample with calibration curve

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

Record calibration curve

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

Addition [Manual, Automatic ; Manual]

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

Manual

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

Automatic

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

Technique [siehe unten ; Batch]

Wahl der Messtechnik:

Batch

Messung ohne Lösungsaustausch.

Batch with solution exchange

Messung mit Lösungsaustausch für jede Standardaddition oder Kalibrierlösung.

Taken from calibration curve

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

Mode

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

Electrode

Wahl der Elektrode (siehe *Elektroden*, Kap. 3.1).

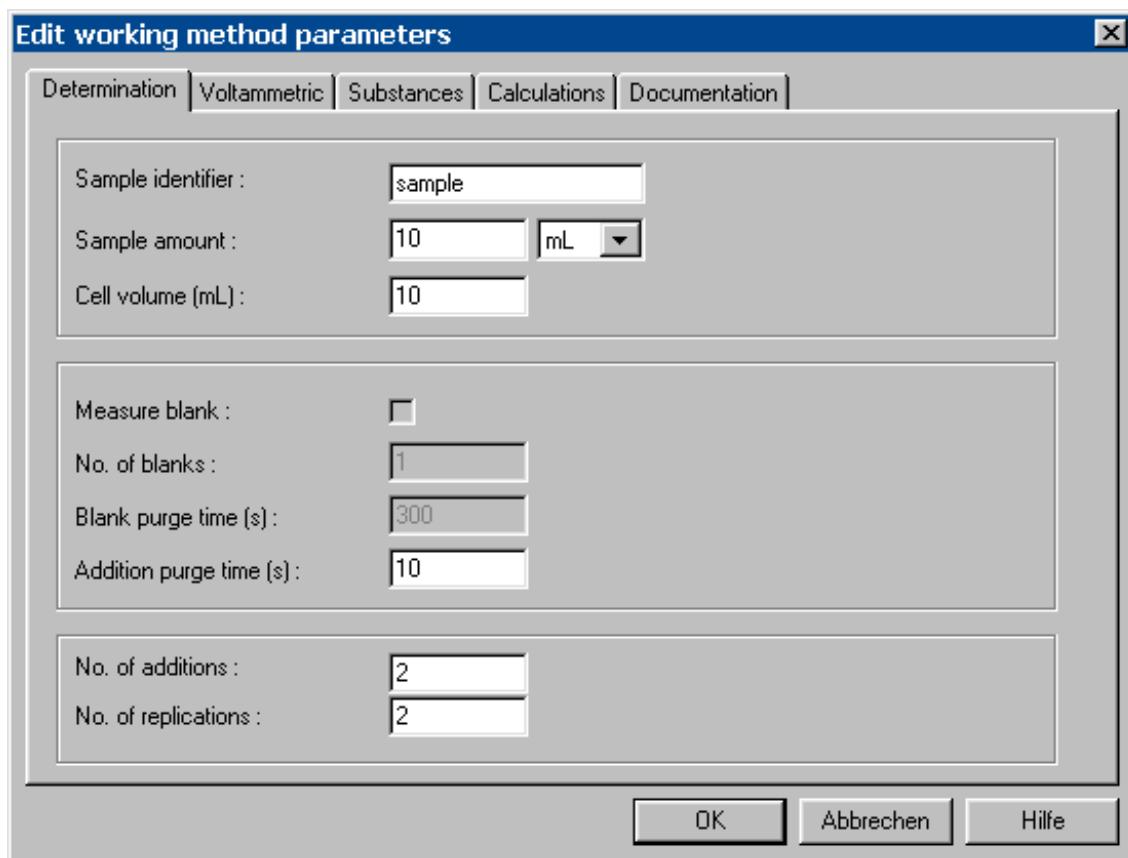
Drop size

Tropfengrösse für SMDE oder HMDE (siehe *Elektroden*, Kap. 3.1).

Stirrer	Rührereinstellungen (siehe <i>Röhren</i> , Kap. 3.4).
Dosimats	Dosimateinstellungen (siehe <i>Dosimaten</i>).
Potentiostat	Potentiostateinstellungen (siehe <i>Potentiostat</i> , Kap. 3.3).
Edit parameters	Parameter der Arbeitsmethode editieren (siehe <i>Determination</i> , <i>Voltammetric</i> , <i>Substances</i> und <i>Documentation</i>).

Blatt «Determination»

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



Sample identifier [16 Zeichen ; "sample"]

Probenidentifikation.

Sample amount [> 0 ; 10]

Menge der ins Messgefäß zugegebenen Probe.

Sample unit [mL, g ; mL]

Wahl der Einheit für die Probenmenge.

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe- + Hilfslösung, z.B. Puffer) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probe- konzentrationen **Mass conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

Measure blank [on, off ; off]

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

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

Anzahl Messungen der Blindlösung zur Bestimmung der Blindkurve. Wird mehrmals gemessen, so wird aus den einzelnen Messungen eine mittlere Blindwertkurve bestimmt.

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

Entlüftungszeit vor der Messung der Blindlösung.

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

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

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

Entlüftungszeit nach Lösungswechsel falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde (für die erste Messung wird die Entlüftungszeit **Initial purge time** verwendet).

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

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

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

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

Calibration curve [Pfad + Dateiname ;]

Wahl der Bestimmungsdatei mit der aufgenommenen Kalibrierkurve, welche verwendet werden

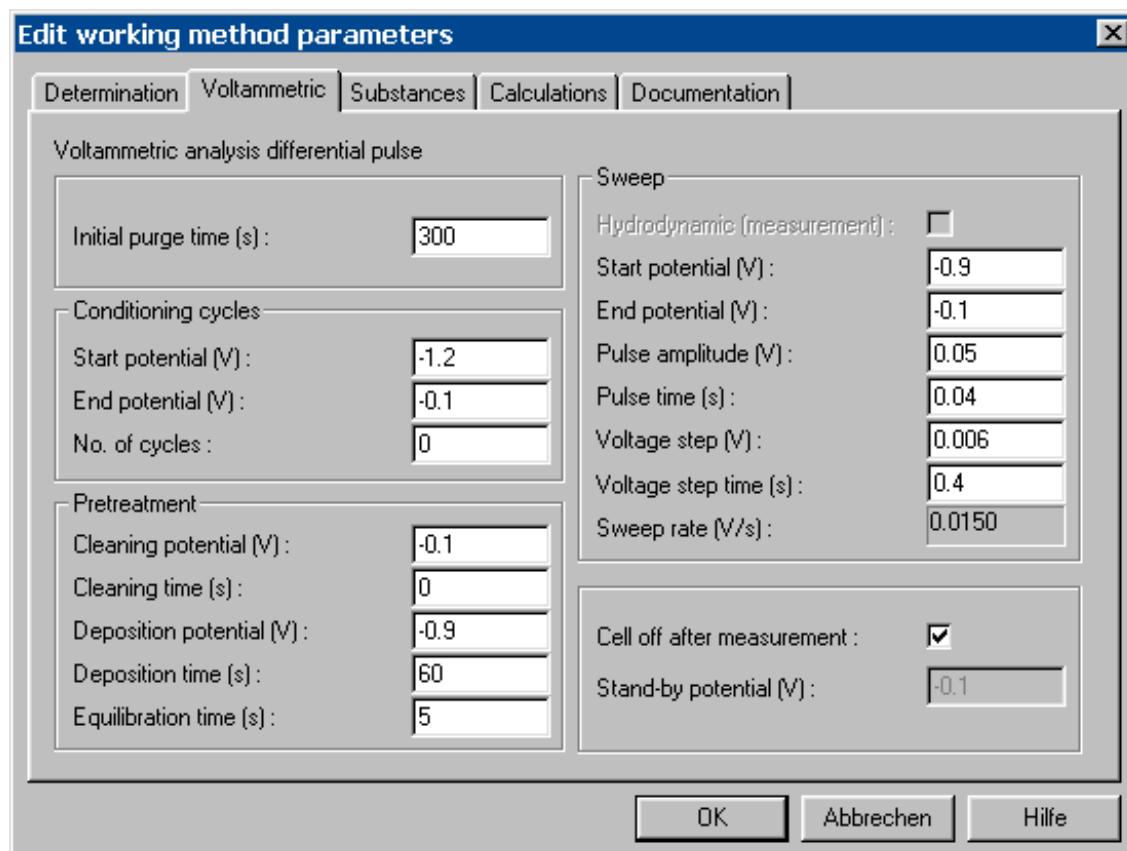
soll, falls **Sample with calibration curve** für **Calibration** gewählt wurde.

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

Anzahl Replikationen (= Gesamtzahl der Messungen) für jede Variation (Probe, Standardaddition, Kalibrierlösung).

Blatt «**Voltammetric**»

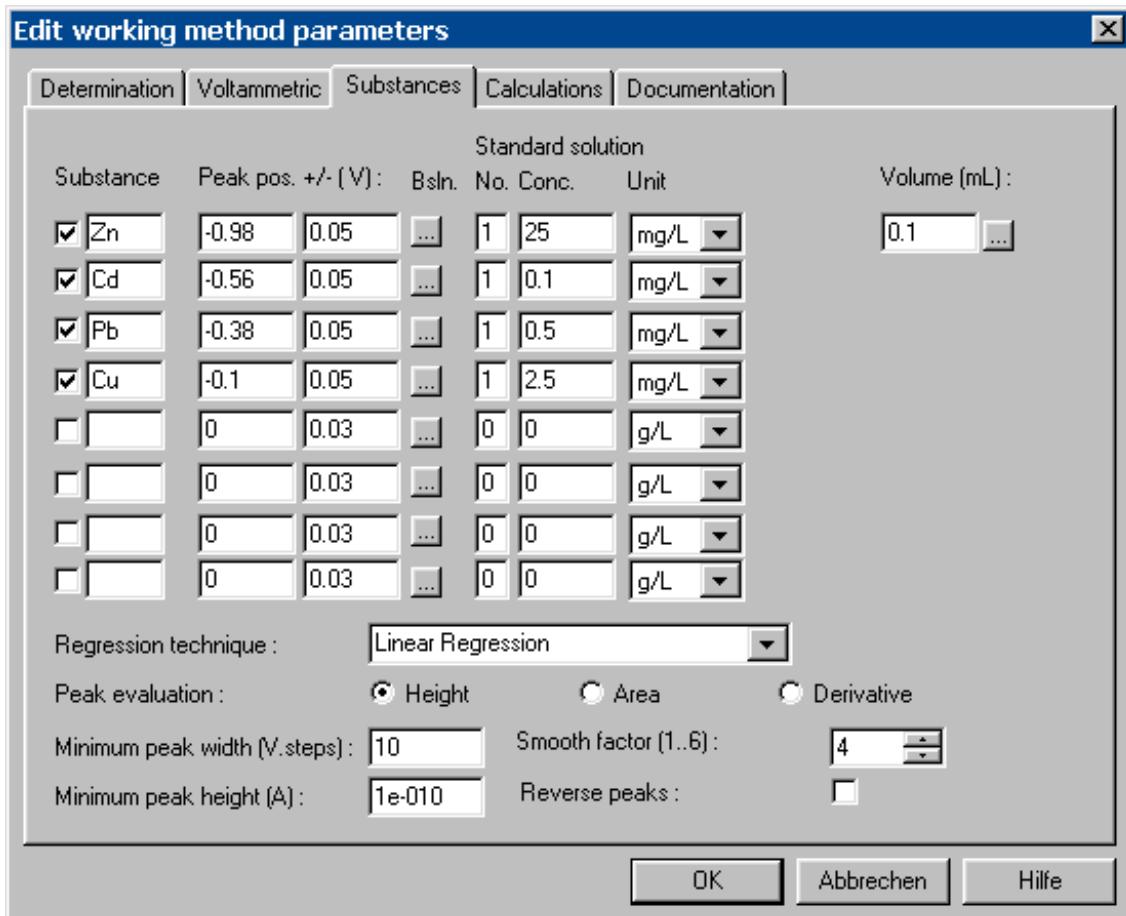
Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Vorbereitungsschritte und die VA-Messmodi. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl des im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** gewählten Messmodus ab.



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

Blatt «Substances»

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** enthält die Parameter für die Definition und Anerkennung von Substanzen, für die Definition von Standardlösungen, für die Peakauswertung und für die Resultatberechnung. Welche Parameter angezeigt werden, hängt von der Wahl der Kalibriertechnik im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** ab.



Substance [8 Zeichen ;]

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

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

Kennspannung für die Substanz und Toleranz dieser Kennspannung.

Bsln.

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

Standard solution

Definition von Aufstocklösungen für die Standardaddition oder von Lösungen für die Aufnah-

me von Kalibrierkurven. Diese Parameter werden nicht angezeigt falls **Batch with solution exchange** für **Technique** gewählt wurde.

No. [1...5 ; 0]

Nummer der Lösung, die für die manuelle oder automatische Zugabe verwendet werden soll. Für automatische Zugaben muss diese Nummer identisch mit der Nummer des verwendeten Dosimaten sein. Falls gemischte Standards verwendet werden, muss die Nummer dieser Mischlösung bei jeder der darin enthaltenen Substanzen eingegeben werden.

Conc. [> 0 ; 0]

Zahlenwert für Konzentration der Zugabelösung.

Unit [$\mu\text{g}/\text{L}$... $\text{g}/\mu\text{L}$; g/L]

Einheit für die Konzentration der Zugabelösung.

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

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

Cell

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

Regression technique [siehe unten ; Linear Regression]

Wahl der Regressionstechnik:

Linear Regression

Die Regression wird mit einer Geraden berechnet.

Nonlinear Regression

Die Regression wird mit einer nichtlinearen Kurve berechnet. Diese Option ist nur verfügbar, falls

Record calibration curve für **Calibration** gewählt wurde.

Linear Regression (through Zero)

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

Nonlinear Regression (through Zero)

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

Peak evaluation [Height, Area, Derivative ; Height]

Wahl der Auswertegrösse für den Peak:

Height

Peakhöhe von Basislinie zum Peakmaximum.

Area

Peakfläche zwischen Peakkurve und berechneter Basislinie.

Derivative

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

Minimum peak width (V.step) [≥ 5 ; 5]

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

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

Minimale Peakhöhe für die Peakanerkennung.

Smooth factor [1...6 ; 4]

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

Reverse peaks [on, off ; off]

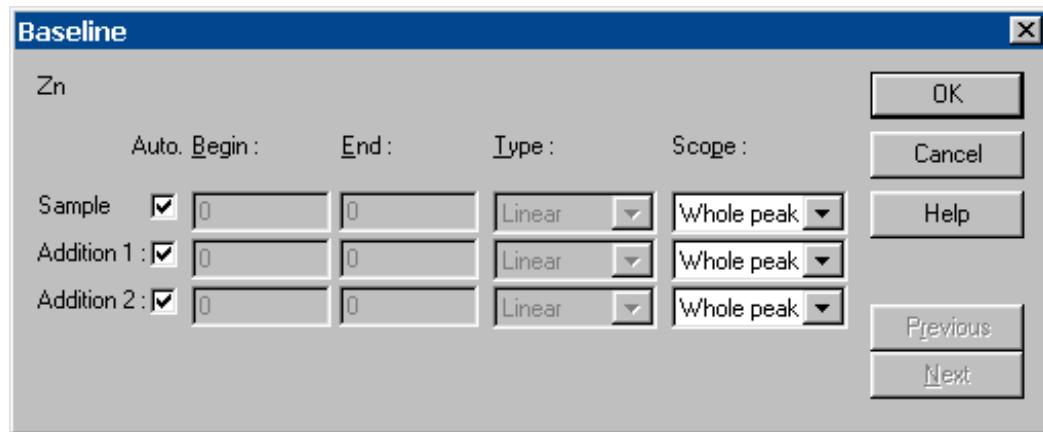
Peakauswertung von umgekehrten Peaks ermöglichen (Peaks mit entgegengesetzter Orientierung zur Sweep- oder Pulsrichtung).

Reverse sweep [on, off ; off]

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

Basislinie

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



Auto. [on, off ; on]

Automatische Peakauswertung ein-/ausschalten.

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

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

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

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

Type [Linear, Polynomial, Exponential ; Linear]

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

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

Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung.

 Previous

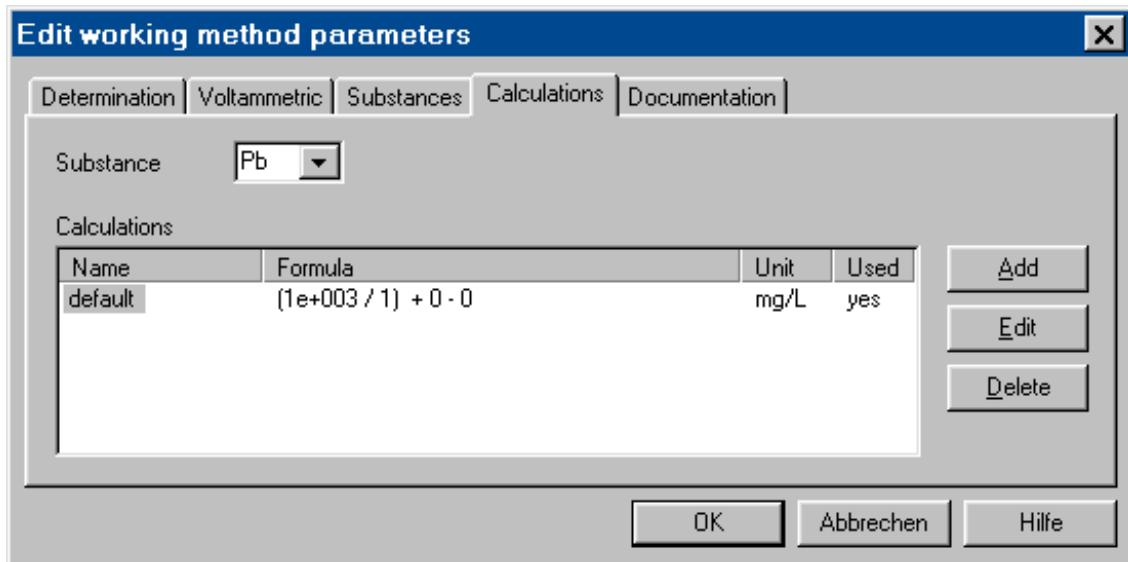
Wechsel zur vorhergehenden Seite in diesem Fenster.

 Next

Wechsel zur nächsten Seite in diesem Fenster.

Blatt «Calculations»

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



Substance

Wahl der Substanz mit den zugehörigen Berechnungsformeln.

Calculations

Anzeige der definierten Berechnungsformeln.

Name

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

Formula

Anzeige der Berechnungsformel.

Unit

Einheit der Berechnungsformel.

Used

Anzeige, ob die Formel verwendet wird oder nicht. Die Verwendung der Formel kann geändert werden, indem mit der rechten Maustaste auf das Feld **Name** geklickt wird und eine der Menüoptionen **Use**, **Use all** oder **Use only** ausgewählt wird.

Add

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

Edit

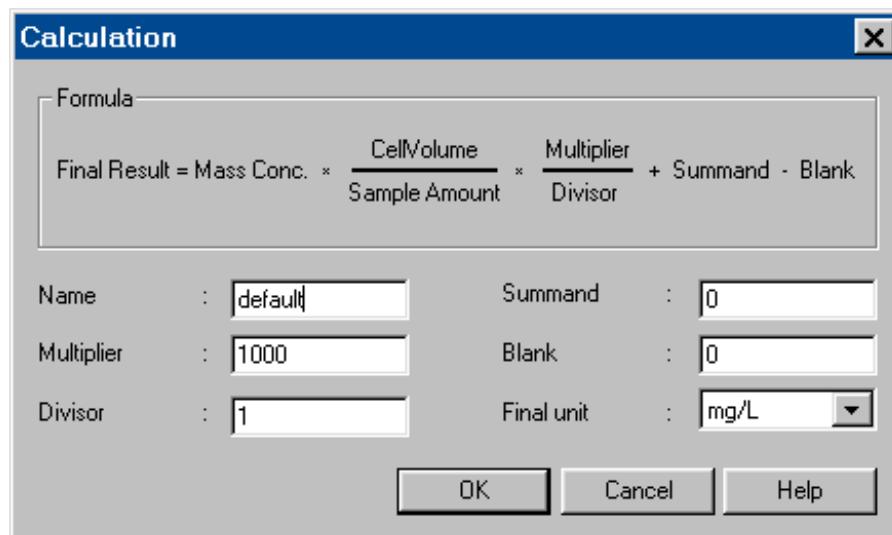
Es öffnet sich automatisch das Fenster **CALCULATION** für das Editieren der Formel.

Delete

Ausgewählte Formel löschen.

Berechnung

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



Formula

Allgemeine Berechnungsformel für Schlussresultat.

Name Anwenderspezifischer Name für die Berechnungsformel.

Multiplier [beliebige Zahl ; 1]

Multiplikator für Berechnungsformel.

Divisor [beliebige Zahl ; 1]

Divisor für Berechnungsformel.

Summand [beliebige Zahl ; 0]

Summand für Berechnungsformel.

Blank [beliebige Zahl ; 0]

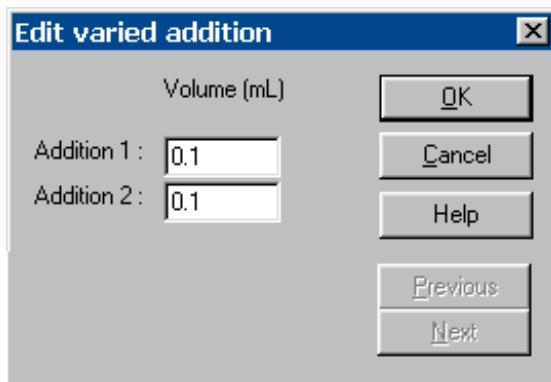
Blindwert, der vom Schlussresultat subtrahiert wird.

Final unit [pg/µL...g/L ; g/L]

Einheit für Schlussresultat.

Variable Zugabe

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

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

Zugabevolumen für jede Zugabe.

Previous

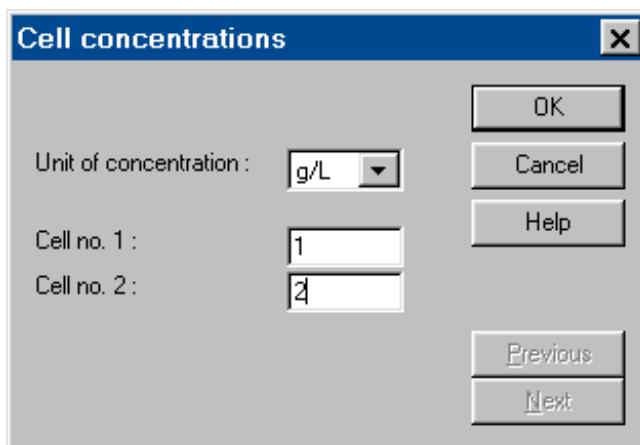
Wechsel zur vorhergehenden Seite in diesem Fenster.

Next

Wechsel zur nächsten Seite in diesem Fenster.

Konzentrationen von Lösungen

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

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

Einheit für die Konzentration der Lösung X.

Cell no. X [> 0 ; 0]

Zahlenwert für die Konzentration der Lösung X.

Previous

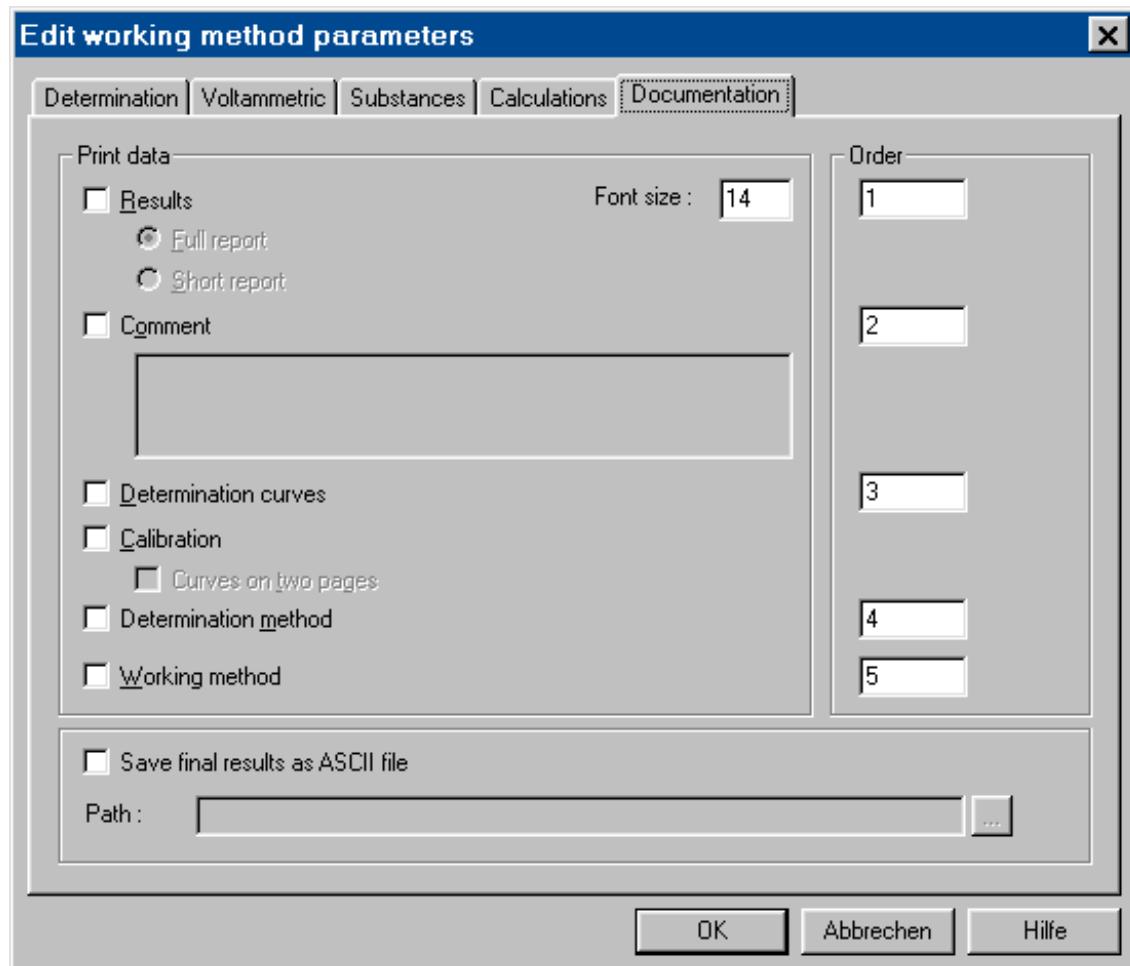
Wechsel zur vorhergehenden Seite.

Next

Wechsel zur nächsten Seite in diesem Fenster.

Dokumentation

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



Results

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

Font size

Schriftgrösse in Punkten für den Reportausdruck.

Comment

Automatischer Ausdruck des im Eingabefeld definierten Methodenkommentars.

Determination curves

Automatischer Ausdruck aller Voltammogramme.

Calibration

Automatischer Ausdruck aller Kalibrierkurven.

Curves on two pages

Falls diese Option aktiviert ist, werden die Bestimmungs- und Kalibrierkurven auf zwei ver-

schiedenen Seiten ausgedruckt, falls nicht, auf einer gemeinsamen Seite.

Determination method

Automatischer Ausdruck der Parameter der Bestimmungsmethode.

Working method

Automatischer Ausdruck der Parameter der im Arbeitsspeicher geladenen Arbeitsmethode.

Order [1...6 ;]

Reihenfolge für Ausdruck der Reportelemente.

Save final results as ASCII file

Automatische Speicherung des vollständigen Reports in einer ASCII-Datei.

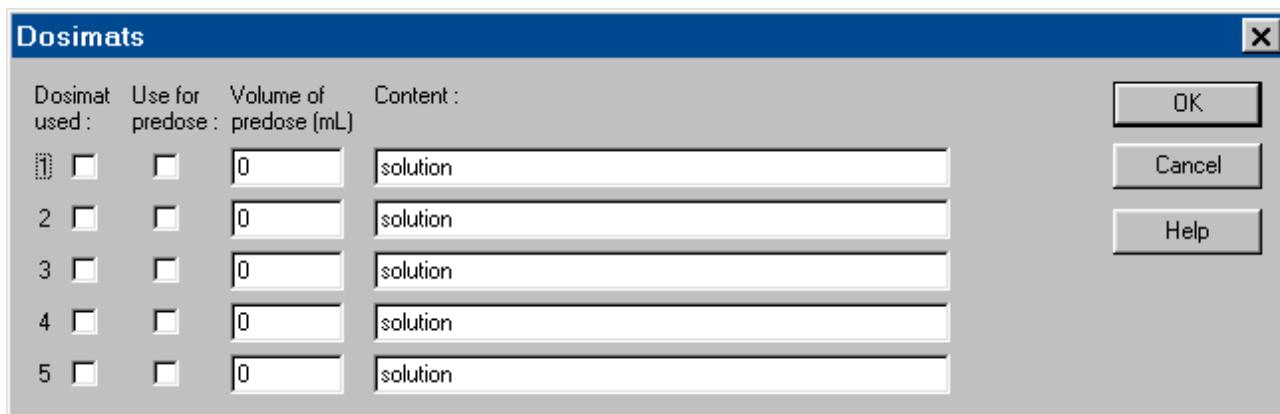
Path

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

Dosimaten

Der Einsatz von Dosimaten 665 oder 765 für die automatische Zugabe von Lösungen muss im Fenster **DOSIMATS** definiert werden, welches durch Klicken auf den Knopf **Dosimats** im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geöffnet wird.

Achtung: Stellen Sie sicher, dass der gewünschte Dosimat auch auf dem Blatt **Hardware** im Fenster **GENERAL SETTINGS** aktiviert ist (siehe Kap. 2.7).



Dosimat used [on, off ; off]

Kontrollkästchen für Dosimaten, die für die automatische Zugabe von Lösungen eingesetzt werden. Für die Zugabe von Standardlösungen muss der Dosimat dieselbe Nummer aufweisen wie die auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** eingegebene Nummer **Standard solution No.**.

Use for predose [on, off ; off]

Einsatz eines Dosimaten für die Zugabe von Hilfslösungen beim Start der Bestimmung.

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

Volumen der beim Start der Bestimmung zugegebenen Hilfslösung (z.B. Puffer).

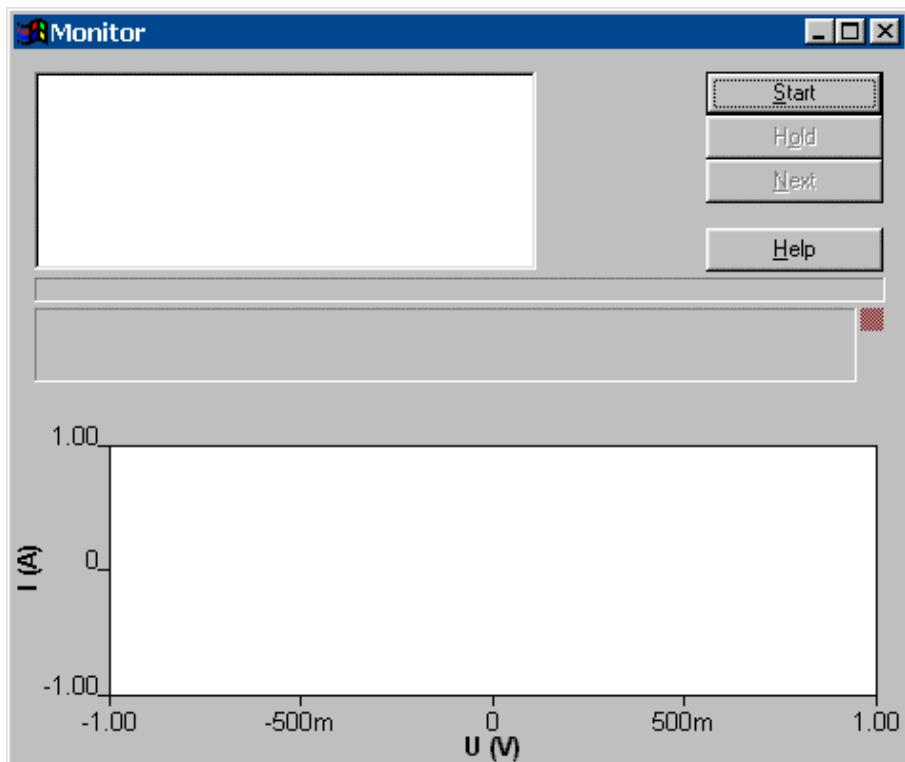
Content [46 Zeichen ; "solution"]

Bemerkungen zur Lösung.

5.3 Monitor

Bestimmung starten

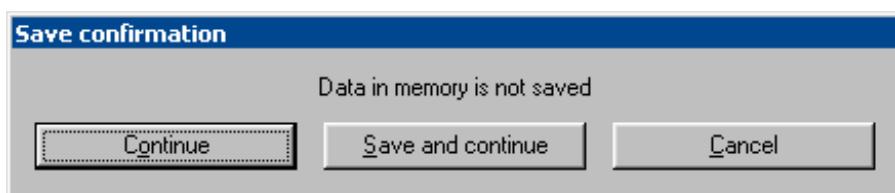
Falls keine Bestimmung läuft, kann im Fenster **MONITOR** eine neue Bestimmung mit der aktuellen Arbeitsmethode gestartet werden.



Bestimmung starten

Der in der Arbeitsmethode definierte Programmablauf (siehe Kap. 3.4) wird gestartet.

Falls die vorhergehende Bestimmung noch nicht gespeichert wurde, erscheint das Fenster **SAVE CONFIRMATION**:



Continue

Neue Bestimmung starten ohne die vorhergehende Bestimmung zu speichern.

Save and continue

Vorhergehende Bestimmung speichern und danach neue Bestimmung starten.

Cancel

Start der neuen Bestimmung abbrechen.

Bestimmung stoppen/unterbrechen

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



Stop

Bestimmung stoppen

Laufende Bestimmung sofort stoppen.



Hold

Bestimmung unterbrechen

Laufende Bestimmung unterbrechen.



Continue

Bestimmung fortsetzen

Unterbrochene Bestimmung fortsetzen.



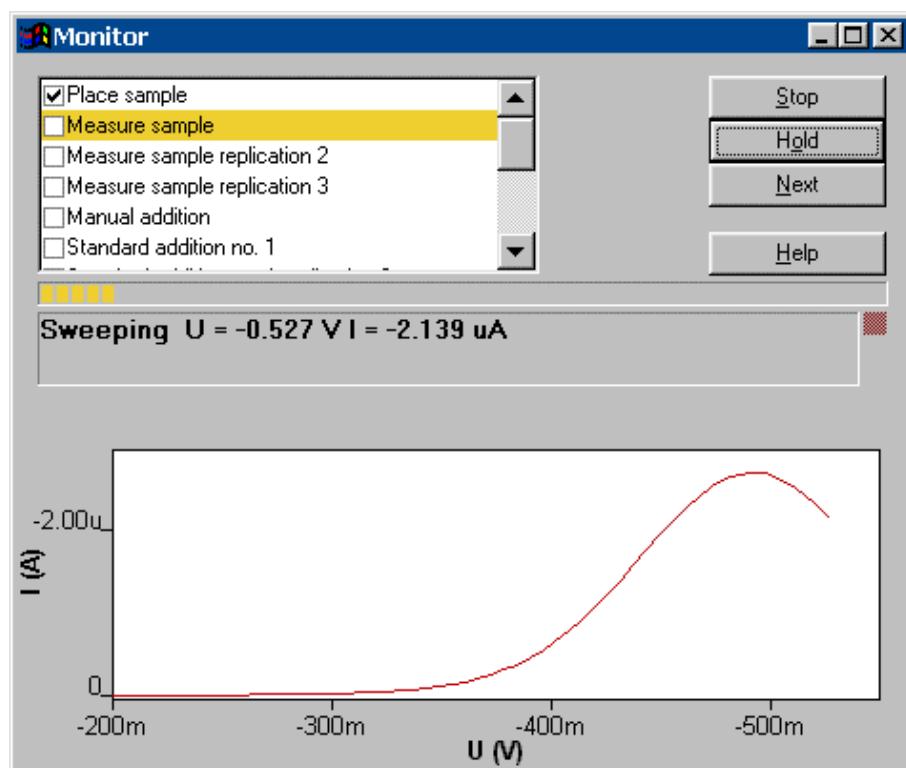
Next

Nächster Schritt

Laufenden Programmschritt abbrechen und zum nächsten Schritt im Programmablauf gehen.

Bestimmung überwachen

Nach dem Start einer Bestimmung kann diese im Fenster **MONITOR** überwacht werden.



Alle **Schritte im Programmablauf** werden im oberen Feld neben den Kontrollknöpfen angezeigt. Die bereits ausgeführten Schritte sind mit einem Häkchen versehen, der laufende Schritt ist farbig hervorgehoben.

Unterhalb dieses Feldes zeigt der **Statusanzeiger** in Balkenform den Fortschritt der Bestimmung an.

Darunter werden die **Details des laufenden Programmschrittes** in der ersten Zeile des Statusfeldes angezeigt. Auf der zweiten Zeile des Statusfeldes erscheinen **Hinweise und Fehlermeldungen** zur laufenden Bestimmung. Das Aufleuchten des roten Lichtes auf der rechten Seite des Statusfeldes zeigt eine **Stromüberlast** an. Stoppen Sie in diesem Fall die Bestimmung und ändern Sie die Methodenparameter.

Ein laufender Spannungssweep wird kontinuierlich im Fenster **MONITORING** angezeigt, wobei die Achsen automatisch skaliert werden. Eine manuelle Neuskalierung erreicht man mit der Taste **<F4>** oder durch mit der Option **Auto scale** des kontextsensitiven Menüs. Am Ende jedes Spannungssweeps wird die aufgenommene Kurve ins Fenster **DETERMINATION CURVES** kopiert.

Meldungsfenster während der Bestimmung

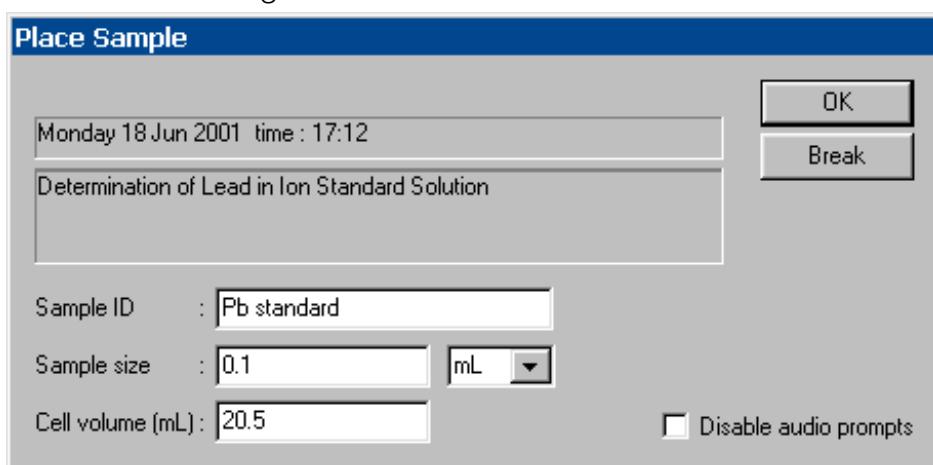
Bei einigen Schritten im Programmablauf erscheinen zusätzliche Fenster, die vom Anwender eine Aktion oder Eingabe verlangen.

PLACE BLANK

Falls die Option **Measure blank** auf dem Blatt **Determination** aktiviert ist, erscheint die Meldung **Place blank and press OK**. Geben Sie die Blindlösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

PLACE SAMPLE

Dieses Fenster erscheint bei allen Bestimmungen mit Standardaddition oder Kalibrierkurve.



Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **MMTTHHMM** (Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei gebildet (z.B. **02041109_std.dth**).

Sample ID [16 Zeichen ; "std"]

Probenidentifikation.

Sample size [> 0 ; 10]

Probenmenge; Menge der ins Messgefäß zugegebenen Probe. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Wert wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

Sample unit [mL, g ; mL]

Einheit für die Probe. Der auf dem Blatt **Determination** definierte Wert wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden.

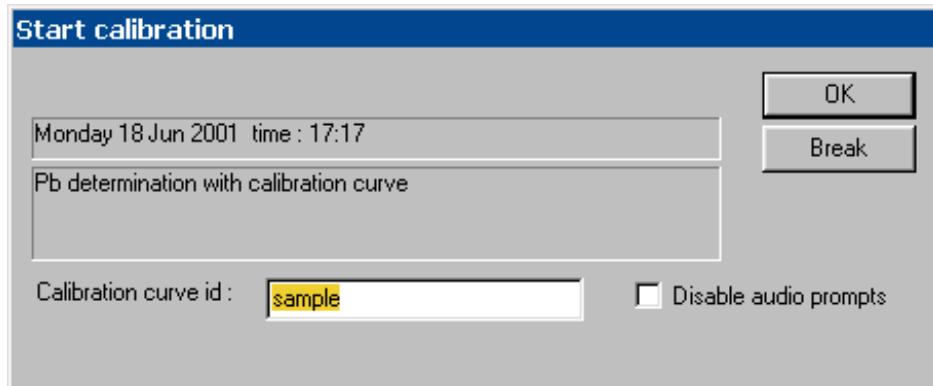
Cell volume (mL) [> 0 mL ; 10 mL]

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen (Probe + Hilfslösung, z.B. Puffer) im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Probe-konzentrationen **Mass conc.** beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

Geben Sie die Probelösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

START CALIBRATION

Dieses Fenster erscheint bei der Aufnahme von Kalibrierkurven.



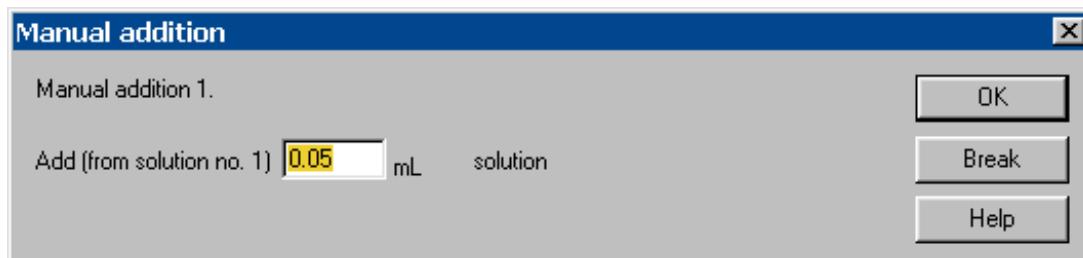
Im Fenster wird der Zeitpunkt des Starts der Bestimmung und der Titel der verwendeten Methode angezeigt. Aus Datum und Zeit im Format **MMTTHHMM** (Monat-Tag-Stunde-Minute) und der Probenidentifikation **Sample ID** wird der Standardname für die automatisch abgespeicherte Bestimmungsdatei mit der aufgenommenen Kalibrierkurve gebildet (z.B. **02041109_std.dth**).

Calibration curve id [16 Zeichen ; "std"]

Identifikation für Kalibrierkurve. Geben Sie die Kalibrierlösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

MANUAL ADDITION

Dieses Fenster erscheint vor jeder manuellen Zugabe von Standardlösungen für Bestimmungen mit Standardaddition oder bei der Aufnahme von Kalibrierkurven.

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

Das auf dem Blatt **Substances** definierte Zugabevolumen wird angezeigt und kann bei Bedarf geändert werden. Geben Sie diese Lösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

BATCH SOLUTION EXCHANGE

Dieses Fenster erscheint, falls die Option **Batch with solution exchange** als Messtechnik gewählt wurde. Die Nummer der Kalibrierlösung, die Substanzen und ihre Konzentrationen, welche auf dem Blatt **Substances** definiert sind, werden angezeigt. Geben Sie diese Lösung ins Messgefäß und drücken Sie **<OK>**.

END OF DETERMINATION

Dieses Fenster erscheint am Ende der Bestimmung. Durch Drücken von **<OK>** wird die Bestimmung automatisch gespeichert, falls die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** im Fenster **GENERAL SETTINGS** eingeschaltet ist. Die auf dem Blatt **Documentation** definierten Reportelemente werden automatisch ausgedruckt.

Grafische Eigenschaften für Monitorkurven

Die grafischen Eigenschaften für die im Fenster **MONITORING** angezeigten Kurven können durch die Wahl der entsprechenden Punkte im kontextsensitiven Menü eingestellt werden.

MONITORING / Page properties

Die Bildeigenschaften des Fensters **MONITORING** können auf dem Blatt **page** im Fenster

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

MONITORING / Curve properties

Die Eigenschaften der Live-Kurve können auf dem Blatt **Monitor curve** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Kurveneigenschaften*, Kap. 3.5).

Kopieren in Zwischenablage

MONITORING / Copy to clipboard

Die aktuelle Live-Kurve im Fenster **MONITORING** wird in die Zwischenablage kopiert.

5.4 Bestimmungskurven

Bestimmungen laden und speichern

Bestimmungsdateien (***.dth**) enthalten die Messdaten und die für die Bestimmung verwendete Methode. Bestehende Dateien können mit Hilfe der folgenden Befehle geladen, erneut gespeichert und exportiert werden:



757 VA COMPUTRACE / File / Load determination

Laden einer bestehenden Bestimmungsdatei in den Arbeitsspeicher. Der Name der geladenen Bestimmung wird in der Statuszeile im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** angezeigt. Die aktuelle Arbeitsmethode wird nicht automatisch durch die Bestimmungsmethode überschrieben, aber deren Parameter können nachträglich in die Arbeitsmethode kopiert werden.



757 VA COMPUTRACE / File / Save determination

Speichern der aktuell im Arbeitsspeicher geladenen Bestimmung. Falls die Bestimmung seit dem Laden geändert wurde, erscheint die Meldung **The file already exists. Overwrite?**. Klicken Sie auf **Yes** um die Bestimmungsdatei zu überschreiben oder auf **No** um das Speichern abzubrechen.

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

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

757 VA COMPUTRACE / File / Export determination points

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

Parameter in Arbeitsmethode kopieren

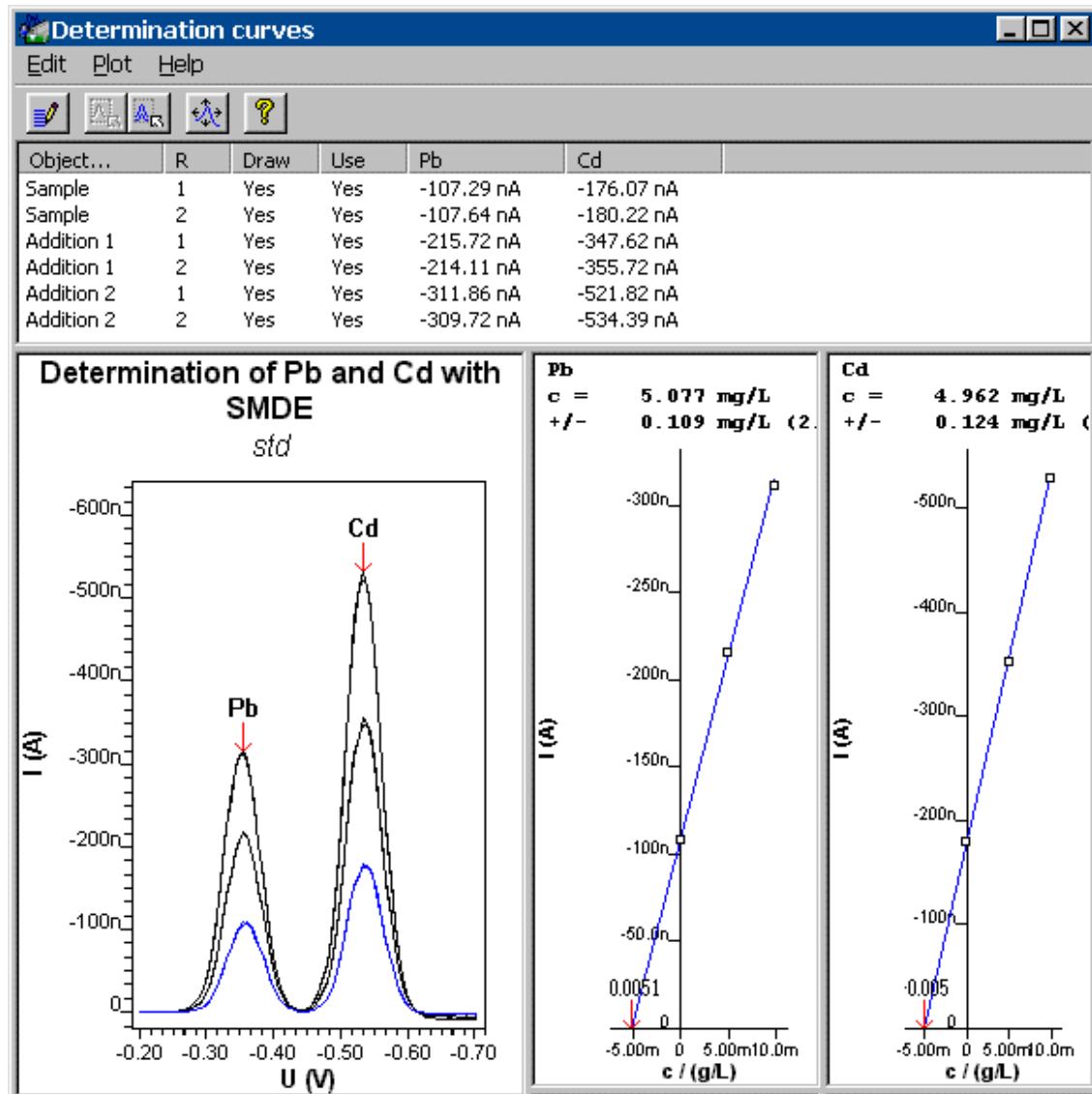
DETERMINATION CURVES / Edit /

Copy parameters to working method

Methodenparameter der geladenen Bestimmung ins Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (Arbeitsmethode) kopieren.

Fenster «Determination curves»

Das Fenster **DETERMINATION CURVES** zeigt die Bestimmungs- und Kalibrierkurven der geladenen Bestimmung.



Das Fenster **DETERMINATION CURVES** enthält die folgenden zehn Unterfenster, die innerhalb des Fensters **DETERMINATION CURVES** durch Ziehen der Rahmen mit der Maus vergrößert oder verkleinert werden können:

Liste der Kurven

Im obersten Unterfenster werden alle verfügbaren Bestimmungskurven und die ermittelten Peakhöhen aufgelistet.

Bestimmungskurven

Das untere, linke Unterfenster zeigt einzelne oder alle Bestimmungskurven.

Kalibrierkurven

Auf der rechten Seite der Bestimmungskurven befinden sich acht Unterfenster für die Anzeige der Kalibrierkurven der acht möglichen Substanzen.

Parameter der Bestimmungsmethode editieren



DETERMINATION CURVES / Edit /

Determination method parameters

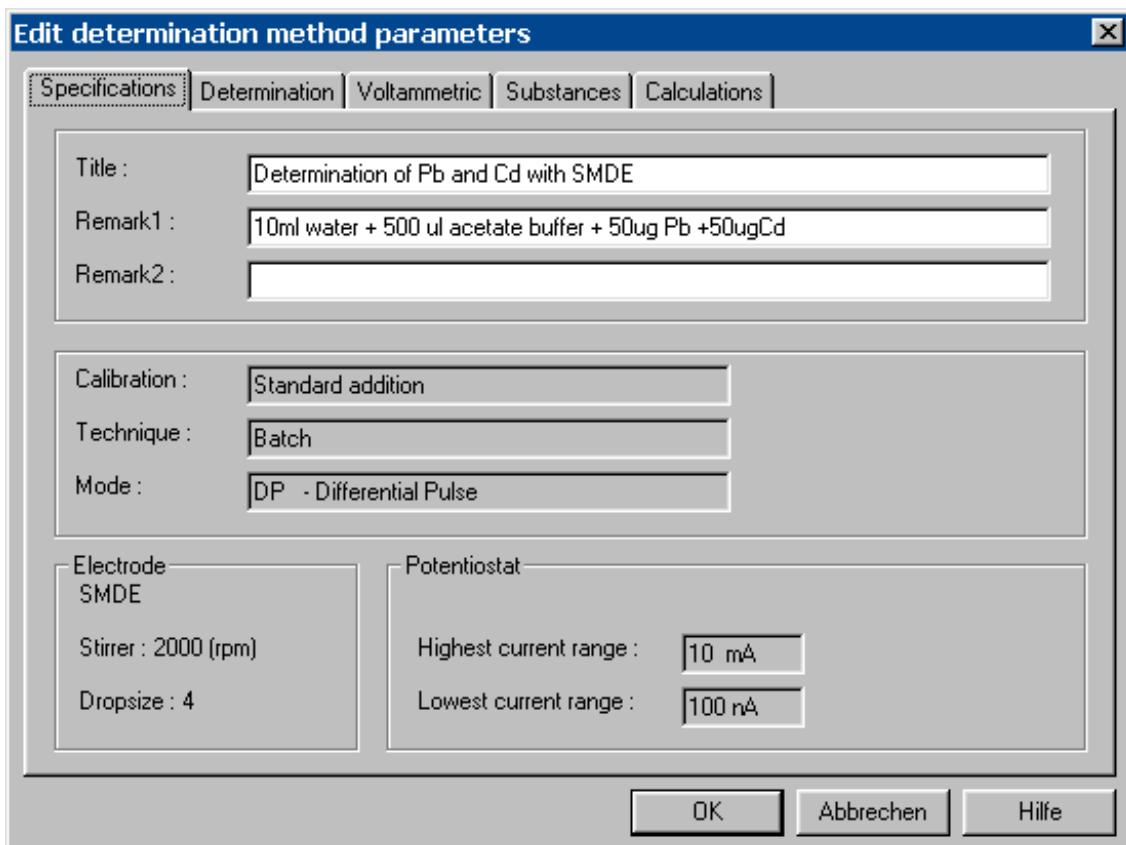
Öffnen des Fensters **EDIT DETERMINATION**

METHOD PARAMETERS für die Anzeige und Änderung der Parameter der Bestimmungsmethode. Dieses Fenster enthält die Blätter **Specifications**, **Determination**, **Voltammetric**, **Substances** und **Calculations**. Werden Parameter im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** geändert und danach <OK> gedrückt, wird die Bestimmung automatisch neu berechnet.

Achtung: Diese Parameter werden nicht automatisch für die nächste Bestimmung benutzt. Benutzen Sie dafür den Befehl **Copy parameters to working method** (siehe Kap. 5.3).

Blatt «Specifications»

Das Blatt **Specifications** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält die wichtigsten Spezifikationen der Bestimmungsmethode. Editierbar sind nur **Title**, **Remark1** und **Remark2**.



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

Methodentitel.

Remark1 [0...68 Zeichen ;]

Bemerkung 1 zur Methode.

Remark2 [0...68 Zeichen ;]

Bemerkung 2 zur Methode.

Calibration [nur Anzeige]

Anzeige des für die Bestimmung verwendeten Kalibriermodus (Details siehe Fenster «Working method specifications», Kap. 5.2).

Technique [nur Anzeige]

Anzeige der für die Bestimmung verwendeten Messtechnik (Details siehe Fenster «Working method specifications», Kap. 5.2).

Mode [nur Anzeige]

Anzeige des verwendeten VA-Messmodus (Details siehe VA-Messmodi, Kap. 3.2).

Electrode [nur Anzeige]

Anzeige der verwendeten Elektrode (Details siehe Elektroden, Kap. 3.1).

Stirrer [nur Anzeige]

Anzeige der verwendeten Rührereinstellung (Details siehe Röhren, Kap. 3.4).

Drop size [nur Anzeige]

Anzeige der verwendeten Tropfengrösse (Details siehe Elektroden, Kap. 3.1).

Potentiostat [nur Anzeige]

Anzeige der verwendeten Potentiostateinstellungen (Details siehe Potentiostat, Kap. 3.3).

Blatt «Determination»

Das Blatt **Determination** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** zeigt die für die Durchführung der Bestimmung verwendeten allgemeinen Einstellungen. Für Details, siehe das identische Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, Kap. 5.2. Editierbar sind nur **Sample identifier** **Sample amount** und **Cell volume**.

Blatt «Voltammetric»

Das Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält die für die Durchführung der Bestimmung verwendeten Vorbereitungsschritte und den gewählten VA-Messmodus. Für Details, siehe das identische Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, Kap. 5.2. Alle Parameter sind nicht editierbar.

Blatt «Substances»

Das Blatt **Substances** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält die für die Durchführung der Bestimmung verwendeten Parameter für die Definition und Anerkennung von Substanzen, für die Definition von Zugabelösungen, für die Peakauswertung und Resultatberechnung. Für Details, siehe das identische Blatt **Substances** tab of the **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, Kap. 5.2.

Blatt «Calculations»

Das Blatt **Calculations** im Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** enthält pro Substanz eine Tabelle mit den für die Berechnung der Schlussresultate verwendeten Berechnungsformeln. Für Details, siehe das identische Blatt **Calculations** im Fenster **EDIT WORKING METHOD WINDOW**, Kap. 5.2.

Zugabeparameter editieren

DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Use

Verwendung des in der Liste der Kurven ausgewählten Objekts für die Berechnung ein-/ausschalten. Der Eintrag in der Spalte **Use** wird geändert und die Berechnung wird neu gestartet.

DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Draw

Zeichnen der in der Liste der Kurven ausgewählten Kurve ein-/ausschalten. Der Eintrag in der Spalte **Draw** wird geändert.

DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Show selected

Nur die in der Liste der Kurven ausgewählten Kurven anzeigen. Für alle anderen Kurven wird der Eintrag in der Spalte **Draw** auf **No** gesetzt.

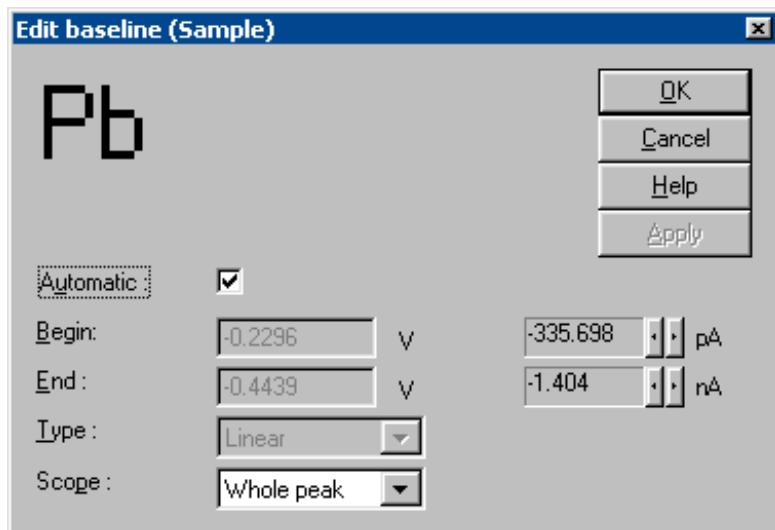
DETERMINATION CURVES / Edit / Addition parameters / Show all

Alle verfügbaren Kurven anzeigen. Für alle Kurven wird der Eintrag in der Spalte **Draw** auf **Yes** gesetzt.

Basislinie editieren

DETERMINATION CURVES / Edit / Baselines / "Substance name"

Fenster **EDIT BASELINE** öffnen zum Ändern der Basislinienberechnung für den ausgewählten Substanzpeak. Die neu berechnete Peakhöhe wird in der Liste der Kurven in der Spalte **Substance** angezeigt.



Automatic

Automatische Basislinienberechnung ein-/ausschalten.

Begin Manuelle Einstellung des Start-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Der Fusspunkt kann durch Ändern des Spannungswertes im ersten Feld oder durch Klicken der Knöpfe im zweiten Feld, welches den aktuellen Stromwert anzeigt, bewegt werden. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn **Automatic** ausgeschaltet ist.

End Manuelle Einstellung des End-Fusspunktes für die Basislinienberechnung. Der Fusspunkt kann durch Ändern des Spannungswertes im ersten Feld oder durch Klicken der Knöpfe im zweiten Feld, welches den aktuellen Stromwert anzeigt, bewegt werden. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn **Automatic** ausgeschaltet ist.

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

Wahl des Basislinientyps. Dieses Feld ist nur editierbar, wenn **Automatic** ausgeschaltet ist.

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

Wahl des Bereichs für die Basislinienberechnung. Dieses Feld kann nur editiert werden, wenn der Basislinientyp **Linear** gewählt wurde.

Apply

Neue Basislinienberechnung mit den aktuell im Fenster **EDIT BASELINE** eingetragenen Parametern starten.

Zoomen

Einzelne gewünschte Bereiche im Unterfenster für Bestimmungskurven können durch Zoomen mit gedrückter linker Maustaste vergrößert werden (Zurücksetzen siehe *Autoskalierung*).

Autoskalierung



DETERMINATION CURVES / Plot / Auto scale (F4)

Zoomen zurücksetzen und X- und Y-Achse so skalieren, dass alle Messpunkte von allen Bestimmungskurven sichtbar sind.

Achsen invertieren

DETERMINATION CURVES / Plot / Swap axis / abscissa

X-Achse für aktuelle Bestimmungskurve invertieren.

DETERMINATION CURVES / Plot / Swap axis / ordinate

Y-Achse für aktuelle Bestimmungskurve invertieren.

Basislinien anzeigen

DETERMINATION CURVES / Plot / Show baselines

Ist diese Option aktiviert, so werden die berechneten Basislinien im Unterfenster für die Bestimmungskurven angezeigt.

Unbekannte Peaks anzeigen

DETERMINATION CURVES / Plot / Show Unknown peaks

Ist diese Option aktiviert, so werden alle gefundenen aber keiner Substanz zugeordneten Peaks im Unterfenster für die Bestimmungskurven mit "Unk" markiert

Grafische Eigenschaften für Bestimmungskurven

Im Unterfenster für die Bestimmungskurven werden die Achsen standardmäßig mit folgender Orientierung eingezeichnet:

X-Achse

Die Bestimmungskurven werden von links nach rechts angezeigt (für anodische Sweeps: von - zu +; für kathodische Sweeps: von + zu -). Bei zyklischen Sweeps wird der Vorwärtssweep von links nach rechts angezeigt.

Y-Achse

Die Y-Achse wird immer von unten nach oben mit der gleichen Richtung wie die X-Achse angezeigt (für anodische Sweeps: von – zu +; für kathodische Sweeps: von + zu –).

Für Bestimmungskurven können die folgenden grafischen Eigenschaften eingestellt werden:

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Curves window

Die Bildeigenschaften des Unterfensters für Bestimmungskurven können auf dem Blatt **page** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Bildeigenschaften*, Kap. 3.5). Die Eigenschaften der X- und Y-Achsen können auf den Blättern **x axis** und **y axis** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Achsen-eigenschaften*, Kap. 3.5).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Blank

Die Eigenschaften der Blindkurve können auf dem Blatt **Blank** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Kurven-eigenschaften*, Kap. 3.5).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Sample

Die Eigenschaften der Probenkurve können auf dem Blatt **Sample** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Kurven-eigenschaften*, Kap. 3.5).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Other

Die Eigenschaften aller anderer Bestimmungskurven können auf dem Blatt **Other curves** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Kurven-eigenschaften*, Kap. 3.5).

DETERMINATION CURVES / Plot / Properties / Baselines

Die Eigenschaften der Basislinie können im Fenster **LINE PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Linieneigenschaften*, Kap. 3.5).

Linienart

Die Linieneigenschaften für Achsen oder Kurvenlinien können im Fenster **LINE PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Linieneigenschaften*, Kap. 3.5).

Grafische Eigenschaften für Kalibrierkurven

Die grafischen Eigenschaften für Kalibrierkurven in den Unterfenstern für Kalibrierkurven können durch Wahl der entsprechenden Optionen im kontextsensitiven Menü eingestellt werden.

DETERMINATION CURVES / Page properties

Die Bildeigenschaften der Unterfenster für Kalibrierkurven können auf dem Blatt **page** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** (siehe *Bildeigenschaften*, Kap. 3.5), die Eigenschaften der X- und Y-Achsen auf den Blättern **x axis** und **y axis** im Fenster **GRAPHICAL PROPERTIES** eingestellt werden (siehe *Achseneigenschaften*, Kap. 3.5).

Grafik kopieren/exportieren

Der aktuelle Inhalt der Unterfenster für Bestimmungs- oder Kalibrierkurven kann in die Zwischenablage kopiert oder als EMF-Datei gespeichert werden.

DETERMINATION CURVES / Copy to clipboard

Der Inhalt des ausgewählten Unterfensters wird in die Zwischenablage kopiert.

DETERMINATION CURVES / Save as enhanced metafile

Der Inhalt des ausgewählten Unterfensters wird als EMF-Datei (Enhanced Metafile) im ausgewählten Verzeichnis gespeichert.

5.5 Resultate

Übersicht über das Resultatfenster

Das Fenster **RESULTS** enthält das vollständige Protokoll der geladenen Bestimmung. Falls die Bestimmung neu berechnet wird, wird das Fenster **RESULTS** automatisch aktualisiert.

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

Das Fenster **RESULTS** besteht aus den folgenden Teilen:

Kopfzeile

Metrohm 757 VA Computrace

Hersteller- und Gerätename.

(5.757.0020)

Versionsnummer der PC-Software.

Bestimmungsdaten

Determ.

Name der Bestimmungsdatei.

Sample ID

Probenidentifikation (siehe **Sample identifier** auf dem Blatt **Determination**).

Creator

Name des eingeloggten Anwenders, der die Bestimmung gestartet hat mit Datum **Date** und Zeit **Time** des Bestimmungsstarts.

Modified by

Name des eingeloggten Anwenders, der die Bestimmung zuletzt verändert hat mit Datum **Date** und Zeit **Time** der Änderung. Die Anzeige von "----" bedeutet, dass eine unveränderte Bestimmung vorliegt.

Achtung: Unabhängig davon, ob Felder wirklich geändert wurden oder nicht, hat das Klicken auf **<OK>** im Fenster **EDIT**

DETERMINATION METHOD PARAMETERS zur Folge, dass in der Zeile **Modified by** das Änderungsdatum eingetragen wird.

User Name des eingeloggten Anwenders, der eine zuvor abgespeicherte Bestimmung erneut geladen hat mit Datum **Date** und Zeit **Time** des Ladens (identische Angaben wie unter **Creator**, falls der Report direkt am Ende der Bestimmung geöffnet oder gedruckt wird).

Probatedaten

Cell volume

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen im Messgefäß beim Start der Bestimmung (siehe **Cell volume** auf dem Blatt **Determination**, siehe Kap. 5.2).

Sample amount

Probemenge; Menge der ins Messgefäß zugegebenen Probe (siehe **Sample amount** auf dem Blatt **Determination**, siehe Kap. 5.2).

Methodendaten

Method

Name der für die Bestimmung verwendeten Methode.

Title

Methodentitel.

Remark1

Bemerkung 1 zur Methode.

Remark2

Bemerkung 2 zur Methode.

Substanzauswertung

Substance

Substanzname (siehe **Substance** auf dem Blatt **Substances**, Kap. 5.2).

Mass conc.

Berechnete Substanzmassenkonzentration bezogen auf das Gesamtvolumen an Lösung (**Cell volume**) im Messgefäß beim Start des ersten Sweeps.

MC . dev.

Absolute und relative Gesamtstreuung der berechneten Substanzmassenkonzentration **Mass conc.**.

Mass

Absolute Substanzmasse im Messgefäß.

Add . mass

Substanzmasse, welche bei jeder Standardaddition zugegeben wurde (nur bei konstanter Aufstockung verfügbar).

Peakauswertung

VR Nummer der Variation und Replikation.

V Gefundene Peakspannung (V).

A;W;A/V {für PSA: s/V;s;s/V²}

Berechnete Auswertegrösse (Höhe, Fläche oder Ableitung)

i.mean;P.mean;mean

Mittelwert der Auswertegrössen für alle Replikationen einer Variation.

Std.Dev.

Standardabweichung der Auswertegrössen für alle Replikationen einer Variation.

i.delta;P.delta;delta

Differenz zwischen zwei aufeinanderfolgenden Mittelwerten von Auswertegrössen.

Comments

Anzeige von Hinweisen bei irgendwelchen Fehlern im Sweep (z.B. **Ovl. in scan** = Overload während des Sweeps; **Ovl. in CDE** = Overload während der Reinigung oder Abscheidung; **Ovl. in cond. cycles** = Overload während Konditionierzyklen; **No peak found** = Kein Peak gefunden für definierte Substanz; **Not used** = Peak wird nicht zur Berechnung verwendet).

Kalibrierdaten

Substance

Substanzname (siehe **Substance** auf dem Blatt **Substances**, Kap. 5.2).

Calibr.

Kalibriertechnik **std.add.**, **rec.cc.**, oder **smp.cc.** (siehe **Calibration** auf dem Blatt **Specifications**, Kap. 5.4).

Y.reg/offset

Aus der Standardadditionskurve berechnete Auswertegrösse für die Probe (für Standardadditionen) oder Achsenabschnitt der Kalibrierkurve (für Kalibrierkurven).

Slope

Steigung der Standardadditions- oder Kalibrierkurve.

Mean deviat.

Berechnete mittlere Streuung der Messwerte um die Standardadditions- bzw. Kalibrierkurve.

Lösungen

No. Nummer des für die Lösungszugabe verwendeten Dosimaten.

Content

Bemerkungen zu den Lösungen (siehe **Content** im Fenster **DOSIMATS**, Kap. 5.2).

Vol. (mL)

Volumen der auf dem Dosimaten installierten Wechseleinheit (siehe **Volume** auf dem Blatt **Hardware**, Kap. 2.7).

Predose (mL)

Falls der Dosimat für die Zugabe von Hilfslösungen beim Start der Messung verwendet wird, wird hier das Volumen der zugegebenen Hilfslösung angezeigt.

Schlussresultate

Final results

Berechnete Resultate für die im Fenster **CALCULATION** definierten Verrechnungsformeln.

Res. dev.

Absolute und relative Streuung der Schlussresultate.

Text in Zwischenablage kopieren

Ausgewählter Text im Fenster **RESULTS** kann durch die Wahl der Option **Copy to clipboard** des kontextsensitiven Menüs in die Zwischenablage kopiert werden.

RESULTS / Select all

Den ganzen Text im Fenster **RESULTS** auswählen.

RESULTS / Copy to clipboard

Den ausgewählten Text in die Zwischenablage kopieren.

5.6 Probentabelle

Im Fenster **SAMPLE TABLE** werden die Probefelder der geladenen Probentabelle angezeigt.

Sample Table

File Edit

Sample table:

Pos.	Sample ID	Amount	Unit	Cell Volume	Status
1	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	Measuring
3	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
5	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
7	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
9	std 50ug Pb dme 1	10.000	mL	10.000	
11					
13					
15					
17					
19					
21					
23					
25					
27					
29					
31					
33					
35					
37					
39					
41					

Add Edit Reset Delete Print Help Close

Pos. [1, 3, 5 ... 127; nur Anzeige]

Position der Probe auf dem Probenrak des Compact Autosamplers 813. Es werden nur die ungeraden Nummern angezeigt, da auf den geraden Positionen für jedes Probegefäß ein zweites, mit Spülösung gefülltes Gefäß platziert werden muss.

Sample ID [16 Zeichen ; "sample"]

Probenidentifikation.

Amount [> 0 ; 10]

Probemenge; Menge der ins Messgefäß zugegebenen Probe.

Unit [mL, g ; mL]

Wahl der Einheit für die Probemenge.

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

Zellvolumen; gesamtes Lösungsvolumen im Messgefäß beim Start der Bestimmung. Die berechneten Substanzmassenkonzentrationen

Mass conc. Beziehen sich auf dieses Zellvolumen.

Status [nur Anzeige]

Statusanzeige: **Measuring** (Messen), **Done** (Bestimmung beendet) oder "leer" (bereit für neuen Start).

Add

Neue Zeile zur Probentabelle hinzufügen. Es öffnet sich das Fenster **SAMPLE**, in dem die Parameter **Sample ID**, **Sample amount**, **Sample unit** und **Cell volume** eingegeben werden können.

Edit

Ausgewählte Zeile der Probentabelle editieren. Es öffnet sich das Fenster **SAMPLE**, in dem die Parameter **Sample ID**, **Sample amount**, **Sample unit** und **Cell volume** eingegeben werden können.

Reset

Status der Probetabellenzeilen auf "leer" setzen, damit die aktuelle Probentabelle neu gestartet werden kann.

Delete

Inhalt der ausgewählten Probetabellenzeile löschen.

Print

Probentabelle drucken.

Probentabelle laden/speichern

Probentabellen-Dateien (***.spt**) mit Probedaten können mit den folgenden Befehlen erstellt, geladen und gespeichert werden:

SAMPLE TABLE / File / New

Leere Probentabelle in Arbeitsspeicher laden.

SAMPLE TABLE / File / Load

Bestehende Probentabelle in Arbeitsspeicher laden. Der Name der Probentabelle wird in der Statuszeile des Hauptfensters **757 VA COMPUTRACE** angezeigt.

SAMPLE TABLE / File / Save

Aktuell im Arbeitsspeicher geladene Probentabelle speichern. Falls die Probentabelle seit dem Laden geändert wurde, erscheint die Meldung

The file already exists. Overwrite?. Klicken Sie auf **Yes**, um die Probentabelle zu überschreiben oder auf **No**, um das Speichern abzubrechen.

SAMPLE TABLE / File / Save As ...

Aktuell im Arbeitsspeicher geladene Probentabelle in einer neuen Datei speichern. Geben Sie Name und Verzeichnis für die Speicherung der Probentabellen-Datei ein.

Probentabelle editieren

Für das Hinzufügen von neuen Zeilen oder die Änderung von bestehenden Zeilen in Probentabellen benutzt man die Knöpfe



oder . Daneben bestehen zusätzlich noch die folgenden Möglichkeiten zum Editieren:

SAMPLE TABLE / Edit / Cut

Ausgewählte Probentabellenzeile ausschneiden und in der Zwischenablage speichern.

SAMPLE TABLE / Edit / Copy

Ausgewählte Probentabellenzeile in die Zwischenablage kopieren.

SAMPLE TABLE / Edit / Copy previous

Inhalt der vorhergehenden Zeile in die ausgewählte Probentabellenzeile kopieren.

SAMPLE TABLE / Edit / Paste

Inhalt der Zwischenablage in die ausgewählte Probentabellenzeile kopieren.

SAMPLE TABLE / Edit / Delete

Inhalt der ausgewählten Probentabellenzeile löschen.

SAMPLE TABLE / Edit / Reset

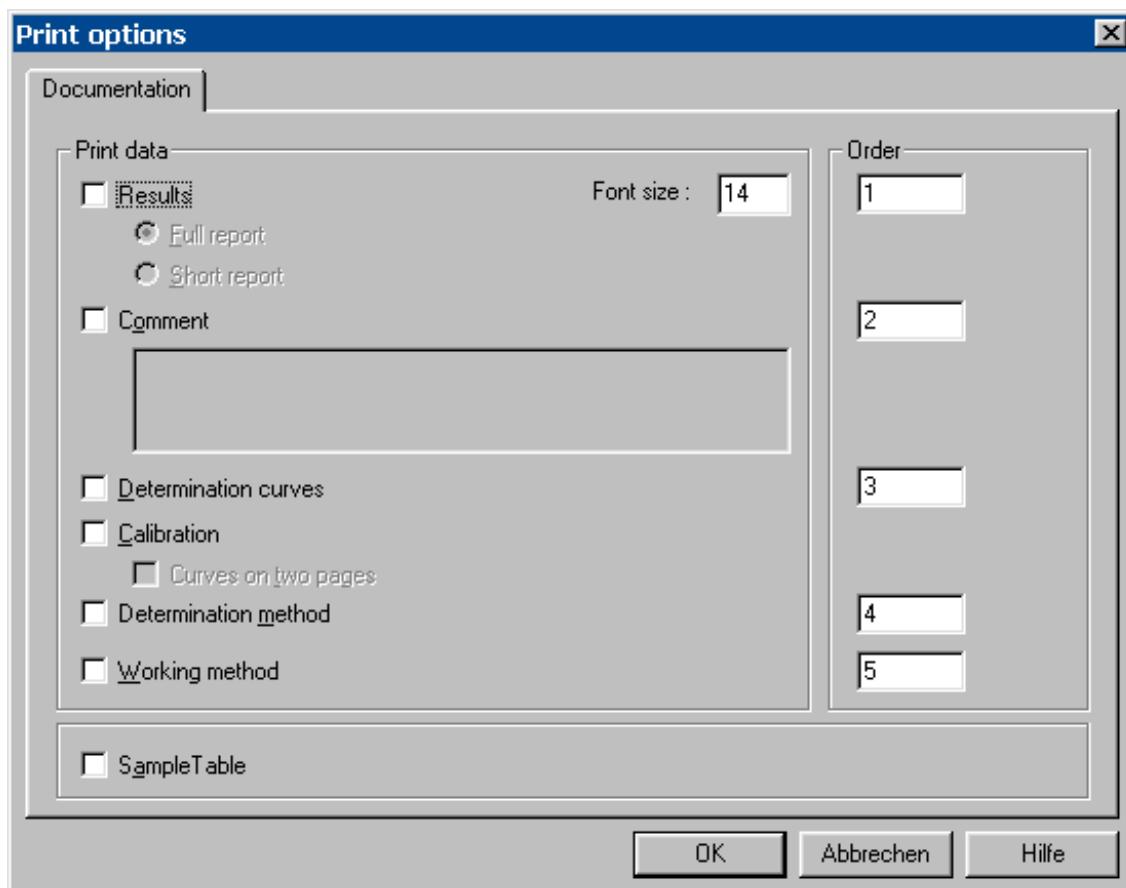
Status der Probentabellenzeilen zurücksetzen, um einen Neustart der Probentabelle zu ermöglichen.

5.7 Drucken in der Betriebsart «Determination»



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

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



Results

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

Font size

Schriftgrösse in Punkten für den Reportausdruck.

Comment

Ausdruck des im Eingabefeld definierten Methodenkommentars.

Determination curves

Ausdruck aller Voltammogramme.

Calibration

Ausdruck aller Kalibrierkurven.

Curves on two pages

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

Determination method

Ausdruck der Parameter der Bestimmungsme-
thode.

Working method

Ausdruck der Parameter der im Arbeitsspeicher
geladenen Arbeitsmethode.

Order [1..6 ;]

Reihenfolge für Ausdruck der Reportelemente.

Sample table

Ausdruck der Probentabelle.

5.8 Datenverarbeitung und Auswertung

Datentransfer

Nach dem Start einer Bestimmung werden die Parameter der Arbeitsmethode ("Working Method") in die Bestimmungsmethode ("Determination Method") kopiert. Die für die voltammetrische Messung notwendigen Parameter werden dann vom PC via TCP/IP-Verbindung an die Interfacekarte oder via USB-Verbindung an das VA Computrace Interface geschickt. Die Interfacekarte bzw. das Interface startet und steuert die Datenerfassung im VA Computrace Stand und empfängt und speichert die Messdaten. Am Ende jedes Voltammogramms werden die aufgenommenen Daten zurück zum PC geschickt, wo sie ausgewertet und in einer Bestimmungsdatei gespeichert werden.

Datenerfassung

Der VA Computrace Stand 757 arbeitet nach dem potentiostatischen 3-Elektroden-Prinzip, bei welchem die Spannung der Arbeitselektrode mit Hilfe einer unbelasteten Bezugselektrode auf den vorgegebenen Sollwert geregelt wird und der Strom über eine separate Hilfselektrode fließt. Dabei wird der Spannungsabfall in der Messlösung automatisch kompensiert. Die Strommessung mit Digitalisierung erfolgt unter automatischer Anpassung der Verstärkerempfindlichkeit an den aktuellen Messwert, so dass immer mit optimaler Genauigkeit gemessen wird.

Die Art der Messwertaufnahme, der Messbereich und die Messfrequenz werden durch die Wahl von Elektrode, VA-Messmodus und den entsprechenden Sweepparametern definiert. Dabei sind die folgenden Kombinationen von Elektrode und VA-Messmodus möglich:

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

(•) Diese Kombination kann nur im Modus «Exploratory» verwendet werden.

Die pro Einzelmessung aufgenommenen Messwertpaare werden in Datenblöcken gespeichert, welche durch die VR-Nummer (Variation und Replikation) eindeutig gekennzeichnet sind. Anhand dieser Identifikation können die einzelnen Sweeps für die Anzeige

ausgewählt werden.

Im Zusammenhang mit der Messwertaufnahme gelten für Sweeps folgende Regeln:

- Die maximale Anzahl Variationen (V) ist auf 29 beschränkt, die maximale Anzahl Replikationen (R) auf 10.
- Die maximale Anzahl Messwerte wird nur durch den Speicherplatz von 2 MB beschränkt. Wird dieser überschritten, so erscheint die Meldung **There is not enough memory available to measure the desired points**. Reduzieren Sie in diesem Fall die Anzahl Datenpunkte pro Sweep.

Hintergrundkompensation

In Bestimmungen mit **Hintergrundkompensation** (Option **Measure blank** aktiviert) werden die bei der Messung der Blindprobe aufgenommenen Messwerte von den Messwerten jedes nachfolgenden Sweeps subtrahiert.

Glättung und Ableitung

Anschliessend an die Hintergrundkompensation werden die Messwerte geglättet. Dies geschieht in einem gleitenden Fenster nach dem Savitzky-Golay-Verfahren. Die Anzahl Punkte für das Glättungsfenster wird durch den gewählten Glättungsfaktor **Smooth factor** definiert:

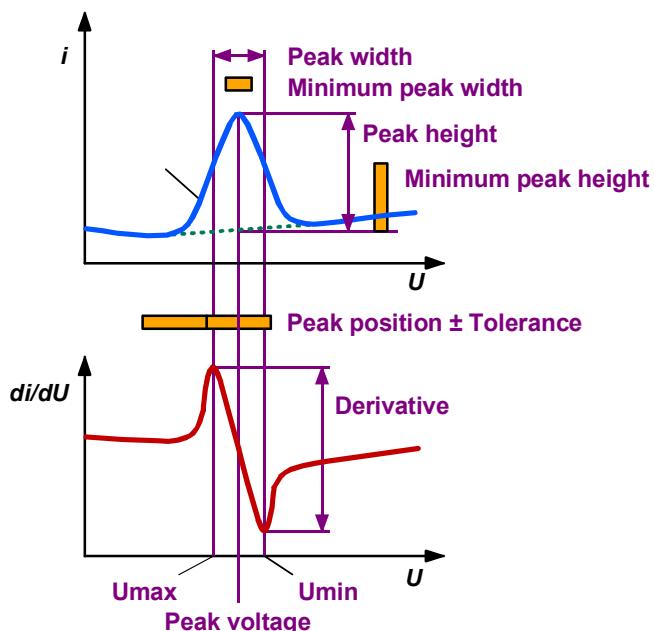
- | | |
|----------|-----------|
| 1 | 3 Punkte |
| 2 | 5 Punkte |
| 3 | 7 Punkte |
| 4 | 9 Punkte |
| 5 | 11 Punkte |
| 6 | 13 Punkte |

Welcher Glättungsfaktor angewendet werden kann, hängt im wesentlichen von der Anzahl zur Verfügung stehender Datenpunkte ab. Je mehr Punkte die Kurve aufweist, um so höher kann der Glättungsfaktor gewählt werden ohne die Kurve zu stark zu verändern. Obwohl die geglättete Kurve selber nicht angezeigt werden kann, ist der Einfluss der Glättung indirekt an der Peakenerkennung und Basislinienberechnung ersichtlich.

Bei der Glättung wird die Kurve automatisch auch differenziert, womit man die abgeleitete Kurve (erste Ableitung) erhält, die für die Peakenerkennung benutzt wird.

Peakanerkennung

Mit Hilfe der abgeleiteten Kurve wird nach aufeinanderfolgenden Minima und Maxima gesucht. Ein Maximum gefolgt von einem Minimum zeigt einen normalen Peak an, ein Minimum gefolgt von einem Maximum einen umgekehrten Peak (reverse peak). Anhand dieser Werte werden die Peakspannung **Peak voltage** und die Peakbreite **Peak width** für jeden Peak bestimmt. Nach der Peakdetektion wird eine Basislinie konstruiert und die Peakhöhe **Peak height** aus dem Peakmaximumwert minus dem Wert der Basislinie an der Position der Peakspannung bestimmt.



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

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

Peak height = Peakhöhe bei der Peakspannung

Die gefundenen Peaks werden anhand dieser Schätzwerte und der auf dem Blatt **Substances** definierten Anerkennungsparameter den dort definierten Substanzen zugeordnet. Dabei werden die folgenden drei Anerkennungstests durchgeführt:

Peakspannungstest: $\text{Peak voltage} = \text{Peak position} \pm \text{Tolerance}$

Peakbreitetest: $\text{Peak width} > \text{Minimum peak width}$

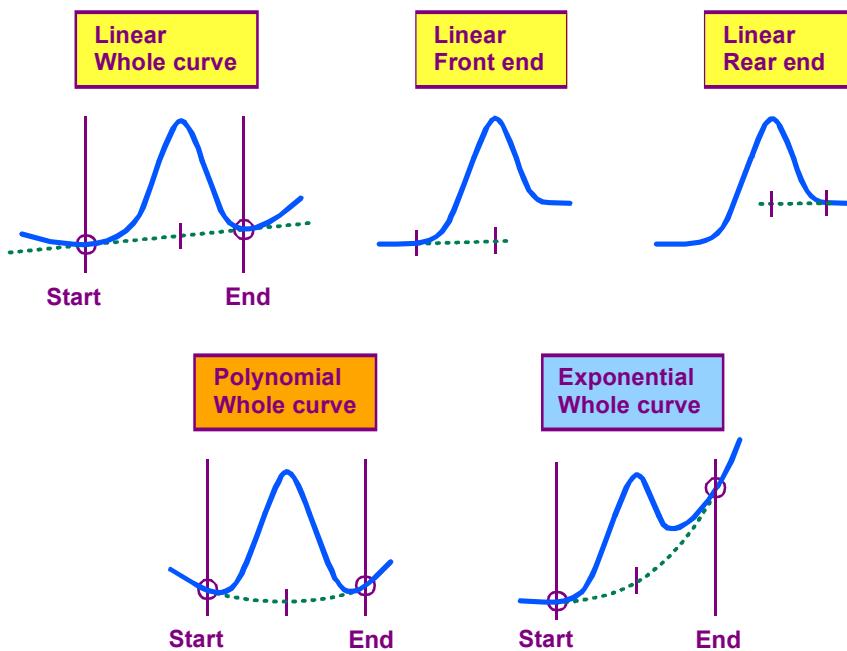
Peakhöhentest: $\text{Peak height} > \text{Minimum peak height}$

Sind alle drei Testbedingungen erfüllt, wird dieser Peak der entsprechenden Substanz zugeordnet und damit als Substanzpeak anerkannt. In der Kurvenanzeige wird dieser Peak mit dem Substanznamen "**Substance**" markiert.

Falls nur die beiden letzten Bedingungen erfüllt sind, wird dieser Peak als unbekannter Peak (Unknown peak) erkannt und keiner Substanz zugeordnet. In der Kurvenanzeige wird dieser Peak mit "**Unk**" markiert.

Basislinienberechnung

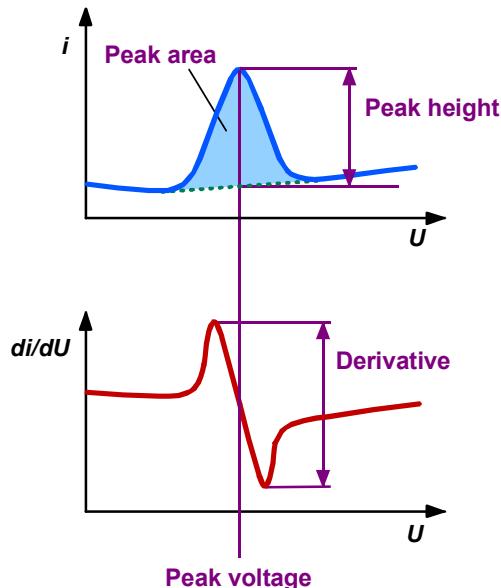
Die Auswertung von anerkannten Peaks erfolgt mit Hilfe von approximierten Basislinien. Die Berechnung der Basislinie für einen geglätteten Substanzpeak wird durch die für diese Substanz im Fenster **BASELINE** festgelegten Basislinienparameter bestimmt (siehe Kap. 5.2). Für die Basislinienberechnung bestehen folgende Möglichkeiten:



Standardmäßig werden Start- und Endfusspunkt der Basislinien automatisch berechnet. Falls erwünscht, können diese Fusspunkte auf bestimmte Spannungswerte fixiert werden. Für asymmetrische Peaks oder Doppelpeaks sollte der Basisliniengrenz **Front end** oder **Rear end** gewählt werden.

Berechnung der Auswertegrösse

Die Auswertegrösse ist für alle Peaks einer Bestimmung identisch und muss auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** definiert werden (siehe Kap. 5.2). Mit Hilfe der berechneten Basislinien wird für jeden Substanzpeak die festgelegte Auswertegrösse **Height**, **Area** oder **Derivative** bestimmt und als Resultat angezeigt.



Gehaltsberechnung

Bei polarographischen und voltammetrischen Verfahren sind die gemessenen Auswertegrößen (**Height**, **Area** oder **Derivative**) für eine Substanz proportional zu deren Massenkonzentration. Der Zusammenhang zwischen Auswertegröße und Massenkonzentration muss durch eine Kalibrierung mit Bezugslösungen ermittelt werden. Dazu stehen beim VA Computrace 757 die beiden folgenden Techniken zur Verfügung:

- **Standardaddition**

Gehaltsbestimmung anhand der ein- oder mehrmaligen Zugebung einer Standardlösung.

- **Kalibrierkurve**

Gehaltsbestimmung anhand einer zuvor mit Bezugslösungen bestimmten Kalibrierkurve.

Ziel der beiden Kalibrierverfahren ist es, die Massenkonzentration der Probe **c(s)** berechnen, welche durch die gefundene Substanzmasse **Mass** und die Probemenge **Sample amount** (als Masse oder Volumen) im Messgefäß definiert ist:

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

Verdünnungsrechnung

In allen Fällen, in denen die Probemenge im Messgefäß vor dem Start des ersten Sweeps verdünnt wird (z.B. durch Pufferzugabe), muss dies durch Eingabe von **Sample amount** und **Cell volume** auf dem Blatt **Determination** im Fenster **EDIT WORKING METHOD** **PARAMETERS** berücksichtigt werden (siehe Kap. 5.2).

Falls die Probe zusätzlich nach dem Start des ersten Sweeps verdünnt wird (z.B. durch Zugabe von Aufstocklösungen), wird die Verdünnung fortlaufend für jeden Verdünnungsschritt neu berechnet, so dass in der Kalibrierkurve für jede Messlösung die effektive Massenkonzentration im Messgefäß angezeigt wird.

Ein eventuell durch Dosimaten und die Funktion **Predose** zugegebenes Hilfslösungsvolume wird nicht in die Verdünnungsrechnung mit einbezogen, sondern muss bereits im **Cell volume** berücksichtigt werden.

Berechnung der Standardaddition

Beim Standardadditionsverfahren (auch Aufstocktechnik genannt) wird der Probe ein- oder mehrmals eine bekannte Menge der zu bestimmenden Substanz zugesetzt. Die Zugabe kann manuell oder automatisch mit Hilfe eines Dosimaten erfolgen. Zur Berechnung der gesuchten Massenkonzentration der Probe wird das folgende Verfahren angewendet:

1. Messung der Probelösung

Die Probelösung mit der unbekannten Massenkonzentration **c(s)** der Probe wird ein- oder mehrmals gemessen (definiert durch **No. of replications**). Dabei erhält man:

EV (s)	Auswertegrösse einer Einzelmessung für die Probe
mean (s)	Mittelwert aller Auswertegrössen für die Probe
Std. dev. (s)	Standardabweichung des Einzelwertes EV (s) = s(s)

2. Messung der aufgestockten Probelösungen

Die Probelösung wird **n** mal (definiert durch **No. of additions**) mit einer Standardlösung mit bekannter Massenkonzentration **c(st)** aufgestockt. Jede dieser aufgestockten Lösungen wird ein- oder mehrmals (definiert durch **No. of replications**) gemessen. Dabei erhält man:

EV (n)	Auswertegrösse einer Einzelmessung für die aufgestockte Probe n
mean (n)	Mittelwert aller Auswertegrössen für die aufgestockte Probe n

Std.dev. (n) Standardabweichung des Einzelwertes

$$\mathbf{EV(n)} = \mathbf{s(n)}$$

$$\mathbf{c(n) - c(s)}$$

Differenz der Massenkonzentrationen zwischen der aufgestockten Probe **n** und der ursprünglichen Probelösung

3. Bestimmung der Standardadditionskurve

Für die Berechnung der linearen Standardadditionskurve werden die Parameter **a** und **b** der linearen Regressionskurve $\mathbf{y} = \mathbf{a} + \mathbf{bx}$ durch gewichtete Fehlerquadratminimierung mit $\mathbf{y} = \mathbf{EV}$ und $\mathbf{x} = \mathbf{c} - \mathbf{c(s)}$ bestimmt, wobei als Gewichtsfaktor für jeden Punkt die Standardabweichung der Replikationen verwendet wird. Die Parameter **a** und **b** werden im Fenster **RESULTS** angezeigt und haben folgende Bedeutung:

a = Y.reg/offset Achsenabschnitt der Standardadditionskurve

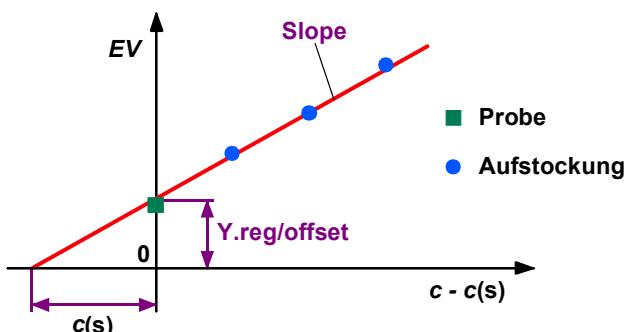
b = Slope Steigung der Standardadditionskurve

4. Berechnung der Massenkonzentration **c(s)**

Voraussetzung für die Anwendung der Standardaddition ist, dass für **c = 0** auch die Auswertegrösse **EV = 0** ist. Setzt man für diese beiden Größen in der Kalibrierfunktion 0 ein, so kann die gesuchte Massenkonzentration **c(s)** aus der folgenden Gleichung berechnet werden:

$$\mathbf{c(s)} = \mathbf{a / b}$$

In der grafischen Darstellung der Standardadditionskurve ist die gesuchte Massenkonzentration auf der x-Achse durch den Abstand vom Nullpunkt zum Schnittpunkt mit der Kalibrierfunktion gegeben.



5. Berechnung der Resultatstreuung **MC.dev.**

Die Gesamtstreuung **MC.dev.** der berechneten Substanzmassenkonzentration **Mass.conc.** wird mit einer linearen Fehlerrechnung bestimmt. Unabhängig von der Anzahl Messungen wird die Gesamtstreuung **MC.dev.** immer so berechnet, dass **Mass.conc. ± MC.dev.** den Bereich angibt, in welchem die Massenkonzentration mit einer Wahrscheinlichkeit von 68.3% erwartet werden darf.

Regeln für die Standardaddition

Die **Standardaddition** ist das übliche Kalibrierverfahren für den grössten Teil der mit VA Computrace 757 möglichen Anwendungen. Ihr Vorteil liegt in der hohen Sicherheit, da die Kalibrierung in der Probe unter realen Matrixverhältnissen erfolgt und sämtliche Messparameter unverändert bleiben. Im Hinblick auf optionale Richtigkeit und Streuung gelten folgende **Regeln**:

- **Linearitätsbereich überprüfen**

Für jede Substanz sollte bei der Ausarbeitung der Methode der Linearitätsbereich überprüft werden. Stocken Sie dazu mehrmals über einen grossen Konzentrationsbereich auf. Anhand der im Fenster **DETERMINATION CURVES** angezeigten Kalibrierkurve können Sie entscheiden, in welchem Bereich die Standardaddition linear und in welchem sie nichtlinear ist.

- **Aufstockverfahren**

Liegt der Substanzgehalt im linearen Bereich, so ist eine mehrmalige Aufstockung nur dann sinnvoll, wenn Sie bei jeder Bestimmung die Linearität kontrollieren wollen. Zur Verringerung der Streuung ist es besser, nur einmal aufzustocken und dafür die Zahl der Replikationen so gross wie möglich zu wählen.

- **Aufstockverhältnis 1:2 bis 1:5**

Das optimale Aufstockverhältnis für die gesamte Aufstockung liegt bei 1:2 bis 1:5, d.h. die Summe aller Aufstockmengen sollte das 2- bis 5-fache der im Messgefäß vorhandenen Probenmenge betragen. Dies lässt sich nachträglich leicht anhand der im Fenster **RESULTS** angezeigten Parameter **Mass** und **Add. mass** kontrollieren.

- **Berücksichtigung von Blindwerten**

Allfällige Blindwerte müssen separat bestimmt und in der Formelrechnung im Fenster **CALCULATION** subtrahiert werden.

Berechnung der Kalibrierkurve

Die Gehaltsbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve erfolgt in zwei Schritten:

- Zuerst wird der Zusammenhang zwischen der Massenkonzentration **c** einer Substanz und der Auswertegrösse **EV** durch Messen verschiedener Bezugslösungen ermittelt.
- Anschliessend wird die Probe gemessen und anhand der aufgenommenen Kalibrierkurve deren Massenkonzentration **c(s)** bestimmt.

Bei der Gehaltsbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve wird zur Berechnung der gesuchten Massenkonzentration **c(s)** der Probe folgendes Verfahren angewendet:

1. Messung der Kalibrierlösungen

Die Kalibrierlösungen mit bekannter Massenkonzentration **c(n)** werden alle mehrmals gemessen (definiert durch **No. of replications**). Dabei erhält man:

EV (n)	Auswertegrösse einer Einzelmessung für die Kalibrierlösung n
mean (n)	Mittelwert aller Auswertegrössen für die Kalibrierlösung n
Std. dev. (n)	Standardabweichung des Einzelwertes EV (n) = s(n)
c(eff,n)	Effektive Massenkonzentrationen der Kalibrierlösungen (wird aus c(n) unter Berücksichtigung der Verdünnung berechnet)

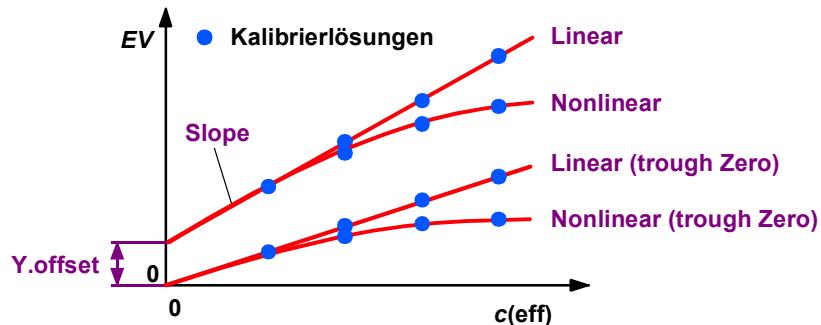
2. Bestimmung der Kalibrierkurve

Für die Berechnung der Kalibrierkurve stehen vier Modellfunktionen zur Verfügung, die unter **Regression technique** auf dem Blatt **Substances** ausgewählt werden können:

y = a + bx	Gerade = Linear Regression
y = bx	Gerade durch den Nullpunkt = Linear Regression (trough Zero)
y = a + b x + d x⁴	Nichtlineare Kurve 4. Grades = Nonlinear Regression
y = b x + d x⁴	Nichtlineare Kurve 4. Grades durch den Nullpunkt = Nonlinear Regression (trough Zero)

Die Parameter **a**, **b** und **d** der Regressionskurve werden durch gewichtete Fehlerquadratminimierung mit **y = EV** und **x = c(eff)** bestimmt. Die Parameter werden im Fenster **RESULTS** angezeigt und haben folgende Bedeutung:

$a = Y.\text{reg}/\text{offset}$	Achsenabschnitt der Kalibrierkurve
$b = \text{Slope}$	Steigung der Kalibrierkurve im linearen Bereich
$d = \text{Nonlin.}$	Nichtlinearitätsfaktor



3. Messung der Probelösung

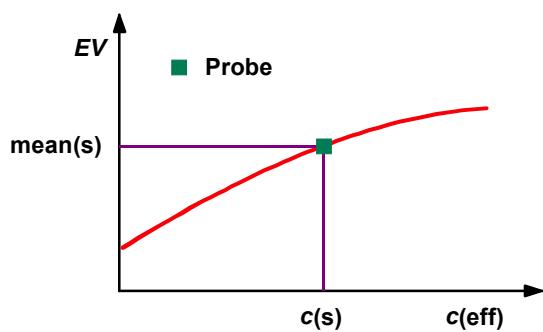
Die Probelösung mit der unbekannten Massenkonzentration $c(s)$ der Probe wird ein- oder mehrmals gemessen (definiert durch **No. of replications**). Dabei erhält man:

$EV(s)$	Auswertegrösse einer Einzelmessung für die Probe
$\text{mean}(s)$	Mittelwert aller Auswertegrößen für die Probe
$\text{Std. dev.}(s)$	Standardabweichung des Einzelwertes $EV(s) = s(s)$

4. Berechnung der Massenkonzentration $c(s)$

Die gesuchte Massenkonzentration $c(s)$ der Probe wird durch Einsetzen von $\text{mean}(s)$ in die zuvor bestimmte Kalibrierfunktion berechnet:

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



5. Berechnung der Resultatstreuung MC.dev.

Die Gesamtstreuung **MC.dev.** der berechneten Substanzmassenkonzentration **Mass.conc.** wird mit einer linearen Fehlerrechnung bestimmt, welche sowohl den Fehlerbeitrag aus der Messung wie auch denjenigen aus der Kalibrierung berücksichtigt. Unabhängig von der Anzahl Messungen wird die Gesamtstreuung **MC.dev.** immer so berechnet, dass **Mass.conc. \pm MC.dev.** den Bereich angibt, in welchem die Massenkonzentration mit einer Wahrscheinlichkeit von 68.3% erwartet werden darf.

Regeln für die Kalibrierkurve

Die Resultatermittlung mit Hilfe einer **Kalibrierkurve** bringt gegenüber Standardadditionen eine Zeitersparnis, ist aber nur zulässig

- wenn die Matrix aller Proben und Kalibrierlösungen identisch ist oder keinen Einfluss auf die Messung hat
- wenn bei den Messungen sämtliche Messparameter (Kapillare, Temperatur, etc.) unverändert bleiben und
- wenn die Richtigkeit der einzelnen Resultate regelmässig mit dem Standardadditions-Verfahren überprüft wird.

Im Hinblick auf optimale Richtigkeit und Streuung gilt es bei der Kalibrierkurven einige **Regeln** zu beachten:

- **Linearitätsbereich überprüfen**

Für jede Substanz sollte bei der Ausarbeitung der Methode der Linearitätsbereich der Kalibrierkurve überprüft werden, indem diese über einen grossen Konzentrationsbereich aufgenommen wird. Anhand der im Fenster **DETERMINATION CURVES** angezeigten Kalibrierkurve können Sie dann entscheiden, in welchem Bereich die Kurve linear ist.

- **Arbeiten im linearen Bereich**

Bei der Durchführung von Bestimmungen im linearen Bereich wird im Hinblick auf möglichst kleine Streuung empfohlen, vor allem im untersten und obersten Teil dieses Bereichs zu kalibrieren und die Zahl der Replikationen so gross wie möglich zu wählen.

- **Achsenabschnitt überprüfen**

Die Grösse des Achsenabschnittes gibt einen Hinweis auf einen möglichen systematischen Fehler oder Blindwert. Um diesen Fehler in die effektive Massenkonzentration in g/L umzurechnen, muss **y.offset** durch **slope** dividiert werden.

- **Arbeitsbereich festlegen**

Die Kalibrierkurve ist nur für den Bereich zwischen den Kalibrierlösungen mit der tiefsten und höchsten Massenkonzentration definiert. Extrapolationen über diesen Bereich hinaus sind nicht zulässig.

- **Temperatur konstant halten**

Wegen der grossen Temperaturabhängigkeit der Messwerte ($\geq 2\%/\text{°C}$) wird empfohlen, mit thermostatisiertem Messgefäß 6.1418.220 zu arbeiten.

- **Berücksichtigung von Blindwerten**

Allfällige Blindwerte müssen separat bestimmt und in der Formelrechnung im Fenster **CALCULATION** subtrahiert werden.

Formelberechnung

Der letzte Schritt in der Auswertung ist die Berechnung der im Fenster **CALCULATION** eingetragenen Rechenformel für die Ausgabe der Schlussresultate **Final results**:

Formula

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

Ohne Änderung der Standardwerte für **Multiplier**, **Divisor** und **Summand** wird das Schlussresultat **FinalResult** als **Massenkonzentration** multipliziert mit dem Zellvolumen **Cell volume** und dividiert durch die Probenmenge **Sample amount** berechnet. Das Schlussresultat erhält die im Fenster **CALCULATION** unter **Final unit** gewählte Einheit.

6 Handbedienung

6.1 Computrace-Steuerung

Wahl der Computrace-Steuerung

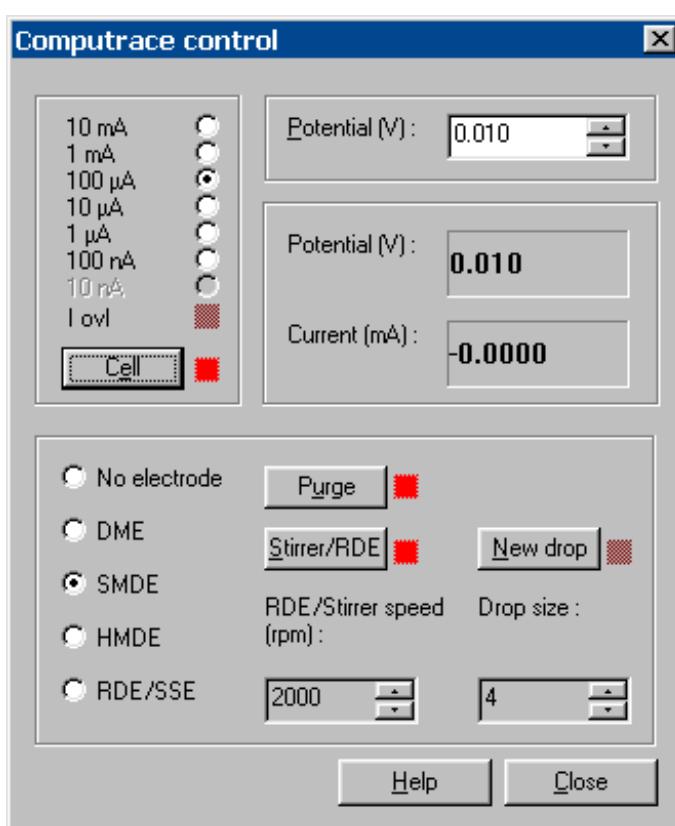


757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control

Manuelle Steuerung des VA Computrace Standes 757 starten.

Fenster «Computrace control»

Das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** dient zur manuellen Steuerung des VA Computrace Standes 757.



10 mA ... 100 nA

Wahl des Strombereichs für Messungen im Handbedienungsmodus.

I ovl

Das Aufleuchten des roten Lichtes zeigt eine Stromüberlast ("Overload") an.



Strommessung ein-/ausschalten. Nach dem Einschalten wird der eingestellte Spannungswert **Potential** an den Elektroden angelegt und der Strom kontinuierlich gemessen. Dieser Modus wird durch das Aufleuchten des roten Lichtes neben dem Knopf **<Cell>** angezeigt.

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

Spannung, die an die Elektroden angelegt werden soll.

Potential (V) [nur Anzeige]

Anzeige der Spannung, die an den Elektroden angelegt ist.

Current (xA) [nur Anzeige]

Anzeige des gemessenen Stroms.

No electrode

Keine Elektrode am VA Computrace Stand 757 angeschlossen. Diese Einstellung dient vor allem zum Wechsel der Elektroden am Stand.

DME

Wahl der Tropfenden Quecksilberelektrode (DME).

SMDE

Wahl der Statischen Quecksilbertropfenelektrode (SMDE).

HMDE

Wahl der Hängenden Quecksilbertropfenelektrode (HMDE).

RDE/SSE


Wahl der Rotierenden Scheibenelektrode (RDE).

Inertgas-Entlüftung ein-/ausschalten.

Stirrer/RDE

Rührer/RDE mit der eingestellten Geschwindigkeit **RDE/Stirrer speed** ein-/ausschalten.

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

Umdrehungen pro Minute für Rührer/RDE.



DME: Freies Tropfen an der MME einschalten.

SMDE: Tropfen in Intervallen von ca. 1 s an der MME einschalten.

HMDE: Bildung eines neuen Einzeltropfens an der MME .

Drop size [1...9 ; 4]

Grösse des Quecksilbertropfens (Oberfläche 0.15 mm² ... 0.60 mm²).

6.2 Dosimat-Steuerung

Wahl der Dosimat-Steuerung

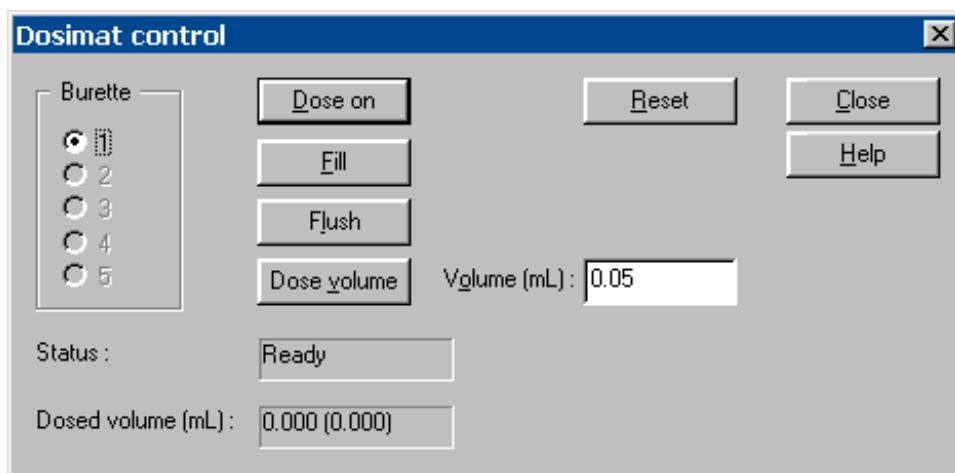


757 VA COMPUTRACE / Utility / Dosimat control

Manuelle Steuerung der am VA Computrace Stand 757 angeschlossenen Dosimaten 665 oder 765 starten.

Fenster «Dosimat control»

Das Fenster **DOSIMAT CONTROL** dient zur manuellen Steuerung der am VA Computrace Stand 757 angeschlossenen Dosimaten.



Burette

Wahl des Dosimaten, der manuell gesteuert werden soll.

Dose on

Dosieren am Dosimaten einschalten. Die Lösung wird so lange zudosiert, bis der Knopf **< Dose off >** gedrückt wird.

Fill

Der Bürettenzylinder am Dosimaten wird gefüllt.

Flush

Der Bürettenzylinder am Dosimaten wird geleert und neu gefüllt.

Dose volume

Das eingestellte Volumen **Volume** zudosieren.

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

Volumen, das zudosiert werden soll.

Status [nur Anzeige]

Anzeige des aktuellen Dosimatstatus.

Dosed volume (mL) [nur Anzeige]

Anzeige des seit dem letzten Füllen zudosierten Volumens (erster Wert) und des akkumulierten Volumens falls die Anzeige nach dem Füllen nicht zurückgesetzt wurde (Wert in Klammern).

Reset

Anzeige **Dosed volume** zurücksetzen und Bürettenzylinder füllen.

6.3 Filmbildung

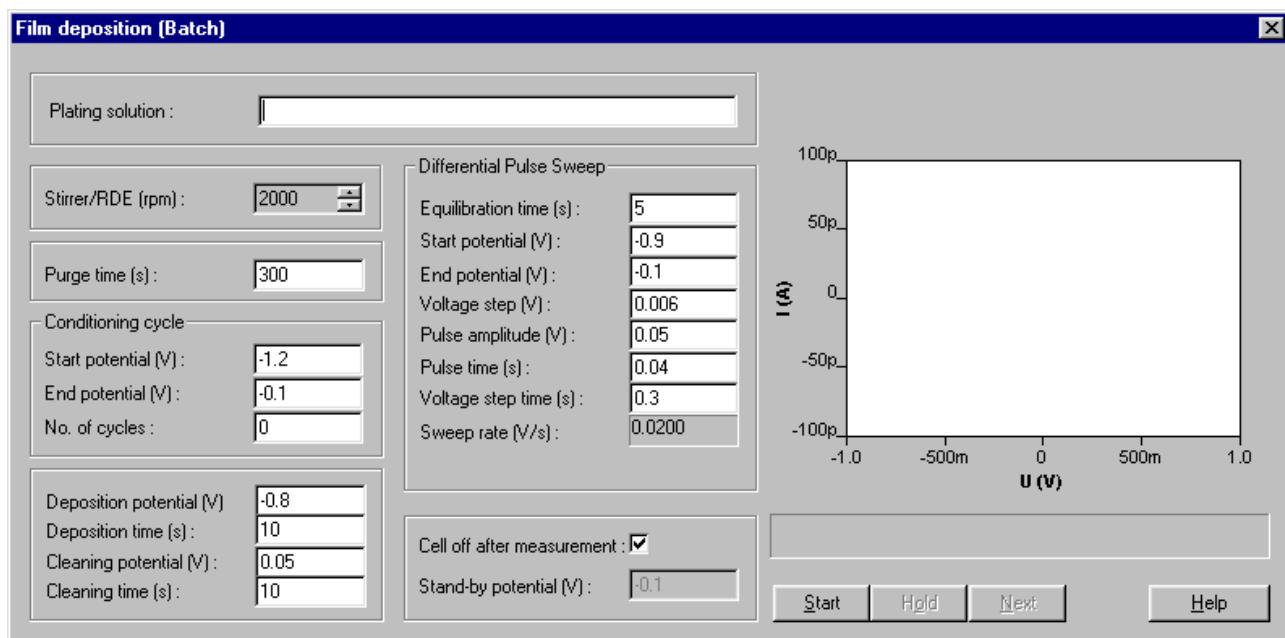
Wahl der Filmbildung

757 VA COMPUTRACE / Utility / Film deposition

Bildung eines Quecksilberfilms auf Festkörper-elektroden im VA Computrace Stand 757 starten.

Fenster «Film deposition»

Das Fenster **FILM DEPOSITION** dient zur Bildung eines Quecksilber- oder Metallfilms auf Festkörperelektroden im VA Computrace Stand 757.



Plating solution [XXX Zeichen ;]

Name der für die Filmbildung benutzten Plattierungslösung.

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

Umdrehungen pro Minute der Rotierenden Scheibenelektrode. Die RDE rotiert während allen Vorbereitungsschritten bis zum Start des Reinigungssweeps.

Purge time (s) [0...80600 s ; 300 s]

Entlüftungszeit vor der ersten Messung der Probelösung.

Conditioning cycles

Vor der Filmbildung kann die Festkörperelektrode durch eine frei wählbare Anzahl von Konditionierzyklen elektrochemisch regeneriert werden. Bei jedem Konditionierzyklus wird die Spannung mit einer Geschwindigkeit von 1 V/s von der Startspannung **Start potential** zur Endspannung **End potential** und zurück geändert.

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

Startspannung für den zyklischen Konditionersweep.

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

Endspannung für den zyklischen Konditionersweep.

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

Anzahl Konditionierzyklen.

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

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

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

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

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

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

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

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

Sweep

Parameter des am Ende der Filmbildung für den Elektroden- test benutzten DP-Sweeps (siehe VA-Messmodi, Kap. 3.2).

Cell off after measurement [on, off ; on]

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

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

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

6.4 Reinigung

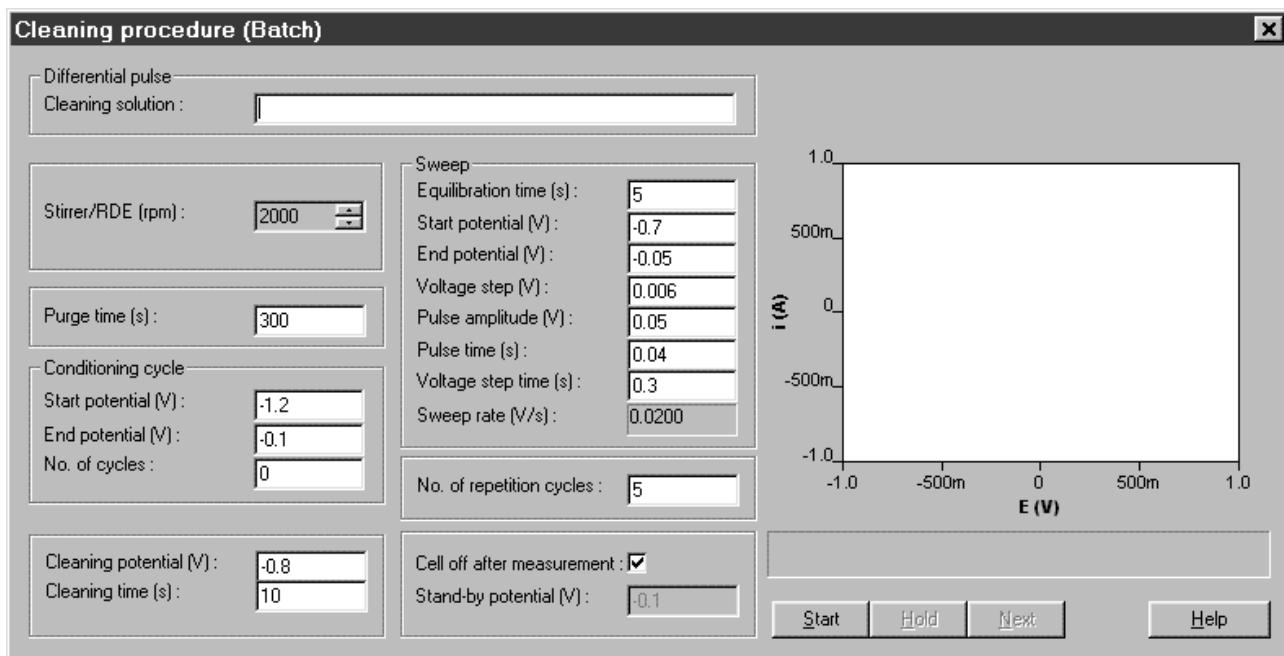
Wahl der Reinigung

757 VA COMPUTRACE / Utility / Cleaning procedure

Reinigung für Festkörperelektroden im VA Computrace Stand 757 starten.

Fenster «Cleaning procedure»

Das Fenster **CLEANING PROCEDURE** dient zur elektrochemischen Reinigung von Festkörperelektroden am VA Computrace Stand 757.



Cleaning solution [XXX Zeichen ;]

Name der für die elektrochemische Reinigung von Festkörperelektroden benutzten Reinigungslösung.

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

Umdrehungen pro Minute der Rotierenden Scheibenelektrode. Die RDE rotiert während allen Vorbereitungsschritten bis zum Start des Reinigungssweeps.

Purge time (s) [0...80600 s ; 300 s]

Entlüftungszeit vor der ersten Messung der Probelösung.

Conditioning cycles

Elektrochemische Regenerierung von Festkörperelektroden durch eine frei wählbare Anzahl von Konditionierzyklen elektrochemisch regeneriert werden. Bei jedem Konditionierzyklus wird die Spannung mit einer Geschwindigkeit von 1 V/s von der Startspannung **Start potential** zur Endspannung **End potential** und zurück geändert.

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

Startspannung für den zyklischen Konditionersweep.

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

Endspannung für den zyklischen Konditionersweep.

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

Anzahl Konditionierzyklen.

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

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

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

Reinigungszeit; Zeit, während der die Reinigungsspannung

Cleaning potential an den Elektroden angelegt wird.

Sweep

Parameter des am Ende der Reinigungszyklen für den Elektroden-Test benutzten DP-Sweeps, siehe (siehe VA-Messmodi, Kap. 3.2).

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

Anzahl Wiederholungen der Reinigungszyklen und Reinigungsspannung.

Cell off after measurement [on, off ; on]

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

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

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

7 **Wie gehe ich vor ...?**

7.1 Installation und Programmstart

Dosimaten für automatische Zugabe installieren

1. Schliessen Sie die Dosimaten 665 oder 765 am VA Computrace Stand 757 an (siehe *Installation von Dosimaten*, Kap. 1.3).
2. Legen Sie die Hardware-Einstellung für die Dosimaten fest (siehe *Hardware-Einstellungen für Dosimaten*, Kap. 1.3).
3. Definieren Sie die Zugabe- oder Hilfslösung im Fenster **DOSIMATS** (siehe *Dosimaten*, Kap. 5.2).

Geräte einschalten und Programm starten

1. Schalten Sie die Dosimaten (falls vorhanden) und den VA Computrace Stand 757 ein.
2. Überprüfen Sie, ob das mit dem VA Computrace Interface verbundene Netzgerät am Netz angeschlossen ist.
3. Schalten Sie den Compact Autosampler 813 und die Relaisbox 731 ein (falls vorhanden).
4. Schalten Sie den PC ein.
5. Starten Sie die VA Computrace Software (siehe *Programm starten*, Kap. 2.2).
6. Geben Sie **Name** und **Password** im Fenster **VA COMPUTRACE LOGIN** ein (siehe *Login*, Kap. 2.6).
7. Wählen Sie die Betriebsart «Exploratory» oder «Determination» (siehe Menü «Mode», Kap. 2.4).
8. Öffnen Sie die gewünschten Fenster in der Betriebsart «Exploratory» (**EXPLORATORY SPECIFICATIONS**, **EXPLORATORY CURVES**) oder in der Betriebsart «Determination» (**WORKING METHOD SPECIFICATIONS**, **MONITOR**, **DETERMINATION CURVES**, **RESULTS**, **SAMPLE TABLE**).

7.2 Anwenderzugriffsrechte

Neuen Anwender definieren

1. Öffnen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **757 VA COMPUTRACE / User / User rights**.
2. Klicken Sie den Knopf  um das Fenster **ADD NEW USER** zu öffnen.
3. Geben Sie Name **Name** und Passwort **Password** des neuen Anwenders ein.
4. Schliessen Sie das Fenster **ADD NEW USER** durch Klicken auf **<OK>**.
5. Wählen Sie den neuen Anwender in der Liste aller Anwender aus und legen Sie dessen Zugriffsrechte fest (siehe *Zugriffsrechte, Kap. 2.6*).
6. Schliessen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **<OK>**.

Zugriffsrechte ändern

1. Öffnen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **757 VA COMPUTRACE / User / User rights**.
2. Wählen Sie den gewünschten Anwender in der Liste aller Anwender aus und ändern Sie dessen Zugriffsrechte (siehe *Zugriffsrechte, Kap. 2.6*).
3. Schliessen Sie das Fenster **USER RIGHTS** durch Klicken auf **<OK>**.

7.3 Signale in der Betriebsart «Exploratory»

Signalkurve laden

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**.
2. Klicken Sie auf  oder **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**.
3. Wählen Sie eine oder mehrere (Ctrl + Klicken) gewünschte Signaldateien ***.sig** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**.

Signalkurve speichern

1. Wählen Sie die gewünschte Signalkurve aus der Liste im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATIONS** aus.

2. Klicken Sie auf  oder **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Save signal**.
3. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis aus, geben Sie den Namen der Signaldatei ***.sig** im Fenster **SAVE AS** ein und klicken Sie auf den Knopf **<Save>**. Beachten Sie, dass für jeden Anwender unter **User Directories** ein eigenes Datenverzeichnis definiert werden kann.

Signalkurven automatisch speichern

1. Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** und schalten Sie die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** ein.
2. Wählen Sie mit Hilfe des Knopfes **<Browse>** das Verzeichnis für die Speicherung der Signaldatei im Feld **Data folder** aus. Beachten Sie, dass für jeden Anwender unter **User Directories** ein eigenes Datenverzeichnis definiert werden kann.

Signalkurve aufnehmen

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**.
2. Wählen Sie die Elektrode **Electrode** und die Tropfengrösse **Drop size** (für SMDE und HMDE) im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus (siehe *Elektroden*, Kap. 3.1).
3. Stellen Sie die Geschwindigkeit für Rührer **Stirrer** oder **RDE** ein (siehe *Röhren*, Kap. 3.4).
4. Falls nötig, klicken Sie auf  und begrenzen Sie die beiden Parameter **Highest current range** oder **Lowest current range** im Fenster **POTENTIOSTAT** (siehe *Potentiostat*, Kap. 3.3).
5. Wählen Sie den gewünschten VA-Messmodus im Feld **Mode** aus (siehe *VA-Messmodi*, Kap. 3.2).
6. Stellen Sie die Entlüftungszeit **Initial purge time** ein (siehe *Entlüften*, Kap. 3.4).
7. Stellen Sie die Parameter für die Vorbehandlung der Festkörperelektroden ein (siehe *Vorbehandlung*, Kap. 3.4).
8. Stellen Sie die Sweepparameter **Sweep** des gewählten VA-Messmodus ein (siehe *VA-Messmodi*, Kap. 3.2).
9. Falls erwünscht, stellen Sie die Ruhespannung **Stand-by potential** nach der Messung ein (siehe *Ruhespannung*, Kap. 3.4).
10. Falls die aufgenommene Signalkurve am Ende der Messung automatisch gespeichert werden soll, klicken Sie auf **757 VA**

COMPUTRACE / Settings / General settings und schalten Sie die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** ein (siehe Kap. 2.7).

11. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  oder den Knopf  (siehe *Signalmessungen durchführen, Kap. 4.2*).

Signalpeaks automatisch auswerten

1. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus. Die ausgewählte Signalkurve wird mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt.
2. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search**. Das Fenster **PEAK SEARCH** wird geöffnet.
3. Stellen Sie die Parameter **Reverse peak**, **Reverse sweep** (nur für CV), **Minimum peak width**, **Smooth factor**, **Minimum peak height** und **Scope** für die Peakauswertung ein (siehe *Peaksuche, Kap. 4.2*).
4. Klicken Sie auf den Knopf . Die berechneten Basisslinien und Peakpositionen werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Die Resultate der Auswertung werden in der Resultatliste im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** angezeigt.
5. Falls keine Peaks gefunden wurden, versuchen Sie die Parameter zur Peaksuche **Minimum peak width**, **Smooth factor** und **Minimum peak height** für die automatische Peakauswertung zu ändern oder wechseln Sie zur manuellen Peakauswertung.

Signalpeaks manuell auswerten

1. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus. Die ausgewählte Signalkurve wird mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt.
2. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Peak search**. Das Fenster **PEAK SEARCH** wird geöffnet.
3. Schalten Sie die Option **Manual** ein.
4. Stellen Sie die Parameter **Reverse peak**, **Reverse sweep** (nur für CV), **Minimum peak width**, **Smooth factor** und **Minimum peak height** für die Peakauswertung ein (siehe *Peaksuche, Kap. 4.2*).

5. Setzen Sie die Start- und Endfusspunkte für die Basislinienberechnung durch Drücken der Knöpfe  der Felder **Begin** oder **End**.
6. Wählen Sie die Parameter **Type** und **Scope** für die Basislinie.
7. Klicken Sie auf den Knopf . Die berechneten Basislinien und Peakpositionen werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Die Resultate der Auswertung werden in der Resultatliste im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** angezeigt.

Signalstufen auswerten

1. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei im Feld **Signal** des Fensters **EXPLORATORY SPECIFICATION** aus. Die ausgewählte Signalkurve wird mit den Eigenschaften **Selected signal properties** angezeigt.
2. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Signal / Wave evaluation**. Das Fenster **WAVE EVALUATION** wird geöffnet.
3. Stellen Sie die Parameter **Minimum width**, **Minimum peak height** und **Smooth factor** für die Stufenauswertung ein (siehe *Stufenauswertung*, Kap. 4.2).
4. Klicken Sie auf den Knopf . Die berechneten Tangenten und Positionen der Halbstufenpotentiale werden im Fenster **EXPLORATORY CURVES** angezeigt. Die Resultate der Auswertung werden in der Resultatliste im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** angezeigt.

Signalkurven und/oder voltammetrische Parameter drucken

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Print**. Das Fenster **PRINT EXPLORATORY** wird geöffnet.
2. Schalten Sie die Option **Print curves** ein, falls der Inhalt des Fensters **EXPLORATORY CURVES** gedruckt werden soll.
3. Schalten Sie die Option **Print voltammetric parameters** ein, falls die Parameter im Fenster **EXPLORATORY SPECIFICATION** gedruckt werden sollen.
4. Klicken Sie auf den Knopf **<OK>**.
5. Wählen Sie die Parameter und Eigenschaften für das Drucken im Fenster **PRINTER SETUP** aus und klicken Sie auf **<OK>**.

7.4 Methoden in der Betriebsart «Determination»

Methode laden

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
3. Wählen Sie die gewünschte Methodendatei ***.mth** im Fenster **OPEN** und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.

Parameter von Bestimmungsmethoden kopieren

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load determination**.
3. Wählen Sie die gewünschte Bestimmungsdatei ***.dth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird in das Fenster **DETERMINATION CURVES** geladen.
4. Klicken Sie auf **DETERMINATION CURVES / Edit / Copy parameters to working method**.

Parameter von Signaldateien kopieren

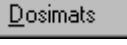
1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Exploratory**.
2. Klicken Sie auf  oder **EXPLORATORY SPECIFICATION / File / Load signal**.
3. Wählen Sie die gewünschte Signaldatei ***.sig** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**.
4. Klicken Sie auf **EXPLORATORY SPECIFICATION / Transfer / Parameters / To working method**.

Arbeitsmethode speichern

1. Falls Sie eine geänderte Arbeitsmethode ("Working Method") unter demselben Namen speichern wollen, klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Save method**. Bestätigen Sie die Frage **The file already exists. Overwrite?** durch Klicken auf **<Yes>**.

2. Falls Sie die Arbeitsmethode unter einem neuen Namen speichern wollen, klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / File / Save method as**. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis aus, geben Sie den Methodennamen ***.mth** im Fenster **SAVE AS** ein und klicken Sie auf **<Save>**.

Arbeitsmethode editieren

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Wählen Sie die gewünschte Methodendatei ***.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Setzen Sie die Parameter im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** auf die gewünschten Werte (siehe Fenster «Working method specifications», Kap. 5.2).
6. Falls Dosimaten für die automatische Lösungszugabe verwendet werden sollen, klicken Sie auf  und setzen Sie die Parameter auf die gewünschten Werte (siehe *Dosimaten*, Kap. 5.2).
7. Falls nötig, klicken Sie auf  und begrenzen Sie die Parameter **Highest current range** oder **Lowest current range** im Fenster **POTENTIOSTAT** (siehe *Potentiostat*, Kap. 3.3).
8. Klicken Sie auf  und setzen Sie die Parameter auf den Blättern **Determination**, **Voltammetric**, **Substances**, **Calculations** und **Documentation** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** (siehe Kap. 5.2).
9. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.

Methode abändern für automatische Hintergrundkompensation

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.

3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Wählen Sie die gewünschte Methodendatei ***.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Klicken Sie auf den Knopf  im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** und wählen Sie das Blatt **Determination**.
6. Schalten Sie die Option **Measure blank** ein, wählen Sie die Anzahl Messungen unter **No. of blanks** und geben Sie die Entlüftungszeit **Blank purge time** für die Blindprobe ein.
7. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.

Falls Sie eine Bestimmung mit dieser abgeänderten Methode starten, werden Sie zuerst aufgefordert, die zuvor definierte Anzahl von Blindlösungen ins Messgefäß zu geben. Die resultierende Blindkurve wird dann automatisch von allen nachfolgend gemessenen Kurven subtrahiert.

7.5 Bestimmungen

Bestimmung laden

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load determination**.
3. Wählen Sie die gewünschte Bestimmungsdatei ***.dth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird in das Fenster **DETERMINATION CURVES** geladen.
4. Falls die Methodenparameter der geladenen Bestimmung für eine neue Messung verwendet werden sollen, kopieren Sie die Parameter der Bestimmungsmethode in die Arbeitsmethode, indem Sie auf **DETERMINATION CURVES / Edit / Copy parameters to working method** klicken.

Bestimmung speichern

1. Falls Sie die geladene und abgeänderte Bestimmung unter demselben Namen speichern wollen, klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination**. Bestätigen Sie die Frage **The file already exists. Overwrite?** durch Klicken auf **<Yes>**.
2. Falls Sie die geladene Bestimmung unter einem neuen Namen speichern wollen, klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination as**. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis, geben Sie den Namen ***.dth** für die Bestimmungsdatei im Fenster **SAVE AS** ein und klicken Sie auf den Knopf **<Save>**.

Bestimmungen automatisch speichern

1. Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Setting / General settings** und schalten Sie die Option **Auto save determination and signal** auf dem Blatt **General** ein.
2. Wählen Sie im Feld **Data folder** das gewünschte Verzeichnis für die automatische Speicherung von Bestimmungsdateien.

Bestimmung durchführen

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.

3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
4. Falls erwünscht, ändern Sie die geladene Methode (siehe *Wie gehe ich vor: Arbeitsmethode editieren*).
5. Geben Sie die Messlösung in das Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
6. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
7. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
8. Folgen Sie den Anweisungen in den angezeigten Meldungsfenstern.

Testbestimmung mit der Blei-Test-Methode durchführen

Mit Hilfe dieser Beispielmethode zur Bestimmung von Blei in der mitgelieferten Ionenstandardlösung unter Verwendung der DME können Sie auf einfache Art überprüfen, ob das VA Computrace System 757 einwandfrei funktioniert.

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Wählen Sie die Methodendatei **Test Pb in standard solution.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Geben Sie 20 mL Reinstwasser ins leere Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
6. Geben Sie 0.5 mL Kaliumchlorid $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ (Metrohm Nr. 6.2308.020) ins Messgefäß.
7. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
8. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**. Das Fenster **PLACE SAMPLE** erscheint.

9. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100 μL Blei-Ionenstandardlösung $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
10. Die Messlösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **MANUAL ADDITION**.
11. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100 μL Blei-Ionenstandardlösung $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
12. Die aufgestockte Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **MANUAL ADDITION**.
13. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100 μL Blei-Ionenstandardlösung $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
14. Die zweimal aufgestockte Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **END OF DETERMINATION**.
15. Klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird (falls die automatische Speicherung auf dem Blatt **General** im Fenster **GENERAL SETTINGS** eingeschaltet ist) automatisch gespeichert und der Resultatreport wird ausgedruckt.

Bestimmungen mit dem Compact Autosampler 813 durchführen

1. Installieren Sie den Compact Autosampler 813 (siehe Kap. 1.3).
2. Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** und wählen Sie das Blatt **Automation**.
3. Schalten Sie die Option **Use Autosampler** ein, ändern Sie die Automationsparameter wie gewünscht und schliessen Sie das Fenster **GENERAL SETTINGS**.
4. Schliessen Sie das Programm VA Computrace und starten Sie es erneut.
5. Falls erwünscht, testen Sie die Automationsparameter: Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** und wählen Sie das Blatt **Automation**. Füllen Sie zwei Probengefässe mit Wasser und setzen Sie die Gefässe hintereinander auf dem Probenrak auf. Klicken Sie auf  **Test**, überprüfen Sie die Automationsparameter und ändern Sie diese bei Bedarf.
6. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
7. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.

8. Laden Sie die gewünschte Methode im Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
9. Falls erwünscht, ändern Sie die geladene Methode (siehe *Wie gehe ich vor: Arbeitsmethode ändern*).
10. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Sample table** um das Fenster **SAMPLE TABLE** zu öffnen.
11. Laden Sie die gewünschte Probentabelle oder ändern Sie die aktuell geladene Probentabelle (siehe *Probentabelle*, Kap. 5.6).
12. Pipettieren Sie die gewünschte Probemenge in die Probengefäße und setzen Sie diese an den ungeraden Positionen auf dem Probenrak des Compact Autosamplers 813 ein. Setzen Sie für jedes Probengefäß ein mit Spülösung (Volumen Spülösung = Volumen Probelösung) gefülltes Gefäß an die der Probe folgende geraden Position auf dem Probenrak ein.
13. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  **Start** im Fenster **MONITORING**.
15. Folgen Sie den Anweisungen in den angezeigten Meldungsfenstern.

Bestehende Bestimmung neu berechnen

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load determination**.
3. Wählen Sie die gewünschte Bestimmungsdatei ***.dth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird in das Fenster **DETERMINATION CURVES** geladen.
4. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Results** um das Fenster **RESULTS** zu öffnen.
5. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Determination curves** um das Fenster **DETERMINATION CURVES** zu öffnen.
6. Ordnen Sie die Unterfenster im Fenster **DETERMINATION CURVES** so an, dass die Liste der Kurven, die Bestimmungskurven und die Kalibrierkurven sichtbar sind.

7. Falls erwünscht, wählen Sie ein oder mehrere (Ctrl + Klicken) Objekte in der Liste der Kurven aus und klicken Sie auf  oder **Show selected ...** des kontextsensitiven Menüs um die ausgewählten Bestimmungskurve(n) anzuzeigen.
8. Falls erwünscht, zoomen Sie die den gewünschten Bereich im Unterfester der Bestimmungskurven.
9. Klicken Sie auf  oder **DETERMINATION CURVES / Edit / Determination method parameters** um das Fenster **EDIT DETERMINATION METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
10. Ändern Sie die Parameter (z.B. **Sample amount**, **Cell volume**, **Peak position**, Basislinienparameter, Konzentrationen der Standardlösungen, Berechnungsparameter) auf die gewünschten Werte auf den Blättern **Specifications**, **Determination**, **Substances** und **Calculations** (siehe Kap. 5.2).
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**. Die Bestimmung wird neu berechnet und die neuen Resultate werden im Fenster **RESULTS** angezeigt.
12. Falls erwünscht, wiederholen Sie die Schritte 10 und 11 ein- oder mehrmals.
13. Falls Sie die geänderte Bestimmung unter demselben Namen speichern wollen, klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination**. Bestätigen Sie die Frage **The file already exists. Overwrite?** durch Klicken auf **<Yes>**.
14. Falls Sie die geänderte Bestimmung unter einem neuen Namen speichern wollen, klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / File / Save determination as**. Wählen Sie das gewünschte Verzeichnis aus, geben Sie den Namen ***.dth** für die Bestimmungsdatei im Fenster **SAVE AS** ein und klicken Sie auf den Knopf **<Save>**.

Resultate und Kurven einer Bestimmung drucken

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Print**. Das Fenster **PRINT OPTIONS** wird geöffnet.
2. Schalten Sie die zu druckenden Elemente ein (siehe *Drucken in der Betriebsart «Determination»*, Kap. 5.7).
3. Wählen Sie die Reihenfolge des Ausdrucks für die eingeschalteten Elemente aus.
4. Schliessen Sie das Fenster **PRINT OPTIONS** durch Klicken auf **<OK>**.

7.6 Standardadditions-Technik

Manuelle Standardaddition ohne Lösungsaustausch

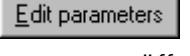
Bei der manuellen Standardaddition ohne Lösungsaustausch wird der Probe ein- oder mehrmals eine bekannte Menge der zu bestimmenden Substanz mit Hilfe einer Pipette zugesetzt. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
4. Wählen Sie die Option **Standard addition** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und die Anzahl Standardadditionen im Feld **No. of additions** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Aufstocklösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind.
10. Falls die Standardaddition mit variablen Zugabevolumina erfolgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
12. Geben Sie die Probelösung ins Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
13. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.

14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  **Start** im Fenster **MONITORING**.
15. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
16. Geben Sie jedesmal, wenn im Fenster **MANUAL ADDITION** eine Standardaddition verlangt wird, die Aufstocklösung mit Hilfe einer Pipette ins Messgefäß.

Manuelle Standardaddition mit Lösungsaustausch

Bei der manuellen Standardaddition mit Lösungsaustausch wird für jede Standardaddition eine neue Lösung verwendet. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
4. Wählen Sie die Option **Standard addition** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch with solution exchange** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  **Edit parameters** um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und die Anzahl der aufgestockten Lösungen im Feld **No. of cells** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Konzentrationen der aufgestockten Probelösungen in dem durch Klicken auf den Knopf  **Cell** geöffneten Fenster **CELL CONCENTRATIONS** definiert sind.

10. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
11. Geben Sie die Probelösung ins Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
12. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
13. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
14. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
15. Ersetzen Sie jedesmal, wenn im Fenster **BATCH SOLUTION EXCHANGE** ein Lösungsaustausch verlangt wird, die alte Messlösung durch die nächste aufgestockte Probelösung.

Automatische Standardaddition

Bei der automatischen Standardaddition wird der Probe ein- oder mehrmals automatisch eine bekannte Menge der zu bestimmenden Substanz mit Hilfe eines Dosimaten 665 oder 765 zugesetzt. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Installieren Sie die Dosimaten am VA Computrace Stand 757 (siehe *Wie gehe ich vor: Dosimaten installieren*).
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
4. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
5. Wählen Sie die Option **Standard addition** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Automatic** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  **Dosimats** um das Fenster **DOSIMATS** zu öffnen.
8. Schalten Sie die Dosimaten, welche für die Standardaddition verwendet werden sollen, im Feld **Dosimat used** ein (siehe *Dosimaten, Kap. 5.2*).

9. Schliessen Sie das Fenster **DOSIMATS** durch Klicken auf **<OK>**.
10. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
11. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und die Anzahl Standardadditionen im Feld **No. of additions** ein.
12. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Aufstocklösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind. Die Nummer **No.** der Aufstocklösung muss dabei identisch sein mit der Nummer des Dosi- maten, der für die automatische Zugabe dieser Lösung ver- wendet wird.
13. Falls die Standardaddition mit variablen Zugabevolumina er- folgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
14. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAME- TERS** durch Klicken auf **<OK>**.
15. Geben Sie die Probelösung in das Messgefäß am VA Com- putrace Stand 757.
16. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Mo- nitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
17. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
18. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf **<OK>**.

7.7 Kalibrierkurven-Technik

Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve durch Zugabe von Standardlösung

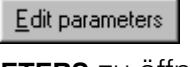
Diese Methode wird dazu verwendet, durch mehrmalige manuelle Zugabe einer konzentrierten Standardlösung in die Messlösung mit Hilfe einer Pipette verschiedene Kalibrierlösungen herzustellen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
4. Wählen Sie die Option **Record calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  **Edit parameters** um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie das Zellvolumen **Cell volume** und die Anzahl der Zugaben im Feld **No. of additions** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Standardlösung, ihre Konzentration und ihr Volumen definiert sind.
10. Falls die Zugabe der Standardlösungen mit variablen Zugabevolumina erfolgen sollen, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
12. Geben Sie die Elektrolytlösung (z.B. Puffer) ins Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
13. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.

14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Geben Sie die Identifikation **Calibration curve id** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **START CALIBRATION** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
16. Geben Sie jedesmal, wenn im Fenster **MANUAL ADDITION** eine Lösungszugabe verlangt wird, mit Hilfe einer Pipette die Standardlösung ins Messgefäß zu.

Manuelle Aufnahme der Kalibrierkurve mit Lösungsaustausch

Diese Methode wird dazu verwendet, mit Hilfe verschiedener Kalibrierlösungen von bekannter Konzentration eine Kalibrierkurve aufzunehmen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
4. Wählen Sie die Option **Record calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Wählen Sie die Option **Manual** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Batch with solution exchange** im Feld **Technique** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie das Zellvolumen **Cell volume** und die Anzahl der Kalibrierlösungen im Feld **No. of cells** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingetragene Substanz die Konzentrationen der Kalibrierlösungen in dem durch Klicken auf den Knopf  geöffneten Fenster **CELL CONCENTRATIONS** definiert sind.
10. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.

11. Geben Sie die erste Kalibrierlösung ins Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
12. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
13. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
14. Geben Sie die Identifikation **Calibration curve id** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **START CALIBRATION** ein und klicken Sie auf **<OK>**.
15. Ersetzen Sie jedesmal, wenn im Fenster **BATCH SOLUTION EXCHANGE** ein Lösungsaustausch verlangt wird, die alte Messlösung durch die nächste Kalibrierlösung.

Automatische Aufnahme der Kalibrierkurve

Diese Methode wird dazu verwendet, durch mehrmalige automatische Zugabe einer konzentrierten Standardlösung in die Messlösung mit Hilfe eines Dosimaten 665 oder 765 verschiedene Kalibrierlösungen herzustellen. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Installieren Sie die Dosimaten am VA Computrace Stand 757 (siehe *Wie gehe ich vor: Dosimaten installieren*).
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
4. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
5. Wählen Sie die Option **Record calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
6. Wählen Sie die Option **Automatic** im Feld **Addition** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
7. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
8. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie das Zellvolumen **Cell volume** und die Anzahl der Lösungszugaben im Feld **No. of additions** ein.
9. Wählen Sie das Blatt **Substances** aus (siehe Kap. 5.2) und stellen Sie sicher, dass für jede in der Tabelle eingegebene Substanz die Nummer der Standardlösung, ihre Konzentration

und ihr Volumen definiert sind. Die Nummer **No.** der Standardlösung muss dabei identisch sein mit der Nummer des Dosimaten, der für die automatische Zugabe dieser Lösung verwendet wird.

10. Falls die Zugabe der Standardlösung mit variablen Zugabevolumina erfolgen soll, klicken Sie den Knopf  in der Spalte **Volume** um das Fenster **EDIT VARIED ADDITION** zu öffnen, geben Sie die variablen Volumina in den Feldern **Addition** ein und schliessen Sie dieses Fenster durch Klicken auf **<OK>**.
11. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf **<OK>**.
12. Geben Sie die Elektrolytlösung (z.B. Puffer) ins Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
13. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
14. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
15. Geben Sie die Identifikation **Calibration curve id** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **START CALIBRATION** ein und klicken Sie auf **<OK>**.

Probenbestimmung mit Hilfe einer Kalibrierkurve

Um eine Probenbestimmung mit Hilfe einer zuvor aufgenommenen Kalibrierkurve durchführen zu können, muss diese Kalibrierkurve aufgenommen und gespeichert worden sein. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Laden Sie die gewünschte Methode in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** (siehe *Wie gehe ich vor: Methode laden*).
4. Wählen Sie die Option **Sample with calibration curve** im Feld **Calibration** des Fensters **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** aus.
5. Klicken Sie auf  um das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** zu öffnen.
6. Wählen Sie das Blatt **Determination** aus (siehe Kap. 5.2) und geben Sie **Sample identifier**, **Sample amount**, **Cell volume** und

Name und Verzeichnis der Bestimmung mit der aufgenommenen Kalibrierkurve im Feld **Calibration curve** ein.

7. Schliessen Sie das Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** durch Klicken auf <OK>.
8. Geben Sie die Probelösung ins Messgefäß im VA Computrace Stand 757.
9. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
10. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
11. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf <OK>.

7.8 Arbeiten mit Filmelektroden

Quecksilberfilm abscheiden

Geeignete Methoden für die Bestimmung von Schwermetallen mit Hilfe von Quecksilberfilmelektroden werden in den Application Bulletins 241 oder 254 beschrieben.

1. Polieren Sie den Glassy Carbon (6.1204.110) oder Ultra Trace Elektrodentip (6.1204.100) mit Aluminiumpulver (6.2802.000) und setzen Sie ihn im VA Computrace Stand 757 ein.
2. Geben Sie die Plattierungslösung ins Messgefäß, z.B.: Geben Sie 10 mL Reinstwasser, 200 μ L c(HCl) = 6 mol/L und 50 μ g c(Hg(II)) = 1 g/L ins leere Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
3. Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Utility / Film deposition** um das Fenster **FILM DEPOSITION** zu öffnen.
4. Geben Sie geeignete Werte für die Parameter ein.
5. Klicken Sie auf den Knopf **<Start>**.
6. Überprüfen Sie das resultierende Testvoltammogramm. Das Voltammogramm sollte ein kleines Rauschen und einen tiefen Hintergrundstrom (im tiefen μ A-Bereich) aufweisen. Zudem sollten keine Störpeaks sichtbar sein.

Quecksilberfilm entfernen

Ein Quecksilberfilm kann einfach mit einem Papiertuch abgewischt werden. Das Reinigungsverfahren kann dazu benutzt werden, den Quecksilberfilm elektrochemisch zu entfernen oder die Elektrodenoberfläche nach der mechanischen Entfernung des Quecksilberfilms zu reinigen.

1. Geben Sie die Reinigungslösung ins Messgefäß, z.B.: Geben Sie 10 mL Reinstwasser und 1 mL w(HNO₃) = 0.65 ins leere Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
2. Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Utility / Cleaning procedure** um das Fenster **CLEANING PROCEDURE** zu öffnen.
3. Geben Sie geeignete Werte für die Parameter ein.
4. Klicken Sie auf den Knopf **<Start>**.
5. Überprüfen Sie das resultierende Testvoltammogramm. Das Voltammogramm sollte ein kleines Rauschen und einen tiefen Hintergrundstrom (im tiefen μ A-Bereich) aufweisen. Falls alles Quecksilber oxidiert wurde, ist kein Quecksilberpeak mehr vorhanden.

7.9 Diagnose

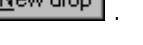
Entlüften testen

1. Schliessen Sie das Inertgas am VA Computrace Stand 757 an (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Stellen Sie sicher, dass der Inertgasdruck 1 ± 0.2 bar beträgt.
3. Geben Sie 20 mL Reinstwasser ins leere Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
4. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
5. Wählen Sie **HMDE** und klicken Sie auf  .
6. Überprüfen Sie, ob Inertgasblasen durch die Lösung perlen.

Rühren testen

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
2. Wählen Sie **HMDE** und klicken Sie auf  .
3. Ändern Sie die Umdrehungsgeschwindigkeit durch Klicken auf die Knöpfe  im Feld **RDE/stirrer speed**.

MME testen

1. Installieren Sie die MME am VA Computrace Stand 757 (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Stellen Sie sicher, dass der Inertgasdruck 1 ± 0.2 bar beträgt.
3. Geben Sie 10 mL Reinstwasser ins leere Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
4. Geben Sie 0.25 mL Kaliumchlorid $c(\text{KCl}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm Nr. 6.2308.020) ins Messgefäß.
5. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Utility / Computrace control** um das Fenster **COMPUTRACE CONTROL** zu öffnen.
6. Wählen Sie **DME** und klicken Sie auf  .
7. Aus der Kapillare fliesst nun Quecksilber aus. Die typische natürliche Tropfzeit liegt im Bereich von 1 - 5 s. Ist die Tropfzeit kleiner als 0.5 s, wechseln Sie die Kapillare und/oder die Dichtungsnadel an der MME aus (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

8. Wählen Sie **SMDE** und klicken Sie auf  .
9. Ein kleiner Tropfen wird gebildet und in regelmässigen Intervallen abgeschlagen. Die Tropfengrösse muss reproduzierbar sein und der Tropfen muss bei jedem Intervall abgeschlagen werden.
10. Falls der Tropfen nicht reproduzierbar abgeschlagen wird, justieren Sie den Klopfmechanismus (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
11. Wählen Sie **HMDE** und klicken Sie auf  .
12. Ein kleiner Tropfen wird gebildet und bleibt am Ende der Kapillare hängen. Der Tropfen sollte mindestens 1 min hängenbleiben, andernfalls müssen Kapillare und/oder Dichtungsnadel an der MME ausgetauscht werden (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Linearitätstest

Um die Linearität der Strommessung zu überprüfen, wird die am VA Computrace Stand 757 eingebaute Dummy Cell zusammen mit der Testmethode **Test757_L.mth** verwendet. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Wählen Sie die Methodendatei **Test757_L.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Schliessen Sie die Dummy Cell am VA Computrace Stand 757 an: Schliessen Sie das Elektrodenkabel AE an der Klemmschraube **AE**, das Elektrodenkabel RE an der Klemmschraube **RE** und das Elektrodenkabel WE an der Klemmschraube **WE-L** an.
6. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
7. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.

8. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf <OK>.
9. Am Ende der Messung wird eine Kurve ausgedruckt. Diese Kurve sollte die folgenden Bedingungen erfüllen:
 - Die aufgezeichnete Diagonale muss gerade sein.
 - Bei -200 mV sollte der Strom -1.6...-2.4 μ A sein.
 - Bei +200 mV sollte der Strom +1.6...+2.4 μ A sein.

Peaktest

Um die Peakmessung zu überprüfen, wird die am VA Computrace Stand 757 eingebaute Dummy Cell zusammen mit der Testmethode **Test757_D.mth** verwendet. Gehen Sie dazu wie folgt vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
4. Wählen Sie die Methodendatei **Test757_D.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf <OK>. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
5. Schliessen Sie die Dummy Cell am VA Computrace Stand 757 an: Schliessen Sie das Elektrodenkabel AE an der Klemmschraube **AE**, das Elektrodenkabel RE an der Klemmschraube **RE** und das Elektrodenkabel WE an der Klemmschraube **WE-D** an.
6. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
7. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**.
8. Geben Sie die Probenidentifikation **Sample ID** (wird als Teil des Namens der Bestimmungsdatei verwendet) im Fenster **PLACE SAMPLE** ein und klicken Sie auf <OK>.
9. Am Ende der Messung wird eine Kurve ausgedruckt. Diese Kurve sollte die folgenden Bedingungen erfüllen:
 - Ein symmetrischer, gaussförmiger Peak sollte aufgezeichnet werden. Die Auswertung muss ein Resul-

tat für die Peakspannung und den Peakstrom liefern, welche im vollständigen Protokoll ausgedruckt werden.

- Die Peakspannung U sollte $-450 \dots -550$ mV sein.

GLP-Test

Die GLP-Richtlinien (Good Laboratory Practice) fordern unter anderem die periodische Prüfung der analytischen Geräte auf ihre Reproduzierbarkeit und Richtigkeit anhand von **Standardarbeitsanweisungen**. Als Standardarbeitsanweisung zur Überprüfung des VA Computrace Standes 757 schlägt Ihnen Metrohm das folgende Verfahren vor:

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Mode / Determination**.
2. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Working method specification** um das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** zu öffnen.
3. Führen Sie den Linearitätstest mit der Dummy Cell durch (siehe *Wie gehe ich vor: Linearitätstest*).
4. Führen Sie den Peaktest mit der Dummy Cell durch (siehe *Wie gehe ich vor: Peaktest*).
5. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / File / Load method**.
6. Wählen Sie die Methodendatei **Test Pb in standard solution.mth** im Fenster **OPEN** aus und klicken Sie auf **<OK>**. Die Methode wird in das Fenster **WORKING METHOD SPECIFICATIONS** geladen.
7. Geben Sie 20 mL Reinstwasser ins leere Messgefäß am VA Computrace Stand 757.
8. Geben Sie 0.5 mL Kaliumchlorid $c(\text{KCl}) = 3$ mol/L (Metrohm Nr. 6.2308.020) ins Messgefäß.
9. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Window / Monitor** um das Fenster **MONITOR** zu öffnen.
10. Starten Sie die Messung durch Klicken auf das Symbol  im Hauptfenster **757 VA COMPUTRACE** oder auf den Knopf  im Fenster **MONITORING**. Das Fenster **PLACE SAMPLE** erscheint.
11. Geben Sie 100 μL Blei-Ionenstandardlösung $\rho(\text{Pb}) = 1$ g/L (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.

12. Die Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **MANUAL ADDITION**.
13. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100 μL Blei-Ionenstandardlösung $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
14. Die aufgestockte Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **MANUAL ADDITION**.
15. Geben Sie mit Hilfe einer Pipette 100 μL Blei-Ionenstandardlösung $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ g/L}$ (Metrohm Nr. 6.2301.100) ins Messgefäß und klicken Sie auf **<OK>**.
16. Die erneut aufgestockte Probelösung wird dreimal gemessen. Danach erscheint das Fenster **END OF DETERMINATION**.
17. Klicken Sie auf **<OK>**. Die Bestimmung wird automatisch gespeichert und der Resultatreport ausgedruckt.
18. Zur Beurteilung der aufgenommenen Blei-Bestimmung dienen die auf dem vollständigen Report ausgedruckten Resultate für die Massenkonzentration von Blei **Mass conc.** und deren Gesamtstreuung **MC.dev.**. Die Grenzwerte, in denen diese beiden Resultate liegen, hängen stark von der Genauigkeit bei der Herstellung der Messlösung und bei der Dosierung der Aufstocklösung ab. Bei richtigem und sorgfältigem Vorgehen dürfen folgende Resultate erwartet werden:
 - **Richtigkeit = 95 ... 105 %**
Final Results: Pb = 0.95 ... 1.05 g/L
 - **Streuung $\leq \pm 3 \%$**
Res. dev. $\leq \pm 0.03 \text{ g/L} (\pm 3 \%)$
19. Falls erwünscht, lässt sich die Reproduzierbarkeit durch mehrmaliges Durchführen der Methode **Testpb** und Vergleich der erzielten Resultate für die Massenkonzentration **Mass conc.** ermitteln.

8 Fehlerbehebung

8.1 Allgemeines Vorgehen bei Fehlermeldungen

Fehlermeldungen und Warnungen werden im Fenster **CT757** angezeigt. Lesen Sie die Informationen zu den möglichen Gründen und der Vorgehensweise zur Fehlerbehebung und klicken Sie auf **<OK>**.

8.2 Verbindungsprobleme

Fehlermeldung "Could not start the embedded system"

Falls diese Fehlermeldung nach dem Start des VA Computrace Programms erscheint, läuft das **VA Computrace Interface** nicht richtig. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Schliessen Sie das VA Computrace Programm.
2. Ziehen Sie das zum Netzgerät führende Kabel aus dem VA Computrace Interface.
3. Schliessen Sie das Netzgerät wieder am VA Computrace Interface an.
4. Starten Sie das VA Computrace Programm erneut.

Fehlermeldung "Cannot reach the hardware"

Falls diese Fehlermeldung beim Aufstarten des VA Computrace Programms erscheint, ist der VA Computrace Stand 757 nicht eingeschaltet oder ist nicht korrekt initialisiert. Gehen Sie wie folgt vor:

1. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 aus.
2. Warten Sie mindestens 2 Sekunden.
3. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 ein.
4. Klicken Sie auf den Knopf **<Retry>** im Fenster **CT757**.

8.3 Softwareprobleme

Fehlermeldung "No access to software"

Falls Sie nicht mehr einloggen können, da sämtliche Passwörter unbekannt sind, gehen Sie wie folgt vor:

1. Deinstallieren Sie die Software (siehe *Deinstallation*, Kap. 1.3).
2. Installieren Sie die Software neu (siehe *Softwarereinstallation*, Kap. 1.3).

Fehlermeldung "Die Datei 'ecousb.sys' wird benötigt"

Diese Meldung erscheint bei Problemen mit dem USB-Anschluss. Gehen Sie dann wie folgt vor:

1. Legen Sie die Installations-CD in das CD-Laufwerk ein.
2. Wählen Sie mit **<Durchsuchen>** das CD-Laufwerk aus und drücken Sie auf **<OK>..**

Falsche Sprache im Help

Falls Sie die Sprache im Help wechseln möchten, installieren Sie die Software neu. Wählen Sie dabei die Option **Programm ändern** und anschliessend die gewünschte Sprache.

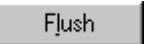
8.4 Dosimatprobleme

Dosimat funktioniert nicht

1. Überprüfen Sie, ob der Dosimat eingeschaltet ist.
2. Überprüfen Sie das Verbindungskabel zwischen Dosimat und VA Computrace Stand 757.
3. Klicken Sie auf **757 VA COMPUTRACE / Settings / General settings** und überprüfen Sie die Einträge auf dem Blatt **Hardware** im Fenster **GENERAL SETTINGS** (siehe *Hardware-Einstellungen für Dosimaten*, Kap. 1.3).
4. Schliessen Sie das VA Computrace Programm und starten Sie es neu.
5. Aktivieren Sie den Dosimaten im Fenster **DOSIMAT** für jede Methode (siehe *Dosimaten*, Kap. 5.2).
6. Überprüfen Sie, ob die Lösungsnummer **No.** auf dem Blatt **Substances** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** definiert ist.

Achtung: Sind Dosimaten am VA Computrace Stand 757 angeschlossen, so müssen die Geräte immer in der Reihenfolge Dosimat → 757 → PC eingeschaltet werden.

Unreproduzierbare Standardadditionen mit dem Dosimaten

1. Klicken Sie auf  oder **757 VA COMPUTRACE / Utility / Dosimat control** um das Fenster **DOSIMAT CONTROL** zu öffnen (siehe Fenster «Dosimat control», Kap. 6.2).
2. Wählen Sie im Feld **Burette** den gewünschten Dosimaten aus.
3. Klicken Sie auf den Knopf  um die auf dem Dosimaten installierte Wechseinheit zu leeren und anschliessend wieder zu füllen.
4. Überprüfen Sie, ob sich noch Luftblasen im Glaszyylinder der Wechseinheit befinden. Ist dies der Fall, wiederholen Sie die Füllprozedur durch Klicken auf den Knopf .
5. Schliessen Sie das Fenster **DOSIMAT CONTROL**.
6. Überprüfen Sie die Einstellungen für die Dosiergeschwindigkeit **Dose rate** auf dem Blatt **Hardware**. Die maximale Dosiergeschwindigkeit bei Verwendung der 4-fach-Mikrospitze 6.1824.000 beträgt 2.5 mL/min.

Falsche Volumenanzeige am Dosimaten

Falls die Wechseinheit am Dosimaten ohne Rücksetzen des Dosimaten gewechselt wurde, kann dies zu einer falschen Volumenanzeige während des Dosievorgangs führen. Gehen Sie in diesem Fall wie folgt vor:

1. Schalten Sie den Dosimaten aus.
2. Schliessen Sie das Programm **757 VA Computrace**.
3. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 aus.
4. Schalten Sie den Dosimaten ein.
5. Schalten Sie den VA Computrace Stand 757 ein.
6. Starten Sie das Programm **757 VA Computrace**.

8.5 Allgemeine Regeln für die VA-Spurenanalytik

Chemikalien und Ausrüstung

1. Die Reinheit der Reagenzien spielt bei der Ermittlung von Resultaten eine wichtige Rolle. Für die Ermittlung tiefer Konzentrationen sollten nur hochreine Chemikalien benutzt werden (siehe VA Application Note V-49).
2. Messgefäß, Elektroden und alle anderen Teile, die in Kontakt mit der Probelösung treten, müssen sauber und frei von störenden Substanzen sein.

Elektrolyten

1. Der pH-Wert bei einer Bestimmung spielt eine wichtige Rolle (z.B. für Zn, Cd, Pb, Cu sollte er ca. 4.5 sein). Oft werden Acetat-, Ammoniumacetat- oder PIPES-Puffer verwendet. Weitere Informationen siehe Application Bulletins.
2. Der Elektrolyt muss ausreichend leitend und konzentriert sein.
3. Die Reinheit des Elektrolyten sowie die Sauberkeit der Reagenzienflaschen spielen eine wichtige Rolle.
4. Die Haltbarkeit des Elektrolyten ist besonders bei organischen Zusätzen (Puffersubstanz, Komplexbildner) begrenzt. Die Lösung muss unter Umständen täglich frisch angesetzt werden.

Standardlösungen

1. Die Standardlösungen sollten angesäuert sein (ca. pH = 1...2) und in Plastikflaschen aufbewahrt werden.
2. Verdünnte Standardlösungen (ppb-Bereich) sind sehr instabil und müssen frisch zubereitet werden. Sie müssen entsprechend angesäuert sein.
3. Die Konzentration der Standardlösungen muss so abgestimmt werden, dass ein Volumen zwischen 20 und 500 µL dosiert wird.
4. Standardadditionen sind empfehlenswert. Die Peakhöhe nach der letzten Aufstockung sollte 2...5 mal so hoch sein wie der Probenpeak.
5. 1000 ppm-Lösungen werden oft als Stammlösungen verwendet. Sie sind über längere Zeiten stabil. Verdünnungen werden in verdünnter Säure angesetzt.

Proben

1. Die Probenmenge ist von der zu bestimmenden Elementkonzentration abhängig.
2. Wenn man die Matrix der Probe kennt, kann man die Analyse besser beurteilen (organische Bestandteile?).
3. Bei verunreinigter Probe oder Verdacht darauf muss ein Aufschluss durchgeführt werden (siehe Metrohm Monographie «Probenvorbereitungstechniken in der voltammetrischen Spurenanalyse»).
4. Es werden sehr viele Fehler bei der Probenahme und bei der Lagerung der Probe gemacht. Man sollte sehr vorsichtig und kritisch bleiben.
5. Die Probe soll mit dem Elektrolyten gut lösbar und mischbar sein.

Blindwerte, Kontamination

Falls die **Ergebnisse zu hoch sind**, sollten folgende Punkte überprüft werden:

1. Sind die Verdünnungen richtig gemacht worden?
2. Sind Kontaminationsrisiken ausgeschlossen?
3. Kontaminationsrisiken sind bei tiefen Konzentrationen sehr hoch: Messgefässe sollten mit verdünnter HNO_3 -Lösung konditioniert werden.
4. Sind die Chemikalien rein genug? In tiefen Konzentrationen sollten "Suprapur"-Reagenzien benutzt werden.
5. Es wurden in der vorherigen Analyse sehr hohe Konzentrationen gemessen: Elektroden und Messgefäß sorgfältig reinigen und konditionieren (Memory-Effekte).
6. Wurde die Standardaddition richtig durchgeführt? Ist das Volumen an der Pipettiereinheit richtig eingestellt worden?

Falls die **Ergebnisse zu niedrig sind**, sollten folgende Punkte überprüft werden:

1. Konzentration zu hoch?
HMDE überladen, DME/SMDE einschalten?
2. Puffer nicht in Ordnung?
Wenn nötig, neu herstellen.
3. Aufstockverhältnis zu klein?
4. Aufstockverhältnis zu hoch?

Wahl des VA-Messmodus

Folgende Punkte sollten bei der Auswahl des VA-Messmodus beachtet werden:

1. **DP** (Differential-Puls) sollte immer zuerst gewählt werden. Es ist die umfassendste und am häufigsten angewendete voltammetrische Bestimmungsmethode und für reversible wie irreversible Systeme gleich gut geeignet. Sie bietet eine hohe Empfindlichkeit bis hinab zu 10^{-8} mol/L und ein Trennungsvermögen von 1:50'000.
2. **DC** (Direct Current = Gleichstromvoltammetrie) ist die klassische, einfachste VA-Methode mit begrenzter Empfindlichkeit (bis zu 10^{-5} mol/L) und einem Trennungsvermögen von nur 1:10. Sie dient hauptsächlich zur Untersuchung von reversiblen Redox-Systemen.
3. **NP** (Normal Pulse) ist die klassische pulsvoltammetrische VA-Methode mit direkter Strommessung. Sie eignet sich ebenso gut für irreversible wie für reversible Systeme und bietet eine höhere Empfindlichkeit als die DC-Voltammetrie. Der Messmodus NP kann nur in der Betriebsart «Exploratory» verwendet werden.
4. **AC1** (Wechselstromvoltammetrie der 1. Harmonischen) eignet sich vor allem für Bestimmungen, die auf reversiblen Redoxreaktionen beruhen und ist weitgehend unempfindlich gegenüber irreversiblen Reaktionen.
5. **AC2** (Wechselstromvoltammetrie der 2. Harmonischen) eignet sich ebenfalls für Bestimmungen, die auf reversiblen Redoxreaktionen beruhen. Gegenüber dem Modus AC1MODE erreicht man oft eine Steigerung an Empfindlichkeit, Auflösung und Trennfähigkeit.
6. **SqW** (Square Wave Voltammetrie) eignet sich vor allem für reversible Elektrodenprozesse und kinetische Untersuchungen. Verwendet wird sie insbesondere für empfindliche, inversvoltammetrische Bestimmungen an der HMDE oder RDE.
7. **PSA** (Potentiometric Stripping Voltammetry = Chronopotentiometrie) dient hauptsächlich dazu, Amalgam-bildende Substanzen in organischer Matrix mit Hilfe von Quecksilberfilm-elektroden ohne vorherigen Aufschluss zu bestimmen. Es können nur Substanzen bestimmt werden, die ein Amalgam bilden.
8. **CV** (Cyclic Voltammetry = Zyklische Voltammetrie) dient hauptsächlich zur Untersuchung von reversiblen Elektrodenprozessen und kinetischen Studien.

8.6 Voltammetrische Probleme

Niedriger Grundstrom oder instabile Grundlinie

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Konzentration des Elektrolyten und pH der Lösung überprüfen.
2. Startspannung **Start potential** und Endspannung **End potential** des Sweeps überprüfen.
3. Ist die Ionenkonzentration in der Lösung zu hoch: Elektrolyt verdünnen.
4. Ist die Probe entgast worden? Empfehlenswert ist eine Entgasung mit Stickstoff während mindestens 5 min, bei alkalischen Lösungen sind ca. 10 min empfehlenswert.
5. Ist die Bezugselektrode genügend aufgefüllt (innen und aussen, siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*)?
6. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **DME/SMDE**:

1. Die Elektrode tropft unregelmässig: MME überprüfen. Nadel und Kapillare justieren. Falls nötig, Kapillare auswechseln oder Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Abschlagmechanismus am VA Stand überprüfen. Ist die Klopftstärke zu schwach, die entsprechende Schlitzschraube am Ventilblock während des Betriebes in Gegenuhrzeigerrichtung drehen, bis bei jeder Klopfauslösung ein Tropfen abfällt (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
3. Ist der Gasdruck richtig eingestellt (1 bar)?
4. Ist die zu bestimmende Konzentration wesentlich tiefer als angenommen: Probenvolumen erhöhen oder Elektrodenart wechseln (z.B. HMDE).

Mit **HMDE**:

1. Die Elektrode tropft oder der Tropfen bleibt nicht hängen: MME überprüfen. Falls nötig, Kapillare auswechseln oder Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Ist die zu bestimmende Konzentration wesentlich höher als angenommen: Probenvolumen reduzieren oder Elektrodenart wechseln (z.B. HMDE zu SMDE oder DME).

Mit **RDE/SSE**:

1. Die Elektrodenoberfläche muss neu poliert werden.
2. Ist die richtige RDE eingesetzt worden?
3. RDE austauschen.
4. Ist die Elektrode konditioniert worden (z.B. unter Verwendung von **Conditioning cycles** und **Cleaning potential**) ?
5. Ist die zu bestimmende Konzentration wesentlich höher als angenommen: Probevolumen reduzieren.
6. Normalerweise ist der Grundstrom höher, wenn man die RDE anstelle der MME verwendet. Ein Grundstrom von mehreren 100 nA ist durchaus möglich.

Kurven mit hohem Rauschen

Mit **allen MME-Elektrodenarten**:

1. Ist das Rühren bzw. Entgasen während der Messung ausgeschaltet worden?
2. Kontakt zwischen Nadel und Kapillare überprüfen. Falls notwendig MME reinigen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
3. Abschlagmechanismus am VA Stand überprüfen. Ist die Klopfstärke zu schwach, die entsprechende Schlitzschraube am Ventilblock während des Betriebes in Gegenuhrzeigerrichtung drehen, bis bei jeder Klopfauslösung ein Tropfen abfällt (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
4. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **DME/SMDE**:

1. Die Elektrode tropft unregelmässig: MME überprüfen. Nadel und Kapillare justieren. Falls nötig, Kapillare auswechseln oder Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Tropft die Elektrode zu schnell: **Voltage step time** auf dem Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** reduzieren.

Mit **HMDE**:

1. Ist die Elektrodenoberfläche überladen: Abscheidungsspannung und -Zeit kontrollieren.
2. Kein Tropfen an der Kapillare, Kapillare auswechseln oder Dichtungsnadel auswechseln (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Standardadditionskurven sind nicht reproduzierbar

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Methodenparameter überprüfen (Rührzeit, etc.).
2. Pipettieren überprüfen: Das Pipettieren der Standardlösungen muss durch ein und dieselbe Person oder mit demselben Gerät bzw. derselben Pipette durchgeführt werden. Ist die Pipettiereinheit korrekt benutzt worden? Wann sind die Pipetten zuletzt kalibriert worden (GLP)?
3. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder gleichwertige Probenvorbereitung durchführen.
4. Sind die Kalibrierlösungen zu alt?
5. Wäre eine Kalibrierkurve besser geeignet?

Mit **MME**:

1. MME überprüfen, wenn nötig Kapillare und Dichtungsnadel auswechseln (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
2. Die Linearität an der HMDE ist naturgemäß nicht so gut wie an der DME. Der lineare Bereich ist im allgemeinen nicht grösser als 1 - 2 Zehnerpotenzen.

Mit **RDE/SSE**:

1. RDE überprüfen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Peak verschoben

1. pH der Lösung überprüfen und einstellen.
2. Elektrolytzusammensetzung überprüfen und wenn nötig korrigieren. Benutzen Sie anstelle einer Säure eine Pufferlösung.
3. Aufstockung mit Standard durchführen, um zu kontrollieren, ob der richtige Peak ausgewertet wurde.
4. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder gleichwertige Probenvorbereitung durchführen.
5. Halbstufenpotential im Gerät neu eingeben und die Ergebnisse neu berechnen.
6. Bezugselektrode überprüfen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).
7. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Kein Peak gefunden

Mit allen Elektrodenarten:

1. Der Peak ist nur verschoben: Halbstufenpotential einstellen und die Resultate neu berechnen lassen.
2. Die Probenkonzentration ist zu klein: Probevolumen oder Probenmenge erhöhen.
3. Startspannung **Start potential** und Endspannung **End potential** des Sweeps überprüfen.
4. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.
5. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder gleichwertige Probenvorbereitung durchführen.

Mit DME/SMDE:

1. Die Konzentration des zu bestimmenden Ions ist zu klein, statt DME oder SMDE die HMDE (Inversvoltammetrie) verwenden.

Mit HMDE:

1. Ist der Komplexbildner vergessen worden? (Adsorptive Voltammetrie).
2. Die Abscheidungszeit **Deposition time** für die Inversvoltammetrie ist zu kurz: Abscheidungszeit auf dem Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** erhöhen.
3. Kein Hg-Tropfen an der Kapillare: MME überprüfen. Dichtungsnadel und Kapillare justieren. Falls nötig, Kapillare auswechseln oder Dichtungsnadel austauschen (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Mit RDE/SSE:

1. Der Grundstrom ist zu hoch, Elektrode neu polieren.
2. Die Abscheidungszeit **Deposition time** für die Inversvoltammetrie ist zu kurz: Abscheidungszeit auf dem Blatt **Voltammetric** im Fenster **EDIT WORKING METHOD PARAMETERS** erhöhen.

Der Peak ist im obersten μ A-Bereich

Mit allen Elektrodenarten:

1. Die Konzentration des zu bestimmenden Ions ist zu hoch: Probevolumen reduzieren, Analyse nochmals durchführen.

Mit HMDE:

1. Die Abscheidungszeit **Deposition time** ist zu hoch: Abscheidungszeit reduzieren.
2. Falls nötig, anstelle der HMDE die SMDE- oder DME-Elektrode benützen.

Mit RDE/SSE:

1. Der Grundstrom ist zu hoch, Elektrode neu polieren.
2. Die Abscheidungszeit **Deposition time** ist zu hoch: Abscheidungszeit reduzieren.
3. Abscheidungsspannung **Deposition potential** überprüfen.

Doppelpeak**Mit allen Elektrodenarten:**

1. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder geeignete Probenvorbereitung durchführen.
2. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.
3. Ist ein zweites Element beim selben Potential vorhanden: Probe mit diesem Element aufzustocken und Analyse nochmals durchführen. Wenn der zweite Peak höher geworden ist, ist das zweite Element anwesend. Wäre es möglich, dieses zweite Element selektiv mit einem Komplexbildner zu maskieren?
4. Bei Cu: ohne Chlorid im Elektrolyten arbeiten oder Chloridkonzentration massiv erhöhen.
5. Fällt eine Substanz im Messgefäß aus (z.B. Bleiperchloratstandard mit KCl als Elektrolyt)?
6. Andere zusammengesetzte Eluenten ausprobieren (Komplexbildner-Substanz).
7. Methodenparameter überprüfen.
8. Anderen Messmodus wie AC1 ausprobieren. Ist eine Substanz reversibel und die zweite irreversibel, so wird mit AC1 nur die reversible Substanz detektiert.

Mit MME:

1. MME überprüfen, wenn nötig Kapillare und Dichtungsnadel auswechseln (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Mit RDE/SSE:

1. RDE überprüfen und falls nötig neu polieren (siehe *Hardware-Gebrauchsanweisung*).

Peaks der Standardaddition verschoben

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Standardlösungen zu stark angesäuert.
2. Pufferkapazität des Elektrolyten nicht ausreichend: Elektrolytvolumen erhöhen.
3. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **HMDE**:

1. Bei Verwendung der HMDE sind Potentialverschiebungen über 20...30 mV oft normal und damit zu akzeptieren; besonders bei der Adsorptionsvoltammetrie.

Mit **RDE/SSE**:

1. Elektrodenoberfläche überladen: Probevolumen reduzieren.

Keine Aufstockung

Mit **allen Elektrodenarten**:

1. Ist die richtige Standardlösung benutzt worden oder ist die Konzentration zu klein: Volumen der Standardaddition erhöhen oder höhere Konzentration anwenden oder Probenmenge entsprechend reduzieren.
2. Organische Bestandteile stören die Analyse: UV-Aufschluss oder geeignete Probenvorbereitung durchführen.
3. Konzentration des Analyten zu gross: Verdünnen.
4. Elektrolytlösung zu alt: neu herstellen. Haltbarkeit bei organischen Zusätzen unter Umständen nur 1 Tag oder weniger.

Mit **HMDE**:

1. Aufstocklösung mit Metallkomplexlösung (Zeitreaktion).

Ausreisser / Signalsprünge im Voltammogramm

1. Für MME: Elektrode überprüfen.
2. Dynamischen Bereich des Potentiostaten reduzieren (siehe *Potentiostat, Kap. 3.3*).

Sauerstoff in der Messlösung

Sauerstoff kann elektrochemisch reduziert werden und gibt im Voltammogramm zwei Stufen, wovon eine durch das Auftreten eines ausgeprägten Maximums gekennzeichnet ist. Die Sauerstoffreduktion kann aus zwei Gründen stören:

- Die Signale der zu bestimmenden Substanzen werden durch die Sauerstoffstufen überdeckt. Dies macht sich vor allem in der Spurenanalyse bemerkbar, weil der Sauerstoff in luftgesättigten Lösungen in relativ hoher Konzentration vorliegt (ca. 8 mg/L bei Raumtemperatur).
- Das beim 1. Schritt der Sauerstoffreduktion gebildete Wasserstoffperoxid kann mit bestimmten Substanzen weiter reagieren.

Aus diesen Gründen muss der Sauerstoff vor der polarographischen Analyse durch Sättigen mit einem Inertgas (meist Stickstoff) aus der Messlösung entfernt werden. Bei dem am VA Computrace Stand 757 ab Werk eingestellten Inertgasdurchsatz von ca. 20 L/h genügt dazu im allgemeinen eine Entlüftungszeit von 3...5 Minuten.

Ungeeignete Zwischenelektrolytlösung in der Bezugselektrode

Bei der Wahl der Zwischenelektrolytlösung in der Bezugselektrode müssen mögliche Komplikationen mit den in der Messlösung vorhandenen Substanzen in Betracht gezogen werden.

Bei der häufig verwendeten Zwischenelektrolytlösung **KCl 3 mol/L** können z.B. folgende Störungen auftreten:

- **Ausfällung von KClO_4 im Keramikdiaphragma bei Grundelektrolyten, welche HClO_4 enthalten**
Bei teilweiser Verstopfung können unerklärliche Nebenpeaks auftreten. Zur Vermeidung von solchen Ausfällungen muss bei HClO_4 -haltigen Messlösungen eine Alkali- oder Erdalkalifreie Zwischenelektrolytlösung (z.B. Acetatpuffer) eingesetzt werden.
- **Einschleppen von Chlorid durch KCl-Ausfluss aus der Bezugselektrode**
Der Ausfluss von Zwischenelektrolyt aus dem Keramikdiaphragma des Elektrolytgefäßes 6.1245.010 (Bestandteil der Bezugselektrode) beträgt 2...5 $\mu\text{L}/\text{h}$. Das so in die Messlösung ausfliessende Chlorid kann bei der Vitamin C-Bestimmung oder bei der Cu-Störungen hervorrufen (siehe auch *Komplexbildung*). Als Gegenmassnahme empfiehlt sich die Verwendung von Chlorid-freien Zwischenelektrolytlösungen (z.B. KNO_3 ges.).

Überladen der Arbeitselektrode

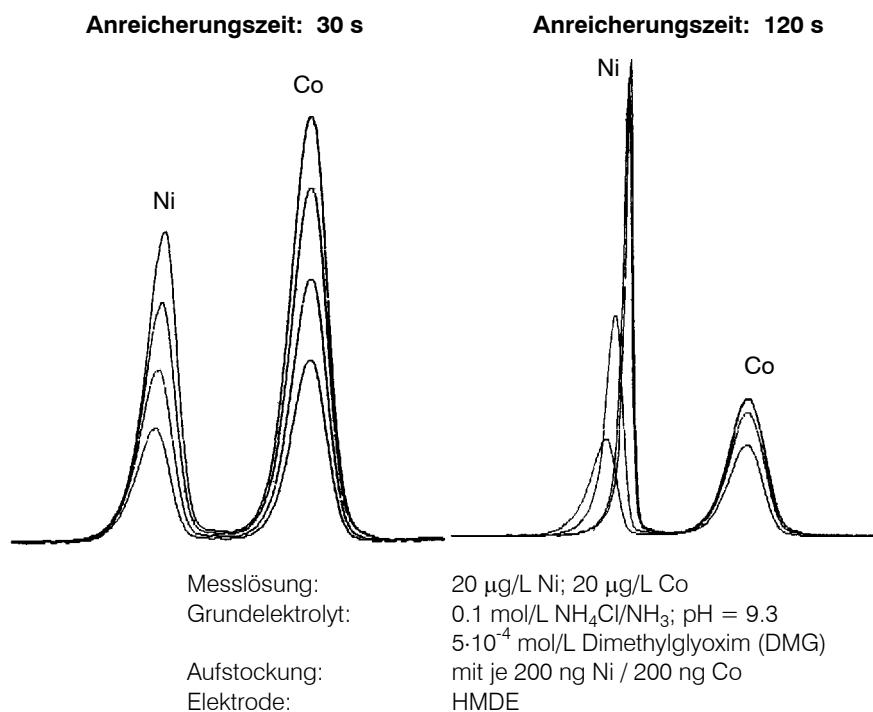
Die Anreicherung von Spezies an polarisierten Elektroden führt bei ungünstigen Verhältnissen (große Konzentrationen und/oder lange Anreicherungszeiten) zu Überladungerscheinungen wie nichtlineare Aufstockungen oder Aufsplitzung in Mehrfach-Peaks, die durch Sättigung und unterschiedliche Abscheidungsformen verursacht werden.

Eine **kürzere Anreicherungszeit** führt meistens zur Lösung des Problems. Als Faustregel gilt, dass im allgemeinen nur in Lösungen mit einer Massenkonzentration $\rho < 0.5 \text{ mg/L}$ ($= 0.5 \text{ ppm}$) überhaupt angereichert werden soll. In verschiedenen Fällen kann auch bereits ab Konzentrationen $\rho > 100 \text{ } \mu\text{g/L}$ ohne Anreicherung gearbeitet werden (z.B. DP-Voltammetrie an der HMDE oder auch an der DME).

Die Auswirkungen einer zu langen Anreicherungszeit zeigen die beiden folgenden Beispiele:

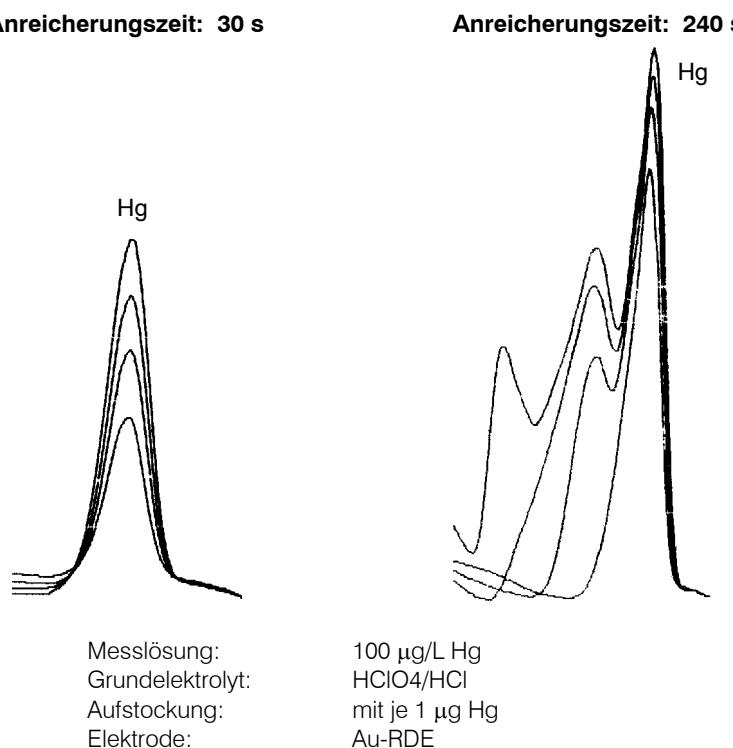
- **Nickel- und Kobalt-Bestimmung im Spurenbereich durch kathodische Adsorptionsinversvoltammetrie (mit Dimethylglyoxim-Komplexen)**

Die Verlängerung der Anreicherungszeit von 30 s auf 120 s (bei sonst identischen Messparametern) führt zu nichtlinearen Aufstockungen und im Falle des Nickels zusätzlich zu Verschiebungen des Peakmaximums:



- Quecksilber-Bestimmung an der Goldelektrode

Beim Verlängern der Anreicherungszeit von 30 s auf 240 s treten beim Aufstocken Nebenpeaks auf:

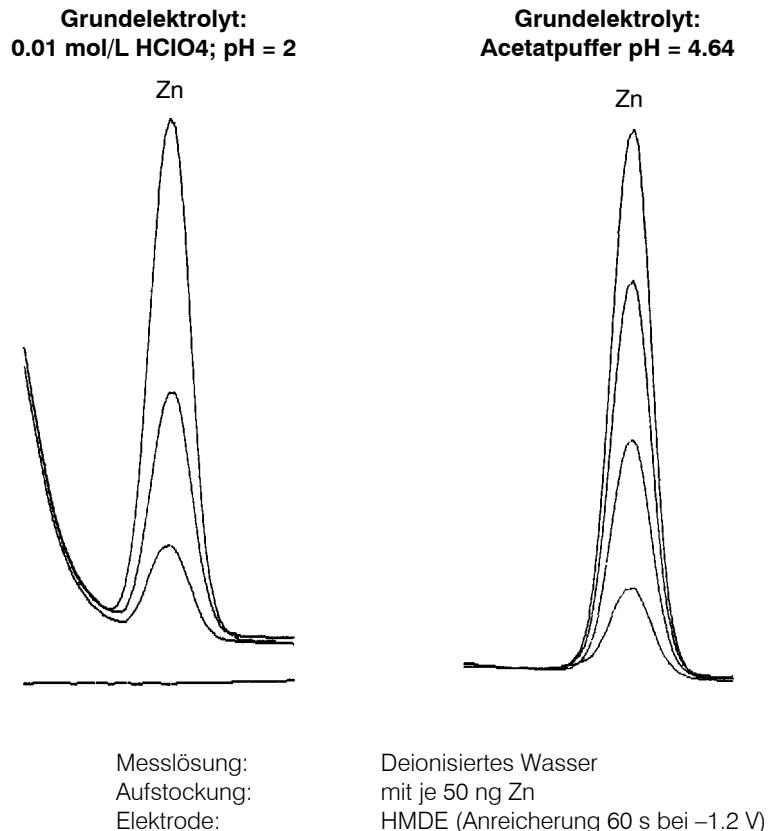


Störungen an der HMDE durch Gas-Bildung

Bilden sich bei der HMDE während der Abscheidungsphase Gase, kann es zum Tropfenabfall oder zu einem Kontaktunterbruch in der Hg-Kapillare kommen. Das folgende Beispiel zeigt einen solchen Fall:

- Bestimmung von Zink in deionisiertem Wasser

Bestimmung von Zink in derreicherterem Wasser:
Wird die Zink-Probe mit HClO_4 auf $\text{pH} = 2$ angesäuert, so bildet sich bei der zur Anreicherung gewählten Spannung auch Wasserstoff. Dies führt im vorliegenden Beispiel bei der 2. Aufstockung dazu, dass ein Hg-Tropfen vorzeitig abfällt und somit keine Auswertung vorgenommen werden kann. Wird Acetatpuffer ($\text{pH} = 4.64$) eingesetzt, treten keine derartigen Schwierigkeiten auf. Voraussetzung dafür ist allerdings, dass Chemikalien höchster Reinheit verwendet werden, um den Zink-Blindwert möglichst niedrig zu halten (empfehlenswert ist die Herstellung des Acetatpuffers aus reinstem Ammoniak und reinster Essigsäure).



Komplexbildung

Polarographisch bestimmbare Substanzen können je nach Zusammensetzung der Messlösung in verschiedenen komplexierten Formen vorliegen. Da mit der Komplexierung immer auch eine Verschiebung des Halbstufenpotentials und des Grenzstromes verbunden ist, können Schwierigkeiten bei der Peak-Auswertung entstehen. Solche Schwierigkeiten müssen durch entsprechende Veränderungen in der Zusammensetzung des Grundelektrolyten behoben werden.

Ist es nicht möglich, die störenden Komplexbildner aus der Messlösung zu entfernen oder sie durch geeignete Substanzen zu maskieren, hilft oft eine pH-Änderung des Grundelektrolyten. Eine weitere viel benutzte Massnahme ist die Zugabe eines stark komplexierenden Liganden (z.B. EDTA), um die zu bestimmende Substanz vollständig in eine definierte Form zu bringen. Die letztere Möglichkeit wird auch im folgenden Beispiel benutzt:

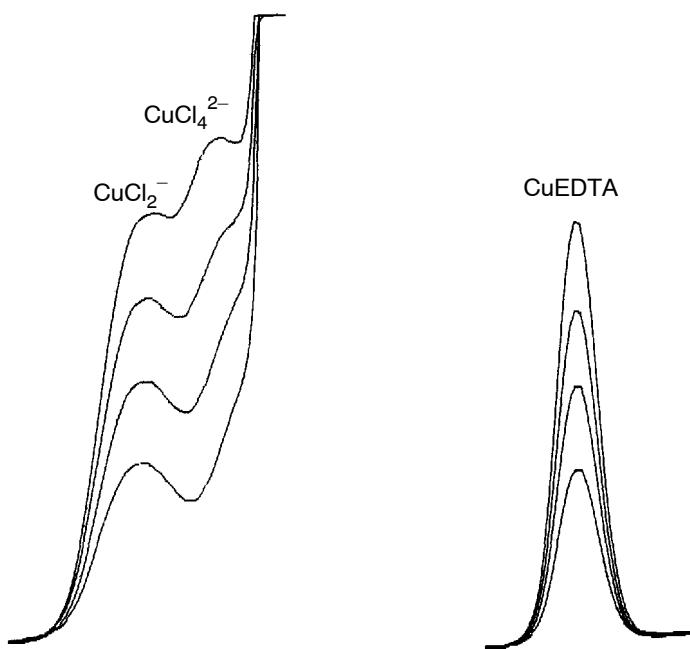
• **Kupfer-Bestimmung in chloridhaltigen Lösungen**

Kupfer kann in chloridhaltigen Lösungen sowohl als CuCl_4^{2-} -Komplex wie auch als CuCl_2^- -Komplex vorliegen. Die beiden zugehörigen Strompeaks liegen nahe beieinander. In ungünstigen Fällen ist die Bestimmung des Kupfers nicht möglich. Die Schwierigkeiten verschwinden nach der Zugabe des Komplexbildners EDTA, weil nun alles Kupfer vollständig als Cu-EDTA-Komplex vorliegt. (Auch die Erhöhung der Chloridkonzentration [z.B. durch Zusatz von 1 mL einer 1.5 mol/L

KCl-Lösung höchster Reinheit pro 10 mL Messlösung] ergäbe einen eindeutig definierten Strompeak für CuCl_2^- .)

Grundelektrolyt:
ohne EDTA

Grundelektrolyt:
mit EDTA (0.001 mol/L)



Messlösung:
Aufstockung:
Elektrode:

25 µg/L Cu; 10 µL HCl 30%
mit je 250 ng Cu
HMDE (Anreicherung 90 s bei -600 mV)

Peak auf stark gekrümmter Basislinie

Liegen Peaks auf stark gekrümmter Basislinie vor, so sollte in erster Linie durch chemische oder messtechnische Gegenmassnahmen versucht werden, die Beeinträchtigung der Peakauswertung durch die stark gekrümmte Basislinie zu beseitigen. Solche Massnahmen sind u.a. längere Entlüftungszeiten (siehe *Sauerstoff in der Messlösung*), Änderung des pH-Wertes, Änderung der Grundelektrolytkonzentration, Änderung oder Wechsel des Grundelektrolyten, Einsatz von Komplexbildnern (siehe *Komplexbildung*), längere Anreicherungszeiten und Wechsel der Messtechnik.

Falls die Krümmung der Basislinie durch die oben genannten Massnahmen nicht oder nur teilweise beseitigt werden kann, besteht beim VA Computrace 757 die Möglichkeit, gekrümmte Basislinien durch die Wahl von **Polynomial** oder **Exponential** für den Basislinientyp **Type** (siehe *Basislinie*, Kap. 5.2) zu approximieren.

Eine weitere Möglichkeit zur Auswertung von Peaks auf gekrümmten Basislinien bietet die Hintergrundkompensation (Background subtraction), dies vor allem dann, wenn die gekrümmte Basislinie eindeutig auf den Grundelektrolyten zurückzuführen ist (siehe *Blatt «Determination»*, Kap. 5.2).

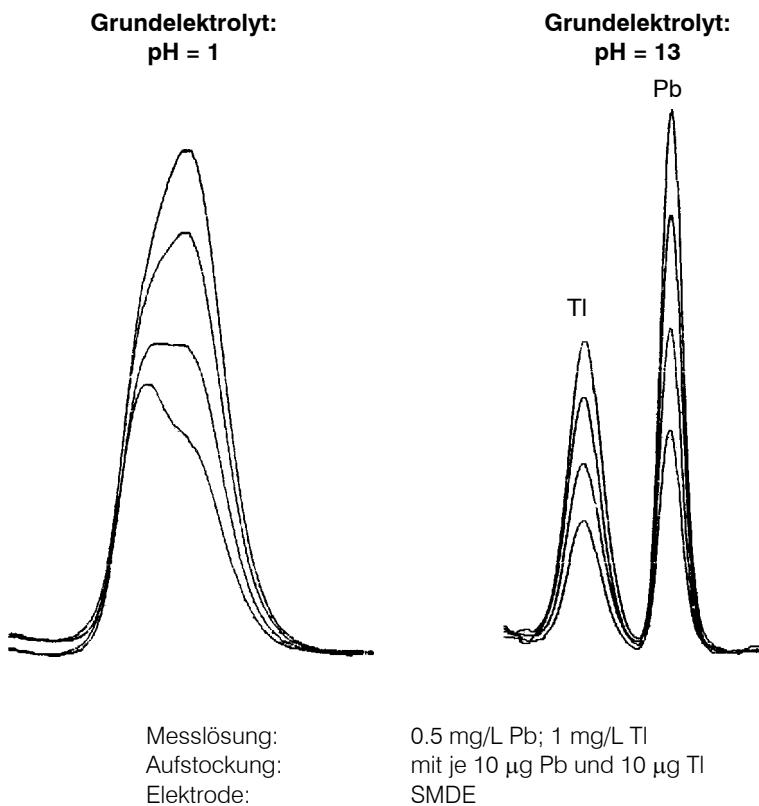
Peak-Überlappung

Falls die Peaküberlappung einen kritischen Grad erreicht hat, bei dem die berechnete Peakhöhe bzw. Peakfläche durch den Nachbarpeak verfälscht wird, wird empfohlen, die Überlappung durch einen Wechsel bei der Berechnung der Basislinie zu berücksichtigen. Wählen Sie dazu die Optionen **Front end** oder **Rear end** für den Basislinienbereich **Scope** (siehe *Basislinie*, Kap. 5.2).

Falls die Überlappung zu gross ist, kann der Peak nicht mehr ausgewertet werden. In diesem Fall muss durch chemische oder messtechnische Gegenmassnahmen versucht werden, solche Peaks besser zu trennen. Mögliche Massnahmen sind u.a. Änderung des pH-Wertes (siehe Beispiel unten), Änderung der Grundelektrodenkonzentration, Wechsel des Grundelektrolyten, Einsatz von Komplexbildnern (siehe *Komplexbildung*), längere Anreicherungszeiten und Änderung oder Wechsel der Messtechnik.

- **Bestimmung von Blei und Thallium**

Bei einem Grundelektrolyt mit pH = 1 überlappen Pb und Tl-Peak sehr stark. Durch pH-Änderung auf pH = 13 werden die beiden Peaks getrennt. (Die Trennung von Blei und Thallium kann auch durch Nachelektrolyse oder in Acetatpuffer mit EDTA vorgenommen werden.)



Kalibrierung mit chemisch nicht isoformen Standards

Bei allen drei möglichen Kalibriertechniken muss sichergestellt werden, dass die zur Kalibrierung verwendeten Standards chemisch isoform sind mit den zu bestimmenden Substanzen. Die Standardsubstanzen müssen also die gleiche Wertigkeit (z.B. bei Fe, Al) oder Komplexbildungsform (z.B. bei As, Cr, Se) aufweisen, wie die in der Messlösung bereits vorhandenen Substanzen. Ist dies nicht der Fall, kann die Kalibrierung wegen der unterschiedlichen Peakspannungen und Empfindlichkeiten vollständig falsche Resultate liefern.

Softwarelizenzvereinbarung

Die Nutzung dieser Software unterliegt der nachfolgend aufgeführten Lizenzvereinbarung zwischen Ihnen und Metrohm AG. Diese Lizenzvereinbarung haben Sie bereits mit der Offerte erhalten und zur Kenntnis genommen und mit Erteilung Ihres Auftrags an die Metrohm AG oder an eine ihrer Vertriebsgesellschaften bzw. mit der Auftragsbestätigung durch Metrohm oder eine ihrer Vertriebsgesellschaften akzeptiert. Spätestens mit der Benutzung der Software zeigen Sie an, dass Sie die Lizenzvereinbarung kennen und mit deren Bestimmungen einverstanden sind.

1. Metrohm gewährt Ihnen das nicht übertragbare und nicht ausschliessliche Recht, die Software in Verbindung mit Metrohm-Analysengeräten einzusetzen.
2. Die Urheberrechte an der Software verbleiben bei Metrohm oder einem Lizenzgeber von Metrohm. Hinweise auf vertrauliche Behandlung, Eigentumsvermerke oder Urheberrechtsvermerke dürfen von Ihnen weder verändert noch entfernt werden. Sie dürfen die Software weder verkaufen, noch vermieten oder an Dritte sonst wie weitergeben, es sei denn für den Gebrauch mit Analysengeräten der Metrohm-Gruppe und falls der Dritte die Bestimmungen dieser Lizenzvereinbarung ausdrücklich akzeptiert. Nicht gestattet ist sodann das Verändern und das Kopieren der Software als Ganzes und in Teilen. Zulässig ist nur die Erstellung einer Kopie zu Back-up-Zwecken.
3. Die Lizenzgebühr für die beschriebene Nutzung ist im Kaufpreis des Analysengeräts inbegriffen oder wird bei separater Abgabe der Software mit dieser in Rechnung gestellt. Sollten Sie den Kaufpreis oder die Lizenzgebühr aus irgendeinem Grunde bei Fälligkeit nicht vollumfänglich bezahlen, erlischt das Nutzungsrecht an der Software und Metrohm kann deren Rückgabe oder deren Löschung in Ihrem System verlangen.
4. Metrohm bietet Ihnen Gewähr dafür, dass sich die Software beim ordnungsgemäßen Betrieb zum angebotenen Einsatz mit Analysengeräten der Metrohm-Gruppe eignet und dass die Software ordnungsgemäss auf dem Datenträger gespeichert ist. Trifft dies nicht zu, können Sie von Metrohm und/oder ihrer Vertriebsgesellschaft verlangen, dass Ihnen gegen Rückgabe der beanstandeten eine neue einwandfreie Software zur Verfügung gestellt wird. Diese Gewährleistung richtet sich ausschliesslich an den Erstbetreiber der Software.
5. Jede weitergehende Gewährleistung und Haftung wird von Metrohm und ihrer Vertriebsgesellschaft ausgeschlossen.

Metrohm und ihre Vertriebsgesellschaft haften insbesondere weder für Drittschäden oder Folgeschäden, Datenverluste, entgangenen Gewinn, Betriebsunterbruch etc.

6. Diese Vereinbarung gilt bis sie beendet wird. Sie können diese Vereinbarung beenden, indem Sie die Software sowie jede Kopie davon vernichten. Die Vereinbarung wird ausserdem beendet, wenn Sie gegen eine ihrer Bestimmungen verstossen. Auch in diesem Fall müssen Sie die Software sowie jede Kopie vernichten, wobei Metrohm zudem das Recht hat, dies von Ihnen ausdrücklich zu verlangen.
7. Änderungen und Ergänzungen dieser Vereinbarung bedürfen der Schriftform. Das Schrifterfordernis gilt auch für eine Änderung dieser Bestimmung. Sollten Teile dieser Vereinbarung nichtig oder rechtsunwirksam sein oder werden, gilt der Rest der Vereinbarung weiter. Die Vereinbarung ist dann so auszulegen und anzuwenden, dass der mit dem unwirksamen Teil angestrebte Zweck dennoch so weit als möglich erreicht wird.
8. Gerichtsstand: Für die Beurteilung allfälliger Streitigkeiten aus dieser Vereinbarung sind die Gerichte am Sitz der Metrohm AG zuständig. Metrohm kann auch den Gerichtsstand am Sitz des Beklagten beanspruchen.

Index

A

- Ableitung 66, 114
Abscheidung
 Abscheidungsspannung 46, 47, 129
 Abscheidungszeit 48, 129
 Quecksilberfilm abscheiden 155
Absolute Substanzmasse 105
AC 43, 166
Achsen invertieren 61, 100
Achsenabschnitt 106
Achseneigenschaften 51
Achsentitel 51
Administrator 18
Allgemeine Einstellungen 21, 22
Allgemeine Informationen 2
Allgemeine Regeln für die VA-Spurenanalytik 164
Allgemeiner Programmablauf 45
Anordnung von Fenstern 25
Anreicherung 29, 47
Anwender
 Anwendername 19, 104
 Definition eines neuen Anwenders 134
 Menü 17
 Übersicht über die Zugriffsrechte 20
 Zugriffsrechte 18, 134
Anzahl Zugaben 76
Arbeitsmethode
 Basislinie 81
 Berechnung 83
 Blatt 75, 77, 78, 82
 Definition 71, 72
 Dokumentation 85
 Konzentrationen von Lösungen 84
 Spezifikationen 73
 Variable Zugabe 83
Aufstockmasse 105
Ausreisser 172
Ausrüstung 164
Auswertegrösse 106
Automation 23
Automatische Peakauswertung 81, 99
Automatische Reportausgabe 85
Automatische Zugabe von Lösungen 87, 133
Autosampler
 Automations-Einstellungen 23
 Installation 6
 Probenposition 108
Autoskalierung 61, 100

B

- Basislinie
 Basislinien anzeigen 100
 Basislinienberechnung 67, 116
 Basislinienbereich 65, 67, 81, 99, 116
 Basislinieneigenschaften 101
 Basislinienparameter 64, 81, 99
 Basislinientyp 65, 67, 81, 99
 Editieren 67
 Basisspannung 38
 Bemerkungen 74, 97, 105
 Berechnung 83
 Berechnung der Auswertegrösse 117
 Bereich 51
 Beschriftung ändern 62
 Bestimmung
 Automatische Speicherung 141
 Bestimmungsdateien 14
 Bestimmungsdaten 104
 Bestimmungsmethode editieren 96
 Blatt 96, 97, 98
 Dateiname 90, 91
 Drucken 145
 Drucken der Methodenparameter 112
 Durchführen 141
 Fortsetzen 89
 Laden 14, 94, 141
 Meldungsfenster 90
 Messpunkte exportieren 15, 94
 mit Autosampler 143
 Name der Bestimmungsdatei 104
 Neuberechnung 144
 Resultate exportieren 15
 Speichern 14, 94, 141
 Speichern als 15, 94, 141
 Start 88
 Stopp 89
 Überwachen 89
 Unterbruch 89
 Zugabeparameter editieren 98
 Bestimmungskurven
 Achsen invertieren 100
 Achseneigenschaften 51
 Autoskalierung 100
 Bildeigenschaften 50
 Drucken 111
 Exportieren 102
 Fenster 95
 Grafische Eigenschaften 100
 Kopieren 102
 Kurveneigenschaften 53
 Laden und speichern 94
 Linieneigenschaften 54

Unterfenster für Bestimmungskurven	95
Unterfenster für Kalibrierkurven.....	95
Zoomen	99
Bestimmungsmethode	
Definition.....	71
Parameter editieren	96
Betriebsart.....	16,27,55,56,59,71
Bildeigenschaften	50
Blatt	75,77,78,82,97,98
Blindkurve	101
Blindlösung	90
Blindwert	139,165
Blindwertbestimmung.....	76

C

Cannot reach the hardware.....	161
Chemikalien	164
Compact Autosampler 813	
Bestimmung durchführen	143
Installation	6
Computrace-Steuerung	17,125
Could not start the embedded system.....	161
CV.....	39,166

D

Dateien	
Dateitypen	9
DTH-Datei.....	3,4,5,9
Menü.....	14
MTH-Datei	9
SIG-Datei	3,4,5,10,57,60
SPT-Datei.....	10
TXT-Datei.....	10
Datenerfassung	113
Datentransfer	113
Datenverarbeitung und Auswertung.....	113
DC	35,166
Definition eines neuen Anwenders	134
Deinstallation	8
Demoversion.....	2
Diagnose.....	156
Differential-Puls-Voltammetrie	31
Divisor	83
DME	27,126
Dokumentation	85
Doppelpeak	171
Dosimat	
Dosimatnummer.....	87
Fehlerbehebung	162
Fenster.....	87
Handbedienung	127
Hardware-Einstellungen	7
Installation	6,133
Vordosieren	87
Dosimat-Steuerung.....	17,127
DP	31,166
Drucken.....	16

Automatische Reportausgabe	85
Bestimmung	145
Betriebsart « Determination»	111
Betriebsart « Exploratory»	70
Reihenfolge	86,112
Signalkurven.....	137
Voltammetrische Parameter.....	137
Dummy Cell	157,158

E

Editieren	
Arbeitsmethode	139
Basislinie	98
Elektrochemische Regenerierung	47,129,130
Elektroden.....	27,74,97,113,126
Elektrolyten	164
Elemente von Kurvenfenstern	49
End-Fusspunkt	81,99
Endspannung	32,34,36,38,40,44,129,131
Entlüften	46,47,76,126,129,130,156
Entlüftungszeit	47
Exit	13,16
Exponentielle Basislinie	65,67,81,99
Export	
Grafik	102
Methode	14
Resultate.....	15,73
Voltammetrieparameter.....	58
Export von Messpunkten.....	15,16,57,94

F

Falsche Volumenanzeige	163
Farben.....	50
Fehlerbehebung	
Fehlermeldungen	161
Softwareprobleme	162
Verbindungsprobleme.....	161
Voltammetrische Probleme	167
Fehlermeldungen.....	161
Fenster	60,88
Festkörperelektroden.....	47,128,130
Filmbildung	17,128,155
Filmelektroden	155
Format	52
Formelberechnung	124
Fusspunkt	64,67,81,99

G

Gas-Bildung.....	175
Gehaltsberechnung	117
Gekrümmte Basislinie.....	177
Geräte einschalten.....	133
Glättung	114
Glättungsfaktor	80
Gleichstromvoltammetrie.....	35

GLP-Test	159
Grafische Eigenschaften für Kalibrierkurven	102
Grafische Einstellungen	49
Graphikauflösung	2

H

Halbstufenpotential	68
Hardware	
Einstellungen für Dosimaten	7
Installation der Interfacekarte	4
Installation des VA Computrace interface	2
Installation von Dosimaten	6
Systemvoraussetzungen	2
Hauptfenster	
Elemente	11
Menüs	11
Programmfenster	25
Schliessen	13
Symbole	12
Übersicht	11
Help	11
Hilfslösung	87
Hintergrundfarbe	50
Hintergrundkompensation	76, 114, 139
Hinweise	106
HMDE	29, 126
Hydrodynamic	32, 34, 36, 38, 40, 42, 44

I

Inertgas	47
Instabile Grundlinie	167
Installation	2, 133
Installation der Software	2, 4
Interfacekarte	
Datentransfer	113
Installation	4
Software Upgrade	5
Inverse Voltammetrie	29, 33, 47
Isoforme Standards	179

K

Kalibrierdaten	106
Kalibrierkurve	
Automatische Aufnahme	152
Berechnung	121
Exportieren	102
Kopieren	102
Manuelle Aufnahme mit Lösungsaustausch	151
Manuelle Aufnahme ohne Lösungsaustausch	150
Probenbestimmung	153
Regeln	123
Kalibrierung	
Identifikation	91
Kalibriertechnik	106, 117
Moduswahl	74, 97

Kein Peak gefunden	170
Keine Aufstockung	172
Kennspannung	78
Kohlenstoffelektroden	47
Kommentar	85, 111
Komplexbildung	176
Konditionieren	47, 130
Konditionierzyklen	129
Kontamination	165
Kontext-sensitive Menüs	10
Konzentration	
Konzentrationseinheit	84
Lösungen	84
Lösungskonzentration	84
Massenkonzentration	105
Zugabelösungen	79
Kopfzeile	104
Kopieren	
Grafik	102
Kopieren in Zwischenablage	62, 66, 69, 93
Parameter in Arbeitsmethode kopieren	94
Parameter von	
Bestimmungsmethoden kopieren	138
Parameter von Signaldateien kopieren	138
Text in Zwischenablage kopieren	107
Kurven mit hohem Rauschen	168
Kurveneigenschaften	53
Kurzreport	111

L

Laden	
Bestimmung	94, 141
Methode	72, 138
Signalkurve	60, 134
Lineare Basislinie	65, 67, 81, 99
Linearitätstest	157, 159
Linie	53
Liniendicke	54
Linieneigenschaften	54
Linienfarbe	54
Linienform	54
Liste der Kurven	95
Login	13, 17
Lösungen	107

M

Manuelle Zugabe	92
Massenkonzentration	105
Meldungsfenster	90
Menü	11, 16, 17, 21, 25
Menüleiste	11
Messtechnik	74, 97
Messung fortsetzen	59
Messung unterbrechen	59
Methode	
Arbeitsmethode editieren	139
Drucken der Parameter	112

Export	14
Laden.....	14,72,138
Methodendateien	14
Neue Methode erstellen	14,72
Parameter von Bestimmungsmethoden	
kopieren	138
Parameter von Signaldateien kopieren.....	138
Speichern	14,72,138
Speichern als.....	14,73,138
Methodendaten	105
Methodenname.....	73,105
Methodentitel	73,97,105
Minimale Peakbreite	64,80
Minimale Peakhöhe	64,80
Mittlere Streuung.....	106
MME.....	27,156
Modulationszeit.....	44
Monitorkurven	
Grafische Eigenschaften.....	93
Kopieren in Zwischenablage.....	93
Multi-Mode-Elektrode	27
Multiplikator.....	83

N

Nächster Schritt	59,89
Name	19
Neuberechnung einer Bestimmung	144
Nichtreproduzierbare	
Standardadditionskurven.....	169
Niedriger Grundstrom.....	167
Normal-Puls-Voltammetrie.....	37
NP	37,166

Ö

Öffnen von Programmfenstern	25
-----------------------------------	----

O

Overload	59,90,126
----------------	-----------

P

Parameter und Daten übertragen	58
Passwort	19
Peak	
Auswertegrösse.....	80
Basislinie editieren.....	66
Doppelpeak.....	171
Gefundene Peakspannung	106
Kennspannung	78
Peak im obersten μ A-Bereich	170
Peak verschoben.....	169
Peakanerkennung	115
Peakauswertung.....	106
Peakbreite.....	115
Peakbreitetest.....	115
Peakfläche	66,80

Peakhöhe	66,80,95,115
Peakhöhentest	115
Peaks der Standardaddition verschoben ...	172
Peakspannung	66,115
Peakspannungstest	115
Peaksuche.....	63,136
Peaktest.....	158,159
Peak-Überlappung.....	178
Phasenwinkel.....	44
Plattierungslösung	128,155
Polynomische Basislinie	65,67,81,99
Potentiometric stripping analysis	41
Potentiostat	45,97
Probe	
Allgemeine Regeln	165
Probedaten.....	105
Probemenge.....	118
Probenbestimmung mit Hilfe einer	
Kalibrierkurve	153
Probenidentifikation.....	75,91
Probenkurve	101
Probenmenge.....	75,91
Probemenge	108
Probeneinheit.....	108
Probenidentifikation	108
Probenposition.....	108
Probentabelle.....	108
Programm	
Programm VA Computrace beenden	13
Programm VA Computrace starten.....	13
Programmablauf	45,89
Programmnummer	104
Programmstart	133
Übersicht über die Programmfenster	8
Programmbeschreibung	1
PSA	41,166
Pulsamplitude	32
Pulszeit.....	32,38

Q

Quecksilberfilmelektroden	41,155
---------------------------------	--------

R

Rahmenfarbe	50
Rampensteilheit	32,34,36,38,40
Ränder	50
Randfarbe	50
Rauschen.....	168
RDE	30,126
Rechenformel.....	124
Registrierkarte	2
Regressionstechnik	79
Reinigung	
Reinigungslösung	130,155
Reinigungsspannung	46,47,129,131
Reinigungsverfahren	17,130,155
Reinigungszeit.....	48,129,131

Replikation.....	58,77,106,114
Resultate.....	66,69,103
Exportieren.....	73
Resultatnummer.....	66,69
Resultattabelle.....	66,69
Ruhespannung.....	46,48,129,131
Röhren.....	45,46,75,97,126,128,130,156
 S	
Sauerstoff.....	47
Sauerstoff in der Messlösung.....	173
Savitzky-Golay-Glättung.....	64,68,114
Schliessen von Programmfenstern.....	25
Schlussresultate.....	107
Sicherheitssystem.....	18
Signal	
Aufnehmen.....	135
Automatisch speichern.....	135
Automatische Peakauswertung.....	136
Laden.....	15,57,60,134
Manuelle Peakauswertung.....	136
Messpunkte exportieren.....	16,57
Signaldateien.....	15
Speichern als.....	15,57,134
Standardparameter.....	15,57
Stufenauswertung.....	137
Voltammetrieparameter exportieren.....	58
Signalkurven	
Achsen invertieren.....	61
Achseneigenschaften.....	51
Aufnehmen.....	135
Auswahl.....	61
Autoskalierung.....	61
Beschriftung ändern.....	62
Bildeigenschaften.....	50
Drucken.....	70,137
Grafische Eigenschaften.....	61
Kopieren in Zwischenablage.....	62
Kurveneigenschaften.....	53
Laden.....	60
Linieneigenschaften.....	54
Löschen.....	62
Signalmessungen durchführen.....	59
Zoomen.....	61
Signalsprünge.....	172
Skalierungsstriche.....	52
SMDE.....	28,126
Software Upgrade.....	5
Softwarelizenzvereinbarung.....	181
Spannungsamplitude.....	34,44
Spannungsbegrenzung.....	42
Spannungsdurchlauf.....	46
Spannungsschritt.....	32,34,36,38,40,44
Spannungsschrittzeit.....	32,36,38,44
Speichern	
Bestimmung speichern.....	94,141
Bestimmung speichern als.....	94,141
Einstellungen.....	25

Methode speichern.....	72,138
Methode speichern als.....	73,138
Signale speichern.....	134,135
Square Wave Voltammetrie.....	33
SqW.....	33,166
SSE.....	30,126
Standardabweichung.....	106
Standardaddition	
Automatische Zugabe.....	148
Berechnung.....	118
Manuelle Zugabe mit Lösungsaustausch.....	147
Manuelle Zugabe ohne Lösungsaustausch.....	146
Moduswahl.....	74
Regeln.....	120
Standardarbeitsanweisung.....	159
Standardlösungen.....	78,92,164
Start	
Bestimmung.....	88
Kalibrierung.....	91
Messung.....	59
Startspannung.....	32,34,36,38,40,44,129,131
Start-Fusspunkt.....	81,99
Startspannung.....	32,34,36,38,40,44,129,131
Statusanzeige.....	109
Statusanzeiger.....	89
Statusleiste.....	11
Steigung.....	106
Stil.....	51
Stopp	
Messung stoppen.....	59
Streuung der Massenkonzentration.....	105
Streuung der Schlussresultate.....	107
Stromüberlast.....	90,126
Stufenauswertung.....	68,137
Substanzauswertung.....	105
Substanzname.....	78,105
Summand.....	83
Sweep.....	46
Sweep-Parameter.....	32,34,35,38,40,42,44
Symbole.....	12
Symbolleiste.....	11

T

Test	
Entlüften.....	156
MME.....	156
Röhren.....	156
Testbestimmung.....	142
Titel.....	50,73,97
Tropfengrösse.....	74,97,126

Ü

Überladen der Arbeitselektrode.....	174
Übersicht über das Resultatfenster.....	103

U

- Unbekannte Peaks anzeigen 100
Ungeeignete Zwischenelektrolytlösung 173
Unreproduzierbare Standardadditionen 163

V

- VA Computrace Interface
 Datentransfer 113
 Hardwareinstallation 2
VA-Messmodus 31, 97, 113, 166
Variable Zugabe 83
Variation 58, 77, 81, 106, 114
Verdünnungsrechnung 118
Vollständiger Report 111
Volumen der Wechseinheit 107
Vorbehandlung: 47
Vorbereitungsschritte 45, 77
Vordosieren 87

W

- Wartezeit 46
Wechselstromvoltammetrie 43

Z

- Zellvolumen 76, 108, 118
Zoomen 61, 99
Zugabevolumen 79, 84
Zugriffsrechte ändern 134
Zyklische Voltammetrie 39