

Bedienungsanleitung

ASpect CS

Software für HR-CS AAS



Hersteller Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena / Deutschland
Telefon: +49 3641 77 70
Fax: +49 3641 77 9279
E-Mail: info@analytik-jena.com

Technischer Service Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena / Deutschland
Telefon: +49 3641 77 7407
Fax: +49 3641 77 9279
E-Mail: service@analytik-jena.com



Für einen ordnungsgemäßen und sicheren Gebrauch diesen Anleitungen folgen. Für späteres Nachschlagen aufbewahren.

Allgemeine Informationen <http://www.analytik-jena.com>

Dokumentationsnummer 160:003.23

Ausgabe D (05/2023)

Technische Dokumentation Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Inhaltsverzeichnis

1	Software ASpect CS	7
1.1	ASpect CS starten	7
1.1.1	Fenster Quickstart	7
1.1.2	Mit Worksheet starten	9
1.1.3	Ohne Worksheet starten	10
1.1.4	Anwendung in zweiter Instanz öffnen	11
1.2	ASpect CS beenden und Analysengerät ausschalten	11
1.3	Allgemeine Bedienungshinweise	12
1.3.1	Die Arbeitsoberfläche	12
1.3.2	Hilfe verwenden	13
1.3.3	Übersicht über Menüleiste, Werkzeugleiste und Symbolleiste	13
1.3.4	Häufig verwendete Bedienelemente	15
2	Worksheets verwalten	18
2.1	Worksheet neu erstellen	19
2.2	Worksheet editieren	21
2.3	Worksheet löschen	21
2.4	Worksheet laden	21
3	Methoden	22
3.1	Methoden erstellen, speichern und laden	22
3.1.1	Neue Methode erstellen	22
3.1.2	Methode speichern	23
3.1.3	Methode laden	24
3.2	Methodenparameter spezifizieren	25
3.2.1	Fenster Methode / Linien - Analysenlinien spezifizieren	25
3.2.2	Fenster Methode / Flamme - Flammenparameter spezifizieren	29
3.2.3	Fenster Methode / Ofen - Parameter für die Atomisierung im Graphitofen spezifizieren	31
3.2.4	Fenster Methode / Hydrid	38
3.2.5	Fenster Methode / Probenzufuhr - Probenzufuhr spezifizieren	41
3.2.6	Fenster Methode / Auswertung - Spektralbereich und Untergrundkorrekturen spezifizieren	49
3.2.7	Fenster Methode / Kalibration - Kalibrierung spezifizieren	51
3.2.8	Fenster Methode / Statistik - Statistikparameter spezifizieren	57
3.2.9	Fenster Methode / QCS - Qualitätskontrollproben spezifizieren	59
3.2.10	Fenster Methode / OCC	63
3.2.11	Fenster Methode / Ausgabe - Ergebnisausgabe und Speicherinhalte spezifizieren	64
4	Sequenzen	66
4.1	Sequenzen erstellen, speichern und laden	66
4.1.1	Neue Sequenz erstellen	66
4.1.2	Sequenz speichern	66
4.1.3	Sequenz laden	67
4.2	Fenster Sequenz	68
4.3	Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren	69
5	Probeninformationsdaten (Proben-ID)	73
5.1	Probeninformationsdaten erstellen, speichern und öffnen	73
5.2	Fenster Proben-ID	74

5.3	Probeninformationen und QC-Proben spezifizieren	76
6	Analysen durchführen und Ergebnisse berechnen	77
6.1	Übersicht der Menübefehle und Schaltflächen zum Starten der Analysen im Hauptfenster.....	77
6.2	Messroutine starten	77
6.3	Messroutine unterbrechen, fortsetzen oder stoppen.....	80
6.4	Aktionen der Sequenz wiederholen.....	80
6.5	Analysenergebnisse Neuberechnen	81
6.6	Messungen parallel zur laufenden Analyse auswerten.....	83
6.7	Anzeige der Ergebnisse und des Analysenfortschritts.....	83
6.7.1	Karte Sequenz/Ergebnisse	83
6.7.2	Karte Sequenz	84
6.7.3	Karte Ergebnisse	84
6.7.4	Karte Übersicht	87
6.7.5	Karte Feststoff.....	88
6.8	Ergebnisdateien öffnen oder aus der Anzeige löschen	88
6.9	Probendetails und Spektren.....	89
6.9.1	Probeneinzelwerte anzeigen	89
6.9.2	Spektren anzeigen und auswerten	92
6.10	Feststoffanalytik mit Graphitofentechnik	101
6.10.1	Funktionen auf der Karte Feststoff.....	101
6.10.2	Feststoffproben messen.....	104
6.10.3	Daten bereits vorbereiteter Proben speichern	105
6.10.4	Proben einer Feststoffanalyse nachmessen.....	105
6.11	System spülen	106
7	Kalibration	107
7.1	Kalibrierkurve anzeigen.....	108
7.2	Kalibrierergebnisse anzeigen	109
7.3	Kalibrierkurve modifizieren.....	110
7.4	Kalibrierstandards durch Nachmessen ersetzen.....	110
8	Qualitätskontrolle.....	112
8.1	QC-Karten anzeigen	112
8.2	Parameter der QC-Karten.....	113
8.3	Einträge und Grenzen der QC-Karten.....	113
9	Gerät und Zubehör steuern und kontrollieren	115
9.1	Spektrometer	115
9.1.1	Gerätestandtest am contrAA	115
9.1.2	Spektralpeak an einer ausgewählten Wellenlänge messen.....	117
9.1.3	Kontinuierliche Messung.....	117
9.2	Flamme	119
9.2.1	Kontrolle der Flammenfunktionen	119
9.2.2	Flamme optimieren	121
9.3	Ofen	125
9.3.1	Ofenprogramm anzeigen	125
9.3.2	Matrixmodifikatoren, Anreicherung und Vorbehandlung anzeigen	126
9.3.3	Ofenprogramm optimieren.....	126
9.3.4	Ofenprogramm grafisch anzeigen und Graphitrohr beschichten	128

9.3.5	Weitere Ofenfunktionen	129
9.4	Hydridsystem	131
9.4.1	Funktionen des Hydridsystems kontrollieren.....	132
9.4.2	Hydridsystem auf Fehler testen	133
9.5	Probengeberparameter	134
9.5.1	Probengeber für Flammentechnik.....	134
9.5.2	Probengeber für Graphitofentechnik	142
9.5.3	Feststoff-Probengeber	149
10	Datenmanagement.....	153
10.1	Informationen zu Druckfunktionen	153
10.1.1	Ergebnisdaten drucken.....	153
10.1.2	Weitere Analysenparameter und Einstellungen drucken.....	155
10.1.3	Protokollvorlagen anpassen.....	155
10.2	Verwaltung für alle Dateitypen	157
10.2.1	Methoden und Sequenzen verwalten	157
10.2.2	Ergebnisdaten verwalten	159
10.2.3	Linien-/Wellenlängendateien exportieren	161
10.2.4	Korrekturmodelle verwalten	161
10.2.5	Korrekturspektren löschen	162
10.2.6	Protokollvorlagen importieren.....	162
10.2.7	Worksheets verwalten.....	162
10.3	Einheiten verwalten	163
10.4	Datenbanken für Stocks und QC-Proben verwalten	164
10.5	Vordefinierte Bemerkungen erstellen	164
10.6	Windows-Zwischenablage verwenden.....	165
11	Optionen - ASpect CS anpassen	166
11.1	Ansichtsoptionen.....	166
11.2	Speicherpfade	167
11.3	Optionen zum ASCII/CSV-Export	168
11.4	Optionen zum fortlaufenden ASCII-Export	168
11.5	Optionen zum Analysenablauf.....	169
11.6	Optionen zur Optikspülung	171
11.7	Optionen zur Kalibrierung und Blindwertkorrekturen.....	171
12	Optionales FDA 21 CFR Part 11 Konformitätsmodul.....	174
12.1	Benutzerverwaltung	174
12.1.1	Hierarchie und Funktionszugriff	174
12.1.2	Benutzerverwaltung – Anzeigen und Einstellungen	175
12.1.3	Allgemeine Einstellungen der Benutzerverwaltung konfigurieren.....	176
12.1.4	Neues Benutzerkonto anlegen.....	178
12.1.5	Bestehendes Benutzerkonto ändern	179
12.1.6	Kennwort ändern	180
12.2	Audittrail anzeigen, drucken und exportieren	180
12.3	Elektronische Signaturen	181
12.3.1	Messergebnisse signieren	181
12.3.2	Signatur anzeigen.....	182
12.4	AJ File Protection	182

13 Anhang	184
13.1 Übersicht über Markierungen in der Werteanzeige	184
13.2 Beschreibung der verwendeten Algorithmen zur spektralen Untergrundkorrektur	184
13.2.1 Untergrundkorrektur "ohne Referenz"	185
13.2.2 Untergrundkorrektur "mit Referenz"	185
13.2.3 Untergrundkorrektur "IBC" und "IBC-m"	186
13.2.4 Spektrensubtraktion (Korrektur permanenter Strukturen)	186
13.3 Speicherort ASpect CS Dateien.....	187

1 Software ASpect CS

ASpect CS ist die Steuer- und Auswertesoftware für Atomabsorptionsspektrometer der Analytik Jena. Die Software unterstützt die AAS-Geräte der contrAA-Serie.

Für die Messabläufe können die Methodenparameter entsprechend den Probenanforderungen optimiert werden. Die Ergebnisdaten können nachberechnet, in verschiedene Dateiformate exportiert und ausgedruckt werden.

Beschriebene Software-Version Das vorliegende Dokument orientiert sich an der Version ASpect CS 2.3.

Bestimmungsgemäße Verwendung ASpect CS dient ausschließlich der Ansteuerung der oben genannten Geräte und der Auswertung der mit diesen Geräten aufgenommenen Daten. Der Hersteller übernimmt keine Haftung für Probleme oder Schäden, die durch nichtbestimmungsgemäße Verwendung von ASpect CS verursacht werden. ASpect CS und das damit zu steuernde Gerät dürfen nur durch ausgebildetes und eingewiesenes Personal bedient werden. Der Anwender muss mit dem Inhalt dieser Bedienungsanleitung und der Geräte-Bedienungsanleitung vertraut sein.

1.1 ASpect CS starten

ASpect CS starten Sie zusammen mit dem AAS-Gerät. Bei dieser Prozedur wird das Gerät mit dem PC verbunden und in der Software initialisiert.

- AAS-Gerät und den Probengeber einschalten.
- Auf das ASpect CS-Icon auf dem Windows-Desktop klicken.
ASpect CS wird gestartet.
- Wenn die optionale Benutzerverwaltung installiert ist, erfolgt eine Abfrage von Benutzernamen und Passwort. Erst bei erfolgreicher Eingabe wird das Programm ASpect CS freigegeben.

Nach dem Start der Software wird der Quickstart geöffnet. Sie haben hier die Möglichkeit, Worksheets mit voreingestellten Methoden und Sequenzen für einen schnellen Messstart zu wählen oder direkt auf die Oberfläche von ASpect CS zu wechseln.

1.1.1 Fenster Quickstart

Nach Start der Software und Anmeldung eines Anwenders (nur bei installierter Benutzerverwaltung) erscheint das Fenster **Quickstart**. Von hier aus können Sie ein Worksheet laden oder ohne weitere Voreinstellungen in das Hauptfenster der Software wechseln. Das Fenster **Quickstart** können Sie auch im Hauptfenster über den Menüpunkt **Datei | Quickstart** öffnen.

QUICKSTART 27.09.2021 9:09:03

Gerät: contrAA 800D ASpect CS Version **analytikjena**
An Endress+Hauser Company

ANWENDER:

LABOR:

TECHNIK: Graphitrohr (Wand)

Worksheet	Letzte Änderung	Von	Technik
TestWorksheet EA	08.01.2021 8:41	Analytik Jena	Graphitrohr (Wand)
TestWorksheet FL	26.08.2021 15:49		Flamme

KONFIGURATION

Probengeber: AS-GF

Probenteller: 108 Pos.

Simulation

Einstellungen im Fenster Quickstart

Folgende Optionen und Schaltflächen stehen im Fenster **Quickstart** zur Verfügung.

Option / Schaltfläche	Beschreibung
Anwender	Bei Verwendung der optional installierbaren Benutzerverwaltung wird der angemeldete Anwender angezeigt. Wenn die Rechteverwaltung nicht verwendet wird, kann hier manuell ein Anwendername eingetragen werden.
Labor	Es können bis zu 30 Zeichen eingegeben werden. Die zuletzt eingegebene Bezeichnung wird gespeichert und als Information in den Ergebnisprotokollen ausgegeben.
Technik	Je nach Konfiguration des AAS-Gerätes können unterschiedliche Atomisierungstechniken ausgewählt werden. <p>Graphitrohr (Wand) Elektrothermische Atomisierung (EA) im Standardgraphitrohr Die Probe liegt in flüssiger Form vor. Die Atomisierung der Probe erfolgt an der Wand des Graphitrohrs.</p> <p>Graphitrohr (Plattform) Elektrothermische Atomisierung (EA) in einem Graphitrohr mit Plattform Die Probe liegt in flüssiger Form vor. Die Atomisierung der Probe erfolgt auf der Plattform des Graphitrohrs.</p> <p>Flamme Atomisierung in der Flamme mit Brenner-Zerstäuber-System</p> <p>Hydrid Bestimmung von hydridbildenden Metallen und Quecksilber in einer Quarzküvette ggf. in Kombination mit einer Anreicherung von Quecksilber</p> <p>HydrEA Bestimmung von hydridbildenden Metallen und Quecksilber mit Anreicherung im beschichteten Graphitrohr</p> <p>Graphitrohr solid Elektrothermische Atomisierung (EA) in einem Graphitrohr für Feststoffe Die Proben werden auf Probenplattformen mit einem Feststoffprobengeber (SSA 600 oder SSA 6z) in das Graphitrohr überführt.</p>

Option / Schaltfläche	Beschreibung
Simulation	Für Trainings- und Demonstrationszwecke ist es möglich, die Software ohne ein angeschlossenes Analysengerät zu betreiben. Bei Aktivierung werden alle Gerätefunktionen (einschließlich Messwerterfassung und Auswertung) im Simulationsmodus abgearbeitet.
System Check	Verbindung zwischen AAS-Gerät und PC (Software) herstellen Bei Klick auf die Schaltfläche erfolgt eine Erkennung und Konfiguration von Spektrometer und Zubehör in Abhängigkeit von der gewählten Atomisierungstechnik.
Lampenwechsel	Software gestützter Tausch der Xenonlampe Nach Klick auf die Schaltfläche startet eine Anleitung zum Lampenwechsel.
Quickstart überspringen	Ohne Auswahl eines Worksheets zum Hauptfenster wechseln
Beenden	Fenster Quickstart schließen und die Software beenden
OK	Nach Auswahl eines Worksheets zum Hauptfenster wechseln und eine Messung starten

Worksheet-Tabelle

Die Worksheet-Tabelle zeigt die aktuell verfügbaren Worksheets an. Die 4 Tabs erleichtern Ihnen das Auffinden eines Worksheets:

Tab	Inhalt
Favoriten	Worksheets mit der Markierung Favorit
Zuletzt verwendet	Zuletzt verwendete Worksheets
Vordefiniert	Worksheets von Analytik Jena, die bei der Software-Installation mit installiert werden
Alle	Alle Worksheets
	Mit dem Lupensymbol können Sie die Worksheets nach Elementen filtern. Nach einem Klick auf das Symbol wird eine Elementliste angezeigt, in der Sie ein Element wählen können. Die Auswahl können Sie wiederholen, wenn sie nach weiteren Elementen suchen möchten. Wenn Sie mehrere Elemente markiert haben, werden alle Worksheets angezeigt, die mindestens eines der Elemente beinhalten (ODER-Logik). Dabei werden die sowohl Methoden durchsucht, die direkt mit einem Worksheet verknüpft sind, als auch Methoden, die innerhalb einer verknüpften Sequenz geladen werden.

1.1.2 Mit Worksheet starten

Ein Worksheet ist eine Mappe, die eine Methode und eine Sequenz enthält. Optional können Worksheets auch Einstellungen zur Proben-ID und zum Speichern der Ergebnisdatei enthalten. Mit einem ausgewählten Worksheet können Sie sofort eine Messung starten. Existieren von der Methode und der Sequenz mehrere Versionen, werden stets die neuesten (aktuellen) Versionen zur Messung verwendet.

- ▶ Zubehör am Analysengerät installieren und danach das Zubehör und das Gerät einschalten.
- ▶ Die Software starten.
Das Fenster **Quickstart** erscheint.
- ▶ Die notwendigen Eingaben in den Feldern **Anwender** und **Labor** vornehmen.
- ▶ In der Liste **Technik** die Atomisierungstechnik auswählen.

- ▶ Auf **System Check** klicken.
Das Gerät und das Zubehör werden initialisiert und mit dem PC/der Software verbunden. Im Feld darüber wird die Gerätekonfiguration angezeigt. Es wird auch geprüft, ob das installierte Zubehör mit der gewählten Technik übereinstimmt.
- ▶ In der Worksheet-Tabelle das benötigte Worksheet markieren.
- ▶ Auf **OK** klicken.
 - ✓ Das Hauptfenster der Software erscheint. Die Methode und die Sequenz sind bereits geladen.

Je nach Worksheet-Konfiguration können Sie nun die mit dem Worksheet geladene Methode und Sequenz mit einer Proben-ID-Datei verknüpfen oder die Messung direkt starten.

Sehen Sie dazu auch

 Fenster Quickstart [▶ 7]

1.1.3 Ohne Worksheet starten

Ohne vorbereitetes Worksheet müssen Sie Methode, Sequenz und Proben-ID für die Messung laden oder neu konfigurieren.

- ▶ Zubehör am Analysengerät installieren und danach das Zubehör und das Gerät einschalten.
- ▶ Die Software starten.
Das Fenster **Quickstart** erscheint.
- ▶ Die notwendigen Eingaben in den Feldern **Anwender** und **Labor** vornehmen.
- ▶ In der Liste **Technik** die Atomisierungstechnik auswählen.
- ▶ Auf **System Check** klicken.
Das Gerät und das Zubehör werden initialisiert und mit dem PC/der Software verbunden. Im Feld darüber wird die Gerätekonfiguration angezeigt. Es wird auch geprüft, ob das installierte Zubehör mit der gewählten Technik übereinstimmt.
- ▶ Auf Quickstart überspringen klicken.
Das Hauptfenster der Software erscheint.

Allgemeiner Ablauf einer Messroutine

Spezifizieren Sie für Ihre Analysenaufgabe eine Methode und eine Sequenz und starten Sie die Messroutine.

Für einen manuellen oder automatischen Messablauf sind folgende Schritte notwendig:

- ▶ **Methodenparameter** (Methodenentwicklung) spezifizieren.
- ▶ **Sequenz** erstellen. Die Sequenz enthält Proben und Aktionen in der abzuarbeitenden Reihenfolge. Einige probenbeschreibende Daten wie Probenbezeichnung und Position auf dem Probengeber können direkt eingegeben und mit der Sequenz gespeichert werden.
- ▶ Für die Routine-Analytik ist es vorteilhaft, eine **Probenidentifikationsdatei** (Proben-ID) zu erstellen. Diese enthält probenbeschreibende Daten wie Bezeichnung, Verdünnungsfaktor und Probengeber-Position. Die Daten werden benötigt, wenn eine Rückrechnung der Konzentration auf die Originalprobe erfolgen soll. Probenidentifikationsdateien sind Textdateien und können auch über externe Programme erstellt werden.
- ▶ **Messung** starten.

Während des Messablaufs werden Ergebnisse sofort in die Ergebnisdatenbank geschrieben. Auf diese zentrale Ergebnisdatei wird mit den Datenverwaltungsfunktionen (z. B. Export, Druck) zugegriffen.

Nach dem Starten der Messroutine werden die Ergebniswerte in die Ergebnisliste im Hauptfenster eingetragen. Für eine Detailanzeige (z. B. Einzelwerte, Spektren) kann die entsprechende Probenzeile ausgewählt werden. Die zuletzt gemessenen Ergebnisse werden stets an das Ende der Tabelle angefügt, ein Überschreiben ist nicht möglich.

Falls notwendig, kann eine weitere Datenauswertung durch Neuberechnen erfolgen. Messdaten können für den Protokolldruck aufbereitet oder exportiert werden.

1.1.4 Anwendung in zweiter Instanz öffnen

Bei bereits laufender Anwendung wird eine weitere Programminstanz der Anwendung im Offline-Modus geöffnet. In diesem Modus besteht keine Verbindung zum Gerät. Alle weiteren Funktionen wie das Erstellen von Methoden oder das Laden und Auswerten von Ergebnissen können jedoch parallel zum laufenden Messbetrieb in der ersten Programminstanz verwendet werden.

Starten Sie das Programm in der zweiten Instanz über den Menüpunkt **Datei | Offline-Programminstanz starten**.

Sehen Sie dazu auch

 Messungen parallel zur laufenden Analyse auswerten [▶ 83]

1.2 ASpect CS beenden und Analysengerät ausschalten

Schalten Sie das Analysengerät immer softwaregestützt durch Beenden von ASpect CS ab.

- ▶ Menüpunkt **Datei | Beenden** wählen.
- ▶ Wenn zu diesem Zeitpunkt Methoden-, Sequenz- oder Probeninformationsdaten noch nicht gespeichert sind, erscheint ein Hinweis zum Speichern der Daten.
- ▶ In Abhängigkeit des installierten Zubehörs und der verwendeten Atomisierungstechnik erfolgen weitere Benachrichtigungen über softwaregestützte Handlungen:
 - Flamme: Brennende Flamme löschen
 - Hydridsystem: Hydridsystem spülen
 - Xenonlampe: Xenonlampe ausschalten
Hinweis: Nach Abschalten der Lampe muss eine Wartezeit von 30 s bis zum Ausschalten des contrAA eingehalten werden. Das Verstreichen der Wartezeit wird auf dem Bildschirm grafisch angezeigt.
- ▶ Nur contrAA 800: Wenn die Optikspülung läuft, erfolgt eine Abfrage über das Abschalten der Spülung.
 - ✓ Nach Abarbeitung der Handlungen wird ASpect CS beendet und das Analysengerät wird ausgeschaltet.

1.3 Allgemeine Bedienungshinweise

1.3.1 Die Arbeitsoberfläche

Nach dem Start der Software wird zunächst das Fenster **Quickstart** geöffnet. Von dort aus erreichen Sie die Arbeitsoberfläche.

The screenshot shows the ASpect CS 2.3 software interface. The main window displays a data table with columns: Nr., Name, Linie, Konz., SD, Einheit, Konz., Einheit, SD (Ext.), RSD, and Ext. The table contains calibration and measurement data for elements like Cd, Zn, and Cu. Numbered callouts (1-7) point to specific UI features: 1 (Title bar), 2 (Menu bar), 3 (Toolbar), 4 (Symbol bar), 5 (Main data table), 6 (Bottom status bar), and 7 (Footer information).

Hauptbestandteile der Arbeitsoberfläche

Nr.	Beschreibung
1	In der Titelzeile finden Sie Informationen zur Softwareversion, des angeschlossenen Gerätes, zur Technik und (falls geladen) des Worksheets.
2	Über die Menüleiste erreichen Sie alle Programmfunktionen der Software.
3	Die Werkzeuggestreife enthält die Schaltflächen für den Start und das Pausieren von Messsequenzen, und zeigt die aktuell geladene Methode, Sequenz und Proben-ID-Datei an. Mit Klick auf die Schaltfläche  hinter den Feldern können Sie den Datensatz laden. Außerdem finden Sie hier die Schaltfläche  zum Anlegen eines neuen Worksheets.
4	Über die Symbolleiste haben Sie Zugriff auf die wichtigsten Fenster (Funktionen) der Software. Sobald eines der Fenster geöffnet ist, färbt sich das entsprechende Symbol rot. Wenn mehrere Fenster geöffnet sind, holen Sie ein Fenster mit erneutem Klick auf das Symbol in den Vordergrund.
5	Im Hauptfenster werden die Sequenz und die Messergebnisse auf verschiedenen Karten angezeigt.
6	Einige Hauptkarten besitzen weitere Unterregister , die im unteren Bereich des Fensters angeordnet sind.
7	In der Statusleiste am unteren Rand werden Informationen über das angeschlossene Gerät, den angemeldeten Nutzer und der Name der aktuell angezeigten Ergebnisdatei ausgegeben.

1.3.2 Hilfe verwenden

Hilfe zur Bedienung des Programms erhalten Sie über den Menüpunkt **?** | **Hilfethemen**. Während der Arbeit mit den Fenstern und Dialogen in ASpect CS können Sie die Funktionstaste **F1** drücken, um eine kontextsensitive Hilfe zu erhalten.

Das Programm blendet Kurzinformationen (Tooltips) zu Schaltflächen ein, wenn Sie den Mauszeiger darüber bewegen.

1.3.3 Übersicht über Menüleiste, Werkzeugleiste und Symbolleiste

Funktionen in der Menüleiste

Am oberen Rand der Programmoberfläche befindet sich die Menüleiste, mit der alle Bedienvorgänge der Software ausgelöst werden können. Menüs und Schaltflächen, die für den aktuellen Inhalt der Arbeitsoberfläche nicht zugänglich sind, werden grau dargestellt. Einige Menüpunkte, wie z. B. die Druckfunktion, werden in Abhängigkeit von weiteren geöffneten Fenstern eingeblendet.

Menüpunkt	Beschreibung
Datei	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Methoden, Sequenzen und Probeninformationsdaten neu erstellen, öffnen und speichern ▪ Ergebnisdaten öffnen ▪ Methoden und Sequenzen löschen ▪ Spektrendaten exportieren ▪ Aktives Fenster oder Protokoll drucken ▪ Protokollentwurfsmodus aufrufen ▪ Offline- bzw. Online-Programminstanz starten ▪ Quickstart öffnen ▪ Worksheets erstellen ▪ Anwendung beenden ▪ Zuletzt geöffnete Methoden und Sequenzen direkt aufrufen
Bearbeiten	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Inhalt von Text- und Eingabefeldern kopieren und einfügen ▪ Ausgewählte Zeilen der Ergebnisliste in die Zwischenablage kopieren ▪ Inhalt der Ergebnisliste löschen
Aktionen	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ofen öffnen/schließen, ausheizen und formieren ▪ Flamme löschen ▪ Scraper auslösen ▪ System spülen (Hydridsystem, Probengeber oder Brennersystem) ▪ contrAA 800: Atomisatorantrieb initialisieren
Ansicht	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fenster, die Darstellungen und Informationen während des Analysenablaufs enthalten, z. B. Signalverlauf, öffnen und schließen ▪ Skalierung der Signalachse der Darstellungen auswählen ▪ Probeneinzelwerte anzeigen
Methodenentwicklung	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fenster, die während der Methodenentwicklung benötigt werden, öffnen ▪ Worksheets bearbeiten ▪ Kochbuch öffnen
Routine	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Messroutine starten, pausieren und abbrechen ▪ Einzelne Sequenzzeilen starten ▪ Ergebnisse Neuberechnen
Extras	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fenster Daten und Optionen öffnen ▪ Proben suchen ▪ Scientific Mode für die Methodenerarbeitung aktivieren ▪ Monitor-Modus aktivieren, um Diagnosedaten zu dokumentieren (nur für Diagnosemaßnahmen nach Aufforderung durch autorisiertes Servicepersonal notwendig)

Menüpunkt	Beschreibung
System	Verfügbar, wenn das optionale Modul "21 CFR Part 11 Compliance ASpect CS" installiert ist <ul style="list-style-type: none"> ▪ Benutzerverwaltung konfigurieren ▪ Kennwort ändern ▪ Audit Trail ansehen ▪ Ergebnisse signieren
?	▪ Hilfe und Versionsinformation anzeigen

Werkzeugleiste

Die Schaltflächen in der Werkzeugleiste dienen hauptsächlich zum Starten/Unterbrechen und Fortsetzen der Messroutine. In den Feldern der Werkzeugleiste werden die aktuell geladenen Methoden, Sequenzen und Proben-IDs angezeigt.

Tool	Beschreibung
	Sequenzmessung starten
	Markierte Zeilen in der Sequenz messen
	Laufende sofort Messroutine abbrechen
	Stopp der Messroutine nach Abarbeitung der laufenden Messung Nötige Reinigungsschritte der Atomisierungseinheit werden noch ausgeführt.
	Ergebnisse neu berechnen
	Dateien öffnen Es können gespeicherte Methoden, Sequenzen oder Proben-ID in das Programm geladen und für die aktuelle Analyse verwendet werden.
	Kochbuch öffnen
	Neues Worksheet erstellen
	Nur in zweiter Programminstanz: Ergebnisliste aktualisieren

Symboleiste

Die Symboleiste bietet schnellen Zugriff zu den wichtigsten Funktionen der Software. Ein Klick auf eine Schaltfläche öffnet das Fenster mit der entsprechenden Programmfunktion. Die Symboleiste befindet sich nach der Installation am linken Bildschirmrand, sie kann jedoch beliebig mit gedrückter Maustaste verschoben werden.

Schaltfläche	Beschreibung
	Spektrometerfunktionen überprüfen
	Flammenfenster öffnen
	Ofenfenster öffnen
Hy	Fenster Hydridsystem öffnen
	Methodenfenster öffnen
	Probengeber spezifizieren

Schaltfläche	Beschreibung
	Fenster mit Probeninformationsdaten öffnen
	Sequenzfenster öffnen
	Fenster mit Kalibrierung öffnen
	Fenster mit Daten der Qualitätskontrolle öffnen
	Datenverwaltung öffnen
	Worksheets verwalten, gespeicherte Worksheets öffnen
Atomisatorantrieb initialisieren	Nur contrAA 800 Das Gerät überwacht die richtige Positionierung des Atomisators automatisch. Zusätzlich können Sie mit Klick auf diese Schaltfläche den Atomisator erneut in die Ausgangslage bewegen, zum Beispiel nach einem mechanischen Stoß gegen den Brennerkopf.

1.3.4 Häufig verwendete Bedienelemente

Verschiedene Schaltflächen, Maus- und Tastaturfunktionen werden innerhalb der Software mit gleicher bzw. sehr ähnlicher Bedeutung verwendet. Diese Bedienelemente werden hier allgemein beschrieben, soweit erforderlich, finden Sie spezifische Informationen bei der Beschreibung der jeweiligen Fenster.

Allgemeine Schaltflächen

Die Bedeutung von Symbolschaltflächen wird durch Tooltips angezeigt, wenn sich der Mauszeiger über dem entsprechenden Symbol befindet.

Schaltfläche	Beschreibung
OK	Fenster schließen und Einstellungen übernehmen
Abbrechen	Fenster schließen, Änderungen verwerfen
Übernehmen	Einstellungen übernehmen, ohne das Fenster zu schließen
Schließen	Fenster schließen, Einstellungen können nicht dauerhaft gespeichert werden
Öffnen	Ein Auswahlfenster öffnen, um eine Datei oder einen Datensatz zu laden
Speichern	Ein Auswahlfenster öffnen, um eine Datei oder einen Datensatz zu speichern
	Ein Auswahldialogfenster, z. B. Pfadauswahldialog, öffnen
	Das Fenster Drucken öffnen. Der Inhalt des aktuellen Fensters kann gedruckt oder in eine Datei exportiert werden.

Tabellen

In einigen Fenstern werden Werte direkt in eine Tabelle eingetragen. Je nach Art des Eintrags verhält sich die Tabellenzelle wie ein Eingabefeld, eine Auswahlliste oder ein Eingabefeld für einen begrenzten Zahlenwertbereich mit Pfeiltasten.

- ▶ Zum Markieren einer Tabellenzeile in der ersten grau unterlegten Tabellenspalte auf die entsprechende Zeile klicken. Der Markierungsbalken kann anschließend mit den Pfeiltasten der Tastatur verschoben werden.

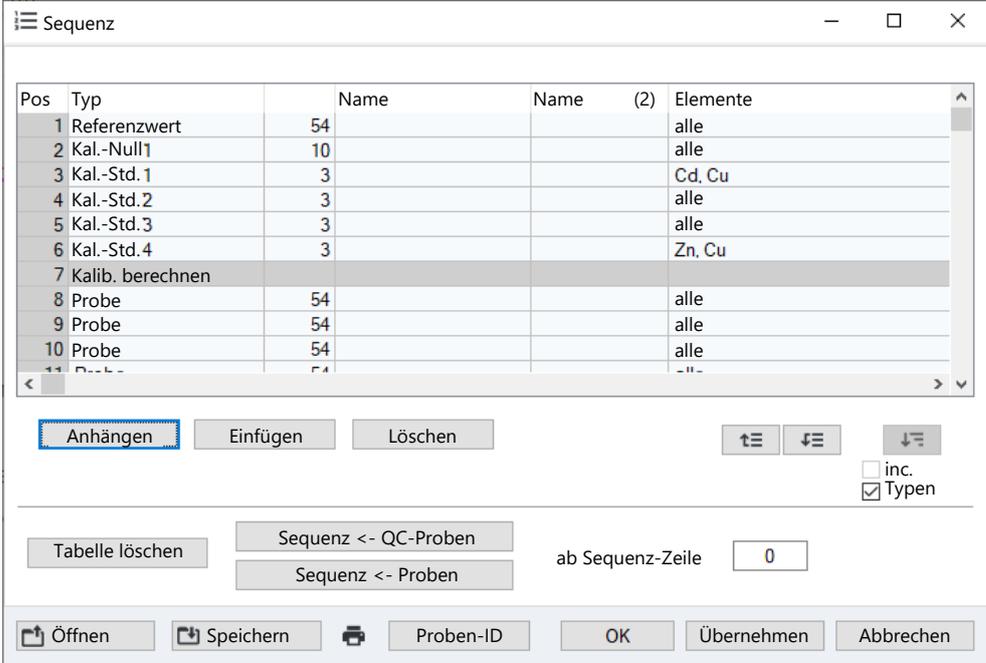
- ▶ Zum Verändern der Spaltenbreite den Mauszeiger auf die Begrenzungslinie zwischen zwei Spalten bewegen, bis ein Doppelpfeil erscheint. Dann die linke Maustaste drücken und die Spaltenbreite anpassen.

In Eingabefeldern stehen zusätzlich folgende Funktionen zur Verfügung:

- ▶ Die Funktionstaste **F2** schaltet den Editiermodus ein. In diesem Modus werden die Pfeiltasten zum zeichenweisen Editieren verwendet. Erneutes Drücken von **F2** aktiviert den Standardmodus, bei dem die Pfeiltasten zur Navigation zwischen den Zellen verwendet werden.
- ▶ Texte können über die Menüpunkte **Bearbeiten | Kopieren** und **Bearbeiten | Einfügen** oder über die Tastenkombination **Strg+C** und **Strg+V** in die Windows-Zwischenablage kopiert und wieder eingefügt werden.

Schaltflächen in den Tabellen

Schaltfläche	Beschreibung
Anhängen	Fügt eine neue Tabellenzeile am Ende der Liste ein
Einfügen	Fügt eine neue Tabellenzeile vor einer markierten Tabellenzeile ein
Löschen	Löscht die markierte Tabellenzeile
	Verschiebt die markierte Tabellenzeile eine Position nach oben Hinweis: Eine Tabellenzeile muss vollständig markiert sein, damit sie verschoben werden kann. Dafür klicken Sie auf die Nummer der betreffenden Zeile in der ersten Tabellenspalte.
	Verschiebt die markierte Tabellenzeile eine Position nach unten
	Übernimmt den Wert der markierten Zelle in alle nachfolgenden Tabellenzeilen des gleichen Probenotyps Bei aktiviertem Kontrollkästchen inc. (steht für Inkrement) wird dieser Wert automatisch erhöht, z. B. Probe001, Probe002 ...



Sequenz

Pos	Typ	Name	Name (2)	Elemente
1	Referenzwert	54		alle
2	Kal.-Null1	10		alle
3	Kal.-Std.1	3		Cd, Cu
4	Kal.-Std.2	3		alle
5	Kal.-Std.3	3		alle
6	Kal.-Std.4	3		Zn, Cu
7	Kalib. berechnen			
8	Probe	54		alle
9	Probe	54		alle
10	Probe	54		alle
11	Probe	54		alle




 inc.
 Typen

ab Sequenz-Zeile

Grafiken

In Grafiken kann mit Hilfe der rechten Maustaste ein Kontextmenü geöffnet werden, um die Grafik oder das gesamte Fenster im Grafikformat in die Windows-Zwischenablage zu kopieren. In mehreren Grafikfenstern stehen zusätzliche Symbolschaltflächen zur Verfügung.

Symbol	Beschreibung
	Aktiviert den Zoommodus Ziehen Sie nach Aktivierung der Schaltfläche mit gedrückter linker Maustaste um den zu vergrößernden Grafikbereich einen Rahmen ziehen und die Maustaste los.
	Deaktiviert den Zoommodus und stellt die Darstellung auf die ursprüngliche Skalierung wieder her
	Aktiviert den Textmodus Ziehen Sie nach Aktivierung der Schaltfläche mit gedrückter linker Maustaste in der Grafik einen Rahmen auf und geben Sie den Text ein. Ein Doppelklick auf einen bestehenden Text öffnet das Fenster, um den Text zu ändern oder zu löschen. Mit der Kombination Strg + rechte Maustaste kann ein bestehender Text verschoben werden.
	Aktiviert den Markierungsmodus in Darstellungen des Signalverlaufs oder Spektren Mit der linken Maustaste werden Beschriftungen zu den Messpunkten hinzugefügt.

Funktionstasten

Taste	Funktion
F1	Kontextsensitive Hilfe aufrufen
F2	Tabellenzellen editieren
F6	Ausgewählte Zeile der Sequenz messen
F7	Zusätzliche Anzeigefenster während einer Messroutine (z. B. Signalverlauf) öffnen
F8	Anzeigefenster schließen
F10	Für die Bedienung per Tastatur zwischen Menüzeile des Arbeitsbereichs und Ergebnisfenster umschalten
F11	Gestoppten Messroutine fortsetzen
F12	Messroutine starten und stoppen

Drucker verwenden

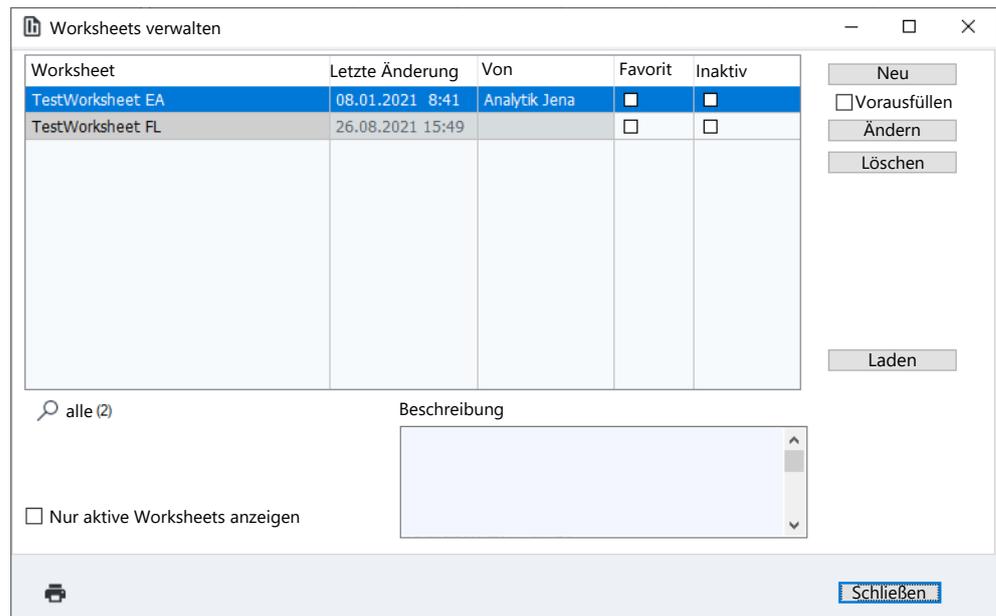
In der Software wird der unter Windows eingerichtete Standard-Drucker verwendet.

2 Worksheets verwalten

Ein Worksheet ist eine Mappe, die eine Methode und eine Sequenz zusammenfasst. Ergänzend können in einem Worksheet Einstellungen für eine Proben-ID und für Ergebnisdaten hinterlegt werden. Mit einem geladenen Worksheet können Sie direkt die Messroutine starten.

Sie können Worksheets neu erstellen, ändern, löschen, deaktivieren oder laden. Die Funktionen dafür finden Sie im Fenster **Worksheets verwalten**.

Das Fenster **Worksheets verwalten** öffnen Sie mit einem Klick auf  in der Symbolleiste.



Elemente im Fenster Worksheets verwalten

Option/Schaltfläche	Beschreibung
Neu	Neues Worksheet erstellen
Vorausfüllen	Die aktive Sequenz und Methode als Voreinstellung übernehmen
Ändern	Markiertes Worksheet editieren
Löschen	Markiertes Worksheet löschen
Laden	Markiertes Worksheet für eine Messung laden
Nur aktive Worksheets anzeigen	In der Tabelle alle Worksheets ausblenden, die mit inaktiv gekennzeichnet sind
Beschreibung	Beschreibung des markierten Worksheets Diese Informationen werden beim Erstellen des Worksheets hinterlegt.

In der Tabelle werden folgende Informationen zu den Worksheets ausgegeben:

Tabellenspalte	Beschreibung
Worksheet	Name des Worksheets
Letzte Änderung	Datum der letzten Änderung des Worksheets
Von	Dieser Anwender nahm die letzte Änderung vor. Der Name des Anwenders wird aus dem Quickstart übernommen.
Favorit	Das Worksheet auf dem Tab Favoriten im Fenster Quickstart angezeigt.

Tabellenspalte	Beschreibung
Inaktiv	Das Worksheet wird nicht im Fenster Quickstart angezeigt. Ein als inaktiv markiertes Worksheet kann jedoch im Fenster Worksheets verwalten geladen werden.

Sehen Sie dazu auch

 Mit Worksheet starten [▶ 9]

2.1 Worksheet neu erstellen

Ein Worksheet erstellen Sie im Fenster **Neues Worksheet**.

Neues Worksheet

Name:

Methode:  Favorit
 Inaktiv

08.01.2021 8:40

Sequenz: 

08.01.2021 8:40

Proben-ID:

Ergebnisdatei:

Ordner:

Name:

C:\Users\Public\Documents\Analytik Jena\ASpectCS\EA\RESULTS\Filename.tps

Elemente:

Letzte Änderung 30.08.2021 13:25

Beschreibung:

Elemente im Fenster Neues Worksheet

Option	Beschreibung
Name	Name des Worksheets eingeben
Methode	Im Worksheet hinterlegte Methode Mit Klick auf  Datenbankfenster öffnen und die Methode auswählen.
Sequenz	Im Worksheet hinterlegte Sequenz Mit Klick auf  Datenbankfenster öffnen und die Sequenz auswählen.
Proben-ID	Optionale Einstellungen zum Laden einer Proben-ID-Datei (keine) Es werden keine Einstellungen für die Proben-ID-Datei hinterlegt.

Option	Beschreibung
	<p>Ordner mit Proben-ID Dateien öffnen Nach Laden des Worksheets wird ein Ordner geöffnet, in dem die Proben-ID-Datei bereit liegt. Auf  klicken und den Ordner wählen.</p> <p>Proben-ID Datei laden Beim Laden des Worksheets wird automatisch eine Proben-ID-Datei geladen. Klicken Sie auf  und wählen Sie die Datei aus. Sie können mit den Platzhaltern "*" und "?" auch eine Datei-Maske definieren.</p>
Ergebnisdatei	<p>Optionale Einstellungen zum Speichern der Ergebnisse</p> <p>(keine) Messroutine startet mit Fenster Messstart, in dem der Name der Ergebnisdatei und der Speicherort spezifiziert wird.</p> <p>Datei immer neu erstellen (Zeitstempel anhängen) Ergebnisse einer Messroutine werden jeweils in einer neuen Datei gespeichert. Der Dateiname setzt sich aus einem festen Bestandteil (Name) und dem Zeitstempel der Messung zusammen. Wählen Sie einen Ordner, in dem die Datei gespeichert wird, und geben Sie einen Namen ein.</p> <p>Erstellen und an Datei anhängen Beim ersten Start wird die Ergebnisdatei erzeugt. Bei jedem weiteren Start werden die Ergebnisse in dieser Datei angehängt.</p>
Beschreibung	<p>Im Feld Beschreibung werden zunächst voreingestellt einige Analyseparameter angezeigt, die aus der Methode extrahiert wurden. Sie können diese Angaben frei editieren und so konkrete Hinweise zur Verwendung des Worksheets geben. Die Eingaben erscheinen im Quickstart und im Fenster Worksheets verwalten für ein ausgewähltes Worksheet.</p>
Favorit	<p>Mit einem Klick auf den Stern, können Sie das Worksheet als Favorit markieren:</p> <p>Gelber Stern: Favorit</p> <p>Grauer Stern: Kein Favorit</p>
Inaktiv	<p>Wenn aktiviert, wird das Worksheet nicht im Quickstart angezeigt</p>

Worksheet spezifizieren

- ▶ Um ein neues Worksheet zu erstellen, mit einem Klick auf  in der Symbolleiste das Fenster **Worksheets verwalten** öffnen und dort auf **Neu** klicken.
Alternativ in der Werkzeugleiste auf  klicken.
Das Fenster **Neues Worksheet** erscheint.
- ▶ Eine Methode und eine Sequenz wählen.
Hinweis: In einer Sequenz können weitere Methoden als Aktionen nachgeladen werden.
- ▶ Optional das Speichern der Ergebnisdatei und die Verwendung einer Proben-ID-Datei spezifizieren und die Beschreibung editieren.
- ▶ Das Fenster mit Klick auf **OK** schließen.
 - ✓ Das neue Worksheet erscheint im Fenster **Worksheets verwalten** und kann geladen werden.

Sehen Sie dazu auch

-  Messroutine starten [▶ 77]

2.2 Worksheet editieren

Sie können alle Einstellungen in einem vorhandenen Worksheet editieren.

- ▶ Mit einem Klick auf  in der Symbolleiste das Fenster **Worksheets verwalten** öffnen.
- ▶ Das Worksheet markieren und auf **Ändern** klicken.
- ▶ Das Fenster **Worksheet bearbeiten** erscheint.
- ▶ Analog zum Neuerstellen eines Worksheets die Änderungen vornehmen.
- ▶ Das Fenster **Worksheet bearbeiten** mit Klick auf **OK** schließen.
 - ✓ Der Datensatz des Worksheets wird aktualisiert.

2.3 Worksheet löschen

Sie können ein nicht benötigtes Worksheet löschen.

- ▶ Mit einem Klick auf  in der Symbolleiste das Fenster **Worksheets verwalten** öffnen.
- ▶ Das Worksheet markieren und auf **Löschen** klicken.
 - ✓ Nach einer Rückfrage wird das Worksheet gelöscht.

2.4 Worksheet laden

Ein Worksheet können Sie im **Quickstart** wählen oder im Fenster **Worksheets verwalten** laden.

- ▶ Das Fenster **Worksheets verwalten** mit einem Klick auf  in der Symbolleiste öffnen.
- ▶ Das Worksheet in der Tabelle markieren und auf **Laden** klicken.
 - ✓ Das Worksheet wird geladen und die dazugehörige Sequenz im Hauptfenster angezeigt.

Je nach Worksheet-Konfiguration können Sie nun die mit dem Worksheet geladene Methode und Sequenz mit einer Proben-ID-Datei verknüpfen oder die Messung direkt starten.

Hinweis:

Beim Laden eines Worksheets werden stets die aktuellen Versionen der Methode und der Sequenz verwendet. Wenn Sie eine vom Worksheet abweichende Methode oder Sequenz laden, werden die Einstellungen für die Ergebnisdatei und die Proben-IDs im Worksheet zurückgesetzt.

3 Methoden

In den Methoden sind die für eine Analyse nötigen Parameter gespeichert:

- Auswahl der Analyselinien
- Parameter für die Linienauswertung
- Einstellung des Spektrometers
- Einstellungen des Atomisators
- Art der Probenezufuhr
- Kalibrierparameter
- Statistische Auswertungen
- Einstellungen zur Qualitätskontrolle und Qualitätssicherung
- Einstellungen zur Messwertausgabe

Auf Grundlage einer Methode können Messesequenzen erstellt werden. In den Sequenzen sind die Abfolgen von Probenmessungen und anderen Aktionen innerhalb einer Analyse festgelegt. Gespeicherte Methoden können somit für Analysen mit unterschiedlichen Sequenzen genutzt werden.

Das Fenster **Methode** öffnen Sie mit einem Klick auf  in der Symbolleiste. Die zuletzt aktive Methode wird angezeigt. Wurde nach Start des Programms bis zu diesem Zeitpunkt keine Methode geladen, enthalten die Anzeigen des Fensters die Voreinstellungen oder sind leer.

3.1 Methoden erstellen, speichern und laden

Methoden werden in einer Datenbank gespeichert. Werden die Methodenparameter einer vorhandenen Methode variiert und diese Änderungen mit gleichen Namen gespeichert, wird von der Methode eine neue Version angelegt. Die vorhandene Methode kann also nicht überschrieben und auf diese Weise unabsichtlich gelöscht werden. Sie können Methoden neu erstellen, ändern, speichern und laden. Weiter Funktionen zur Verwaltung von Methoden finden Sie im Fenster **Daten / Datenverwaltung**.

Sehen Sie dazu auch

 Methoden und Sequenzen verwalten [► 157]

3.1.1 Neue Methode erstellen

Beim Erstellen einer neuen Methode können Sie auf Standardeinstellungen, Parameter einer gespeicherten Methode oder aktuelle Methodenparameter zurückgreifen.

- ▶ Den Menüpunkt **Datei | Neue Methode** wählen.

Alternativ auf  klicken, wenn keine Methode aktiviert ist.

- ▶ Eine der drei Optionen im Fenster **Neue Methode** wählen:
 - **Basierend auf Standardwerten:** Das Fenster **Methode** nur mit Voreinstellungen für Kalibrierung und Statistik öffnen.
 - **Basierend auf aktuellen Parametern:** Das Fenster **Methode** mit den aktuellen Methodenparametern öffnen.
 - **Basierend auf gespeicherter Methode:** Im Datenbankfenster der Methoden **Methode öffnen** eine Methode wählen.
- ▶ Auswahl mit **[OK]** bestätigen.
Das Fenster **Methode öffnen** mit den gewählten Voreinstellungen erscheint.

- ▶ Methode auf den verschiedenen Registerkarten spezifizieren und die nötigen Optimierungen vornehmen.
- ▶ Die Methodenparameter mit den Schaltflächen **[OK]** oder **[Übernehmen]** aktivieren.
 - ✓ Sie können jetzt die Methode speichern oder für die nächste Analyse verwenden. Für die Analyse erstellen Sie auf Grundlage der Methode eine Sequenz und füllen Sie optional eine Proben-ID-Tabelle aus. Starten Sie anschließend die Messung.

3.1.2 Methode speichern

Nach Eingabe der Methodenparameter speichern Sie die Methode in der Datenbank. Damit können Sie die Methode zu einem späteren Zeitpunkt für weitere Messungen laden oder in ein Worksheet einbinden. Methoden werden im Fenster **Methode speichern** in der Datenbank gespeichert. Dabei können Sie weitere Daten mit der Methode speichern, um die Methoden zu kategorisieren und leichter auffindbar zu machen.

Elemente im Fenster Methode speichern

Option	Beschreibung
Name	Methodenname
Kat.	Kategorie (drei Zeichen) für eine weitere Kennzeichnung und Sortierung der Methoden Diese Eingabe ist optional.
Tabelle	Übersicht vorhandener Methoden
Sortieren nach	Mit den Optionen in dieser Gruppe können Sie die Methodenliste sortieren. Wenn die Option Nur aktuelle Versionen anzeigen aktiviert ist, wird bei gleichnamigen Methoden jeweils nur neueste Version angezeigt.
Kalibrierkurve(n) speichern	Vorhandene Kalibrierkurven mit der Methode speichern Die Kalibrierkurven können für weitere Analysen verwendet werden.
Beschreibung	Optional nähere Erläuterungen zur Methode eingeben Mit Klick auf ... wird eine Liste mit vordefinierten Bemerkungen geöffnet. Diese Bemerkungen verwalten Sie im Fenster Daten / Vordefinierte Bemerkungen .

Methode speichern

- ▶ Im Fenster **Methode** auf **Speichern** klicken und das Fenster **Methode speichern** öffnen.
Alternativ den Menüpunkt **Datei | Speichern | Methode** wählen.
- ▶ Im Fenster **Methode speichern** den Namen der Methode und weitere Parameter wählen.
- ▶ Einstellungen mit **OK** bestätigen.
 - ✓ Die Methode ist in der Datenbank gespeichert. Bei Verwendung eines vorhandenen Methodennamens wird eine neue Version der Methode in der Datenbank angelegt.

Hinweis: Die Methode wird auch in der Ergebnisdatei der Messung gespeichert. Nach Aufrufen der Ergebnisdatei kann auch die Methode wiederhergestellt werden. Weitere Verwaltungsfunktionen für Methoden stehen im Fenster **Daten / Datenverwaltung** zur Verfügung.

Sehen Sie dazu auch

- 📄 Vordefinierte Bemerkungen erstellen [▶ 164]
- 📄 Methoden und Sequenzen verwalten [▶ 157]

3.1.3 Methode laden

Sie können gespeicherte Methoden laden und auf ihrer Grundlage zusammen mit einer Sequenz eine Messung starten. Methodenparameter können aus der Methodendatenbank oder aus einer vorhandenen Ergebnisdatei geladen werden.

Aus Datenbank laden

- ▶ Das Datenbankfenster mit einer der folgenden Alternativen öffnen:
 - In der Werkzeugleiste auf das Ordner-Symbol  neben dem Feld **Methode** klicken.
 - Menüpunkt **Datei | Methode öffnen** wählen.
 - Das Fenster **Methode** mit Klick auf  öffnen und dort auf **Öffnen** klicken.
- ▶ Optional im Feld **Kat.** die angezeigten Methoden mit Auswahl einer Kategorie einschränken. Zur Anzeige aller Methoden den Eintrag im Feld **Kat.** löschen.
- ▶ Optional die Option **Nur aktuelle Versionen anzeigen** aktivieren, wenn bei Methoden mit mehreren Versionen nur die neueste angezeigt werden soll.
- ▶ In der Liste die Methode markieren und auf **OK** klicken.
 - ✓ Das Fenster **Methode** mit gespeicherten Parametern erscheint.

Aus Ergebnisdatei laden

Aus einer im Hauptfenster angezeigten Ergebnisdatei kann die Methode extrahiert werden. Das geschieht automatisch, wenn die Probeneinzelwerte angezeigt werden.

- ▶ Auf eine beliebige Probe in der Ergebnisliste einen Doppelklick ausführen oder nach Rechtsklick auf eine Probe im Kontextmenü den Punkt **Probeneinzelwerte** wählen.
- ▶ Abfrage, ob die Methodenparameter geladen werden sollen, mit Klick auf **Ja** quittieren.
 - ✓ Die Methode kann jetzt mit Klick auf  geöffnet werden.

3.2 Methodenparameter spezifizieren

Im Fenster **Methode** spezifizieren Sie für eine Analyse die Messparameter und die Parameter für die Ergebnisauswertung.

Das Fenster **Methode** öffnen Sie mit Klick auf .

Schaltflächen im Fenster Methode

Im unteren Bereich des Fensters befinden sich Schaltflächen, die ständig zur Verfügung stehen.

Schaltfläche	Beschreibung
Öffnen	Eine gespeicherte Methode öffnen
Speichern	Die aktuellen Methodenparameter speichern
	Methodenparameter drucken
	Eigenschaften der Methode ansehen
OK	Parameter im Fenster übernehmen und das Fenster schließen
Übernehmen	Parameter im Fenster übernehmen, aber das Fenster offen lassen
Abbrechen	Geänderte Parameter nicht übernehmen und das Fenster schließen

Sehen Sie dazu auch

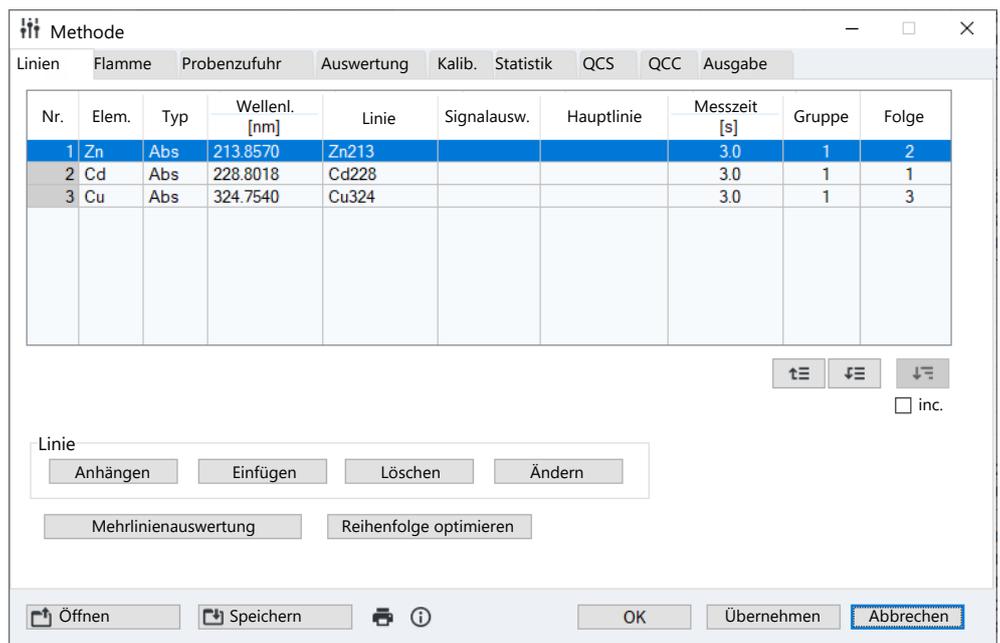
 Häufig verwendete Bedienelemente [▶ 15]

 Probeninformationen und QC-Proben spezifizieren [▶ 76]

3.2.1 Fenster Methode / Linien - Analysenlinien spezifizieren

Im Fenster **Methode / Linien** wählen Sie die Analysenlinien der Methode aus. Bei dieser Auswahl werden die Daten aus dem Kochbuch mit den Voreinstellungen zur Atomisierung der Elemente geladen.

Elemente im Fenster Methode / Linien



Nr.	Elem.	Typ	Wellenl. [nm]	Linie	Signalausw.	Hauptlinie	Messzeit [s]	Gruppe	Folge
1	Zn	Abs	213.8570	Zn213			3.0	1	2
2	Cd	Abs	228.8018	Cd228			3.0	1	1
3	Cu	Abs	324.7540	Cu324			3.0	1	3

Parameter der Linientabelle

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Reihenfolge der ausgewählten Linien in der Tabelle
Elem.	Elementsymbol des zu analysierenden Elements
Typ	Auswahl des Messmodus Abs: Absorptionsbetrieb Ems: Emissionsbetrieb
Wellenlänge	Wellenlänge der Analysenlinie in nm
Linie	Bezeichnung der Analysenlinie In der Voreinstellung setzt sich die Bezeichnung der Linie aus dem Elementsymbol und der Wellenlänge zusammen. Die Bezeichnung kann jedoch frei editiert werden und muss eindeutig sein.
Signalausw.	Auswahl der Signalauswertung Mittelwert: Mittelung der Extinktion über die Integrationszeit Fläche: Peakfläche der Extinktion über die Integrationszeit Höhe: Peakhöhe der Extinktion über die Integrationszeit Die Auswertung Mittelwert verwenden Sie beim Einsatz ausreichender Probenmengen, also bei Flammentechnik und selten bei der Hydridtechnik. Die Auswertungen Fläche und Höhe kommt bei der Atomisierung definierter Probenmengen zum Einsatz. Wählen Sie diese Signalauswertungen bei Einsatz der Graphitrohrtechnik, Hydridtechnik oder Flammentechnik in Verbindung mit einem Injektionsmodul.
Hauptlinie	Anzeige, mit welcher Analysenlinie die aktuelle Linie gleichzeitig gemessen wird (Simultanmessung) Die Gesamtdauer der Analyse kann verkürzt werden, indem nahe zusammen liegende Linien mit einer Spektrometereinstellung erfasst werden. Nach einem Klick auf Mehrlinienauswertung werden die möglichen Kombinationen angezeigt.
Messzeit	Gesamtmesszeit für eine Analysenlinie
Gruppe	Nur Flammentechnik Analysenlinien mit gleicher Gruppennummer werden bei kontinuierlichem Probenfluss gemessen, d.h. während des Anfahrens der nächsten Analysenlinie und Einstellen des Brenners bleibt die Kanüle des Probengebers in der Probe eingetaucht. Damit wird die Verzögerungszeit zwischen den Analysen der einzelnen Elementlinien und damit auch die Gesamtmesszeit verkürzt. Zwischen unterschiedlichen Gruppen taucht der Probengeber aus der Probe auf. Der Probenfluss zum Brenner wird unterbrochen. Elemente sollten unterschiedlichen Gruppen zugeordnet werden, wenn sich Brenngasfluss und Brennerhöhe erheblich ändern. Dann wird die Verzögerungszeit zwischen den Analysen zur Stabilisierung der Flammeneinstellungen genutzt.
Folge	Reihenfolge in der Analyse Die Messreihenfolge kann frei festgelegt werden. Nur Flammentechnik Mit einem Klick auf Reihenfolge optimieren können Sie die Reihenfolge automatisch, nach aufsteigenden Brenngasflüssen geordnet, festlegen.

Schaltflächen in der Gruppe Linien

Mit den Schaltflächen **Anhängen**, **Einfügen** und **Ändern** fügen Sie der Linientabelle weitere Analysenlinien hinzu bzw. editieren Sie eine ausgewählte Linie. Nach einem Klick auf eine dieser Schaltflächen öffnet sich das Fenster **Element/Linie auswählen** für weitere Eingaben. Mit der Schaltfläche **Löschen** löschen Sie eine oder mehrere markierte Analysenlinien aus der Methode.

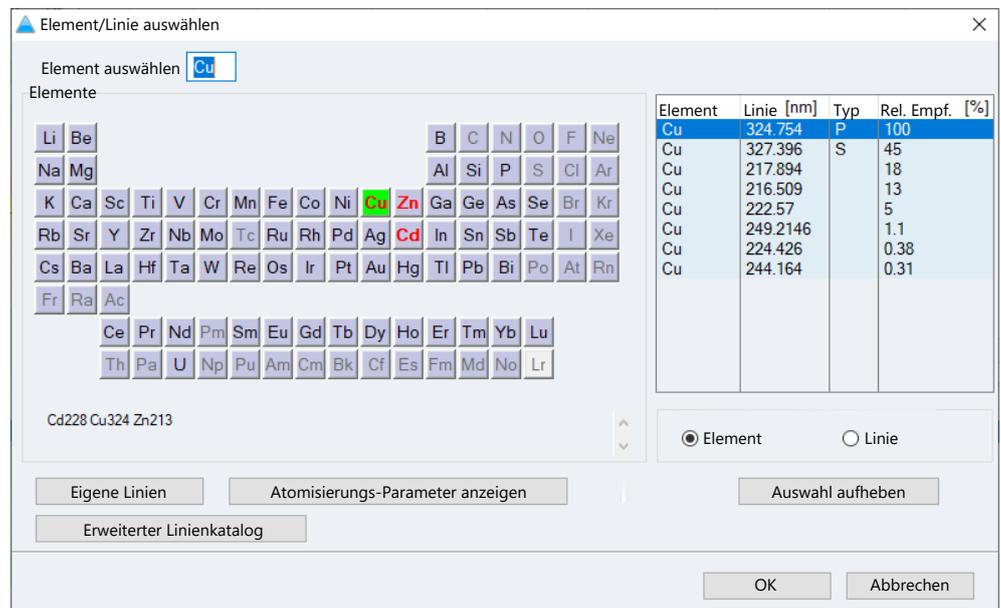
Weitere Schaltflächen

Schaltfläche	Beschreibung
Mehrlinienauswertung	Linien, die in einer Spektrometereinstellung erfasst werden können, können gleichzeitig gemessen werden. Damit verkürzt sich die Messdauer.
Reihenfolge optimieren	Nur Flammentechnik Linien nach aufsteigenden Brenngasflüssen ordnen

3.2.1.1 Analysenlinien in die Linientabelle einfügen

Die Auswahl der Analysenlinien erfolgt im Fenster **Element/Linie auswählen**.

Das Fenster **Element/Linie auswählen** erscheint, wenn Sie im Fenster **Methode / Linien** auf **Anhängen** klicken.



Elemente im Fenster Element/Linie auswählen

Das Periodensystem zeigt alle mit der AAS-Technik analysierbaren Elemente (dunkelgrauen Schaltflächen und schwarzen Elementsymbole). "Ausgegraute" Elemente können nicht mit der AAS-Technik analysiert werden.

Die Linientabelle beinhaltet alle wählbaren Linien mit folgenden Angaben:

Tabellenspalte	Beschreibung
Elem.	Element
Wellenl.	Analysenwellenlängen in nm
Typ	Linientyp P: Primärwellenlänge. Diese Wellenlänge ist die empfindlichste Linie mit der relativen Empfindlichkeit von 100%. S: Sekundärwellenlänge. Die Sekundärwellenlänge hat die zweithöchste Empfindlichkeit. Hinweis: Nicht immer ist die Primärwellenlänge, die für die Messung empfohlene Linie. Hierzu finden Sie nähere Angaben im Kochbuch unter Bemerkungen .
Rel. Empf.	Relative Empfindlichkeit gegenüber der Primärwellenlänge P
Element / Wellenlänge	Die Linientabelle aufsteigend nach chemischen Symbol oder Wellenlänge sortieren
	Kochbuch mit empfohlenen Analyseneinstellungen öffnen

Linien auswählen

- ▶ Im Fenster **Methode / Linien** auf **Anhängen** oder **Einfügen** klicken. Das Fenster **Element/Linie auswählen** erscheint.
- ▶ Im Periodensystem auf ein Elementsymbol klicken. Die dunkelgrauen Schaltflächen sind wählbare Elemente. Damit werden nur die Linien des gewählten Elements in der Linientabelle angezeigt.
Alternativ im Feld **Element auswählen** das Elementsymbol eingeben.
Die Eingabe im Feld **Element auswählen** löschen, um die vollständige Elementliste in der Linientabelle anzuzeigen.
- ▶ In der Linientabelle die Linien markieren.
- ▶ Fahren Sie so fort, bis Sie für jeden Analyten die Linien ausgewählt haben. Verlassen Sie das Fenster mit **OK**.
 - ✓ Die markierten Linien werden in das Fenster **Methode / Linien** übernommen.

Hinweis:

Wählen Sie während der Methodenerarbeitung mehrere Linien für jeden Analyten aus. Nicht immer ist die Primärlinie die geeignete. Informieren Sie sich im Kochbuch über die empfohlenen Atomisierungsparameter und eventuelle Störungen und Interferenzen.

Flammenparameter überprüfen

Klicken Sie bei Verwendung der Flammentechnik auf **Atomisierungs-Parameter anzeigen**, um die Atomisierungsparameter der ausgewählten Linien zu überprüfen. Kombinieren Sie nach Möglichkeit nur Elemente in einer Methode, für die der gleiche Flammentyp empfohlen ist, also entweder mit der Luft/Azetylen-Flamme oder der Lachgas/Azetylen-Flamme. Wenn Sie auf die Methodenseite Linien zurückkehren, können Sie dort mit einem Klick auf Reihenfolge optimieren die Linien automatisch aufsteigend nach Brenngasflüssen ordnen.

Erweiterter Linienkatalog

Die Linienliste enthält nach der Installation eine Vorauswahl von Analysenlinien. Diese kann durch Analysenlinien aus dem erweiterten Linienkatalog ergänzt werden.

- ▶ Auf **Erweiterter Linienkatalog** klicken.
- ▶ In der Liste per Mausclick die Linien markieren.
Mit einem erneuten Mausclick auf eine einzelne Linie die Markierung entfernen. Mit Klick auf **Auswahl aufheben** alle Markierungen entfernen.
- ▶ Mit Klick auf **Hinzufügen** die Auswahl in die Linienliste übertragen.

**HINWEIS**

Die aus dem erweiterten Linienkatalog hinzugefügten Linien können nicht aus dem Standardkatalog entfernt werden.

Eigene Analysenlinien anlegen und editieren

Sie können eigene Analysenlinien anlegen und für die Analyse verwenden.

- ▶ Auf **Eigene Linien** klicken.
- ▶ Im Fenster **Linien editieren** die Daten für die neue Linie eingeben: **Element**, **Wellenlänge** und **Typ**.
- ▶ Die Eingaben mit Klick auf **Hinzufügen** in die eigene Linienliste übertragen.
- ▶ Mit Klick auf **Schließen** die eigenen Linien in die Linienliste des Fensters **Element/Linie auswählen** übernehmen.

Eigenen Linie können editiert und aus der Linienliste wieder entfernt werden.

- ▶ Linie editieren: In der Liste des Fensters **Linien editieren** die Linie markieren, die neuen Liniendaten eingeben und anschließend auf **Ändern** klicken.
- ▶ Linie löschen: Linie markieren und auf **Löschen** klicken.

3.2.1.2 Linien simultan messen

Beim Zusammenfassen von Linien werden im aktuellen Messprogramm Linien gesucht, die gemeinsam mit einer Monochromatoreinstellung vom Detektor aufgenommen und so auch simultan gemessen werden können.

- ▶ Im Fenster **Methode / Linien** auf **Mehrlinienauswertung** klicken.
Das gleichnamige Fenster mit einer Übersicht möglicher Linienkombinationen erscheint.

Elemente im Fenster Mehrlinienauswertung

Im Fenster **Mehrlinienauswertung** werden die möglichen Linienkombinationen aufgelistet. Ein Balkendiagramm zeigt die Lage der Linien auf dem Detektor für die ausgewählte Listenzeile.

Tabellenspalten / Schaltfläche	Inhalt
Kontrollkästchen	Wenn aktiviert, wird die betreffende Linienkombination in der Methode simultan gemessen.
Hauptlinie	Für die Messung der Linienkombination werden die Messparameter der Hauptlinie verwendet. Linie Linienbezeichnung der Hauptlinie Wellenl. Wellenlänge in nm der Hauptlinie
Zusätzliche Linie	Linie Linienbezeichnung der zusätzlich zu analysierenden Linie Wellenl. Wellenlänge in nm der zusätzlich zu analysierenden Linie
Messwellenl.	Messwellenlänge in nm (Mittelpunkt der Detektorzeile)
Aktions-Status	Bemerkungen
Keine Linien zusammenfassen	Alle Markierungen löschen. Es werden keine Linien in der Methode zusammen gemessen.
Priorität der Linien vertauschen	Vertauscht in einer Linienkombination die Hauptlinie und die zusätzliche Linie.

Für eine Linienkombination wird automatisch eine Hauptlinie und die zusätzliche Linie bestimmt. Die zusätzlichen Linien übernehmen die Analysenzeit und die Atomisierungsparameter von der Hauptlinie. Mit Klick auf **Priorität der Linien vertauschen** kann diese Zuordnung umgekehrt werden.

3.2.2 Fenster Methode / Flamme - Flammenparameter spezifizieren

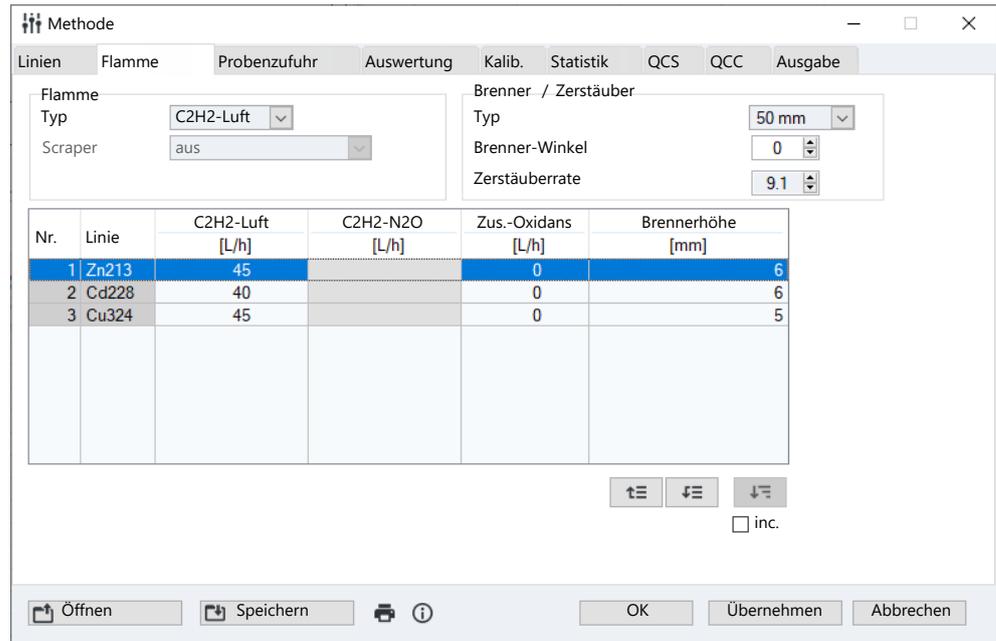
Nur Flammentechnik

Im Fenster **Methode / Flamme** spezifizieren Sie für die Atomisierung in der Flamme folgende Parameter:

- Parameter für Brenner und Zerstäuber
- Flammentyp
- Gasströme
- Verwendung eines Scrapers

Als Voreinstellungen werden zunächst die Daten aus dem Kochbuch geladen.

Das Fenster **Methode / Flamme** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Linienunabhängige Einstellungen

Die linienunabhängigen Parameter sind für alle Elementanalysen mit der aktuellen Methode gleich. Stellen Sie zunächst die Parameter ein, die für die gesamte Methode gültig sind und nicht für die einzelnen Analysenlinien variiert werden können.

Option	Beschreibung
Flamme / Typ	Wahl der Flammenart C2H2-Luft : Acetylen-Luft-Flamme, Brenngasfluss = 40 ... 120 L/h C2H2-N2O : Acetylen-Lachgas-Flamme, Brenngasfluss = 120 ... 180 L/h Dieser Flammentyp ist nur mit Verwendung des 50-mm-Brenners wählbar.
Scraper	Der Scraper wird für den automatischen Analysenablauf für den 50-mm-Brenner mit Acetylen-Lachgas-Flamme aktiviert. Damit wird der Brennerkopf automatisch gereinigt. Der Reinigungsvorgang kann vor jeder Probe, vor jeder Gruppe, vor jeder Linie, vor jeder Messung oder vor jeder 2./3. Messung erfolgen.
Brenner / Typ	Anzeige des verwendeten Brennertyps Der Brenner wird vom Gerät automatisch über den Brennersensor erkannt.
Brenner-Winkel	Winkel des Brenners bezogen auf die optische Achse Der Winkel des Brenners muss manuell am Brenner eingestellt werden (im Regelfall auf 0°). Die Eingabe ist optional und erfolgt hier nur für die Vollständigkeit der Methode und des Protokolls. Durch die manuelle Drehung des Brenners verändern Sie die Empfindlichkeit. Als Faustregel gilt: Bei einer Drehung um 10° sinkt die Empfindlichkeit um den Faktor 2 ... 3. Bei einer Drehung um 90° sinkt die Empfindlichkeit um den Faktor 10.
Zerstäuberrate	Ansaugrate des Zerstäubers Diese Rate ist ein zerstäuberspezifischer Wert. Die Eingabe ist optional und erfolgt hier nur für die Vollständigkeit der Methode und des Protokolls.

Linienabhängige Parameter

In der Tabelle sind die linienabhängigen Parameter der Brenngasflüsse und Brennerhöhen aufgelistet. Die Werte können im Programm zur Flammenoptimierung manuell oder automatisch gesucht und in diese Tabelle der linienabhängigen Flammenparameter übertragen werden. Wenn Sie Zusatzoxidans verwenden, können Sie die Flamme nur manuell optimieren. Alternativ können Sie die Werte manuell editieren.

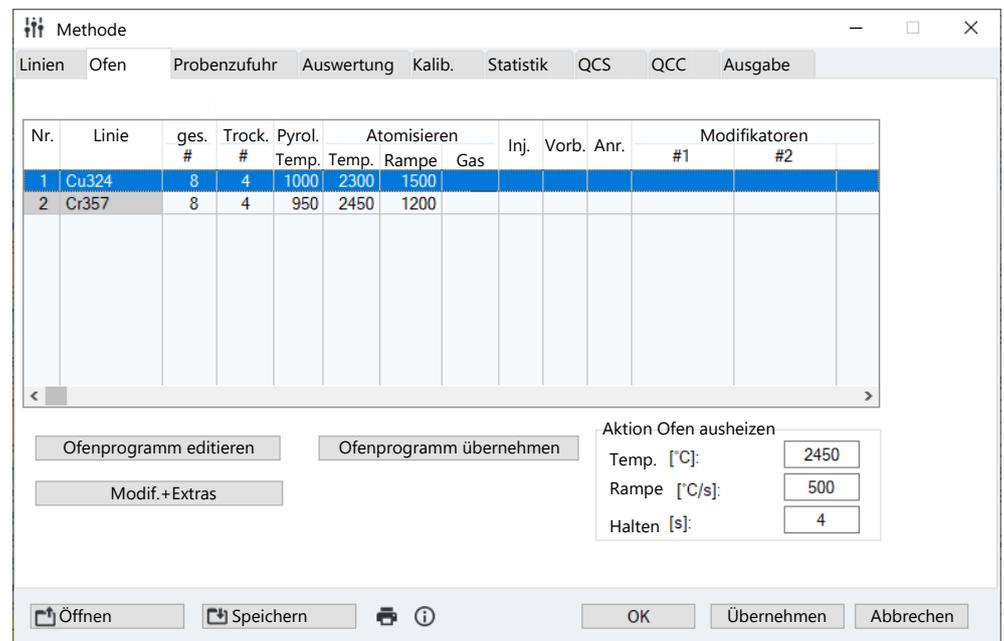
Sehen Sie dazu auch

 Flamme optimieren [▶ 121]

3.2.3 Fenster Methode / Ofen - Parameter für die Atomisierung im Graphitofen spezifizieren

Das Fenster **Methode / Ofen** enthält eine Übersicht über die wichtigsten Parameter der Ofenprogramme für die Atomisierung der zu analysierenden Elemente. Als Voreinstellungen für die Atomisierung der einzelnen Elemente mit Graphitofentechnik sind die Daten der Ofenprogramme aus dem Kochbuch eingetragen. Das Ofenprogramm kann für jede Analyselinie im Fenster **Ofen** editiert werden.

Das Fenster **Methode / Ofen** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Nr.	Linie	ges. #	Trock. #	Pyrol. Temp.	Atomisieren			Inj.	Vorb.	Anr.	Modifikatoren	
					Temp.	Rampe	Gas				#1	#2
1	Cu324	8	4	1000	2300	1500						
2	Cr357	8	4	950	2450	1200						

Über der Tabelle finden Sie die Information, für welche Graphitrohrtyp (Wand oder Plattform) die Methode erstellt wurde. Falls dieser Typ vom initialisierten Typ abweicht, wird dies ebenfalls angezeigt.

Folgende Parameter der Ofenprogramme werden aufgelistet:

Option	Beschreibung
Linie	Name der Analyselinie
ges.	Gesamtanzahl Schritte des Ofenprogramms
Trock.	Anzahl Trocknungsschritte im Ofenprogramm
Pyrol. Temp.	Pyrolysetemperatur in °C
Atomisieren	Detaillierte Anzeige der Temperaturdaten während der Atomisierungsphase
Temp.	Endtemperatur der Atomisierungsphase

Option	Beschreibung
	<p>Rampe Temperaturänderung in der Atomisierungsphase in °C/s</p> <p>Gas Zufuhr von Schutzgas</p>
Inj.	<p>keine Markierung Die Probeninjektion erfolgt vor Beginn des Ofenprogramms.</p> <p>«*» Die Probe wird zu einem späteren Zeitpunkt injiziert.</p>
Vorb.	<p>Thermische Vorbehandlung Wenn markiert, werden Probe oder Modifikatoren thermisch vorbereitet.</p>
Anr.	<p>Wenn markiert, wird die Probe angereichert.</p>
Modifikatoren	<p>Zusätzlich verwendete Modifikatoren Bei jeder Messung können maximal 5 Modifikatoren zugesetzt werden.</p>

Schaltflächen

Schaltfläche	Beschreibung
Ofenprogramm editieren	<p>Das Fenster Ofen / Ofenprogramm öffnen, in dem das vollständige Ofenprogramm abgebildet ist. Die Ofenparameter können für jede zu analysierende Elementlinie angepasst werden.</p> <p>Alternativ können Sie auch mit einem Doppelklick auf die Zeile der Analysenlinie in der Linientabelle das Fenster Ofen / Ofenprogramm öffnen.</p>
Ofenprogramm übernehmen	<p>Überträgt die Parameter der markierten Analysenlinie auf alle in der Liste nachfolgenden Linien.</p>
Modif.+Extras	<p>Das Fenster Ofen / Modif.+Extras zur Spezifikation der verwendeten Modifikatoren</p>

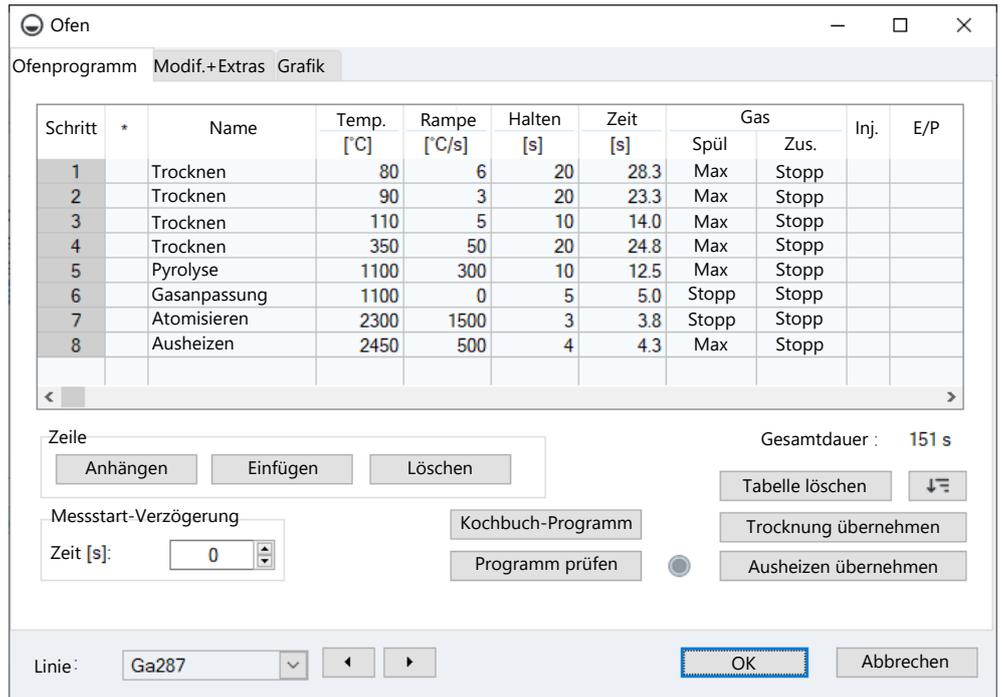
Ofen ausheizen als zusätzliche Aktion in der Sequenz

Der Ofen wird am Ende des Ofenprogramms für eine Elementlinie grundsätzlich zur Reinigung ausgeheizt. Zusätzlich kann als weiterer Reinigungsschritt in der Sequenz die Sonderaktion **Ofen ausheizen** vereinbart werden. Die Parameter für diese Aktion werden im **Aktion Ofen ausheizen** eingegeben.

Option	Beschreibung
Temp.	Zu erreichende Endtemperatur im Ausheizprozess.
Rampe	Geschwindigkeit der Temperaturänderung
Halten	Haltezeit der Endtemperatur

3.2.3.1 Ofenprogramm editieren

Wenn Sie im Fenster **Methode / Ofen** auf die Schaltfläche **Ofenprogramm editieren** klicken, erscheint das Fenster **Ofen / Ofenprogramm** in editierbarer Version.



Tabellenanzeige

Die Tabelle listet für jede Analysenlinie alle zum aktuellen Ofenprogramm gehörenden Schritte mit den zugehörigen Einstellungen für Temperatur, Haltezeit, Gaszufuhr, Verwendung von Modifikatoren und Anreicherung/thermische Vorbehandlung auf. Nach Auswahl einer Analysenlinie werden zunächst die Voreinstellungen für das Kochbuch geladen.

Schaltflächen und Eingabefelder

Option	Beschreibung
Anhängen	Neue Zeile am Ende der Liste einfügen
Einfügen	Neue Zeile vor markierten Listenplatz einfügen
Löschen	Markierte Zeilen löschen
Tabelle löschen	Gesamte Ofenprogrammtabelle löschen
	Die Parameter der markierten Zeile auf alle nachfolgenden Zeilen kopieren
Messstart-Verzögerung	Zeitverzögerte Aufnahme des Messsignals bei Bedarf eingeben Standardmäßig beginnt die Aufnahmen des Messsignals mit Beginn des Ofenprogrammschritts Atomisieren . Durch Eingabe einer Zeit wird der Aufnahmebeginn des Messsignals um diese Zeit verzögert. Funktion wird genutzt, um die Messung erst nach Erreichen der Atomisierungstemperatur auf dem Temperaturplateau zu starten.
Kochbuch-Programm	Ofenprogramm für die markierte Analysenlinie aus dem Kochbuch laden
Programm prüfen	Ofenprogramm prüfen Enthält das Ofenprogramm Fehler, die eine Abarbeitung unmöglich machen, wird der fehlerhafte Schritt in einem Hinweisenfenster angezeigt. Ein Start des Programms ist nicht möglich. Ändern Sie den fehlerhaften Schritt oder ändern Sie das dem Schritt vorangehende Ofenprogramm. Eine mögliche thermische Überlastung des Ofens wird bei Programmstart geprüft, wenn alle Randbedingungen bekannt sind. Sind Temperaturen bzw. Zeiten zu groß gewählt, erscheint nach Programmstart die Fehlermeldung.

Option	Beschreibung
Trocknung übernehmen	Trocknungsparameter der markierten Analysenlinie für alle Analysenlinien übernehmen
Ausheizen übernehmen	Parameter der markierten Analysenlinie zum Ausheizen des Graphitrohrs für alle Analysenlinien übernehmen

Parameter einzelner Ofenprogramm-Schritte spezifizieren

Bei Auswahl der Analysenlinie wird zunächst ein passendes Ofenprogramm aus dem Kochbuch geladen.

- ▶ Mit den Schaltflächen **Anhängen**, **Einfügen** oder **Löschen** weitere Schritte in das Ofenprogramm einfügen oder Schritte löschen.
- ▶ Zum Editieren in eine Tabellenzelle klicken.
Bei einer beschränkten Vorauswahl öffnet sich in der Zelle eine Liste. Zahlen werden direkt im Feld editiert.

Programmschritte

Folgende Schritte können in einem Ofenprogramm programmiert werden:

Schritt	Beschreibung
Trocknen	Verdampfen des Lösemittels in der Probe
Pyrolyse	Thermische Vorbehandlung, bei der die Probe ohne Sauerstoffzufuhr thermisch zersetzt wird
Veraschen	Thermische Vorbehandlung, bei der Probe unter Verwendung eines entsprechend gewählten Zusatzgases (bspw. mit Sauerstoffzufuhr) thermisch zersetzt wird
Atomisieren	Freisetzen der Analytatom
Ausheizen	Abbau von Probenrückständen
Abkühlen	
Gasanpassung	Anpassung des Gasflusses an die Atomisierungsbedingungen

Temperaturparameter

Option	Beschreibung
Temp.	Endtemperatur dieses Schritts Wertebereich: Maximaltemperatur bis 3000 °C in 1 °C-Schritten Minimaltemperatur mindestens 20 °C über der Kühlwasser-Temperatur (vorzugsweise 35 °C) des Umlaufkühlers
Rampe	Aufheizrate zum Erreichen der Zieltemperatur Wertebereich: 1 bis 3000°C/s in 1°C/s-Schritten; FP (Full Power), NP (No Power) sind die jeweils möglichen Grenzzraten
Halten	Haltezeit der Zieltemperatur Wertebereich: 0 bis 999 s abzüglich Aufheizzeit
Zeit	Die Gesamtdauer des Schritts (Summe aus Aufheizzeit und Haltezeit) wird automatisch berechnet.

Gaszufuhr

Option	Beschreibung
Spül	Schutzgasstrom
	Stopp Keine Zufuhr, wirkt 2 s vor Schrittwechsel
	Min Minimale Zufuhrrate (0,1 L/min Ar)

Option	Beschreibung
	Max Maximale Zufuhrate (2,0 L/min Ar)
Zus.	Zusatzgasstrom, z. B. Luft, Stickstoff etc.
	Stopp Keine Zufuhr, wirkt 2 s vor Schrittwechsel
	Max Maximale Zufuhrate (0,5 L/min)

Injektionsschritt/Thermische Vorbehandlung

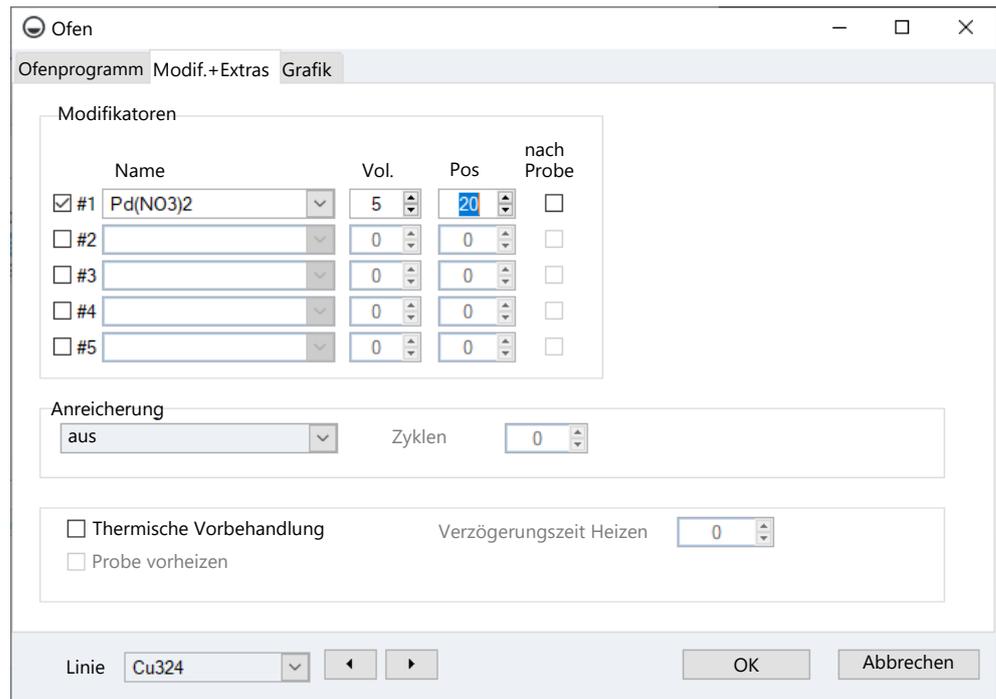
Option	Beschreibung
Inj.	Wenn mit "*" gekennzeichnet, wird die Probe (in der HydrEA-Technik das Gas) erst nach diesem Schritt ins Graphitrohr gebracht (Pipettieren in das vorgewärmte Rohr).
E/P	Nur Lösungsanalytik Anreichern/Thermisch vorbehandeln (Enrichment/Pretreatment) Beim Anreichern wird während des Messzyklusses die Probe bis zum Anreicherungs-schritt vorbehandelt, anschließend das Rohr wieder auf Raumtemperatur gekühlt und das nächste Probenvolumen injiziert. Bei thermischer Vorbehandlung von Analytlösung und/oder Modifikatoren erfolgt diese Vorbehandlung bis zum ausgewiesenen Schritt. Am Ende des Schrittes muss das Graphitrohr heruntergekühlt und die Probe injiziert werden. Die Zahl der Anreicherungszyklen, die Verwendung von Modifikatoren und Art der thermischen Vorbehandlung wird im Fenster Ofen / Modif.+Extras spezifiziert.

Sie können ein Ofenprogramm für eine Analyselinie Software gestützt im Fenster **Ofen / Optimierung** optimieren.

3.2.3.2 Matrixmodifikatoren, Anreicherung und Vorbehandlung spezifizieren

Wenn Sie im Fenster **Methode / Ofen** auf die Schaltfläche **Modif.+Extras** klicken, erscheint das Fenster **Ofen / Modif.+Extras** in editierbarer Version. Sie können folgende Parameter spezifizieren:

- Verwendung und Volumen von Matrixmodifikatoren
- Anreicherung im Graphitrohr durch wiederholtes Pipettieren und Trocknen
- Thermische Vorbehandlung der Probe



Die Verwendung von Modifikatoren zur Matrixabtrennung und die thermische Vorbehandlung werden linienspezifisch eingestellt.

Matrixmodifikatoren

Für die Analyse einer Elementlinie können bis zu 5 verschiedene Modifikatoren spezifiziert werden. Diese werden durch Anklicken des jeweiligen Modifikator-Kontrollkästchens aktiviert. Um Verschleppungsfehler zu vermeiden, erfolgt die Aufnahme der Analysenkomponenten standardmäßig in folgender Reihenfolge:

- Blank (bei Verdünnung)
- Modifikator 1
- Weitere Modifikatoren (falls vereinbart)
- Probenlösung

Die Reihenfolge der Abgabe in das Graphitrohr erfolgt umgekehrt, so dass die Probe zuerst injiziert wird. Mit allen weiteren Komponenten werden Probenrückstände aus dem Dosierschlauch gespült und in das Graphitrohr injiziert. Die Standardreihenfolge von Probe und Modifikatoren kann bei Bedarf geändert werden.

Geben Sie folgende Parameter für die Modifikatoren ein:

Option	Beschreibung
Kontrollkästchen	Modifikator für die Analyse aktivieren
Name	Das Listenfeld enthält die Namen der gebräuchlichsten Modifikatoren. Namen aus der Liste auswählen oder direkt in das Eingabefeld eingeben.
Vol.	Entnahmenvolumen (1 bis 50 µL)
Pos	Position des Modifikators auf dem Probenwechsler
nach Probe	Der Modifikator nach der Probe durch den Probengeber aufgenommen, d.h. vor der Probe in das Graphitrohr injiziert.
Vorb.	Modifikator thermisch vorbehandeln

Anreicherung

Bei einer Anreicherung wird das Ofenprogramm bis zum ausgewiesenen Schritt (Spalte E/P) wiederholt durchlaufen. Dabei wird jeweils die in der Proben-tabelle spezifizizierte Probenmenge injiziert und vorbehandelt, anschließend das Rohr wieder auf Raumtem-

peratur gekühlt und das nächste Probenvolumen injiziert. Auf diese Weise kann eine größere Probenmenge in den Ofen gebracht werden. Das Volumen der Modifikatoren wird nur einmal injiziert.

Folgende Anreicherungsmodi können spezifiziert werden:

Option	Beschreibung
aus	Es erfolgt keine Anreicherung.
Permanent (nur Proben)	Anreicherung bei jeder Probe (ohne Sonderproben wie Standards etc.)
Permanent (inkl. Kalibrierung)	Anreicherung bei jeder Probe inklusive Standards, QC-Proben und Additionsstandards
bei BG-Unterschreitung	Anreicherung nur bei Proben, deren Konzentration die Bestimmungsgrenze unterschreitet
Zyklen	Anzahl der Anreicherungszyklen (2 bis 100) Hinweis: Da neben dem zu messenden Element auch alle Verunreinigungen im Rohr angereichert werden, sollte die Zahl der Anreicherungsschritte bei Realproben in Grenzen gehalten werden.

Thermische Vorbehandlung

Bei thermischer Vorbehandlung von Analytlösung und/oder Modifikatoren erfolgt diese Vorbehandlung bis zum ausgewiesenen Schritt im Ofenprogramm. Am Ende des Schritts werden die restlichen Komponenten in das Rohr injiziert.

Option	Beschreibung
Thermische Vorbehandlung	Es erfolgt eine thermische Vorbehandlung von Modifikatoren oder Probe. Im Bereich Modifikatoren müssen für die vorzubehandelnden Modifikatoren die Kontrollkästchen Vorb. aktiviert werden. Hinweis: Die Vorbehandlungstemperatur des Modifikators kann höher sein als die Pyrolysetemperatur der Probe.
Probe vorheizen	Analytlösung vorbehandeln, danach Modifikatoren und sonstige Komponenten zugeben.
Verzögerungszeit Heizen	Wartezeit zwischen der Zugabe der thermisch zu behandelnden Komponente und der nächsten Komponente



HINWEIS

Nach thermischer Vorbehandlung höher als 300 °C Rohr abkühlen!

Wenn die Temperatur der thermischen Vorbehandlung mehr als 300 °C beträgt, muss vor der Zugabe der restlichen Komponenten in einem zusätzlichen Schritt das Graphitrohr auf unten 300 °C gekühlt werden. Wenn in das heiße Rohr (über 300°C) pipettiert, wird die Schlauchspitze zerstört! Bei höheren Temperaturen gibt es keine Fehlermeldung!

Feststoffanalytik unter Verwendung des Feststoffprobengebers SSA 600

Für die Feststoffanalytik kann lediglich die Zugabe von Matrixmodifikatoren vereinbart werden. Wenn einer der Modifikatoren aktiviert ist, können Name und Volumen festgelegt werden (wie oben).

Beim SSA 600 ohne Flüssigdosierung müssen die Modifikatoren von Hand auf die Probe pipettiert werden. Die Zugabe erfolgt unmittelbar, bevor die Plattform in den Ofen gebracht wird, oder als letzter Schritt einer kompletten Probenvorbereitung mit Hilfe des SSA 600.

Beim SSA 600 mit Flüssigdosierung werden der Modifikator bzw. die flüssigen Proben automatisch pipettiert.

Bei der thermischen Vorbehandlung in der Feststoffanalyse werden die Plattformen zunächst mit den Modifikatoren (z.B. Palladium) vorbehandelt. Dabei wird das Ofenprogramm bis zum Schritt **E/P** abgearbeitet. Danach wird von der beschichteten Plattform die Tara ermittelt und die Probe dosiert. Das Ofenprogramm wird anschließend ab dem Schritt **E/P** fortgesetzt.

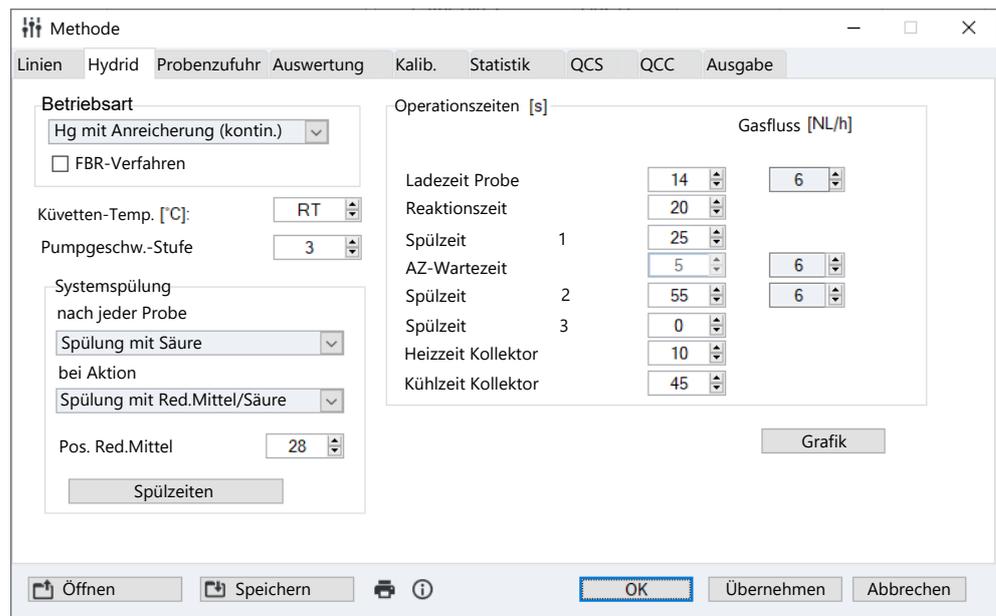
3.2.4 Fenster Methode / Hybrid

Im Fenster **Methode / Hybrid** stellen Sie die Parameter für folgende Hybridsysteme ein:

- HS60A/ HS60
- HS55A/HS55
- HS 60 modular
- HS 55 modular

Das angeschlossene Hybridsystem wird bei der Geräteinitialisierung erkannt. Die Parameter für den Hybridinjektor HS50 werden für die im Fenster **Methode / Probenzufuhr** vereinbart. Die Befehle zum zusätzlichen Spülen oder Laden des Hybridsystems erfolgen im Fenster **Hybridsystem** spezifiziert.

Das Fenster **Methode / Hybrid** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Betriebsart

Der Anwender kann je nach Ausrüstung des Hybrid-Systems zwischen verschiedenen Betriebsarten wählen.

Option	Beschreibung
Hybrid (kontinuierlich)	HS 60 A / HS 60 / HS 60 modular Die Reaktion erfolgt im Reaktor unter kontinuierlichen Bedingungen. Die Probenzufuhr kann mit einem Probengeber oder manuell erfolgen.
Hybrid (Batch)	HS 55 A / HS 55 / HS 55 modular Die Probe wird in den Reaktionsbecher pipettiert (max. 30 mL), dieser wird am Kopf des Batch-Moduls gasdicht geklemmt. Mit dem ersten Kanal der Komponenten-Pumpe wird das Reduktionsmittel in den Reaktionsbecher gefördert. Die schnelle und teils heftige Reaktion setzt gasförmiges Metallhydrid bzw. atomaren Hg-Dampf frei.
FBR-Verfahren	Nur Hg-Analytik im kontinuierlichen Betrieb

Option	Beschreibung
	Fast Baseline Return, FBR Nach Erreichen des Absorptionsmaximums spült der direkte Argon-Gasstrom während der Spülzeit 2 die Küvette frei und lässt das Signal schnell auf die Basislinie zurückkehren.

Küvettemperatur/Pumpgeschwindigkeit

Option	Beschreibung
Küvetten-Temp.	Nur Hydrid-Technik Für die Hydridbildner As, Se, Sn, Sb, Te und Bi kann eine Küvettemperatur zwischen 600 °C und 1000 °C gewählt werden. Für Hg steht RT (Raumtemperatur < 60 °C) oder 150 °C zur Auswahl. Das Heizen auf die gewählte Küvettemperatur erfolgt beim Start des Analysenablaufs oder kann im Fenster Hydridsystem gestartet werden.
Pumpgeschw.-Stufe	Es stehen 4 Geschwindigkeiten (1 ... 4) für den Transport der Probe im kontinuierlichen Betrieb und der Komponenten zur Auswahl. Im kontinuierlichen Betrieb wird daraus zusammen mit der Reaktionszeit die zugeführte Probenmenge bestimmt.

Systemspülung

Für kontinuierlichen Betrieb

Optional kann eine Systemspülung nach jeder Probenmessung und/oder als Aktion vereinbart werden.

Option	Beschreibung
nach jeder Probe	Systemspülung nach jeder Probenmessung aus Das System wird nicht gespült. Spülung mit Säure Nach jeder Probe erfolgt eine Spülung mit verdünnter Säure. Die Zeit wird unter Spülzeit Säure festgelegt. Nach der Hälfte der Spülzeit wird der Probenweg auf Reaktor umgeschaltet. Spülung mit Red.Mittel/Säure Bei stark kontaminiertem System (Proben mit hohem Element-Gehalt) ist dieses Spülverfahren zu empfehlen. Zunächst erfolgt eine Spülung mit Reduktionsmittel über die Zeit Spülzeit Red.-Mittel , anschließend eine Wartezeit (Einwirkzeit), um das Reduktionsmittel auf die Ablagerungen an den Schlauchwänden einwirken zu lassen. Abschließend wird mit verdünnter Säure gespült (Spülzeit Säure).
bei Aktion	Die Systemspülung als Aktion wird in der Sequenz unter Sonderfunktion vereinbart. Dieser zusätzliche Spülschritt kann nach Proben mit hohem Elementgehalt eingefügt werden. Für die Aktion in der Sequenz stehen die Optionen Spülung mit Säure und Spülung mit Red.Mittel/Säure zur Verfügung (siehe oben).
Pos. Red.Mittel	Position des Reduktionsmittels auf dem Probenteller
Spülzeit	Öffnet ein Eingabefenster für die drei Spülzeiten: Spülzeit Säure , Spülzeit Red.-Mittel , Einwirkzeit . Stellen Sie die Zeiten entsprechend den Spüloptionen ein.

Operationszeiten

Je nach gewählter Betriebsart sind die Operationszeiten einzustellen. Alle Operationszeiten werden in Sekunden eingegeben.

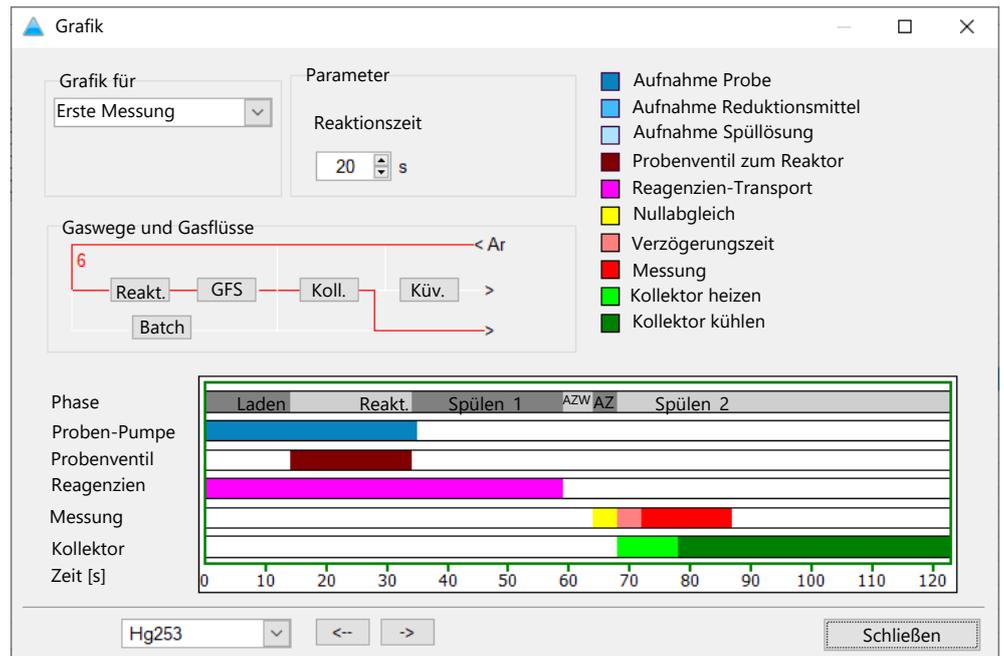
Option	Beschreibung
Ladezeit Probe	Diese Zeit benötigt die Probenpumpe, um den Probenschlauch vor der Zer-Ventilgruppe mit Probe zu füllen. Diese Zeit wird nur für die erste Messung einer neuen Probe benötigt.
AZ-Wartezeit	Zeit unmittelbar vor dem Basislinien-Abgleich (AZ = Auto Zero)
Vorspülzeit	Spülzeit des Bechers mit Argon vor der Reaktion (bei Hydridbildner) Die Vorspülzeit wird zum Austreiben der Luft verwendet, um bei der anschließenden Reaktion eine Knallgasreaktion zu verhindern.
Reaktionszeit	In dieser Zeit pumpt die Probenpumpe die Probe in den Reaktor. Diese Zeit ist der entscheidende Parameter für die zugeführte Probenmenge und die Messempfindlichkeit.
Pumpzeit	In dieser Zeit wird das Reduktionsmittel in den Becher gepumpt, um eine Reaktion herbeizuführen.
Spülzeit 1 ... 3	Diese Zeiten dienen dem Transport des Reaktionsgases mit dem Argonstrom. Die Transportwege sind in den einzelnen Phasen für die Betriebsarten unterschiedlich und können grafisch dargestellt werden.
Heizzeit Kollektor	In dieser Zeit läuft die Heizung, um das angereicherte Quecksilber aus dem Goldkollektor freizugeben.
Kühlzeit Kollektor	In dieser Zeit wird der Goldkollektor gekühlt, um ihn für die nächste Anreicherung bereit zu machen.
Gasfluss	Mit diesem Wert fließt das Argonfluss in den dazugehörigen Phasen. Der Argonfluss gilt so lange, bis ein neuer Gasfluss eingegeben werden kann. Für die unterschiedlichen Betriebsarten kann der Gasfluss unterschiedlich oft umgestellt werden. Die Gaswege für die einzelnen Phasen des Analysenablaufs können der aus der grafischen Darstellung des Analysenablaufs im Hydridsystem entnommen werden. Die Gasflüsse sind in 3 Stufen von 5 bis 15 Liter/Stunde wählbar.

Batch-Parameter

Option	Beschreibung
Probenvolumen	Volumen der im Becher befindlichen Probe
Anreicherungs-Zyklen	Für den Batch-Betrieb mit Hg-Anreicherung auf dem Kollektor Anzahl der Becher, deren Inhalt angereichert wird

Gasflüsse und Analysenabläufe des Hydrid-/HydrEA-Systems grafisch darstellen

Mit Klick auf **Grafik** öffnen Sie die grafische Darstellung der Gaswege für die einzelnen Phasen des Analysenablaufs. In diesem Fenster wird der programmierte Analysenablauf grafisch dargestellt.



Die einzelnen Phasen des Analysenablaufs sind in der Ablaufgrafik farbig dargestellt. Durch Anklicken einer bestimmten der farbigen Fläche einer Phase, erscheinen die zugehörigen Parameter im Bereich **Parameter** und der eingestellte Gasfluss im Bereich **Gaswege und Gasflüsse**. Der Ablauf ist durch die Wahl der Betriebsart bestimmt.

Option	Beschreibung
Grafik für	Wenn eine Probenstatistik vorgesehen ist (Fenster Methode / Statistik), können die unterschiedlichen Abläufe für die erste, weitere und letzte Messung dargestellt werden.
Gaswege und Gasflüsse	Im Flussdiagramm werden die Gaswege des Hybridsystems angezeigt. Die Module Reakt. (Reaktor), GFS (Gas-Flüssig-Separator), Koll. (Goldkollektor), Batch (Batch-Modul) und Küv. (Küvette) Offen sind mit ihren Verbindungsschläuchen (für Argon und Reaktionsgas) dargestellt. Klicken Sie in der Ablaufgrafik auf die Phase, deren Gasstrom Sie anzeigen möchten. Der Gasweg wird rot markiert und der Argon-Fluss numerisch in L/h angezeigt.
Parameter	Die Operationszeiten, Messzeiten und gegebenenfalls die zugehörigen Gasflüsse einer ausgewählten Phase anzeigen und ändern Klicken Sie auf die entsprechende Phase. Name und Zahlenwert der Operations- bzw. Messzeit / Gasfluss werden angezeigt und können geändert werden. Die Ablaufgrafik wird an die geänderten Parameter angepasst.
Linie	Ausgewählte Analyselinie

Sehen Sie dazu auch

📖 Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren [▶ 69]

3.2.5 Fenster Methode / Probenzufuhr - Probenzufuhr spezifizieren

Die Anzeige im Fenster **Methode / Probenzufuhr** unterscheidet sich in Abhängigkeit der verwendeten Atomisierungstechnik.

3.2.5.1 Methodenparameter für Probengeber für Flammen- und Hydridtechnik

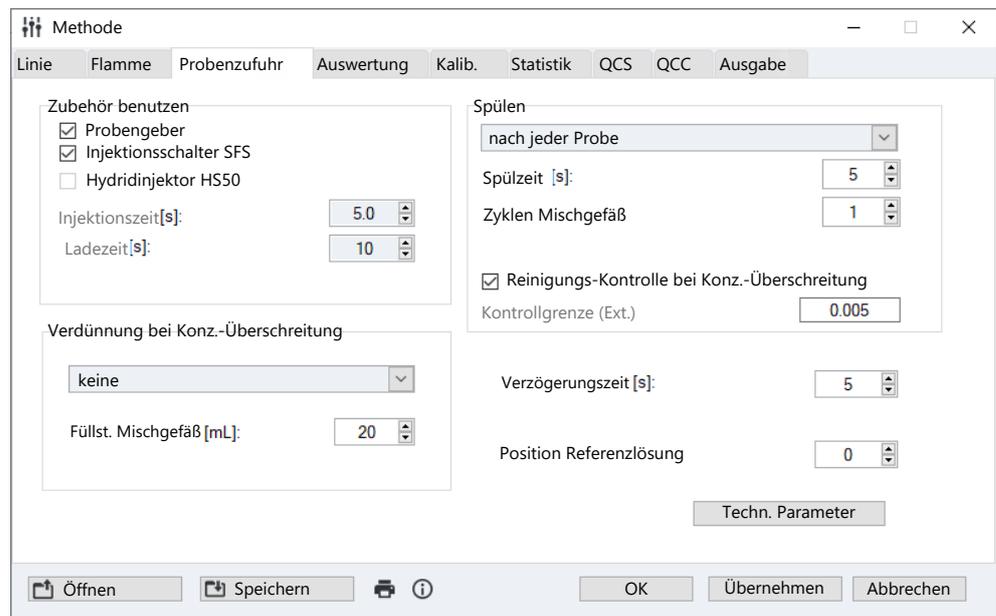
Folgende Probengeber stehen für die Flammentechnik zur Verfügung:

- AS 52s / AS 51s
- AS-FD / AS-F

Im Fenster **Methode / Probenzufuhr** spezifizieren Sie folgende Parameter:

- Verwendung des Probengebers
- Spülmodus und Reinigungskontrolle
- Automatische Verdünnungen während der Analyse
- Verwendung des Injektionsschalters SFS 6 oder des Hydridinjektors HS 50

Das Fenster **Methode / Probenzufuhr** öffnen Sie mit Klick auf .



Zubehör verwenden

Option	Beschreibung
Probengeber	Den angeschlossenen und initialisierten Probengeber verwenden. Wenn deaktiviert, wird die Probe manuell ohne Probengeber zugeführt.
Injektionsschalter SFS	Das Injektionsmodul SFS 6 kann zusammen mit einem Probengeber oder im manuellen Betrieb eingesetzt werden. Das SFS 6 sorgt für reproduzierbare Bedingungen in der Flamme. Es saugt ständig Spül- oder Trägerlösung an und hält den Brenner dadurch auf konstanter Temperatur. Kleine Probenmengen können gegen eine Trägerlösung reproduzierbar vermessen werden. Die folgenden Parameter sind aktiv, wenn im Fenster Methode / Linien als Signalauswertung die Optionen Fläche oder Höhe gewählt wurden. Injektionszeit In dieser Zeit öffnet das Ventil des SFS 6 den Probenweg, um die Probe zu zerstäuben und das Aerosol zum Brenner zu transportieren. Die Zeit richtet sich nach der höchsten zu erwarteten Konzentration. Typische Werte: 0,5 ... 2,0 s. Ladezeit In dieser Zeit wird der Probenansaugweg zwischen Probe und Injektionsmodul mit neuer Probe gefüllt. Das SFS 6 ist auch für die Verarbeitung von zeitkonstanten Signalen (Mittelwert-Integration) einsetzbar.

Option	Beschreibung
Hydridinjektor HS50	<p>Der Hydridinjektor HS 50 ist ein rein pneumatisches Batch-System für den manuellen Betrieb. Es besteht aus Batch-Einrichtung und Küvettenhalter mit Quarzküvette. Die Reduktionsmittellösung wird pneumatisch von der Vorratsflasche in den Reaktionsbehälter transportiert. Die Quarzküvette wird durch die Flamme geheizt.</p> <p>Der HS 50 arbeitet mit den Signalauswertungen Fläche oder Höhe. Der Messablauf gliedert sich in die Abschnitte: Vorspülen – Nullabgleich – Reaktion/Integration.</p> <p>Reaktionszeit Während der Reaktionszeit wird Reaktionsmittel in den Reaktionsbecher transportiert. Mit Beginn der Reaktionszeit beginnt gleichzeitig die Messwertaufnahme. Die Integrationszeit muss so lang gewählt werden, dass in der Zeitspanne das gesamte Signal erfasst wird.</p> <p>Vorspülzeit Während der Vorspülzeit wird der Reaktionsbecher von Luft freigespült. Das Vorspülen entfällt bei der Hg-Bestimmung, weil der Argonfluss bereits Hg aus der Probe austreibt.</p> <p>Probenvolumen: Eingesetztes Probenvolumen</p>

Verdünnung bei Konzentrationsüberschreitung

Mit den Probengebern AS-FD und AS 52s können Sie Proben automatisch verdünnen. Hier in der Methode können Sie den Füllstand im Mischgefäß festlegen und eine automatische Verdünnung bei Konzentrationsüberschreitungen aktivieren.

Bei der Verdünnung bei Konzentrationsüberschreitung wird die gemessene Konzentration der Proben überprüft. Überschreitet die Konzentration den Messbereich der Kalibrierkurve um mehr als 10 %, wird die Probe im Mischgefäß verdünnt. Die Volumina werden im Programm in Abhängigkeit vom Extinktionswert der unverdünnten Lösung berechnet. Das berechnete Analytvolumen wird in das Mischgefäß gebracht und das Mischgefäß bis zum eingegebenen Füllstand mit Verdünnungslösung aus der Vorratsflasche aufgefüllt.

Option	Beschreibung
Verdünnung bei Konz.-Überschreitung	<p>keine Die automatische Verdünnung ist deaktiviert.</p> <p>im Mischgefäß Die Verdünnung erfolgt wie oben beschrieben.</p>
Füllst. Mischgefäß	Auf diesen Füllstand wird das Mischgefäß mit Verdünnungslösung aufgefüllt. Der hier eingegebene Wert wird auch für die individuelle Verdünnung von Proben verwendet.

Hinweis: Die individuelle Verdünnung von Proben definieren Sie im Fenster **Proben-ID**.

Spülen und Reinigungskontrolle

Während der Abarbeitung einer Mess-Sequenz können Sie Spülschritte zur Reinigung der Probenwege im Gerät und im Zubehör vereinbaren.

Überschreitet die Konzentration der Probe den Messbereich der Kalibrierkurve um mehr als 10 %, kann das Brenner-Zerstäuber-System (Flammentechnik) oder das Hydridsystem (Hydridtechnik) gespült werden, um Kontaminationen aus der vorangegangenen Messung zu entfernen. Während der Spülung wird zur Kontrolle des Reinigungsergebnisses die Extinktion/Emission gemessen. Die automatische Reinigungskontrolle wird nach der Messung von hochkonzentrierten Proben empfohlen, insbesondere bei aktiviertem Modus **Verdünnung bei Konz.-Überschreitung**.

Option	Beschreibung
Spülmodus	<p>aus Die automatische Spülung ist deaktiviert.</p>

Option	Beschreibung
	nach jeder Probe Die Spülung erfolgt nach jeder Probe, aber nicht innerhalb einer Statistikserie.
Spülzeit	In dieser Zeit wird Spülmittel aus dem Spülgefäß angesaugt. Dabei werden der Schlauchweg und das Brenner-Zerstäubersystem gespült.
Zyklen Mischgefäß	Anzahl der Spülzyklen für das Mischgefäß In einem Spülzyklus wird das Mischgefäß mit Spülflüssigkeit / Verdünnungslösung gefüllt und wieder geleert.
Reinigungs-Kontrolle	Bei Konzentrationsüberschreitungen erfolgt automatisch eine kontrollierte Reinigung.
Kontrollgrenze (Ext.)	Auf diesen Wert muss der Signalpegel während der Spülung zurückgegangen sein, bevor die verdünnten Proben oder Proben mit geringerer Konzentration vermessen werden.

Hinweis: Eine Reinigungskontrolle kann auch in der Sequenz vereinbart werden.

Spülablauf des Probengebers

Zur Spülung von Probenansaugweg und Brenner-Zerstäuber-System taucht der Probengeberarm mit der Kanüle in das Spülgefäß des Probengebers. Eine Membranpumpe stellt aus der Vorratsflasche Spülflüssigkeit für den Zeitraum des Eintauchens zur Verfügung. Die Pumprate ist größer als die Ansaugrate des Zerstäubers bzw. die Pumprate des Hydridsystems. Der gesamte Probenweg wird gespült (Kanüle, Probenschlauch, Injektionsmodul SFS6 und das Brenner-Zerstäubersystem). Die überflüssige Spülflüssigkeit fließt in die Abfallflasche ab.

Bei der Spülung des Mischgefäßes des AS 52s und AS-FD wird in einem Spülzyklus das Mischgefäß mit Spülflüssigkeit/Verdünnungslösung gefüllt und wieder geleert.

Verzögerungszeit

Die Verzögerungszeit wird benötigt, um die Probe zur Atomisierungseinheit (z.B. Flamme oder Reaktionskammer im Hydridsystem) zu transportieren. Abhängig von der Länge der Ansaugstrecke zwischen Probe und Zerstäuber muss die Verzögerungszeit der Messung angepasst werden.

- ▶ Stellen Sie die Zeit im Feld **Verzögerungszeit** ein. Wenn Sie im Fenster **Methode/ Statistik** eine Pseudomessung vereinbaren, verwenden Sie die folgenden Zeiten. Wenn Sie keine Pseudomessung aktivieren, verlängern Sie die angegebenen Zeiten um 3 s.

Zubehör / mit aktivierter Pseudomessung	Zeit
Kurze Ansaugkapillare bei manuellem Arbeiten	8 s
Standardansaugkapillare bei manuellem Arbeiten	12 s
Injektionsmodul SFS bei manuellem Arbeiten	18 s
Probengeber ohne Injektionsmodul	18 s
Probengeber mit Injektionsmodul	20 s

Weitere Schaltflächen / Optionen

Option / Schaltfläche	Beschreibung
Position Referenzlösung	Position der Referenzlösung auf dem Probensteller Hinweis: Alle weiteren Probenpositionen legen Sie in der Sequenz oder der Proben-ID fest.
Techn. Parameter	Fenster Probengeber / Techn. Parameter öffnen Hier können Sie weitere Parameter des Probengebers, wie z. B. die Eintauchtiefe in die Probengefäße und die Dosiergeschwindigkeit, spezifizieren.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Technische Parameter der Probengeber für Flammentechnik [▶ 136]
- 📖 Probeninformationen und QC-Proben spezifizieren [▶ 76]
- 📖 Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren [▶ 69]

3.2.5.2 Methodenparameter für Probengeber für Graphitofentechnik (Lösungsanalytik)

Für die Probenzufuhr im Graphitofen muss einer der folgenden Probengeber verwendet werden:

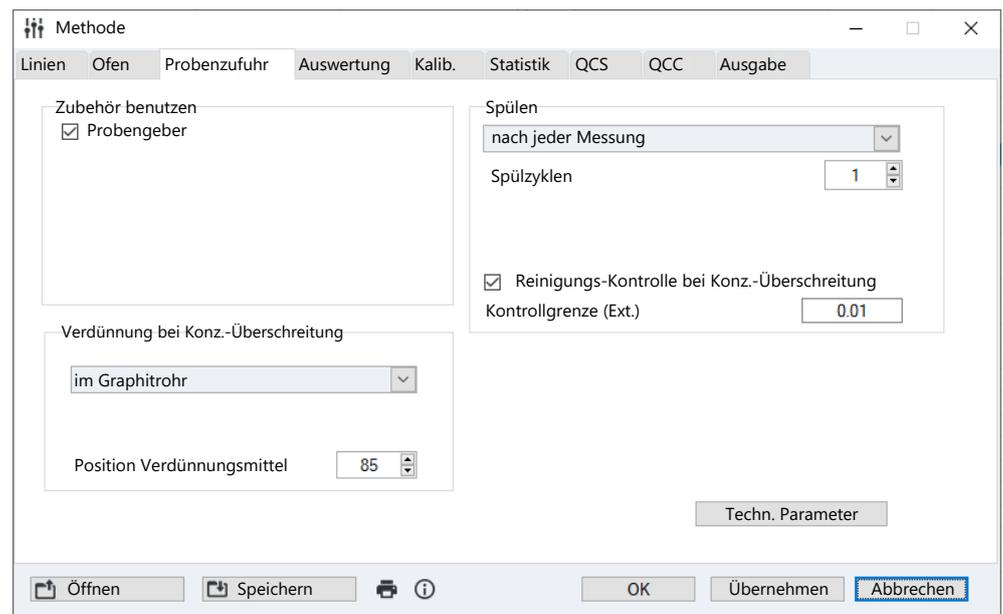
- MPE 60 oder MPE 60/2
- AS-GF

Im Fenster **Methode / Probenzufuhr** spezifizieren Sie folgende Parameter für diese Probengeber:

- Verwendung des Probengebers
- Spülmodus
- Automatische Verdünnung während der Analyse

Die Option **Probengeber** muss bei der Graphitofentechnik für Lösungsanalytik immer aktiviert sein.

Das Fenster **Methode / Probenzufuhr** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Mit Probengeber automatisch verdünnen

In Verbindung mit der MPE 60 kann eine automatische Probenverdünnung ausgeführt werden. Die individuellen Verdünnungsfaktoren für jede Probe stellen Sie im Fenster Proben-ID ein. In der Methode legen Sie allgemeine Parameter (Modus und Position des Verdünnungsmittels) für die Verdünnung fest.

Außerdem können Sie Parameter für eine automatische Verdünnung bei Konzentrationsüberschreitung spezifizieren. Überschreitet dabei die Konzentration der Probe den Messbereich der Kalibrierkurve um mehr als 10%, wird die Probe verdünnt. Der maximal erreichbare Verdünnungsfaktor wird durch das minimale exakt zu dosierende Injektionsvolumen von 2 µl begrenzt.

Eine Verdünnung im Mischgefäß ist nur bei der MPE 60 möglich. Bei den Probengebern MPE 60/2 und AS-GF erfolgt eine Analytreduzierung direkt im Graphitrohr. Zusätzlich können unbenutzte Probengefäße für die Verdünnung bei Konzentrationsüberschreitung verwendet werden.

Option	Beschreibung
keine	Die Probe wird nicht verdünnt.
im Graphitrohr	Das Probenvolumen wird entsprechend dem Verdünnungsfaktor reduziert und in das Graphitrohr gebracht. Der zum ursprünglichen Probenvolumen fehlende Rest wird durch Verdünnungsflüssigkeit ergänzt.
durch Volumenreduzierung	Das Probenvolumen wird entsprechend dem Verdünnungsfaktor reduziert und in das Graphitrohr gebracht. Der zum ursprünglichen Probenvolumen fehlende Rest wird nicht ergänzt.
im Mischgefäß	Nur MPE 60 Die Verdünnung erfolgt im Mischgefäß. Das Volumen wird immer auf 500 µL aufgefüllt.
in Probengefäßen	Die Verdünnung erfolgt in unbenutzten Probengefäßen, deren Anzahl und Startposition auf dem Teller unter Anz. Mischgefäße ausgewählt wird. Das Auffüllvolumen wird unter Füllst. in Mischpositionen spezifiziert. Die verwendeten Positionen müssen nach Ersetzen der Probengefäße für die weitere Verwendung im Fenster Probengeber / Techn. Parameter mit der Option Mischgefäße leeren zurückgesetzt werden.
Position Verdünnungsmittel	Position des Verdünnungsmittels auf dem Probenteller auswählen.

Spülschritte spezifizieren

Während der Abarbeitung einer Messsequenz können Sie Spülschritte zur Reinigung der Probenwege im Zubehör spezifizieren.

Option	Beschreibung
Spülmodus	aus Spülung ist ausgeschaltet. Es wird nicht automatisch gespült. nach jeder Messung Spülung nach jedem Statistik-Run nach jeder Komponente Spülung nach Überführung jeder Komponente (Modifikator, Standard, Probe, usw.) ins Graphitrohr
Spülzyklen	Anzahl der Spülzyklen pro Spülung, 1 ... 5
Zyklen Mischgefäß	Nur MPE 60 Anzahl der Spülzyklen für das Mischgefäß In einem Spülzyklus wird das Mischgefäß mit Spülflüssigkeit / Verdünnungslösung gefüllt und wieder geleert.

Kontrollierte Reinigung

Wenn Proben analysiert werden, die zu einer Überschreitung des Arbeitsbereichs der Kalibrierkurve um mehr als 10 % führen, dann kann das Graphitrohr ausgeheizt werden, um Kontaminationen aus der vorangegangenen Messung zu entfernen. Während der Reinigung wird zur Kontrolle des Reinigungsergebnisses die Extinktion gemessen. Die automatische Reinigungskontrolle wird nach der Messung von hochkonzentrierten Proben und bei aktivierter Option **Verdünnung bei Konz.-Überschreitung** empfohlen.

Option	Beschreibung
Reinigungs-Kontrolle bei Konz.-Überschreitung	Bei Konzentrationsüberschreitungen erfolgt automatisch eine kontrollierte Reinigung.
Kontrollgrenze (Ext.)	Auf diesen Wert muss der Signalpegel während der Reinigung zurückgegangen sein, bevor die verdünnten Proben oder Proben mit geringerer Konzentration gemessen werden

Hinweis

Eine Reinigungskontrolle kann auch in der Sequenz, unabhängig von einer vorliegenden Konzentrationsüberschreitung, spezifiziert werden.

Spülung des Probengebers

Nach der Aufnahme der Proben bzw. anderer Flüssigkeiten wird der Dosierschlauch mit der im Vorratsgefäß befindlichen Spülflüssigkeit (deionisiertes Wasser, leicht angesäuert mit 0,1 N HNO₃) automatisch gereinigt. Dabei wird die Spülflüssigkeit von der Vorratsflasche durch den Dosierschlauch gepumpt und in das Spülgefäß des Probengebers abgegeben.

Parameter Eintauchtiefe und Dosiergeschwindigkeit

Die Parameter des Probengebers bezüglich der Eintauchtiefe in die verschiedenen Gefäße und Dosiergeschwindigkeiten werden im Fenster **Probengeber / Techn. Parameter**. Das Fenster kann hier mit Klick auf **Techn. Parameter** geöffnet werden.

Sehen Sie dazu auch

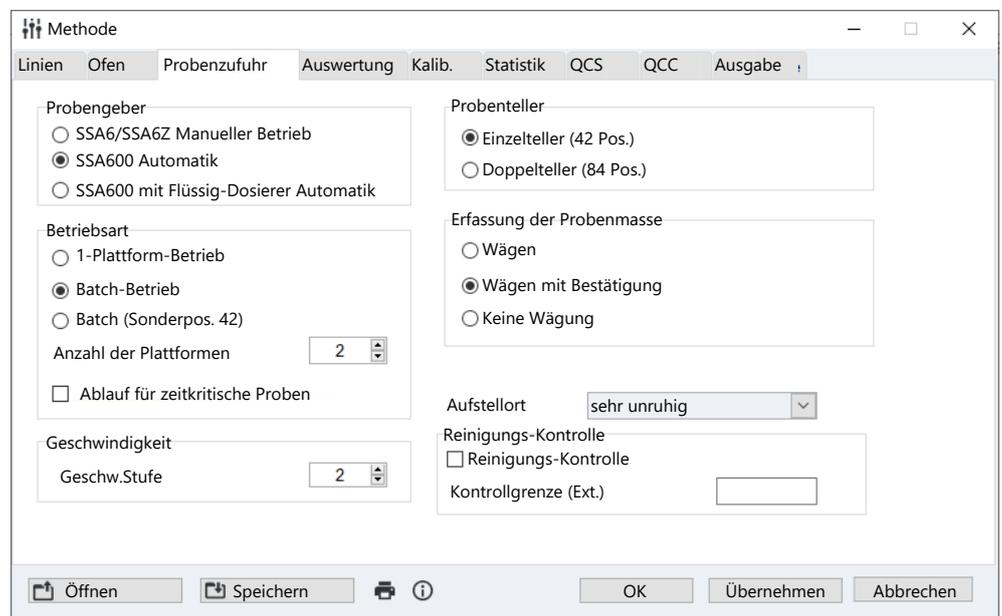
-  Technische Parameter der Probengeber für Graphitofentechnik [▶ 144]
-  Probeninformationen und QC-Proben spezifizieren [▶ 76]
-  Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren [▶ 69]

3.2.5.3 Methodenparameter für Probengeber für Feststoffanalytik

Im Fenster **Methode / Probenzufuhr** spezifizieren Sie dafür folgende Parameter:

- Die Verwendung der Feststoffprobengeber SSA 600 oder SSA 6 (z)
- Betriebsart – Analysenablauf
- Probengebermodifikationen

Das Fenster **Methode / Probenzufuhr** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Probengeber

Option	Beschreibung
SSA6/SSA6Z Manueller Betrieb	Manuellen Probengeber SSA 6 (z) Bei der Verwendung des manuellen Probengebers SSA 6 sind keine weiteren Optionen zur Probenzufuhr spezifizieren. Die Proben müssen separat gewogen und die Probenmassen im Hauptfenster auf der Karte Feststoff eingetragen werden.

Option	Beschreibung
SSA600 Automatik	Automatischen Feststoffprobengeber SSA 600
SSA600 mit Flüssig-Dosierer Automatik	Automatischen Feststoffprobengeber SSA 600 mit integrierter Dosierautomatik für flüssige Komponenten (Standards und/oder Modifikatoren)

Für den Probengeber SSA 600 spezifizieren Sie in diesem Fenster den Ablauf der Probenzufuhr näher.

Option	Beschreibung
Betriebsart	<p>1-Plattform-Betrieb Die Analyse wird nur mit einer einzigen Plattform ausgeführt, die immer wieder neu bestückt wird. Die Plattform liegt auf der Tellerposition 1. Während des Analysenablaufes werden alle notwendigen Schritte (Tariere, Dosieren, Wägen, Flüssig-Dosierung) mit dieser Plattform durchgeführt.</p> <p>Batch-Betrieb Während der Analyse wird mit mehreren Plattformen gearbeitet. Je nach Einstellung kann die Analyse automatisiert werden.</p> <p>Batch (Sonderpos. 42) Während der Analyse wird mit mehreren Plattformen gearbeitet. Je nach Einstellung kann die Analyse automatisiert werden. Für Proben, die keiner Wägung bedürfen z.B. Kal.-Null oder flüssige Standards, wird die Position 42 auf dem Probenteller verwendet. Zu diesem Zweck muss dort eine leere Plattform liegen, auf die bei Bedarf die Proben pipettiert werden.</p> <p>Anzahl der Plattformen Für Batch-Betrieb und Batch (Sonderpos. 42) Anzahl verwendeter Plattformen und damit verfügbare Anzahl Probenpositionen</p>
Ablauf für zeitkritische Proben	<p>Verhalten des Probengebers bei der Vorbereitung der Proben und bei der Dosierung</p> <p>Wenn aktiviert, werden die Plattformen erst direkt vor der Messung mit Proben bestückt. Dadurch wird verhindert, dass Proben sich bei längeren Standzeiten auf dem Probenteller verflüchtigen oder durch hohe Adhäsion über die Plattform "kriechen", wie es zum Beispiel bei Ölen der Fall ist. Dieser Modus erfordert die ständige Anwesenheit des Anwenders.</p> <p>Wenn deaktiviert, werden alle verfügbaren Plattformen vor dem Mess-Start vorbereitet. Alle Handlungen, die die Anwesenheit des Nutzers erfordern (Probenaufgabe oder manuelles Pipettieren von Modifikatoren), werden dabei gebündelt ausgeführt. Das AAS-Gerät kann in diesem Modus ohne die ständige Anwesenheit des Anwenders messen.</p>
Geschwindigkeit	Die Geschwindigkeit der Bewegungen des SSA600 kann in 3 Stufen eingestellt werden. Empfohlene Stufe: 2
Probenteller	Anzahl aufeinandergelegter Teller
Erfassung der Probenmasse	<p>Wägen Nach der Wägung des dosierten Feststoffs wird die Einwaage übernommen ohne eine Rückfrage, ob das Gewicht akzeptiert wird.</p> <p>Wägen mit Bestätigung Nach jeder Feststoffwägung wird das Wägeregebnis angezeigt. Der Anwender kann mit Betätigung der grünen Taste (Taste am Probengeber oder OK im Wägefenster auf dem Bildschirm) signalisieren, dass er mit der Einwaage zufrieden ist. Mit Betätigen der orangefar-</p>

Option	Beschreibung
	<p>benen Taste (Taste am Probengeber oder Wiederholen im Wägefenster) wird die Plattform zur Dosierposition zurück gebracht, die Dosierung verändert und anschließend erneut gewogen.</p> <p>Keine Wägung In diesem Wägemodus sind keine Konzentrationsmessungen möglich. Er dient lediglich zur qualitativen Analyse von festen Proben.</p>
Aufstellort	<p>Je nach Störfaktoren (insbesondere Erschütterungen) die Präzision der eingebauten Mikrowaage einstellen</p> <p>Scheint die Wägezeit zu lange, kann durch eine andere Einstellung des Aufstellortes diese zu Ungunsten der Präzision verkürzt werden.</p>
Reinigungs-Kontrolle	<p>Bei Konzentrationsüberschreitung erfolgt automatisch eine kontrollierte Reinigung.</p> <p>Wenn Proben analysiert werden, die zu einer Überschreitung des Arbeitsbereichs der Kalibrierkurve um mehr als 10 % führen, wird das Graphitrohr und die Probenplattform ausgeheizt, um Kontaminationen aus der vorangegangenen Messung zu entfernen. Während der Reinigung wird zur Kontrolle des Reinigungsergebnisses die Extinktion gemessen.</p> <p>Hinweis: Eine Reinigungskontrolle kann auch in der Sequenz, unabhängig von einer vorliegenden Konzentrationsüberschreitung, spezifiziert werden.</p>
Kontrollgrenze (Ext.)	<p>Auf diesen Wert muss der Signalpegel während der Reinigung zurückgegangen sein, bevor Proben mit geringerer Konzentration gemessen werden.</p>

3.2.6 Fenster Methode / Auswertung - Spektralbereich und Untergrundkorrekturen spezifizieren

Im Fenster **Methode / Auswertung** definieren Sie die linienspezifischen Auswerteparameter zur Ermittlung der Messergebnisse aus dem Spektrum.

Das Fenster **Methode / Auswertung** öffnen Sie mit Klick auf .

Linienabhängige Parameter für die Signalauswertung

Option	Beschreibung
Linie	Name der Elementlinie
Signal / Glättung	<p>Nicht für Flammtechnik</p> <p>aus: Signale werden nicht geglättet.</p> <p>schwach: Signale werden schwach geglättet, z.B. für die Rauschunterdrückung.</p> <p>stark : Signale werden stark geglättet.</p>
Spektr.bereich	<p>Anzahl Pixel zur Aufnahme eines Spektrums (max. 200)</p> <p>Nur die angegebene Anzahl Pixel der CCD-Zeile wird ausgelesen und gespeichert. Dadurch kann die Rechenzeit in der Auswertung und das gespeicherte Datenvolumen optimiert werden.</p>
Ausw.pixel	<p>1 ... 19 Pixel</p> <p>Anzahl Pixel, die zur Auswertung des Absorptionssignals herangezogen werden und aus denen schließlich die Messwerte gebildet werden. Die Extinktionen der Auswertepixel werden summiert. Auf diese Weise können Analysungenauigkeiten, die durch eine Peaklage zwischen zwei Pixeln verursacht würden, eliminiert werden. Im Er-</p>

Option	Beschreibung
	<p>gebnis könnte theoretisch deshalb auch eine Extinktion bis 9 als Messergebnis erscheinen. Empfohlene Anzahl Auswahlpixel: 3</p> <p>Höhe Interpolation des Peakmaximums</p> <p>Benutzerdef. Freie Auswahl der Auswertungspixel, z.B. für die Auswertung von Multipletts. Eingabebeispiel: 50,120-130 bildet die Summe über die Messwerte der Pixel 50 und 120 bis 130.</p>
Untergrundkorrektur	<p>IBC Iterative Basislinienkorrektur. Diese Untergrundkorrektur erfordert ein Referenzspektrum in der Sequenz.</p> <p>IBC-m Iterative Basislinienkorrektur für breitbandige Strukturen (Molekülab-sorptionen). Diese Untergrundkorrektur erfordert ein Referenzspektrum in der Sequenz.</p> <p>ohne Referenz Die Untergrundkorrektur erfordert kein Referenzspektrum.</p> <p>mit Referenz Die Untergrundkorrektur erfordert ein Referenzspektrum in der Sequenz.</p>
Perm.Strukt.	<p>Permanente Strukturen eliminieren</p> <p>Das Verfahren erfordert ein Referenzspektrum. Permanente Strukturen sind Banden, die in Referenz- und Probenspektrum in unterschiedlicher Intensität vorhanden sein können, jedoch nicht durch das zu analysierende Element verursacht werden. Meist werden diese Strukturen durch Molekülschwingungen, z.B. aus der Lachgasflamme, verursacht.</p> <p>aus: Die Korrektur permanenter Strukturen nicht ausführen. ein: Permanente Strukturen korrigieren.</p>
Anpassung	<p>Pixel für die Untergrundkorrektur anpassen</p> <p>dynam. Die Pixel für die Untergrundkorrektur werden automatisch durch die Software gefunden.</p> <p>statisch Die Pixel für die Untergrundkorrektur werden durch den Nutzer in der Spalte Pixelpos. vorgegeben.</p>
Pixelpos.	<p>Lage der Pixel bei statischer Anpassung der Untergrundkorrektur Geben Sie die Pixelnummern für die Untergrundkorrektur ein. In der Statuszeile finden Sie dazu eine Beispieleingabe.</p>

Schaltflächen

Schaltfläche	Beschreibung
Spektrale Korrekturen	<p>Das Fenster Spektrale Korrekturen erscheint. Vorhandene Korrekturmodelle können ausgewählt oder neue Modelle erstellt werden.</p> <p>Hinweis: In der Anzeige der Linienspektren können Pixel anhand der grafischen Darstellung für die Untergrundkorrektur ausgewählt und in die Methode übertragen werden.</p>
Signalschwächung	<p>Das Fenster Signalschwächung erscheint. Bei der Signalschwächung werden nur Pixel links und rechts vom Peakmaximum für die Signalbildung berücksichtigt. Das Signal des Peakpixels und, je nach Schwächungsstufe, seiner angrenzenden Pixel wird "ausgeschnitten". Je höher die Stufe der Signalschwächung gewählt wird, umso weiter liegen</p>

Schaltfläche	Beschreibung
	<p>die ausgewerteten Signalflächen vom Peakpixel entfernt. Durch die Signalschwächung kann der Arbeitsbereich der Kalibrierung erweitert werden. Die für die Auswertung verwendeten Randpixel werden in der Spalte Auswertungspixel angezeigt.</p> <p>Beispiel: Bei Auswahl der mittleren Stufe werden zwei Pixel im Abstand von 3 Pixeln vom Peakpixel für die Messwertbildung berücksichtigt.</p>
Signalintegration	<p>Nicht für Flammentechnik</p> <p>Das Fenster Signalintegration erscheint. Für die Flächenauswertung transienter Signale kann der Integrationsbereich auf den Bereich zwischen von und bis begrenzt werden. Dies ist vor allem bei der simultanen Mehrlinienauswertung sinnvoll, in anderen Fällen sollte der Bereich bereits bei der Messung eingeschränkt werden, z.B. durch Auswahl einer geeigneten Messzeit. Die Grenzen für die Signalintegration können auch im Fenster Probeneinzelwerte in der Spektrengrafik gesetzt werden.</p> <p>Mit Klick auf Rücksetzen wird der Bereich der markierten Tabellenzeile auf die gesamte Messzeit gesetzt. Ist keine Zeile markiert, so werden die Integrationsgrenzen aller Linien zurückgesetzt.</p>

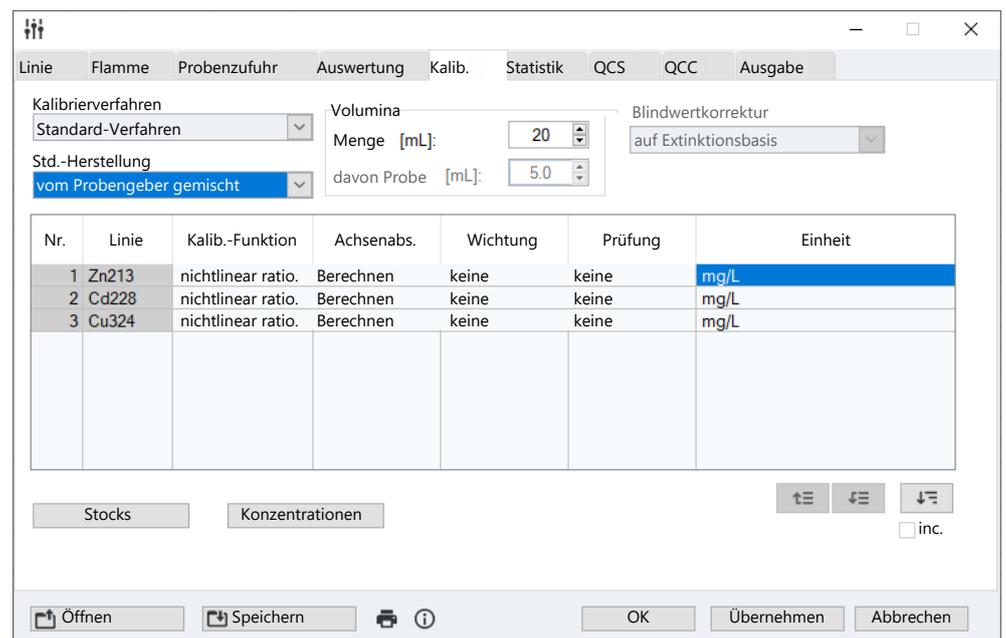
Sehen Sie dazu auch

-  Korrekturmodell für spektrale Korrekturen erstellen [► 96]
-  Beschreibung der verwendeten Algorithmen zur spektralen Untergrundkorrektur [► 184]
-  Probeneinzelwerte anzeigen [► 89]

3.2.7 Fenster Methode / Kalibration - Kalibrierung spezifizieren

Im Fenster **Methode / Kalibration** definieren Sie die Art der Kalibrierung und geben die Konzentrationstabelle der Standards ein. Sie können für die Kalibrierung Mehrelementstandards verwenden, die Sie als Stock spezifizieren.

Das Fenster **Methode / Kalibration** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Nr.	Linie	Kalib.-Funktion	Achsenabs.	Wichtung	Prüfung	Einheit
1	Zn213	nichtlinear ratio.	Berechnen	keine	keine	mg/L
2	Cd228	nichtlinear ratio.	Berechnen	keine	keine	mg/L
3	Cu324	nichtlinear ratio.	Berechnen	keine	keine	mg/L

Kalibrierverfahren auswählen

Wählen Sie in der Liste **Kalibrierverfahren** das Verfahren aus:

Kalibrierverfahren	Beschreibung
Keine Kalibrierung	Die Probenergebnisse werden ausschließlich als Intensität ausgegeben. Eine Kalibrierung ist für diese Messungen nicht erforderlich.
Standard-Verfahren	Die Kalibrierung erfolgt mit Proben, die den Analyten in bekannter Konzentration enthalten (Standards). Die Proben unbekannter Konzentration werden gegen diese Kalibrierung gemessen.
Standard-Additions-Verfahren	Die unbekannte Probe wird mit unterschiedlichen Konzentrationen eines Standards aufgestockt und gemessen. Als Ergebnis einer Ausgleichung ergibt sich die Konzentration des Analyten in der Probe.
Additions-Kalibrieren	Die Kalibrierkurve, mit deren Hilfe weitere Konzentrationen bestimmt werden können, wird durch Standard-Addition erzeugt. Gleichzeitig wird damit die Konzentration der ersten Probe ermittelt.

Blindwertkorrekturen vereinbaren

Standard-Additionsverfahren und Additions-Kalibrieren erfordern eine Blindwertkorrektur. Wählen Sie in der Liste **Blindwertkorrektur** das Verfahren:

Korrektur	Beschreibung
auf Extinktionsbasis	Bei jeder Standardaddition wird der Blindwert mitgemessen und der gemessene Intensitätswert vor der Berechnung der Ausgleichsgeraden von allen Messwerten subtrahiert. Dieses Verfahren war lange Zeit üblich, führt aber bei vielen Realproben zu fehlerhaften Ergebnissen.
auf Konzentrationsbasis	Mit der Blindwertlösung wird zunächst eine eigene Standardaddition mit den gleichen Konzentrationszugaben wie bei der Probe durchgeführt. Die ermittelte Konzentration wird automatisch von allen anderen durch Standardaddition bestimmten Konzentrationen (Konz. 2) subtrahiert.

Herstellung der Standards

Verfahren	Beschreibung
Manuell hergestellt	Die Bezugslösungen werden vom Anwender hergestellt.
vom Probengeber gemischt	Nur unter Verwendung des Probengebers AS-FD oder AS 52s Die Bezugslösungen werden im Mischgefäß des Probengebers durch Mischung unterschiedlicher Anteile Stockstandards und Verdünnungslösung hergestellt. In diesem Fall stellen Sie unter Volumina für die Herstellung der Bezugslösungen ein: Menge: Gesamtfüllvolumen im Mischgefäß (Wertebereich: 1... 20 mL) davon Probe: nur bei Additionsverfahren Anteiliges Probenvolumen (Schrittweite 0,5 mL) Bei Additionsverfahren ist der Anteil Probenlösung einer Mess-Serie immer gleich. Der Anteil Probenlösung muss kleiner sein als das Gesamtfüllvolumen. Das Differenzvolumen wird mit Stamm- und Verdünnungslösung aufgefüllt. Das Verhältnis Probenmenge/Gesamtmenge ist der Korrekturfaktor für die zu berechnende Konzentration.
durch Volumenabstufung	Nur Graphitrohrtechnik Es werden unterschiedliche Volumina der Stammlösung bzw. Mengen der Referenzprobe zur Atomisierung gebracht und so eine Konzentrationsabstufung (bezogen auf das Probenvolumen/-gewicht) erreicht.

Verfahren	Beschreibung
durch Verdünnen	Nur Graphitrohrtechnik Es werden definierte Volumina der Stammlösung und das zum Probenvolumen fehlende Volumen Verdünnungslösung in einem Überführungsschritt ins Graphitrohr gebracht und so eine Konzentrationsabstufung (bezogen auf das Probenvolumen) erreicht.

Linien-spezifische Kalibrierparameter

Die linien-spezifischen Parameter werden in der Tabelle eingestellt:

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Reihenfolge der ausgewählten Linien in der Tabelle
Linie	Bezeichnung der Analyselinie
Kalib.-Funktion	Nur für Kalibrierung nach Standardverfahren linear Linearer Verlauf der Kalibrierfunktion $y = a + bx$ nichtlinear ratio. Nichtlinearer Verlauf der Kalibrierfunktion beschrieben durch eine gebrochenrationale Funktion $y = \frac{a + bx}{1 + cx}$ nichtlinear quadr. Nichtlinearer Verlauf der Kalibrierfunktion beschrieben durch eine quadratische Funktion $y = a + bx + cx^2$ automatisch Für die Kalibrierung wird jeweils eine lineare und eine nichtlineare Funktion berechnet. Die Summen der quadrierten Residuen werden verglichen (Mandel-Test). Ist die Summe für die nichtlineare Funktion signifikant geringer als jene für die lineare Funktion, wird der nichtlineare Verlauf der Kalibrierkurve gewählt, anderenfalls wird der lineare Verlauf der Kalibrierkurve gewählt. Die nichtlineare Funktion wird im Fenster Optionen / Analysenablauf gewählt. Als Standardeinstellung ist hier die gebrochenrationale Funktion vorgesehen. Hinweis: Für das Standardadditionsverfahren und die Additions-Kalibrierung sind nur lineare Kurvenverläufe zugelassen.
Achsenabs.	Null setzen Die Kalibrierkurve wird exakt durch den gemessenen Nullwert-Punkt gelegt. Berechnen Der Nullwert wird wie jeder andere Kalibrierpunkt in die Berechnung einbezogen.
Wichtung	keine Alle Kalibrierpunkte gleich berücksichtigen. 1/Konz Kalibrierpunkte mit kleineren Konzentrationen stärker berücksichtigen. 1/SD Punkte mit geringeren Abweichungen innerhalb der mehrfach wiederholten Messungen eines Standards stärker berücksichtigen (Voraussetzung: Mittelwert-Statistik aktiviert).

Tabellenspalte	Beschreibung
	1/(SD*Konz) Kombination aus den Berechnungsverfahren 1/Konz und 1/SD
Prüfung	<p>Die Software ermöglicht eine automatische Überprüfung von ermittelten Kalibrierkurven anhand eines Prognosebandes, das auf der Basis einer manuell gewählten statistischen Sicherheit berechnet wird.</p> <p>keine Alle gemessenen und nicht gelöschten Kalibrierpunkte werden zur Kurvenberechnung genutzt. Kalibrierpunkte werden weder gekennzeichnet noch eliminiert.</p> <p>Ausreißer elim. Liegen Kalibrierpunkte außerhalb des berechneten Prognosebandes, wird eine Ausreißereliminierung mittels F-Test durchgeführt (Prüfung, ob die Nichtberücksichtigung eines Punktes zu einer signifikanten Verbesserung der Reststreuung führt):</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Mit dem Kalibrierpunkt, der am weitesten außerhalb des Prognosebandes liegt, wird ein F-Test durchgeführt. Sofern die Nichtberücksichtigung dieses Punktes zu keiner signifikanten Verbesserung der Reststreuung führt, wird der Punkt berücksichtigt und die Kalibrierkurve nicht weiter optimiert. ■ Führt die Nichtberücksichtigung zu einer signifikanten Verbesserung, wird der Kalibrierpunkt zum Ausreißer erklärt (in der Tabelle mit "!", in der Grafik rot gekennzeichnet) und die Kalibrierkurve ohne diesen Punkt neu berechnet. ■ Für den nunmehr am stärksten vom Prognoseband abweichenden Punkt wird erneut ein F-Test durchgeführt. Das Verfahren wird so lange wiederholt, bis alle Ausreißer entfernt sind. ■ Alle außerhalb des neuen Prognosebandes liegenden Kalibrierpunkte, die nicht als Ausreißer eliminiert wurden, werden in der Tabelle mit einem "?" und in der Grafik blau gekennzeichnet.
Einheit	Einheiten für die Konzentration für jedes Element separat eingeben.

Mit  übernehmen Sie den Wert der aktuellen Zelle in alle nachfolgenden Zellen der Tabellenspalte. Mit der Schaltfläche **Kalibriertabelle** öffnen Sie die Tabelle zur Eingabe der Standardkonzentration.

3.2.7.1 Stockstandards spezifizieren

Wenn Sie die Standardkonzentrationen mit einem Probengeber automatisch herstellen, müssen Sie Stock-Standards spezifizieren, aus denen dann die einzelnen Standards durch Verdünnung erzeugt werden. Dafür müssen Sie die Stock-Standards vor Ausfüllen der Kalibriertabelle spezifizieren, wobei Sie mehrere Stock-Standards mit verschiedenen Elementen und Konzentrationen verwenden können. Wenn Sie Stock-Standards öfter verwenden, können Sie diese in der Datenbank im Fenster **Daten / Stock-Std/QC-Proben** verwalten.

- ▶ Im Fenster **Methode / Kalib.** auf **Stocks** klicken.
 Die Liste der Stockstandards erscheint. Es können für eine Analyse maximal 20 Standards definiert werden.
- ▶ Mit Klick auf **Anhängen** oder auf **Einfügen** eine neue Zeile in die Stock-Liste einfügen.
 Das Fenster **Stock-Standard einfügen** mit zwei Optionen erscheint:
 - Option **Aus Stock-Datenbank** wählen, wenn vorhandene Standards aus der Datenbank verwendet werden. Stock-Standards in der Liste markieren.
 - Option **manuell** wählen, wenn die Stock-Standards manuell eingegeben werden sollen.

- ▶ Die Auswahl mit Klick auf **OK** bestätigen.
- ▶ Im Fenster **Stock-Standard** in der Spalte **Pos** die Position des Standards auf dem Probengeber eingeben und in der Spalte **Einheit** die Einheit wählen.
- ▶ Bei manueller Eingabe im Fenster **Stock-Standard** auf **Konzentrationen** klicken und im Fenster **Konzentrationseingabe** zu jedem Element die Konzentration eingeben.
- ▶ Die Eingaben mit Klick auf **Schließen** beenden.

3.2.7.2 Eingabe der Konzentrationen bei manueller Standard-Herstellung

Im Fenster **Kalibriertabelle** spezifizieren Sie die Kalibrierstandards mit ihren Elementkonzentrationen.

Kalibriertabelle für Standardverfahren mit manuell hergestellten Standards

Standardtypen

Für die verschiedenen Kalibrierverfahren müssen folgende Standardtypen spezifiziert werden:

Kalibrierverfahren	Standardtypen
Standard-Verfahren	Kal.-Null: Kalibrier-Null-Standards ohne Analyten Es können mehrere Kalibrier-Null-Standards eingegeben werden, z.B. wenn in die zu untersuchenden Elemente in verschiedenen Lösungsmitteln vorliegen. In diesem Fall ist die Konzentration bei den betreffenden Elementlinien "0" zu setzen, die anderen Spalten bleiben leer. Kal.-Std.: Kalibrierstandards
Standard-Additions-Verfahren	Kal.-Std.: Kalibrierstandard Probe+Add: Additionsstandards
Additions-Kalibrieren	Probe+Add: Additionsstandards

Standardtabelle

Spalte	Beschreibung
Typ	Standardtyp Entsprechend der gewählten Anzahl werden die Standards durchnummeriert.
Pos	Bei Verwendung des Probengebers Position des Standards auf dem Probenteller des Probengebers eingeben

Spalte	Beschreibung
REC	Nur bei Standardverfahren Standard als Rekalibrierstandard definieren
Elemente	Konzentration der einzelnen Elemente im Standard

Kalibriertabelle ausfüllen

- ▶ Im Fenster **Methode / Kalib.** auf **Konzentrationen** klicken. Das Fenster **Kalibriertabelle** erscheint.
- ▶ Anzahl der Standards in den Feldern über der Tabelle wählen.
- ▶ Für jeden Standard die Konzentration der Elemente in der Tabelle eingeben.
- ▶ Optional die Position der Standards auf dem Probengeber eingeben. Diese Einstellung wird als Voreinstellung in die Sequenz übernommen und kann dort geändert werden.
- ▶ Einstellungen mit Klick auf **OK** bestätigen.

3.2.7.3 Eingabe der Konzentrationen bei automatischer Standard-Herstellung

Die automatische Herstellung der Kalibrierstandards erfolgt bei der Flammtechnik durch Mischung mit dem Probengeber. Bei der Graphitofentechnik wird eine Kalibrierreihe durch Volumenabstufung oder Verdünnung im Graphitrohr realisiert.

Für die automatische Herstellung der Kalibrierstandards werden Stock-Standards benötigt.

Kalibriertabelle für Standardverfahren mit automatisch hergestellten Standards (Flammtechnik)

Kalibriertabelle

Kalib.-Null-Std. Kalib.-Standards

	Typ	Pos	Herstellung			Zn mg/L	Cd mg/L	Cu mg/L
			[%]	Vol.	Stock			
1	Kal.-Null1	10	0	0		0	0	0
	Kal.-Std.1	3	2	200	1 -	0.2	0.2	
	Kal.-Std.2	3	5	500	1 -	0.5	0.5	0.5
	Kal.-Std.3	3	10	1000	1	1	1	1
	Kal.-Std.4	3	20	2000	1 -	2		2

Deaktivieren von Standards mit Strg+Mausklick oder Leertaste

Standardtypen

Für die verschiedenen Kalibrierverfahren müssen folgende Standardtypen spezifiziert werden:

Kalibrierverfahren	Standardtypen
Standard-Verfahren	<p>Kal.-Null: Kalibrier-Null-Standards ohne Analyten Es können mehrere Kalibrier-Null-Standards eingegeben werden, z.B. wenn in die zu untersuchenden Elemente in verschiedenen Lösungsmitteln vorliegen. In diesem Fall ist die Konzentration bei den betreffenden Elementlinien "0" zu setzen, die anderen Spalten bleiben leer.</p> <p>Kal.-Std.: Kalibrierstandards</p>
Standard-Additions-Verfahren	<p>Kal.-Std.: Kalibrierstandard</p> <p>Probe+Add: Additionsstandards</p>

Kalibrierverfahren	Standardtypen
Additions-Kalibrieren	Probe+Add: Additionsstandards

Standardtabelle

Spalte	Beschreibung
Typ	Standardtyp Entsprechend der gewählten Anzahl werden die Standards durchnummeriert.
Pos	Position des Stock-Standard auf dem Probensteller
Herstellung	%: Für Flammentechnik Volumenprozent des Stockanteils in der Lösung Vol.: Für Flammentechnik Volumen des Stockanteils in μL . Der Wert errechnet sich aus dem eingegebenen %-Wert und dem im Fenster Methode / Kalib. definierten Gesamtvolumen im Mischgefäß Menge . Vol.: Für Graphitofentechnik Dieses Volumen wird in das Graphitrohr injiziert. Stock Nummer des Stock-Standards in der Stock-Tabelle
REC	Nur bei Standardverfahren Standard als Rekalibrierstandard definieren
Elementlinien	Berechnete Konzentration der einzelnen Elemente im Standard

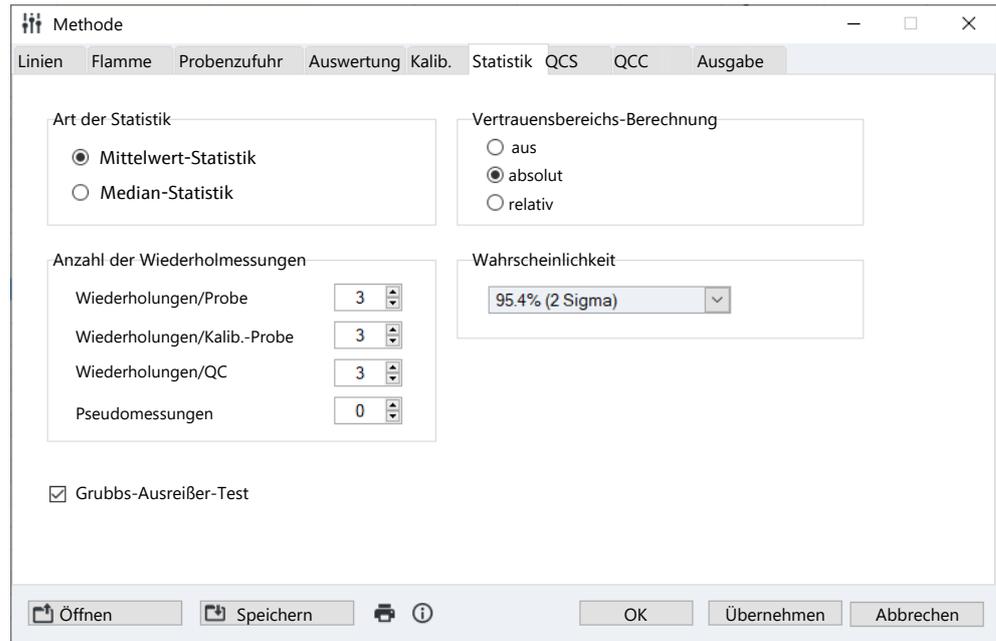
Kalibriertabelle ausfüllen

- ▶ Im Fenster **Methode / Kalib.** auf **Konzentrationen** klicken. Das Fenster **Kalibriertabelle** erscheint.
- ▶ Anzahl der Standards in den Feldern über der Tabelle wählen.
- ▶ Flammentechnik: Für jeden Standard das Volumenprozent des Standards in der Tabelle eingeben.
- ▶ Für Graphitofentechnik: Für jeden Standard das Volumen eingeben, das in das Graphitrohr injiziert wird.
- ▶ Für jeden Standard die Nummer des Stockstandards eingeben.
- ▶ Wenn Linien in einem Standard für die Kalibrierung nicht verwendet werden sollen, diese deaktivieren:
Dafür auf das Linienfeld klicken und anschließend die Leer-Taste drücken. Zum erneuten Aktivieren den Vorgang wiederholen.
- ▶ Einstellungen mit Klick auf **OK** bestätigen.

3.2.8 Fenster Methode / Statistik - Statistikparameter spezifizieren

Im Fenster **Methode / Statistik** Statistik wählen Sie die statistischen Verfahren, die auf die Kalibration und die Probenmessung anzuwenden sind. Die Einstellungen sind unabhängig von dem gewählten Kalibrierverfahren und bleiben bei jedem Verfahrenswechsel erhalten.

Das Fenster **Methode / Statistik** öffnen Sie mit Klick auf .



Art der Statistik

Option	Beschreibung
Mittelwert-Statistik	Mittelwert und Standardabweichung berechnen Fehlerstatistik nach dem arithmetischen Mittel: Probe wird nach den Leerzyklen mehrfach vermessen. Aus den Messergebnissen werden das arithmetische Mittel sowie die Standardabweichung und die relative Standardabweichung berechnet.
Median-Statistik	Median und Spannweite (R) berechnen Fehlerstatistik nach dem Medianverfahren: Die Probe wird nach den Pseudomessungen mehrfach vermessen, die Messwerte werden nach Größe sortiert. Der Medianwert ist folgender Wert: <ul style="list-style-type: none"> Bei ungerader Anzahl von Messzyklen der Wert in der Mitte der sortierten Liste Bei gerader Anzahl von Messzyklen der Mittelwert aus den beiden Messwerten in der Mitte der sortierten Liste Da die kleinsten und größten Einzelmesswerte keinen Einfluss auf das Messergebnis haben, ist die Medianstatistik für die Eliminierung von Ausreißerwerten geeignet.

Anzahl der Wiederholmessungen

Option	Beschreibung
Wiederholungen/Probe	Anzahl Messwiederholungen je Probe
Wiederholungen/Kalib.-Probe	Anzahl Messwiederholungen je Kalibrierprobe
Wiederholungen/QC	Anzahl Messwiederholungen je QC-Messung
Pseudomessungen	Diese Anzahl der Messungen mit Probe (Leerzyklen) wird vor der Statistikserie eingeschoben, z. B. um die Flamme zu stabilisieren. Die Werte werden nicht für die Berechnung des Ergebnisses herangezogen.

Grubbs-Ausreißer-Test

Für Mittelwert-Statistik mit mindestens 3 Messwiederholungen je Probe

Option	Beschreibung
deaktiviert	Alle Werte der Statistikserie werden zur Ermittlung des Mittelwerts herangezogen.
aktiviert	Ausreißer werden eliminiert und nicht zur Berechnung der Statistikgrößen herangezogen. Die so ermittelten Mittelwerte in der Ausgabetafel mit "!" markiert.

Vertrauensbereichs-Berechnung

Grundlage für die Berechnung des Vertrauensbereichs ist die gewählte statistische Sicherheit, siehe unten. In den Vertrauensbereich geht neben dem Fehler bei der Probenmessung vor allem der Fehler der Kalibration ein, so dass auch bei ausgeschalteter Statistikfunktion ein Wert angegeben wird.

Option	Beschreibung
aus	Vertrauensbereich nicht berechnen
absolut	Vertrauensbereich in absoluten Werten anzeigen (in der Maßeinheit der Konzentration)
relativ	Vertrauensbereich in relativen Werten anzeigen (in Prozent des Konzentrationswertes)

Wahrscheinlichkeit

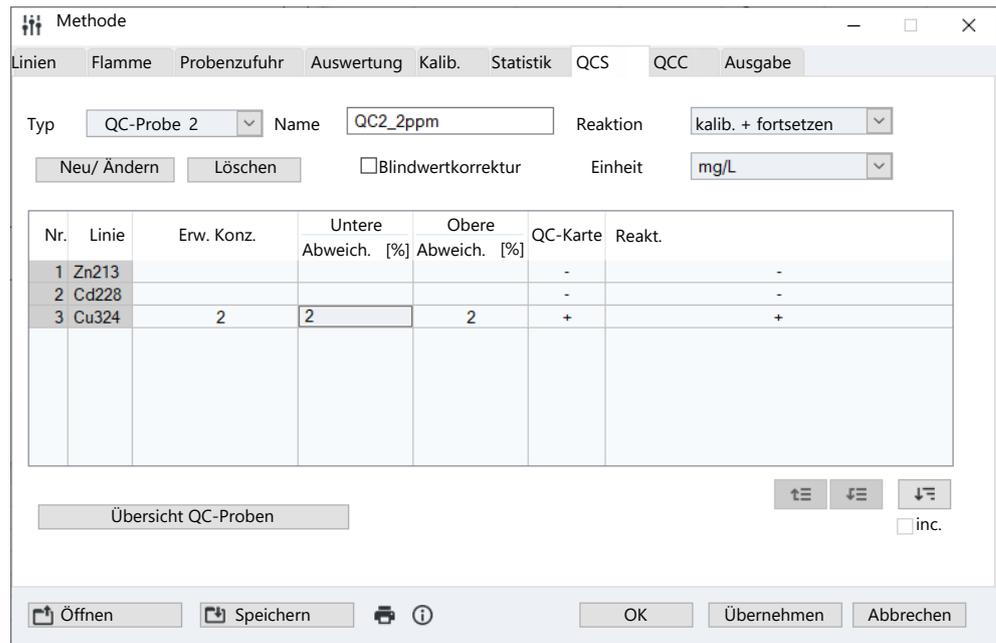
Die Wahrscheinlichkeit ist wählbar zwischen 68,3 ... 99,9 %. Sie wird zur Berechnung des Vertrauensbereichs der Proben und der Prognosebänder der Kalibrierkurven herangezogen.

3.2.9 Fenster Methode / QCS - Qualitätskontrollproben spezifizieren

Im Fenster **Methode / QCS** spezifizieren Sie die Qualitätskontrollproben (QC-Proben). Im Verlauf der Messung werden an vorbestimmten Stellen Kontrollmessungen mit Proben eingeschoben, die bekannte Messergebnisse liefern sollten. Dabei ist entweder der Absolutwert (Extinktion/Konzentration) oder die Konzentrationsdifferenz zur vorangegangenen Probe bekannt. Sie können für die Qualitätskontrolle verschiedene Probentypen definieren.

Die Ergebnisse der Kontrollmessungen werden auf sogenannten Qualitätskontrollkarten (QC-Karten, auch Regelkarten oder Kontrollkarten) automatisch dokumentiert. Die Karten werden mit der Methode gespeichert und bei jeder weiteren Messung mit der Methode fortgeführt. Das System der QC-Kontrollkarten dient damit der Qualitätsüberwachung über einen längeren Zeitraum.

Das Fenster **Methode / QCS** öffnen Sie mit Klick auf .



Elemente im Fenster Methode / QCS

Option	Beschreibung
Typ	Diese QC-Probe wird in der Linientabelle angezeigt. Die Parameter der QC-Probe können hier editiert werden.
Name	Name der angezeigten QC-Probe
Reaktion	So wird verfahren, falls die Ergebnisse der QC-Probe die vereinbarten Grenzen überschreiten oder unterschreiten.
Neu/Ändern	Neue QC-Probe definieren oder eine bereits vorhandene QC-Probe ändern
Löschen	Ausgewählte QC-Probe löschen
Einheit	Konzentrationseinheit der QC-Probe
Neu/Ändern	Neue QC-Probe definieren oder eine bereits vorhandene QC-Probe ändern
Übersicht QC-Proben	Übersicht mit den linienspezifischen Parametern der QC-Proben öffnen
Linientabelle	In der Tabelle werden die Parameter der im Listenfeld Typ ausgewählten QC-Probe angezeigt.

Typen der QC-Proben

Folgende QC-Probentypen können Sie spezifizieren:

Option	Beschreibung
QC-Probe	Eine Probe als QC-Probe definieren Die Konzentrationen der QC-Probe können Sie entweder aus der Datenbank laden oder direkt eingeben. aus Datenbank Im danebenstehenden Listenfeld die betreffende QC-Probe auswählen. Die Datenbank der QC-Proben verwalten Sie im Fenster Daten / Stock-Std/QC-Proben . manuell Konzentrationen der QC-Probe direkt in die Linientabelle eintragen Max. Anzahl QC-Proben: 50
QC-Std.	Einen Standard als QC-Probe definieren

Option	Beschreibung
	Als QC-Standard kann jeder in der Kalibriertabelle definierte Standard verwendet werden. Mögl. Anzahl QC-Standards = Anzahl Standards in der Kalibriertabelle (max. 65)
QC-Blindwert	Die Blindprobe als QC-Probe definieren
QC-Stock	Eine aufgestockte Probe als QC-Probe definieren Bei Wiederfinden/Aufstocken werden die Messergebnisse einer definierten Konzentrationszugabe zu einer oder mehreren Proben kontrolliert. Dazu ist nach einer beliebigen Probe in der Probentabelle eine QC-Stock-Probe zu definieren (QC-Stock-Probe = Probe + Aufstockung mit einer Lösung bekannter Konzentration). Nach der Messung von Probe und QC-Stock wird die Konzentrationsdifferenz beider mit dem hier spezifizierten "Erwarteten Konzentrationszuwachs" verglichen und die Wiederfindungsrate berechnet. Für die Flammentechnik muss die aufgestockte Lösung bereits vorgemischt sein.

Wenn keine zertifizierten Kontrollproben zur Verfügung stehen, kann die Qualitätskontrolle auch mit Hilfe von Doppelbestimmungen durchgeführt werden:

Option	Beschreibung
QC-Trend	Der gemessene Konzentrationswert wird beim ersten Auftauchen der Kontrollprobe im Analysenablauf gespeichert. Beim nächsten Auftreten wird die Konzentrationsdifferenz gebildet und ausgewertet. Zweckmäßiger Weise sollten diese Kontrollproben am Anfang und Ende einer Probenserie gemessen werden.
QC-Matrix	Eine Analysenprobe wird vor der Probenvorbereitung gesplittet. Die beiden Teile durchlaufen getrennt alle Schritte der Probenvorbereitung und werden getrennt als QC-Trend und QC-Matrix auf dem Probengeber platziert. Die Differenz zwischen den Konzentrationen wird ausgewertet.

Verfahrensweise bei Überschreiten der Fehlergrenze

Für die QC-Probentypen können Sie verschiedene Verfahrensweisen als Reaktion bei Überschreitung der Fehlergrenzen auswählen:

QC-Probentyp	Verfahrensweise
QC-Probe	nur markieren
QC-Std.	Der gemessene Wert wird in der Probentabelle gekennzeichnet, das Messprogramm fährt mit der nächsten Probe fort.
QC-Stock	rekalib. + fortsetzen Es erfolgt eine Rekalibration. Anschließend wird die QC-Probe neu gemessen. Liegt die QC-Probe nun im Bereich, wird die Messung mit der nächsten Probe fortgesetzt, anderenfalls das Messprogramm unterbrochen. kalib. + fortsetzen Es erfolgt eine neue Kalibration. Anschließend wird die QC-Probe neu gemessen. Liegt die QC-Probe nun im Bereich, wird die Messung mit der nächsten Probe fortgesetzt, anderenfalls das Messprogramm unterbrochen. rekalib. + neu messen Es erfolgt eine Rekalibration. Anschließend wird die QC-Probe neu gemessen. Liegt die QC-Probe außerhalb des Bereichs, wird das Messprogramm unterbrochen. Liegt sie im Bereich, werden alle Proben

QC-Probentyp	Verfahrensweise
	<p>nach der letzten QC-Probe bzw. der letzten (Re-) Kalibration neu gemessen. Liegt die QC-Probe dann erneut außerhalb der Fehlergrenze, wird das Messprogramm unterbrochen.</p> <p>kalib. + neu messen Es erfolgt eine neue Kalibration. Anschließend wird die QC-Probe neu gemessen. Liegt die QC-Probe außerhalb des Bereichs, wird das Messprogramm unterbrochen. Liegt sie im Bereich, werden alle Proben nach der letzten QC-Probe bzw. der letzten (Re-) Kalibration neu gemessen. Liegt die QC-Probe dann erneut außerhalb der Fehlergrenze, wird das Messprogramm unterbrochen.</p> <p>nächste Methode Das aktuelle Messprogramm wird abgebrochen und das Messprogramm der nächsten Methode gestartet.</p> <p>Stopp Das aktuelle Messprogramm wird abgebrochen.</p>
QC-Blindwert	<p>nur markieren</p> <p>nächste Methode</p> <p>Stopp</p>
QC-Trend QC-Matrix	Keine Reaktion

Linien-spezifische Parameter der QC-Probentypen

Die linien-spezifischen Parameter der QC-Probentypen tragen Sie in der Linientabelle ein.

Spalte	Beschreibung
Linie	Namen der Analysenlinie
Erw. Konz.	Für QC-Probe und QC-Std. Erwartete Konzentration in der QC-Probe
Erw.Konz.-Zuwachs	Für QC-Stock Erwarteter Konzentrationszuwachs von Probe zu aufgestockter Probe Den Wert entsprechend aufgestockter Menge und Konzentration der Stocklösung eingeben.
Erw.Ext.	Für QC-Blindwert Erwartete Extinktion
Unt. Grenze	Unterer Bereich der Fehlergrenze in Prozent (Konzentrationen) oder Extinktion
Ob. Grenze	Oberer Bereich der Fehlergrenze in Prozent oder Extinktion
QC-Karte	Wenn mit "+" markiert, so wird das Ergebnis der Qualitätskontrolle für diese Linie auf der QC-Karte der Ergebnisliste ausgegeben.
Reakt.	Diese Verfahrensweise soll zur Anwendung kommen, wenn die Fehlerbereichsgrenze überschritten ist. Wenn mehrere Linien mit "+" markiert sind, so reicht es aus, dass für eine dieser Linien die Fehlergrenzen überschritten sind, um die Reaktion auszulösen (ODER-Logik).
Einheit	Nur QC-Std. Einheit der erwarteten Konzentration

Parameter für QC-Proben eingeben

- ▶ Im Fenster **Methode / QCS** auf **Neu/Ändern** klicken und damit einen neuen Parametersatz für eine QC-Probe anlegen oder den markierten Parametersatz editieren. Das Fenster **QC Probentyp hinzufügen/ändern** erscheint.
- ▶ In der Liste **Typ** den QC-Probentyp auswählen.

- ▶ Nur **QC-Proben**: Wenn mehrere **QC-Proben** definiert werden, im danebenstehenden Listenfeld eine fortlaufende Nummer definieren.
- ▶ Nur **QC-Std.**: Im Listenfeld die Nummer des Standards entsprechend der Reihenfolge in der Kalibriertabelle wählen.
- ▶ Die linienspezifischen Parameter in der Tabelle eintragen.
 - ✓ Weitere QC-Proben auf die gleiche Weise definieren.

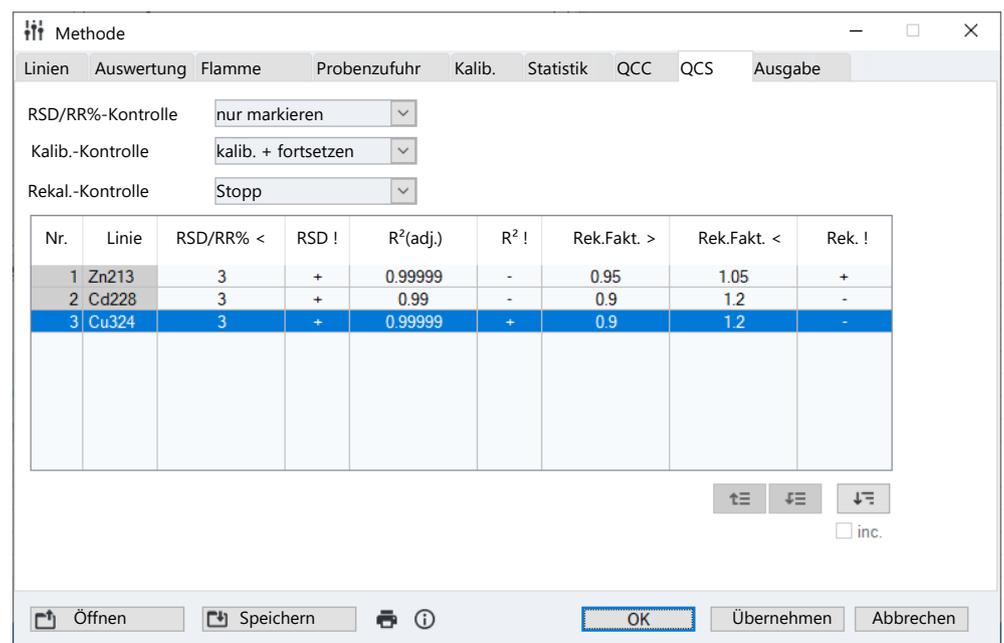
3.2.10 Fenster Methode / QCC

Im Fenster **Methode / QCC** spezifizieren Sie folgende Parameter für die Qualitätskontrolle während einer Sequenz:

- Relative Standardabweichung (Mittelwertstatistik) bzw. relative Spannweite (Medianstatistik)
- Kalibrierkontrolle
- Rekalibrierkontrolle
- Verfahrensweise bei Überschreitung der Fehlergrenzen

Sie können verschiedene Kontrollen mit verschiedenen Reaktionen gleichzeitig wählen.

Das Fenster **Methode / QCC** öffnen Sie mit Klick auf .



Nr.	Linie	RSD/RR% <	RSD !	R ² (adj.)	R ² !	Rek.Fakt. >	Rek.Fakt. <	Rek. !
1	Zn213	3	+	0.99999	-	0.95	1.05	+
2	Cd228	3	+	0.99	-	0.9	1.2	-
3	Cu324	3	+	0.99999	+	0.9	1.2	-

Arten der Qualitätskontrolle

Option	Beschreibung
RSD/RR%-Kontrolle	Kontrolle der relativen Standardabweichung bzw. relativen Spannweite
Kalib.-Kontrolle	Kontrolle der Kalibration
Rekal.-Kontrolle	Kontrolle des Rekalibrierfaktors

Reaktionen bei der Überschreitung von Fehlergrenzen

Option	Beschreibung
keine	Betreffende Kontrolle nicht vornehmen
nur markieren	Bei Überschreiten der Fehlergrenzen die betreffende Probe, Kalibrierung oder Rekalibrierung in der Proben-tabelle markieren.

Option	Beschreibung
wiederh. + fortsetzen	Nur RSD/RR%-Kontrolle Bei Überschreitung der seriellen Präzisionsgrenze die Messung der betreffenden Probe wiederholen, bevor die nächste Probe vermessen wird.
kalib.+fort.	Nur Kalib.-Kontrolle und Rekal.-Kontrolle Bei Überschreitung der Fehlergrenzen für die Kalibration bzw. des Rekalibrierfaktors eine neue Kalibration vornehmen und anschließend die Messung mit der nächsten Probe fortsetzen.
nächste Methode	Nur Kalib.-Kontrolle und Rekal.-Kontrolle Bei Überschreitung der Fehlergrenzen die Messung der aktuell laufenden Methode beenden und die nächste Methode starten.
Stopp	Nur Kalib.-Kontrolle und Rekal.-Kontrolle Bei Überschreitung der Fehlergrenzen die Messung der aktuell laufenden Methode beenden.

Kontrolle des Graphitrohrs

Nur Graphitofentechnik

Wenn ein Graphitrohr zu lange verwendet wird, sinkt die analytische Qualität. Sie können die Nutzungsdauer des Graphitrohr überwachen und werden darauf aufmerksam gemacht, wenn eine Anzahl Heizzyklen überschritten wird.

Option	Beschreibung
Max. Heizzyklen	Anzahl der Messungen mit dem Rohr eingeben Der aktuelle Wert der Heizzyklen wird im Feld daneben ausgegeben.
Reaktion	Reaktion bei Erreichen der maximalen Anzahl Messungen auswählen keine Reakt. Die Graphitrohrnutzung wird nicht überwacht. nur markieren Bei Überschreiten des Grenzwertes die Messung in der Probentabelle markieren. Stopp Bei Überschreiten des Grenzwertes den Analysenablauf stoppen.

Linienspezifische Parameter der Qualitätskontrollen

In der Tabelle tragen Sie die linienspezifischen Parameter der verschiedenen Qualitätskontrollen ein. Für jede analysierte Linie wird festgelegt, ob sie zur Kontrolle herangezogen wird. Wenn eine oder mehrere der kontrollierten Linien die Fehlergrenzen überschreiten, wird die Reaktion ausgelöst.

3.2.11 Fenster Methode / Ausgabe - Ergebnisausgabe und Speicherinhalte spezifizieren

Im Fenster **Methode / Ausgabe** spezifizieren Sie Speicherinhalt, Dezimalstellenanzahl der Ergebnisse in der Anzeige auf dem Bildschirm und im Ausdruck, sowie die Linienfolge im Ausdruck.

Im Rahmen der Methodenentwicklung ist das Speichern der Spektren zu empfehlen. Sie erhalten daraus wichtige Informationen zu potenziellen Matrix- und Interferenzproblemen. Ohne gespeicherte Spektren ist eine Nachberechnung mit geänderten Methodenparametern nur ausgehend von den berechneten Extinktionswerten möglich. So können z.B. nicht mehr die Stützstellen der Untergrundkorrektur verändert werden, weil die Spektreninformationen für die einzelnen Pixel fehlen. Bei einer eingefahrenen Routine-Methode ist das Speichern der Spektren in der Regel nicht nötig.

Das Fenster **Methode / Ausgabe** öffnen Sie mit einem Klick auf .

- ▶ Durch Aktivieren der entsprechenden Option veranlassen Sie das zusätzliche Speichern der Methode und der Spektren mit den Analysenergebnissen.
- ▶ Die Anzahl Dezimalstellen für die Anzeige und den Druck von Extinktion und Konzentration sowie die Druckreihenfolge legen Sie in der Liste separat für jedes Element fest.

Hinweis

Wenn im Fenster **Optionen / Analysenablauf** die Option **Spektren immer speichern** aktiviert ist, werden die Spektren unabhängig von den Einstellungen in den Methodenparametern immer mit gespeichert.

Sehen Sie dazu auch

-  Optionen zum Analysenablauf [▶ 169]

4 Sequenzen

Die Sequenz definiert, in welcher Reihenfolge Proben und Aktionen innerhalb einer Messroutine abzuarbeiten sind. Einige probenbeschreibende Daten wie Probenbezeichnung und Position auf dem Probenteller können ebenfalls direkt eingegeben werden. Diese Daten werden mit der Sequenz gespeichert.

Eine Sequenz basiert auf einer geladenen Methode, welche die Informationen über Art der Kalibration, statistische Auswertungen, Qualitätskontrollen usw. enthält.

4.1 Sequenzen erstellen, speichern und laden

Sequenzen werden wie Methoden in einer Datenbank gemeinsam gespeichert. Sie können Sequenzen neu erstellen, ändern, speichern und laden. Weiter Funktionen zur Verwaltung von Sequenzen finden Sie im Fenster **Daten / Datenverwaltung**.

Sehen Sie dazu auch

 Methoden und Sequenzen verwalten [[▶ 157](#)]

4.1.1 Neue Sequenz erstellen

Erstellen oder laden Sie zunächst eine Methode. Auf Grundlage der Methode können Sie eine neue Sequenz aus Probenmessungen und Aktionen spezifizieren.

- ▶ Den Menüpunkt **Datei | Neue Sequenz** wählen.
- ▶ Alternativ das Fenster mit den aktuellen Sequenzparametern mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Sequenz** öffnen.
 - ✓ Das Fenster **Sequenz** erscheint. Sie können jetzt Messungen und Aktionsfolgen definieren.

Sehen Sie dazu auch

 Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren [[▶ 69](#)]

4.1.2 Sequenz speichern

Nach Eingabe der Messungen und Aktionen speichern Sie die Sequenz in der Datenbank. Damit können Sie die Sequenz für spätere Messungen wieder verwenden. Sequenzen werden im Fenster **Sequenz speichern** in der Datenbank gespeichert. Dabei können Sie weitere Daten mit der Sequenz speichern, um die Sequenzen zu kategorisieren und leichter auffindbar zu machen.

Elemente im Fenster Sequenz speichern

Sequenz speichern

Name Kat.

Name	Vers.	Datum	Zeit	Kat.	Anwender
Cd, Zn, Cu	1	10.08.2021	16:03	GR	
TestScraper	1	08.01.2021	8:06		admin

Sortieren nach
 Aufsteigend
 Absteigend

Nur aktuelle Versionen anzeigen

Beschreibung

Option	Beschreibung
Name	Sequenzname
Kat.	Kategorie (drei Zeichen) für eine weitere Kennzeichnung und Sortierung der Methoden Diese Eingabe ist optional.
Tabelle	Übersicht vorhandener Sequenzen
Sortieren nach	Mit den Optionen in dieser Gruppe können Sie die Sequenzliste sortieren. Wenn die Option Nur aktuelle Versionen anzeigen aktiviert ist, wird bei gleichnamigen Sequenzen jeweils nur neueste Version angezeigt.
Beschreibung	Optional nähere Erläuterungen zur Sequenz eingeben Mit Klick auf <input type="button" value="..."/> wird eine Liste mit vordefinierten Bemerkungen geöffnet. Diese Bemerkungen verwalten Sie im Fenster Daten / Vordefinierte Bemerkungen .

Sequenz speichern

- ▶ Im Fenster **Sequenz** auf **Speichern** klicken und das Fenster **Sequenz speichern** öffnen.
Alternativ den Menüpunkt **Datei | Speichern | Sequenz** wählen.
- ▶ Im Fenster **Sequenz speichern** den Namen der Sequenz eingeben und weitere Parameter wählen.
- ▶ Einstellungen mit **OK** bestätigen.
 - ✓ Die Sequenz ist in der Datenbank gespeichert. Bei Verwendung eines vorhandenen Sequenznamens wird eine neue Version der Sequenz in der Datenbank angelegt.

Sehen Sie dazu auch

 Vordefinierte Bemerkungen erstellen [▶ 164]

4.1.3 Sequenz laden

Sie könne gespeicherte Sequenzen laden und auf ihrer Grundlage zusammen mit einer Methode eine Messroutine starten.

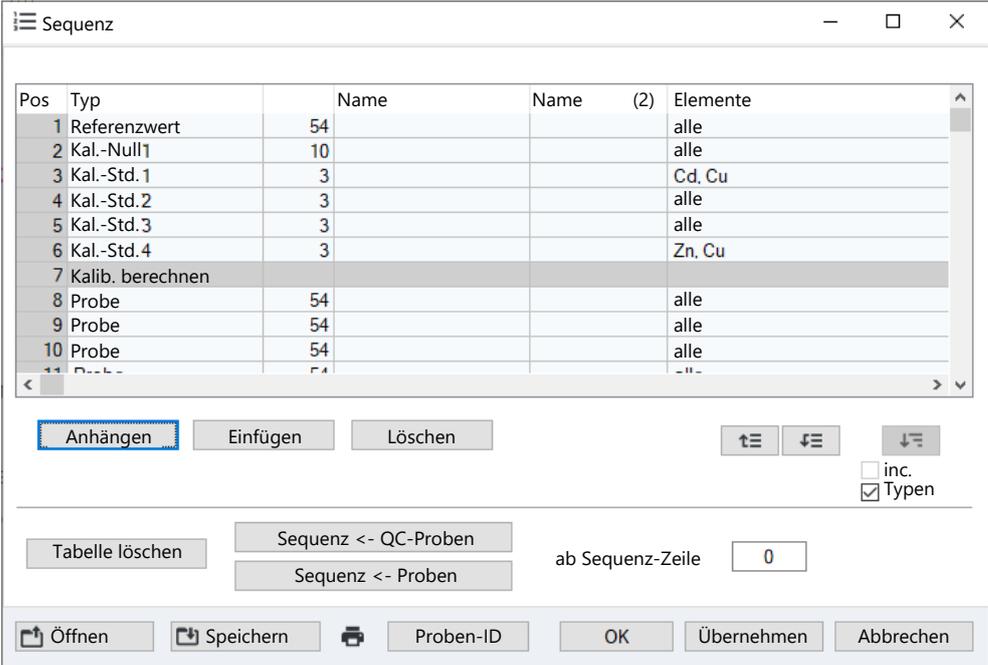
- ▶ Das Datenbankfenster der Sequenzen mit einer der folgenden Alternativen öffnen:

- In der Werkzeugleiste auf das Ordner-Symbol  neben dem Feld **Sequ** klicken.
- Menüpunkt **Datei | Sequenz laden** wählen.
- Das Fenster **Sequenz** mit Klick auf  öffnen und dort auf **Öffnen** klicken.
- ▶ Optional im Feld **Kat.** die angezeigten Sequenzen mit Auswahl einer Kategorie einschränken. Zur Anzeige aller Sequenzen den Eintrag im Feld **Kat.** löschen.
- ▶ Optional die Option **Nur aktuelle Versionen anzeigen** aktivieren, wenn bei Sequenzen mit mehreren Versionen nur die neueste angezeigt werden soll.
- ▶ In der Liste die Sequenz markieren und auf **OK** klicken.
 - ✓ Das Fenster **Sequenz** mit gespeicherten Parametern erscheint.

4.2 Fenster Sequenz

Im Fenster **Sequenz** spezifizieren Sie die Reihenfolge von Messungen und weiteren Aktionen einer Analyse.

Das Fenster **Sequenz** öffnen Sie mit Klick auf .



Pos	Typ	Name	Name (2)	Elemente
1	Referenzwert	54		alle
2	Kal.-Null1	10		alle
3	Kal.-Std. 1	3		Cd, Cu
4	Kal.-Std. 2	3		alle
5	Kal.-Std. 3	3		alle
6	Kal.-Std. 4	3		Zn, Cu
7	Kalib. berechnen			
8	Probe	54		alle
9	Probe	54		alle
10	Probe	54		alle
11	Probe	54		alle

Tabelle für Proben- und Aktionsfolgen

In der Tabelle sind die gewählten Proben- und Aktionsfolgen in der Reihe ihrer Abarbeitung angezeigt.

Tabellenspalte	Beschreibung
Typ	Probentyp bzw. Analysenschritt
Pos	Probenposition im Probengeber (falls verwendet)
Name	Probenname Diese Eingabe ist optional. Für Kalibrier- und QC-Proben wird dieser Probenname aus der Methode übernommen, falls dort ein Probenname spezifiziert wurde. Für Analysenproben können die Namen aus der Probeninformationsdatei übertragen werden.
Name(2)	Weitere Bezeichnung zur Probenidentifikation (optional)

Tabellenspalte	Beschreibung
Elemente	<p>Nur Mehrelementmethoden</p> <p>Elemente oder Elementlinien, die in einer Probe analysiert werden oder für die Sonderaktionen ausgeführt werden.</p> <p>alle Alle in der Methode festgelegten Elemente/Elementlinien werden bestimmt (Standardeinstellung).</p> <p>Elementsymbol Nur die genannten Elemente werden bestimmt, z.B. Cu, Pb.</p> <p>Elementsymbol + Index (bei Analyse mehrerer Linien eines Elements) Nur die genannten Elementlinien werden bestimmt, z. B. Cu1, Cu2.</p> <p>nicht Elementsymbol Die genannten Elemente werden nicht bestimmt, Z.B. nicht Cu, Pb.</p> <p>nicht Elementsymbol + Index Die genannten Elementlinien werden nicht bestimmt, z. B. nicht Cu1, Pb2.</p>

Schaltflächen

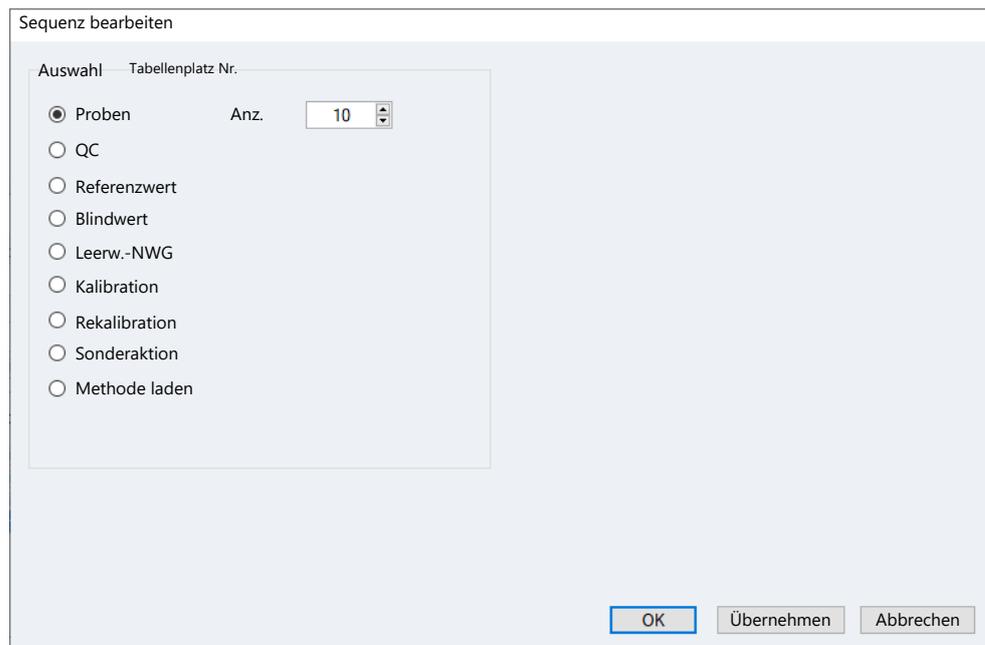
Mit den Schaltflächen können Sie der Sequenzliste Messungen und Aktionen zufügen, löschen oder vorhandene Probeninformationsdaten übernehmen.

Schaltfläche	Beschreibung
Anhängen	Neue Zeile am Ende der Liste anhängen und das Fenster Sequenz bearbeiten öffnen
Einfügen	Neue Zeile über dem markierten Listenplatz einfügen
Löschen	Markierte Zeilen löschen
Tabelle löschen	Gesamte Sequenztabelle löschen
Sequenz <- QC-Proben	<p>Informationen über Namen von QC-Proben und deren Platz im Probengeber aus dem Fenster Proben-ID / QC-Probeninformation übernehmen</p> <p>Die Informationen aus der QC-Proben-ID-Tabelle werden in die Sequenztabelle eingetragen. Die erste Zeile mit neuer Probenidentifikation wird im Feld ab Sequenz-Zeile definiert.</p>
Sequenz <- Proben	<p>Informationen über Probenamen und Platz im Probengeber aus dem Fenster Proben-ID übernehmen</p> <p>Die Informationen aus der Proben-ID-Tabelle werden in die Sequenztabelle eingetragen. Die erste Zeile mit neuer Probenidentifikation wird im Feld ab Sequenz-Zeile definiert.</p>

Weitere Schaltflächen und Eingabemöglichkeiten finden Sie in der Übersicht der häufig verwendeten Bedienelemente.

4.3 Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren

Im Fenster **Sequenz bearbeiten** spezifizieren Sie die Abfolge von Messungen und Aktionen für eine Analyse. Das Fenster erscheint, wenn Sie im Fenster **Sequenz** auf **Anhängen** oder **Einfügen** klicken.



Mögliche Messungen und Aktionen

In Abhängigkeit der verwendeten Atomisierungstechnik und Einstellungen in der Methode können Sie verschiedene Messungen und Aktionen für eine Analyse spezifizieren.

Option	Beschreibung
Proben	Die unter Anz. eingegebene Anzahl Proben messen
QC	Eine QC-Probe messen und entsprechend der Spezifikation in der Methode auswerten Nach Aktivierung der Option in der Liste eine der im Fenster Methode / QCS spezifizierten QC-Proben auswählen. Die Parameter der QC-Probe werden im danebenstehenden Feld angezeigt.
Referenzwert	Nur Flammentechnik Die Referenzprobe immer als erste Messung in der Sequenz definieren. Als Referenz wird destilliertes Wasser verwendet.
Blindwert	Die Blindprobe ohne Analyten messen
Leerw.-NWG	Leerwertprobe zur Bestimmung der Nachweis- und Bestimmungsgrenzen nach dem Leerwertverfahren messen
Kalibration	Die Standardproben mit bekannter Konzentration des Analyten messen und entsprechend der Spezifikation in der Methode die Kalibration berechnen
Rekalibration	Die für die Rekalibration vorgesehene Standardprobe messen und eine Rekalibration berechnen
Proben-Addition	
Blindwert-Addition	
Sonderaktion	Diese Aktionen betreffen nicht direkt die Messung der Proben (siehe unten).
Methode laden	Eine gespeicherte Methode laden, um innerhalb Sequenz eine andere Analyse zu starten

Sonderaktionen

Folgende Sonderaktionen können in den Messablauf zusätzlich eingefügt werden:

Option	Beschreibung
Flamme ein / Flamme aus	Nur Flammentechnik Flamme löschen/zünden

Option	Beschreibung
Ofen ausheizen	Nur Graphitofentechnik Zusätzlicher Ausheizschritt, um das Graphitrohr zu reinigen. Dabei wird das Graphitrohr einmal auf eine vorgegebene Temperatur aufgeheizt. Die Parameter für diesen Ausheizschritt werden im Fenster Methode / Ofen spezifiziert.
Rohr formieren	Nur Graphitofentechnik Graphitrohr formieren
System spülen	Für Hydridtechnik System zusätzlich spülen Die Parameter für diesen Schritt werden im Fenster Methode / Hydrid spezifiziert.
System laden	Für Hydridtechnik Nach einer Neuinstallation oder Reinigung des Hydridsystems, wie sie nach Beendigung der Arbeit täglich erfolgen sollte, müssen vor Beginn der Analysen die Schläuche mit Reagenzien geladen werden. Deshalb sollte diese Aktion in der Sequenz vor der ersten Messung erfolgen.
Lampe aus	Xenonlampe ausschalten
Standby	Xenonlampe in den Standby-Modus schalten
Wartezeit	Die eingegebene Zeit warten und dann mit der Analyse fortsetzen
Pause	Die Analyse stoppen Die Sequenz kann anschließend mit Klick auf  fortgesetzt werden.
Beep	Einen Signalton vom PC erzeugen, z.B. um das Ende der Kalibrierung anzuzeigen (erfordert eine Soundkarte, Lautsprecher und aktivierte Windows-Systemklänge)
Wiederhole / Solange	Einen Teil der Sequenz bis zur Sonderaktion Solange wiederholen Als Abbruchbedingung kann eine Anzahl von Schleifendurchläufen oder eine Zeit in Minuten angegeben werden. Die Einträge in der Ergebnisdatei werden entsprechend dem Abbruchkriterium mit einem Zähler oder Datum und Uhrzeit ergänzt. Bei einer Onlinemessung muss die Option autom. aktiviert werden. Dies verhindert im manuellen Betrieb die Nachfrage zur Probendosierung.
Kalib. anzeigen	Während der laufenden Sequenz die Kalibrierkurve anzeigen
Kalib. berechnen	Die Kalibrierfunktion neu berechnen
Kollektor reinigen	Für Hydrid/HydrEA-Technik Goldkollektor heizen, um Analytreste zu entfernen
System spülen	Für Flammentechnik Probenweg spülen
Reinigung	Kontrollierte Reinigung bei Lösungsanalytik ausführen Die Parameter werden im Fenster Methode / Probenzufuhr spezifiziert.
Optikspülung	Für contrAA 800 Optikspülung ausschalten oder die Spülung mit Luft oder Argon einschalten Die Aktion wird übersprungen, wenn die Spülung bereits abgeschlossen ist. Die Spülzeiten werden aus dem Fenster Optionen / Optikspülung übernommen.

Sequenz spezifizieren

- ▶ Das Fenster **Sequenz** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ Dort auf **Anhängen** klicken.
Das Fenster **Sequenz bearbeiten** mit den für die aktuelle Methode verfügbaren Messungen und Aktionen.
- ▶ Nacheinander die Optionen aktivieren und mit **Übernehmen** in die Sequenztabelle übertragen.
- ▶ Die letzte Option mit **OK** bestätigen und in das Fenster **Sequenz** zurückkehren.
Die Sequenztabelle enthält alle Messungen und Aktionen in der Reihenfolge der Auswahl.
- ▶ Optional: In der Tabellenspalte **Elemente** die zu untersuchenden Elemente eingeben.
- ▶ Bei Verwendung des Probengebers:
Die Position der Proben auf dem Probengeber spezifizieren. Die Positionen von Standardproben und QC-Proben werden als Voreinstellung aus der Methode übernommen. Die Positionen können hier geändert werden.

Hinweis: Die Namen und Positionen der zu analysierenden Proben geben Sie am besten im Fenster **Proben-ID** ein und übertragen Sie anschließend in die Sequenztabelle.

Übliche Sequenz für eine Messroutine

Eine übliche Sequenz enthält die Messungen in der Reihenfolge:

1. Für Flammentechnik: Referenzmessung
2. Kalibration
3. Anzahl Proben

Optional können QC-Proben, Rekalibration oder die Messung der Wiederfindungsrate zwischen oder nach den Probenmessungen eingefügt werden.

Sehen Sie dazu auch

-  Fenster Methode / Hydrid [▶ 38]
-  Fenster Methode / Ofen - Parameter für die Atomisierung im Graphitofen spezifizieren [▶ 31]
-  Methodenparameter für Probengeber für Flammen- und Hydridtechnik [▶ 42]
-  Methodenparameter für Probengeber für Graphitofentechnik (Lösungsanalytik) [▶ 45]
-  Fenster Sequenz [▶ 68]
-  Fenster Proben-ID [▶ 74]

5 Probeninformationsdaten (Proben-ID)

Die Probeninformationsdaten (Proben-ID) enthalten für die aktuellen Analysenproben und die QC-Proben die spezifischen Daten wie Probenname, Position auf dem Probengeber, Einwaage, Verdünnung oder Konzentrationseinheit. Probennamen und Positionen können in die Sequenztabelle per Mausclick übernommen werden. Die Probeninformationsdaten werden als Tabelle im CSV-Format gespeichert und können auch in einem Tabellenkalkulationsprogramm, z. B. Excel, editiert werden. Auch der umgekehrte Weg ist möglich, extern erstellte Probentabellen können in ASpect PQ importiert werden.

Das Fenster **Proben-ID** öffnen Sie mit einem Klick auf  in der Symbolleiste oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung / Proben-ID**.

5.1 Probeninformationsdaten erstellen, speichern und öffnen

Einen neuen Satz Proben-ID erstellen

- ▶ In der Symbolleiste auf  klicken.
Alternativ öffnen Sie das Fenster **Proben-ID** mit den Menübefehlen **Methodenentwicklung | Proben-ID** oder **Datei | Neue Probeninformations-Daten**. Das Fensters **Proben-ID** erscheint.
- ▶ Die Einstellungen für Proben und QC-Proben spezifizieren.
- ▶ Den Datensatz mit Klick auf OK oder Übernehmen aktivieren.
 - ✓ Die Proben-ID sind aktiviert und werden für die nächste Analyse verwendet. Sie können die Proben-ID auch für eine spätere Analyse speichern.

Proben-ID speichern

- ▶ Im Fenster **Proben-ID** auf **Speichern** klicken.
Alternativ den Menüpunkt **Datei | Speichern | Probeninformation** wählen. Das Standardfenster **Speichern unter** erscheint.
- ▶ Im Feld **Dateinamen** den Namen für den Datensatz eingeben.
- ▶ Proben-ID mit Klick auf **Speichern** speichern.
 - ✓ Die Proben-ID sind im CSV-Format gespeichert. Sie können die Daten für weitere Analysen laden oder in einem Tabellenprogramm oder Texteditor editieren.

Probeninformationsdaten öffnen

- ▶ Proben-ID mit einer der folgenden Alternativen öffnen:
 - In der Werkzeugleiste auf das Symbol  neben dem Feld **Proben** klicken.
 - Sie den Menüpunkt **Datei | Probeninformations-Datei öffnen** wählen.
 - Im Fenster **Proben-ID** auf **Öffnen** klicken.
Standardfenster **Öffnen** erscheint.
- ▶ In der Liste die Datei auswählen und auf **Öffnen** klicken.
 - ✓ Die Proben-ID wird im Fenster **Proben-ID** angezeigt und kann für die nächste Analyse verwendet werden.

5.2 Fenster Proben-ID

Im Fenster **Proben-ID** spezifizieren Sie die Proben und QC-Proben. Neben dem Namen und der Position auf dem Probengeber können Sie für die Analyse wichtige Parameter eingeben.

Das Fenster **Proben-ID** öffnen Sie mit Klick auf .

Pos	Name	Vor-VF	Einheit	Einw.	Vol.	Name(2)	AS-VF	BW-Korr.	Probenotyp
1	Sample 1801	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
2	Sample 1802	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
3	Sample 1803	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
4	Sample 1804	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
5	Sample 1805	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
6	Sample 1806	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
7	Sample 1807	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
8	Sample 1808	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe
9	Sample 1809	1.000	mg/L		100.00		1.00	aus	Probe

Seite Probeninformation

Diese Seite enthält die Liste der Probeneigenschaften.

Tabellenspalte	Beschreibung
Pos	Probenposition im Probengeber
Name	Probenname Diese Eingabe ist optional. Max. Anzahl Zeichen: 20
Vor-VF	Der Vorverdünungsfaktor ist der Faktor, um den die Originalprobe verdünnt wurde, bevor sie im Probengeber platziert bzw. bei der Arbeit ohne Probengeber der Atomisierungseinheit zugeführt wird. Der Faktor ist zur Berechnung der Konzentration der Originalprobe (Konz.2 auf der Ergebnistabelle) notwendig.
Einheit	Einheit für die Konzentration der Probe
Einw.	Einwaage in Gramm (nur Lösungsanalytik) Diese Masse der Originalprobe wurde in der Probenvorbehandlung in Lösung gebracht. Die Einwaage ist zur Berechnung der Konzentration der Originalprobe (Konz.2) notwendig. Hinweis: Für die Feststoffanalytik werden bekannte Probeneinwaagen im Ergebnisfenster / Feststoff eingegeben oder gewogen.
Vol.	In diesem Volumen (in mL) des Lösungsmittels wurde die Einwaage gelöst. Der Wert ist zur Berechnung der Konzentration der Originalprobe (Konz.2 auf der Ergebnistabelle) erforderlich.
Name(2)	Weiterer Probenname Diese Eingabe ist optional. Max. Anzahl Zeichen: 20
AS-VF	Verdünnungsfaktor des Probengebers

Tabellenspalte	Beschreibung
	Hinweis: Der hier verwendete Verdünnungsmodus wird im Fenster Methode / Probenzufuhr eingestellt.
BW-Korr.	Blindwertkorrektur aus Es wird keine Blindwertkorrektur durchgeführt. ein Für Berechnung der Konzentration der Originalprobe wird der zuletzt in der Sequenz gemessene Blindwert subtrahiert. Hinweis: Das Verfahren zur Blindwertkorrektur vereinbaren Sie im Fenster Optionen / Kalibration .
Probentyp	Auswahl des Probentyps Blindwert oder Probentyp Die Proben Daten der Proben-ID werden der Probenfolge in Sequenz entsprechend dem Probentyp zugeordnet, d.h. 1. Blindwert in Proben-ID = 1. Blindwert in Sequenz 2. Blindwert in Proben-ID = 2. Blindwert in Sequenz 1. Probe in Proben-ID = 1. Probe in Sequenz 2. Probe in Proben-ID = 2. Probe in Sequenz usw.
Elemente	Nur Mehrelementmethoden Elemente oder Elementlinien, die in einer Probe analysiert werden oder für die Sonderaktionen ausgeführt werden. alle Alle in der Methode festgelegten Elemente/Elementlinien werden bestimmt (Standardeinstellung). Elementsymbol Nur die genannten Elemente werden bestimmt, z.B. Cu, Pb. Elementsymbol + Index (bei Analyse mehrerer Linien eines Elements) Nur die genannten Elementlinien werden bestimmt, z. B. Cu1, Cu2. nicht Elementsymbol Die genannten Elemente werden nicht bestimmt, Z.B. nicht Cu, Pb. nicht Elementsymbol + Index Die genannten Elementlinien werden nicht bestimmt, z. B. nicht Cu1, Pb2.

Schaltflächen

Option	Beschreibung
Anhängen	Anzahl neue Zeilen am Ende der Liste einfügen
Einfügen	Anzahl neue Zeilen vor dem markierten Listenplatz einfügen
Löschen	Markierte Zeile löschen
Anz.	Eingabefeld für die Anzahl einzufügender oder zu löschender Zeilen
Tabelle löschen	Die gesamte Tabelle der Probeninformationen löschen
QC-Proben -> Sequenz	Probennamen und Positionen im Probengeber in die Sequenzliste übertragen Die erste Zeile der zu übertragenden Information in der Sequenzliste im Eingabefeld ab Sequenz-Zeile festlegen.
Sequenz -> Proben	Probennamen und Positionen im Probengeber aus der Sequenzliste in die Probeninformationstabelle übertragen Die erste Zeile der zu übertragenden Information in der Sequenzliste im Eingabefeld ab Sequenz-Zeile festlegen.

Seite QC-Probeninformation

Analog zur Seite **Probeninformation** sind auf dieser Seite die QC-Proben aufgeführt.

Die Tabelle der QC-Proben ist analog zur Probentabelle aufgebaut. Zusätzlich enthält die Spalte **Typ** die Informationen über den QC-Typ. Die Spalte **Einheit** entfällt, weil die Einheit bereits in der Methode definiert ist. Eine Blindwertkorrektur wird bei QC-Proben nicht durchgeführt.

Schaltfläche

Option	Beschreibung
QC-Proben -> Sequenz	QC-Probennamen und Positionen im Probengeber in die Sequenzliste übertragen

Weitere Schaltflächen und Eingabemöglichkeiten finden Sie in der Übersicht der häufig verwendeten Bedienelemente.

Sehen Sie dazu auch

- ☰ Fenster Methode / Probenzufuhr - Probenzufuhr spezifizieren [▶ 41]
- ☰ Optionen zur Kalibrierung und Blindwertkorrekturen [▶ 171]
- ☰ Häufig verwendete Bedienelemente [▶ 15]

5.3 Probeninformationen und QC-Proben spezifizieren

Wenn Sie für die Analyse weitere Daten zu Proben oder QC-Proben benötigen, wie z. B. die Einwaage oder den Vorverdünnungsfaktor, müssen Sie die Daten im Fenster **Proben-ID** spezifizieren. Die dort eingegebenen Daten können Sie in die Sequenz übertragen.

- ▶ Das Fenster **Proben-ID / Probeninformation** mit Klick auf  übernehmen.
- ▶ Im Feld **Anz.** die Anzahl zu analysierender Proben eingeben. Anschließend auf **Anhängen** klicken, um die Zeilen in die Tabelle einzufügen.
- ▶ In der Tabelle für jede Probe die benötigten Information eingeben.
- ▶ Wenn die Eingaben in allen Zeilen gleich sind, kann mit Klick auf  der Eintrag einer markierten Zelle auf alle nachfolgenden Zellen der Spalte kopiert werden. Wenn dabei die Option **inc.** (increment) aktiviert ist, wird beim Übertragen der Information auf die nächste Zeile der Wert jeweils um 1 erhöht. So können auf einfache Weise Plätze im Probengeber belegt oder Probennamen fortlaufend nummeriert werden.
- ▶ Texte aus Eingabefeldern können in die Zwischenablage kopiert und wieder eingefügt werden. Dazu die üblichen Tasturbefehle verwenden oder mit Rechtsklick das Kontextmenü öffnen.
- ▶ Wenn alle Informationen eingetragen sind, im Feld **ab Sequenz-Zeile** die Zeile der Sequenz eingeben, ab welcher die Probeninformation in die Sequenz übernommen wird. Die Informationen mit Klick auf **Proben -> Sequenz** übertragen.
- ▶ QC-Probeninformationen analog im Fenster **Proben-ID / QC-Probeninformation** spezifizieren.
 - ✓ Die Probeninformationen werden jetzt für die nächste Analyse verwendet.

6 Analysen durchführen und Ergebnisse berechnen

6.1 Übersicht der Menübefehle und Schaltflächen zum Starten der Analysen im Hauptfenster

Messungen werden mit den Symbolen der Werkzeugleiste oder über das Menü Routine gestartet.

Symbol	Menüpunkt	Funktion
	Routine Sequenz starten	Einen Analysenablauf starten
	Routine Zeile(n) der Sequenz ausführen...	Die markierte Zeile oder Zeilen in der Sequenz ausführen. Mit Hilfe der Maus und gedrückter Strg- bzw. Umschalttaste können mehrere Zeilen markiert werden.
	Routine Stopp	Den Analysenablauf sofort stoppen Die Stopp-Funktion sollte nur bei Flammentechnik verwendet werden. Bei Hybrid-/HydrEA-Technik und Graphitrohrtechnik bleiben durch direkten Stopp Probenreste im System bzw. Graphitrohr zurück und können zu Verunreinigungen führen.
	Routine Unterbrechen	Für Hybrid-/HydrEA-Technik und Graphitofentechnik Während der Abarbeitung eines Hybridablaufs oder Ofenprogramms kann mit Hilfe dieser Schaltfläche eine Programm-Unterbrechung angemeldet werden. Nach Erkennen der Unterbrechungsanmeldung wird die Schaltfläche blass. Der Ablauf wird noch zu Ende abgearbeitet. Dann wird ein Stopp des Analysenablaufs ausgelöst.
	Routine Fortsetzen	Setzt eine gestoppte Routine fort.
	Routine Neuberechnen	Bewirkt eine Neuberechnung der Ergebnisse, wenn sich Ausgangsdaten, z.B. die Kalibrierfunktion oder die Methode, geändert haben.

6.2 Messroutine starten

Nach Auswahl der Methode, der Sequenz und gegebenenfalls der Probeninformationsdaten sind alle Informationen vorhanden, um die Messroutine zu starten.

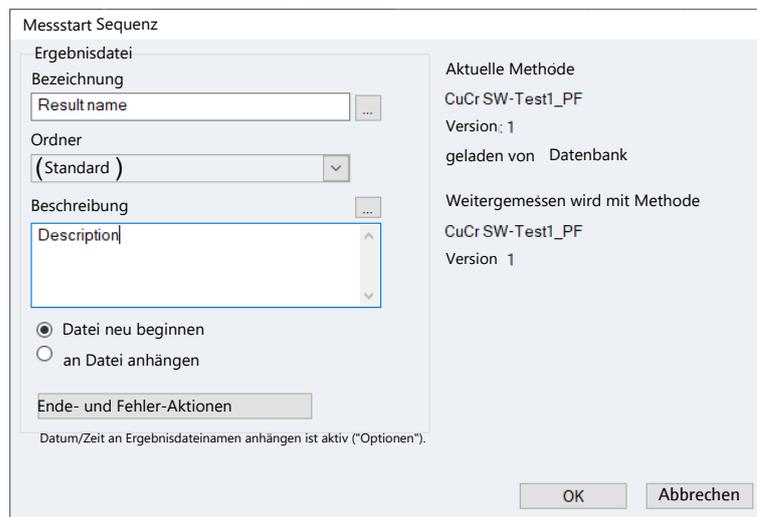
Das contrAA muss für die Messung entsprechend der verwendeten Technik vorbereitet sein:

- Xenonlampe ist eingeschaltet.
- Flammentechnik: Die Flamme ist gezündet und brennt länger als die Einlaufzeit.
- Graphittechnik: Das Graphitrohr ist eingesetzt und der Ofen ist formiert.
- Hybridtechnik: Die Küvette ist vorgeheizt.
- Probengeber: Die Proben stehen vorbereitet auf dem Probengeberteller.

Ergebnisse während der Analyse speichern

Analysenergebnisse werden direkt während der Messung in einer Datenbank im voreingestellten Standardpfad bzw. in selbstdefinierten Unterordnern gespeichert. Sie können wahlweise in einer neuen Datenbank gespeichert oder an eine vorhandene Datenbank angehängt werden. Es ist jedoch nicht möglich, eine Ergebnisdatenbank durch Wahl des gleichen Namens zu überschreiben.

Das Ziel für die Ergebnisse wird automatisch beim Start einer Messroutine gefordert. Es öffnet sich dafür das Fenster **Messstart Sequenz: Sequenzname** mit folgenden Optionen für die Ergebnisdatei:



Option	Beschreibung
Name	Dateinamen der Ergebnisdatenbank
Ordner	Speicherpfad der Ergebnisdatei Der Standardordner zum Speichern der Dateien wird im Fenster Optionen / Ordner angezeigt.
Beschreibung	Diese Notiz wird mit den Analysenergebnissen gespeichert. Die Eingabe ist optional. Mit Klick auf ... können benutzerdefinierte Beschreibungen ausgewählt werden. Diese Beschreibungen konfigurieren Sie im Fenster Daten / Vordefinierte Bemerkungen .
Datei neu beginnen	Bei Aktivierung muss ein neuer Dateiname eingegeben werden. Es wird geprüft, ob der Dateiname bereits vorhanden ist. Vorhandene Dateien können nicht überschrieben werden.
an Datei anhängen	Neue Ergebnisse werden an eine vorhandene Ergebnisdatei angehängt. Mit Klick auf ... öffnen Sie ein Auswahlfenster, aus dessen Liste Sie eine vorhandene Ergebnisdatei auswählen können.
Ende- und Fehler-Aktionen	Öffnet ein Optionsfenster mit Aktionen, die bei Ende oder bei vorzeitigem Abbruch der Messungen ausgeführt werden. Die möglichen Optionen sind abhängig von der Atomisierungstechnik. Hinweis: Die Optionen können auch noch während einer laufenden Sequenz aktiviert werden.
OK	Messung starten

Die Datei enthält die Mess- und Auswertergebnisse, die Informationen der Proben-ID und die Methode. Zusätzlich kann in der Methode das Speichern der Kalibrierdaten vereinbart werden. Die Methodenparameter werden in diesem Fall in der Ergebnisdatenbank gespeichert. Spektren werden in einer separaten Datei mit gleichen Dateinamen und anderer Erweiterung gespeichert. Die Ergebnisdatenbank wird mit der Erweiterung TPS gespeichert. Spektrendateien erhalten die Erweiterung SPK.

Messroutine starten

- ▶ Das Gerät entsprechend der Atomisierungstechnik vorbereiten und die Proben bereitstellen.
- ▶ Die Messroutine mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Routine | Sequenz starten...** das Fenster **Messstart Sequenz** öffnen.
- ▶ Einen Dateinamen für die Ergebnisdatei auswählen. Wahlweise kann das Ergebnis in einer neuen Datei gespeichert oder an eine bereits vorhandene Datei angehängt werden. Das Überschreiben einer bereits vorhandenen Datei ist nicht möglich.
- ▶ Mit Klick auf **OK** startet die Messroutine entsprechend den Einstellungen in Methode und Sequenz.
 - ✓ Bei Verwendung des Probengebers läuft die Messung automatisch ab. Bei manueller Probenzuführung ohne Probengeber werden die Anweisungen zur Probenbereitstellung auf dem Bildschirm angezeigt.

Anzeigen während des Analysenablaufs

Während der Messung werden die Ergebnisse in Echtzeit im Ablauf- und Ergebnisfenster angezeigt. Zusätzlich können folgende Anzeigefenster geöffnet werden:

- **Signalverlauf:** Verlauf des Messsignals
- **Spektrendarstellung:** Absorptionslinie des Analyten und die simultan erfasste spektrale Umgebung
- **Bargraph:** Messwerte in einer Balkengraphik
- **Report-Fenster:** aktueller Flammenstatus oder Ofenstatus
- **Probenkonz. in Bezugskurve:** Lage der ermittelten Probenkonzentration in der Kalibrierkurve

Die Anzeige dieser Fenster können Sie im Fenster **Optionen / Analysenablauf** voreinstellen. Die Anzeigefenster können auch während der Messung ausgeblendet oder geöffnet werden:

- Mit Klick auf **Sequenz- optionen** das Fenster **Anzeigefenster** öffnen. Dort die Fensteroptionen aktivieren und auf **Anzeigefenster** klicken.
- Alle Anzeigefenster über den Menüpunkt **Ansicht | Anzeigefenster öffnen** oder die Funktionstaste F7 öffnen.
- Alle Anzeigefenster über den Menüpunkt **Ansicht | Anzeigefenster schließen** oder die Funktionstaste F8 schließen.

In der Sequenzliste des Ergebnisfensters wird der Messfortschritt dokumentiert. Die Zeilen mit den aufeinanderfolgenden Aktionen sind mit folgenden Symbolen in der Spaltenspalte gekennzeichnet:

Symbol	Beschreibung
-	Noch nicht gemessen / abgearbeitet
O	Wird gerade gemessen
+	Wurde bereits gemessen / abgearbeitet

Zusätzlich werden in der Symbolleiste an der Seite während der Messung Schaltflächen eingeblendet:

Schaltfläche	Beschreibung
Sequenz- optionen	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Weitere Optionen für das Ende der Sequenz oder im Fehlerfall definieren ▪ Anzeigefenster öffnen
Methode anzeigen	<p>Methodenfenster öffnen</p> <p>Die Methode kann nur gelesen, jedoch nicht geändert werden.</p>
Sequenz Proben	<p>Sequenzfenster öffnen</p> <p>Die Sequenz kann während laufender Messung erweitert werden. Das Sequenzfenster enthält die Schaltfläche Proben-ID mit der auch die Proben-ID editiert werden kann.</p>

Schaltfläche	Beschreibung
Scraper auslösen	Bei Betätigung der Schaltfläche reinigt der Scraper im Lachgas-Betrieb den Brennerkopf innerhalb einer Statistikreihe einer Probe zwischen zwei Messungen.
Flamme löschen	Flamme sofort löschen

Sehen Sie dazu auch

-  Vordefinierte Bemerkungen erstellen [▶ 164]
-  Optionen zum Analysenablauf [▶ 169]

6.3 Messroutine unterbrechen, fortsetzen oder stoppen

Eine laufende Messroutine kann unterbrochen und anschließend wieder fortgesetzt werden. Bei der Graphitrohrtechnik und Hydridtechnik sollte jedoch die laufende Probenmessung bis zuende geführt und danach erst abgebrochen werden. Diese Verfahrensweise verhindert, dass sich Probenrückstände im Graphitrohr bzw. Hydridsystem ablagern können. Bei Flammentechnik kann zu jedem Zeitpunkt ohne Einschränkung gestoppt werden.

Messroutine stoppen/unterbrechen

- ▶ Mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Routine | Stopp** die Messroutine sofort stoppen.
- ▶ Mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Routine | Unterbrechen** eine Unterbrechung der Messroutine anmelden. Nach Erkennen der Unterbrechungsanmeldung wird die Schaltfläche blass. Das Hydrid-Programm oder Ofenprogramm wird noch zu Ende abgearbeitet. Dann wird ein Stopp des Analysenablaufs ausgelöst.

Messroutine fortsetzen

- ▶ Mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Routine | Fortsetzen** eine gestoppte/unterbrochene Routine fortsetzen. Das Dialogfenster **Sequenz fortsetzen** mit dem der Aktionsstatus vor der Unterbrechung erscheint.
- ▶ Eine der Optionen zum Fortsetzen der Messung wählen.
- ▶ Bei Änderung der Methode die Option **Mit geänderter Methode fortsetzen** aktivieren. Dadurch erfolgt ein neuer Methodeneintrag in die Ergebnisdatei und von der Methode wird eine weitere Version gespeichert.
- ▶ Auf **OK** klicken.
 - ✓ Die Messroutine wird mit der gewählten Option fortgesetzt und die Ergebnisse in die Ergebnisdatenbank fortgeschrieben.

6.4 Aktionen der Sequenz wiederholen

Einzelne Aktionen in einer Sequenz, Einzelmessungen in Statistikruns oder auch Sonderaktionen, können wiederholt werden.

- ▶ Im Hauptfenster auf der Karte **Sequenz** oder **Sequenz/Ergebnisse** die Zeile(n) mit der zu wiederholenden Aktion markieren.
- ▶ Messroutine mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Routine | Zeile(n) der Sequenz ausführen...** starten.

- ▶ Im Fenster **Messtart Sequenz** einen Dateinamen auswählen, in dem das Ergebnis für die Wiederholungsmessung gespeichert werden soll.
Wahlweise kann das Ergebnis in einer neuen Datei gespeichert oder an eine bereits vorhandene Datei angehängt werden. Das Überschreiben bereits vorhandener Ergebnisse durch Wahl des gleichen Dateinamens ist nicht möglich.
- ▶ Auf **OK** klicken.
 - ✓ Die Wiederholung der ausgewählten Sequenzzeilen startet.

Bei Wiederholungen der Sequenz oder der Messung einzelner Zeilen wird eine neue Version der Methode gespeichert. Eine Prüfung auf Änderungen in der Methode erfolgt in diesem Fall nicht.

6.5 Analysenergebnisse Neuberechnen

Nach jeder Änderung der Auswertebedingungen, z. B. Änderung der Kalibrierfunktion oder Methodenänderungen, müssen die Ergebnisse Neuberechnet werden, um die Änderungen wirksam werden zu lassen. Ebenfalls können die Probeninformationsdaten, z. B. Probennamen oder Verdünnungsfaktoren, geändert und in der Ausgabe der Analysenergebnisse neu berücksichtigt werden. Die Optionen für die Neuberechnung werden im Fenster **Analysenergebnisse Neuberechnen** spezifiziert.

Optionen im Fenster Analysenergebnisse Neuberechnen

Option	Beschreibung
Gruppe Eingangsdaten	
Name	Name der Ursprungsdatei mit Analysenergebnissen

Option	Beschreibung
Einzelwerte	Messergebnisse der Probeneinzelwerte wurden in der Ursprungsdatei gespeichert. Die Neuberechnung erfolgt ausgehend von den Einzelwerten.
Probeninformation geändert	Die Probeninformationsdaten wurden geändert und sollen bei der Neuberechnung berücksichtigt werden.
Gruppe Einträge Neuberechnen	
bis Zeile	Startzeile in der Ergebnisliste
von Zeile	Endzeile in der Ergebnisliste
Linien der aktuell geladenen Methode	Die ausgewählten Linien Neuberechnen
Gruppe Ergebnisdatei (Ziel)	
Ordner	Speicherpfad für die Ergebnisdatei
Name	Dateinamen für die Ergebnisdatei Datei neu beginnen Wenn aktiviert, muss ein neuer Dateiname eingegeben werden. Es wird geprüft, ob der Dateiname bereits vorhanden ist. Vorhandene Dateien können nicht überschrieben werden. an Datei anhängen Wenn aktiviert, werden die nachberechneten Werte an die vorhandene Datei angehängt.
Spektren speichern	Spektren der Probeneinzelwerte mit den neuen Analyseergebnissen speichern Diese Option ist nur aktiv, wenn in der Ursprungsdatei Spektren gespeichert sind.
Anzeigefenster aktualisieren	Beim Nachberechnen die Anzeigefenster aktualisieren
in QC-Karte eintragen	Nachberechnete Werte auf den QC-Karten eintragen, wenn in der Methode QC-Karten spezifiziert sind
Beschreibung	Diese zusätzliche Notiz wird mit den nachberechneten Analyseergebnissen gespeichert. Der Eintrag ist erforderlich, wenn die Benutzerverwaltung installiert ist. In der Liste können benutzerdefinierte Beschreibungen ausgewählt werden.

Neuberechnung ausführen

- ▶ Auf  klicken oder den Menüpunkt **Routine | Neuberechnen** wählen. Das Fenster **Analysenergebnisse Neuberechnen** erscheint.
- ▶ Optionen spezifizieren und Dateinamen wählen.
- ▶ Auf **OK** klicken.
 - ✓ Die Neuberechnung wird ausgeführt.

Hinweis: Neuberechnete Werte können wahlweise in einer neuen Datei gespeichert oder an eine vorhandene Ergebnisdatei angehängt werden. Eine Manipulation der Ursprungsdaten ist ausgeschlossen. Die ursprünglichen Ergebnisse bleiben immer erhalten, solange die Ursprungsdatei nicht gelöscht wird.

Sehen Sie dazu auch

-  Vordefinierte Bemerkungen erstellen [▶ 164]

6.6 Messungen parallel zur laufenden Analyse auswerten

Im laufenden Messbetrieb kann keine weitere Ergebnisauswertung vorgenommen werden. Jedoch kann bei bereits laufender Anwendung eine weitere Programminstanz der Anwendung im Offline-Modus geöffnet werden. In diesem Modus besteht keine Verbindung zum Gerät. Alle weiteren Funktionen wie das Erstellen von Methoden oder das Laden und Auswerten von Ergebnissen können jedoch parallel zum laufenden Messbetrieb der ersten Programminstanz verwendet werden.

- ▶ Menüpunkt **Datei | Offline-Programminstanz starten** wählen.
Die zweite Programminstanz startet.
- ▶ Die Ergebnisdatei der aktuell laufenden Messung mit dem Menübefehl **Datei | Ergebnisdatei öffnen** öffnen.
Bisher gemessene Ergebnisse werden in das Ergebnisfenster geladen.
- ▶ Weitere Ergebnisse aus der laufenden Messung mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Ansicht | Ergebnisliste aktualisieren** laden.
 - ✓ Die Ergebnisse können weiter bearbeiten werden, z.B. durch Aufruf der Proben-details oder der Kalibrierfunktion.

Hinweis: Bei einer Neuberechnung werden die Neuberechneten Ergebnisse in einer neuen Datei gespeichert. Ein Zugriff auf die Ursprungsdatei erfordert ein erneutes Öffnen der Ergebnisdaten.

6.7 Anzeige der Ergebnisse und des Analysenfortschritts

Hinweis: Je nach Betriebsart werden Messwerte in Extinktion oder Emission ermittelt. In der weiteren Beschreibung werden nur Extinktionswerte erwähnt. Für die Emissionswerte gelten die gleiche Angaben und Aussagen. Für Extinktionswerte wird in den Wertausgaben die Abkürzung **Ext.**, für Emissionswerte die Abkürzung **Ems** verwendet.

Die Messergebnisse und die Sequenz werden großflächig im Hintergrund der Arbeitsoberfläche im Ergebnisfenster angezeigt.

Die Darstellung auf verschiedenen Karten im Ergebnisfenster bietet eine gute Übersicht über die Messergebnisse und statistische Auswertungen.

Folgende Karten können angewählt werden:

- **Sequenz/Ergebnisse:** Inhalt der Karten Sequenz und Ergebnis auf einer Karte
- **Sequenz:** Anzeige der aktuellen Sequenz
- **Ergebnisse:** Darstellung der Messergebnisse
- **Übersicht:** Zusammenfassung der Messergebnisse
- **Feststoff**

In der Statusleiste des Ergebnisfensters steht der Dateiname der aktuellen Ergebnisdatei.

6.7.1 Karte Sequenz/Ergebnisse

Die Karte **Sequenz/Ergebnisse** enthält die Daten der beiden Einzelkarten **Sequenz** und **Ergebnisse**.

6.7.2 Karte Sequenz

Auf der Karte **Sequenz** wird die aktive Sequenz und ausgewählte Parameter aus der Proben-ID aufgelistet. Während der Analyse kann hier der Fortschritt der Messroutine verfolgt werden. Folgende Symbole werden dabei verwendet:

Symbol	Beschreibung
-	Noch nicht gemessen / abgearbeitet
0	Wird gerade gemessen
+	Wurde bereits gemessen / abgearbeitet

6.7.3 Karte Ergebnisse

Auf der Karte **Ergebnisse** sind alle Messergebnisse und statistischen Auswertungen aufgeführt. Zur besseren Übersicht sind die Werte in Tabellen verteilt. Die Reiter für diese Tabellen befinden sich an der Unterkante des Fensters.

Die Werte sind nach Reihenfolge der Probenmessung geordnet. Für jede Probe sind die jeweils analysierten Elemente aufgeführt.

Tabelle Ext./Zeit

Die Tabelle enthält die Extinktionswerte und die statistischen Auswertungen entsprechend der Methodenvereinbarung (Fenster **Methode / Statistik**).

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Nummer in der Analysenfolge
Name	Probenname
Linie	Analysenlinie
Ext.	Mittelwert oder Median der gemessenen Einzel-Extinktionen Bei Feststoffanalytik: normierte Extinktion
SD(Ext.)	Standardabweichung der Extinktion (Mittelwertstatistik)
RSD%	Relative Standardabweichung (Mittelwertstatistik)
Datum / Zeit	Messzeitpunkt
Einzelwerte(Ext.)	Einzelwerte der Extinktionsmessungen

Tabelle Feststoff

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Nummer in der Analysenfolge
Name	Probenname
Norm.Ext.	Mittelwert der normierten Extinktion (Extinktion/Einwaage)
SD	Standardabweichung der Konz. 1 (Mittelwertstatistik)
RSD%	Relative Standardabweichung der Konz. 1 (Mittelwertstatistik)
Masse	Mittlere absolute Analytmass
Einheit	Absoluteinheit des Analyten
Feuchte[%]	Relative Feuchte der Probe
Einw.[%]	Einwaagen für alle Einzelmengen
Datum / Zeit	Messzeitpunkt
Einzelwerte(Ext.)	Einzelwerte der Extinktionsmessungen

Tabelle Konz.1

Die Tabelle **Konz.1** zeigt die analysierte Konzentration der Probe, wie sie dem AAS zugeführt wurde, an.

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Nummer in der Analysenfolge
Name	Probenname
Linie	Analysenlinie
Einheit	Konzentrationseinheit
Konz.1	Analysierte Konzentration der Probe
SD	Standardabweichung der Konz. 1 (Mittelwertstatistik)
RSD%	Relative Standardabweichung der Konz. 1 (Mittelwertstatistik)
R	Spannweite der Konz. 1 (Medianstatistik)
R%	Relative Spannweite der Konz. 1 (Medianstatistik)
VB	Vertrauensbereich
Bem.	Bemerkungen zu Ereignissen während der Messroutine
VF	Verdünnungsfaktor bei Konzentrationsüberschreitung Bei Konzentrationsüberschreitungen kann im Fenster Methode / Probenzufuhr eine automatische Verdünnung mit dem Probenwechsler aktiviert werden. Der Verdünnungsfaktor dieser automatischen Verdünnung durch den Probengeber wird bei der Berechnung von Konz. 1 berücksichtigt.
Ext.	Mittelwert oder Median der gemessenen Einzel-Extinktionen Bei Feststoffanalytik: normierte Extinktion
SD(Ext.)	Standardabweichung der Extinktion (Mittelwertstatistik)
SD(Ext.)	Standardabweichung der Extinktion (Mittelwertstatistik)
Datum / Zeit	Messzeitpunkt
Einzelwerte(Ext.)	Einzelwerte der Extinktionsmessungen

Tabelle Konz.2

Die Tabelle **Konz. 2** zeigt die Konzentration der Originalprobe an. Bei der Berechnung von **Konz. 2** werden die Probeninformationsdaten berücksichtigt:

- Vorverdünnung
- Einwaage bei Feststoffen und Lösungsvolumen
- Umrechnungsfaktoren für andere Einheiten

Option	Beschreibung
Nr.	Nummer in der Analysenfolge
Name	Probenname
Linie	Analysenlinie
Einheit	Konzentrationseinheit
Konz. 2	Konzentration der Originalprobe unter Berücksichtigung der Probeninformationsdaten
SD 2	Standardabweichung der Konz. 2 (Mittelwertstatistik)
RSD%	Relative Standardabweichung der Konz. 2 (Mittelwertstatistik)
VB	Vertrauensbereich
Bem.	Bemerkungen zu Ereignissen während der Messroutine
Ext.	Mittelwert oder Median der gemessenen Einzel-Extinktionen Bei Feststoffanalytik: normierte Extinktion
Datum / Zeit	Messzeitpunkt
Einzelwerte(Ext.)	Einzelwerte der Extinktionsmessungen

Tabelle QC-Erg.

Die Tabelle **QC-Erg.** zeigt die Ergebnisse der QC-Proben: Sollwert und Istwert der Konzentration, Wiederfindungsraten (nicht für Blindwert), Reaktionen auf eventuelle Abweichungen (alle Typen außer Blindwert).

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Nummer in der Analysenfolge
Name	Probenname
Linie	Analysenlinie
QC für Kalibrierfunktionen	R²(adj.) Anstieg Char.Konz.: Charakteristische Konzentration
QC für QC-Proben, nicht für QC-Blindwert	Konz. 1 Sollw.: Sollwert WfR: Wiederfindungsrate Bei QC-Proben und QC-Std. wird die Wiederfindungsrate der Konzentration bestimmt. Bei QC-Stock, QC-Trend und QC-Matrix wird die Wiederfindungsrate der durch die Aufstockung verursachten Konzentrationserhöhung ermittelt.
QC für Leerwert-Nachweisgrenze	SD: Standardabweichung der Leerwertmessungen NWG: Nachweisgrenze BG: Bestimmungsgrenze
Bem.	Bemerkungen zu Ereignissen während der Messroutine
Ext.	Mittelwert oder Median der gemessenen Einzel-Extinktionen Bei Feststoffanalytik: normierte Extinktion
SD(Ext.)	Standardabweichung der Extinktion (Mittelwertstatistik)
Datum / Zeit	Messzeitpunkt
Einzelwerte(Ext.)	Einzelwerte der Extinktionsmessungen

Tabelle Fehler

Treten innerhalb der Messung Fehler auf, so werden die entsprechenden Messungen in allen Tabellen rot markiert. In der Tabelle **Fehler** wird der aufgetretene Messfehler in Schriftform dokumentiert.

Tabelle Einzelwerte

Die Tabelle **Einzelwerte** enthält die gemessenen Einzelwerte der Extinktion.

Tabelle Proben-ID

Die Tabelle **Proben-ID** enthält die Probeninformationsdaten.

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Nummer in der Analysenfolge
Name	Probenname
Linie	Analysenlinie
Pos	Probenposition im Probengeber
Vor-VF	Der Vorverdünungsfaktor ist der Faktor, um den die Originalprobe verdünnt wurde, bevor sie im Probengeber platziert bzw. bei der Arbeit ohne Probengeber der Atomisierungseinheit zugeführt wird. Der Faktor ist zur Berechnung der Konzentration der Originalprobe (Konz.2 auf der Ergebnistabelle) notwendig.
Einw.	Einwaage in Gramm (nur Lösungsanalytik) Diese Masse der Originalprobe wurde in der Probenvorbehandlung in Lösung gebracht. Die Einwaage ist zur Berechnung der Konzentration der Originalprobe (Konz.2) notwendig.

Tabellenspalte	Beschreibung
	Hinweis: Für die Feststoffanalytik werden bekannte Probeneinwaagen im Ergebnisfenster / Feststoff eingegeben oder gewogen.
Vol.	In diesem Volumen (in mL) des Lösungsmittels wurde die Einwaage gelöst. Der Wert ist zur Berechnung der Konzentration der Originalprobe (Konz.2 auf der Ergebnistabelle) erforderlich.
Name(2)	Weiterer Probenname
AS-VF	Verdünnungsfaktor des Probengebers Hinweis: Der hier verwendete Verdünnungsmodus wird im Fenster Methode / Probenzufuhr eingestellt.
BW-Korr.	Blindwertkorrektur aus Es wird keine Blindwertkorrektur durchgeführt. ein Für Berechnung der Konzentration der Originalprobe wird der zuletzt in der Sequenz gemessene Blindwert subtrahiert. Hinweis: Das Verfahren zur Blindwertkorrektur vereinbaren Sie im Fenster Optionen / Kalibration .

Tabelle Benutzerdefiniert

Auf der Tabelle **Benutzerdefiniert** können Sie die Parameter für die Ergebnisausgabe und deren Reihenfolge in der Tabelle selbst auswählen.

- ▶ Auf die Schaltfläche **Spalten auswählen** in der rechten oberen Ecke der Tabelle klicken.
- ▶ Im Fenster **Spalten auswählen** die Parameter per Mausklick markieren.
- ▶ Um die Reihenfolge in der Anzeige zu ändern, den Parameter markieren und mit den Pfeiltasten auf der Tastatur in der Liste verschieben. Mehrere gleichzeitig markierte Parameter werden im Block verschoben.
 - ✓ Nach der Rückkehr ins Hauptfenster werden die Ergebnisse angezeigt. Die Breite der Tabellenspalten können Sie verändern, indem Sie den Mauszeiger auf die Tabellenlinie im Kopf der Tabelle führen (der Zeiger wandelt sich dabei in einen Doppelpfeil) und mit gedrückter Maustaste die Tabellenspalte auf die gewünschte Breite aufziehen.

Hinweis: Die Spaltenbreite wird in dieser Ansicht gespeichert. Bei den anderen Tabellen im Hauptfenster werden Änderungen der Spaltenbreite beim Verlassen zurückgesetzt.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Übersicht über Markierungen in der Werteanzeige [▶ 184]

6.7.4 Karte Übersicht

Auf der Karte **Übersicht** werden die Analysenergebnisse zusammengefasst. Dabei kann zwischen verschiedenen Ausgaben gewählt werden.

Option	Beschreibung
Konz.1	Analysierte Konzentration der Probe
Konz. 2	Konzentration der Originalprobe unter Berücksichtigung der Probeninformationsdaten
Ext.	Mittelwert oder Median der gemessenen Einzel-Extinktionen Bei Feststoffanalytik: normierte Extinktion
Ext.(RSD / R)	Relative Standardabweichung oder Spannweite der Extinktion

Option	Beschreibung
SD	Standardabweichung der Konz. 1 (Mittelwertstatistik)
RSD%	Relative Standardabweichung der Konz. 1 (Mittelwertstatistik)
NWG	Nachweisgrenze
BG	Bestimmungsgrenze
WfR(Sollw.)	Wiederfindungsrate (Sollwert)
R ² (adj.)	Korrelation der Kalibrierkurve

Durch Aktivieren der Kontrollfelder können die folgenden Proben typen angezeigt werden:

- **Proben**
- **QC-Proben**
- **Kal.-Std.**
- **Sonstige**

Mit Klick auf  öffnen Sie das Fenster **Drucken Übersicht**, aus dem Sie nach Spezifikation der zu druckenden Linien und Parameter den Ausdruck starten können. Neben dem Ausdruck auf dem angeschlossenen Drucker können die Daten auch wahlweise als TXT-, HTML- oder PDF-Datei gespeichert und mit der entsprechenden Anwendung dargestellt werden

Sehen Sie dazu auch

 [Ergebnisdaten drucken \[▶ 153\]](#)

6.7.5 Karte Feststoff

Auf der Karte **Feststoff** wird die Folge der Einzelmessungen der Feststoffanalyse aufgelistet.

Die in der Sequenz eingestellte Folge von Kalibrier- und Probenmessungen wird in Einzelmessungen aufgesplittet und deren Einwaage, Tara und Dosierzustand angezeigt und eingegeben.

Sehen Sie dazu auch

 [Feststoffanalytik mit Graphitofentechnik \[▶ 101\]](#)

6.8 Ergebnisdateien öffnen oder aus der Anzeige löschen

Sie können gespeicherte Analysenergebnisse zur erneuten Ansicht öffnen.

Ergebnisdatei öffnen

Die Ergebnisdateien sind in definierten Ordnern entsprechend der Atomisierungstechnik gespeichert. Sie können deshalb nur Dateien öffnen, die zur im Fenster **Quickstart** gewählten Atomisierungstechnik passen. Linienspektren sind nur zugänglich, wenn mit der Ergebnisdatei auch eine Datei mit den Spektren gespeichert wurde.

- ▶ Den Menüpunkt **Datei | Ergebnisdatei öffnen** wählen.
- ▶ Im Standardfenster **Öffnen** die Datei auswählen.
Es öffnet sich das Fenster **Laden Ergebnisse**. Hier werden neben den Dateinamen auch Geräte name und -nummer, verwendete Analysetechnik, die Software-Version und die optionale Beschreibung ausgegeben.

- ▶ Wenn in späteren Arbeitsschritten die Probeninformationsdaten benötigt werden, die Option **Probeninformation extrahieren** aktivieren.
Die Probeninformationen werden z. B. bei Nachberechnungen mit veränderter Proben-ID benötigt.
- ▶ Auf **OK** klicken.
 - ✓ Die Ergebnisdatei wird geladen und im Ergebnisfenster angezeigt. Der Name der aktuell geladenen Ergebnisdatei steht in der Statuszeile von ASpect CS.

Die Datei können Sie nachberechnen oder drucken. Ebenfalls ist es möglich, aus der Ergebnisdatei die Methode zu extrahieren und für weitere Messungen zu verwenden. Wenn Sie die beim Laden die Proben-ID extrahiert haben, werden diese Daten im Fenster **Proben-ID** angezeigt.

Anzeige der aktuellen Ergebnisliste löschen

Eine angezeigte Ergebnisliste wird beim Laden einer anderen Ergebnisdatei immer gelöscht und durch die neue Ergebnisliste ersetzt. Sie können die aktuelle Anzeige der Ergebnisliste auch explizit löschen.

- ▶ Menüpunkt **Bearbeiten | Ergebnisliste löschen** wählen.
 - ✓ Die Ergebnisliste wird gelöscht und es steht Ihnen ein leeres Hauptfenster für weitere Arbeitsschritte zur Verfügung.

Hinweis: Die Software verfügt über umfangreiche Protokollfunktionen zum Druck der Ergebnisse. Ergebnisse können Sie außerdem importieren oder exportieren. Ergebnisse einzelner Proben können Sie im Fenster **Daten | Datenverwaltung** auffinden.

Sehen Sie dazu auch

- 📄 Ergebnisdaten drucken [▶ 153]
- 📄 Ergebnisdaten verwalten [▶ 159]

6.9 Probendetails und Spektren

Zu jeder Messung im Ergebnisfenster können die Einzelwerte (Statistik-Runs) der Messung und, falls mitgespeichert, die Spektren im Fenster **Probeneinzelwerte** angezeigt werden. Wenn mit den Analyseergebnissen auch die Spektren gespeichert wurden, können Sie die die Einzelspektren im Fenster **Spektren** zur Ansicht aufrufen und bearbeiten.

6.9.1 Probeneinzelwerte anzeigen

Sie können sich im Fenster **Probeneinzelwerte** nähere Informationen zu den Einzelwerten (Statistik-Runs) und die Signalverläufe einer Probenmessung anzeigen lassen. Außerdem stehen Ihnen in diesem Fenster folgende Funktionen zu Verfügung:

- Spektren der Einzelmessung anzeigen
- Einzelmessungen in der Berechnung des Analysenwerts aktivieren/deaktivieren
- Integrationsgrenzen für die Auswertung von Signalflächen anpassen

Das Fenster **Probeneinzelwerte** öffnen Sie durch einen Doppelklick auf die entsprechende Probenzeile in der Ergebnistabelle. Alternativ können Sie die Zeile markieren und den Menüpunkt **Ansicht | Detailergebnisse** wählen.

Probeneinzelwerte - [Sample 1 Cu]

Cu324 Nr. Ext. Datum
 Typ SD Zeit
 Name RSD

Nr.	Ext.	Konz. 1 µg/L	Bem.
1	0.45092	9.11	
2	0.45520	9.22	

Spektrennummer

Extinktion

Zeit [s]

Löschen Spektrum anzeigen

Überlappend

OK Abbrechen

Angabe zur Probe

Feld	Beschreibung
Linie	Analysenlinie
Nr.	Nummer der Messung in der Ergebnistabelle
Typ	Probentyp
Name	Probenname
Ext. / Ems	Extinktionswert / Emissionswert gemittelt über alle Einzelwerte
SD	Standardabweichung (Mittelwertstatistik) Die Anzeige erfolgt unabhängig von der für die Messung gewählten Statistikmethode (Mittelwert/Median).
RSD	Relative Standardabweichung (Mittelwertstatistik) Die Anzeige erfolgt unabhängig von der für die Messung gewählten Statistikmethode (Mittelwert/Median).
Datum / Zeit	Zeitpunkt der Messung

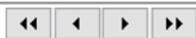
Anzeige / Löschen der Einzelwerte

Die ermittelten Probeneinzelwerte werden in der Tabelle angezeigt.

Tabellenspalte	Beschreibung
Nr.	Nummer des Einzelwertes innerhalb der Probenmessung
Einw.	Nur Feststoffanalytik Einwaagen der Einzelproben
Ext.	Extinktion des Einzelwertes Bei Feststoffanalytik: normierte Extinktion
Bem.	Keine Der Einzelwert geht in die Berechnung des Probenmittelwerts ein. MAN Der Wert wurde manuell aus der Berechnung des Probenwerts ausgeschlossen.

Tabellenspalte	Beschreibung
	KOR Der Wert wurde auf Grund des Grubbs-Ausreißertests automatisch aus der Berechnung des Probenwerts ausgeschlossen.

Schaltflächen und Optionen

Schaltflächen / Option	Beschreibung
Löschen / Reakt.	Probeneinzelwert aus der Mittelwertberechnung herausnehmen bzw. wieder für die Berechnung reaktivieren
Spektrum anzeigen	Nur wenn Einzelspektren mit der Messung gespeichert wurden und der Scientific Mode (Menüpunkt Extras Scientific Mode) aktiviert ist Anzeige der gemessenen wellenlängenabhängigen Linienspektren, aus denen sich der Probeneinzelwert ergibt
Ersetzen durch Eintrag Nr.	Nur Kalibrierstandards Aktuelle Probe soll bei einer Nachberechnung durch die Probe an Position Nr. der Ergebnistabelle ersetzt werden.
	Grafik-Zoom zurücksetzen
	Grafik zoomen Mit gedrückter Maustaste einen Rahmen um den zu vergrößerten Bereich ziehen
	Signalwerte in der Signalkurve anzeigen
	Textfeld in die Grafik einfügen Mit gedrückter Maustaste einen Rahmen aufziehen und den Text eingeben.
	Integrationsgrenzen des Signals setzen
	Zwischen den Linien einzelner Proben und von einer Probe zur nächsten in der Ergebnistabelle wechseln
Überlappend	Einzelspektren werden in der Grafik überlagert angezeigt. Das markierte Einzelspektrum wird dabei fett dargestellt.

In der Grafik rechts neben der Tabelle wird der Signalverlauf und für die Graphitofentechnik zusätzlich der Verlauf des unspezifischen Untergrunds des jeweils markierten Einzelwerts über die Zeit dargestellt. Die Anzahl Messpunkte entspricht der Anzahl gemessener Spektren. Diese hängt von der Messzeit ab und wird im Fenster **Methode / Linien** für jede Analyselinie spezifisch festgelegt. Signalbereiche, die außerhalb des Integrationsbereichs liegen, werden grau unterlegt. Bereiche, in denen die Spektren starke spezifische Strukturen enthalten, werden beim Korrekturverfahren **mit Referenz** gelb unterlegt. Überprüfen Sie in diesem Fall die spektrale Basislinie mit Hilfe der Schaltfläche **Spektrum anzeigen**.

Probeneinzelwerte ausschließen

Ein Einzelwert kann aus der Berechnung des Probenmittelwerts manuell ausgeschlossen werden.

- ▶ Den auszuschließenden Einzelwert in der Tabelle markieren.
- ▶ Auf **Löschen** klicken.
Der Einzelwert erhält in der Spalte **Bem.** den Vermerk **MAN**.
- ▶ Mit Klick auf  die Nachberechnung starten.

- ✓ Die Daten werden neu berechnet und an die vorhandene Ergebnisdatei angehängt oder in eine neue Datei gespeichert.

Mit Klick auf **Reakt.** können Sie einen markierten Einzelwert wieder für die Mittelwertberechnung aktivieren.

Hinweis: Mit dem Grubbs-Ausreißertest können Ausreißer unter den Einzelwerten während der Analyse automatisch gesucht und eliminiert werden.

Integrationsgrenzen neu setzen

Bei simultaner Analyse mehrerer Analysenlinien (Mehrlinienauswertung) werden in der Methode die Analysenlinienparameter der Hauptlinie für die zusätzlichen Linien übernommen. Bei der integralen Signalauswertung (Graphitrohrtechnik) ist es sinnvoll, die Integrationsgrenzen der zusätzlichen Linien an den tatsächlichen Peakverlauf anzupassen.

- ▶ Auf  klicken und anschließend in der Grafik auf den Zeitpunkt des Integrationsbeginns klicken.
Eine senkrechte Linie erscheint.
- ▶ Auf die schmale Schaltfläche ... klicken und im Kontextmenü den Punkt **Integrationsende setzen** wählen. Anschließend auf den Zeitpunkt des Integrationsendes in der Graphik klicken.
- ▶ Erneut auf ... klicken und den Punkt **Werte in aktuelle Methode übernehmen** wählen.
Die Randbereiche des Signals, die nicht berücksichtigt werden sollen, werden in der Grafik farbig unterlegt.
- ▶ Das Fenster **Probeneinzelwerte** mit Klick auf **OK** schließen.
Es erfolgt ein Hinweis, dass die Methode neu berechnet werden kann.
- ▶ Mit Klick auf  die Nachberechnung starten.
 - ✓ Die Daten werden neu berechnet und an die vorhandene Ergebnisdatei angehängt oder in eine neue Datei gespeichert. Die aktuellen Werte wurden in die Methode übernommen und können im Fenster **Methode / Auswertung** mit Klick auf **Signalintegration** angezeigt werden.

6.9.2 Spektren anzeigen und auswerten

Diese Funktion ist nur verfügbar, wenn Einzelspektren mit der Messung gespeichert wurden und der Scientific Mode (Menüpunkt **Extras | Scientific Mode**) aktiviert ist.

Die Linienspektren eines Einzelwerts öffnen Sie im Fenster **Probeneinzelwerte**.

- ▶ Im Hauptfenster auf die Probenzeile doppelklicken.
Das Fenster **Probeneinzelwerte** erscheint.
- ▶ Den Einzelwert in der Tabelle markieren und auf **Spektrum anzeigen** klicken.
 - ✓ Das Fenster **Spektren** erscheint.

Im Fenster **Spektren** können Sie folgende Funktionen ausführen:

- Einzelspektren anzeigen
- Untergrundkorrektur editieren
- Spektrenschar in 3D-Darstellung anzeigen
- Peakablagen korrigieren

Im Fenster **Spektren** werden jeweils auf der linken Seite die Spektren der Probeneinzelwerte in verschiedenen Ansichten dargestellt. In der Folge der Messwertaufnahme mittels CCD-Zeile entsteht eine dreidimensionale Spektrenschar von Signaländerungen abhängig von Wellenlängenbereich und Zeit. Durch die Spektrenschar werden Schnitte gelegt und so die Messkurven zweidimensional betrachtet:

- An einer festen Wellenlänge (Pixel) über die Zeit

- Zu einem bestimmten Zeitpunkt über den Wellenlängenbereich.

Beide Darstellungen können in der Grafik angezeigt werden.

Schaltflächen im Fenster Spektren

Schaltfl#che	Beschreibung
Linienparameter	Linienparameter für die Untergrundkorrektur und spektrale Auswertung aus der Methode laden oder in die Methode senden
3D-Grafik	Spektrenplots in einem zusätzlichen Fenster öffnen
	Zwischen den Linien einzelner Proben und von einer Probe zur nächsten in der Ergebnistabelle wechseln

Grafische Darstellung auf der linken Seite der Registerkarten

Bei der Darstellung über den Wellenlängenbereich wird als Abszisse **Pixel** angegeben. Drei rote Wellenlängenwerte zeigen die obere und untere Grenze des gemessenen Spektralbereichs sowie die Lage des Messpixels (Peaks der Elementlinie) an. Die Stützpixel für die Untergrundkorrektur sind mit grauen Linien markiert. Der Messpixel ist durch eine durchgehende rote Linie hervorgehoben. Der Bereich der Auswertepixel ist hellrot markiert.

Bei Verwendung der Untergrundkorrekturverfahren IBC und IBC-m werden Bereiche mit permanenten Strukturen (Absorptionsbanden im Referenzspektrum) bei deaktivierter Korrektur permanenter Strukturen automatisch gesperrt. Diese Bereiche werden in der Spektrendarstellung grau hinterlegt.

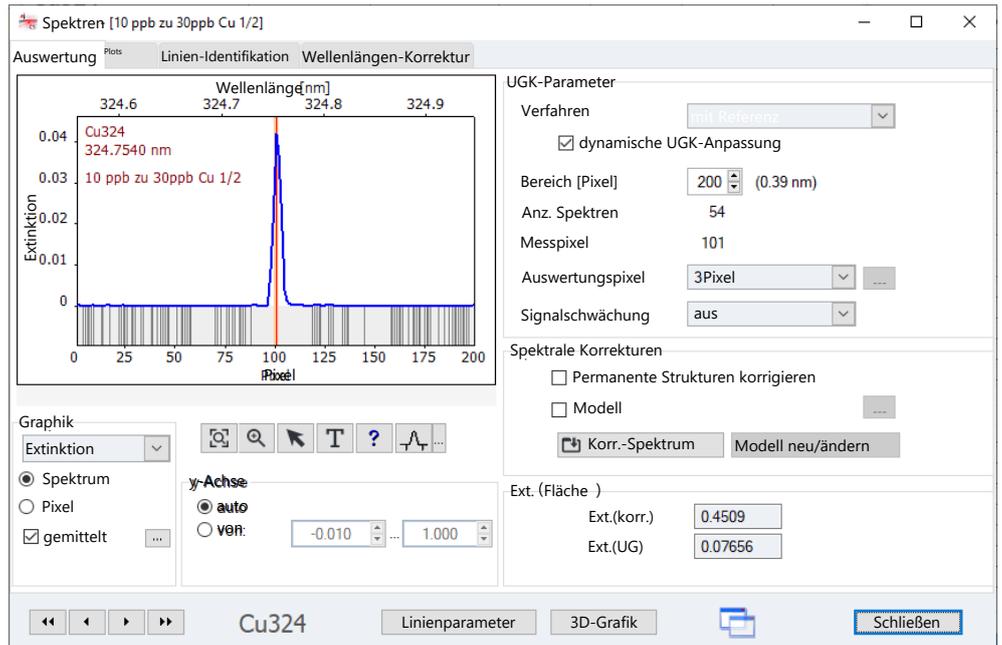
Option	Beschreibung
Auswahlliste zur Grafikanzeige	Extinktion Energie Referenz Energie Probe Es kann zwischen der Anzeige des Extinktionsspektrums der Probe, des Energiespektrums des Referenzwertes (nur Mittelwert) und des Energiespektrums der Probe gewählt werden.
Spektrum	Spektralverlauf einer ausgewählten Messung über die Wellenlänge anzeigen Im Feld mit Pfeiltasten die Nummer der anzuzeigenden Messung auswählen. gemittelt Der gemittelte Spektralverlauf über alle Messungen wird angezeigt. Nach Klick auf  können Sie den Bereich der zu mittelnden Spektren einschränken. Geben Sie dazu das Anfangsspektrum und das Endspektrum des Bereichs an.
Pixel	Spektralverlauf an einem ausgewählten Pixel über die Zeit anzeigen Im Feld mit Pfeiltasten die Nummer des Pixels auswählen. effektiv Das Integral über die Auswertepixel wird angezeigt.
	Nach Zoom ursprüngliche Koordinaten wieder herstellen
	Grafikzoom Nach Anklicken mit gedrückter linker Maustaste den zu vergrößern den Spektrenausschnitt markieren.
	Pixelposition auf der Grafikkurve anzeigen Wenn Sie mit der Maus über den Kurvenverlauf fahren, werden die Daten des Messwertes, an dem der Mauszeiger steht, unter der Grafik angezeigt.
T	Textfeld in die Grafik einfügen

Option	Beschreibung
	Mit gedrückter Maustaste einen Rahmen für das Textfeld aufziehen und den Text eingeben. Nach Doppelklick auf ein vorhandenes Textfeld kann der Text editiert werden.
	Linien-Identifikation Nach Klick auf die Grafik wird die nächstliegende Linie aus der Wellenlängendatenbank angezeigt.
	Stützpunkte für die Untergrundkorrektur setzen bzw. löschen Untergrundkorrektur-Punkte können durch Klicken mit der Maus gesetzt werden. Ein Klick auf ein bereits ausgewähltes Pixel löscht den Untergrundkorrektur-Punkt. Durch Ziehen mit der Maus können Bereiche benachbarter Pixel ausgewählt werden. Bereits ausgewählte Bereiche werden dabei wieder gelöscht. Ein Klick auf ... öffnet das Kontextmenü: Stützpunkte für Untergrundkorrektur markieren Markiert in der Spektrenanzeige die Stützpunkte durch senkrechte Striche Alle Untergrundkorrektur-Stützpunkte löschen Löscht alle ausgewählten Stützpunkte Liste anzeigen Zeigt eine Liste der Pixelnummern der ausgewählten Stützpunkte
y-Achse	Skalierung der Grafik auto Autoskalierung: Das Spektrum wird mit optimaler Ordinatenendehnung dargestellt. von Manuelle Skalierung: Die Ordinaten Grenzen werden in den Feldern eingegeben.

6.9.2.1 Untergrundkorrektur und Auswertepixel spezifizieren

Die Untergrundkorrektur und die Auswahl der Auswertepixel spezifizieren Sie im Fenster **Spektren / Auswertung**.

Für die Untergrundkorrektur (UGK) können die Stützstellen neu gewählt werden. Daraus resultierende Änderungen im Signalverlauf werden in der Grafik simultan angezeigt. Der Probenmittelwert wird daraufhin wahlweise zeitgleich oder bei einer großen Datenmenge auf Befehl neu berechnet. Gefundene neue Stützpixel können direkt in die geöffnete Methode übertragen werden. Auf diese Weise wird für eine neue Methode die ideale Untergrundkorrektur ermittelt.



Bereich UGK-Parameter

Option	Beschreibung
Verfahren	Verwendetes Verfahren der Untergrundkorrektur mit Referenz ohne Referenz IBC IBC-m
dynamische UGK-Anpassung	Nur mit Referenz Stützpixel automatisch suchen lassen
Bereich [Pixel]	In die Auswertung eingehender Spektralbereich Die Auswertung der Spektren kann maximal über die gespeicherte Anzahl Pixel erfolgen. Bei Einschränkung des Auswertebereichs werden die Pixel links und rechts neben dem Auswertepixel symmetrisch verteilt.
Anz. Spektren	Anzahl Spektren (Messungen), aus denen der Probeneinzelwert gebildet wurde
Messpixel	Anzeige des Messpixels Der Messpixel ist der Pixel 101 in der Mitte der Empfänger-Zeile.
Auswertungspixel	Anzahl Pixel, die zur Auswertung des Messsignals herangezogen werden Über die Messwerte dieser Pixel wird das Integral berechnet, das das Messergebnis darstellt.
Signalschwächung	Bei der Signalschwächung werden nur Pixel links und rechts vom Peakmaximum für die Signalbildung berücksichtigt. Das Signal des Peakpixels und, je nach Schwächungsstufe, seiner angrenzenden Pixel wird "ausgeschnitten". Je höher die Stufe der Signalschwächung gewählt wird, umso weiter liegen die ausgewerteten Signalfächen vom Peakpixel entfernt. Durch die Signalschwächung kann der Arbeitsbereich der Kalibrierung erweitert werden. Die für die Auswertung verwendeten Randpixel werden in der Spalte Auswertungspixel angezeigt. Die ausgewerteten Bereiche werden in der Grafik links farbig markiert.

Option	Beschreibung
Permanente Strukturen korrigieren	Nicht für Untergrundkorrektur ohne Referenz Automatische Korrektur der permanenten Strukturen Permanente Strukturen sind spektrale Strukturen, die im Referenz- und im Probenspektrum auftreten, z.B. Absorptionsbanden der Flammengase. Die Einstellung sollte aktiviert werden, wenn diese Strukturen nicht vollständig kompensiert werden.
Modell	Auswahl eines Modells für die spektrale Korrektur

Bereich Ext. (Mittelwert) / Ext. (Fläche) In diesem Bereich wird der Mittelwert der Extinktion **Ext.(korr.)** angezeigt. Bei Verwendung der Graphitofentechnik in Verbindung mit der Untergrundkorrektur **mit Referenz** erfolgt zusätzliche die Ausgabe der Extinktion des Untergrundes **Ext.(UG)**.

Linienparameter laden/sendern Sie können die Einstellungen für die Spektrenauswertung für jede Analyselinie aus der Methode holen oder Änderungen aus dem Fenster **Spektren** in die Methode übertragen.

- ▶ Im Fenster **Spektren** auf **Linienparameter** klicken.
Das Fenster **Linienparameter / Auswertung** erscheint.
- ▶ In der Linientabelle die Linie wählen, deren Parameter in die Methode gesendet oder aus der Methode geholt werden soll.
- ▶ Die Handlungsoption aktivieren:
Von Methode/Linie holen – lädt die Ursprungsparameter aus der Methode
Auf Methode/Linie kopieren – aktualisiert die geänderten Parameter
- ▶ Auf **OK** klicken.
✓ Je nach Einstellung werden die geänderten Parameter in die Methode gesendet oder die Ursprungsparameter aus der Methode geladen.

Sehen Sie dazu auch

📖 Beschreibung der verwendeten Algorithmen zur spektralen Untergrundkorrektur
[▶ 184]

6.9.2.2 Korrekturmodell für spektrale Korrekturen erstellen

In der Routine wird versucht, möglichst Linien für die Analyse zu wählen, die ungestört sind oder einen einfach zu korrigierenden Untergrund besitzen. Sollte das nicht möglich sein, können mit Hilfe von Korrekturspektren die diskontinuierlichen Störungen, z. B. verursacht durch Linienüberlagerungen mit einem oder mehreren Matrixelementen, beseitigt werden. Die Korrekturspektren einer Matrix werden jeweils in einem Modell zusammengefasst und können dann mit der Linie in der Methode verknüpft werden.

Für die Erstellung und Verwendung eines Korrekturmodells für eine Analyselinie müssen Sie folgende Schritte ausführen:

1. Identifizieren Sie mögliche Interferenzen.
2. Erstellen und speichern Sie die Korrekturspektren.
3. Erstellen Sie ein Korrekturmodell.
4. Übernehmen Sie die Parameter der Analyselinie mit Korrekturmodell in die Methode.

Schritt 1: Interferenzen identifizieren

- ▶ Eine Methode mit der Analyselinie erstellen. Dabei folgende Parameter in der Methode wählen:

Methode /	Aktivierte Optionen
Auswertung	Untergrundkorrektur: mit Referenz Anpassung: dynam.
Ausgabe	Mit Ergebnissen speichern: Optionen Methode und Spektren aktivieren

- ▶ Analyt in der Matrix messen.
- ▶ Im Ergebnisfenster einen Doppelklick auf die Probenzeile ausführen. Das Fenster **Probeneinzelwerte** erscheint.
- ▶ Dort auf **Spektrum anzeigen** klicken. Das Fenster **Spektren** erscheint.
- ▶ Im Fenster **Spektren / Linien-Identifikation** die möglichen Beeinträchtigungen des Analytsignals durch Linienüberlagerungen von Matrixelementen oder Molekülabsorptionen identifizieren.

Hinweis: Mögliche Störelemente oder Molekülbanden können dem Buch Welz et. al.: „High-Resolution Continuum Source AAS“ entnommen werden.

Schritt 2: Korrekturspektren aufnehmen und speichern

Hinweis: Die Konzentrationen der Matrixkomponenten müssen nicht mit denen in den Proben übereinstimmen, sondern müssen lediglich so hoch sein, dass die Spektren deutliche Intensitätswerte aufweisen. Für eine richtige Spektrenkorrektur messen Sie jeweils nur eine Komponente als Reinsubstanz.

- ▶ Der Sequenz die Messung der störenden Matrixkomponenten, die spektrale Überlagerung verursachen, hinzufügen. Diese Komponenten in Einzelelementlösungen messen.
- ▶ Spektrum einer Matrixkomponente in das Fenster **Spektren / Auswertung** laden (siehe Schritt 1).
- ▶ Auf **Korr.-Spektrum** klicken. Das Datenbankfenster zum Speichern der Korrekturspektren erscheint.
- ▶ Einen Namen für das Spektrum eingeben und den Vorgang mit Klick auf **Speichern** abschließen.
- ▶ Auf diese Weise die Spektren der anderen Matrixkomponenten speichern.

Schritt 3: Korrekturmodell erstellen

- ▶ Erneut die Spektrenanzeige ihrer Probe mit dem Analyten in der Matrix öffnen (siehe Schritt 1).
- ▶ Im Fenster **Spektren / Auswertung** das Kontrollkästchen **Modell** aktivieren.
- ▶ Auf **Modell neu/ändern** klicken. Das Fenster **Spektrale Korrekturen** erscheint.
- ▶ Mit Klick auf **Hinzufügen** die Auswahl der bereits abgespeicherten Korrekturspektren öffnen.
- ▶ Das Korrekturspektrum markieren und auf **Laden** klicken. Das Spektrum wird in das Fenster **Spektrale Korrekturen** geladen.
- ▶ Auf die gleiche Weise die weiteren Korrekturspektren laden.
- ▶ Die Option **Korrigiertes Spektrum hervorheben** aktivieren, um zu prüfen, ob das resultierende Probenspektrum frei von Überlagerungen ist.
- ▶ Nach Klick auf **Mask.** können Sie mit gedrückt gehaltener Maustaste Bereiche maskieren, die nicht zur Berechnung des Korrekturmodells herangezogen werden sollen. Standardmäßig ist bereits der Bereich der Analysenlinie (± 9 Pixel) maskiert. Eine Maskierung weiterer Bereiche kann notwendig werden, wenn zur Aufnahme keine Reinsubstanzen zur Verfügung standen und diese Verunreinigungen in veränderlichen Anteilen vorkommen können.

- ▶ Zum Speichern des Korrekturmodells auf **Speichern** klicken und einen Namen für das Modell eingeben. Den Vorgang mit Klick auf **Speichern** abschließen.
- ▶ Das Fenster **Spektrale Korrekturen** mit Klick auf **Schließen** verlassen und in das Fenster **Spektren / Auswertung** zurückkehren.

Analysenlinie mit Korrekturmodell in die Methode übernehmen

Sie können die Einstellungen aus dem Fenster **Spektren / Auswertung** in die Methode übernehmen.

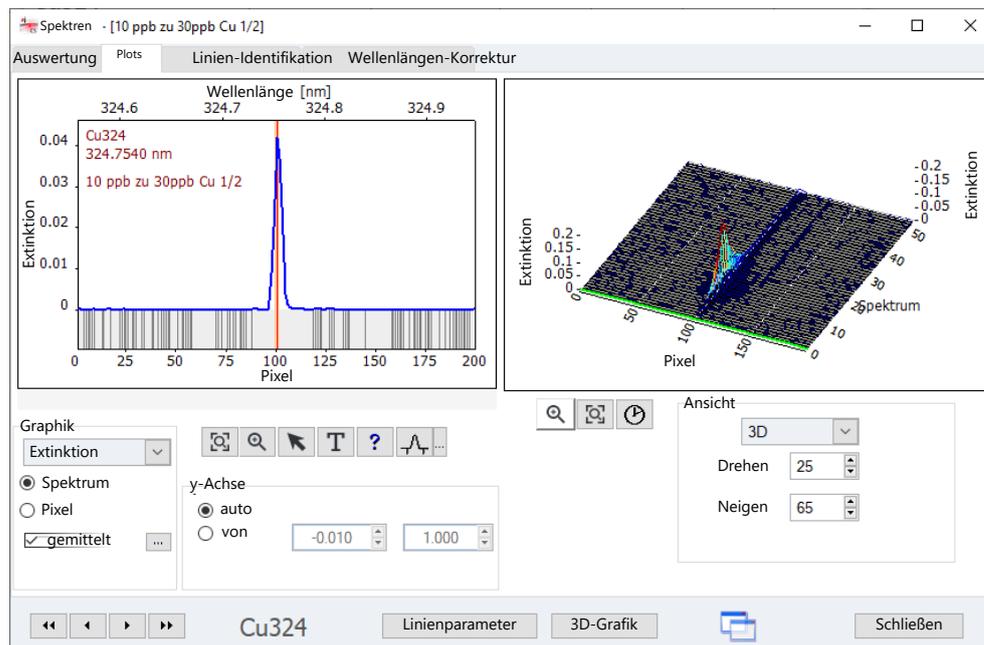
- ▶ Im Fenster **Spektren / Auswertung** auf **Linienparameter** klicken. Das Fenster **Linienparameter/Auswertung** erscheint.
- ▶ Dort die Option **Auf Methode/Linie kopieren** aktivieren und auf **OK** klicken.
 - ✓ Im Fenster **Methode / Auswertung** wird das Modell neben der Schaltfläche **Spektrale Korrekturen** angezeigt.

Sehen Sie dazu auch

- 📄 Fenster Methode / Auswertung - Spektralbereich und Untergrundkorrekturen spezifizieren [▶ 49]
- 📄 Spektrensubtraktion (Korrektur permanenter Strukturen) [▶ 186]

6.9.2.3 3D-Darstellung der Spektren

Die dreidimensionale Darstellung der Spektrenscharen eines Probeneinzelwerts wird im Fenster **Spektren / Plots** angezeigt.



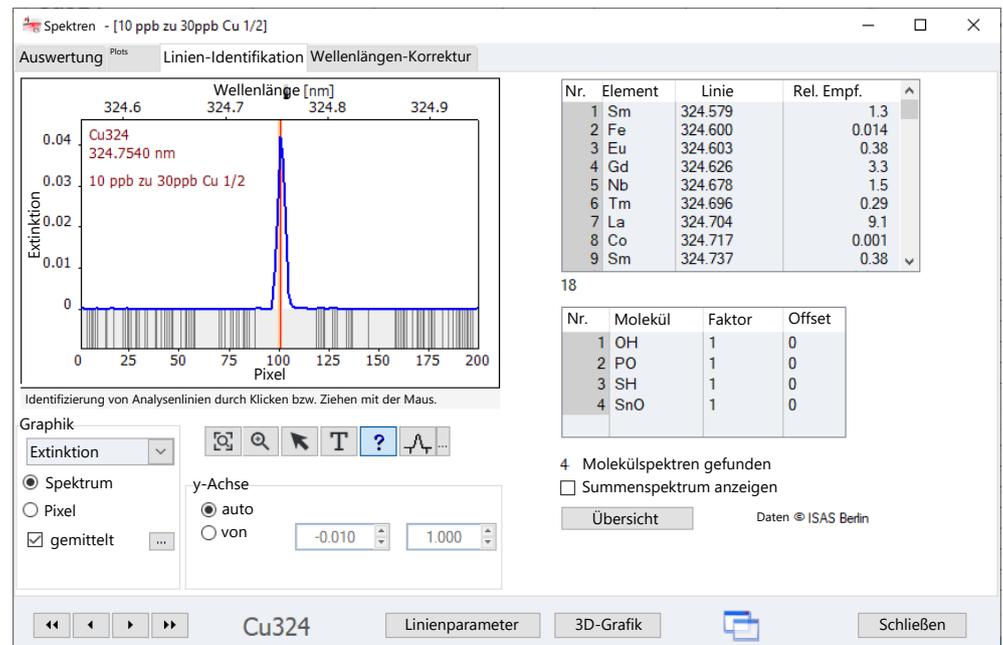
Auf der rechten Seite des Fenster wird der Plot der Spektrenschar dreidimensional mit variablen Neigungen angezeigt. Das in der Grafik auf der linken Seite ausgewählte Spektrum/Pixel wird im Plot hellgrün gekennzeichnet.

Option	Beschreibung
	Grafik zoomen
	Grafik zurücksetzen
	Plot der Spektrenschar mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten aufbauen

Option	Beschreibung
Ansicht	Auswahl der Ansicht des Plots

6.9.2.4 Linienidentifikation

Spektrumpicks und Molekülbanden können in den gemessenen Daten basierend auf einer Spektren- und Liniendatenbank identifiziert werden. Diese Identifizierung erfolgt im Fenster **Spektren / Linien-Identifikation**.



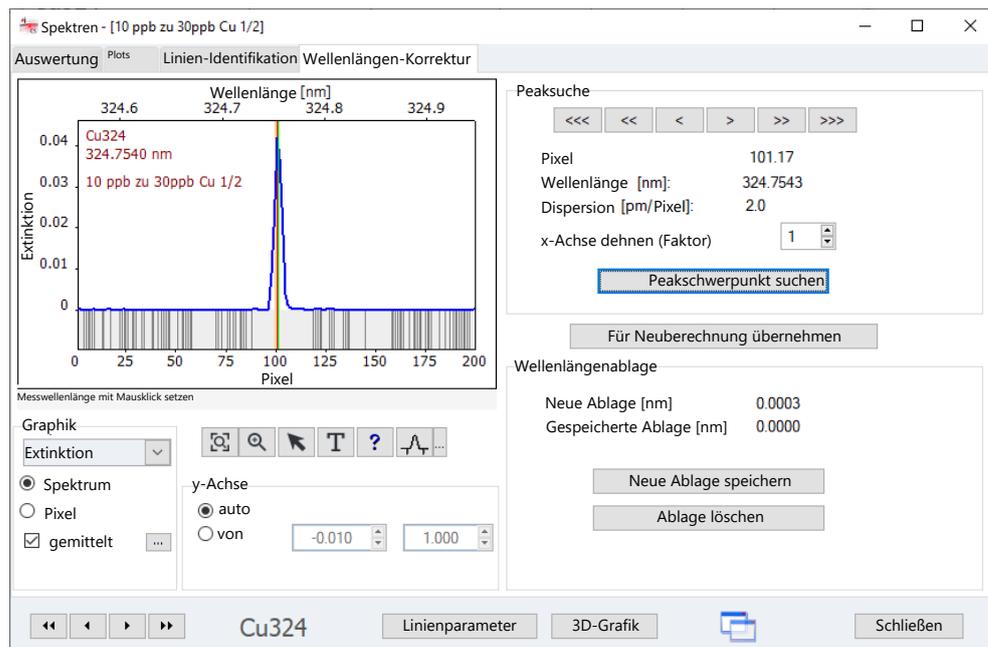
Die obere Liste zeigt die im aktuellen Spektralbereich gefundenen Einträge der Liniendatenbank. Die Auswahl einer Zeile setzt den Grafikkursor auf die Wellenlänge der Linie.

Durch Klicken oder Ziehen mit der Maus wird die Liniendatenbank nach Elementlinien bei der ausgewählten Wellenlängenposition durchsucht. Das Elementsymbol wird neben dem Mauszeiger angezeigt und der zugehörige Listeneintrag wird markiert.

Die untere Liste zeigt die im angezeigten Spektralbereich gefundenen Molekülbanden. Die Auswahl einer Zeile der Liste blendet das entsprechende Molekülspektrum ein. In der Tabellenspalte **Faktor** kann ein Wert eingegeben werden, mit dem das eingeblendete Spektrum multipliziert wird. Das Molekülbandenspektrum wird dadurch gestaucht oder gestreckt. Ein **Offset** verschiebt das Spektrum um den Wert entlang der y-Achse. Die Option **Summenspektrum anzeigen** aktiviert eine zusätzliche Listenspalte zur Anzeige der Summe mehrerer Spektren. Hiermit können auch komplexe Untergrundspektren erklärt werden.

6.9.2.5 Peakablagen korrigieren

Das contraAA ist bei Auslieferung vorjustiert, d.h. häufig verwendete Analysenwellenlängen wurden ab Werk geprüft und justiert. Sollten Sie weniger gebräuchliche Analysenwellenlängen verwenden, können Sie die Richtigkeit der Analysenwellenlänge im Fenster **Spektren / Wellenlängen-Korrektur** überprüfen. Sie können Peakablagen im Subpixelbereich, d.h. kleiner als die Pixeldispersion, korrigieren.



Die ermittelten Korrekturfaktoren werden in der Linien-/Wellenlängendatei gespeichert und sind für jede weitere Messung gültig. Eingezeichnete Korrekturfaktoren können aus dieser Datei jedoch auch wieder gelöscht werden.

Peaksuche

Option	Beschreibung
Pfeiltasten	Peak-Wellenlänge verschieben
Pixel	Aktuell gewählter Pixel
Wellenlänge	Aktuelle Analysenwellenlänge
Dispersion	Spektrale Auflösung in Pikometer pro Pixel
x-Achse dehnen (Faktor)	Spektrum spreizen
Peakschwerpunkt suchen	Peak automatisch suchen und Ablage korrigieren
Für Neuberechnung übernehmen	Bei der Neuberechnung wird die geänderte Wellenlängenablage bei der Berechnung der Peakposition berücksichtigt.

Wellenlängenablage

Option	Beschreibung
Neue Ablage [nm]	Neu ermittelte Ablage
Gespeicherte Ablage [nm]	Bisher gespeicherte Ablage
Neue Ablage speichern	Neue Ablage in einer Linien-/Wellenlängendatei speichern Die in dieser Datei gespeicherten Werte werden zu allen folgenden Messungen herangezogen. Hinweis: Nur einmal auf die Schaltfläche Neue Ablage speichern klicken!
Ablage löschen	In der Linien-/Wellenlängendatei den Eintrag für die aktuelle Analysenwellenlänge löschen

Peakablage prüfen und neu ermitteln

- ▶ Im Fenster **Spektrometer / Parameter** die Analysenwellenlänge einstellen und die Messung des Peaks starten.
Die Messergebnisse werden im Fenster **Spektren / Wellenlängen-Korrektur** angezeigt.

- ▶ Durch Eingabe eines Faktors im Feld **x-Achse dehnen (Faktor)** das Spektrum spreizen, bis der Peakverlauf gut sichtbar ist.
- ▶ Wenn der Peak auf das Analysenpixel 101 zentriert ist (rote Linie stimmt mit dem Peak überein), wird der Peak korrekt detektiert. In diesem Fall ist keine weitere Handlung nötig.
- ▶ Wenn der Peak neben der roten Linie liegt, auf **Peakschwerpunkt suchen** klicken. Alternativ die rote Linie mit den Pfeiltasten auf den Peak verschieben.
- ▶ Die neue Peakablage mit Klick **Neue Ablage speichern** speichern. (Nur einmal auf die Schaltfläche klicken!)
- ▶ Im Fenster **Spektrometer / Parameter** eine Messung an der Analysenwellenlänge starten.
- ▶ In der Ansicht des Fensters **Spektren / Wellenlängen-Korrektur** muss der Peak jetzt auf das Analysenpixel 101 zentriert sein.
 - ✓ Die neuen Daten sind in der Linien-/Wellenlängendatei gespeichert und werden für die nächsten Analysen verwendet.

Sehen Sie dazu auch

- 📄 Linien-/Wellenlängendateien exportieren [▶ 161]
- 📄 Spektrenpeak an einer ausgewählten Wellenlänge messen [▶ 117]

6.10 Feststoffanalytik mit Graphitofentechnik

In der Feststoffanalytik werden die festen Proben auf einer Graphitplattform in das Graphitrohr eingebracht und atomisiert. Der Probenaufschluss kann entfallen. Im Vergleich zu den Einstellungen für die Lösungsanalytik sind für die Feststoffanalytik weitere Vorbereitungen oder Probenspezifikationen nötig:

- Dosieren der Proben auf die Plattformen
- Pipettieren von flüssigen Komponenten auf die Probenplattformen
- Ermitteln der Einwaage
- Reinigen der Probenplattformen mittels Ausbrennen
- Ggf. Ermitteln der Tara der Plattformen

Diese Vorbereitungen des Bestimmens der Einwaage und Beladen der Probenplattformen können manuell ausgeführt oder bei Verwendung des SSA 600 automatisiert abgearbeitet werden. Bei Einsatz des SSA 600 mit Flüssigkeitsdosierung übernimmt der Probengeber ebenfalls die Dosierung von Modifikatoren und Standards.

Wenn die obengenannten Aktionen vor Start einer Sequenz ausgeführt wurden, erfolgt das Abarbeiten der Sequenz automatisch und ohne Unterbrechung.

6.10.1 Funktionen auf der Karte Feststoff

Die Probenvorbereitung für die Feststoffanalytik erfolgt auf der Karte **Feststoff** im Hauptfenster. Die Karte zeigt eine Liste mit allen auszuführenden Messungen. Die in der Sequenz eingestellten Messungen von Standardproben und Proben werden hier in Einzelmessungen (Statistikruns) zerlegt und die Verteilung der Proben auf den Plattformen festgelegt.

Tabellenelemente

Die Tabelle enthält folgende Einträge:

Option	Beschreibung
Nr.	Nummer der Einzelmessung
Seq/Zeile	Zeilennummer in der Sequenz
Tiefe bei Pos.	Positionen der Probenplattform auf dem SSA 600-Tellers Bei Ein-Teller-Betrieb von 1 bis 42, bei Zwei-Teller-Betrieb von 1 bis 84 Hinweis: Die Positionen werden programmintern festgelegt! Die Plattformen sind mit den Proben entsprechend den vorgegebenen Positionen zu beladen.
Typ	Probentyp der Probe auf dieser Plattform
Name	Probenwaage
Linie	Analyselinie
#	Nummer des Statistikruns
Einw.	Probenmasse in mg Befindet sich in dieser Spalte der Eintrag "-----", ist die Probe nicht zu wägen und enthält nur Flüssig-Anteile (z.B. flüssiger Standard). Hinweis: Vor Bestimmung der Einwaage muss die Tara der Probeplattform bestimmt werden.
Tara	Masse der leeren Plattform in mg Für nicht zu wägende Proben steht hier ebenfalls der Eintrag "-----".
Dos.	Wenn mit "*" gekennzeichnet, wurde auf die Plattform Probe dosiert.
Std./Mod.	Wenn mit "*" gekennzeichnet, erfolgte die Dosierung flüssiger Komponenten (Standards oder Modifikatoren) auf die Plattform.
Vorbeh.	Nur wenn in der Methode eine thermische Vorbehandlung definiert ist Wenn mit "*" gekennzeichnet, erfolgte für die Plattform eine thermische Vorbehandlung.

Folgende Werte können, falls bekannt, direkt in die Probentabelle eingetragen werden:

- Einwaage, wenn die Probenvorbereitung auf einer externen Waage erfolgte
- Tara
- Markierung für fertig dosierte Probenplattform
- Markierung für pipettierte Modifikatoren
- Markierung zur thermischen Vorbehandlung

Schaltflächen zur Probenvorbereitung

Schaltflächen	Beschreibung
Tara	Das Gewicht der leeren Plattformen für markierte Teller-Positionen bestimmen Dazu werden die Plattformen in die Waage und nach der Wägung auf ihre Positionen transportiert. Das ermittelte Gewicht wird in der Spalte Tara eingetragen.
Dosieren	Die Plattformen der markierten Positionen nacheinander in die Dosierposition bringen Es erscheint das Dosierfenster mit den Angaben, welche Probe zu dosieren ist. Je nach eingestellten Optionen können davor und danach weitere Vorbereitungen für die markierten Positionen erfolgen. Sind in der Tabelle bereits Einträge vorhanden, werden die entsprechenden Vorbereitungen ausgelassen. Die Reihenfolge Tara - Dosieren - Wägen - (Dosieren) - (Wägen) - Mod./Std-Pipettierung ist unbedingt einzuhalten.

Schaltflächen	Beschreibung
	<p>mit Tara Vor dem Dosieren erfolgt die Bestimmung des Gewichtes der leeren Plattform.</p> <p>mit Wägen Nach dem Dosierung erfolgt die Wägung der dosierten Probe.</p> <p>mit Mod./Std.-Pipettierung Nach dem Wägen wird die Plattform zur Flüssig-Dosierung gebracht. Wenn im Fenster Methode / Probenzufuhr die Option Wägen mit Bestätigung konfiguriert ist, können die Schritte "Dosieren" und "Wägen" beliebig oft wiederholt werden. Sind alle drei Optionen gesetzt, kann mit diesem Ablauf eine vollständige Probenvorbereitung erfolgen. Die am Schluss auf dem Teller liegenden bestückten Plattformen sind für eine Analyse komplett vorbereitet. Erfolgt eine der Vorbereitungen nicht, wird der entsprechende Schritt im Analysenablauf angefordert.</p>
Wägen	Dosierte Plattformen wägen
Laden/Speichern	<p>Wäge- und Dosierdaten markierter Zeilen speichern und erneut laden Bei Änderungen in der Sequenz oder der Methode wird die Proben-tabelle auf der Karte Feststoff neu erstellt. Dabei gehen vorhandene Einträge verloren. Mit dieser Funktion können die Daten gerettet und wiederhergestellt werden.</p>
Std./Mod.	<p>Die Plattformen der markierten Positionen nacheinander zum Dosieren der flüssigen Analysenbestandteile (flüssige Standards, Modifikatoren) in die Dosierposition bringen Es erscheint das Fenster für Flüssig-Dosierung. Dort werden die zu dosierenden Flüssigkeiten und die zu dosierenden Volumen angezeigt.</p>
Vorbereiten	<p>Die Plattformen der markierten Position ausbrennen oder thermisch vorbehandeln Die Plattformen werden in den Ofen gebracht, das Ausheiz-Programm abgefahren und die Plattformen nach dem Abkühlen des Ofens zurück auf den Teller transportiert. Beim thermischen Vorbehandeln werden zunächst die entsprechenden Modifikatoren auf die Plattformen pipettiert. Danach wird das Ofenprogramm bis zum Schritt "E/P" abgefahren. Nach Abkühlen des Ofens werden die Plattformen zurück auf den Teller transportiert. Wenn die Option mit Tara aktiviert ist, werden anschließend die Plattformen gewogen und das Gewicht in der Spalte Tara eingetragen.</p>

Proben nachmessen / Wäge-einträge korrigieren

Schaltfläche	Beschreibung
Zeile(n) messen	<p>Ein Element in einer Probe neu bestimmen oder in der Methodenentwicklung eine Sequenz zeilenweise einzeln messen Beim zeilenweisen Messen der Probenfolge muss der Beginn immer mit Statistikrun 1 oder dem folgenden Run des zuletzt gemessenen Statistikruns erfolgen.</p>
Nachmessen vorbereiten	Erstellt aus den in der Ergebnistabelle zum Nachmessen markierten Einträgen die aktuelle Karte Feststoff der nachzumessenden Statistikruns. Danach können diese Probenplattformen entsprechend dosiert und gewogen werden.
Einzelwerte nachmessen	Messung der mit der Funktion Feststoff ausgewählten Proben starten
Einträge löschen	In markierten Tabellenzeilen alle Einträge der markierten Positionen in den Spalten ab Einw. und rechts davon werden gelöscht

6.10.2 Feststoffproben messen

Manuelle Feststoffanalyse

Werden die Proben mit Hilfe des manuellen Probengebers SSA 6(z) in den Graphitrohröfen platziert, muss die Einwaage auf einer separaten Waage bestimmt werden. Tragen Sie in diesem Fall die Einwaagen manuell auf der Karte **Feststoff** ein.

Automatische Feststoffanalyse bei zeitunkritischen Proben

Bei zeitunkritischen Proben können viele Präparationsschritte zusammengefasst werden. Die Verarbeitung von zeitunkritischen Proben wird durch Deaktivierung der Option **Ablauf für zeitkritische Proben** im Fenster **Methode / Probenzufuhr** spezifiziert.

Bei Verwendung des SSA 600 mit automatischer Flüssigdosierung kann die Dosierung von Modifikatoren und Standards während der Abarbeitung der Sequenz erfolgen und muss nicht von Hand vorbereitet werden. Dabei können bis zu vier Standards und drei Modifikatoren auf dem SSA 600 platziert werden. Wenn mehr Standards oder Modifikatoren benötigt werden, müssen diese manuell pipettiert werden. Bei der thermischen Vorbehandlung werden die Modifikatoren unter Verwendung der Flüssigdosiereinheit automatisch auf die Plattformen aufgebracht und anschließend für die Analyse im Graphitrohröfen vorbereitet.

Eine automatische Analyse ohne Eingriff des Anwenders erfordert für jede Einzelmessung eine Probenplattform:

Gesamtanzahl Probenplattformen = Anzahl Analysenproben x Anzahl Analysenlinien x Anzahl Statistik-Runs

Wenn die Probenanzahl die in der Methode eingestellte Anzahl Plattformen überschreitet, werden die Plattformen nach Abarbeitung neu dosiert.

- ▶ Eine Methode und eine Sequenz erstellen und aktivieren.
- ▶ Auf die Karte **Feststoff** im Hauptfenster wechseln. In der Spalte **Pos** wird die Probenbelegung auf den Probengebertellern angezeigt. Diese Belegung wird programmintern ermittelt und kann nicht geändert werden.
- ▶ Die Methodenroutine mit Klick auf  in der Werkzeugliste aktivieren.
- ▶ Entsprechend den Programmanweisungen die Probenplattformen präparieren. Proben auflegen und die flüssige Komponenten pipettieren. Wenn alle Proben vorbereitet bzw. die in der Methode eingestellte Anzahl Probenplattformen belegt sind, startet die Messung.
- ▶ Wenn nach dem ersten Messdurchlauf noch Proben übrig sind, die entsprechenden Probenzeilen in der Sequenz mit der Maus markieren. Mehrfachmarkierungen mit gedrückter Umschalt- bzw. Strg-Taste vornehmen.
- ▶ Die Messung mit Klick auf  fortsetzen. Die Ergebnisse an die vorhandenen anhängen, dafür im Fenster **Messstart Sequenz** die Option **an Datei anhängen** aktivieren.
- ▶ Entsprechend den Programmanweisungen die Probenplattformen erneut präparieren. Danach startet automatisch die Messung.
 - ✓ Die Messergebnisse werden auf den Ergebniskarten des Hauptfensters angezeigt.

Automatische Feststoffanalyse bei zeitkritischen Proben

Proben, die sich leicht verflüchtigen oder wegen hoher Adhäsion aus der Plattform "kriechen" und Rand und Griff der Plattform benetzen, erfordern ein zügiges Abarbeiten der Plattform nach dem Probenauftrag. Die Verarbeitung von zeitkritischen Proben wird durch Aktivierung der Option **Ablauf für zeitkritische Proben** im Fenster **Methode / Probenzufuhr** spezifiziert.

- ▶ Eine Methode und eine Sequenz erstellen und aktivieren.
- ▶ Auf die Karte **Feststoff** im Hauptfenster wechseln. In der Spalte **Pos** wird die Probenbelegung auf den Probengebertellern angezeigt. Diese Belegung wird programmintern ermittelt und kann nicht geändert werden.

- ▶ Die Methodenroutine mit Klick auf  in der Werkzeugliste aktivieren.
- ▶ Den Anweisungen zur Probenvorbereitung auf dem Bildschirm folgen. Es wird eine Probe präpariert und gemessen. Danach erfolgt die Aufforderung für die Vorbereitung der nächsten Probenplattform, bis alle Proben abgearbeitet sind.

Der Messablauf für zeitkritische Proben erfordert die ständige Anwesenheit des Anwenders.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Methodenparameter für Probengeber für Feststoffanalytik [▶ 47]

6.10.3 Daten bereits vorbereiteter Proben speichern

Bei einer Änderung in der Sequenz oder Methode, wird die Feststofftabelle neu konfiguriert und die Probenverteilung auf den Plattformen neu vorgenommen. Dabei gehen vorhandene Wägedaten verloren. Um das zu verhindern, können diese Daten zwischengespeichert werden. Es stehen dafür zwei Speicherplätze für zusammenhängende Blöcke zur Verfügung.

- ▶ Die bereits vorbereiteten Proben markieren.
Die Proben müssen in einem zusammenhängenden Block stehen.
- ▶ Auf der Karte **Feststoff** auf **Laden/Speichern** klicken.
Das Fenster **Laden/Speichern SSA600-Teller** erscheint.
- ▶ Dort einen der beiden Speicher auswählen.
- ▶ Auf **Speichern markierte Einträge** klicken und die anschließende Meldung mit Klick auf **OK** bestätigen.
- ▶ Das Fenster **Laden/Speichern SSA600-Teller** mit Klick auf **Schließen** verlassen.
- ▶ Nach dem Neuaufbau der Feststoff-Tabelle im Hauptfenster erneut auf **Laden/Speichern** klicken.
- ▶ Im Fenster **Laden/Speichern SSA600-Teller** den Speicher auswählen.
- ▶ Im Listenfeld die Zeilennummer der Feststoff-Tabelle eintragen, ab welcher der Datenblock eingefügt werden soll.
- ▶ Auf **Laden Einträge ab Nr.** klicken.
 - ✓ Der Datenblock wird ab der vorgegebenen Zeile in die Feststoff-Tabelle eingefügt.

Sortieren Sie danach die Plattformen auf dem Probenteller entsprechend der Feststoff-Tabelle um.

6.10.4 Proben einer Feststoffanalyse nachmessen

Bei einer Feststoffanalyse können sowohl Einzelmessungen als auch die Messungen für ein Element in einer Probe wiederholt werden.

Wiederholung von Einzelmessungen (Statistik-Runs)

Beim Nachmessen wird die Feststofftabelle auf der Karte **Feststoff** neu strukturiert. Dabei werden vorhandene Dosierungseinträge gelöscht. Wenn nötig, sollten Sie die Daten von bereits vorbereiteten Proben vorher speichern.

- ▶ Im Hauptfenster auf die Karte **Ergebnisse** wechseln.
- ▶ Mit einem Doppelklick auf die Probe mit dem Ausreißer das Fenster **Probeneinzelwerte** öffnen.
- ▶ In der Tabelle den Ausreißer markieren.

	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Auf Markieren zum Nachmessen klicken. ▶ Das Fenster Probeneinzelwerte schließen. ▶ Auf die gleiche Weise alle weiteren Ausreißer anderer Proben markieren. ▶ Zur Karte Feststoff zurückkehren. ▶ Auf Nachmessen vorbereiten klicken. Die abzuarbeitende Feststoff-Tabelle wird erstellt. ▶ Die Proben entsprechend der Plattformbelegung für die Analyse vorbereiten. ▶ Die Messung mit Klick auf Einzelwerte nachmessen starten. <ul style="list-style-type: none"> ✓ Auf der Karte Ergebnisse werden die auf der Grundlage der nachgemessenen Ausreißer Neuberechneten Probenergebnisse am Ende der Tabelle angehängt.
Neubestimmung eines Elements in einer Probe	<ul style="list-style-type: none"> ▶ In der Feststofftabelle alle Einzelmessungen des Probenelements markieren. ▶ Auf Zeile(n) messen klicken. ▶ Im Fenster Messstart Sequenz einen neuen Dateinamen eingeben oder die Option an Datei anhängen aktivieren. ▶ Messung mit Klick auf OK starten.
Feststofftabelle zeilenweise messen (Methodenerarbeitung)	<p>In der Methodenerarbeitung kann die Feststoff-Tabelle zeilenweise abgearbeitet werden.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ In der Feststofftabelle die Einzelmessungen des Probenelements markieren. ▶ Auf Zeile(n) messen klicken. ▶ Im Fenster Messstart Messstart Sequenz einen neuen Dateinamen eingeben oder die Option an Datei anhängen aktivieren. ▶ Messung mit Klick auf OK starten. <p>Hinweis: Die Messung eines Elementes einer Probe muss jeweils mit dem Run #1 oder dem Run, welcher auf den zuletzt gemessenen Statistik-Run folgt, begonnen werden.</p> <p>Sehen Sie dazu auch</p> <p> Daten bereits vorbereiteter Proben speichern [▶ 105]</p>

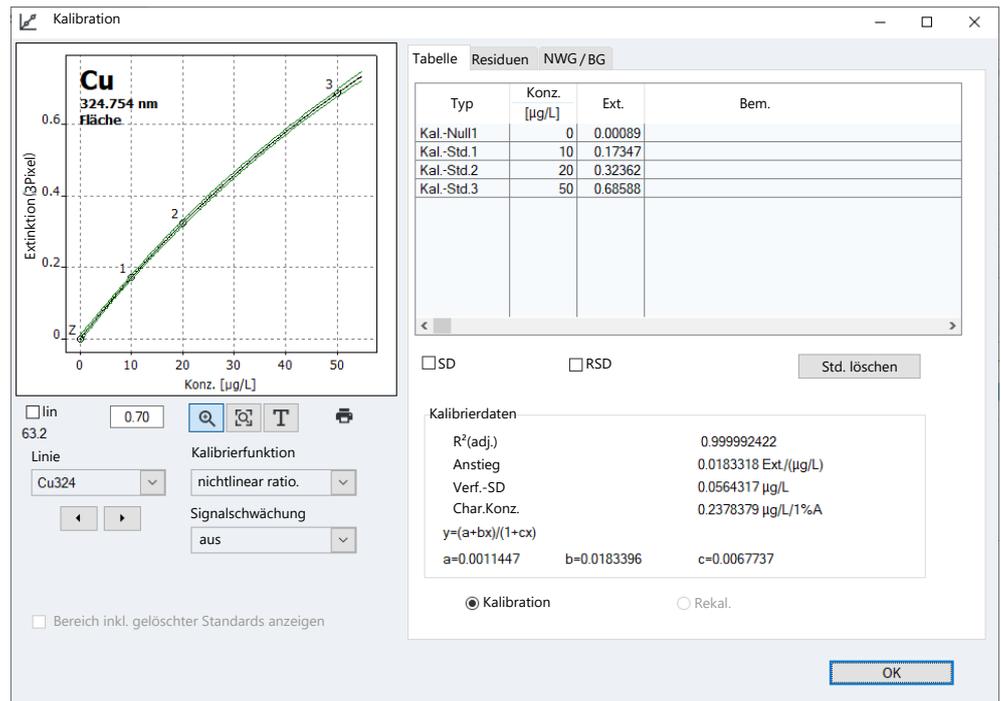
6.11 System spülen

	<p>Spülschritte werden für die verschiedenen Systeme über den Menüpunkt Routine Spülen gestartet. Darüber hinaus gibt es in den jeweiligen Zubehör- und Technik-Fenstern wie Probengeber und Hydridsystem ebenfalls Spülbefehle.</p>
Flammentechnik	<p>Der Probengeber taucht in die Spülposition und spült die Kanüle. Ist als Zubehör ein Injektionsschalter angeschlossen, wird dieser geöffnet. Damit ist auch das Spülen des Probenweges gewährleistet. Durch die Spülpumpe wird stets frische Spüllösung nachgeliefert.</p>
Hydridtechnik/HydrEA-Technik	<p>Das Hydridsystem mit Säure (ggf. auch mit Reduktionsmittel) spülen. Die Spülparameter für das Hydridsystem werden im Fenster Methode Hydrid festgelegt.</p>

7 Kalibration

Die Kalibration erfolgt während der Messung entsprechend den Vereinbarungen den Methodeparametern. Die Kalibrierkurven und Funktionen können nach der Messung angezeigt und bearbeitet werden.

Das Fenster **Kalibration** öffnen Sie mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodeentwicklung | Kalibration**.



Das Fenster **Kalibration** enthält folgende Informationen:

- Grafische Darstellung der Kalibrierkurve
- Kalibriertabelle
- Parameter
- Residuen
- Nachweis- und Bestimmungsgrenze

Auswahlfelder im Fenster Kalibration

Option	Beschreibung
Linie	Analysenlinie auswählen, deren Kalibration angezeigt wird
Kalibrierfunktion	Verwendete Kalibrierfunktion Die Kalibrierfunktion wird im Fenster Methode / Kalib. spezifisch für jede Elementlinie eingestellt. Die Funktion kann im Listenfeld neu gewählt und die Ergebnisse dementsprechend Neuberechnet werden.
Signalschwächung	Durch die Signalschwächung kann der Kalibrierbereich erweitert werden. Die Signalschwächung wird im Fenster Methode / Auswertung definiert und kann hier variiert werden.
Bereich inkl. gelöschter Standards anzeigen	Wenn Standards manuell gelöscht werden, wird die Grafik der Kalibrierkurve an den neuen Bereich angepasst. Wenn die Option aktiviert ist, wird der gesamte kalibrierte Bereich dargestellt.

Sehen Sie dazu auch

 Fenster Methode / Kalibration - Kalibrierung spezifizieren [▶ 51]

 Fenster Methode / Auswertung - Spektralbereich und Untergrundkorrekturen spezifizieren [▶ 49]

7.1 Kalibrierkurve anzeigen

In der grafischen Darstellung werden die Messpunkte, die berechnete Kalibrierkurve, sowie die Residuen angezeigt. Die Nummern an den Messpunkten entsprechen jenen auf der Karte Tabelle. Der Kalibriernullpunkt ist mit Z (Zero) gekennzeichnet.

Farbige Kennzeichnung

Messpunkte sind auf folgende Weise gekennzeichnet:

Farbe	Bedeutung
Schwarz	Normaler Messpunkt
Hellgrau	Gelöscht/Ausreißer (nicht in Berechnung einbezogen)
Blau	Ausreißerverdächtig (in die Berechnung einbezogen)

Die Kurven sind ebenfalls farbig markiert:

Kurvenfarbe	Bedeutung
Schwarz	Kalibrierkurve im gültigen Kalibrierbereich
Blau	Kalibrierkurve außerhalb des gültigen Kalibrierbereichs
Grün	Untere und obere Grenze des Prognosebereichs im gültigen Kalibrierbereich
Hellgrau	Untere und obere Grenze des Prognosebereichs außerhalb des gültigen Kalibrierbereichs

Hinweis zum Prognose- bzw. Konfidenzbereich

Die Lage des Prognosebandes ist abhängig von der gewählten statistischen Sicherheit und ein Maß für die Güte der Kalibrierung, von der letztlich auch die statistische Sicherheit der Analysenproben-Messungen abhängt. Außerdem dient das Prognoseband zur Feststellung von ausreißerverdächtigen Kalibrierpunkten. Die statistische Sicherheit wird im Fenster **Methode / Statistik** gewählt. Die Auswahl der Anzeige von Prognose oder Konfidenzband erfolgt im Fenster **Optionen / Kalibration**.

Kalibrierkurve vergrößern

Nach einem Klick auf  kann mit gedrückter linker Maustaste ein Ausschnitt der Kalibrierkurve vergrößert werden. Ein Klick auf  macht die Vergrößerung wieder rückgängig.

Notiz einfügen

In die Grafik kann ein Textfeld für eine Notiz eingefügt werden.

- ▶ Auf  klicken und mit gedrückter Maustaste den Rahmen für das Textfeld auf der Grafik aufziehen.
- ▶ Den Text im Eingabefenster eingeben und mit **OK** bestätigen.
 - ✓ Der Text wird auf der Grafik angezeigt.

Nach einem Doppelklick auf ein vorhandenes Textfeld, kann der Text editiert werden.

Kalibrierkurve drucken

Zum Druck der Kalibrierkurve und der Kalibrierdaten auf  klicken.

Sehen Sie dazu auch

-  Fenster Methode / Statistik - Statistikparameter spezifizieren [▶ 57]
-  Optionen zur Kalibrierung und Blindwertkorrekturen [▶ 171]

7.2 Kalibrierergebnisse anzeigen

Die Kalibrierergebnisse werden auf der rechten Seite des Fensters **Kalibration** auf 3 Karten angezeigt.

Ausgabe der Messwerte der Kalibrierstandards – Karte Tabelle

Auf der Karte **Tabelle** des Fensters **Kalibration** werden die Wertepaare der Standards (eingegebene Konzentration / Messwert) ausgegeben.

Wenn eine statistische Auswertung in der Methode vereinbart wurde, können durch Aktivieren der entsprechenden Kontrollfelder die Standardabweichung (**SD**), relative Standardabweichung (**RSD**), die Spannweite (**R**) und die relative Spannweite (**R%**) ausgegeben werden.

Um einzelne Kalibrierstandards aus der Berechnung auszuschließen, markieren Sie den Standard mit Mausclick in der Tabelle und klicken dann auf **Std. löschen**. In Mehrlinienmethoden erfolgt eine Abfrage, ob der Standard für alle Linien oder nur für die aktuelle Linie gelöscht bzw. reaktiviert werden soll.

Der Messwert wird dabei nicht endgültig gelöscht und kann jederzeit reaktiviert werden. Kalibrierdaten werden angegeben, soweit sie sinnvoll berechenbar sind.

Parameter	Beschreibung
R²(adj.)	Bestimmtheitsmaß
Anstieg	Anstieg der Kalibrierfunktion
Verf.-SD	Verfahrensstandardabweichung
Char.Konz. / Char.Masse	Charakteristische Konzentration bzw. Masse (Konzentration bzw. Masse, die nötig ist, um 1% der vorhandenen Lichtenergie im Atomisator zu absorbieren – entspricht einem Extinktionswert von ca. 0,0044)

Karte Residuen

In der Grafik auf der Karte **Residuen** werden die Abweichungen der Kalibrierpunkte von der berechneten Kalibrierkurve sowie den Grenzen des Prognosebandes dargestellt.

Nachweis- und Bestimmungsgrenzen der aktuellen Kalibration – Karte NWG / BG

Die Nachweis- und Bestimmungsgrenzen des AAS können auf Basis der aktuellen Kalibrierergebnisse bestimmt werden. Werte für das Leerwertverfahren und Kalibrierkurvenverfahren werden in diesem Bereich nur angezeigt, wenn das AAS bereits kalibriert worden ist.

Parameter	Beschreibung
Nachweisgrenze	Die Masse (Konzentration) des zu analysierenden Elements, die mit einer vorgegebenen statistischen Sicherheit noch nachgewiesen werden kann
Bestimmungsgrenze	Die kleinste Masse (Konzentration) des zu analysierenden Elements, die noch mit einer vorgegebenen statistischen Sicherheit bestimmt werden kann
SD Leerwert-NWG	Nur Leerwert-Verfahren Gemessene Standardabweichung des Leerwerts (IDL-Probe)
Berechnen	Berechnung der Nachweis- und Bestimmungsgrenzen starten, z.B. nach einer Änderung der Kalibrierkurve

Kalibrierkurven-Verfahren

Für die Berechnung von Nachweis- und Bestimmungsgrenze nach dem Kalibrierkurvenverfahren ist eine lineare Kalibrierkurve erforderlich. Die Kalibration sollte im unteren Konzentrationsbereich erfolgen. Für das Rechenergebnis wesentliche Parameter der Kalibration sind:

- Anzahl und Lage der Kalibrierpunkte
- Anzahl der Wiederholungsmessungen pro Standard
- Qualität der Ausgleichung
- Anstieg der Kalibrierkurve
- Relative statistische Sicherheit (Wahrscheinlichkeits-Niveau)

Die Werte aus dem Kalibrierkurvenverfahren können nur dann als sinnvoll betrachtet werden, wenn im unteren Konzentrationsbereich kalibriert worden ist.

Leerwert-Verfahren

Die Standardabweichung des Leerwerts wird innerhalb der Messung bestimmt. Dazu wird in der Sequenz die Messung des Leerwerts (**Leerw.-NWG**) spezifiziert.

Standardmäßige Berechnungsvorschrift für das Leerwert-Verfahren:

Der Leerwert wird 11 x gemessen. Aus diesen Werten wird die absolute Standardabweichung SD des Leerwerts bestimmt. Für Nachweis- und Bestimmungsgrenze gelten folgende Formeln:

Nachweisgrenze (NWG): $NWG = 3 * SD / (\text{Anstieg der Kalibrierkurve})$

Bestimmungsgrenze (BG): $BG = 9 * SD / (\text{Anstieg der Kalibrierkurve})$

Die Anzahl der Messwiederholungen und die Faktoren für die Berechnung der Nachweisgrenze/Bestimmungsgrenze können im Fenster **Optionen / Kalibration** editiert werden.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Messungen und Aktionen in einer Sequenz spezifizieren [▶ 69]
- 📖 Optionen zur Kalibrierung und Blindwertkorrekturen [▶ 171]

7.3 Kalibrierkurve modifizieren

Eine vorhandene Kalibrierkurve können Sie im Fenster Kalibration modifizieren durch:

- Wechsel der verwendeten Kalibrierfunktion
- Deaktivieren/Aktivieren von Standards

Die Kalibrierfunktion ändern Sie, indem Sie im Listenfeld Kalibrierfunktion ein neues Modell wählen.

Einen Standard schließen Sie aus der Berechnung aus, indem Sie auf der Karte **Tabelle** den Standard markieren und anschließend auf **Std. löschen** klicken. Der Messwert wird dabei nicht endgültig gelöscht und kann jederzeit reaktiviert werden.

Das Programm berechnet die Kalibrierkurve neu und stellt die geänderte Kurve dar. Die geänderten Kalibrierparameter werden auf die Ergebnisse angewendet, wenn Sie mit Klick auf  in der Werkzeugleiste die Neuberechnung starten.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Analysenergebnisse Neuberechnen [▶ 81]

7.4 Kalibrierstandards durch Nachmessen ersetzen

Sie können Ausreißer in der Kalibration ersetzen, indem Sie die Sequenzzeilen erneut messen, die betreffende Zeile ersetzen und die Ergebnisse Neuberechnen lassen:

- ▶ Den neu zu messenden Standard bereitstellen. Bei Verwendung eines Probengebers den Standard auf die Position stellen, die in der Sequenz angegeben ist.

- ▶ Den betroffenen Standard in der Sequenz und die Messung der Sequenzzeile mit einem Klick auf  starten.
Der Werte des neu gemessene Standard erscheint am Ende der Probentabelle.
- ▶ Auf den zu ersetzenden Standard doppelklicken.
Das Fenster **Probeneinzelwerte** erscheint.
- ▶ Die Option **Ersetzen durch Eintrag Nr.** aktivieren und im Eingabefeld die Zeilennummer des nachgemessenen Werts eingeben.
- ▶ Das Fenster **Probeneinzelwerte** mit Klick auf **OK** schließen.
- ▶ Die Neuberechnung mit einem Klick auf  starten und die Zeilen eingeben, die Neuberechnet werden müssen.
 - ✓ Bei der Berechnung der Kalibration wird der betroffene Standard durch den neuen Wert ersetzt. Für alle Berechnungen, die auf die Neuberechnete Kalibration folgen, wird die neue Kalibration angewendet.

8 Qualitätskontrolle

Die Qualitätskontrolle dient der Überwachung der Messergebnisse einer Methode über einen längeren Zeitraum. Zu diesem Zweck werden in einer Methode spezielle QC-Proben unterschiedlichen Typs vereinbart, die in einer Messreihe mitgeführt werden. Bei der Auswertung der QC-Proben werden die Ergebnisse mit vorhergehenden QC-Proben verglichen.

Die Auswertung wird auf Qualitätskontrollkarten (QC-Karten) ausgegeben und mit der Methode gespeichert. Mit jedem Aufruf der Methode stehen die QC-Karten zur Verfügung und werden beim nächsten Messstart aktualisiert.

Den Typ der QC-Proben und deren Parameter vereinbaren Sie im Fenster **Methode / QCS** und in der Sequenz das Mitführen der QC-Probe innerhalb der Messreihe.

Die QC-Karten der geladenen (aktiven) Methode können Sie im Fenster **QC** ansehen. Dort werden auch die Parameter für Inhalt und Aussehen der QC-Karten festgelegt.

Das Fenster **QC** öffnen Sie mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | QC**.

8.1 QC-Karten anzeigen

Die QC-Karten werden im Fenster **QC / QC-Karte** angezeigt. Für jeden in der Methode vereinbarten QC-Probentyp und jede dort berücksichtigte Elementlinie existiert eine separate Karte.

Option	Beschreibung
Typ	QC-Probentyp für die Anzeige auswählen
Linie	Analyselinie für die Anzeige auswählen
Angezeigte Werte	Anzahl der angezeigten Werte und Datum des ersten und letzten angezeigten Wertes
Einträge	Gesamtanzahl der Einträge auf der aktuellen QC-Karte und Datum des ersten und letzten Wertes
x(max)	Diese Anzahl Einträge wird in der Grafik dargestellt.
	QC-Grafik einschließlich der alphanumerischen Daten und Messwerte drucken

Grafikbereich

Farbe	Beschreibung
Gelber Bereich	Vorperiode
Hellgraue waagerechte Linie	Mittelwert, berechnet aus der Vorperiode
Rote waagerechte Linien	Obere und untere Kontrollgrenze (K), berechnet aus der Vorperiode (3 Sigma)
Grüne waagerechte Linien	Berechnete Warngrenzen (W; 2 Sigma)
Schwarze kleine Kreise	Messpunkte

Wenn Sie einen Messwert in der Grafik anklicken, öffnet sich ein Fenster mit folgenden Angaben zu diesem Messwert:

Option	Beschreibung
Nummer	Nummer des Messwertes in der QC-Reihe
Wert	Messwert (umgerechnet entsprechend der Darstellungsform der QC-Karte)
Datum/ Uhrzeit	Messzeitpunkt
Anwender	Zur Zeit der Messung angemeldeter Anwender
Version	Version der verwendeten Methode
Eintrag löschen / Eintrag aktivieren	Messwert als gelöscht markieren bzw. wieder aktivieren
Kommentar eingeben	Bemerkung zum Messpunkt eingeben, z.B. Grund der Löschung

8.2 Parameter der QC-Karten

Der Typ und die Darstellung der QC-Karten wird im Fenster **QC / QC-Karten-Parameter** festgelegt.

Kartentyp

Für die verschiedenen QC-Probentypen können folgende Auswertungen gewählt werden:

QC-Probentyp	Art der QC-Auswertung
QC-Probe	Mittelwerte
QC-Std.	Mittelw. (normiert) Wiederfindungsraten
QC-Trend	Trends
QC-Matrix	Spannweiten Präzisionen
QC-Blindwert	Keine Auswahl vorgesehen. Es wird die Extinktion der Blindwerte angezeigt.

Für den Kartentyp **Kontrollkarten** (Prozessregelkarte) werden die Zielparameter und die Kontroll- (K) und Warngrenzen (W) aus dem Mittelwert und der Streuung der Werte der Vorperiode ermittelt. Für den Typ **Zielwertkarte** werden die Zielgrößen und Ausschlussgrenzen aus den im Fenster **Methode / QCS** spezifizierten Erwartungswerten und Grenzen der Qualitätskontrollproben ermittelt.

Grafikeinstellung

Für die grafische Darstellung können Sie die Größe der Punkte sowie eine Verbindung der Punkte mittels Polygonzug vereinbaren.

Option	Beschreibung
Größe der Punkte	Die einzelnen Punkte werden als Kreise dargestellt. Mit höherem Wert wird der Kreis vergrößert.
Punkte verbinden	Die Grafikpunkte werden mit einem Polygonzug verbunden.

8.3 Einträge und Grenzen der QC-Karten

Der Inhalt der QC-Karten wird im Fenster **QC / Einträge und Grenzen** festgelegt und kann an die Erfordernisse des jeweiligen Labors bezüglich der Häufigkeit der Einträge angepasst werden.

Option	Beschreibung
Eintragungsschema	<p>Auswahl der in die QC-Karten übernommenen Werte</p> <p>Alle Werte Jede ausgeführte QC-Kontrolle eintragen.</p> <p>1 Wert pro Tag Nur die letzte QC-Kontrolle des Tages eintragen.</p> <p>2 Werte pro Tag Nur die erste und letzte QC-Kontrolle des Tages eintragen.</p> <p>Definition "Tag": Ein "Tag" entspricht einem Tag laut PC-Uhr. Während eines Tags wird ein vorangegangener Eintrag in der QC-Karte von einem neuen QC-Wert überschrieben, mit Beginn eines neuen Tags wird ein neuer Eintrag erzeugt.</p>
Anzahl Werte Vorperiode	<p>Nur Kontrollkarte (Prozessregelkarte)</p> <p>Die Vorperiode ist eine Anzahl von QC-Karten-Einträgen, die zur Berechnung der Kontroll- (K) und Warngrenzen (W) herangezogen werden. Die Vorperiode enthält immer die älteren Karten-Einträge. Bei Wert 0 (keine Vorperiode) werden alle eingetragenen QC-Daten zur Berechnung der Kontroll- und Fehlergrenzen herangezogen.</p>
Faktor	<p>Nur Zielwertkarte</p> <p>Die Ausschlussgrenzen werden aus den für die Qualitätskontrollproben spezifizierten Grenzen multipliziert mit dem Faktor (Voreinstellung ist 1) berechnet.</p>

Karten erneuern

Wenn eine angezeigte Karte (fast) voll ist, das heißt die maximale Anzahl Einträge erreicht ist, kann sie erneuert werden. Es gibt verschiedene Möglichkeiten die Vorperiode bei Kontrollkarten zu erneuern.

Option	Beschreibung
Vorperiode übernehmen, Rest löschen	Die Vorperiode wird übernommen und bildet die Vorperiode der neuen Karte.
Letzte Werte -> Neue Vorperiode	Die zuletzt gemessenen Werte der alten Karte bilden die Vorperiode der neuen Karte, alle anderen Werte werden aus der Karte gelöscht. Neue Messwerte werden mit der neugebildeten Vorperiode ausgewertet.
Alles löschen, neue Vorperiode	Alle Werte werden gelöscht. Neue Messwerte füllen zuerst die Vorperiode.
Ausführen	Karten entsprechend gewählter Option erneuern

9 Gerät und Zubehör steuern und kontrollieren

9.1 Spektrometer

Im Fenster **Spektrometer** können Sie optische Gerätefunktionen prüfen und das Spektrometer softwaregestützt justieren (Ablagen korrigieren). Folgende Parameter können eingestellt bzw. ausgegeben werden:

- Gerätedaten
- Ein- und Ausschalten der Xenonlampe
- Test der Wellenlängenkorrekturen
- Anzeige der Auslesparameter der CCD-Zeile
- Messung an einer Test-Wellenlänge starten
- Kontinuierliche Messung für Geräteoptimierungen starten
- Peakablagen korrigieren

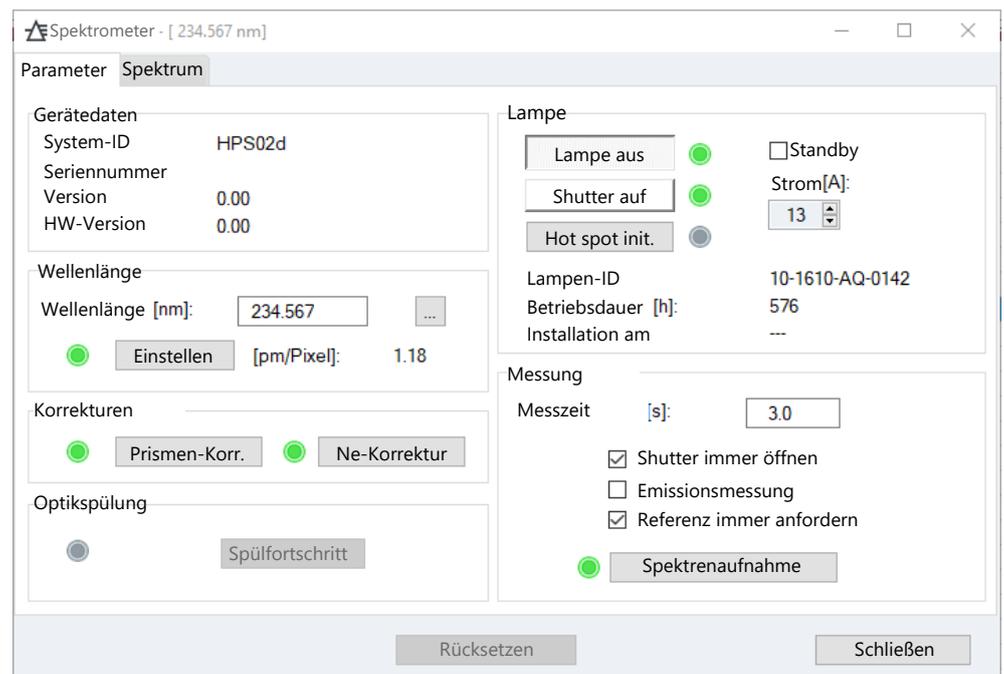
Das Fenster **Spektrometer** öffnen Sie mit einem Klick  auf oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Spektrometer**.

9.1.1 Gerätefunktionstest am contrAA

Im Fenster **Spektrometer / Parameter** können Sie grundlegende Gerätefunktionen kontrollieren und eine Testmessung an einer ausgewählten Wellenlänge starten.

Grundsätzlich gilt, wenn das contrAA eingeschaltet und initialisiert ist, müssen alle Kontrolllampen aktiv und grün sein. Durch Klick auf die entsprechende Schaltfläche wird die entsprechende Gerätefunktion getestet. Bei erfolgreichem Testablauf wird die Kontrolllampe grün.

Das Fenster **Spektrometer / Parameter** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Gerätedaten Anzeige des angeschlossenen AAS und der installierten Software-Version.

Wellenlänge / Korrekturen

Option/Schaltfläche	Beschreibung
Wellenlänge	Anzeige der ausgewählten Wellenlänge Nach Klick auf ☰ öffnet sich das Fenster Element/Linie auswählen zur Auswahl der Wellenlänge. Mit Klick auf Einstellen wird der Monochromator auf die gewählte Wellenlänge gefahren.
Prismen-Korr.	Prismenposition überprüfen und gegebenenfalls automatisch justieren
Ne-Korrektur	Wellenlängenkorrektur mit Neon-Linien überprüfen

Optikspülung

Nur contrAA 800

Mit Klick auf **Spülfortschritt** wird der Status der Gasspülung (Luft- oder Argonspülung) geprüft. Für zuverlässige Messergebnisse muss die Spülung abgeschlossen sein (grüne Status-LED). Diese Schaltfläche ist nur aktiv, wenn die Spülung der Optik im Fenster **Optionen / Optikspülung** aktiviert ist.

Lampe

Option	Beschreibung
Lampe aus / Lampe ein	Xenonlampe ausschalten und einschalten
Shutter auf / Shutter zu	Shutter öffnen und schließen
Hot spot init.	System für die Hot-Spot-Nachführung neu initialisieren
Standby	Bei Aktivierung wird der Lampenstrom in den Standby-Modus gefahren. Dadurch verlängert sich die Lebensdauer der Lampe.
Strom	Lampenstrom ändern Ändern Sie diesen Parameter nur mit Rücksprache des Service. Der voreingestellte Lampenstrom ist auf Zündwilligkeit und Lebensdauer optimiert!
Lampen-ID	Identifikationscode der Lampe
Betriebsdauer	Nach Überschreitung der garantierten 1000 h Betriebsdauer wird ein entsprechender Hinweis angezeigt.
Installation am	Datum des letzten Lampenwechsels Wurde die Lampe nicht gewechselt, wird hier kein Datum angezeigt.

Hinweis: Die Informationen zur installierten Lampe werden nur angezeigt, wenn im Fenster **Optionen / Ansicht** die Option **Lampenbetriebsdauer anzeigen (Spektrometer)** aktiviert ist.

Messung

Option	Beschreibung
Messzeit	Gesamtzeit für die Spektrenmessung
Shutter immer öffnen	Bei Aktivierung erfolgen die Messungen im Fenster Spektrometer stets bei geöffnetem Shutter. Sollte das System mit geschlossenem Shutter geprüft werden, z.B. bei der Messung des Dunkelstroms, muss diese Option deaktiviert werden. Hinweis: Die Shutter-Einstellung in diesem Fenster hat keinen Einfluss auf die Messungen außerhalb dieses Fensters. In allen anderen Fällen wird der Shutter automatisch kontrolliert.
Emissionsmessung	Bei Aktivierung wird das Intensitätsspektrum gemessen. Wenn diese Funktion deaktiviert ist, wird das Extinktionsspektrum angezeigt.

Option	Beschreibung
Referenz immer anfordern	Vor einer Spektrenmessung eine Referenzmessung ausführen.
Spektrenaufnahme	Messung des Spektrums mit eingestellten Parametern starten

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Optionen zur Optikspülung [▶ 171]
- 📖 Ansichtsoptionen [▶ 166]
- 📖 Analysenlinien in die Linientabelle einfügen [▶ 27]

9.1.2 Spektrenpeak an einer ausgewählten Wellenlänge messen

Eine Testmessung an einer ausgewählten Wellenlänge können Sie im Fenster **Spektrometer / Parameter** starten.

- ▶ Eine Referenzlösung und eine Testlösung mit dem Analyten bereitstellen. Hinweise zur Testlösung finden Sie im Kochbuch.
- ▶ Das Fenster **Spektrometer / Parameter** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ Unter **Wellenlänge** auf  klicken und im Fenster **Element/Linie auswählen** die Linie auswählen.
Alternativ den Wert der Wellenlänge direkt in das Eingabefeld eingeben
- ▶ Mit Klick auf **Einstellen** die Wellenlänge einstellen.
Wenn die Einstellung erfolgreich beendet ist, erscheint die Markierung neben der Einstellung grün.
- ▶ Im Feld **Messzeit** die Gesamtmesszeit einstellen.
- ▶ Die Option **Referenz immer anfordern** aktivieren.
- ▶ Auf **Spektrenaufnahme** klicken und den Anweisungen für die Referenzmessung und anschließende Probenmessung folgen.
 - ✓ Die Messergebnisse werden im Fenster **Spektren** angezeigt.

Im Fenster **Spektren / Wellenlängen-Korrektur** können Sie eine Peakablage korrigieren.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Gerätefunktionstest am contrAA [▶ 115]
- 📖 Peakablagen korrigieren [▶ 99]

9.1.3 Kontinuierliche Messung

Im Fenster **Spektrometer / Spektrum** starten Sie eine kontinuierliche Messung an einer vorgegebenen Wellenlänge. Die kontinuierlichen Messungen werden im Service-Fall für die Geräteoptimierung verwendet.

Das Fenster **Spektrometer / Spektrum** öffnen Sie mit Klick auf .

Grafische Darstellung und digitale Auswertung im Fenster **Spektrometer / Spektrum**

Option	Beschreibung
Darstellung	Optionen für die Darstellung des Spektrums Energie Anzeige des Energiespektrums, Maßeinheit: cts (Counts) Um möglichst rauscharme Messergebnisse zu erhalten, werden die Integrationszeiten für die CCD-Zeile so gewählt, dass das Energiemaximum bei ca. 30000 cts liegt. Extinktion Anzeige des Extinktionsspektrums Intensität Anzeige der Energie pro Zeiteinheit, Maßeinheit: Mcts/s (Megacounts pro Sekunde) Mit der Ausgabe der Intensität können verschiedene Peaks bezüglich ihrer Absorption unabhängig von der Integrationszeit verglichen werden.
Messpixel	Die Werte dieses Pixels werden fortlaufend entsprechend der gewählten Darstellung angezeigt. In den Feldern Maximum , Minimum , Mittelwert und SD werden die Ergebnisse der kontinuierlichen Messung angezeigt.
Brennerhöhe	Für Flammentechnik Einstellung der Brennerhöhe
Messpixel markieren	Messpixel in der Grafik durch eine senkrechte rote Linie markieren
Messpunkte markieren	Messwerte für jeden Pixel in der Grafik durch einen Punkt markieren
Skalieren der Grafik	Werte für Start- und Endpunkt von Ordinate und Abszisse in den Eingabefeldern an den Achsen direkt eingeben oder nach Aktivieren des Zoommodus den anzuzeigenden Bereich mit gedrückter linker Maustaste auswählen Skalierung mit Aktivieren der Option auto rückgängig machen
[Referenzspektrum]	Referenzspektrum aufnehmen
[Start]	Kontinuierliche Messung starten

Kontinuierliche Messung starten

Die Messung erfolgt manuell ohne Probengeber. Stecken Sie den Probenansaugschlauch an die Zerstäuberkanüle.

- ▶ Eine Referenzlösung und eine Testlösung mit dem Analyten bereitstellen. Hinweise zur Testlösung finden Sie im Kochbuch.
- ▶ Das Fenster **Spektrometer** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ Auf der Registerkarte **Parameter** die Wellenlänge einstellen.
- ▶ Zur Registerkarte **Spektrum** wechseln.
- ▶ Die Referenzmessung mit der Referenzlösung mit Klick auf **[Referenzspektrum]** starten.
Wenn ein Referenzspektrum bereits vorhanden ist, ist das Kontrolllämpchen grün.
- ▶ Den Probenansaugschlauch in die Testlösung tauchen. Auf **[Start]** klicken.
 - ✓ Die Messung erfolgt kontinuierlich bis zum Betätigen von **[Stopp]**.

9.2 Flamme

Im Fenster **Flamme** können Sie einzelne Funktionen des Brenner-Mischkammer-Zerstäuber-Systems überprüfen und die Parameter für die Analyse der einzelnen Elemente individuell einstellen.

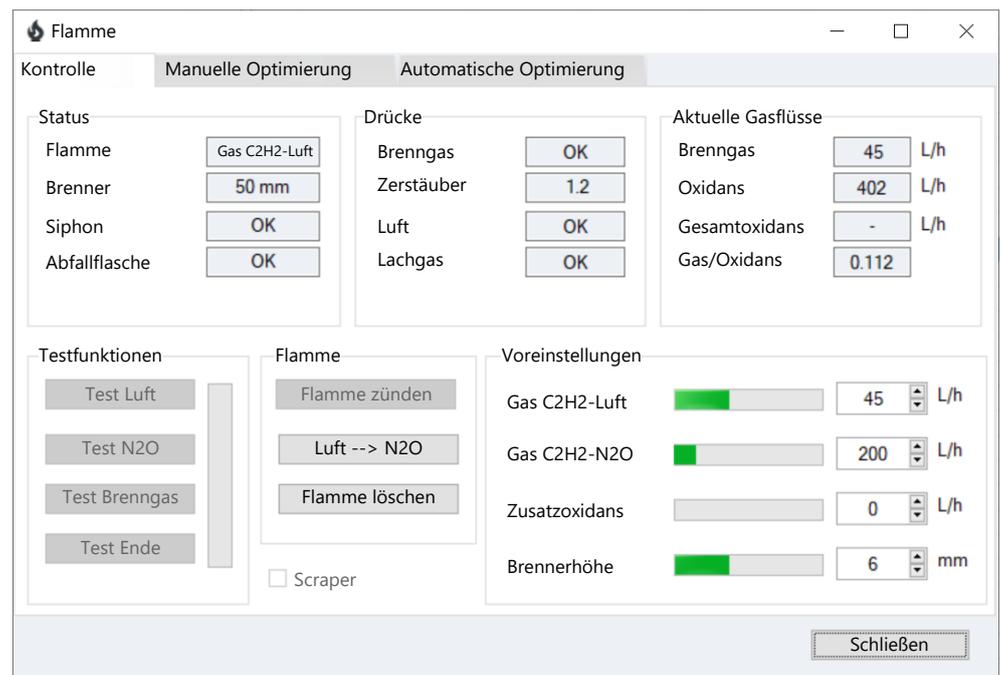
Öffnen Sie das Fenster **Flamme** mit einem Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Flamme**.

9.2.1 Kontrolle der Flammenfunktionen

Im Fenster **Flamme / Kontrolle** finden Sie folgende Funktionen:

- Flamme zünden/löschen
- Oxidans Luft oder Lachgas umschalten
- Anzeige der Gasdrücke und Gasflüsse
- Scraper aktivieren
- Gasflüsse einstellen

Öffnen Sie das Fenster **Flamme / Kontrolle** mit Klick auf .



The screenshot shows the 'Flamme' control window with the following sections:

- Status:**
 - Flamme: Gas C2H2-Luft
 - Brenner: 50 mm
 - Siphon: OK
 - Abfallflasche: OK
- Drücke:**
 - Brenngas: OK
 - Zerstäuber: 1.2
 - Luft: OK
 - Lachgas: OK
- Aktuelle Gasflüsse:**
 - Brenngas: 45 L/h
 - Oxidans: 402 L/h
 - Gesamtoxidans: - L/h
 - Gas/Oxidans: 0.112
- Testfunktionen:**
 - Test Luft
 - Test N2O
 - Test Brenngas
 - Test Ende
- Flamme:**
 - Flamme zünden
 - Luft --> N2O
 - Flamme löschen
 - Scraper
- Voreinstellungen:**
 - Gas C2H2-Luft: 45 L/h
 - Gas C2H2-N2O: 200 L/h
 - Zusatzoxidans: 0 L/h
 - Brennerhöhe: 6 mm

A 'Schließen' button is located at the bottom right of the window.

Status

Option	Beschreibung
Flamme	<p>aus: Die Flamme brennt nicht.</p> <p>C2H2-Luft : Die Acetylen-Luft-Flamme brennt.</p> <p>C2H2-N2O : Die Acetylen-Lachgas-Flamme brennt.</p>
Brenner	<p>Anzeige des installierten Brenners</p> <p>Fehler: Es ist kein Brenner installiert oder der Brenner wurde durch den Sensor nicht erkannt.</p>
Siphon	<p>Der Füllstand des Mischkammersiphons, über den nichtzerstäubte Flüssigkeit abgeführt wird, wird überwacht. Der Siphon muss immer ausreichend mit Flüssigkeit gefüllt sein, um das Rückschlagen der Flamme, insbesondere der Lachgasflamme, zu verhindern.</p>

Option	Beschreibung
	<p>OK: Der Siphon ist bis zum Überlauf mit Flüssigkeit gefüllt.</p> <p>Fehler: Der Füllstand des Siphons ist unzureichend. Füllen Sie den Siphon mit deionisiertem Wasser bis zum Überlauf auf. Nehmen Sie den Brenner ab und gießen Sie das Wasser vorsichtig in den Brennerhals, bis es über den Abfallschlauch abläuft.</p>

Drücke

Option	Beschreibung
Brenngas	Zustand des Brenngasdrucks am Geräteeingang
Zerstäuber	Arbeitsdruck am Probenzerstäuber in bar
Luft	Zustand des Luft-Vordrucks Der Zustand wird nur angezeigt, wenn die Luftversorgung geöffnet ist.
Lachgas	Zustand des Lachgas-Vordrucks Der Zustand wird nur angezeigt, wenn die Lachgasversorgung geöffnet ist.

Aktuelle Gasflüsse

Option	Beschreibung
Brenngas	Brenngasfluss (C ₂ H ₂)
Oxidans	Oxidansfluss durch den Zerstäuber
Gesamtoxidans	Gesamtoxidansfluss (Oxidans + Zusatzoxidans) Der Wert wird nur angezeigt, wenn das Zusatzoxidans aktiviert ist.
Gas/Oxidans	Verhältnis von Brenngasfluss zu Oxidansfluss

Testfunktionen

Die Testfunktionen sind nur zugänglich, wenn die Flamme gelöscht ist. Die Verfügbarkeit der Testfunktionen ist vom Kontext abhängig.

Schaltfläche	Beschreibung
Test Luft	Magnetventil im Luftweg öffnen Voraussetzung: Eingangsdruck Luft und Brenngas liegen an. Angezeigt werden Zerstäuberdruck, Oxidansfluss und Gesamtoxidans, wenn im Fenster Methode / Flamme Zusatzoxidans aktiviert ist.
Test N2O	Nur Acetylen-Lachgas-Flamme mit 50-mm-Brenner Magnetventil im Lachgasweg öffnen Voraussetzung: Eingangsdruck Lachgas und Brenngas liegen an. Angezeigt werden Zerstäuberdruck und Oxidansfluss und Gesamtoxidans (wenn das Zusatzoxidans aktiviert ist).
Test Brenngas	Soll-Gasfluss (Proportionalventil) einstellen Angezeigt werden Brenngasfluss für die Acetylen-Luft-Flamme (bei Test Luft) bzw. die Acetylen-Lachgas-Flamme (bei Test N2O). Vor Klick auf Test Brenngas muss Test Luft oder Test N2O aktiviert werden.
Test Ende	Testfunktion beenden

Flamme / Scraper

Option	Beschreibung
Flamme zünden	Acetylen-Luft-Flamme zünden <ul style="list-style-type: none"> ■ Zündarm schwenkt aus; Glühwendel leuchtet.

Option	Beschreibung
	<ul style="list-style-type: none"> Acetylen-Sollgasflusses (Proportionalventil) wird eingestellt, wenn Zerstäuberdruck und Oxidansfluss die Sollwerte erreicht haben. Wenn die Flamme nicht innerhalb von 10 s zündet, erfolgt ein Abbruch des Zündversuchs. Wenn die Flamme brennt, wird Flamme löschen aktiv.
Luft --> N2O	Von Acetylen-Luft- auf Acetylen-Lachgas-Flamme umschalten. <ul style="list-style-type: none"> Oxidansventil (3/2-Magnetventil) schaltet von Luft auf Lachgas um Brenngasfluss für Acetylen-Lachgasflamme-Flamme (Proportionalventil) wird eingestellt. Die Schaltfläche wechselt zu N2O --> Luft.
N2O --> Luft	Von Acetylen-Lachgas- auf Acetylen-Luft-Flamme umschalten <ul style="list-style-type: none"> Brenngasfluss für Acetylen-Luft-Flamme (Proportionalventil) wird eingestellt. Die Schaltfläche wechselt zu Luft --> N2O.
Flamme löschen	Flamme löschen <ul style="list-style-type: none"> Wenn die Acetylen-Lachgasflamme brennt, wird auf Acetylen-Luft-Flamme umgeschaltet und einige Sekunden gewartet. Der Brenngasfluss (Proportionalventil) wird gesperrt. Nach einigen Sekunden Wartezeit (Austreiben des Brenngases aus der Mischkammer und Brenner) wird Luft (Magnetventil) gesperrt
Scraper	Nur 50-mm-Brenner mit montiertem Scraper und Acetylen-Lachgas-Flamme Scraper zur Reinigung des Brennerkopfs aktivieren

Einstellungen

In der Gruppe **Einstellungen** können Sie die Gasflüsse editieren.

Option	Beschreibung
Gas C2H2-Luft	Acetylen-Luft-Flamme (Brenngasfluss = 40 –120 NL/h)
Gas C2H2-N2O	Acetylen-Lachgas-Flamme (Brenngasfluss = 120 –315 NL/h)
Zusatzoxidans	Einstellung des Zusatzoxidansflusses
Brennerhöhe	Höhe des Brenners bezogen auf die optische Achse

Hinweis: Der angeschlossene Brenner wird automatisch durch den Brennersensor erkannt. Ein Umschalten zwischen C2H2-Luft und C2H2-N2O ist nur bei brennender Flamme und installiertem 50-mm-Brenner möglich.

Sehen Sie dazu auch

 Fenster Methode / Flamme - Flammenparameter spezifizieren [▶ 29]

9.2.2 Flamme optimieren

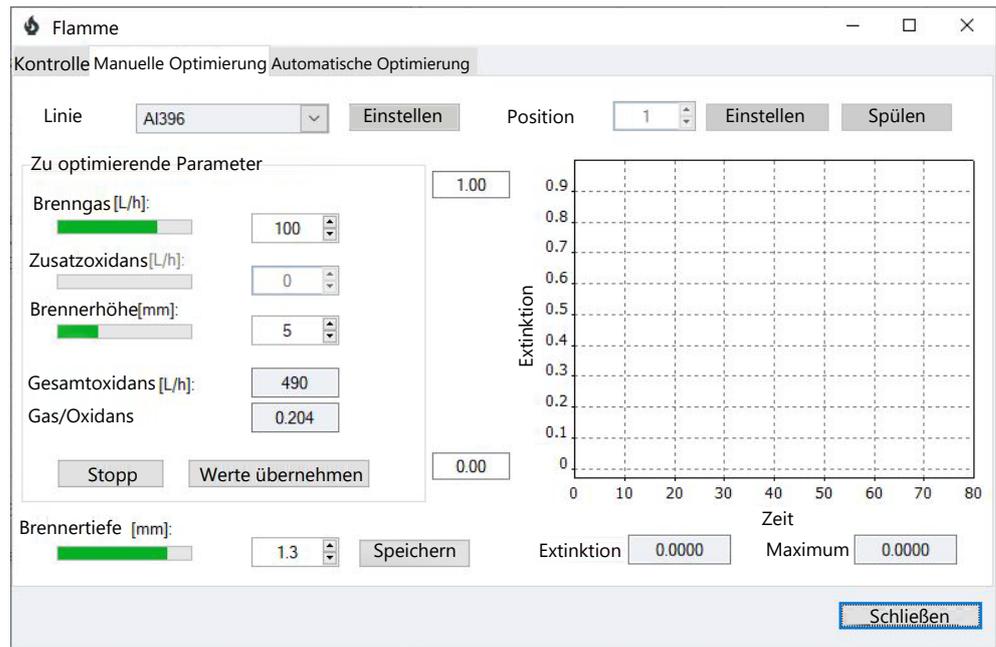
Die optimale Brennerhöhe sowie die Gaszusammensetzung der Flamme hängen stark vom Analyten ab. Deshalb sollten Sie die aus dem Kochbuch vorgegebenen Werte einmal für jedes Element feinoptimieren. Die Optimierung können Sie manuell ausführen, in dem Sie die Parameter verändern und den Signalverlauf beobachten. Nutzen Sie die manuelle Optimierung auch, wenn Sie Zusatzoxidans in der Methode aktiviert haben. Wenn Sie kein Zusatzoxidans verwenden, können Sie die Flammenparameter automatisch optimieren lassen.

9.2.2.1 Flamme manuell optimieren

Die manuelle Flammenoptimierung für eine Analysenlinie der aktuellen Methode führen Sie im Fenster **Flamme / Manuelle Optimierung** durch. Die manuelle Optimierung wird in folgenden Situationen benötigt:

- Verwendung von Zusatzoxidans
- Optimierung des Brenner-Mischkammer-Zerstäuber-Systems nach der Reinigung des Systems

Das Fenster **Flamme / Manuelle Optimierung** öffnen Sie mit einem Klick auf .



Option	Beschreibung
Linie	Analysenlinie der Methode auswählen
Einstellen	Gewählte Analysenlinie einstellen
Position	Position der Testprobe auf dem Probengeber
Einstellen	Kanüle des Probengebers in die Testprobe tauchen
Spülen	Spülflüssigkeit aus dem Spülgefäß aufnehmen
Brenngas	Brenngasfluss einstellen
Brennerhöhe	Brennerhöhe bezüglich der optischen Achse des Strahlengangs der Lampe einstellen
Zusatzoxidans	Zusatzoxidansfluss einstellen Luft: 75 / 150 / 225 NL/h N ₂ O: 60 / 120 / 180 NL/h
Gesamtoxidans	Anzeige des Gesamtoxidansflusses
Gas/Oxidans	Anzeige des Verhältnisses von Brenngasfluss zu Oxidansfluss
Brennertiefe	Nur contrAA 800 D Brennertiefe einstellen
Start	Messung starten und Signal kontinuierlich registrieren
Stopp	Messung beenden
Werte übernehmen	Ermittelte Flammenparameter für die Analysenlinie in die Methode übernehmen
Grafik	Anzeige des Signalverlaufs

Option	Beschreibung
Extinktion	Aktueller Extinktionswert
Maximum	Maximaler Extinktionswert während der laufenden Messung

Manuelle Optimierung mit Einstellung von Zusatzoxidans

- ▶ Testlösung bereitstellen.
Hinweise zur geeigneten Testlösung finden Sie im Kochbuch. Die dort angegebene Testkonzentration bewirkt eine Extinktion von ca. 0,1. Verwenden Sie für die Optimierung eine 2- bis 3fache Konzentration.
- ▶ In der Liste **Linie** eine Analysenlinie auswählen.
- ▶ Mit Klick auf **Einstellen** den Monochromator auf die Wellenlänge der Linie fahren.
- ▶ Den Probenansaugschlauch des Zerstäubers in die Testlösung tauchen.
- ▶ Wenn der Probengeber verwendet wird, die Probe auf den Probengeber stellen und im Feld **Position** den Platz eingeben. Anschließend auf **Einstellen** klicken. Die Kanüle taucht in die Testlösung und die Probe wird angesaugt.
- ▶ Messung mit Klick auf **Start** starten.
- ▶ Optimierungsschritte ausführen:
Hinweis: Bei Veränderung der Parameter kann die Signalintensität mit einer geringen Verzögerung reagieren.
 - Mit den Pfeiltasten die Brenngas-Einstellung verändern und den Signalverlauf in der Grafik und im Feld **Extinktion** beobachten. Das Maximum der Extinktion einstellen.
 - Die Brennerhöhe in gleicher Weise verändern, bis das Extinktionsmaximum gefunden ist.
 - Bei Verwendung von Zusatzoxidans den Parameter **Zusatzoxidans** verändern, bis auch hier das Signalmaximum eingestellt ist.
 - Nur contrAA 800 D: Zusätzlich kann im Feld Brennertiefe die Tiefeneinstellung des Brenners optimiert werden.
- ▶ Die Optimierungsschritte wiederholen, bis keine relevante Erhöhung des Signals mehr erfolgt.
- ▶ Messung mit Klick auf **Stopp** beenden.
- ▶ Auf **Werte übernehmen** klicken.
 - ✓ Die Parameter für die gewählte Analysenlinie werden in die Methode übertragen.

Finden Sie auf diese Weise für alle Linien in der Methode die geeigneten Parameter.

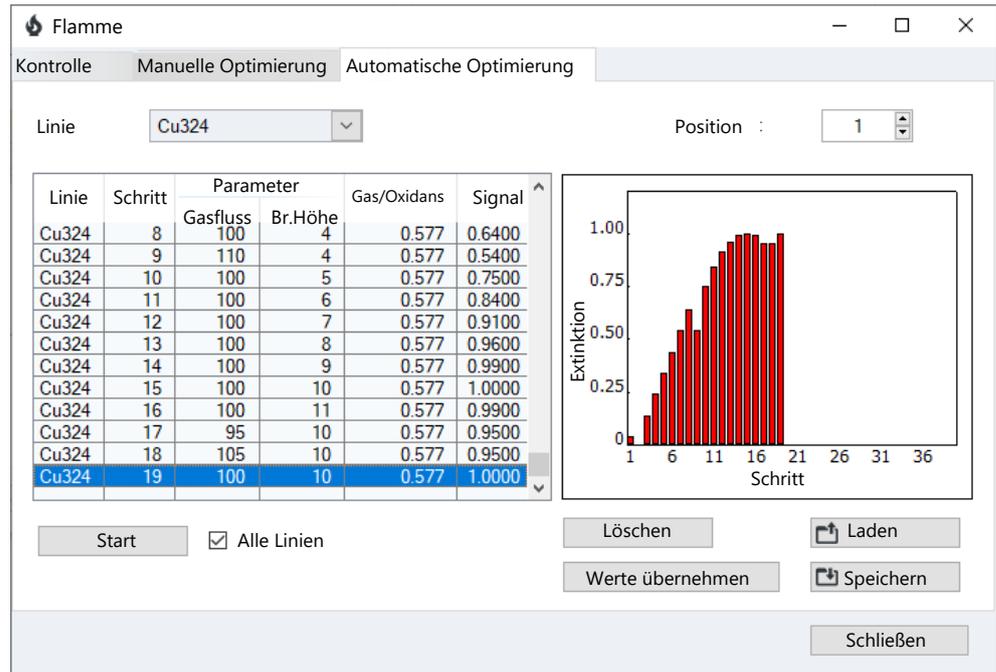
Sehen Sie dazu auch

 Fenster Methode / Flamme - Flammenparameter spezifizieren [▶ 29]

9.2.2.2 Flamme automatisch optimieren

Die automatische Flammen-Optimierung erfolgt im Fenster **Flamme / Automatische Optimierung**. Der verwendete Optimierungs-Algorithmus verändert die Einstellungen für Brenngasfluss und Brennerhöhe mit dem Ziel eines Zugewinns an Nutzsignal, bis ein Maximum erreicht wurde oder eine Änderung der Parameter keinen weiteren Einfluss auf das Nutzsignal hat. Sie können die ermittelten Flammenparameter in die Methode übertragen oder speichern und zu einem späteren Zeitpunkt für andere Methode verwenden.

Das Fenster **Flamme / Automatische Optimierung** öffnen Sie mit Klick auf .



Option	Beschreibung
Linie	Analyselinie der Methode auswählen
Position	Position der Testprobe im Probenwechsler
Start	Messung starten und Signal kontinuierlich registrieren
Alle Linien / Alle Hauptlinien	Optimierung für alle Linien der Methode mit einer Probenlösung durchführen Die Probenlösung muss in diesem Fall alle Elemente der Methode enthalten. Wenn die Methode Elementlinien enthält, die simultan gemessen werden (Vereinbarung von Hauptlinien im Fenster Methode / Linien), kann die Auswahl der zu optimierenden Linien auf Alle Hauptlinien beschränkt werden.
Löschen	Ermittelte Werte löschen
Laden	Gespeicherte Flammenparameter laden
Speichern	Optimierte Flammenparameter speichern
Werte übernehmen	Die ermittelten Flammenparameter für die eingestellte Elementlinie in die Methode übernehmen
Tabelle	Anzeige der ermittelte Parameter
Grafik	Anzeige des Signalverlaufs

Durchführung

- ▶ Testlösung bereitstellen.
Hinweise zur geeigneten Testlösung finden Sie im Kochbuch. Die dort angegebene Testkonzentration bewirkt eine Extinktion von ca. 0,1. Verwenden Sie für die Optimierung eine 2- bis 3-fache Konzentration. Wenn Sie alle Analyselinien/Hauptlinien automatisch optimieren wollen, muss die Testlösung diese Elemente enthalten.
- ▶ In der Liste **Linie** eine Analyselinie auswählen oder die Option **Alle Linien / Alle Hauptlinien** aktivieren.
- ▶ Bei Verwendung des Probengebers: Die Testlösung auf dem Probengeber platzieren und im Feld **Position** die Position auf dem Probenteller eingeben.
Bei manueller Messung: Den Probenansaugschlauch des Zerstäubers in die Testlösung tauchen.

- ▶ Auf **Start** klicken.
Das Fenster **Automatische Optimierung** erscheint.
- ▶ Bei Bedarf folgende Option aktivieren:
Optimierdaten automatisch speichern: Wenn aktiviert, im Feld **Dateiname** den Dateinamen eingeben.
Zusätzliche Linien mitmessen: Nur bei Mehrlinienauswertungen. Wenn die Option aktiviert wird, werden die zur Hauptlinie zusätzlich gemessenen Linien mit angezeigt. Es können jedoch nur die Optimierungsparameter der Hauptlinie in die Methode übernommen werden.
Optimierte Werte automatisch in die Methode übernehmen: Bei automatischer Optimierung aller Linien der Methode diese Option aktivieren, weil nach Abschluss der Optimierung nur die Daten der letzten Linie im Zwischenspeicher vorhanden sind.
- ▶ Einstellungen mit **OK** bestätigen.
- ▶ Bei Einzellinien-Optimierung: Wenn nicht vor der Optimierung vereinbart, nach erfolgreicher Optimierung mit Klick auf **Werte übernehmen** die Parameter für die Linie in die Methode übernehmen.
 - ✓ Die Flammenparameter sind optimiert und die ermittelten Werte wurden in der Methode aktualisiert. Gespeicherte Werte können Sie zu einem späteren Zeitpunkt laden und in eine andere Methode übernehmen

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Fenster Methode / Flamme - Flammenparameter spezifizieren [▶ 29]

9.3 Ofen

Im Fenster **Ofen** werden folgende Parameter eingestellt bzw. Ofenfunktionen überwacht:

- Parameter der in der Methode verwendeten Ofenprogramme
- Auswahl der Modifikatoren
- Optimierung der Atomisierungs- und Pyrolysetemperaturen bei der Methodenerarbeitung
- Beschichten des Graphitrohrs für die HydrEA-Technik
- Grafische Darstellung des Ofenprogramms
- Kontrolle der Ofenfunktionen

Das Fenster **Ofen** öffnen Sie mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Ofen**.

Schaltflächen im Fenster Ofen

Option	Beschreibung
Linie	In diesem Listenfeld die Analyselinie wählen, für welche die Ofenparameter angezeigt/variiert werden.
[Prüfung Methodenparameter]	Änderungen der Ofenparameter für die Analyselinie in die Methode übernehmen.

9.3.1 Ofenprogramm anzeigen

Im Fenster **Ofen / Ofenprogramm** wird das linienspezifische Ofenprogramm angezeigt. Die Linie wählen Sie im unteren Bereich des Fensters. Das Ofenprogramm wird im Fenster **Methode / Ofen** erstellt und kann dort editiert werden.

Das Fenster **Ofen / Ofenprogramm** öffnen Sie mit Klick auf .

Folgende Parameter werden angezeigt:

Option	Beschreibung
Schritt	Schrittnummer im Ofenprogramm
*	Diesem Feld wurde bisher keine Funktion zugewiesen.
Name	Name des Ofenprogrammschritts
Temp.	Zieltemperatur im Programmschritt
Rampe	Heizrate/Kühlrate im Programmschritt
Halten	Haltezeit der Zieltemperatur im Programmschritt
Zeit	Gesamtdauer des Schritts
Gas	Spülgas (Spül) und Zusatzgas (Zus.) zuführen. Mögliche Zustände Stopp: Keine Zufuhr Min: Minimale Zufuhr rate (nur Spülgas) Max: Maximale Zufuhr rate
Inj.	Probe wird nach diesem Schritt in den Ofen injiziert.
E/P	Anreicherungs schritt (E = Enrichment) bzw. Schritt für thermische Vorbehandlung (P = Pretreatment) der einzelnen Komponenten

Mit der Schaltfläche **Programm prüfen** können Sie das Programm auf Fehler prüfen, die die Abarbeitung des Programms unmöglich machen. Wenn das Programm korrekt ist, leuchtet die Kontrolllampe neben der Schaltfläche grün. Im anderen Fall erscheint eine Fehlermeldung mit einem Hinweis auf den fehlerhaften Schritt.

Sehen Sie dazu auch

 Ofenprogramm editieren [► 32]

9.3.2 Matrixmodifikatoren, Anreicherung und Vorbehandlung anzeigen

Im Fenster **Ofen / Modif.+Extras** können Sie folgende linienspezifischen Parameter für die Atomisierung im Graphitofen ansehen:

- Verwendung und Volumen von Matrixmodifikatoren
- Anreicherung im Graphitrohr durch wiederholtes Pipettieren und Trocknen
- Thermischen Vorbehandlung der Probe

Das Fenster **Ofen / Modif.+Extras** mit der Ansicht der Matrixmodifikatoren öffnen Sie

mit Klick auf .

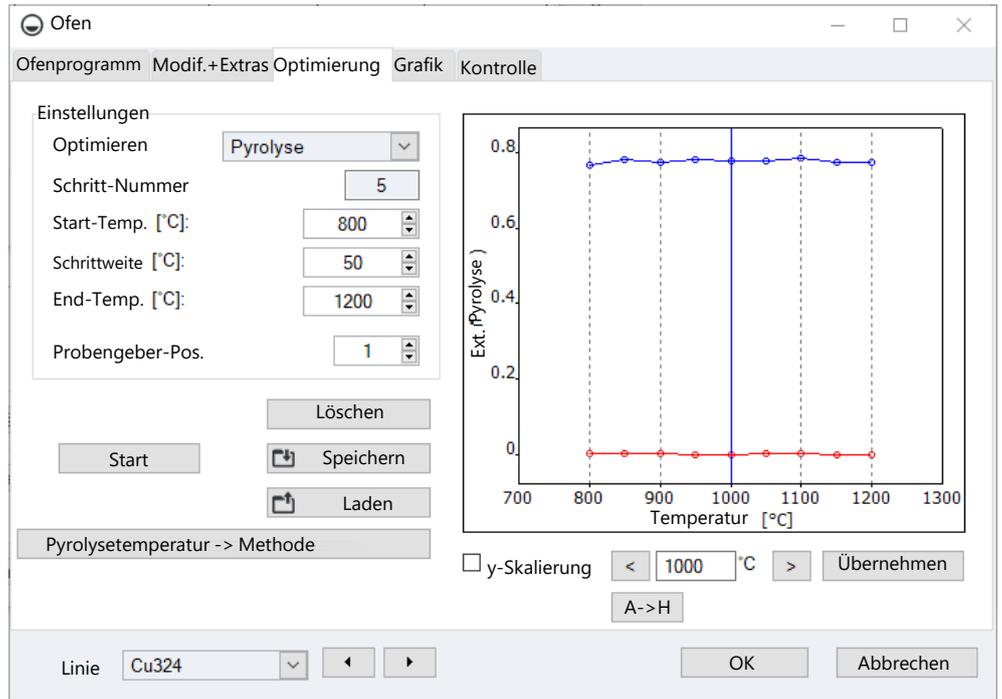
Sehen Sie dazu auch

 Matrixmodifikatoren, Anreicherung und Vorbehandlung spezifizieren [► 35]

9.3.3 Ofenprogramm optimieren

Im Fenster **Ofen / Optimierung** wird durch Ausführen einer Messserie mit zunehmenden Schritt-Endtemperaturen die optimale Pyrolyse- und Atomisierungstemperatur für eine Elementlinie ermittelt und eingestellt. Optimierte Ofenparameter für die Atomisierung und die Pyrolyse können gespeichert und in andere Methoden geladen werden.

Das Fenster **Ofen / Optimierung** öffnen Sie mit Klick auf .



Parameter und Schaltflächen

Option	Beschreibung
Optimieren	Parameter für die Optimierung auswählen: Pyrolyse oder Atomisieren
Schritt-Nummer	Nummer des gewählten Schritts im Ofenprogramm an
Start-Temp.	Niedrigste Endtemperatur des zu optimierenden Ofenprogramm-Schritts innerhalb der Messserie
Schrittweite	Um diese Schrittweite wird die Temperatur des zu optimierenden Schritts je Messdurchlauf erhöht.
End-Temp.	Höchste Endtemperatur des zu optimierenden Schritts innerhalb der Messserie Hinweis: Es können nur Parameter gewählt werden, die entsprechend dem aktuellen Ofenprogramm sinnvoll sind.
Probengeber-Pos.	Auf dieser Position des Probengebers steht die Probe, mit der die Optimierung durchgeführt wird.
Start / Stopp	Automatisch eine Sequenz für die Optimierungsmessung erstellen Optimierung starten/beenden
Löschen	Ermittelte Werte löschen
Speichern	Optimierte Ofenparameter speichern
Laden	Gespeicherte Ofenparameter laden
Pyrolysetemperatur -> Methode / Atomisierungstemperatur -> Methode	Ermittelte Werte in das aktuelle Ofenprogramm übernehmen.

Ergebnisanzeige

Die Ergebnisse der Optimierung werden im Ergebnisfenster angezeigt. Der grafische Verlauf der Optimierung wird auf der rechten Seite des Fensters angezeigt. Dargestellt werden die Kurven der Autozero-Werte und der Extinktion.

Option	Beschreibung
Rote Linie	Untergrundsignal in Abhängigkeit von Pyrolyse- bzw. Atomisierungstemperatur
Blaue Linie	Spezifische Absorption in Abhängigkeit von der Pyrolyse- bzw. Atomisierungstemperatur
Vertikaler Cursor	Ausgewählte optimale Pyrolyse- bzw. Atomisierungstemperatur
y-Skalierung	Darstellung auf das Untergrundsignal skalieren
A->H/H->A	Zwischen Anzeige von Signalfläche (A = Area) und Signalthöhe (H = Hight) umschalten
< / >	Vertikale Cursor für die Pyrolyse- bzw. Atomisierungstemperatur nach links bzw. rechts verschieben und damit die gewünschte optimale Ofentemperatur festlegen

Optimierung ausführen

Für die Messserie ist ein Probengeber erforderlich.

Programmschritt	Optimierungsziel
Pyrolysetemperatur	Keine spezifischen Absorptionsverluste und minimales Untergrundsignal
Atomisierungstemperatur	Eine konstante spezifische Extinktion

- ▶ Für die Analysenlinie eine Methode mit einem Ofenprogramm erstellen und speichern.
- ▶ Das Fenster **Ofen / Optimierung** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ Die Optimierungsparameter eingeben (siehe oben).
- ▶ Probe auf dem Probengeber vorbereiten.
- ▶ Die Optimierung mit Klick auf **Start** starten.
Die Optimierung läuft automatisch ab.
Die Messergebnisse werden im Hauptfenster angezeigt und im Fenster **Ofen / Optimierung** grafisch dargestellt.
- ▶ Die Anzeige der Probeneinzelwerte mit einem Klick auf den Messpunkt in der Grafik oder mit einem Doppelklick auf die Probenzeile im Hauptfenster.
- ▶ Den vertikalen Cursor mit den Schaltflächen < / > oder den Pfeiltasten auf die optimale Temperatur bewegen.
- ▶ Auf **Übernehmen** klicken.
 - ✓ Die optimierte Temperatur wird in das Ofenprogramm übertragen.

Verfahren Sie auf diese Weise mit allen weiteren Analysenlinien der aktuellen Methode.

9.3.4 Ofenprogramm grafisch anzeigen und Graphitrohr beschichten

Das Fenster **Ofen / Grafik** beinhaltet folgende Funktionen:

- Grafische Darstellung des Ofenprogramms
- Ausführung des aktuellen Ofenprogramms prüfen
- Graphitrohr für die HydrEA-Technik mit Iridium oder Gold beschichten.

Grafische Darstellung des Ofenprogramms

Das Ofenprogramm wird als Graph im Temperatur-Zeit-Koordinatensystem dargestellt.

Option	Beschreibung
Schwarze Linie	Programmierter Temperatur-Zeit-Verlauf

Option	Beschreibung
Rote Linie	Während eines Tests wird die schwarze Linie im abgearbeiteten Teil des Ofenprogramms von einer roten Linie, dem realisierten Temperatur-Zeit-Verlauf überlagert.
Inj.	Der Injektionsschritt ist mit der Kennung Inj. über dem Diagramm markiert.
Grüner Balken	Die Anreicherungsphase ist durch einen grünen waagerechten Balken gekennzeichnet.
Gelbbrauner Balken	Der Nullabgleich (AZ*) ist durch einen gelbbraunen vertikalen Balken gekennzeichnet.
Hellrosa Balken	Der Integrationsschritt (Messwertaufnahme) ist durch einen hellrosa vertikalen Balken gekennzeichnet.

Ofenprogramm im Testlauf prüfen

Die Ausführung des aktuellen Ofenprogramms wird in einem Testlauf geprüft, der Ablauf wird graphisch dargestellt. Während dieses Testlaufs werden Temperaturen und Zeiten angezeigt; es wird keine Probe injiziert, Nullabgleich und Integration werden nicht ausgeführt.

- Den Testlauf mit Klick auf **Start** starten.
In der Grafik ist der Lauf abgebildet. Es erscheint zusätzlich das Fenster **Ofenprogramm** mit folgenden Werten:

Option	Beschreibung
Schritt	Ausgeführter Schritt des Ofenprogramms
Temp.	Aktuelle Ofentemperatur
Zeit	Abgelaufene Zeit seit Programmstart
Rampe	Aktuelle Heizrate
Gas	Aktueller Gasfluss

Graphitrohr beschichten

Für die HydrEA-Technik wird ein mit Iridium oder Gold beschichtetes Graphitrohr benötigt. Die Beschichtung wird im Fenster **Ofen / Grafik** gesteuert.

Bei Aktivierung des Kontrollkästchens **Rohr beschichten** werden die Eingabeparameter für diese Prozedur freigeschaltet.

Option	Beschreibung
Zyklen	Anzahl der Anreicherungszyklen für die Beschichtung
Position	Probentellerposition mit der Beschichtungslösung
Vol.	Dieses Volumen der Beschichtungslösung wird bei jedem Anreicherungsschritt in das Graphitrohr pipettiert.
Element	Auswahl des Beschichtungsmaterials Verwenden Sie Iridium (Ir) für die Analyse von Hybridbildnern und Gold (Au) für die Quecksilberanalyse.
Start	Beschichtung starten

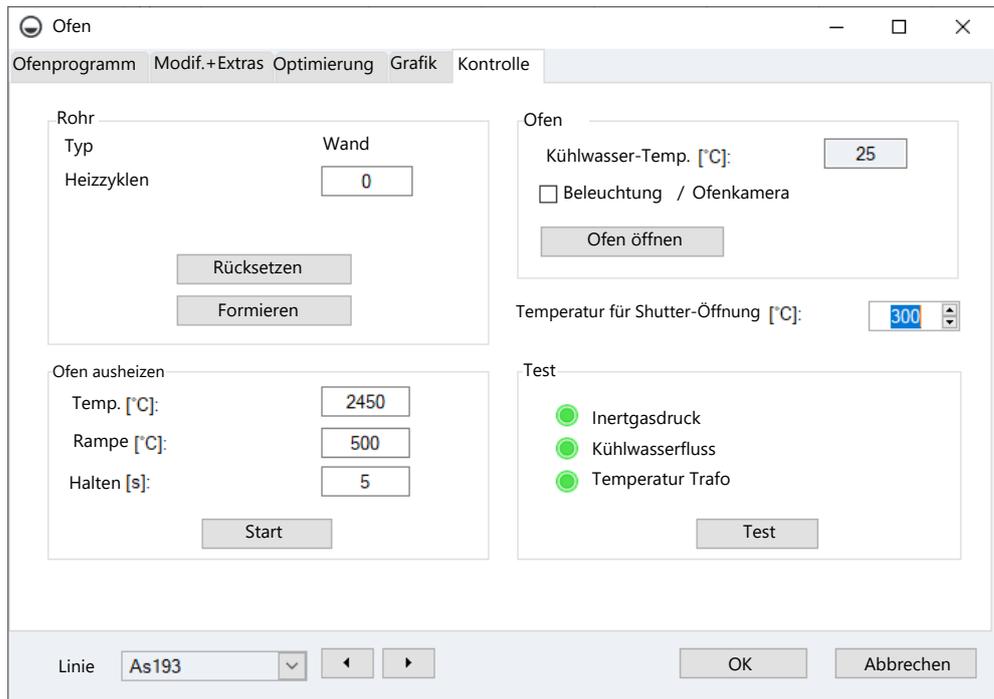
Hinweis: Eine ausführliche Beschreibung des Beschichtungsvorgangs finden Sie in den Betriebsanleitungen "HS 60 modular" und "HS 55 modular".

9.3.5 Weitere Ofenfunktionen

Das Fenster **Ofen / Kontrolle** enthält folgende Funktionen:

- Informationen zum Graphitrohr
- Graphitrohr formieren

- Graphitrohröfen ausheizen
- Graphitrohröfen öffnen / schließen
- Anzeige der aktuellen Kühlwassertemperatur



Graphitrohrdaten

Der Bereich **Rohr** enthält Informationen zum Graphitrohr, die bei Wechsel des Rohres eingegeben und dann automatisch fortgeschrieben werden.

Option	Beschreibung
Typ	Rohrtyp gemäß Einstellung im Fenster Quickstart
Max. Heizzyklen	Zahl der Heizzyklen dieses Rohrs

Hinweis: Wenn Sie ein noch nutzbares Graphitrohr entfernen, notieren Sie sich die Daten und tragen Sie die Daten bei erneutem Einsetzen ein. Die Daten können dann automatisch fortgeschrieben werden. Wenn Sie ein neues Rohr einsetzen, stellen Sie die Daten mit Klick auf **Rücksetzen** zurück.

Graphitrohr formieren

- Mit dem Formieren des Graphitrohrs werden folgende Funktionen ausgeführt:
- Luftsauerstoff aus dem Ofen treiben und die Anpresskraft des beweglichen Ofenteils anpassen
 - Rohrtemperatur rekalisieren
 - Ein neu eingesetztes Graphitrohr formieren
 - Den Ofen nach Pausen reinigen
- Die Formierung muss jeweils erfolgen:
- Nach Einschalten des Spektrometers
 - Nach Schließen des geöffneten Ofens
- Die Formierung mit Klick auf **Formieren** starten.
- ✓ Es erscheint das Fenster **Rohr formieren**, das die aktuell gemessenen Ofendaten anzeigt. Es werden 9 Temperaturstufen (300 – 1500 – 300 – 1500 – 300 – 1000 – 1600 – 2000 – 2400 °C) angefahren und die Prüftemperaturen im Rohr gemessen. Nach dem letzten Schritt werden die ermittelten Daten für die Rohrtemperatur-Rekalibration gespeichert.

Ofen ausheizen

Das Rohr wird grundsätzlich in einem Ofenprogrammschritt nach einer Messung ausgeheizt, um Analytreste zu beseitigen. Sie können hier das Ausheizen zusätzlich starten. Das Ausheizen ist ein 1-Schritt- Reinigungsprogramm, während das Rohr mit maximalem Gasfluss gespült wird.

Option	Beschreibung
Temp.	Ausheiztemperatur
Rampe	Heizrate
Halten	Ausheizzeit
Start	Ausheizprozess starten Es erscheint das Fenster Ausheizen , das die aktuell gemessenen Ofendaten anzeigt.

Weitere Ofenfunktionen

Option	Beschreibung
Kühlwasser-Temp.	Aktuelle Kühlwassertemperatur
Beleuchtung/Ofenkamera	Ofenkamera und LED einschalten Ein Fenster mit dem Bild des Graphitrohrs erscheint, in dem die Probeninjektion und die Probentrocknung beobachtet werden kann. Als Voreinstellung ist die Ofenkamera ständig eingeschaltet. Die Option dafür befindet sich im Fenster Optionen / Analysenablauf .
Ofen öffnen / Ofen schließen	Graphitrohröfen öffnen und schließen
Temperatur für Shutter-Öffnung	Bei dieser Ofentemperatur wird die Ofenkamera abgeschaltet und der Shutter des Spektrometers geöffnet. Die hochenergetische Strahlung der Xenonlampe geht durch das Graphitrohr und die Messung kann beginnen.

Ofentest

In der Gruppe Test können die Ofensensoren überprüfen. Das Prüfergebnis wird bei erfolgreichem Test mit einem grünen, bei negativem Testergebnis mit einem roten Kontroll-Lämpchen angezeigt. Im Fall eines Fehlers wird eine entsprechende Fehleranzeige ausgegeben.

- ▶ Den Sensortest mit Klick auf Test starten.

Sehen Sie dazu auch

- ☰ Optionen zum Analysenablauf [▶ 169]

9.4 Hydridsystem

Das Fenster **Hydridsystem** beinhaltet folgende Funktionen:

- Zustand des Hydridsystems kontrollieren
- Funktionen des Systems auf Fehler testen
- Hydridsystem erneut initialisieren
- Systemschläuche vor Analysenstart mit Reagenzien laden
- System spülen, z.B. nach Ende der Analyse zur Reinigung

Das Fenster **Hydridsystem** öffnen Sie mit Klick auf **Hy** oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Hydrid**.

- Hydridsystem initialisieren

Das Hydridsystem wird grundsätzlich zu Beginn der Arbeit mit dem AAS initialisiert. Eine Neuinitialisierung kann notwendig sein, wenn die Verbindung zum AAS unterbrochen wurde.

 - ▶ Im Fenster **Hydridsystem** auf **Initialisieren** klicken.
 - ✓ Die Verbindung zwischen Probengeber, AAS und PC wird hergestellt.

- Hydridsystem laden

Das Laden mit Reagenzien ist vor Beginn der Analysen, nach einer Neuinstallation oder nach Reinigung des Hydridsystems nötig.

 - ▶ Im Fenster **Hydridsystem** auf **System laden** klicken.
 - ✓ Die Schläuche des Hydridsystems werden mit Reagenzien geladen.

- Hydridsystem spülen

Das Hydridsystem kann mit Säure oder Reduktionsmittel gespült werden, um Rückstände im System zu beseitigen. Die dazugehörigen Parameter werden im Fenster **Methode / Hydrid** spezifiziert.

 - ▶ Im Fenster **Hydridsystem** auf **System spülen** klicken.
 - ✓ Das Hydridsystem wird gespült.

Sehen Sie dazu auch

 - 📖 Fenster Methode / Hydrid [▶ 38]

9.4.1 Funktionen des Hydridsystems kontrollieren

Das Fenster **Hydridsystem / Kontrolle** zeigt den Zustand der einzelnen steuerbaren Module des Hydridsystems an.

Das Fenster **Hydridsystem / Kontrolle** öffnen Sie mit Klick .

Kontrolle der Pumpen

Diese Funktion schaltet die Pumpen ein und aus.

Option	Beschreibung
Komponenten-Pumpe	Die Komponenten-Pumpe transportiert die Reagenzien und den Abfall des Hydridsystems.
Proben-Pumpe	Die Proben-Pumpe transportiert die flüssige Analysenprobe.

Hinweis: Ist beim Anschalten einer der beiden Pumpen keines der beiden Ventile 3 bzw. 4 aktiviert, wird automatisch Ventil 3 eingeschaltet, um einen Rückfluss der Flüssigkeit zu vermeiden. Bei aktiver Proben-Pumpe wird die Komponenten-Pumpe ebenfalls aktiviert, um einen Flüssigkeitsstau im Gas-Flüssig-Separator zu vermeiden.

Kontrolle der Gaswege

Im Bereich **Gasweg** können alle für den Analysenablauf sinnvollen Wege des Argon-Gasstromes mit den Ventilen der Magnetventil-Gruppen geschaltet werden.

Mit der Option **Gas -> Ventil 2 -> Küvette** kann bei Gaswegen, die nicht zur Küvette gehen, zusätzlich ein großer Gasstrom direkt zur Küvette geschaltet werden. Dabei öffnet sich das Ventil 2.

Ventile im Gasfluss

Mit dieser Funktion können die Ventile geschaltet werden.

Ventil 1 schaltet den Gasstrom durch die Spitze des Batch-Moduls ein und aus.

Ventil 3 schaltet 6 l/h Argon auf den eingestellten Weg.

Ventil 4 schaltet 25 l/h Argon auf den eingestellten Weg.

Kontrolle der Küvette

Option	Beschreibung
Küvettenhöhe	Küvettenhöhe im Strahlengang einstellen
Heizung ein	Küvettenheizung einschalten Die Funktion kann zum Vorheizen der Küvette genutzt werden. Die Küvette wird auf die Temperatur im Feld Soll aufgeheizt. Nach Ein- und Ausschalten der Küvettenheizung wird der Temperaturwert im Feld Ist angezeigt.

Probenventile schalten

Im Bereich **Probenventile** kann durch das Magnetventil-Paar (V6,V7) der Probenweg entweder zum Abfall oder zum Reaktor geschaltet werden.

Goldkollektor heizen

Nur Hg-/Hydridsysteme mit Anreicherung

Im Bereich **Kollektor** kann die Einstellung des Goldkollektors angezeigt und geändert werden.

Option	Beschreibung
aus	Heizung und Kühlung des Goldkollektors ausschalten
Heizung ein	Die Heizung des Goldkollektors einschalten
Kühlung ein	Den Lüfter des Goldkollektors einschalten Der Goldkollektor wird abgekühlt.
Heizwert	Parameter zur Ausheiztemperatur des Goldkollektors Der Wert ist ab Werk eingestellt und sollte nur verändert werden, wenn sich das thermische Verhalten der Goldkollektorheizung geändert hat. Ein höherer Wert entspricht einer höheren Ausheiztemperatur. Mit Klick auf Einstellen wird ein geänderter Wert Hydridsystem gespeichert.

Bubble-Sensor reinigen

Nur für HS 60 und HS 60 modular

Der Bubble-Sensor gibt ein Signal, wenn Flüssigkeit in den Gasweg nach dem Gas-Flüssigkeits-Separator eingetreten ist. Wird diese Störung beim Fehlertest des Hydridsystems oder während der Messung durch den Bubble-Sensor gemeldet, so ist der Gasweg am Bubble-Sensor mit einem zusätzlichen Gasstrom zu reinigen. Der Reinigungsvorgang ist erfolgreich abgeschlossen, wenn 30 s keine Blasen im Gasweg detektiert werden.

Option	Beschreibung
Bubble-Sensor	Das Kontrolllämpchen ist nur während der Reinigung des Bubble-Sensors aktiv. Rot: Im Gasweg werden Blasen (Flüssigkeit) detektiert. Grün: Der Gasweg ist blasenfrei.
Start	Reinigungsvorgang starten.

9.4.2 Hydridsystem auf Fehler testen

Im Fenster **Hydridsystem / Fehlertest** kann der aktuelle Zustand des Hydridsystems geprüft werden. Jeder Analysenablauf wird beim Auftreten eines der hier aufgelisteten Fehlerzustände sofort abgebrochen und die entsprechende Fehlermeldung auf dem Bildschirm ausgegeben.

Das Fenster **Hydridsystem / Fehlertest** öffnen Sie mit einem Klick auf .

Angeschlossenes Hydridsystem

Option	Beschreibung
Typ	Angeschlossenes und initialisiertes Hydridsystem
Version	Version der Hydridsystem-Firmware
Netzfrequenz	Die gemessene Netzfrequenz 50 oder 60 Hz wird angezeigt. Abweichungen von 2 Hz nach oben und unten werden toleriert, anderenfalls die Fehlermeldung "Netzfrequenz" ausgegeben.

Fehlerprüfung

Die Fehlerprüfung starten Sie mit Klick auf **Test**. Das Ergebnis der Prüfung wird mit grünen (für erfolgreichen Test) und roten (negatives Prüfergebnis) Kontroll-Lämpchen angezeigt. Ein negatives Testergebnis kann folgende Ursachen haben:

Option	Beschreibung
Gasdruck	Gasdruck Argon liegt nicht an.
+24 V	Betriebsspannung +24 V liegt nicht an.
Sicherheitsrelais	Sicherheitsrelais hat nicht geschaltet.
Temperatur Trafo	Trafo ist zu heiß oder Sensor ist defekt.
Temperatur Kollektor	Goldkollektor ist zu heiß oder Sensor ist defekt.
Zeit Kollektorheizung	Solltemperatur Goldkollektor wurde in der vorgegebenen Zeit nicht erreicht.
Temperatur Küvette	Küvette ist zu heiß oder Thermoelement ist defekt.
Zeit Küvettenheizung	Solltemperatur Küvette wurde in der vorgegebenen Zeit nicht erreicht.
Netzfrequenz	Netzfrequenz beträgt nicht 50 oder 60 Hz.
Bubble-Sensor	Im Gasweg nach dem Gas-Flüssigkeit-Separator befindet sich Flüssigkeit.
Temperatur-Sensor Küvette	Der Temperatursensor in der Küvette ist defekt.

9.5 Probengeberparameter

9.5.1 Probengeber für Flammentechnik

Die Software unterstützt folgende Probengeber für die Flammentechnik:

- AS-F und AS-FD
- AS 51s
- AS 52s

Der Probengeber ist für die Flammentechnik ein optionales Zubehör. Der Probengeber wird bei der Geräteinitialisierung identifiziert.

Das Fenster **Probengeber** beinhaltet folgende Funktionen:

- Angeschlossene Probengebertyp anzeigen
- Probengeber justieren
- Probengeber zusätzlich spülen / erneut initialisieren
- Funktionstest durchführen
- Probenbelegung anzeigen
- Reagenz-Zugabe durchführen

Die für die Analyse unmittelbaren Parameter (Belegungen auf dem Probenteller, Verdünnung, Mischung und Spülschritte) spezifizieren Sie in der Methode, der Sequenz und der Probenidentifikation.



Das Fenster **Probengeber** öffnen Sie mit Klick auf oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Probengeber**.

Probengeber initialisieren

Der Probengeber wird grundsätzlich zu Beginn der Arbeit mit dem AAS im Fenster **Quickstart** initialisiert. Eine erneute Initialisierung könnte notwendig sein, wenn der Probengeber seine Orientierung verloren hat, z. B. durch einen mechanischen Stoß.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Initialisieren** klicken.
 - ✓ Die Verbindung zwischen Probengeber, AAS und PC wird durch die Initialisierung hergestellt.

Probenweg spülen

Der Probenweg von Probengeber bis zur Flamme kann mit der Spülflüssigkeit des Probengebers gespült werden. Dabei taucht die Kanüle in das Spülgefäß, während die Spülpumpe frische Spüllösung nachliefert. Bei angeschlossenem Injektionsmodul SFS 6 wird der Probenweg geöffnet und damit auch der gesamte Probenweg gespült.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Spülen** klicken oder den Menüpunkt **Routine | Spülen** wählen.
 - ✓ Der Probenweg wird gespült.



HINWEIS

Kurzschluss am Gerät durch falsches Anschließen des Probengebers

Schalten Sie das AAS-Gerät aus, bevor Sie den Probengeber an das AAS-Gerät anschließen. Sonst kann es zu Kommunikationsfehlern oder zur Zerstörung der Schnittstelle kommen.

9.5.1.1 Probengeber für Flammentechnik spezifizieren

Im Fenster **Probengeber / Parameter** werden folgende Einstellungen angezeigt bzw. spezifiziert:

- Probengebertyp
- Spülparameter
- Einstellungen für die Reinigungskontrolle
- Funktion zum Spülen des Mischgefäßes (nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion)

Die Parameter **Spülen** und **Reinigungs-Kontrolle** werden aus der aktuellen Methode übernommen. Änderungen im Fenster **Probengeber / Parameter** aktualisieren umgekehrt die Einträge in der Methode.



- ▶ Das Fenster **Probengeber / Parameter** mit einem Klick auf öffnen.

Probengeber

Option	Beschreibung
Typ	Anzeige des angeschlossenen Probengebers "-": Kein Probengeber angeschlossen AS-F / AS 51s: Probengeber ohne Verdünnungsfunktion AS-FD / AS 52s: Probengeber mit Verdünnungsfunktion
Teller (AS-F / AS-FD)	"-": Kein Teller aufgesetzt. 139 Pos.: Probenteller mit 129 Positionen für 15-mL-Sarstedt Probengefäße auf den Außenspurten und 10 Positionen für 30-mL-Sarstedt Probengefäße auf der Innenspur

Option	Beschreibung
	54 Pos.: Probenteller mit 54 Positionen für 50-mL-Sarstedt Probengefäße
Teller (AS 51s / AS 52s)	"-": Kein Teller aufgesetzt. 87 Pos.: Probenteller mit 77 Positionen für 15-mL-Sarstedt Probengefäße auf den Außenspuren und 10 Positionen für 30-mL-Sarstedt Probengefäße auf der Innenspur 49 Pos.: Probenteller mit 49 Positionen für 30-mL-Sarstedt Probengefäße auf drei Spuren 30 Pos.: Probenteller mit 30 Positionen für 50-mL-Sarstedt Probengefäße auf drei Spuren
Version	Versionsnummer der Probengeber-Firmware

Spülen

Option	Beschreibung
Spülmodus	aus Spülung ist ausgeschaltet. Es wird nicht automatisch gespült. nach jeder Probe Spülung nach jeder Probe, aber nicht innerhalb einer Statistikserie.
Spülzeit Spülgefäß	Zeit, in der Spülmittel aus dem Spülgefäß angesaugt wird Dabei wird das Spülmittel über die Kanüle durch das Zerstäuber-Mischkammer-Brenner-System in die Flamme transportiert und der gesamte Probenweg gespült.
Zyklen Mischgefäß	Anzahl der Spülzyklen für das Mischgefäß In einem Spülzyklus wird das Mischgefäß mit Spülflüssigkeit/Verdünnungslösung gefüllt und wieder geleert.

Reinigungs-Kontrolle

Option	Beschreibung
Reinigungs-Kontrolle	Reinigungskontrolle bei Konzentrationsüberschreitung aktivieren Der Reinigungsfortschritt wird durch wiederholte Messung geprüft.
Kontrollgrenze (Ext.)	Auf diesen Wert muss der Signalpegel zurückgegangen sein, bevor die verdünnten Proben oder Proben mit geringerer Konzentration vermessen werden.

Sonderfunktionen

Das Mischgefäß wird während einer ablaufenden Sequenz automatisch gespült. Sie können den Spülvorgang des Mischgefäßes manuell starten, um z. B. das Gefäß nach Ende der Messung zu reinigen.

Option	Beschreibung
Volumen	Spülvolumen eingeben.
Start	Spülvorgang starten.

9.5.1.2 Technische Parameter der Probengeber für Flammentechnik

Im Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** spezifizieren Sie folgende Parameter:

- Eintauchtiefe der Kanüle in die verschiedenen Gefäße
- Arbeitsgeschwindigkeit des Dosierers
- Ausrichtung des Probengeberarms zu den Probengefäßen

Das Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** öffnen Sie mit Klick auf .

Für die einzelnen Gefäßtypen werden folgende Handlungen berücksichtigt:

Gefäß	Handlung
Probengefäße	Proben durch Dosierer aufnehmen bzw. durch Zerstäuber (Flammen-technik) oder Schlauchpumpe (Hybrid-Technik) ansaugen
Sondergefäße	Sonderproben aufnehmen bzw. ansaugen
Mischgefäß	Analyt- und Verdünnungslösung abgeben, sowie Proben nach der Verdünnung aufnehmen
Spülgefäß	Kanüle und Probenweg spülen
Reagenzien-Zugabe	Programmierte Reagenzienzugabe zur Probe

Elemente der Handlungstabelle

Spalte	Beschreibung
Handlung	Mögliche Handlungen Aufnehmen Probe aus dem Gefäß zur Abgabe ins Mischgefäß oder Abgabe in die Flamme aufnehmen Abgeben Probe in das Mischgefäß abgeben Spülen Spüllösung aufnehmen
Typ	Angeschlossener Probengebertyp
Ort	Auf dieses Gefäß bezieht sich die Handlung.
Tiefe	Eintauchtiefe der Kanüle in mm
Geschw.Stufe	Arbeitsgeschwindigkeit des Dosierers Höhere Werte lassen den Dosierer schneller, kleinere Werte langsamer arbeiten. Empfohlene Werte: Aufnahme von Proben: Mittlere Geschwindigkeitsstufen Abgabe ins Mischgefäß: Eine der beiden höchsten Stufen, damit die schnelle Einspritzen zur vollständigen Durchmischung führt. Die vollständige Durchmischung wird außerdem durch eine feste Wartezeit vor der Aufnahme aus dem Mischgefäß (oder Probengefäß) unterstützt. Die Aufnahme von Verdünnungslösung erfolgt mit fester Geschwindigkeit.

Bereich Tabelle

Mit den Bedienelementen im Bereich **Tabelle** verändern Sie die Parameter der markierten Tabellenzeile.

Option	Beschreibung
Geschwindigkeit	Geschwindigkeit des Dosierers
Tiefe	Eintauchtiefe der Kanüle / des Dosierschlauchs Die Tauchtiefe wird von der höchsten Position des Probengeberarms aus gemessen.
Tiefe bei Pos.	An dieser Position wird das Sondergefäß oder das Probengefäß überprüft.
Einstellen	Den Probengeberarm zum Gefäß bewegen. Wenn die Option nicht aktiviert wird, wird die Eintauchtiefe und Geschwindigkeit geändert, ohne dass sich der Probengeberarm über ein Gefäß bewegt.

Sehen Sie dazu auch

 Tauchtiefe und Dosiergeschwindigkeit der Probengeber einstellen [► 138]

9.5.1.3 Tauchtiefe und Dosiergeschwindigkeit der Probengeber einstellen

Für die Probengeber für Flammentechnik und Graphitofentechnik können Sie die Tauchtiefe der Kanüle/des Dosierschlauchs und die Dosiergeschwindigkeit Lösungen in den verschiedenen Gefäßen optimieren.

- ▶ Das Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Handlungstabelle eine Tabellenzeile markieren.
- ▶ Bei der Spezifikation von Proben- oder Sondergefäßen im Feld **Tiefe bei Pos.** die Position auf dem Probenteller einstellen.
- ▶ Nur AS-GF und MPE 60/2: Wenn die Verdünnung in Probengefäßen im Fenster **Methode / Probenzufuhr** aktiviert ist, die Position der Mischgefäße einstellen.
- ▶ Das Kontrollkästchen **Einstellen** aktivieren, um den Probenarm auf die Gefäßposition zu bewegen.
- ▶ Die Bewegung des Probengeberarms beobachten und die Parameter **Geschwindigkeit** und **Tiefe** bis zum gewünschten Resultat ändern.

Hinweise zur Einstellung der Geschwindigkeit finden Sie in der Beschreibung des Fensters **Probengeber / Techn. Parameter**

Sehen Sie dazu auch

-  Technische Parameter der Probengeber für Graphitofentechnik [▶ 144]
-  Technische Parameter der Probengeber für Flammentechnik [▶ 136]

9.5.1.4 Funktionsprüfung des Probengebers für Flammentechnik

Sie können die Funktion des angeschlossenen Probengebers im Fenster **Probengeber / Funktionstest** prüfen.

Das Fenster **Probengeber / Funktionstest** öffnen Sie mit Klick auf .

Spurwahl/Tellerdrehung

Der Probengeberarm wird über verschiedene Positionen des Probengebers bewegt.

Option	Beschreibung
Gefäß-Nr.	Das im Listenfeld ausgewählte Probengefäß anfahren
Spülposition	Spülgefäß anfahren
Mischposition	Nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion Mischgefäß anfahren

Pipettor

Nur für Probengeber mit Verdünnungsfunktion

In diesen Tests werden die Funktionen der Verdünnungseinheit (Fluidik-Modul) geprüft.

Option	Beschreibung
Geschwindigkeit	Dosiergeschwindigkeit
Volumen	Aufzunehmendes Pipettivolumen
Aufnehmen	Das eingestellte Volumen mit der eingestellten Dosiergeschwindigkeit aufnehmen.
Abgeben	Das Volumen mit der Dosiergeschwindigkeit abgeben.
Ventil zur Flasche	Das Ventil schaltet den Fluss zwischen der Flasche mit Verdünnungsmittel und der Probe. Beim Schalten muss das Ventil hörbar klicken.

Option	Beschreibung
Rücksetzen	Volumeneinstellung zurücksetzen.

Tauchheber

Der Probengeberarm wird an der bei **Spurwahl/Tellerdrehung** ausgewählten Position abgesenkt.

- Im Feld **Tiefe** die Tiefe in mm einstellen, um die der Probengeberarm abgesenkt wird.

Pumpen

Durch Aktivieren und Deaktivieren der Kontrollkästchen schalten Sie die Pumpen des Probengebers.

Option	Beschreibung
Spülpumpe	Pumpe für Zuführung zum Spülgefäß
Mischgefäßpumpe	Nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion Pumpe zum Abpumpen des Mischgefäßes

Testprogramme

Diese Tests erfolgen mit vorkonfigurierten, trocken ablaufenden Prüfprogrammen. Die im Test angefahrenen Gefäße müssen leer sein! Nach Ablauf der Testprogramme erfolgt ein Hinweis über den Testerfolg.

Der Start des ausgewählten Testprogramms erfolgt mit Klick auf **Start**.

Option	Beschreibung
Testprogramm 1	Position 1 anfahren und eintauchen Kanüle spülen Position 33 anfahren und eintauchen Kanüle spülen Position 42 anfahren und eintauchen Kanüle spülen
Testprogramm 2	Testprogramm 1 abarbeiten 5 mL Verdünnungslösung ins Mischgefäß abgeben Kanüle spülen Mischgefäß entleeren 5 mL Verdünnungslösung ins Mischgefäß abgeben Kanüle spülen Mischgefäß entleeren
Testprogramm 3 Nur für AS-F und AS-FD	In jede Position eintauchen

Fehlertest

Der Probengeber wird auf Sensorfehler überprüft. Jede Messung wird beim Auftreten einer der hier aufgelisteten Fehlerzustände abgebrochen (auf dem Bildschirm wird eine entsprechende Fehleranzeige ausgegeben). Den Fehlertest starten Sie mit **Test**. Das Prüfergebnis wird bei erfolgreichem Test mit einem grünen, bei negativem Testergebnis mit einem roten Kontrollkreis angezeigt.

Wenn ein Test nicht bestanden wird, können folgende Fehlerursachen vorliegen:

Fehler	Beschreibung
Füllstand Spüllösung	Nur AS 51s / AS 52s

Fehler	Beschreibung
	Füllstand in der Flasche für Spüllösung zu niedrig
Füllst. Vorratsflasche	Nur AS 52s Füllstand in der Flasche für Verdünnungslösung zu niedrig
Spur-/Tellerantrieb	Schwenkbewegung des Probengeberarms und Drehung des Tellerantriebs defekt.
Tellerkennung	Probenteller wurde nicht erkannt.
Dosierer (Antrieb)	Fehler des Dosierers
Dosierer (Volumen)	Vom Dosierer wurde ein zu großes Volumen aufgenommen.

Probengeber ausrichten

Mit Klick auf **Probengeber ausrichten** öffnen Sie das Fenster zum Nachjustieren des Probengebers.

Sehen Sie dazu auch

 Probengeber ausrichten [▶ 140]

9.5.1.5 Probengeber ausrichten

Die Probengeber sind ab Werk justiert. Eine Nachjustierung müssen Sie nur in seltenen Fällen (z.B. nach einem unsachgemäßen Transport) ausführen, wenn der Probengeberarm nicht mehr mittig in die Gefäße eintaucht. Die Nachjustierung erfolgt rechnergesteuert im Fenster **Probengeber ausrichten**.

Das Fenster **Probengeber ausrichten** enthält folgende Optionen und Schaltflächen.

Zu justierende Position

Der Probengeberarm kann auf folgende Positionen justiert werden:

Option	Beschreibung
Mischpositionen	Nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion Mischgefäß
Teller	Position 1 auf dem Probenteller
Spülposition	Spülgefäß

Justierung

Für die Justierung der Positionen werden angepasste Optionen bereitgestellt.

Option	Beschreibung
Tiefe	Mit diesem Feld kann die Kanüle in das jeweilige Gefäß abgesenkt oder herausgefahren werden. Dadurch kann die Position zur Gefäßmitte besser beurteilt werden. Die Tauchtiefe ist hier nur für die Spülposition ein optimierbarer Parameter.
Schwenkarm	Mit Klick auf die Schaltflächen die Position den Probengeberarm schwenken Alternativ den Arm mit den Pfeiltasten Links/Rechts auf der Tastatur bewegen.
Probenteller	Mit Klick auf die Schaltflächen den Probenteller drehen. Alternativ den Teller mit den Pfeiltasten Oben/Unten auf der Tastatur bewegen.
Schritte	
Speichern	Neue Parameter für die ausgewählte Position speichern

- Spülpumpe
- Nur Probegeber mit neuerer Firmware-Version
- Hier können Sie die Geschwindigkeit einstellen, mit der die Pumpe Lösung in das Spülfäß fördert.
- ▶ In der Liste **Stufe** die Geschwindigkeit wählen (1 ... 24).
 - ▶ Die Einstellung mit Klick auf **Speichern** übernehmen.
 - ✓ Die Einstellung ist dauerhaft gespeichert.
- Probengeber ausrichten
- ▶ Auf Position 1 des Probentellers ein Probengefäß setzen.
 - ▶ Das Fenster **Probengeber / Funktionstest** mit Klick auf  öffnen. Dort auf **Probengeber ausrichten** klicken.
 - ▶ Eine Position zur Justierung wählen.
 - ▶ Die Tauchtiefe so anpassen, dass die Position zum Gefäß gut bewertet werden kann.
 - ▶ Die Position des Probengeberarms mit den Schaltflächen nachjustieren.
 - ▶ Zusätzlich bei **Teller**: Die Position des Probentellers mit den Schaltflächen nachjustieren.
 - ▶ Die neuen Parameter der Position mit Klick auf **Speichern** in die Firmware des Probengebers übernehmen.
 - ▶ Die vorangegangenen Schritte für die noch nicht justierten Positionen wiederholen.
 - ✓ Die neuen Positionen sind dauerhaft in der Firmware des Probengebers gespeichert.

9.5.1.6 Positionsübersicht des Probengebers für Flammentechnik

Im Fenster **Probengeber / Positionen** werden die in der aktuellen Sequenz verwendeten Probenteller-Positionen angezeigt.

Das Fenster **Probengeber / Positionen** öffnen Sie mit einem Klick auf .

Für die Anzeige können Sie die Modi **Alle Positionen** oder **Nur Sonderpositionen** wählen.

Hinweis: Zur Anzeige dieses Fensters muss in der aktuellen Methode mindestens eine Linie geladen sein.

9.5.1.7 Zugabe von Reagenzien zur Probe

Im Fenster **Probengeber / Reagenz-Zugabe** kann unter Verwendung des Probengebers zu den Proben automatisch ein Reagenz pipettiert werden. Das Reagenz muss in einem Probengefäß auf dem Probenteller bereitgestellt werden. Die Karte **Reagenz-Zugabe** wird nur angezeigt, wenn eine Methode und eine dazugehörige Sequenz aktiviert sind.

- ▶ Den Probenteller entsprechend der Sequenz mit Proben bestücken. Das Reagenz auf eine freie Tellerposition stellen.
- ▶ Das Fenster **Probengeber / Reagenz-Zugabe** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ Auf **Pos. von Sequenz** klicken.
Die Probenpositionen werden aus der Sequenz in die Probentabelle des Fensters übertragen.
- ▶ Für das Reagenz eine Bezeichnung im Feld **Name** und die Tellerposition im Feld **Position** eingeben.

- ▶ Die Option **Faktor einrechnen** aktivieren, wenn für den Verdünnungsfaktor der Probe die Zugabe des Reagenzes berücksichtigt werden soll.
- ▶ Für die Proben, denen das Reagenz zugesetzt werden soll, in der Probentabelle das Probenvolumen und das zugesetzte Reagenzvolumen eingeben.
- ▶ Die Proben mit Mausclick in der Probentabelle markieren. Mehrfachmarkierungen sind mit gedrückter Strg- bzw. Alt-Taste möglich.
- ▶ Die Reagenz-Zugabe mit Klick auf **Start Zugabe** starten.
 - ✓ Die Reagenz-Zugabe wird abgearbeitet. Alle bearbeiteten Proben werden mit „*“ gekennzeichnet.

9.5.2 Probengeber für Graphitofentechnik

Die Software unterstützt folgende Probengeber für die Graphitofentechnik:

- AS-GF: Probengeber ohne Verdünnungsfunktion
- MPE 60: Probengeber mit Verdünnungsfunktion
- MPE 60/1: Probengeber ohne Verdünnungsfunktion

Der Probengeber ist für die Graphitofentechnik obligatorisch. Der angeschlossene Probengeber wird bei der Geräteinitialisierung erkannt.

Die für die Analyse unmittelbaren Parameter (Belegungen auf dem Probenteller, Verdünnung, Mischung und Spülschritte) spezifizieren Sie in der Methode, der Sequenz und der Probenidentifikation.

Das Fenster **Probengeber** öffnen Sie mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Probengeber**.

Das Fenster **Probengeber** beinhaltet folgende Funktionen:

- Angeschlossene Probengebertyp anzeigen
- Probengeber justieren
- Probengeber zusätzlich spülen / erneut initialisieren
- Funktionstest durchführen
- Probenbelegung anzeigen
- Reagenz-Zugabe durchführen

Die für die Analyse unmittelbaren Parameter (Belegungen auf dem Probenteller, Verdünnung, Mischung und Spülschritte) spezifizieren Sie in der Methode, der Sequenz und der Probenidentifikation.

Das Fenster **Probengeber** öffnen Sie mit Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Probengeber**.

Probengeber initialisieren

Der Probengeber wird grundsätzlich zu Beginn der Arbeit mit dem AAS im Fenster **Quickstart** initialisiert. Eine erneute Initialisierung könnte notwendig sein, wenn der Probengeber seine Orientierung verloren hat, z. B. durch einen mechanischen Stoß.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Initialisieren** klicken.
 - ✓ Die Verbindung zwischen Probengeber, AAS und PC wird durch die Initialisierung hergestellt.

Probenschlauch spülen

Spülflüssigkeit wird über den Dosierer des Probengebers durch den Probenschlauch gepumpt und in das Spülgefäß abgegeben.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Spülen** klicken oder den Menüpunkt **Routine | Spülen** wählen.
 - ✓ Der Probenschlauch wird gespült.



HINWEIS

Kurzschluss am Gerät durch falsches Anschließen des Probengebers

Schalten Sie das AAS-Gerät aus, bevor Sie den Probengeber an das AAS-Gerät anschließen. Sonst kann es zu Kommunikationsfehlern oder zur Zerstörung der Schnittstelle kommen.

9.5.2.1 Angeschlossenen Probengeber für Graphitofentechnik spezifizieren

Im Fenster **Probengeber / Parameter** werden folgende Einstellungen angezeigt bzw. spezifiziert:

- Probengebertyp
- Spülparameter
- Einstellungen für die Reinigungskontrolle
- Funktion zum Spülen des Mischgefäßes (nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion)

Die Parameter **Spülen** und **Reinigungs-Kontrolle** werden aus der aktuellen Methode übernommen. Änderungen im Fenster **Probengeber / Parameter** aktualisieren umgekehrt die Einträge in der Methode.

- ▶ Das Fenster **Probengeber / Parameter** mit einem Klick auf  öffnen.

Probengeber

Option	Beschreibung
Typ	Anzeige des angeschlossenen Probengebers "-": Kein Probengeber angeschlossen AS-GF / MPE 60: Probengeber für Graphitofentechnik
Teller	"-": Kein Teller aufgesetzt 89 Pos.: Für MPE Probenteller mit 77 Probengefäßen (V = 2 mL), 4 Sonderprobengefäßen (V = 5 mL) und 8 Sonderprobengefäßen (V = 2 mL) 108 Pos.: Für AS-GF Probenteller mit 100 Probengefäßen (mit V = 1,5 mL) und 8 Zentralgefäßen für Verdünnungsmittel, Sonderproben, Standards, Modifikatoren usw. (mit V = 5 mL)
Version	Versionsnummer der Probengeber-Firmware

Spülen

Option	Beschreibung
Spülmodus	aus Spülung ist ausgeschaltet. Es wird nicht automatisch gespült. nach jeder Probe Spülung nach jeder Probe, aber nicht innerhalb einer Statistikserie nach jeder Messung Spülung nach jeder Messung, auch innerhalb einer Statistikserie nach jeder Komponente Spülung nach Überführung jeder Komponente (Modifikator, Standard, Probe, usw.) in das Graphitrohr
Spülzyklen Spülgefäß	Anzahl der Spülzyklen pro Spülung, 1 bis 5

Reinigungs-Kontrolle

Option	Beschreibung
Reinigungs-Kontrolle	Reinigungskontrolle bei Konzentrationsüberschreitung aktivieren Der Reinigungsfortschritt wird durch wiederholte Messung geprüft.
Kontrollgrenze (Ext.)	Auf diesen Wert muss der Signalpegel zurückgegangen sein, bevor die verdünnten Proben oder Proben mit geringerer Konzentration vermessen werden.

MPE 60 Mischgefäß spülen

Beim Probengeber MPE 60 mit Verdünnungsfunktion kann das Mischgefäß gespült werden.

Option	Beschreibung
Spülen Mischgefäß	Mischgefäß separat außerhalb der Messung einer Sequenz spülen.
Volumen	Volumen Spüllösung
Zyklen Mischgefäß	Anzahl der Spülzyklen für das Mischgefäß
Start	Mischgefäß spülen

9.5.2.2 Technische Parameter der Probengeber für Graphitofentechnik

Im Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** spezifizieren Sie folgende Parameter:

- Eintauchtiefe der Kanüle in die verschiedenen Gefäße
- Arbeitsgeschwindigkeit des Dosierers
- Ausrichtung des Probengeberarms zu den Probengefäßen
- Automatische Tiefenverstellung bei Volumenabnahme während der Analyse
- Ausrichtung des Probengebers zum Graphitofen

Das Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** öffnen Sie mit einem Klick auf .

Für die einzelnen Gefäßtypen werden folgende Handlungen berücksichtigt:

Option	Beschreibung
Probengefäße	Proben durch Dosierer aufnehmen
Sondergefäße	Sonderproben aufnehmen
Mischgefäß	Analyt- und Verdünnungslösung abgeben, sowie Proben nach der Verdünnung aufnehmen
Graphitrohr	Proben oder Sonderproben in das Graphitrohr injizieren

Elemente der Handlungstabelle

Spalte	Beschreibung
Handlung	Mögliche Handlungen: Aufnehmen Probe aus dem Probengefäß, Sondergefäß oder Mischgefäß aufnehmen Abgeben Probe in das Mischgefäß abgeben Injizieren Probe / Injizieren Sonder Probe oder Sonderprobe in das Graphitrohr injizieren.
Typ	Angeschlossener Probengebertyp
Ort	Auf dieses Gefäß bezieht sich die Handlung.
Geschw.Stufe	Arbeitsgeschwindigkeit des Dosierers Höhere Werte lassen den Dosierer schneller, kleinere Werte langsamer arbeiten. Empfohlene Werte:

Spalte	Beschreibung
	Aufnahme von Proben: 3 Abgabe in das Mischgefäß: 9 Injektion in das Graphitrohr: 1 Die Aufnahme von Verdünnungslösung und des trennenden Luftsegments erfolgt mit fester Geschwindigkeit.

Bereich Tabelle

Mit den Bedienelementen im Bereich **Tabelle** verändern Sie die Parameter der markierten Tabellenzeile.

Option	Beschreibung
Geschwindigkeit	Geschwindigkeit des Dosierers
Tiefe	Eintauchtiefe der Kanüle / des Dosierschlauchs Die Tauchtiefe wird von der höchsten Position des Probengeberarms aus gemessen.
Tiefe bei Pos.	An dieser Position wird das Sondergefäß oder das Probengefäß überprüft.
Einstellen	Den Probengeberarm zum Gefäß bewegen. Wenn die Option nicht aktiviert wird, wird die Eintauchtiefe und Geschwindigkeit geändert, ohne dass sich der Probengeberarm über ein Gefäß bewegt.

Automatische Tiefenverstellung

Bei der automatischen Tiefenverstellung wird die Eintauchtiefe des Dosierschlauchs in Proben- und Sondergefäße nach Probenentnahme automatisch an das neue Volumen angepasst. Damit ist gewährleistet, dass der Dosierschlauch entsprechend dem Füllstand in den Gefäßen optimal eintaucht und die Kontaminationsgefahr der Probe verringert wird.

Option	Beschreibung
Automatische Tiefenverstellung	Eintauchtiefe des Dosierschlauchs automatisch an den Füllstand in den Gefäßen anpassen
Probengefäße	Öffnet das Fenster Positionen, Volumen und Tiefen Probengeber zur Einstellung abweichender Gefäßgeometrien und Volumina für einzelne Gefäße. Die Einstellungen werden bei der automatischen Tiefenverstellung berücksichtigt

Weitere Funktionen

Option	Beschreibung
Mischgefäße leeren	Nur MPE 60/2 und AS-GF Die Schaltfläche ist aktiv, wenn im Fenster / Probenzufuhr Probengefäße als Mischgefäße definiert wurden. Mit Klick auf die Schaltfläche werden diese Positionen für eine erneute Verwendung freigegeben.
Ofen öffnen / Ofen schließen	Ofen zum Wechsel des Graphitrohrs öffnen und schließen
Probengeber zum Ofen ausrichten	Softwareunterstützte Ausrichtung des Probengebers zum Graphitrohr starten

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Tauchtiefe und Dosiergeschwindigkeit der Probengeber einstellen [▶ 138]
- 📖 Automatische Tiefenverstellung bei Probengebern für Graphitofentechnik [▶ 146]
- 📖 Probengeber zum Graphitofen ausrichten [▶ 147]

9.5.2.3 Automatische Tiefenverstellung bei Probengebern für Graphitofentechnik

Mit der automatischen Nachstellung der Eintauchtiefe des Dosierschlauchs in die Proben- und Sondergefäße wird eine unnötige Kontamination des Dosierschlauchs verhindert. Der Dosierschlauch taucht nur so tief wie zur Probenentnahme nötig in das Probengefäß ein. Mit zunehmender Entnahme wird die Eintauchtiefe automatisch nachgeregelt.

Die im Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** eingestellten Tauchtiefen für Proben- bzw. Sondergefäße gelten zunächst für alle Gefäße auf dem Probenteller.

Von den Standardgefäßen abweichende Füllvolumina oder Gefäßgrößen können separat spezifiziert und damit bei der automatischen Tiefenverstellung berücksichtigt werden.

- ▶ Das Fenster **Probengeber / Techn. Parameter** mit einem Klick auf  öffnen.
- ▶ Die Option **Automatische Tiefenverstellung** aktivieren und auf **Probengefäße** klicken.
Das Fenster **Positionen, Volumen und Tiefen Probengeber** erscheint.
- ▶ Für jedes Proben- oder Sondergefäß eigene Einstellungen vornehmen.
- ▶ Mit **OK** das Fenster verlassen.
 - ✓ Alle Einstellungen werden mit gespeichert und beim nächsten Sequenzstart berücksichtigt.

Für einzelne Sonder- und Probengefäße können folgende Parameter spezifiziert werden:

Option	Beschreibung
Position	Gefäßposition auf dem Probenteller einstellen Für jedes zu änderndes Gefäß sind eigene Einstellungen vorzunehmen.
Volumen	Zeigt das aus dem Gefäß bereits entnommene Probenvolumen an Bei einem nicht vollgefüllten Gefäß können Sie das fehlenden Probenvolumen eingeben. Der Wert wird nach jeder Probenentnahme vom Programm aktualisiert.
Tiefe	Zeigt zusätzliche Tiefe entsprechend dem bereits entnommenen Probenvolumen an. Der Wert wird nach jeder Probenentnahme neu berechnet. Die Gesamteintauchtiefe ist die Summe aus der spezifizierten Tauchtiefe (Fenster Probengeber / Techn. Parameter) und der hier angezeigten zusätzlichen Tiefe. Auf dieser Grundlage wird aus dem entnommene Volumen die Tiefe berechnet.
Durchmesser	Zeigt Gefäßdurchmesser an Wenn der Gefäßdurchmesser vom gezeigten Wert abweicht, das Kontrollkästchen Durchmesser aktivieren, und den Wert in diesem Feld eingeben.
Löschen Volumen	Volumenwerte für alle Sondergefäße bzw. Probengefäße auf 0 zurücksetzen
Rücksetzen	Volumen und Tiefen für alle Gefäße auf 0, die Durchmesser auf die zuletzt mit OK gespeicherten Werte zurücksetzen

Maximale Eintauchtiefe (Auto-Verstellung)

Durch Spezifikation einer maximalen Eintauchtiefe wird verhindert, dass der Dosierschlauch auf den Gefäßboden aufstößt und sich verbiegt.

Option	Beschreibung
Probengefäß	Die maximalen Tauchtiefen-Einstellungen gelten für Probengefäße und Sondergefäße.
Tiefe	Maximale Eintauchtiefe in das Proben- oder Sondergefäß
Position	Auf dieser Probentellerposition wird die Eintauchtiefe für den gewählten Gefäßtyp getestet.
Einstellen	Der Dosierschlauch taucht entsprechend der unter Tiefe eingestellten Tiefe in das Gefäß ein. Die Eintauchtiefe kann visuell geprüft werden. Achtung: Wenn das Kontrollkästchen Einstellen aktiviert wird, taucht der Dosierschlauch unmittelbar auf die vorgegebene Tiefe ein. Stellen Sie sicher, dass der Probengeber-Weg nicht blockiert ist.
Speichern	Die veränderte Tauchtiefe für den Gefäßtyp speichern.

Sehen Sie dazu auch

- Technische Parameter der Probengeber für Graphitofentechnik [▶ 144]

9.5.2.4 Probengeber zum Graphitofen ausrichten

Die Feinausrichtung des AS-GF zum Ofen erfolgt softwareunterstützt. Dabei wird der Probengeber so ausgerichtet, dass der Dosierschlauch die Proben optimal im Graphitrohr ablegen kann, ohne dabei den Dosiereinsatz zu berühren. Es wird auch die Injektionstiefe für die Probe eingestellt.

- ▶ Das Fenster **Probengeber / Techn. Parameter**, mit einem Klick auf  öffnen.
- ▶ Auf **Probengeber zum Ofen ausrichten** klicken.
 - ✓ Die Anleitung zur Ausrichtung des Probengebers startet. Folgen Sie den weiteren Anweisungen auf dem Bildschirm.

9.5.2.5 Funktionsprüfung des Probengebers für Graphitofentechnik

Sie können die Funktion des angeschlossenen Probengebers im Fenster **Probengeber / Funktionstest** prüfen.

Das Fenster **Probengeber / Funktionstest** öffnen Sie mit Klick auf .

Spurwahl/Tellerdrehung

Der Probengeberarm wird über verschiedene Positionen des Probengebers bewegt.

Option	Beschreibung
Gefäß-Nr.	Das im Listenfeld ausgewählte Probengefäß anfahren
Spülposition	Spülgefäß anfahren
Mischposition	Nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion Mischgefäß anfahren
Rohrposition	Graphitrohr anfahren

Pipettor

In diesem Test wird der Dosierer geprüft.

Option	Beschreibung
Geschwindigkeit	Dosiergeschwindigkeit
Volumen	Aufzunehmendes Pipettivolumen
Aufnehmen	Das eingestellte Volumen mit der eingestellten Dosiergeschwindigkeit aufnehmen.

Option	Beschreibung
Abgeben	Das Volumen mit der Dosiergeschwindigkeit abgeben.
Ventil zur Flasche	Das Ventil schaltet den Fluss zwischen der Flasche mit Verdünnungsmittel und der Probe. Beim Schalten muss das Ventil hörbar klicken.
Rücksetzen	Volumeneinstellung zurücksetzen.

Tauchheber

Der Probengeberarm wird an der bei **Spurwahl/Tellerdrehung** ausgewählten Position abgesenkt.

- ▶ Im Feld **Tiefe** die Tiefe in mm einstellen, um die der Probengeberarm abgesenkt wird.

Testprogramme

Diese Tests erfolgen mit vorkonfigurierten, trocken ablaufenden Prüfprogrammen. Die im Test angefahrenen Gefäße müssen leer sein! Nach Ablauf der Testprogramme erfolgt ein Hinweis über den Testergebnis.

Der Start des ausgewählten Testprogramms erfolgt mit Klick auf **Start**.

Programm	Beschreibung
Testprogramm 1	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Volumen aus Position 1 aufnehmen ▪ Volumen aus Position 41 aufnehmen ▪ Volumen in Graphitrohr abgeben ▪ Dosierschlauch 2 x spülen
Testprogramm 2	Nur Probengeber mit Verdünnungsfunktion <ul style="list-style-type: none"> ▪ Verdünnungslösung aus Vorratsflasche aufnehmen ▪ Volumen aus Position 10 aufnehmen ▪ Volumen ins Mischgefäß abgeben ▪ Volumen aus Mischgefäß aufnehmen ▪ Volumen ins Graphitrohr abgeben ▪ Dosierschlauch spülen ▪ Mischgefäß entleeren ▪ Mischgefäß spülen und entleeren
Testprogramm 3	In jede Position eintauchen

Fehlertest

Der Probengeber wird auf Sensorfehler überprüft. Jede Messung wird beim Auftreten einer der hier aufgelisteten Fehlerzustände abgebrochen (auf dem Bildschirm wird eine entsprechende Fehleranzeige ausgegeben). Den Fehlertest starten Sie mit **Test**. Das Prüfergebnis wird bei erfolgreichem Test mit einem grünen, bei negativem Testergebnis mit einem roten Kontrollkreis angezeigt.

Wenn ein Test nicht bestanden wird, können folgende Fehlerursachen vorliegen:

Fehler	Beschreibung
Füllstand Spüllösung	Nur MPE 60 Füllstand in der Flasche für Spüllösung zu niedrig
Füllst. Vorratsflasche	Nur MPE 60 Füllstand in der Flasche für Verdünnungslösung zu niedrig
Spur-/Tellerantrieb	Schwenkbewegung des Probengeberarms und Drehung des Tellerantriebs defekt.
Tellerkennung	Probeteller wurde nicht erkannt.
Dosierer (Antrieb)	Fehler des Dosierers
Dosierer (Volumen)	Vom Dosierer wurde ein zu großes Volumen aufgenommen.

Probengeber ausrichten Mit Klick auf **Probengeber ausrichten** öffnen Sie das Fenster zum Nachjustieren des Probengebers.

Sehen Sie dazu auch

📖 Probengeber ausrichten [▶ 140]

9.5.2.6 Positionsübersicht des Probengebers für Graphitofentechnik

Im Fenster **Probengeber / Positionen** werden die in der aktuellen Sequenz verwendeten Probenteller-Positionen angezeigt.

Das Fenster **Probengeber / Positionen** öffnen Sie mit einem Klick auf .

Für die Anzeige können Sie die Modi **Alle Positionen** oder **Nur Sonderpositionen** wählen.

Hinweis: Zur Anzeige dieses Fensters muss in der aktuellen Methode mindestens eine Linie geladen sein.

9.5.3 Feststoff-Probengeber

In der automatisierten Feststoffanalytik kommt der Feststoffprobengeber SSA 600 zum Einsatz. Das Fenster **Feststoff-Probengeber** beinhaltet folgende Funktionen:

- Funktionstest
- Ausrichtung zum Graphitofen

Der Feststoffprobengeber kann mit und ohne Flüssigdosierung betrieben werden, deshalb richtet sich der Funktionstest und die Justierung nach dem in der Methode spezifizierten Probengeber.

Das Fenster **Feststoff-Probengeber** öffnen Sie mit einem Klick auf  oder über den Menüpunkt **Methodenentwicklung | Probengeber**.

Probenplattformen zurücktransportieren

Sie können alle Probenplattformen, die sich auf verschiedenen Positionen des Probengebers oder im Graphitofen befinden, zurück auf die Probenteller transportieren lassen.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Rücksetzen** klicken.

- ✓ Die Plattformen werden auf ihre Plätze auf den Probentellern zurücktransportiert.

Probengeber initialisieren

Der Probengeber wird grundsätzlich zu Beginn der Arbeit mit dem AAS im Fenster **Quickstart** initialisiert. Eine erneute Initialisierung könnte notwendig sein, wenn der Probengeber seine Orientierung verloren hat, z. B. durch einen mechanischen Stoß oder durch Betätigen der Stopp-Taste am Probengeber.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Initialisieren** klicken.

- ✓ Die Verbindung zwischen Probengeber, AAS und PC wird durch die Initialisierung hergestellt.

Greifer zum Graphitofen ausrichten

Der Greifer des Probengebers muss softwaregestützt zum Ofen ausgerichtet werden. Sie benötigen dazu die im Lieferumfang des Probengebers enthaltene Justierhilfe.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Ausrichten** klicken und den Anweisungen auf dem Bildschirm folgen.

- ✓ Nach Abschluss der Justieroutine ist der Probengeber zum Ofen ausgerichtet.

Eine ausführliche Beschreibung des Justiervorgangs finden Sie in der Bedienungsanleitung "Feststoffprobengeber SSA 600".



HINWEIS

Kurzschluss am Gerät durch falsches Anschließen des Probengebers

Schalten Sie das AAS-Gerät aus, bevor Sie den Probengeber an das AAS-Gerät anschließen. Sonst kann es zu Kommunikationsfehlern oder zur Zerstörung der Schnittstelle kommen.

9.5.3.1 Funktionsprüfung des Feststoffprobengebers

Sie können die Funktion des angeschlossenen Probengebers im Fenster **Probengeber / Funktionstest** prüfen.

Das Fenster **Probengeber / Funktionstest** öffnen Sie mit Klick auf .

Folgende Optionen zur Funktionsprüfung stehen zur Verfügung:

Option	Beschreibung
Status/Taster	Probengeber-Status und den seit der letzten Abfrage betätigten Taster am Probengeber in der jeweiligen Farbe (grün, orange, rot) anzeigen Mit Aktualisieren wird der Status erneut abgefragt bzw. die Taster-Anzeige aktualisiert.
Position anfahren	Eine Position in der Liste Pos. auswählen und anfahren Dabei wird keine Plattform aufgenommen oder abgelegt.
Teller drehen	Probenteller auf die gewählte Position drehen
Transport	Eine Plattform von einer Startposition (von) zu einer Zielposition (nach) transportieren Wenn Plattform aufnehmen aktiviert ist, nimmt der Greifer eine Plattform auf. Wenn Plattform ablegen aktiviert ist, legt der Greifer die Plattform am Zielort ab.
Greifer	Greifer öffnen und schließen Kanüle absenken
Waage	Das Gewicht einer auf dem Teller auf der eingestellten Position (Pos) befindlichen Plattform bestimmen Wägen mit Tarierung Vor dem Wägen der Plattform erfolgt eine Tarierung der Waage. #1 zeigt das Tariergewicht an. #2 enthält das Gewicht der Plattform (ggf. mit dosierter Probe). Interne Kalibrierung Während dieser Kalibration wird die interne Kalibrierkurve der Waage neu bestimmt. Dazu wird zunächst die Waage zurückgestellt, der Nullpunkt bestimmt und anschließend ein internes Gewicht gewogen. Aus Nullpunkt und internem Gewicht wird die Kalibrierkurve der Waage ermittelt.
Dauertest	Der Probengeber transportiert 2 Plattformen (Positionen 1 und 2) zwischen Probenteller, Waage und Ofen hin und her. Die Anzahl der Transporte kann im Feld Zyklen eingegeben werden.

9.5.3.2 Feststoffprobengeber justieren

Das Fenster **Feststoff-Probengeber / Justierung** beinhaltet folgende Funktionen:

- Das Anfahren einzelner Positionen kontrollieren und justieren
- Den Probengeber zum Graphitofen ausrichten

- Probengeber mit Dosiereinrichtung: Automatische Tiefenverstellung für die Aufnahme von Matrixmodifikatoren und flüssigen Sonderproben
- Flüssigdosierung testen

Das Fenster **Feststoff-Probengeber / Justierung** öffnen Sie mit einem Klick auf . Folgende Optionen stehen in diesem Fenster zur Verfügung:

Option	Beschreibung
Zu justierende Position	Auswahl der Position auf dem Probengeber
Schaltflächen in Gruppe Justieren Position	Greifers zur eingestellten Position ausrichten
Greifer öffnen/ Greifer schließen	Greifer softwaregesteuert öffnen und schließen, z.B. zum Wechsel der Greiferspitzen

Nur Probengeber mit Flüssigdosierung:

Option	Beschreibung
Kanüle senken	Kanüle absenken
Gruppe Automatische Tiefenverstellung	Automatische Tiefenverstellung für das Eintauchen in die Probengefäße
Spülen	Dosierschlauch mit der voreingestellten und mit Klick auf  bestätigten Anzahl Spülzyklen spülen
Test Flüssig-Dosierung	Flüssigdosierung überprüfen
Dosiererspritze wechseln	Den Kolben der Dosiererspritze für den Wechsel nach unten bewegen

Einzelpositionen kontrollieren / justieren

- ▶ In der Tabelle **Zu justierende Position** die Position wählen.
- ▶ In der Gruppe **Justieren Position** auf **Anfahren** klicken. Der Probengeber bewegt sich auf die gewählte Position.
- ▶ An dieser Position eine Plattform auflegen und die Lage der Plattform kontrollieren.
- ▶ Die Position mit den Schaltflächen in der Gruppe **Justieren Position** korrigieren.
- ▶ Die geänderten Einstellungen mit Klick auf **Speichern** sichern.

Greifer zum Graphitofen ausrichten

Der Greifer des Probengebers muss softwaregestützt zum Ofen ausgerichtet werden. Sie benötigen dazu die im Lieferumfang des Probengebers enthaltene Justierhilfe.

- ▶ Im Fenster **Probengeber** auf **Ausrichten** klicken und den Anweisungen auf dem Bildschirm folgen.
 - ✓ Nach Abschluss der Justieroutine ist der Probengeber zum Ofen ausgerichtet.

Eine ausführliche Beschreibung des Justiervorgangs finden Sie in der Bedienungsanleitung "Feststoffprobengeber SSA 600".

System spülen

Nur Probengeber mit Flüssigdosierung:

Beim Spülen des Systems wird Verdünnungslösung aus der Vorratsflasche entnommen und durch den gesamten Weg über Dosierorgan zum Dosierschlauch gepumpt und in das Spülgefäß abgegeben.

- ▶ Im Eingabefeld **Spülzyklen** die Anzahl Wiederholungen eingeben.
- ▶ Die Eingabe mit Klick auf  speichern.

- ▶ Den Spülvorgang mit Klick auf **Spülen** starten.

Automatische Tiefenverstellung für Dosiereinheit

Generell erfolgt die Tiefenverstellung beim Feststoff-Probengeber automatisch, d.h. mit zunehmender Entnahme aus den Gefäßen der Dosiereinheit wird die Eintauchtiefe nachgestellt. Ausgangsmengen, die von den in der Methode eingestellten abweichen, sind in diesem Fenster zu korrigieren. Die Einstellungen erfolgen analog den Einstellungen des Probengebers für Graphitofentechnik.

Sehen Sie dazu auch

- 📄 Automatische Tiefenverstellung bei Probengebern für Graphitofentechnik [▶ 146]

10 Datenmanagement

In diesem Abschnitt finden Sie Informationen zu folgenden Themen:

- Druckfunktionen
- Verwaltung von Methoden, Sequenzen und Proben-IDs
- Verwaltung von gerätespezifischen Dateien
- Definition von Einheiten für Konzentrationen und Gehalte
- Verwaltung von häufig verwendeten Stocklösungen und QC-Proben

10.1 Informationen zu Druckfunktionen

Die Software verfügt bei der Datenausgabe über eine große Anzahl Ausgabeformate. Neben der Ausgabe auf dem Drucker können die Daten in das Excel-, PDF-, HTML-, XML- oder Textformat exportiert oder als Bitmap oder skalierbare Grafiken gespeichert werden.

Für die Ausgabe von Analysenergebnissen oder Inhalten von Fenstern werden Protokollvorlagen verwendet. Standardmäßig wird ein Satz Protokollvorlagen installiert. Bei Bedarf können diese Vorlagen mit dem Reportdesigner "Report-/Druckmodul List & Label" individuell angepasst werden.

10.1.1 Ergebnisdaten drucken

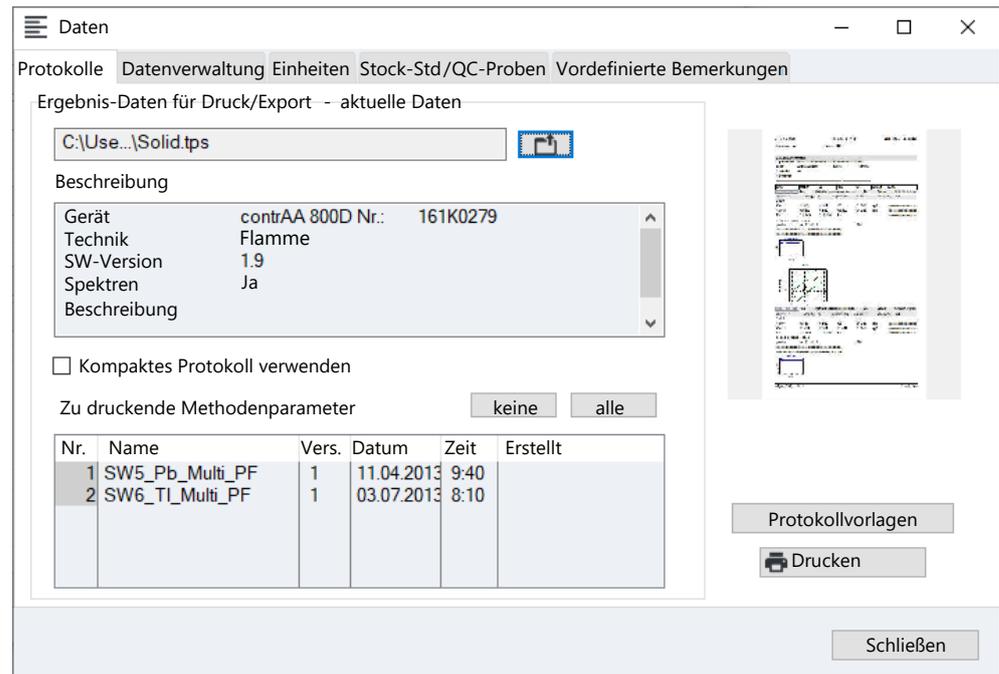
Die Software bietet verschiedene Möglichkeiten, Ergebnisdaten auszudrucken:

- Das Gesamtprotokoll ausdrucken. Das Gesamtprotokoll einer Analyse enthält die Methodenparameter, die Kalibrierung und Analysenergebnisse mit Probeneinzelwerten (Statistikruns). Ein Protokoll kann von den aktuellen Ergebnissen des Hauptfensters und von gespeicherten Daten gedruckt werden.
- Aktuelle Ergebnisse ausdrucken. Bei diesem Ausdruck werden nur die Daten des Hauptfensters gedruckt. Hier kann zwischen einem vollständigen und einem kompakten Ausdruck gewählt werden.
- Ausgewählte Daten der Karte **Übersicht** ausdrucken. Für diesen Ausdruck können Sie die Analysenlinien und Ergebnisse in einem Dialogfenster wählen.

Gesamtprotokoll ausdrucken

Das Gesamtprotokoll einer Analyse enthält die Methodenparameter, die Kalibrierung und Analysenergebnisse mit Probeneinzelwerten (Statistikruns). Die Gesamtprotokolle können sowohl von den Ergebnissen im Hauptfenster als auch von gespeicherten Dateien gedruckt werden.

- ▶ Das Fenster **Daten / Protokolle** mit Klick auf  öffnen.
Alternativ das Fenster mit dem Menüpunkten **Extras | Datenverwaltung** oder **Datei | Drucken | Protokoll** öffnen.
- ✓ Angezeigt werden der Name der aktuellen Datei, Dateiinformatoren (Liste Beschreibung), sowie alle Methodenversionen, die zur Erzeugung der aktuellen Ergebnisdatei herangezogen wurden.



- ▶ Zum Druck einer gespeicherten Datei auf klicken und im Standardfenster **Öffnen** die gewünschte Datei auszuwählen.
- ▶ In der Tabelle alle Methodenversionen, die ausgedruckt werden sollen, mit Mausclick markieren.
Mit Mausclick und gedrückter Umschalt- oder Strg-Taste können mehrere Methodenversion markiert werden. Mit Klick auf **alle** werden alle Versionen ausgewählt. Mit Klick auf **keine** werden alle Markierungen entfernt.
- ▶ Mit Klick auf **Drucken** das Fenster **ASpect CS Protokoll** öffnen.
- ▶ In der Liste **Ausgabe auf** das Ausgabeformat wählen. Auf **Optionen** klicken und spezielle Parameter des Ausgabeformats einstellen.
- ▶ Das Kontrollkästchen **Einstellungen permanent speichern** wählen, wenn das gewählte Ausgabeformat die Voreinstellung für diese Druckvorlage werden soll.
- ▶ Ausdruck mit Klick auf **Starten** starten.
 - ✓ Die Ausgabe erfolgt auf das gewählte Medium.

Hinweis:

Nutzen Sie für den Ausdruck die Einstellung **Vorschau**. Mit einem Klick auf **Starten** werden die zu druckenden Seiten zunächst in der Druckvorschau angezeigt. So kann vor der Ausgabe auf dem Drucker geprüft werden, ob alle gewünschten Daten oder auch unnötige Daten ausgegeben werden.

Aktuelle Ergebnisse drucken

Die im Hauptfenster angezeigten Ergebnisse können gedruckt werden.

- ▶ Im Hauptfenster die Ergebniskarte, die gedruckt werden soll, auswählen.
- ▶ Den Menüpunkt **Datei | Drucken | Aktives Fenster** wählen.
Das Fenster **Ausgabe der Ergebnisse** erscheint.
- ▶ Umfang des Ausdrucks wählen.
Vollständige Darstellung: Ergebnisse mit den Signalgrafiken
Kompakte Darstellung: Ergebnisse in einer kompakten Übersicht
- ▶ Weiterverfahren wie bei "Gesamtprotokoll ausdrucken" oben beschrieben.

Hinweis: Wenn Sie im Fenster **Ausgabe der Ergebnisse** das Kontrollkästchen **Diesen Ergebnisreporttyp immer verwenden** aktivieren, erscheint dieses Fenster beim nächsten Ergebnisdruck nicht mehr und es wird automatisch der letzte Ergebnisreporttyp verwendet. Diese Einstellung können Sie im Fenster **Optionen / Ansicht** wieder zurücksetzen.

Ausgewählte Daten drucken

- ▶ Im Hauptfenster auf die Karte **Übersicht** wählen.
- ▶ Im unteren Bereich dieser Karte auf  klicken oder den Menüpunkt **Datei | Drucken | Aktives Fenster** wählen.
- ▶ Das Fenster **Drucken Übersicht** erscheint.
- ▶ Alle gewünschten Linien und Parameter für den Ausdruck mit Mausclick markieren und die Auswahl mit **OK**.
Das Fenster **ASpect CS Protokoll** erscheint.
- ▶ Weiterverfahren wie bei "Gesamtprotokoll ausdrucken" oben beschrieben.

Sehen Sie dazu auch

 Ansichtsoptionen [▶ 166]

10.1.2 Weitere Analysenparameter und Einstellungen drucken

Folgende Parameter und Einstellungen der Analyse können gedruckt werden:

- Methode
- Sequenz
- Ergebnisdaten und Ergebnisübersicht
- Proben-ID
- QC (Qualitätskontrollkarten)
- Kalibration
- Probengeberpositionen

Der Druck der Parameter erfolgt aus dem jeweiligen Fenster.

- ▶ Das Fenster auf der Arbeitsoberfläche der Software aktivieren/öffnen.
- ▶ Im Fenster auf  klicken.
Alternativ den Menübefehl **Datei | Drucken | Aktives Fenster**.
✓ Es öffnet sich das Fenster **ASpect CS Protokoll**.
- ▶ In der Liste **Ausgabe auf** das Ausgabeformat wählen. Auf Optionen klicken und weitere Parameter des Ausgabeformats einstellen.
- ▶ Ausdruck mit Klick auf **Starten** starten.

10.1.3 Protokollvorlagen anpassen

Protokollentwurfsmodus nutzen

Die standardmäßig installierten Protokollvorlagen können individuell angepasst werden. Zur besseren Übersicht können Protokollansichten mit realen Werten editiert werden.

- ▶ Menüpunkt **Datei | Protokoll-Entwurfsmodus** aktivieren.
- ▶ Das Fenster, dessen Protokollvorlage geändert werden soll, öffnen.
- ▶ Menüpunkt **Datei | Drucken | Aktives Fenster** wählen.
✓ Der Reportdesigner öffnet sich.
- ▶ Die Änderungen vornehmen und die Protokollvorlage speichern.

- ✓ Die Vorlage ist geändert und muss nun mit den entsprechenden Druckinhalten verknüpft werden (siehe unten "Protokollvorlagen verwalten").

Kurze Einführung in den Reportdesigner

Die einzelnen Bestandteile der Reportvorlage heißen Objekte. Eine Tabelle kann bspw. aus je einem Objekt für die Kopfzeile, den Listenwerten und einer Grafik bestehen. Diese Objekte wiederum enthalten die zu druckenden Informationen und tragen die zugehörigen Layouteigenschaften wie Schriftarten, Ausrichtungen, Umbrüche, Farben, etc. Der Reportdesigner stellt verschiedene Typen von Objekten zur Verfügung, z. B. Textobjekte, Grafiken, Barcodes. Diese können im Arbeitsbereich frei platziert und in der Größe verändert werden. Je nach Art kann ein Objekt unterschiedliche Informationen darstellen oder Eigenschaften haben.

Die gewünschten Objekte werden in der Regel mit der Maus auf dem Arbeitsbereich aufgezogen und dann mit den entsprechenden Inhalten und Layout-Eigenschaften versehen. Alternativ können Sie auch eine Variable aus der Variablenliste per "Drag & Drop" auf den Arbeitsbereich ziehen. Befindet sich an der Zielstelle noch kein Objekt, wird automatisch ein solches erstellt und die Variable dem Objekt zugewiesen.

Um ein existierendes Objekt zu bearbeiten, muss es zuerst selektiert werden. Klicken Sie dazu mit der linken Maustaste in das Objekt. Ein selektiertes Objekt erkennen Sie an seinem hervorgehobenen Rahmen. Wenn Sie ein neues Objekt erzeugen, ist es automatisch selektiert und kann direkt in Größe und Position verändert werden. Über einen Doppelklick wird ein Dialogfenster gestartet, mit dem weitere Einstellungen geändert werden können.

Weitere Informationen zur Bedienung und zu den Funktionen des Reportdesigners finden Sie im Handbuch "designer_deu.pdf" / "designer_eng.pdf" auf der Installations-CD der Software.

Das Fenster Protokollvorlagen

Im Fenster **Protokollvorlagen** werden die Vorlagen editiert und den Fenstern der Software zugeordnet. Einem Fenster können unter Verwendung einer Dateimaske mehrere Vorlagen zugeordnet werden, aus denen bei Druckstart die gewünschte Vorlage gewählt wird. Die Namen der angebotenen Formatvorlagen müssen dabei so gewählt werden, dass sie mit Wildcards zu erfassen sind.

- ▶ Das Fenster **Daten / Protokolle** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ Mit Klick auf **Protokollvorlagen** das gleichnamige Fenster öffnen.

Für folgende Fenster muss eine Protokollvorlage bereitstehen:

Name	Beschreibung
Ergebnisse	Inhalt der Karte Ergebnis im Hauptfenster
Ergebnisse (kompakt)	
Ergebnisse (Übersicht)	
Kalibration	Fenster Kalibration : Kalibration der Analyse
Methode	Fenster Methode : Methodenparameter
Methode/Ergebnisse	Gesamtprotokoll
Proben-ID	Fenster Proben-ID / Probeninformation : Probeninformationsdaten
Probengeber-Pos.	Fenster Probengeber / Positionen : Belegung des Probengebers
QC-Karte	QC : Daten der Qualitätskontroll-Karten
QC-Probeninformation	Fenster Probengeber / QC-Probeninformation : Informationsdaten der QC-Proben

Name	Beschreibung
SSA600-Tabelle	Inhalt der Karte Feststoff im Hauptfenster
Sequenz	Fenster Sequenz : Sequenzfolge

Zuordnung ändern	<p>Eine neue/editierte Protokollvorlage müssen Sie der entsprechenden Druckfunktion wieder zu ordnen.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Das Fenster, dessen Protokollvorlage geändert wird, in der Liste markieren. ▶ Mit Klick auf Ändern das Dialogfenster zum Zuordnen der Dateien öffnen. ▶ Nur eine Protokollvorlage zuordnen: Option Vorlagendatei verwenden (*.lst) aktivieren, auf  klicken und die Vorlagendatei auswählen. ▶ Mehrere Vorlagen gleichzeitig bei Druckstart anbieten: Option Dateiauswahl zulassen aktivieren und den Masken-Namen unter Verwendung von Wildcards im Eingabefeld eingeben. ▶ Einstellungen mit OK bestätigen. <ul style="list-style-type: none"> ✓ Die neue Protokollvorlage wird im Fenster Protokollvorlagen angezeigt.
Protokollvorlage editieren	<p>Sie können eine Protokollvorlage hier auswählen und im Reportdesigner editieren.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Protokollvorlage in der Liste mit Mausclick markieren. ▶ Mit Bearbeiten das Fenster des Reportdesigners öffnen. <ul style="list-style-type: none"> ✓ Sie können die Protokollvorlage editieren. Ausführlich Informationen zum Reportdesigner finden Sie in der Datei „Designer.pdf“ auf der Installations-CD.
Standardeinstellungen wiederherstellen	<p>Sie können die Einstellungen entsprechend Programminstallation wiederherstellen.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Auf Standardeinstellungen klicken.

10.2 Verwaltung für alle Dateitypen

Folgende Daten fallen in der Software an:

- Methoden
- Sequenzen
- Ergebnisdaten
- Linien-/Wellenlängendatei
- Korrekturmodelle
- Korrekturspektren
- Protokollvorlagen
- Worksheets

Die oben aufgeführten Daten werden im Fenster **Daten /Datenverwaltung** organisiert. Das Fenster erscheint nach einem Klick auf  oder nach Wahl des Menüpunkts **Extras | Datenverwaltung**.

10.2.1 Methoden und Sequenzen verwalten

Methoden und Sequenzen werden getrennt jeweils in einer Datenbank gespeichert. Die Methodendatenbank trägt den Namen "method.tps". Die Datenbank mit den Sequenzen ist mit "sequ.tps" bezeichnet. Methoden und Sequenzen werden im weiteren Text dieses Abschnitts als "Datensätze" bezeichnet.

Elemente im Datenbankfenster Beim Speichern, Öffnen, Löschen und Im- oder Export von Methoden oder Sequenzen werden Datenbankfenster mit gleichen Elementen geöffnet.

Methode speichern

Name Kat.

Name	Vers.	Datum	Zeit	Kat.	Anwender
Ground Cd Zn Cu	2	27.07.2021	14:39	KK	
SW-Test_Scraper	1	08.01.2021	8:34	KK	admin

Sortieren nach Aufsteigend Absteigend

Nur aktuelle Versionen anzeigen
 Kalibrierkurve(n) speichern

Beschreibung

Option/Anzeige	Beschreibung
Name	Namen für die Methode/Sequenz eingeben bzw. ausgewählte Methode/Sequenz anzeigen.
Kat.	Zusätzliches Merkmal für die Suche der Methode/Sequenz in der Datenbank Es können max. 3 Stellen als Kategoriebezeichnung eingegeben werden. Die Anzeige der Liste können Sie durch Eingabe der Kategoriebezeichnung im Feld Kat. einschränken. Wenn Sie die Datensätze von allen Kategorien anzeigen lassen wollen, löschen Sie den Eintrag im Feld Kat. .
Liste der Datensätze	Gespeicherte Datensätze mit Name, Version, Datum, Zeit, Kategorie und Anwender
Sortieren nach	Sortierung der Liste nach verschiedenen Merkmalen Das Sortieren kann je nach Auswahl der Option aufsteigend oder absteigen vorgenommen werden.
Beschreibung	Zusätzlichen Notizen, z. B. zur Verwendung der Datensätze eintragen bzw. anzeigen. Vordefinierte Bemerkungen können Sie im Fenster Daten / Vordefinierte Bemerkungen erstellen.
Nur aktuelle Versionen anzeigen	Wenn mehrere Versionen einer Methode/Sequenz mit gleichen Namen angelegt sind, wird nur die Methode/Sequenz mit der höchsten Versionsnummer angezeigt.

In der Software werden Methoden/Sequenzen mit gleichen Namen nicht überschrieben, sondern es wird eine weitere Version angelegt und die Versionsnummer um 1 erhöht. Aus den Datenbanken für Methoden/Sequenzen können Sie die Datensätze einzelner Methoden/Sequenzen importieren, exportieren oder löschen.

Hinweis

Halten Sie beim Markieren mit der Maus die Strg- oder Umschalttaste gedrückt, um mehrere Datensätzen im Datenbankfenster auszuwählen.

Datenverwaltung öffnen

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit Klick auf öffnen.

	<ul style="list-style-type: none"> ▶ In der Liste Typ den zu bearbeitenden Datensatztyp auswählen: Methode oder Sequenz.
Datensätze exportieren	<p>Mit einem Export können Sie Datensätze anderen Geräten/Computern zur Verfügung stellen. Es können mehrere Datensätze gleichzeitig in eine gemeinsame Datei exportiert werden. Exportdateien erhalten folgende Erweiterungen: Methodendatensätze - ".met", Sequenzdatensätze - ".seq".</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Mit Klick auf Spektrdaten exportieren das Datenbankfenster öffnen. ▶ Die Datensätze mit Mausclick markieren und Spektrdaten exportieren klicken. ▶ Im Standardfenster Speichern unter einen Dateinamen eingeben und auf Speichern klicken. Es wird das Datenbankfenster mit den exportierten Dateien angezeigt. ▶ Das Datenbankfenster mit Schließen verlassen.
Datensätze importieren	<p>Durch Importieren können Sie Datensätze von anderen Geräten/Computern in Ihre Datenbank laden. Eine Import-Datei kann mehrere Datensätze enthalten, aus denen die zu ladenden Datensätze ausgewählt werden.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Mit Klick auf Importieren das Fenster Zu importierende Datei auswählen öffnen. ▶ Die zu importierende Datei auswählen und auf Öffnen klicken. Es öffnet sich das Datenbankfenster mit der Ausgabe von Namen, Erstellungsdatum und Kategorie der in der Datei enthaltenen Datensätze. In der Titelzeile des Fensters wird der Name der Importdatei angezeigt. ▶ Im Datenbankfenster die zu importierenden Datensätze markieren und auf Importieren. Die Datensätze werden in die Datenbank importiert. Sollte eine Methode/ Sequenz mit gleichem Namen bereits vorhanden sein, so wird eine neue Version des Datensatzes angelegt. Im Datenbankfenster erscheinen die aktuellen Versionen der vorhandenen Datensätze. ▶ Das Datenbankfenster mit Schließen verlassen. ✓ Die importierten Datensätze können jetzt in der Software verwendet werden.
Datensätze löschen	<p>Mit der Löschfunktion löschen Sie dauerhaft komplette Datensätze aus der Datenbank.</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Mit Klick auf Löschen das Datenbankfenster öffnen. ▶ Die zu löschenden Datensätze markieren. ▶ Auf Löschen klicken. ✓ Das Datenbankfenster wird aktualisiert und zeigt nur noch die übergebliebenen Datensätze an. Bei Datensätzen mit gleichen Namen wird die Versionsnummer um 1 verringert.
Datensätze über Menü Datei löschen	<p>Alternativ können Sie die Datenbankfenster zum Löschen von Datensätzen mit dem Menüpunkt Datei Löschen Methode bzw. Datei Löschen Sequenz öffnen. Verfahren Sie dann weiter wie oben beschrieben.</p>

10.2.2 Ergebnisdaten verwalten

Ergebnisdaten werden während der Messung in einer Datenbank gespeichert. Bei jedem Sequenzstart wird eine neue Datenbankdatei angelegt, Sie können aber auch Messungen an eine vorhandene bereits vorhandene Datei anhängen. Ergebnisdaten erhalten die Erweiterung TPS.

Zusätzlich wird mit den Messungen eine Spektrendatei mit dem gleichem Namen der TPS-Datei und der Erweiterung SPK erzeugt. Diese Datei enthält die gemessenen Spektren und wird benötigt, um die Spektren im Fenster **Spektren** anzuzeigen und auszuwerten. Alle anderen für die Analyse und Auswertung benötigten Informationen sind in der TPS-Datei gespeichert. Wenn Messungen an eine vorhandene TPS-Datei angehängt werden, dann werden die Spektren auch in der entsprechenden SPK-Datei ergänzt. Bei der Verwaltung im Fenster **Daten** wird die TPS-Datei gleichzeitig mit der SPK-Datei importiert, kopiert oder gelöscht.

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Typ** die Option **Ergebnisse** wählen.

Ergebnisdaten importieren

Sie können Ergebnisdaten in die Software importieren. Die Daten werden bei diesem Vorgang in den Ergebnisordner der aktiven Atomisierungstechnik innerhalb der Dateistruktur der Software eingeordnet.

- ▶ Im Fenster **Quickstart** die Atomisierungstechnik wählen, für die Daten importiert werden sollen.
- ▶ Im Fenster **Daten / Datenverwaltung** auf **Importieren** klicken. Das Fenster **Ergebnisdatei(en) auswählen** erscheint.
- ▶ Die TPS-Dateien mit Mausclick markieren und auf **Öffnen** klicken.
- ▶ Unterordner für den Ergebnisspeicher wählen und auf **OK** klicken.
 - ✓ Die TPS-Dateien und dazugehörige SPK-Dateien (falls vorhanden) werden in den Ergebnisordner der aktiven Atomisierungstechnik kopiert.

Ergebnisdaten exportieren

Mit diesem Befehl kopieren Sie eine oder mehrere Ergebnisdateien in einen anderen Ordner.

- ▶ Im Fenster **Daten / Datenverwaltung** auf **Exportieren** klicken. Das Fenster **Exportieren** mit der Übersicht über vorhandene TPS-Dateien erscheint. Für die Dateien werden Namen, Größe und Zeitpunkt der letzten Änderung aufgelistet.
- ▶ Die TPS-Dateien mit Mausclick markieren.
- ▶ Mit **Exportieren** das Fenster **Ordner suchen** öffnen.
- ▶ Den Zielordner auswählen und mit Klick auf **OK** bestätigen.
 - ✓ Die TPS-Dateien und die SPK-Dateien werden in den Zielordner kopiert.

Ergebnisdaten löschen

Sie können Ergebnisdaten dauerhaft löschen.

- ▶ Im Fenster **Daten / Datenverwaltung** auf **Löschen** klicken. Das Fenster **Exportieren** mit der Übersicht über vorhandene Ergebnisdatenbanken erscheint.
- ▶ Die TPS-Dateien mit Mausclick markieren.
- ▶ Auf **Löschen** klicken und die anschließende Abfrage zum Löschen der Dateien mit Klick auf **OK** bestätigen.
 - ✓ Die Daten werden dauerhaft gelöscht.

Ergebnisse einzelner Proben suchen

Sie können einzelne Proben mit bekannten Probenamen in den Datenbanken suchen lassen.

- ▶ Im Fenster **Daten / Datenverwaltung** auf **[Suchen nach Probe]** klicken. Alternativ Menüpunkt **Extras | Suchen nach Probe** wählen. Es erscheint das Fenster **Suchen nach Probe**.

- ▶ Im Feld **Probentyp** den Probenamen eingeben.
Wenn die eingegebene Zeichenkette Bestandteil des Namens ist, das Kontrollkästchen **Teilstringsuche** aktivieren.
- ▶ Mit aktiviertem Kontrollkästchen **Datum** den Zeitpunkt der Messung eingrenzen.
- ▶ Auf **Start** klicken.
In der Tabelle werden alle Ergebnisse angezeigt, die Proben mit dem eingegebenen Probenamen enthalten.
- ▶ Um eine der angezeigten Ergebnisdateien zu öffnen, die Datei in der Liste markieren und auf **Öffnen** klicken.
 - ✓ Die Ergebnisse werden im Hauptfenster angezeigt.

10.2.3 Linien-/Wellenlängendateien exportieren

Die Linien-/Wellenlängendatei mit den Analyselinien und den gespeicherten Peak-schwerpunkten ist gerätespezifisch. Sie ist auf dem Computer gespeichert, mit dem das Analysengerät gesteuert wird. Um die Linien-/Wellenlängendatei auf einem anderen Computer zu verwenden, gehen Sie folgendermaßen vor:

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Typ** die Option **Linien-/Wellenlängendatei** und auf **Exportieren** klicken.
- ▶ Den Ordner zum Speichern der Datei wählen und auf **OK** klicken.
 - ✓ Die Datei ist mit dem Namen "lines.dat" im ausgewählten Ordner gespeichert.

10.2.4 Korrekturmodelle verwalten

Korrekturmodelle werden für die Untergrundkorrektur von Überlagerungen des Analysenspektrums durch Matrixkomponenten verwendet. Sie können von einem Gerät auf ein anderes übertragen werden. Korrekturmodell-Dateien haben die Erweiterung MOD.

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Typ** die Option **Korrekturmodelle** wählen.

Korrekturmodelle importieren

Mit diesem Befehl importieren Sie Korrekturmodelle in die Software.

- ▶ Auf **Importieren** klicken.
- ▶ Das Korrekturmodell MOD auswählen und auf **Öffnen** klicken.
Das Fenster **Import Korrekturmodell** erscheint.
- ▶ Auf **Importieren** klicken.
 - ✓ Das Korrekturmodell wird in die Datenbank der Software übernommen.

Korrekturmodelle exportieren

Mit diesem Befehl exportieren Sie das Korrekturmodell für die Nutzung auf einem anderen Computer.

- ▶ Auf **Spektrendaten exportieren** klicken.
- ▶ Im Fenster **Export Korrekturmodell** das Modell mit der Maus markieren. Mehrfachauswahl ist möglich.
- ▶ Auf **Exportieren** klicken.
- ▶ Im Fenster **Speichern unter** den Namen und Speicherpfad eingeben und auf **Speichern** klicken.
 - ✓ Die Datei mit dem Korrekturmodell wird gespeichert.

Korrekturmodelle löschen

Mit diesem Befehl löschen Sie nicht benötigte Korrekturmodelle.



HINWEIS

Durch das Löschen von Korrekturmodellen können Methoden unbrauchbar werden

Beachten Sie, dass nicht geprüft wird, ob das Korrekturmodell in einer Methode verwendet wird.

- ▶ Auf **Löschen** klicken.
- ▶ Im Fenster **Korrekturmodelle** das Modell markieren.
- ▶ Auf **Löschen** klicken.
 - ✓ Das Korrekturmodell wird aus der Datenbank gelöscht.

10.2.5 Korrekturspektren löschen

Nicht benötigte Korrekturspektren können Sie aus der Datenbank löschen.

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Typ** die Option **Korrekturspektren** wählen und auf **Löschen** klicken.
- ▶ Im Datenbankfenster **Korrekturspektren** das Spektrum markieren und auf **Löschen** klicken.
 - ✓ Es erfolgt eine Prüfung, ob das Spektrum in einem Korrekturmodell verwendet wird. Wenn das nicht der Fall ist, wird das Korrekturspektrum gelöscht.

10.2.6 Protokollvorlagen importieren

Vorlagen für Druckprotokolle, die extern erstellt wurden, müssen Sie über die Datenverwaltung in die Software importieren.

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Typ** die Option **Protokollvorlagen** und auf **[Importieren]** klicken.
- ▶ Im Fenster **Öffnen** die Protokolldatei LST auswählen und auf **Öffnen** klicken.
 - ✓ Die Protokollvorlage ist in die Software importiert. Ordnen Sie nun die Protokollvorlage dem Druckinhalt im Fenster **Daten / Protokolle** zu.

Sehen Sie dazu auch

-  Protokollvorlagen anpassen [▶ 155]

10.2.7 Worksheets verwalten

Worksheets verwalten Sie im Fenster **Daten / Datenverwaltung**. Sie können Worksheets in die Software importieren oder exportieren. Optional können Sie dabei die hinterlegten Methoden und Sequenzen mitgeben. Nicht benötigte Worksheets können Sie löschen. Worksheets haben die Erweiterung WST.

- ▶ Das Fenster **Daten / Datenverwaltung** mit einem Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Typ** die Option **Worksheet** übernehmen.

- Worksheet importieren
- ▶ Auf **Importieren** klicken.
 - ▶ Im Fenster **Worksheet importieren** auf **Importieren** klicken. Zum Import von Methoden und Sequenz die Option **inklusive Sequenz und Methode(n)** aktivieren.
 - ▶ Im Fenster **Worksheet importieren** das Worksheet auswählen und auf **Öffnen** klicken.
 - ✓ Das Worksheet wird importiert.
- Worksheet exportieren
- ▶ Auf **Exportieren** klicken.
 - ▶ Im Fenster Worksheet exportieren **Worksheet exportieren** das Worksheet mit Mausclick markieren. Zum Export von Methoden und Sequenz die Option **inklusive Sequenz und Methode(n)** aktivieren.
 - ▶ Auf **Exportieren** klicken.
 - ▶ Im Fenster **Speichern unter** einen Ordner und einen Namen für die Exportdatei eingeben und auf **Speichern** klicken.
 - ✓ Das Worksheet wird exportiert.
- Worksheet löschen
- ▶ Auf **Löschen** klicken.
 - ▶ Im Fenster **Löschen** das Worksheet markieren und auf **Löschen** klicken.
 - ✓ Das Worksheet wird gelöscht.

10.3 Einheiten verwalten

Im Fenster **Daten / Einheiten** werden programmweit verfügbare Einheiten verwaltet. Es stehen jeweils 3 Vorzugsvarianten (bei Lösungen: mg/L, µg/L, ng/L; bei festen Proben: mg/kg, µg/kg, ng/kg) zur Verfügung. Diese Einheiten können vom Anwender nicht geändert werden. Davon abweichende Einheiten können frei definiert werden.

- ▶ Das Fenster **Daten / Einheiten** mit einem Klick auf  öffnen.

Die Tabelle enthält die Übersicht der verfügbaren Einheiten.

Tabellenspalte	Beschreibung
Einheit	Bezeichnung der Einheit (max. 10 Zeichen)
Kommentar	Bemerkungen (max. 20 Zeichen)
Faktor	Faktor 1 entspricht 1 µg/L bzw. µg/kg, Faktor 1000 entspricht 1 ng/L bzw. ng/kg Bei eigenen Einheiten muss der Faktor eingegeben werden.
Art	fest: Einheit bezogen auf feste Probe flüssig: Einheit bezogen auf flüssige Probe (Lösung)

Mit den Schaltflächen können Sie eigene Einträge verwalten.

Schaltfläche	Beschreibung
Anhängen	Neue Zeile an das Ende der Liste einfügen
Einfügen	Zeile oberhalb einer markierten Zeile in der Liste einfügen
Löschen	Nur anwenderdefinierte Einheiten löschen, die Vorzugseinheiten können nicht gelöscht werden.
Speichern	Änderungen und Eingaben speichern

10.4 Datenbanken für Stocks und QC-Proben verwalten

Die Datenbanken mit den häufig verwendeten Stock-Standards und QC-Proben werden im Fenster **Daten / Stock-Std / QC-Proben** verwaltet. Sie können Einträge der Datenbank hinzufügen, löschen oder editieren. Die Stockstandards und QC-Proben stehen in der Methodenentwicklung zur Verfügung.

- ▶ Das Fenster **Daten / Stock-Std / QC-Proben** mit einem Klick auf  öffnen.
- ▶ Die Optionen **Stock-Standard** oder **QC-Proben** wählen.
- ▶ In der Tabelle die Parameter eines Stockstandards eingeben oder editieren:

Spalte	Beschreibung
Name	Bezeichnung des Standards/QC-Probe Max. 20 Zeichen
Einheit	Einheit des Standards/QC-Probe
Elemente und Konzentrationen	Die Eingabe der Elementkonzentration erfolgt im Format "Elementsymbol Konzentration" in der ausgewählten Einheit, z. B. Fe 0.5;Cu 10; Co 0.005. Alternativ mit Klick auf Konzentration das gleichnamige Fenster öffnen und dort jedem Element die Konzentration zuordnen.

Mit den Schaltflächen können Sie die Einträge verwalten:

Schaltfläche	Beschreibung
Anhängen	Neue Zeile an das Ende der Liste einfügen
Einfügen	Zeile oberhalb einer markierten Zeile in der Liste einfügen
Löschen	Markierte Zeile löschen
Speichern	Änderungen und Eingaben speichern
Konzentration	Eingabefenster für Element und Konzentration der markierten Zeile öffnen

10.5 Vordefinierte Bemerkungen erstellen

Für folgenden Vorgänge können benutzerdefinierte Bemerkungen voreingestellt werden:

- Methode speichern
- Sequenz speichern
- Neuberechnung starten
- Messung starten

Die benutzerdefinierten Bemerkungen können jeweils mit Klick auf  neben den Feld **Bemerkungen** in den entsprechenden Fenstern eingefügt werden.

Oft verwendete Bemerkungen sind bereits in der Software hinterlegt. Bemerkung können neu erstellt, editiert oder gelöscht werden.

- ▶ Das Fenster **Daten / Vordefinierte Bemerkungen** mit Klick auf  öffnen.
- ▶ In der Liste **Kategorie auswählen** den Vorgang auswählen.
- ▶ Mit einem Klick auf **Vorlage bearbeiten** die Liste der Bemerkungen öffnen.

- ▶ Eine neue Bemerkung mit Klick auf **Neu** erstellen.
Im Fenster **Vordefinierte Bemerkungen eingeben** die neue Bemerkung eingeben.
Feld **Bezeichnung** : Unter diesem Namen ist die Bemerkung anwählbar.
Feld **Text**: Die eigentliche Bemerkung eintragen.
- ▶ Eine Bemerkung kann mit Klick auf **Ändern** editiert oder **Löschen** aus der Auswahlliste entfernt werden.

10.6 Windows-Zwischenablage verwenden

Ergebnisdaten in die Zwischenablage kopieren

Ergebnisse ausgewählter Proben können direkt in die Zwischenablage von Windows kopiert und damit anderen Windows-Anwendungen zugänglich gemacht werden. Die Befehle dazu finden Sie im Menü **Bearbeiten**.

Bearbeiten	
Nur sichtbare Spalten kopieren	Die sichtbaren Probenergebnisse in der aktuellen Tabelle kopieren.
Alle Spalten kopieren	Die Probenergebnisse aus allen Tabellen kopieren.
Spaltentitel	Wenn aktiviert (mit Häkchen), wird die Titelzeile mit den Spaltenbezeichnungen mit kopiert.

- ▶ Die Proben in der Tabelle der Ergebnisliste markieren.
Halten Sie die Strg- oder Umschalttaste gedrückt und wählen Sie die Proben durch Mausclick auf die Probenzeile aus.
Alle Probenzeilen markieren Sie mit dem Menüpunkt **Bearbeiten | Alles markieren**.
- ▶ Wenn die Titelzeile ebenfalls kopiert werden soll, den Menüpunkt **Bearbeiten | Spaltentitel** aktivieren.
- ▶ Den entsprechenden Menüpunkt wählen, um die Ergebnisse in die Zwischenablage zu kopieren.
 - ✓ Die Ergebnisse können jetzt in die Anwendung, z. B. ein Tabellenkalkulationsprogramm, eingefügt werden.

Grafiken als Screenshot kopieren

Grafikfenster und Grafiken von Kalibrierkurven, Extinktionssignalen oder Emissionssignale können als Screenshot in die Zwischenablage kopiert werden.

- ▶ Mit der rechten Maustaste auf die Grafik klicken.
Es öffnet sich ein Untermenü mit zwei Kopierbefehlen.
- ▶ Den Kopierbefehl wählen, um das gewünschte Objekt zu kopieren: nur die Grafik oder das gesamte angezeigte Fenster kopieren.
 - ✓ Das gewählte Objekt wird in die Zwischenablage kopiert und steht anderen Windowsanwendungen zur Verfügung.

11 Optionen - ASpect CS anpassen

Im Fenster **Optionen** werden folgende Einstellungen vorgenommen, die für die gesamte Bedienung der Software gültig sind:

- Ansichtsoptionen
- Speicherorte für Dateien
- Parameter für den Datenexport
- Allgemeingültige Einstellungen für den Analysenablauf

Die vorgenommenen Einstellungen bleiben nach dem Verlassen und Wiederstarten der Software erhalten.

Das Fenster **Optionen** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras | Optionen**.

Einstellungen zurücksetzen

Die Schaltfläche **Standardeinstellungen** setzt alle Optionen und gespeicherten Fensterpositionen auf voreingestellte Werte zurück.

11.1 Ansichtsoptionen

Im Fenster **Optionen / Ansicht** legen Sie die auf der Arbeitsoberfläche sichtbaren Funktionen fest.

Das Fenster **Optionen / Ansicht** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras | Optionen**.

Elemente im Fenster Optionen / Ansicht

Option	Beschreibung
Werkzeugleiste anzeigen	Werkzeugleiste mit den Schaltflächen für die Messroutine anzeigen.
Symbolleiste anzeigen	Symbolleiste mit den großen Icons für den Schnellzugriff anzeigen und Symbolleistenposition auswählen. Die Position der Symbolleiste kann durch Ziehen mit der Maus ebenfalls geändert werden, wobei die Einstellung bis zum nächsten Programmstart nicht gespeichert wird.
Ereignisfenster nicht anzeigen	Die Ereignisfenster (z. B. Verzögerungszeit) nicht anzeigen. Die Meldungen werden stattdessen in der Statusleiste des Hauptfensters eingeblendet.
Kalibriertabelle spaltenweise	Die Kalibriertabelle zur Definition der Standards gedreht darstellen. Die einzelnen Kalibrierstandards sind spaltenweise und die ausgewählten Analysenlinien zeilenweise angeordnet.
Ergebnisanzeigen automatisch ausblenden	Ergebnisfenster werden ausgeblendet, wenn Unterfenster (z. B. Fenster Methode) geöffnet werden, um Überdeckungen zu vermeiden. Nach Schließen der Unterfenster werden die Ergebnisfenster wieder angezeigt.
Lampenbetriebsdauer anzeigen (Spektrometer)	Im Fenster Spektrometer wird die Betriebsdauer der XBO-Lampe angezeigt (nur für Lampennetzteile ab Version 4). Beim Start des Programms erfolgt ein Hinweis, wenn die garantierte Lampenbetriebsdauer von 1000 Stunden überschritten wurde.
Hinweis zur empfohlenen Flammenart anzeigen	Flammentechnik: Bei der Prüfung der Methodenparameter wird geprüft, ob für die Analyse eines Elements die im Kochbuch empfohlene Flammenart verwendet wird. Bei abweichender Flammenart erscheint ein Hinweis.
Tooltips anzeigen	Über Schaltflächen und Spaltentiteln in Tabellen werden kleine Hilfetexte (Tooltips) eingeblendet.

Option	Beschreibung
Nutzsignal und Untergrund	Signalfarben für die graphische Darstellung wählen. Ein Klick auf ... öffnet das Fenster der Farbauswahl.
Scientific Mode	Spektrendarstellung aktivieren. Wenn diese Option deaktiviert ist, sind die Funktionen für Darstellung und Bearbeitung von Spektrendaten nicht zugänglich.
Bildschirmschoner zulassen	Windows-Bildschirmschoner in Eingabepausen einschalten.
Protokolltyp (kompakt oder vollständig) abfragen	Beim Druck von Ergebnisfenstern über den Menüpunkt Datei Drucken Aktives Fenster kann zwischen einem vollständigen oder einem kompakten Protokoll gewählt werden. Ein Klick auf diese Schaltfläche setzt die Auswahl Diesen Ergebnisreporttyp immer verwenden wieder zurück, sodass der Protokolltyp erneut ausgewählt werden kann.

11.2 Speicherpfade

Bei der Installation werden Speicherpfade für Dateien festgelegt. Sie werden im Fenster **Optionen / Ordner** angezeigt und können zum Teil hier editiert werden.

Das Fenster **Optionen / Ordner** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras | Optionen**.

Funktionen im Fenster Optionen / Ordner

Ordner	Beschreibung
Programm	Installationspfad der ausführbaren Programmdateien
Arbeitsverzeichnis	Verzeichnis für Anwenderdaten Das Arbeitsverzeichnis enthält weitere Unterordner. Es wird bei der Installation oder durch die optionale Benutzerverwaltung festgelegt.
Temporäre Daten	Verzeichnis für vom Programm temporär angelegte Daten
Export/Import	Voreingestellter Pfad für das Öffnen und Speichern von Probeninformationsdateien Dieser Pfad kann geändert werden. Klicken Sie auf ... , um den neuen Ordner auszuwählen. Auch beim Öffnen und Speichern der Probeninformationsdateien kann ein abweichender Pfad ausgewählt werden.
Probeninformation	Voreingestellter Pfad für den Export und Import von Methoden- und Sequenzdaten und Export von Ergebnisdaten als CSV - Dateien Dieser Pfad kann geändert werden. Klicken Sie auf ... , um den neuen Ordner auszuwählen. Auch beim Exportieren und Importieren kann ein abweichender Pfad ausgewählt werden.
Ergebnisse	Verzeichnis für Ergebnisdaten Dieses Standard-Verzeichnis kann weitere Unterordner für Ergebnisspeicherung enthalten. Diese Ordner stehen beim Messstart für die Dateiablage zur Verfügung.
Anwendungsdaten	Verzeichnis für programminterne Daten

Die Schaltfläche **Hinzufügen** legt neue Unterordner für Ergebnisspeicherung unterhalb des Ordners Ergebnisse an. Leere Ordner können gelöscht oder umbenannt werden.

11.3 Optionen zum ASCII/CSV-Export

Im Fenster **Optionen / ASCII/CSV-Export** werden die Parameter für den ASCII-Export von Ergebnisdaten festgelegt. Die Parameter gelten sowohl für den automatisch fortlaufenden als auch den manuellen Datenexport.

Das Fenster **Optionen / ASCII/CSV-Export** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras | Optionen**.

Funktionen im Fenster Optionen / ASCII/CSV-Export

Option	Beschreibung
Dezimaltrennzeichen	Gibt das Trennzeichen für Dezimalzahlen an.
Listentrennzeichen	Gibt an, durch welches Zeichen die Elemente einer Liste voneinander getrennt werden.
Ergebnis-Export	<p>alle Die gesamte Ergebnistabelle exportieren.</p> <p>nur ausgewählte Felder Benutzerdefinierter Ergebnisexport. Auf ... klicken und im Fenster Feldauswahl alle zu exportierenden Felder/Spalten mit der Maus markieren.</p>

E-Mail-Benachrichtigung

Die Schaltfläche **E-Mail-Benachrichtigung** öffnet das Konfigurationsfenster der E-Mail-Schnittstelle. Diese versendet automatisch E-Mails nach Ende des Analysenablaufs oder beim Abbruch des Analysenablaufs durch Fehlerzustände.

Option	Beschreibung
Server (SMTP)	Name bzw. Adresse des SMTP-Servers
Port	Die Portnummer, die für SMTP verwendet wird (normalerweise Port 465 oder 587).
E-Mail-Adresse	Ihre vollständige E-Mail-Adresse
Benutzername	Benutzername für die Anmeldung am SMTP-Server
Kennwort	Kennwort für die Anmeldung am SMTP-Server. Das Kennwort wird verschlüsselt gespeichert.
E-Mail-Empfänger	Bis zu drei Adressaten für die E-Mail können eingetragen werden.
E-Mail-Benachrichtigung aktivieren	Wenn aktiviert, werden nach Ende des Analysenablaufs immer oder nur bei aufgetretenen Fehlern automatisch E-Mails an die eingetragenen E-Mail-Empfänger versendet. Im Falle eines vorzeitigen Fehlerabbruchs wird der ursächliche Fehler mitgeteilt.
Testnachricht versenden	Eine Test-E-Mail wird an die eingetragenen E-Mail-Empfänger versendet.

11.4 Optionen zum fortlaufenden ASCII-Export

Im Fenster **Optionen / Fortlaufender ASCII-Export** wird der automatische Export von Ergebnisdaten während des Analysenablaufs aktiviert. Die Exportdatei wird jeweils nach der Ausgabe einer neuen Zeile im Ablauf- und Ergebnisfenster aktualisiert. Die Daten werden an bereits bestehende Dateien angehängt.

Weitere Exportoptionen werden im Fenster **Optionen / ASCII/CSV-Export** festgelegt.

Das Fenster **Optionen / ASCII/CSV-Export** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras | Optionen**.

Export von Ergebnisdaten

Das Kontrollkästchen **Fortlaufender ASCII-Export von Ergebnisdaten** aktiviert die Exportfunktion. Die Daten werden im Standardpfad für den Export/Import abgelegt (Fenster **Optionen** / Ordner).

Sie können folgende Dateinamen wählen:

Option	Beschreibung
Methodenbezeichnung.csv	Der Dateiname entspricht der Bezeichnung der Methode. Die Daten werden im Standardpfad für den Export / Import abgelegt (Fenster Optionen / Ordner).
Bezeichnung der Ergebnisdatei.csv	Der Dateiname entspricht der Bezeichnung der Ergebnisdatei. Die Daten werden im Standardpfad für den Export / Import abgelegt (Fenster Optionen / Ordner).
anderer	Dateiname und Pfad können frei vergeben werden. Die Daten werden fortlaufend in diese Datei geschrieben werden, bis ein neuer Name vergeben oder eine andere Option zur Bezeichnung ausgewählt wird. Auf das Icon  klicken und im Fenster Speichern unter Zielordner und Dateinamen eingeben.
Für jede Probe eine Datei erzeugen (Zeile und Probenname wird an Dateinamen angehängt)	Der Dateiname wird um die Zeilennummer der Ergebnisliste und den Probennamen ergänzt. Nicht erlaubte Zeichen werden durch Unterstriche ersetzt (z. B. Test methode-001 QC 1 mg_L.csv).

Spektrenexport

Für den Spektrenexport aktivieren Sie die Option **Fortlaufender Spektren-Export (CSV)** und wählen einen Speicherpfad.

Die Spektren werden zusätzlich als CSV-Dateien in den spezifischen Exportpfad exportiert. Der Dateiname wird nach dem Schema "Listenzeile-Probenbezeichnung-Linienbezeichnung-Wiederholungsmessung" gebildet, z. B. 0007-Sample-AI309-02.csv.

11.5 Optionen zum Analysenablauf

Im Fenster **Optionen** / **Analysenablauf** legen Sie allgemeingültige Einstellungen für den Analysenablauf fest.

Das Fenster **Optionen** / **Analysenablauf** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras** | **Optionen**.

Sequenz abbrechen nach folgenden Fehlern

Die Analyse wird hinsichtlich folgender Fehler überwacht und kann nach Auftreten dieser Fehler abgebrochen werden:

Option	Beschreibung
Ablage des optischen Systems	Stoppt, wenn die Einstellung der Wellenlänge (Ne-Korrektur) fehlerhaft ist.
Ungültige Kalibrierfunktion	Stoppt, wenn die Kalibrierfunktion nicht berechnet werden konnte.

Zusätzliche Fehlerprüfung

Option	Beschreibung
Monotonie der Kalibrierpunkte	Es erfolgt ein Test auf Monotonie der Kalibrierpunkte. Der Monotonietest untersucht, ob höhere Standardkonzentrationen auch zu höheren Messwerten führen.

Anzeigefenster

Während Analysenablaufs können Anzeigefenster mit Signalverläufen und weiteren Informationen zur Messung eingeblendet werden.

Option	Beschreibung
Signalverlauf	Zeitabhängiger Verlauf des Messsignals
Spektrendarstellung	Aufgenommener Spektralbereich
Bargraph	Balkendiagramm der gemessenen Extinktions- oder Emissionswerte
Skalierung des max. Signalwertes	Maximum der Messwert-Achse für die Darstellungen des Signalverlaufs festlegen. Alternativ kann diese Einstellung auch mit der Menüfunktion Ansicht Skalierung vorgenommen werden.
Report-Fenster	Statusinformationen zum verwendeten Atomisator
Probenkonz. in Bezugskurve	Aktuelle Kalibrierkurve und Rekalibrierkurve Nach der Probenmessung wird die Berechnung der unkorrigierten Konzentration aus der Extinktion/Emission mit roten Hilfslinien verdeutlicht. Im Falle der Additions-Kalibrierung wird die umgerechnete Kalibrierkurve angezeigt.
Ofenkamera	Bild der Ofenkamera mit der Aufnahme des Graphitrohrs Ablage des Probentropfens und Trocknung können so direkt beobachtet werden. Bei Erreichen der Temperatur für die Shutter-Öffnung wird die Ofenkamera abgeschaltet.

Sonstiges

Option	Beschreibung
Spektren immer speichern	Unabhängig von den Methodenparametern (Fenster Methode / Ausgabe) werden die Spektrendaten bei der Messung immer gespeichert.
Datum/Zeit an Ergebnisdateinamen anhängen	Aktuelles Datum und PC/Zeit werden beim Messstart automatisch an den Namen der Ergebnisdatei angehängt.
Fortlaufender Export auch bei Neuberechnung	Nach einer Neuberechnung werden die Ergebnisse automatisch exportiert.
Zeitstempel bei Neuberechnung nicht aktualisieren	Nach Neuberechnen der Ergebnisse bleiben die Originalzeiten der Messung erhalten.
Komponenten-Aufnahme bereits in der Abkühlphase	Während des Abkühlens des Graphitrohrs wird mit dem Probengeber die nächste Probe aufgenommen. Option kann zur Beschleunigung des Messablaufs dienen.
Beep nach Ende der Abkühlphase	Nach Ende der Abkühlphase des Graphitrohrs erfolgt ein Beep-Ton.
Stopp nach Trafo-Überhitzung	Aktiviert: Messprogramm wird bei einer Überhitzung des Transformators für die Graphitrohrtechnik gestoppt und nicht wieder fortgesetzt. Deaktiviert: Das Programm wird bei Überhitzung des Transformators unterbrochen. Nach Abkühlen des Transformators wird das Programm fortgesetzt.
Wellenlänge vor jeder Messung anfahren	Vor jeder Einzelmessung wird die Wellenlänge neu eingestellt. Hierdurch wird die Wiederholpräzision verbessert (Voreinstellung: aktiviert).
Zwang zur Formierung nach Öffnung des Ofens	Beim Start einer Messsequenz wird ein Hinweis auf die fehlende Formierung angezeigt, wenn diese nach dem Öffnen des Ofens oder Einschalten des Geräts nicht erfolgt ist.

Option	Beschreibung
Streulichtwerte aktualisieren, wenn Linie unterhalb	Beim Sequenzstart wird das Streulichtniveau für Linien unterhalb der ausgewählten Wellenlänge (nm) einmal täglich aktualisiert. Sie können die Aufnahme der Streulichtwerte zusätzlich manuell beim nächste Messstart aufnehmen. Klicken Sie dazu auf die Schaltfläche [Neu aufnehmen] .
Mischkammerreinigung beim Löschen der Flamme	Beim Löschen der Flamme wird die Mischkammer gespült.
Rohr- und Trocknungserkennung aktivieren (nach Neustart)	Die Ofenkamera erkennt den Rohrtyp und den Abschluss der Trocknungsphase. Die Aktivierung dieser Option erfordert einen Neustart der Software.

11.6 Optionen zur Optikspülung

Nur contrAA 800

Im Fenster **Optionen / Optikspülung** legen Sie Parameter für die Spülung des Spektrometers des contrAA 800 fest. Durch die Optikspülung wird das Spektrometer vor Verunreinigungen geschützt. Die Spülung mit Argon verbessert zusätzlich die Nachweisgrenzen im kurzwelligen UV-Bereich.

Das Fenster **Optionen / Optikspülung** öffnen Sie mit dem Menüpunkt **Extras | Optionen**.

Option	Beschreibung
Optikspülung	aus: Es erfolgt keine Optikspülung. Luft: Spülung mit Luft Argon: Spülung mit Argon
Argon Stabilisierungszeit	Das Spektrometer wird mit Argon gespült. Diese Zeit wird benötigt, bis nach Start der Argonspülung die Luft im Spektrometer durch Argon verdrängt und stabile optische Verhältnisse hergestellt wurden.
Argon Austreibzeit	Das Spektrometer wird mit Luft gespült. Diese Zeit wird benötigt, um das Argon aus dem Spektrometer auszutreiben.
Optikspülung beim Softwarestart aktivieren	Die Optikspülung wird immer mit dem Einschalten des Gerätes gestartet.

Wenn die Optikspülung eingeschaltet ist, erscheint in der Symbolleiste des Hauptfensters ein Hinweis auf die Optikspülung und die verbleibende Restzeit bis zur abgeschlossenen Stabilisierung der Spülung. Wenn eine Messroutine (Sequenz) während der laufenden Stabilisierungszeit gestartet wird, erscheint ein Hinweis auf die noch laufende Spülzeit.

11.7 Optionen zur Kalibrierung und Blindwertkorrekturen

Kalibrierung

In dieser Gruppe nehmen Sie für die Kalibrierung grundlegende Einstellungen vor. In der Voreinstellung sind alle Kontrollkästchen deaktiviert.

Option	Beschreibung
R statt R²(adj.) anzeigen	Wenn aktiviert, wird der Korrelationskoeffizient angezeigt. In der Standardeinstellung ist das korrigierte (adjustierte) Bestimmtheitsmaß vorgesehen.
Prognose- statt Konfidenzband anzeigen	Wenn aktiviert, wird das Prognoseband für die Kalibrierung angezeigt. Das Konfidenzband ist in den Standardeinstellungen vorgesehen.
auto vergleicht mit quadratischer statt rationaler Funktion	"auto" bezeichnet die automatische Auswahl der Kalibrierfunktion. Wenn aktiviert, wird die quadratische Funktion für den Vergleich herangezogen. Die Standardeinstellung ist die gebrochenrationale Funktion.
Anstieg für mittlere Konzentration statt 0 berechnen	Wenn aktiviert, wird der Anstieg der Kalibrierkurve an der mittleren Konzentration des Kalibrierbereiches berechnet. In der Standardeinstellung wird der Anstieg für die Konzentration 0 berechnet.



HINWEIS

Für eine Kompatibilität der Berechnung der quadratischen Kalibrierfunktion nach DIN 38402 und ISO 8466-2 sind alle oben genannte Optionen zu aktivieren.

Blindwertkorrektur

Für die Blindwertkorrektur kann zwischen 2 verschiedenen Berechnungsverfahren gewählt werden: Konz.1-basiert oder Konz.2-basiert.

Beim Konz.2-basierten Berechnungsverfahren wird zunächst die Originalkonzentration des Blindwerts (Conc2_{BV}) auf Basis der Proben-IDs des Blindwerts berechnet. Bei Ermittlung der Konz.2 der Probe wird Conc2_{BV} berücksichtigt.

Beim Konz.1-basierten Berechnungsverfahren wird die direkt aus der Probe ermittelte Blindwertkonzentration ($\text{Conc1}_{\text{Blank}}$) für die Berechnung der Probenkonzentration herangezogen. Dieses Verfahren kann genutzt werden, wenn die Proben-ID-Daten (z. B. Verdünnungen) die Konzentration der Blindwert-Lösungen nicht stark beeinflussen und deshalb keine Proben-ID-Daten für die Blindwerte eingegeben werden.

Berechnungsbeispiel für flüssige Originalprobe mit Vorverdünnung:

- Konz.1-basiert: $\text{Conc2}_{\text{Sample}} = (\text{Conc1}_{\text{Sample}} - \text{Conc1}_{\text{Blank}}) * \text{DF}_{\text{Sample}}$
- Konz.2-basiert: $\text{Conc2}_{\text{Sample}} = (\text{Conc1}_{\text{Sample}} * \text{DF}_{\text{Sample}}) - \text{Conc2}_{\text{Blank}}$

$\text{Conc1}_{\text{Sample}}$	Konzentration der Probe ohne Berücksichtigung der Angaben in der Proben-ID
$\text{Conc2}_{\text{Sample}}$	Originalkonzentration der Probe
$\text{Conc1}_{\text{Blank}}$	Konzentration des Blindwerts ohne Berücksichtigung der Angaben in der Proben-ID
$\text{Conc2}_{\text{Blank}}$	Originalblindwert
$\text{DF}_{\text{Sample}}$	Verdünnungsfaktor der Probe

Für die Blindwertkorrektur ist standardmäßig das Konz.2-basierte Verfahren voreingestellt. Wenn Sie auf das verkürzte Konz.1-basierte Verfahren ohne Berücksichtigung der Proben-ID des Blindwertes zurückgreifen möchten, aktivieren Sie die Option **Blindwertkorrektur auf Konz.1-Basis**.

Nachweisgrenzen/Bestimmungsgrenzen

Sie können für die Nachweisgrenzen/Bestimmungsgrenzen die Faktoren und Anzahl Wiederholungsmessungen editieren. Die berechneten Nachweisgrenzen/Bestimmungsgrenzen werden im Fenster **Kalibration** angezeigt. Wenn die Einstellungen auf vorhandene Ergebnisse angewendet werden sollen, müssen die Ergebnisse nachberechnet wer-

den. Die Faktoren und Anzahl Messwiederholungen werden im Fenster **Kalibration** und in den Druckprotokollen der Kalibration und Ergebnis/Leerwert-Messungen ausgegeben.

Zum Editieren der Einstellungen für Nachweisgrenzen/Bestimmungsgrenze klicken Sie auf **NWG / BG**. Folgende Standardeinstellungen sind vorgesehen:

Parameter	Wert
Faktor NWG	3
Faktor BG	9
Anzahl der Wiederholmessungen	11

12 Optionales FDA 21 CFR Part 11 Konformitätsmodul

Das optionale FDA 21 CFR Part 11 Konformitätsmodul für ASpect CS beinhaltet folgende Funktionen gemäß den FDA-Anforderungen zu Electronic Records und Electronic Signatures (21 CFR Part 11):

- Benutzerverwaltung
- Elektronische Signaturen
- Audit Trail
- AJ File Protection zum Schutz der Dateien gegen beabsichtigte und unbeabsichtigte Datenmanipulation

Die Benutzerverwaltung sieht eine Administratorebene und vier Benutzerebenen vor. Folgende Funktionen sind für einen Benutzer mit Administratorrechten zugänglich:

- Flexible Systemkonfigurierung (Kennwort- und Anmelderichtlinien, Audittrail, Signaturen, Datenverzeichnisse)
- Einrichtung der Benutzer in Benutzer-Ebenen mit abgestuften Rechten einrichten
- Vergabe von Kennwörtern
- Zuweisung eines eigenen Arbeitsverzeichnis für Methoden, Sequenzen und Ergebnisse für den Benutzer
- Ansicht und Export des erzeugten Audit Trails (Ereignis-Protokoll)

Bei installierter und konfigurierter Benutzerverwaltung wird der Menüpunkt **System** in ASpect CS aktiviert, mit dem auf die Funktionen der Benutzerverwaltung zugegriffen werden kann.

Alle Änderungen an den Benutzerdaten werden mit dem Schließen des jeweiligen Fensters permanent in einer verschlüsselten Datenbank gespeichert.

Hinweis: Um den Sicherheitsbedürfnissen nachzukommen, muss das Betriebssystem Microsoft Windows mit den entsprechenden Konfigurationsmöglichkeiten verwendet werden. Dies betrifft Datei-Zugriffsrechte und weitere Einstellungen, die von einem autorisierten Systemadministrator vorgenommen werden sollten.

12.1 Benutzerverwaltung

12.1.1 Hierarchie und Funktionszugriff

Die Benutzerverwaltung sieht eine Administratorebene und vier Benutzerebenen vor.

Die Benutzerebenen unterliegen folgender Hierarchie:

Administrator > Ebene 1 > Ebene 2 > Ebene 3 > Ebene 4.

Den einzelnen Benutzerebenen sind folgende Funktionen zugeordnet

Administratorebene	Der Benutzer besitzt alle Rechte in ASpect PQ sowie Zugriff auf alle Funktionen der Benutzerverwaltung.
Ebene 1	Benutzer der Ebene 1 haben uneingeschränkt Zugriff auf alle Funktionen von ASpect PQ, jedoch keinen Zugang zur Benutzerverwaltung.
Ebene 2	Wie Benutzerebene 1 ausgenommen: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Löschen von Methoden (Kennung M1) ▪ Löschen von Sequenzen (Kennung P1) ▪ Löschen von QC-Regelkarten (Kennung Q1) ▪ Löschen von Ergebnisdateien (Kennung R1)

Ebene 3

Wie Benutzerebene 2 ausgenommen:

- Speichern von Methoden (Anlegen in Methodendatenbank) (Kennung M2)
- Speichern von Sequenzen (Anlegen in Sequenzdatenbank) (Kennung P2)
- Übernehmen von Peakablagen (Kennung W1)

Ebene 4

Wie Benutzerebene 3 ausgenommen:

- Ändern von Methodenparametern (Kennung E1)

Dieser Benutzer kann nur bereits erstellte Methoden und Sequenzen laden und Messungen ausführen.

Funktion	Kennung*	Admin.	Ebene 1	Ebene 2	Ebene 3	Ebene 4
Benutzerverwaltung verwenden		+	-	-	-	-
Methoden löschen	M1	+	+	-	-	-
Sequenzen löschen	P1	+	+	-	-	-
QC-Regelkarten löschen	Q1	+	+	-	-	-
Ergebnisdateien löschen	R1	+	+	-	-	-
Methoden speichern	M2	+	+	+	-	-
Sequenzen speichern	P2	+	+	+	-	-
Ändern von Peakablagen	W1	+	+	+	-	-
Ändern von Protokollvorlagen	L1	+	+	-	-	-
Ändern von Methoden	E1	+	+	+	+	-
Laden von Methoden und Sequenzen		+	+	+	+	+
Ausführen von Messungen		+	+	+	+	+

*Die Kennung wird in Bedienhinweisen verwendet.

12.1.2 Benutzerverwaltung – Anzeigen und Einstellungen

Die Benutzerverwaltung kann beim ersten Start der Benutzerverwaltung nach der Installation oder zu einem späteren Zeitpunkt von Benutzern mit Administratorrechten eingerichtet werden.

Für jeden Benutzer wird ein Konto angelegt, in dem das Benutzerprofil gespeichert ist. Wird ein Benutzerkonto nicht mehr benötigt, kann es deaktiviert oder gesperrt werden. Benutzerkonten können nicht gelöscht werden.

- ▶ Den Menüpunkt **System | Benutzerverwaltung** oder die Benutzerverwaltung über den Eintrag im Startmenü von Windows starten.
- ▶ Sich mit einem Administrator-Profil anmelden.
 - ✓ Das Fenster **Benutzerverwaltung** erscheint.

Fenster Benutzerverwaltung Das Fenster enthält eine Liste mit den eingetragenen Benutzernamen und den dazugehörigen vollständigen Namen. Auf der rechten Seite des Fensters werden die Einzelheiten des Benutzerprofils des ausgewählten Nutzers angezeigt.

Anzeige- und Bedienelemente

Option	Beschreibung
Benutzername	Anmeldename des Benutzers
Vollstd. Name	Vollständiger Name des Benutzers
Benutzerebene	Administrator, Ebene 1 bis Ebene 4
E-Signatur	Ja: Der Anwender kann Ergebnisdaten elektronisch signieren. Nein: Der Anwender kann nicht elektronisch signieren.
Status	Aktiv: Der Benutzername kann verwendet werden (grüner Kreis). Gesperrt: Benutzername ist deaktiviert und kann nicht verwendet werden (roter Kreis).
Kennwortschutz	Aktiv: Die Benutzeranmeldung erfordert ein Kennwort (Schlüssel). Nicht aktiv: Benutzeranmeldung ist ohne Kennwort möglich (durchgestrichener Schlüssel).
Gültig bis	Unbegrenzt: Das Kennwort läuft nie ab. Datum/ Tage: Der Anwender muss das Kennwort nach Ablauf der spezifizierten Frist ändern.

Schaltflächen

Schaltfläche	Beschreibung
Neu ...	Neuen Benutzer anlegen Das Fenster Benutzerdaten hinzufügen erscheint.
Ändern ...	Benutzerdaten für markierte Tabellenzeile ändern Das Fenster Benutzerdaten ändern für einen markierten Benutzer erscheint. Das Fenster kann auch durch Doppelklick auf den Benutzer aufgerufen werden.
Einstellungen	Konfiguration der Benutzerverwaltung ändern
Audittrail	Ereignisprotokoll öffnen
?	Hilfe öffnen
Beenden	Anwendung beenden

12.1.3 Allgemeine Einstellungen der Benutzerverwaltung konfigurieren

Im Fenster **Einstellungen** können Sie mit folgenden Optionen die Benutzerverwaltung generell konfigurieren:

- Richtlinien für Kennwort
- Anmeldung und Audittrail
- Signaturbedeutungen
- Verwendete Datenverzeichnisse

Die Einstellungen gelten für neu erstellte Benutzerkonten und sind daher zweckmäßigerweise nach der Installation durchzuführen, bevor Benutzerkonten angelegt werden.

- ▶ Im Fenster **ASpect CS Benutzerverwaltung** auf **Einstellungen** klicken.
Das Fenster **Einstellungen** erscheint.
- ▶ Auf der linken Seite die zu ändernde Optionsgruppe wählen.
- ▶ Die Konfiguration vornehmen.
Mit Klick auf **Auf Standardwerte setzen** werden die Voreinstellungen für die ausgewählte Optionsgruppe wiederhergestellt. Die Einstellungen der anderen Gruppen bleiben davon unberührt.

- Einstellungen mit Klick auf **OK** übernehmen.

Anmeldung

Einstellungen für Anmelde- und Kennwortrichtlinien

Option	Beschreibung
Anzahl der Anmeldeversuche:	Anzahl der ungültigen Anmeldeversuche (max. 10) Bei Überschreitung wird ASpect CS nach einer Wartezeit beendet und muss für eine weitere Anmeldung erneut gestartet werden. Es erfolgt ein Eintrag (Warnung) in die Audittrail-Datei.
Bei Überschreitung Benutzer sperren	Der Benutzer nach Überschreiten der Anzahl Anmeldeversuche gesperrt.
Mindestlänge des Benutzernamens:	Mindestanzahl der Zeichen für neu angelegte Benutzernamen Maximale Zeichenzahl: 10
Kennwortvergabe erzwingen	Für neu erteilte Benutzernamen muss ein Kennwort vergeben werden.
Benutzername und Kennwort unterschiedlich	Nur Kennwörter, die sowohl Buchstaben als auch Ziffern enthalten, können vergeben werden. Diese Richtlinie wird auch bei der Kennwortänderung angewendet.
Benutzername und Kennwort unterschiedlich	Nur Kennwörter, die sich vom Benutzernamen unterscheiden, können vergeben werden. Diese Richtlinie wird auch bei der Kennwortänderung angewendet.
"Kennwort bei der nächsten Anmeldung ändern" aktivieren	Neuangelegte Benutzer müssen standardmäßig bei der ersten Anmeldung ihr Kennwort ändern.
Kennwort läuft ab nach:	Nach Ablauf der Frist wird der Benutzer bei der Anmeldung bei zum Ändern des Kennworts aufgefordert. Das Kennwort wird dann um die in den Richtlinien eingestellte Frist verlängert. Der Wert wird als Vorgabe übernommen und kann für einzelne Benutzer abweichend spezifiziert werden (max. 999 Tage).
Mindestlänge des Kennworts:	Mindestanzahl der Zeichen für neu angelegte Kennwörter Anzahl Zeichen:3 bis 10

Ordner

Das ASpect-Arbeitsverzeichnis und das Verzeichnis für die Audittrail-Datei kann spezifiziert werden.

Option	Beschreibung
ASpect-Arbeitsverzeichnis	Arbeitsverzeichnis von ASpect CS Das Arbeitsverzeichnis enthält die Methoden- und Sequenzdatenbanken und die Ergebnisdateien. Das Arbeitsverzeichnis wurde bei der Installation von ASpect CS festgelegt und kann hier geändert werden.
Audittrail	Pfad der Audittrail-Datei Der Pfad kann geändert werden.
Benutzerdatenbank	Pfad der Benutzerdatenbank Dieser Pfad kann nur mit Hilfe des Installationsprogramms geändert werden.
AJ File Protection	Zusätzlichen Schutz bietet die optionale Software AJ File Protection. Diese schützt Dateien gegen beabsichtigte und unbeabsichtigte Datenmanipulation, z. B. Löschen oder Verändern von Daten. Bei installierter AJ File Protection ist die Schaltfläche aktiv und zeigt den Schutzstatus durch eine Markierung an. Grün – Dateischutz ist aktiv; Rot – Dateischutztreiber ist nicht aktiv. Nach Klick auf die Schaltfläche erscheint ein Fenster mit einer Liste der geschützten Verzeichnisse.

Audittrail

In dieser Aktionsgruppe spezifizieren Sie die Aktivierung des Audittrails, die Verwendung von Methoden und die grundsätzliche Gültigkeitsdauer von Kalibrierungen.

Option	Beschreibung
Abgeschaltet (keine Einträge)	Es erfolgen keine Einträge in die Audittrail-Datei.
Aktiv	Es erfolgen Einträge in die Audittrail-Datei.
Messen nur mit gespeicherten Methoden erlauben	Wenn aktiviert, kann eine Messung nur dann gestartet werden, wenn eine Methode geladen und diese seit dem letzten Speichern der Methode nicht mehr geändert wurde.
Gültigkeitsdauer der Kalibrierung [h:mm]:	Wenn aktiviert, kann der Gültigkeitszeitraum der Kalibrierung spezifiziert werden. Für Benutzerebene 3 und 4 muss die Kalibrierung vor dem Messstart aktualisiert werden. Für andere Ebenen wird ein Hinweis angezeigt.

Signaturen

Die Liste zeigt die Signaturbedeutungen und die dazugehörigen Benutzerebene an, die beim Signieren ausgewählt werden können.

Schaltfläche	Beschreibung
Neu	Neue Signaturbedeutung hinzufügen Nach Klick auf die Schaltfläche erscheint das Fenster Signaturbedeutungen bearbeiten , in dem eine neue Signaturbedeutung und die gültige Benutzerebene ausgewählt werden können.
Ändern	Markierten Signaturbedeutung editieren
Entfernen	Markierten Signaturbedeutung löschen

12.1.4 Neues Benutzerkonto anlegen

Nur Benutzer mit Administratorrechten können ein neues Benutzerkonto einrichten. Die Konfiguration eines neuen Benutzers mit entsprechenden Rechten erfolgt im Fenster **Benutzerdaten hinzufügen**.

Optionen im Fenster Benutzerdaten hinzufügen

Option	Beschreibung
Benutzername	Mit diesem Namen meldet sich der Benutzer an. Groß- und Kleinschreibung wird nicht geprüft. Die Mindestlänge hängt von den allgemeinen Konfigurationen der Benutzerverwaltung ab.
Vollstd. Name	Vollständiger Name des Benutzers Dieser Name wird als Bestandteil der elektronischen Signatur verwendet. Max. Anzahl Zeichen: 32
Beschreibung	Feld für Notizen Die Eingabe ist optional.
Benutzerebene	Auswahl der Benutzerebene mit den entsprechenden Rechten
Kennwort ...	Kennwort festlegen Bei Kennwörtern wird Groß-/Kleinschreibung unterschieden. Bei Bestätigung des Kennwortdialogs ohne Eingabe eines Kennworts wird der Kennwortschutz aufgehoben. Die Mindestlänge und andere Kennwortrichtlinien werden in den allgemeinen Konfigurationen der Benutzerverwaltung spezifiziert. Max. Kennwortlänge: 20 Zeichen
Symbol Schloss	Der Kennwortschutz ist aktiviert.

Option	Beschreibung
Symbol offenes Schloss	Der Benutzer verwendet kein Kennwort.
Kennwort läuft nie ab	Wenn aktiviert, ist das Kennwort unbefristet gültig. Wenn deaktiviert, läuft das Kennwort in einer vorgegebenen Frist ab. Der vorgegebene Wert wird aus den Kennwort-Richtlinien übernommen. Der Benutzer kann das Kennwort auch vorher verlängern.
Benutzerspezifisches Arbeitsverzeichnis	Für den Benutzer wird ein eigenes Arbeitsverzeichnis entsprechend folgendem Schema eingestellt: \ASpect-Arbeitsverzeichnis\Benutzername. Die Verzeichnisstruktur wird bei der Erstanmeldung des Benutzers angelegt.
E-Signatur verwenden	Der Benutzer darf Messergebnisse elektronisch signieren. Ihm stehen dabei die Signaturen seiner Benutzerebene und tieferer Benutzerebenen zur Verfügung.
Audittrail betrachten	Der Benutzer kann das Ereignisprotokoll öffnen.
Benutzernamen sperren	Das Benutzerkonto deaktivieren Der Benutzername kann zeitweise deaktiviert werden. Durch die Deaktivierung eines Benutzerkontos, im Gegensatz zur Entfernung, wird verhindert, dass für neu angelegte Benutzer der Benutzername erneut vergeben werden kann.
Benutzer muss Kennwort bei nächster Anmeldung ändern	Bei der nächsten Anmeldung wird der Benutzer zur Kennwortänderung aufgefordert.

Benutzerdaten spezifizieren

- ▶ Im Fenster **Benutzerverwaltung** auf die **Neu ...** klicken.
Das Fenster **Benutzerdaten hinzufügen** erscheint.
- ▶ In den Feldern und Optionen die Einstellungen vornehmen und mit Klick auf **OK** bestätigen.
 - ✓ Das neue Benutzerkonto erscheint im Fenster **ASpect CS Benutzerverwaltung**.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Allgemeine Einstellungen der Benutzerverwaltung konfigurieren [▶ 176]
- 📖 Hierarchie und Funktionszugriff [▶ 174]

12.1.5 Bestehendes Benutzerkonto ändern

Sie können die Eigenschaften eines Benutzerkontos ändern.

- ▶ Im Fenster **Benutzerverwaltung** das Benutzerkonto markieren und auf **Ändern ...** klicken.
Das Fenster **Benutzerdaten ändern** mit den Einstellungen des Kontos erscheint.
- ▶ Die Einstellungen vornehmen und auf **OK** klicken.
 - ✓ Die Änderungen werden übernommen und sind bei der nächsten Anmeldung des Benutzers wirksam.

Sehen Sie dazu auch

- 📖 Neues Benutzerkonto anlegen [▶ 178]

12.1.6 Kennwort ändern

Je nach Vereinbarung im Benutzerkonto muss der Benutzer das zugeteilte Kennwort in regelmäßigen Abständen ändern.

- ▶ In **ASpect CS** den Menüpunkt **System | Kennwort ändern** wählen.
Das Fenster **Kennwort ändern** erscheint.
- ▶ Das alte Kennwort und zweimal das neue Kennwort eingeben und mit Klick auf **OK** bestätigen.
 - ✓ Bei fehlerfreier Eingabe erscheint die Meldung **Kennwort wurde geändert!**

12.2 Audittrail anzeigen, drucken und exportieren

In der Audittrail-Datei werden Systemereignisse und zusätzlich alle Warn- und Fehlermeldungen von aufgezeichnet. Für das Anzeigen des Audittrails müssen die Rechte im Benutzerkonto erteilt sein.

Den Audittrail öffnen Sie über den Menüpunkt **System | Audit-Trail** oder in der Benutzerverwaltung mit Klick auf **Audittrail**.

Folgende Funktionen stehen für den Audittrail zur Verfügung:

- Ansicht
- Aktualisierung
- Export als CSV-Datei (nur wenn der Audittrail aus dem Fenster Benutzerverwaltung aufgerufen wurde)

Folgende Parameter werden im Audittrail dokumentiert:

Tabellenspalte	Beschreibung
Typ	Anzeige des Ereignistyps Im Audittrail werden folgende Ereignistypen vermerkt und durch Symbole gekennzeichnet: Info, Warnung, Fehler, Login und Logout
Datum/Zeit	Datum und Zeit des Eintrags (PC-Uhr) Mit den [+] und [-] Schaltflächen im Tabellenkopf beider Spalten können die Einträge nach auf- und absteigenden Zeiten oder Datum sortiert werden.
Zeitzone	Zum Zeitpunkt des Eintrags gültige Zeitzone (Windows Systemsteuerung)
Bezeichnung	Bezeichnung des Ereignisses, Details siehe Feld Beschreibung
Kategorie	Kategorie des Ereignisses Die Kategorie "USRMGMNT" kennzeichnet alle Einträge, welche von der Benutzerverwaltung stammen. Alle anderen Kategorien werden von ASpect CS eingetragen.
Benutzer	Zum Zeitpunkt des Eintrags angemeldeter Benutzer
Beschreibung	Genauere Angaben zur Ursache des markierten Eintrags

Audittrail aktualisieren

Mit Klick auf **Aktualisieren** aktualisieren Sie die Eintragsliste des Audittrails. Dies kann notwendig sein, wenn bei bereits geöffneter Audittrail-Anzeige weitere Einträge hinzugefügt werden.

Audittrail exportieren

Sie können die Audittrail-Einträge können in eine CSV-Datei exportieren, wenn Sie Administratorrechte haben. Die Exportfunktion ist nur verfügbar, wenn der Audittrail in der Benutzerverwaltung geöffnet wurde.

- ▶ Mit einem Klick auf **Exportieren** das Fenster **Speichern unter** öffnen.

- ▶ Einen Pfad und den Namen eingeben und mit Klick auf **OK** bestätigen.
 - ✓ Die Audittrail-Datei wird exportiert.

Audittrail filtern

Sie können den Audittrail nach bestimmten Bezeichnungen, Kategorien oder Benutzern filtern und den Zeitraum der Einträge eingrenzen.

- ▶ Auf **Filtern** klicken und im Fenster Audittrail filtern den Suchfilter spezifizieren.
- ▶ Mit Klick auf **Filter löschen** die Einschränkungen durch den Filter aufheben.

Audittrail drucken

Sie können den Audittrail drucken. Wenn Sie die Einträge gefiltert haben, werden nur die gefilterten Einträge gedruckt.

- ▶ Den Ausdruck der aktuellen Audittrail-Ansicht mit Klick auf **Drucken** starten. Es öffnet sich das Druckfenster.
- ▶ Dort in der Liste **Ausgabe auf** das Ausgabeformat wählen.
- ▶ Den Ausdruck mit Klick auf **Starten** starten.
 - ✓ Der Audittrail wird im gewählten Ausgabeformat ausgegeben.

12.3 Elektronische Signaturen

In ASpect CS können Ergebnisdaten elektronisch signiert werden. Die Signatur schließt die Arbeit an einer Datei ab, spätere Dateiänderungen führen zu einem ungültigen Signaturstatus. Signaturbedeutungen werden in den allgemeinen Einstellungen der Benutzerverwaltung angelegt. Ein signierender Benutzer muss die entsprechenden Berechtigungen in seinem Benutzerkonto besitzen.

Durch den Signaturvorgang werden die Dateien verschlüsselt, mit einem Signaturstatus und den Daten des signierenden Benutzers versehen. Zusätzlich wird eine verschlüsselte Signaturdatei mit gleicher Bezeichnung wie die Ergebnisdatei, jedoch mit der Dateierweiterung ".sig" angelegt. Diese Datei enthält die Prüfsummen der Ergebnisdatei einschließlich (wenn vorhanden) der Spektrendatei.

Eine Datei kann von mehreren Benutzern signiert werden.

12.3.1 Messergebnisse signieren

Messergebnisdateien können im Anschluss an die Messung oder nach späterem Laden der Datei durch berechtigte Benutzer im Fenster **Signieren** mit einer elektronischen Signatur versehen werden.

Optionen im Fenster Signieren

Option	Beschreibung
Benutzername	Anmeldename des aktuellen Benutzers Der Benutzername kann geändert werden. Dies ermöglicht das Signieren durch weitere Benutzer.
Kennwort	Kennwort des Benutzers
Bedeutung	Signaturbedeutung Die Liste der Signaturbedeutungen wird durch den Administrator der Benutzerverwaltung festgelegt.
Kommentar	Optionale Bemerkungen (max. 256 Zeichen)
Signieren	Dokument mit den oben getätigten Einstellungen signieren

Ergebnisse signieren

- ▶ Messergebnisse zum Signieren im Hauptfenster der Software anzeigen.

- ▶ Den Menüpunkt **System | Ergebnisse signieren** wählen.
- ▶ Benutzernamen und Kennwort eingeben.
- ▶ Signaturbedeutung wählen.
- ▶ Auf **Signieren** klicken.
 - ✓ Es erfolgt eine Rückfrage, ob die Signatur erteilt oder der Vorgang abgebrochen werden soll. Die erfolgreiche Erteilung der Signatur wird bestätigt.

Sehen Sie dazu auch

📖 Allgemeine Einstellungen der Benutzerverwaltung konfigurieren [▶ 176]

12.3.2 Signatur anzeigen

Bei der Vorschau oder dem Ausdruck signierter Ergebnisdaten wird am Ende des Protokolls ein Abschnitt **Signaturen** angehängt. Dieser enthält alle elektronischen Signaturen der entsprechenden Datei:

Option	Beschreibung
Erteilt von	Vollständiger und Anmeldename des Benutzers, der die Datei signiert hat
Signiert am	Datum/Zeit der Signaturerteilung
Status	Der Signaturstatus kann eine der folgenden Bedeutungen annehmen: Gültig Signatur und Ergebnisdaten sind vollständig und korrekt. Die berechneten Prüfsummen der Dateien zeigen keine Differenzen zu den in der Signaturdatei gespeicherten Prüfsummen zum Zeitpunkt der Signatur. Ungültig (Fehlende oder ungültige Signaturdatei) Die zum Datensatz gehörende Signaturdatei wurde nicht gefunden oder ist fehlerhaft. Ungültig (TPS-Daten) Die Ergebnisdatei wurde nach dem Signieren geändert. Der Vergleich zwischen den neu berechneten und den gespeicherten Prüfsummen zeigt Differenzen. Ungültig (SPK-Daten) Die Datei mit den Spektrenrohdaten wurde nach dem Signieren geändert. Der Vergleich zwischen den neu berechneten und den gespeicherten Prüfsummen zeigt Differenzen.
Bedeutung	Signaturbedeutung
Kommentar	Optionaler Kommentar in der Signatur

12.4 AJ File Protection

Die optionale Software AJ File Protection schützt Dateien gegen beabsichtigte und unbeabsichtigte Datenmanipulation, z. B. Löschen oder Verändern von Daten. Dabei erlaubt ein Filtertreiber Verzeichniszugriffe durch hierfür autorisierte Anwendungen, Zugriffe durch andere Anwendungen werden blockiert. Die Funktion von Virenscannern sowie professioneller Replikations-, Synchronisations- oder Datensicherungssoftware wird bei Einhaltung der Microsoft-Standards nicht beeinträchtigt.

AJ File Protection muss durch den Systemadministrator installiert und konfiguriert werden. Die Installation erfordert Administratorrechte.

Eine detaillierte Beschreibung der Installation und der Konfiguration der Software finden Sie auf der Installations-CD.

In Verbindung mit den separaten Rechten zum automatischen Speichern und Exportieren gewährleistet die Software AJ File Protection eine lückenlose Datensicherheit von der Methodenerstellung, der Datenaufnahme und Auswertung bis zur Archivierung.

13 Anhang

13.1 Übersicht über Markierungen in der Werteanzeige

Bemerkung	Bedeutung	Werte	Ausgabe
> KAL	Probenmittelwert ist größer als der Arbeitsbereich der Kalibrierkurve	Mittelwerte	Ablauf- und Ergebnisfenster
< KAL	Probenmittelwert ist kleiner als der Arbeitsbereich der Kalibrierkurve	Mittelwerte	Ablauf- und Ergebnisfenster
< NWG	Probenwert ist kleiner als die Nachweisgrenze	Mittelwerte	Ablauf- und Ergebnisfenster
< BG	Probenwert ist kleiner als die Bestimmungsgrenze und größer als die Nachweisgrenze	Mittelwerte	Ablauf- und Ergebnisfenster
RSD !	Probenmittelwert oder Standardmittelwert liegt außerhalb des Bereichs der vorgegebenen relativen Standardabweichung	Mittelwerte	Ablauf- und Ergebnisfenster
RR!	Probenmittelwert oder Standardmittelwert liegt außerhalb des Bereichs der vorgegebenen relativen Spannweite	Mittelwerte	Ablauf- und Ergebnisfenster
Faktor!	Grenzüberschreitung des Rekalibrierfaktors für die Kalibrierkurve	Kalibrierkurve	Ablauf- und Ergebnisfenster
R ² (adj.) bzw. R	Bestimmtheitsmaß der Regression R ² (adj.) oder R (je nach Auswahl im Fenster Optionen / Kalibration) der Kalibrierkurve unterschreitet den vorgegebenen Wert	Kalibrierkurve	Ablauf- und Ergebnisfenster Fenster Kalibrierkurve
MAN	Probeneinzelwert oder Standard-einzelwert wurde manuell aus der Berechnung der Probenmittelwerte ausgeschlossen	Probeneinzelwerte	Fenster Probeneinzelwerte
KOR	Probeneinzelwert oder Standard-einzelwert wurde automatisch durch Grubbs-Ausreißertest aus der Berechnung der Probenmittelwerte ausgeschlossen	Probeneinzelwerte	Fenster Probeneinzelwerte

13.2 Beschreibung der verwendeten Algorithmen zur spektralen Untergrundkorrektur

Die spektrale Untergrundkorrektur wird für jedes Einzelspektrum separat durchgeführt. Man erhält ein zeitaufgelöstes Extinktionssignal mit einer Anzahl von Extinktionswerten, das von der Messzeit abhängt. Ein einzelner Extinktionswert wird für jedes Auswertungspixel (Fenster **Methode / Auswertung**, Spalte **Ausw.pixel**) berechnet und über die Anzahl der Auswertungspixel aufsummiert. Aus dem Extinktionssignal wird je nach AAS-Technik ein Höhen-, Flächen- oder Mittelwert berechnet.

13.2.1 Untergrundkorrektur "ohne Referenz"

Berechnung des Referenzwerts	Der Referenzwert wird durch Mittelwertbildung der statisch gesetzten Pixel des Messbereichs gebildet. Sind keine statischen Pixel gesetzt, dann erfolgt die Mittelwertbildung über alle Pixel des Bereichs, wobei ein Bereich von +/-10 Pixel um das Messpixel nicht berücksichtigt wird. Ein separat aufgenommenes Referenzspektrum wird nicht benötigt.
Berechnung der Extinktionsspektren	$\text{Extkorr} = \lg(I_0/I_{\text{peak}})$ <p> I_0 Mittelwert der Pixel innerhalb des Spalts, ausgenommen Messpixel +/- 10 Pixel I_{peak} Messpixel </p>
Grenzen	Flammen- und andere Molekülstrukturen, die in einem separaten Referenzspektrum erfasst würden, werden nicht kompensiert. Aufgrund einer ungleichmäßigen CCD-Ausleuchtung kann das Extinktionsspektrum eine fallende oder steigende Basislinie zeigen. Diese Korrektur entspricht der Breitband-D2-Korrektur der Linien-AAS.

13.2.2 Untergrundkorrektur "mit Referenz"

Berechnung des Referenzwerts	Die einzelnen Extinktionsspektren werden aus den Einzelspektren der Probe und dem mittleren normierten Referenzspektrum berechnet. Das mittlere normierte Referenzspektrum erhält man, indem die Flächen (Summen) der einzelnen Referenzspektren durch die Fläche des Mittelwertreferenzspektrums geteilt (normiert) werden. Anschließend werden die normierten Einzelspektren erneut gemittelt.
Berechnung der Extinktionsspektren	<p>Bedingt durch die Fluktuation der Lichtquelle und des Atomisators weisen die erhaltenen Extinktionsspektren mehr oder minder stark geneigte und gekrümmte Basislinien mit unterschiedlichen Offsetwerten auf. In einem weiteren Schritt wird daher für jedes Einzelspektrum eine Basislinie angepasst. Hierzu werden Stützpunkte (UGK-Punkte) gesetzt, durch die ein Polynom gelegt wird. Das Anpassungspolynom ist maximal ein Polynom zweiten Grades. Der Grad wird anhand der Anzahl und der Verteilung der Stützpunkte bestimmt, wobei Stützpunkte, die weniger als 10 Pixel auseinanderliegen zu einer Gruppe zusammengefasst werden.</p> <p>Die angepasste Basislinie wird von den Extinktionsspektren subtrahiert. Anschließend kann der Extinktionswert direkt bestimmt werden.</p> <p>Die UGK-Punkte können entweder statisch oder dynamisch (automatisch) gesetzt werden.</p> <p>Statisch: Die UGK-Punkte werden manuell oder aus einer Liste im Bereich Mittenpixel +/- 0.5 x Messbereich gesetzt.</p> <p>Dynamisch: Die UGK-Punkte werden durch einen Algorithmus gesucht.</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Ziel: Identifizierung der Pixel, die sich nicht signifikant vom Basislinienrauschen unterscheiden. Hierzu werden die Gradienten des betrachteten Pixel zu den +/-3 Nachbarpixeln untereinander berechnet und auf Gradientenwechsel getestet. ■ Die UGK-Punkte der Einzelspektren werden zusammengefasst. Wenn ein bestimmtes UGK-Pixel mit einer definierten Häufigkeit gefunden wird, dann wird dieses Pixel als UGK-Punkt für das Mittelwertspektrum herangezogen. ■ Nebenbedingungen: Wenn alle UGK-Punkte auf einer Seite des Messpixels liegen wird ein Fehler ausgegeben. Bei einseitiger Anbindung kann die Extrapolation des Polynoms zu großen Fehlern führen. Der Stützstellensuch-Algorithmus erkennt einen Gradienten erst dann, wenn die Extinktionsdifferenz zwischen vier benachbarten Pixel einen bestimmten Betrag ($>2E-4/\text{Pixel}$) überschreitet.

- Der Bereich Messpixel +/- 10 Pixel wird von der Suche ausgeschlossen.

Grenzen

Mit überlappenden Strukturen über den gesamten Bereich des spektralen Spaltes hat der Algorithmus grundsätzliche Probleme, da dann kein Bereich vom Basislinienrauschen dominiert wird. Hier erfolgt eine dynamische Anpassung der Häufigkeit, d.h. das Entscheidungskriterium wird graduell gelockert. Wenn dies nicht zu einer ausreichenden Anzahl von UGK-Punkten führt, dann werden statische Pixel gesetzt, die als Voreinstellung in der Linientabelle abgespeichert sind.

13.2.3 Untergrundkorrektur "IBC" und "IBC-m"

Die Untergrundkorrektur **IBC** (IBC= Interative Basislinienkorrektur) basiert auf einer iterativen Filterung der Intensitätsspektren. Untergrundstrukturen, die breiter als der Analytpeak sind werden eliminiert. Der Algorithmus eignet sich für komplexe spektrale Untergründe.

IBC-m ist ein spezieller interaktiver Filteralgorithmus zur Bestimmung breitbandiger Molekülstrukturen.

13.2.4 Spektrensubtraktion (Korrektur permanenter Strukturen)

Anwendung

Multivariate Korrektur von Flammenstrukturen und anderen Interferenzen, die in Referenz- und Probenspektrum in unterschiedlicher Intensität vorhanden sind.

Annahmen

- Das Summenspektrum ist die gewichtete Summe der Spektren der Reinsubstanzen und des Rauschens.
- Andere Wellenlängenbereiche (z.B. zusätzliche Analytbanden, die nicht im Korrekturspektrum vorhanden sind) sind nicht vorhanden oder werden ausgeblendet
- Keine bzw. nur sehr geringe Wellenlängenverschiebungen zwischen Proben- und Korrekturspektrum, da diese zu Artefakten führen.

Das Flammenstrukturspektrum wird aus dem Referenzspektrum nach $Ext_{\text{kor}} = \lg(I_0/I_{0-\text{Offset}})$ berechnet, für weitere Molekülkorrekturen sind Spektren der Reinsubstanzen erforderlich.

Die Grundlage für die Berechnung ist die multivariate klassische Kalibration:

$$y = X \cdot b + e$$

m – Anzahl Wellenlängen/Pixel
 n – Anzahl der Reinsubstanzspektren
 y – Summenspektrum ($m \times 1$)
 X – Matrix der Reinsubstanzspektren ($m \times n$)
 b – Koeffizientenvektor

$$b(\text{geschätzt}) = X^+ \cdot y \text{ mit } X^+ = (X^* X)^{-1} X^* y \text{ (Pseudoinverse)}$$

Das Produkt aus Reinsubstanzspektrum und Koeffizient kann dann vom Probenspektrum subtrahiert werden:

$$y_N = x_N - \sum (b_i x_i), \text{ mit } i = 1 \dots \text{außer } N \text{ (Index des interessierenden Spektrums)}$$

Sehen Sie dazu auch

 Korrekturmodell für spektrale Korrekturen erstellen [► 96]

13.3 Speicherort ASpect CS Dateien

Die für die Dateispeicherung verwendeten Ordner unterscheiden sich je nach Installationsoptionen und verwendeter Windows-Version. Die folgende Übersicht beinhaltet die standardmäßig verwendeten Ordner. Die von der aktuellen Installation verwendeten Ordner werden im Fenster Optionen / Ordner angezeigt.

Arbeitsverzeichnis und Unterordner

Laufwerk:>Benutzer>Öffentlich>Öffentliche Dokumente>Analytik Jena>ASpect CS

Typ	Ordner	Dateien
Ergebnisse	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS\<Technik>\Results	*.tps – Ergebnisliste *.spk – Spektrendaten
Methoden-, Sequenzen- und Korrekturspektrendaten	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS\<Technik>\meth	*.tps
Optimierungsergebnisse (z.B. Optimierung des Ofenprogramms)	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS\<Technik>\opt	*.tps
Default-Parameter	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS\<Technik>\tables	*.dat
Proben-ID-Dateien, Einheiten-Dateien und exportierte Dateien (*.csv)	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS\user	*.tps; *.csv
Reportvorlagen	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS\user\Reports	*.lst – Template *.jpg – Vorschaudatei
Optionen und Justierwerte	C:\User\Public\Documents\Analytik Jena\ASpect CS	*.cfg; *.ini

Anwendungsdaten (und Unterordner)

Laufwerk:>ProgramData>Analytik Jena>ASpectCS

Typ	Ordner	Dateien
Linienlisten	C:\ProgramData\Analytik Jena\ASpectCS\<Technik>\tables	Lines.dat
Gerätedaten und vordefinierte Kommentare	C:\ProgramData\Analytik Jena\ASpectCS	*.dat; *.tps
Daten der Benutzerverwaltung und des Audittrails	C:\ProgramData\Analytik Jena\ASpectCS\UserMgmt	UsrIrv.tps – Benutzerdatenbank Eventlog*.tps – Audittrail

Programm

Laufwerk:>ProgramData | Analytik jena>ASpect CS oder

Laufwerk:>Programme(x86)>Analytik Jena>ASpectCS

Typ	Ordner	Dateien
Geräte und Systemkonfiguration	C:\Program Files (x86)\ASpectCS	ASpectCS.ini

Technik: FL – Flamme, EA – Graphitofen, EAS – Feststoff-Graphitofen, HS – Hydrid, HF – HydrEA

Vor einer kompletten Wiederherstellung (Anwendungen und Daten) muss zusätzlich die ASpect CS Installation ausgeführt werden.

Hinweise zur Anzeige von Ordnern und Dateinamenerweiterungen

Bei einigen Ordnern kann es sich um versteckte Ordner handeln. Möglicherweise ist auch die Anzeige von Dateinamenerweiterungen ausgeschaltet. Wählen Sie im Windows Explorer den Menüpunkt **Ansicht**, um ausgeblendete Dateien, Ordner und Erweiterungen anzuzeigen.