

**Berichte der Sektion
Waldökosystemforschung, Reihe B, Band 81
2016**

**Probenvorbereitungs-, Untersuchungs-
und Elementbestimmungs- und
Qualitätskontrollmethoden
des Umweltanalytik-Labors der
Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt**

**3. Ergänzung: 1999 - 2011
Teil 3: Gerätekurzanleitungen**

von

**Nils König
Heike Fortmann**

Göttingen 2016

Inhaltsübersicht Band 79-81:

Band 79:

Probenvorbereitungsmethoden und Untersuchungsmethoden

Band 80:

Elementbestimmungsmethoden und Qualitätskontrollmethoden

Band 81:

Gerätekurzanleitungen

Inhalt Band 81:

Inhaltsübersicht Band 79-81	3
Inhalt Band 81	3
Vorwort	5
Danksagung	6
Allgemeiner Aufbau der Gerätekurzanleitungen	7
Listen der verwendeten Abkürzungen	7
Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Gerätekurzanleitungen	9
Liste der Untersuchungsmethoden	12
Liste der Elementbestimmungsmethoden	15
Gerätekurzanleitungen	27

Vorwort

Bei Inbetriebnahme des Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt im Jahre 1989 wurde von der Laborleitung entschieden, alle verwendeten Methoden gut zu dokumentieren und auch eventuell nötige Änderungen oder Verbesserungen stets festzuhalten. Dass dieser gute Vorsatz in der Praxis eines Routinelabors nicht immer leicht zu erfüllen ist, können die Kolleginnen und Kollegen anderer Labors sicher gut nachvollziehen. Fragt man nämlich bei anderen Labors einmal nach Details einer verwendeten Methode, so liegen oft nur veraltete Methodenbeschreibungen und Handaufzeichnungen beim Laborpersonal vor. Detaillierte Methoden-Veröffentlichungen sind relativ selten.

Mit Einführung des Laborproben-Informationssystems LAPIS wurde entschieden, zu jedem Einzelanalysen-Wert ein Methoden-Code abzuspeichern, um auch nach vielen Jahren noch nachvollziehen zu können, mit welcher Methode, welchem Analysegerät und nach welcher Probenvorbereitung und -Behandlung der Analysenwert ermittelt wurde. Mit Hilfe des Methoden-Codes konnten auch kleinere Änderungen an einer Methode dokumentiert werden, was sich sehr bald als sinnvoll und nötig erwies. So sind zum Beispiel innerhalb von 6 Jahren allein 9 verschiedene oder geänderte Nitrat-Bestimmungsmethoden verwendet worden, mit denen zum Teil nicht voll vergleichbare Daten gemessen wurden, wie sich später herausstellte.

1994 haben wir begonnen, zu jedem Methoden-Code eine vollständige Beschreibung der Probenbehandlungs-, Untersuchungs-, oder Analysenmethode, der Geräteparameter, der Gerätebedienung und der Datenauswertung sowie Datendokumentation anzufertigen bzw. die vorhandenen Beschreibungen in eine einheitliche Form zu übertragen. Der Umfang von ca. 1.400 Seiten hat uns selbst überrascht und zu der späten Veröffentlichung 1996 (Band 46-48) bzw. 1999 (Band 49) geführt. 1999 erschienen die ersten Ergänzungsbände (Band 58-60) mit den Methodenbeschreibungen aus den Jahren 1996 bis 1998. Leider ist es uns nicht wie geplant gelungen, alle 2 Jahre weitere Ergänzungsbände zu erstellen. Die Einführung unseres neuen Labordaten-Informations- und Managementsystems (LIMS) LABBASE, hohe Arbeitsbelastung, Strukturreformdiskussionen und schließlich die Umwandlung der Niedersächsischen in die neue Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt haben immer wieder zu Verzögerungen bei der Veröffentlichung unserer Labormethoden geführt.

In den vergangenen 10 Jahren sind allein weit über 200 neue Elementbestimmungsmethoden und zahlreiche Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Qualitätskontrollmethoden hinzugekommen. In 2009 wurden in 4 Ergänzungsbänden alle neuen Elementbestimmungsmethoden mit Anhängen und Sammelanhängen bis Ende 2008 abgedruckt. Nun liegen die Ergänzungsbände mit den Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Qualitätskontrollmethoden sowie den Gerätekurzanleitungen vor. Wir hoffen, dass in Zukunft alle neuen Methoden zeitnah veröffentlicht werden.

Wir sind uns bewusst, dass wir mit dieser sehr detaillierten Dokumentation einen sehr weitgehenden Einblick in unsere Laborarbeit geben, die sicherlich

nicht fehlerfrei ist. Wir möchten damit auch zur Diskussion über Methoden-Auswahl und -Durchführung, über Qualitätskontrolle und Datendokumentation und nicht zuletzt über Methoden- und damit Datenvergleichbarkeit anregen. Verbesserungs- und Korrektur-Vorschläge nehmen wir dankbar entgegen.

Nils König

Heike Fortmann

Abteilung Umweltkontrolle, Sachgebiet Umweltanalytik
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt

Danksagung

Diese Veröffentlichung wäre nicht möglich gewesen ohne die vielfältige Arbeit aller Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Labors, die bei der Einarbeitung, Durchführung und Verbesserung sowie bei der Fort- und Neuentwicklung der Methoden mitgewirkt haben.

Folgende Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter haben sich um die Weiterentwicklung, Verbesserung und Dokumentation von Methoden sowie deren Tests und Einführung in die Routine verdient gemacht: Frau **Claudia Günther**, Frau **Sandra Gries**, Frau **Silke König**, Frau **Heike Koopmann**, Frau **Loan Mai**, Frau **Barbara Seewald**, Frau **Susanne Weinrich** und Frau **Ellen Wolff**.

Für die Entwicklung und den Bau von verschiedenen Labor-Anlagen, Labor-Geräten und Arbeitshilfen gebührt unser Dank Herrn **Rolf Würriehausen** und Herrn **Frank Heun**.

In allen Fragen der Daten-Kontrolle, -Verarbeitung, -Sicherung und -Dokumentationen wurden wir von Herrn **Eberhart Bockhorst** und Herrn **Andreas Schulze** stets beraten und durch Programmierungsarbeiten unterstützt, wofür wir herzlich danken.

Allgemeiner Aufbau der Gerätekurzanleitungen

Die äußere Form und die Titelseite aller Gerätekurzanleitungen ist gleich aufgebaut. Jede Seite hat eine **Kopfzeile**, in der die Kurzform des Gerätenamens, der Geräte-name, die Anleitungs-Nr. und die Seitenzahl eingetragen sind.

Auf der **Titelseite** ist direkt unter der Kopfzeile das **Einführungsdatum der Kurzanleitung** angegeben. Es folgt in Fettdruck die Gerätebezeichnung mit Herstellerfirma. In einer **Tabelle** sind alle **Elementbestimmungsmethoden**, **Untersuchungsmethoden** oder **Probenvorbereitungsmethoden** aufgelistet, zu denen diese Gerätekurzanleitung als Anhang dazugehört.

Es folgt ein **Inhaltsverzeichnis** der Kurzanleitung sowie in einem Kasten **wichtige Hinweise** zur Gerätebenutzung.

Am Ende der Titelseite sind in einem Kasten die zur Anleitung gehörenden **Anhänge** angegeben.

Der **Text** der Gerätekurzanleitung beschreibt die im Routinefall durchzuführenden, zeitlich aufeinanderfolgenden Arbeitsschritte bei der Benutzung des betreffenden Gerätes. Bei Geräten mit PC-Steuerung sind insbesondere alle am Computer durchzuführenden Einzelschritte im Steuerungsprogramm aufgeführt. Die Anleitung kann jedoch in keinem Fall eine ausführliche Geräteeinweisung und das Geräte-Handbuch ersetzen.

In den **Anhängen** am Ende der Kurzanleitung sind unterschiedliche Detailinformationen zur Gerätebenutzung angegeben.

In den folgenden Tabellen sind die **verwendeten Abkürzungen** für Analysengeräte (Tabelle 1) und für die Untersuchungsverfahren (Tabelle 2), aufgelistet.

Tabelle 1: verwendete Abkürzungen für Analysengeräte

Abkürzung	Gerät
AAS	Atomabsorptionsspektrophotometer AAS(G): mit Graphitrohrofen-Atomisierung AAS(FI): mit Flammen-Atomisierung
CFC	Continuous-Flow-Colorimeter
CFE	Continuous-Flow-Elektrochemie
CNS	Elementaranalysator für C, N und S
GC	Gaschromatograph
IC	Ionenchromatograph
ICP	Induktiv-gekoppeltes Plasma-Spektrophotometer
LFM	Leitfähigkeitsmessgerät
PHM	pH-Meter
SCH	Scheibler-Apparatur zur CO ₂ -Bestimmung
TIT	Titratoren für pH- und Leitfähigkeitstitrationsen
TOC	Total-Organic-Carbon-Analysator
TN	Total-Nitrogen-Analysator
WG	Waage

Tabelle 2: Abkürzungen für Untersuchungsmethoden

Abkürzung	Untersuchungsverfahren
ANULL	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Flüssige Proben)
ATNULL	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Festproben)
AKE	effektive Austauschkapazitäts-Bestimmung
AKEG	Europäische Methode zur Austauschkapazitätsbestimmung
AKH	Austauschkapazitätsbestimmung an Humusproben
AKT	totale (potentielle) Austauschkapazitäts-Bestimmung
BGW	Blattgewicht
BNK	Basen-Neutralisierungs-Kapazitäts-Bestimmung
Clges	Gesamt-Chlor-Bestimmung
CNMIK(F)	C- und N-Bestimmung der mikrobiellen Biomasse
CO2ATM	CO ₂ -Atmung
CO3ges	Carbonat-Bestimmung
DAN	Druckaufschluss mit Salpetersäure
DANF	Druckaufschluss mit Salpeter- und Flussssäure
EXT1:2H2O	wässriger 1:2-Extrakt
EXT1:2ALKP	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion im wässrigen 1:2-Extrakt
EXTEDTA	EDTA-Extrakt
EXTOX	Oxalat-Extrakt
FBA	Feinbodenanteil-Bestimmung
GBL	Gleichgewichts-Bodenlösung
GBLALKP	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion in der GBL
Nmin	Bestimmung der mineralischen Stickstoff-Fraktion
NGW	Nadelgewicht
KOMPAL	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion
OAKW	offener Aufschluss mit Königswasser
OAKWEG	Europäische Variante des offenen Aufschlusses mit Königswasser
PHH2O	pH-Bestimmung in wässriger Suspension
PHKCl	pH-Bestimmung in KCl-Suspension
PHCaCl2	pH-Bestimmung in CaCl ₂ -Suspension
TRD	Trockenraumdichte-Bestimmung
TRDF	Trockenrohdichte des Feinbodens
TRDFBA	Trockenrohdichte und Feinbodenanteil (BDF-Flächen)
WGH	Wassergehalts-Bestimmung

**Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.11 neu
hinzugekommenen Gerätekurzanleitungen
(neue Anleitungen im Fettdruck; mit Einführungsdatum)**

Geräte- Kurzanleitung	Datum	gültig für Elementbestimmungsmethoden, Untersu- chungsmethoden, Probenvorbereitungs-methoden:
AAlI1.1	1.1.89	SSO4CFC1.1
AAlI2.1	1.1.89	NNgesCFC1.1
AAlI3.1	1.12.94	NNgesCFC1.2
AAS(FI)1.1	1.1.89	MMgesAAS1.1 (M = Al, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Pb, Si, Zn), MMgesAAS2.1 (M = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Zn), MgMgAAS2.2
AAS(FI)2.1	1.1.90	MMgesAAS1.1 (M = Al, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Pb, Si, Zn), MMgesAAS2.1 (M = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Zn), MgMgAAS2.2
AAS(FI)3.1	1.3.92	MMgesAAS1.1 (M = Al, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Pb, Si, Zn)
AAS(FI)4.1	1.11.2001	MMgesAAS6.1 (M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Na) MMgesAAS7.1 (M = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Na) MMgesAAS7.2 (M = Na, K)
AAS(G)1.1	1.1.89	MMgesAAS3.1 (M = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb), MMgesAAS3.2 (M = Cd, Pb), MMgesAAS4.1 (M = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb), MMgesAAS4.2 (M = Cd, Co, Ni, Pb), MMgesAAS5.1 (M = Cd, Cu), CuCugesAAS5.2
AAS(G)2.1	1.2.2005	MMgesAAS8.1 (Cd, Pb, Cu)
AKE1.1	1.3.90	AKE1.1
AKE1.2	1.1.91	AKE1.1, AKH3.1
AKE2.1	1.1.91	AKT1.1, AKT2.1 (hier heißt sie AKT1.1)
ALLIANCE1.1	1.3.91	SSO4CFC1.2
ALLIANCE2.1	1.7.97	NNgesCFC4.1, NNH4CFC3.1, NNO3CFC4.1, CICIPFE2.1
ALLIANCE3.1	1.12.1999	CICIPFE2.2, NNgesCFC4.2, NNH4CFC3.2, NNO3CFC4.2
C1.1	1.12.2006	CCO3C1.1, CCorgC1.1
CN1.1	20.8.2004	CCgesCNS5.1, NNgesCNS5.1, CCgesCNS5.2, NNgesCNS5.2
CN2.1	20.8.2004	CCO3CNS1.1, CCorgCNS2.1
CNS1.1	1.1.89	CCgesCNS1.1+1.2, NNgesCNS1.1+1.2, SSgesCNS1.1
CNS2.1	1.1.89	SSgesCNS1.1
CNS3.1	1.2.96	CCgesCNS2.1, NNgesCNS2.1
CNS3.2	1.10.97	CCgesCNS2.2, NNgesCNS2.2, CCorgCNS1.1
CNS4.1	1.9.97	CCgesCNS3.1, NNgesCNS3.1
FILT1.1	1.1.90	F4.1
GC1.1	1.6.96	CCO2GC1.1
IC1.1	1.8.92	CICIIC1.1, NNH4IC1.1, NNO3IC1.1, PPO4IC1.1, SSO4IC1.1

IC2.1	15.12.2007	MMgesIC2.1 (Ca, K, Mg, Na,), NNH4IC2.1, CICIIC2.1, NNO2IC2.1, NNO3IC2.1, PPO4IC2.1, SSO4IC2.1
ICP1.1	1.1.91	MMgesICP1.1 (M = Al, Ba, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, Pb, S, Si, Zn)
ICP1.2	1.5.94	MMgesICP1.1 (M = Ba, Cd, Sr), MMgesICP1.2 (M = Al, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, Pb, S, Si, Zn), PbPbgesICP1.3, MMgesICP3.1 (M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na)
ICP1.3		MMgslCP3.2 (M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na)
ICP2.1		TiTigesICP1.1, MMgesICP2.1 (M = Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn), MMgesICP2.2 (M =Al, As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, P, Pb, S, Zn), MMgesICP3.1 (M = As, Cd, Co, Cr,Cu, Ni, P, Pb, S, Zn), MMgesICP4.1 (M =Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn), MMgesICP4.2 (M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, MMgesICP5.1 (M =Al, Ca, Fe, Mg, Mn)
ICP3.1	15.2.2003	MMgesICP7.1, 7.2, 7.3 (M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P) MMgesICP8.1, 8.2 (M = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Ti, Zn) MMgesICP10.1 (M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na) SSgesICP10.3 MMgesICP13.1 (M = Ca, K, Mg, Na)
ICP4.1	1.9.2006	MMgesICP14.1 (M = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn) MMgesICP15.1 (M= Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn) MMgesICP16.1 (M = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn) MMgesICP19.1 (M = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn)
LFM1.1	1.1.89	LFLFM1.1
LFM2.1	1.6.97	LFLFM1.2
PHM1.1	1.1.89	HH+PHM1.1+1.2, HH+(0-5)PHM1.1
PHM2.1	1.1.89	HH+PHM1.1+1.2, HH+(0-5)PHM1.1, HH+PHM3.1
PHM3.1	1.11.95	HH+PHM2.1, HH+(0-5)PHM2.1
PHM4.1	1.3.97	HH+PHM1.3
PHM5.1	1.12.2000	HH+PHM4.1
PHM6.1	1.6.2006	LFLFLFM2.1, HH+PHM6.1
PHM7.1	01.6.2006	HH+PHM7.1
PHM8.1	1.9.2009	HH+1PHM6.1, HH+2PHM6.1
SKALAR1.1	1.7.1999	CICICFE3.1, NNH4CFC4.1, NNH4CFC4.2, NNO3CFC5.1
SKALAR1.2	1.12.1999	CICICFE3.2, NNH4CFC4.2, NNO3CFC5.2
SKALAR1.3	1.12.2002	CICICFE3.2, LFLFCFC1.1, NNgesCFC5.1, NNH4CFC4.2, NNH4CFC5.1, NNO3CFC5.2, NNO3CFC6.1
SKALAR1.4	15.1.2006	NNH4CFC4.3, NNH4CFC5.1, NNO3CFC5.3, NNO3CFC6.1

SKALAR1.5	1.3.2007	NNO3CFC6.2, NNH4CFC6.1, NNH4CFC7.1, NNO3CFC5.4
TIT1.1	1.5.89	HH+TIT1.1, LFTIT1.1
TIT2.1	1.1.2000	ALK37TIT1.1, ALK40TIT1.1, ALK43TIT1.1, ALK45TIT1.1
TIT2.2	1.1.2007	ALK37TIT1.1, ALK40TIT1.1, ALK43TIT1.1, ALK45TIT1.1
TIT3.1	29.10.2009	ALK37TIT2.1, ALK40TIT2.1, ALK43TIT2.1, ALK45TIT2.1
TIT4.1	1.4.2011	HAHKTIT2.1, SASKTIT2.1
TOC1.1	1.1.89	CCanorgTOC1.1, CCgesTOC1.1
TOC2.1	1.10.91	CCanorgTOC2.1+2.2, CCgesTOC2.1+2.2
TOC2.2	1.6.97	CCanorgTOC2.3, CCgesTOC3.2
TOC3.1	1.1.1999	CCanorgTOC3.1, CCgesTOC3.1, CCorgTOC2.1, NNgesTOC1.1
TOC3.2	1.12.1999	CCgesTOC3.2, NNgesTOC2.1
TOC3.3	15.12.2007	CCgesTOC3.3, NNgesTOC2.2, CanorgTOC3.2, CCorgTOC2.2
TOC4.1	28.8.2008	NNgesTOC3.1, CCgesTOC4.1 Loan (CNMIK)
TRAACS1.1	1.1.89	CICICFC1.1, NNH4CFC1.1, NNO3CFC1.1, PPO4CFC1.1+2.1
TRAACS1.2	1.10.89	CICICFC1.1+1.3, NNH4CFC1.1, NNO3CFC2.1, PPO4CFC1.1+2.1+2.2
TRAACS1.3	1.3.91	CICICFC1.2, NNH4CFC1.2, NNO3CFC1.2+2.2, PPO4CFC1.2+2.2
TRAACS1.4	1.12.93	CICICFC1.2+1.3, NNH4CFC1.3, NNO3CFC2.2, PPO4CFC1.2+2.2
TRAACS2.1	1.2.95	NNgesCFC2.1, NNH4CFC1.4+2.1, NNO3CFC2.3+2.4+3.1+3.2
TRAACS3.1	1.2.95	CICICFC1.2+1.4
TRAACS3.2	15.5.96	CICICFC1.5, CICICFE

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.96 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Untersuchungsmethoden
(neue Methoden im Fettdruck, korrigierte Methoden im kursiven Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden)

Boden:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
AKE1.1	Boden	01.03.1990	
AKEG1.1	Boden	01.01.1996	
AKEG2.1	Boden	01.06.2002	
AKT1.1	Boden	01.01.1989	31.12.1999
AKT2.1	Boden	01.01.1991	
ATNULL	Boden	01.01.1989	
CNMIK1.1	Boden	01.01.1996	
CNMIKF1.1	Boden	01.01.1996	
CO2ATM1.1	Boden	01.06.1996	
CO3ges1.1	Boden	01.01.1997	
CO3ges2.1	Boden	01.01.2004	
DAN1.1	Boden	01.01.1989	
DANF1.1	Boden	01.11.1998	
EXT12ALKP1.1	Boden	01.01.1989	
EXT12H2O1.1	Boden	01.01.1989	
EXTEDTA1.1	Boden	01.01.1993	
EXTOX1.1	Boden	01.07.2002	
FBA1.1	Boden	01.01.1989	
GBL1.1	Boden	01.01.1989	
GBLALKP1.1	Boden	01.01.1992	
<i>Nmin1.1</i>	Boden	01.01.1992	
OAKW1.1	Boden	01.06.1995	
OAKWEG1.1	Boden	01.12.1996	31.12.1999
OAKWEG2.1	Boden	01.01.2007	
pHCaCl2/1.1	Boden	01.01.1989	31.03.1991
pHCaCl2/1.2	Boden	01.04.1991	31.01.1995
pHCaCl2/1.3	Boden	01.02.1995	09.12.2000
pHCaCl2/3.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHCaCl2_5.1	Boden	10.12.2000	
pHCaCl2_6.1	Boden	01.12.2004	
pHH2O1.1	Boden	01.01.1989	31.03.1991
pHH2O1.2	Boden	01.04.1991	31.01.1995
pHH2O1.3	Boden	01.02.1995	09.12.2000
pHH2O3.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHH2O5.1	Boden	10.12.2000	
pHH2O6.1	Boden	01.12.2004	
pHKCl1.1	Boden	01.01.1989	31.03.1991
pHKCl1.2	Boden	01.04.1991	31.01.1995
pHKCl1.3	Boden	01.02.1995	09.12.2000
pHKCl3.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHKCl4.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHKCl5.1	Boden	10.12.2000	

pHKCl6.1	Boden	01.12.2004	
TRD1.1	Boden	01.01.1989	
TRDF2.1	Boden	01.06.2009	
TRDFBA1.1	Boden	01.06.2006	
WGH1.1	Boden	01.01.1989	
WGH2.1	Boden	01.01.1989	

Humus:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
AKEG1.1	Humus	01.01.2006	
AKEG2.1	Humus	01.01.2006	
AKH1.1	Humus	01.03.1990	31.05.1997
AKH1.2	Humus	01.06.1997	30.11.1997
AKH1.3	Humus	01.12.1997	28.02.1998
AKH1.4	Humus	01.03.1998	
AKH2.1	Humus	01.03.1990	31.05.1997
AKH2.2	Humus	01.06.1997	30.11.1997
AKH2.3	Humus	01.12.1997	28.02.1998
AKH2.4	Humus	01.03.1998	
AKH3.1	Humus	01.01.2006	
ATNULL	Humus	01.01.1989	
CNMIK1.1	Humus	01.01.1996	
CNMIKF1.1	Humus	01.01.1996	
CO2ATM1.1	Humus	01.06.1996	
CO3ges1.1	Humus	01.01.1989	
CO3ges2.1	Humus	01.01.2004	
DAN1.1	Humus	01.01.1989	
DAN2.1	Humus	01.01.1989	30.06.1996
DAN2.2	Humus	01.07.1996	
DANF1.1	Humus	01.11.1998	
HV1.1	Humus	01.01.1989	
HV2.1	Humus	01.01.2003	
HV3.1	Humus	29.11.2005	
HV4.1	Humus	01.06.2006	
Nmin1.1	Humus	01.01.1992	
OAKW1.1	Humus	01.06.1995	
OAKWEG1.1	Humus	01.12.1996	31.12.1999
pHCaCl2/2.1	Humus	01.01.1989	31.01.1995
pHCaCl2/2.2	Humus	01.02.1995	09.12.2000
pHCaCl2/3.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHCaCl2_5.1	Humus	10.12.2000	
pHCaCl2_6.1	Humus	01.12.2004	
pHH2O2.1	Humus	01.01.1989	31.01.1995
pHH2O2.2	Humus	01.02.1995	09.12.2000
pHH2O3.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHH2O5.1	Humus	10.12.2000	
pHH2O6.1	Humus	01.12.2004	
pHKCl2.1	Humus	01.01.1989	31.01.1995
pHKCl2.2	Humus	01.02.1995	09.12.2000

pHKCI3.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHKCI4.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHKCI5.1	Humus	10.12.2000	
pHKCI6.1	Humus	01.12.2004	
<i>WGH1.1</i>	<i>Humus</i>	<i>01.01.1989</i>	
WGH2.1	Humus	01.01.1989	

Pflanze:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
ATNULL	Pflanze	01.01.1989	
BGW1.1	Pflanze	01.01.1989	
Clges1.1	Pflanze	15.07.1991	
Clges1.2	Pflanze	01.01.1997	
DAN1.1	Pflanze	01.01.1989	
DAN2.1	Pflanze	01.01.1989	30.06.1996
DAN2.2	Pflanze	01.07.1996	
NGW1.1	Pflanze	01.01.1989	31.03.2000
NGW1.2	Pflanze	01.04.2000	
<i>WGH1.1</i>	<i>Pflanze</i>	<i>01.01.1989</i>	
WGH2.1	Pflanze	01.01.1989	

Wasser:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
ALK1.1	Wasser	02.02.2000	
ANULL	Wasser	01.01.1989	
KOMPAI1.1	Wasser	01.01.1989	

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Elementbestimmungsmethoden
(neue Methoden im Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden)

Element	Prüfmethodenname	gültig von	gültig bis
Al	AlAlgesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Al	AlAlgesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Al	AlAlgesAAS6.1	01.11.2001	
Al	AlAlgesAAS7.1	15.11.2001	
Al	AlAlgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Al	AlAlgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Al	AlAlgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Al	AlAlgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Al	AlAlgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Al	AlAlgesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Al	AlAlgesICP4.1	01.04.1998	15.09.1998
Al	AlAlgesICP4.2	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Al	AlAlgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Al	AlAlgesICP7.3	01.03.2008	
Al	AlAlgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Al	AlAlgesICP8.2	01.05.2005	
Al	AlAlgesICP10.1	01.01.2004	
Al	AlAlgesICP15.1	01.10.2006	
Al	AlAlgesICP16.1	01.02.2007	
Al	AlAlgesICP18.1	01.10.2006	
Al	AlAlgesICP19.1	01.10.2009	
Alk	ALK37TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK37TIT2.1	29.10.2009	
Alk	ALK40TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK40TIT2.1	29.10.2009	
Alk	ALK43TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK43TIT2.1	29.10.2009	
Alk	ALK45TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK45TIT2.1	29.10.2009	
As	AsAsgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
As	AsAsgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
As	AsAsgesICP3.1	01.11.1998	31.12.2005
As	AsAsgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
As	AsAsgesICP15.1	01.10.2006	
Ba	BaBagesICP1.1	01.04.1992	01.11.1998
Ba	BaBagesICP1.2	01.11.1998	31.12.2002
Ba	BaBagesICP2.1	01.11.1998	01.10.2006
Ba	BaBagesICP8.1	01.01.2004	01.06.2005
Ba	BaBagesICP8.2	01.05.2005	
Ba	BaBagesICP10.1	01.01.2004	

Ba	BaBagesICP16.1	01.02.2007	
Ba	BaBagesICP19.1	01.10.2009	
C	CCanorgTOC1.1	01.01.1989	
C	CCanorgTOC2.1	01.10.1991	01.04.1994
C	CCanorgTOC2.2	01.04.1994	01.06.1997
C	CCanorgTOC2.3	01.06.1997	31.12.1999
C	CCanorgTOC3.1	01.01.1999	14.12.2007
C	CCanorgTOC3.2	15.12.2007	
C	CCO2GC1.1	01.06.1996	
C	CCO3C1.1	01.12.2006	
C	CCO3CNS1.1	20.08.2004	
C	CCO3DRU1.1	01.01.2004	
C	CCO3SCH1.1	01.01.1993	01.01.1997
C	CCO3SCH1.2	01.01.1997	
C	CCgesCNS1.1	01.01.1989	01.10.1995
C	CCgesCNS1.2	01.10.1995	31.12.1997
C	CCgesCNS2.1	01.02.1996	01.10.1997
C	CCgesCNS2.2	01.10.1997	30.11.2004
C	CCgesCNS3.1	01.10.1997	30.11.2004
C	CCgesCNS4.1	01.11.2001	
C	CCgesCNS5.1	20.08.2004	25.10.2010
C	CCgesCNS5.2	25.10.2010	
C	CCgesTOC1.1	01.01.1989	
C	CCgesTOC2.1	01.10.1991	01.04.1994
C	CCgesTOC2.2	01.04.1994	01.06.1997
C	CCgesTOC2.3	01.06.1997	31.12.1999
C	CCgesTOC3.1	01.01.1999	31.10.1999
C	CCgesTOC3.2	01.11.1999	14.12.2007
C	CCgesTOC3.3	15.12.2007	
C	CCgesTOC4.1	28.08.2008	
C	CCorgC1.1	01.12.2006	
C	CCorgCNS1.1	01.01.2000	30.11.2003
C	CCorgCNS2.1	20.08.2004	01.11.2007
C	CCorgTOC2.1	01.01.1999	14.12.2007
C	CCorgTOC2.2	15.12.2007	
Ca	CaCagesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Ca	CaCagesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Ca	CaCagesAAS6.1	01.11.2001	
Ca	CaCagesAAS7.1	15.11.2001	
Ca	CaCagesIC2.1	15.12.2007	
Ca	CaCagesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Ca	CaCagesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Ca	CaCagesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Ca	CaCagesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Ca	CaCagesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Ca	CaCagesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Ca	CaCagesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Ca	CaCagesICP4.2	15.06.1998	01.10.2006

Ca	CaCagesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP6.1	01.07.2000	30.06.2006
Ca	CaCagesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Ca	CaCagesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Ca	CaCagesICP7.3	01.03.2008	
Ca	CaCagesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Ca	CaCagesICP8.2	01.05.2005	
Ca	CaCagesICP10.1	01.01.2004	
Ca	CaCagesICP13.1	01.03.2004	
Ca	CaCagesICP15.1	01.10.2006	
Ca	CaCagesICP16.1	01.02.2007	
Ca	CaCagesICP19.1	01.10.2009	
Cd	CdCdgesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Cd	CdCdgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cd	CdCdgesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1993
Cd	CdCdgesAAS3.2	01.01.1993	01.07.1994
Cd	CdCdgesAAS4.1	01.07.1994	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Cd	CdCdgesAAS5.1	01.01.1997	31.12.2002
Cd	CdCdgesAAS8.1	01.02.2005	
Cd	CdCdgesICP1.1	01.05.1994	01.01.1997
Cd	CdCdgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cd	CdCdgesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Cd	CdCdgesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Cd	CdCdgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Cd	CdCdgesICP3.2	01.07.2000	01.10.2006
Cd	CdCdgesICP4.1	01.01.2001	30.06.2006
Cd	CdCdgesICP8.1	10.03.2003	
Cd	CdCdgesICP14.1	01.09.2006	
Cd	CdCdgesICP15.1	01.10.2006	
Cd	CdCdgesICP16.1	01.02.2007	
Cd	CdCdgesICP17.1	01.10.2006	
Cd	CdCdgesICP19.1	01.10.2009	
Cl	CICICFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
Cl	CICICFC1.2	01.03.1991	01.03.1994
Cl	CICICFC1.3	01.03.1994	01.02.1995
Cl	CICICFC1.4	01.02.1995	01.01.1996
Cl	CICICFC1.5	15.05.1996	31.12.2003
Cl	CICICFE1.1	15.05.1996	31.12.2000
Cl	CICICFE2.1	01.07.1997	30.11.1999
Cl	CICICFE2.2	01.12.1999	31.12.2003
Cl	CICICFE3.1	01.06.1999	30.11.1999
Cl	CICICFE3.2	01.12.1999	
Cl	CICIIC1.1	01.08.1992	31.12.1998
Cl	CICIIC2.1	15.12.2007	30.09.2009
Cl	CICIIC2.2	01.08.2009	
Co	CoCogesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002

Co	CoCogesAAS2.1	01.01.1993	01.01.1996
Co	CoCogesAAS2.2	01.01.1996	01.06.2002
Co	CoCogesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Co	CoCogesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Co	CoCogesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Co	CoCogesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Co	CoCogesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Co	CoCogesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Co	CoCogesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Co	CoCogesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Co	CoCogesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Co	CoCogesICP8.1	10.03.2003	
Co	CoCogesICP14.1	01.09.2006	
Co	CoCogesICP15.1	01.10.2006	
Co	CoCogesICP16.1	01.02.2007	
Co	CoCogesICP17.1	01.10.2006	
Co	CoCogesICP19.1	01.10.2009	
Cr	CrCrgesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Cr	CrCrgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cr	CrCrgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cr	CrCrgesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Cr	CrCrgesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Cr	CrCrgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cr	CrCrgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Cr	CrCrgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2006
Cr	CrCrgesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Cr	CrCrgesICP8.1	10.03.2003	
Cr	CrCrgesICP14.1	01.09.2006	
Cr	CrCrgesICP15.1	01.10.2006	
Cr	CrCrgesICP16.1	01.02.2007	
Cr	CrCrgesICP17.1	01.10.2006	
Cr	CrCrgesICP19.1	01.10.2009	
Cu	CuCugesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Cu	CuCugesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cu	CuCugesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1992
Cu	CuCugesAAS4.1	01.11.1992	01.07.1994
Cu	CuCugesAAS5.1	01.07.1994	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS5.2	01.11.1996	31.12.2002
Cu	CuCugesAAS8.1	01.02.2005	
Cu	CuCugesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Cu	CuCugesICP1.2	01.05.1994	01.01.1997
Cu	CuCugesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cu	CuCugesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Cu	CuCugesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Cu	CuCugesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Cu	CuCugesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Cu	CuCugesICP8.1	10.03.2003	

Cu	CuCugesICP14.1	01.09.2006	
Cu	CuCugesICP15.1	01.10.2006	
Cu	CuCugesICP16.1	01.02.2007	
Cu	CuCugesICP17.1	01.10.2006	
Cu	CuCugesICP19.1	01.10.2009	
F	FFIC2.1	15.12.2007	30.09.2009
F	FFIC2.2	01.08.2009	
Fe	FeFegesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Fe	FeFegesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Fe	FeFegesAAS6.1	01.11.2001	
Fe	FeFegesAAS7.1	15.11.2001	
Fe	FeFegesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Fe	FeFegesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Fe	FeFegesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Fe	FeFegesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Fe	FeFegesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Fe	FeFegesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Fe	FeFegesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Fe	FeFegesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Fe	FeFegesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Fe	FeFegesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Fe	FeFegesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Fe	FeFegesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Fe	FeFegesICP7.3	01.03.2008	
Fe	FeFegesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Fe	FeFegesICP8.2	01.05.2005	
Fe	FeFegesICP10.1	01.01.2004	
Fe	FeFegesICP15.1	01.10.2006	
Fe	FeFegesICP16.1	01.02.2007	
Fe	FeFegesICP18.1	01.10.2006	
Fe	FeFegesICP19.1	01.10.2009	
H	HH+1PHM1.1	01.01.1989	
H	HH+1PHM4.1	01.01.2001	
H	HH+1PHM6.1	01.03.2009	
H	HH+2PHM1.1	01.01.1989	
H	HH+2PHM4.1	01.01.2001	01.09.2009
H	HH+2PHM6.1	01.03.2009	
H	HH+PHM1.1	01.01.1989	01.03.1996
H	HH+PHM1.2	01.03.1996	01.03.1997
H	HH+PHM1.3	01.03.1997	31.01.2000
H	HH+PHM1.4	01.02.2000	
H	HH+PHM2.1	01.11.1995	01.03.1996
H	HH+PHM3.1	01.03.1996	31.12.1996
H	HH+PHM4.1	01.01.2000	31.12.2010
H	HH+PHM5.1	01.01.2000	01.09.2009
H	HH+PHM6.1	01.06.2006	
H	HH+PHM7.1	01.06.2006	
H	HH+TIT1.1	01.05.1989	31.12.1993
HA	HAHKTIT2.1	01.04.2011	

K	KKgesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
K	KKgesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
K	KKgesAAS6.1	01.11.2001	
K	KKgesAAS7.1	15.11.2001	01.03.2003
K	KKgesAAS7.2	01.03.2003	
K	KKgesIC2.1	15.12.2007	
K	KKgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
K	KKgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
K	KKgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
K	KKgesICP2.1	01.01.1997	01.08.1998
K	KKgesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
K	KKgesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
K	KKgesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
K	KKgesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
K	KKgesICP5.1	01.07.2000	01.10.2006
K	KKgesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
K	KKgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
K	KKgesICP7.3	01.03.2008	
K	KKgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
K	KKgesICP8.2	01.05.2005	
K	KKgesICP10.1	01.01.2004	
K	KKgesICP13.1	01.03.2004	
K	KKgesICP15.1	01.10.2006	
K	KKgesICP16.1	01.02.2007	
K	KKgesICP19.1	01.10.2009	
LF	LFLFCFC1.1	01.03.2000	31.12.2003
LF	LFLFLFM1.1	01.01.1989	31.05.1997
LF	LFLFLFM1.2	01.06.1997	
LF	LFLFLFM2.1	01.06.2006	
Mg	MgMggesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Mg	MgMggesAAS2.1	01.01.1989	01.08.1993
Mg	MgMggesAAS2.2	01.08.1993	01.06.2002
Mg	MgMggesAAS6.1	01.11.2001	
Mg	MgMggesAAS7.1	15.11.2001	
Mg	MgMggesIC2.1	15.12.2007	
Mg	MgMggesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Mg	MgMggesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Mg	MgMggesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Mg	MgMggesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Mg	MgMggesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Mg	MgMggesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Mg	MgMggesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Mg	MgMggesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Mg	MgMggesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Mg	MgMggesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Mg	MgMggesICP6.1	01.07.2000	30.06.2006
Mg	MgMggesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Mg	MgMggesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Mg	MgMggesICP7.3	01.03.2008	

Mg	MgMggeslCP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Mg	MgMggeslCP8.2	01.05.2005	
Mg	MgMggeslCP10.1	01.01.2004	
Mg	MgMggeslCP13.1	01.03.2004	
Mg	MgMggeslCP15.1	01.10.2006	
Mg	MgMggeslCP16.1	01.02.2007	
Mg	MgMggeslCP19.1	01.10.2009	
Mn	MnMngesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Mn	MnMngesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Mn	MnMngesAAS6.1	01.11.2001	
Mn	MnMngesAAS7.1	15.11.2001	
Mn	MnMngeslCP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Mn	MnMngeslCP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Mn	MnMngeslCP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Mn	MnMngeslCP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Mn	MnMngeslCP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Mn	MnMngeslCP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Mn	MnMngeslCP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Mn	MnMngeslCP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Mn	MnMngeslCP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Mn	MnMngeslCP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Mn	MnMngeslCP5.1	01.11.1998	30.06.2000
Mn	MnMngeslCP5.2	01.07.2000	01.10.2006
Mn	MnMngeslCP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Mn	MnMngeslCP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Mn	MnMngeslCP7.3	01.03.2008	
Mn	MnMngeslCP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Mn	MnMngeslCP8.2	01.05.2005	
Mn	MnMngeslCP10.1	01.01.2004	
Mn	MnMngeslCP15.1	01.10.2006	
Mn	MnMngeslCP16.1	01.02.2007	
Mn	MnMngeslCP19.1	01.10.2009	
N	NNH4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
N	NNH4CFC1.2	01.03.1991	01.12.1993
N	NNH4CFC1.3	01.12.1993	01.11.1994
N	NNH4CFC1.4	01.11.1994	31.01.1997
N	NNH4CFC2.1	01.02.1995	31.08.1996
N	NNH4CFC3.1	01.07.1997	31.12.2003
N	NNH4CFC3.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNH4CFC4.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNH4CFC4.2	01.12.1999	15.02.2006
N	NNH4CFC4.3	15.01.2006	28.02.2007
N	NNH4CFC5.1	01.11.2004	28.02.2007
N	NNH4CFC6.1	01.03.2007	
N	NNH4CFC7.1	01.03.2007	
N	NNH4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
N	NNH4IC2.1	15.12.2007	
N	NNO2+3CFC1.1	01.01.1989	01.10.1989
N	NNO2+3CFC2.1	01.10.1989	01.03.1991

N	NNO2+3CFC2.2	01.03.1991	01.11.1994
N	NNO2+3CFC2.3	01.11.1994	01.09.1995
N	NNO2+3CFC2.4	01.09.1995	31.12.2008
N	NNO2+3CFC3.1	01.02.1995	01.09.1995
N	NNO2+3CFC3.2	01.09.1995	31.08.1996
N	NNO2+3CFC4.1	01.07.1997	30.11.1999
N	NNO2+3CFC4.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNO2+3CFC5.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNO2+3CFC5.2	01.12.1999	28.02.2006
N	NNO2+3CFC5.3	15.01.2006	28.02.2007
N	NNO2+3CFC5.4	01.03.2007	
N	NNO2+3CFC6.1	01.11.2004	28.02.2007
N	NNO2+3CFC6.2	01.03.2007	
N	NNO2+3CFC7.1	01.03.2010	
N	NNO2IC2.1	01.01.2008	30.09.2009
N	NNO2IC2.2	01.08.2009	
N	NNO3IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
N	NNO3IC2.1	15.12.2007	30.09.2009
N	NNO3IC2.2	01.08.2009	
N	NNgesCFC1.1	01.01.1989	01.12.1994
N	NNgesCFC1.2	01.12.1994	31.01.1995
N	NNgesCFC2.1	01.02.1995	31.12.1997
N	NNgesCFC3.1	01.04.1996	01.09.1996
N	NNgesCFC4.1	01.07.1997	30.11.1999
N	NNgesCFC4.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNgesCFC5.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNgesCNS1.1	01.01.1989	01.10.1995
N	NNgesCNS1.2	01.10.1995	31.12.1997
N	NNgesCNS2.1	01.02.1996	01.10.1997
N	NNgesCNS2.2	01.10.1997	30.11.2004
N	NNgesCNS3.1	01.09.1997	30.11.2004
N	NNgesCNS4.1	01.11.2001	
N	NNgesCNS5.1	20.08.2004	25.10.2010
N	NNgesCNS5.2	25.10.2010	
N	NNgesTOC1.1	01.11.1999	01.12.1999
N	NNgesTOC2.1	01.12.1999	14.12.2007
N	NNgesTOC2.2	15.12.2007	
N	NNgesTOC3.1	28.08.2008	
Na	NaNagesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Na	NaNagesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Na	NaNagesAAS6.1	01.11.2001	
Na	NaNagesAAS7.1	15.11.2001	01.03.2003
Na	NaNagesAAS7.2	01.03.2003	
Na	NaNagesIC2.1	15.12.2007	
Na	NaNagesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Na	NaNagesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Na	NaNagesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Na	NaNagesICP2.1	01.01.1997	01.08.1998
Na	NaNagesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998

Na	NaNagesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Na	NaNagesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Na	NaNagesICP5.1	01.07.2000	01.10.2006
Na	NaNagesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Na	NaNagesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Na	NaNagesICP7.3	01.03.2008	
Na	NaNagesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Na	NaNagesICP8.2	01.05.2005	
Na	NaNagesICP10.1	01.01.2004	
Na	NaNagesICP13.1	01.03.2004	
Na	NaNagesICP15.1	01.10.2006	
Na	NaNagesICP16.1	01.02.2007	
Na	NaNagesICP19.1	01.10.2009	
Ni	NiNigesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Ni	NiNigesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Ni	NiNigesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Ni	NiNigesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Ni	NiNigesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Ni	NiNigesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Ni	NiNigesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Ni	NiNigesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Ni	NiNigesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Ni	NiNigesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Ni	NiNigesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Ni	NiNigesICP8.1	10.03.2003	
Ni	NiNigesICP14.1	01.09.2006	
Ni	NiNigesICP15.1	01.10.2006	
Ni	NiNigesICP16.1	01.02.2007	
Ni	NiNigesICP17.1	01.10.2006	
Ni	NiNigesICP19.1	01.10.2009	
P	PPgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
P	PPgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
P	PPgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
P	PPgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
P	PPgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
P	PPgesICP3.1	01.11.1998	01.10.2006
P	PPgesICP7.1	15.02.2003	01.04.2006
P	PPgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
P	PPgesICP7.3	01.03.2008	
P	PPgesICP8.1	10.03.2003	01.05.2005
P	PPgesICP8.2	01.05.2005	
P	PPgesICP9.1	01.09.2003	
P	PPgesICP15.1	01.10.2006	
P	PPgesICP16.1	01.02.2007	
P	PPgesICP19.1	01.10.2009	
P	PPO4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
P	PPO4CFC1.2	01.03.1991	01.02.1995
P	PPO4CFC2.1	01.01.1989	01.10.1990
P	PPO4CFC2.2	01.10.1990	01.02.1995

P	PPO4IC2.1	15.12.2007	30.09.2009
P	PPO4IC2.2	01.08.2009	
Pb	PbPbgesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Pb	PbPbgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Pb	PbPbgesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1993
Pb	PbPbgesAAS3.2	01.11.1993	01.07.1994
Pb	PbPbgesAAS4.1	01.07.1994	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Pb	PbPbgesAAS8.1	01.02.2005	
Pb	PbPbgesICP1.2	01.05.1994	15.03.1995
Pb	PbPbgesICP1.3	15.03.1995	01.01.1997
Pb	PbPbgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Pb	PbPbgesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Pb	PbPbgesICP2.3	01.07.2000	30.06.2006
Pb	PbPbgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Pb	PbPbgesICP3.2	01.07.2000	01.10.2006
Pb	PbPbgesICP4.1	01.01.2001	30.06.2006
Pb	PbPbgesICP8.1	10.03.2004	
Pb	PbPbgesICP14.1	01.09.2006	
Pb	PbPbgesICP15.1	01.10.2006	
Pb	PbPbgesICP16.1	01.02.2007	
Pb	PbPbgesICP17.1	01.10.2006	
Pb	PbPbgesICP19.1	01.10.2009	
S	SSgesCNS1.1	01.01.1989	31.12.1997
S	SSgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
S	SSgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
S	SSgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
S	SSgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
S	SSgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
S	SSgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2006
S	SSgesICP7.1	15.02.2003	31.08.2003
S	SSgesICP7.2	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgesICP8.1	10.03.2003	31.08.2003
S	SSgesICP8.2	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgesICP9.1	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgesICP10.1	01.01.2004	01.04.2006
S	SSgesICP10.2	01.03.2006	01.03.2008
S	SSgesICP10.3	01.03.2008	
S	SSgesICP11.1	01.01.2004	01.06.2005
S	SSgesICP11.2	01.05.2005	
S	SSgesICP12.1	01.01.2004	
S	SSgesICP15.1	01.10.2006	
S	SSgesICP16.1	01.02.2007	
S	SSgesICP19.1	01.10.2009	
S	SSO4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
S	SSO4CFC1.2	01.03.1991	01.06.1993
S	SSO4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998

S	SSO4IC2.1	15.12.2007	30.09.2009
S	SSO4IC2.2	01.08.2009	
SA	SASKTIT2.1	01.04.2011	
Si	SiSiO2WG1.1	01.01.1989	
Si	SiSigesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Si	SiSigesICP1.1	01.01.1990	01.05.1994
Si	SiSigesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Si	SiSigesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Ti	TiTigesICP1.1	01.11.1998	01.11.1999
Ti	TiTigesICP2.1	01.11.1998	30.06.2000
Ti	TiTigesICP2.2	01.07.2000	01.10.2006
Ti	TiTigesICP8.1	01.05.2005	
Ti	TiTigesICP15.1	01.10.2006	
Ti	TiTigesICP16.1	01.02.2007	
Ti	TiTigesICP19.1	01.10.2009	
Zn	ZnZngesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Zn	ZnZngesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Zn	ZnZngesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Zn	ZnZngesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Zn	ZnZngesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Zn	ZnZngesICP1.2	01.05.1994	01.01.1997
Zn	ZnZngesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Zn	ZnZngesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Zn	ZnZngesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Zn	ZnZngesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Zn	ZnZngesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Zn	ZnZngesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Zn	ZnZngesICP8.1	10.03.2003	
Zn	ZnZngesICP14.1	01.09.2006	
Zn	ZnZngesICP15.1	01.10.2006	
Zn	ZnZngesICP16.1	01.02.2007	
Zn	ZnZngesICP17.1	01.10.2006	
Zn	ZnZngesICP19.1	01.10.2009	

Hinweis:

Die Methoden-Bände sind so gedruckt, dass jede neue Methode oder Kurzanleitung mit einer ungeraden Seitenzahl beginnt. Bei Entfernung der Verleimung kann die Methodensammlung auch als Loseblatt-Sammlung verwendet werden. Daher sind bei neuen Methoden-Versionen nicht nur die Änderungen, sondern der vollständige Methodentext abgedruckt. Die neuen Methoden bzw. –Methodenversionen der Ergänzungsbände können in die Loseblatt-Sammlung eingeordnet werden.

Gerätekurzanleitungen

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.11.2001

AAS Vario 6 (Fa. Analytik Jena AG)

für:

Elementbestimmungs- methoden	MMgesAAS6.1	M = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na
	MMgesAAS7.1	M = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na
	MMgesAAS7.2	M = K, Na

Inhalt:

	Seite
1. Meßvorbereitungen	2
2. Programm aufrufen	2
2a. Einzelelementbestimmung	2
2b. Mehrelementbestimmung	4
3. Standards ansetzen und Proben abfüllen	5
4. Messung der Proben starten	5
5. Kontrollen während der Messung	5
6. Datensicherung nach der Messung	7
7. Arbeiten nach Abschluß der Messungen	7
Sonderarbeiten:	
A. Lampenjustage	7
B. Brennerjustage und Flammenoptimierung	7

Wichtige Hinweise:

Die Acetylenflaschen-Umschaltung niemals während der Messung durchführen!

Anhang:

/

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1	2

1. Meßvorbereitungen

- AAS-Gerät, Rechner und Drucker anschalten
- Abzug anstellen
- Druckluft (am blauen Hahn an der Wand), Acetylen (am gelb-roten Hahn an der Wand) und gegebenenfalls Lachgas (Gasflasche im Flaschenschrank und am gelb-grauen Hahn an der Wand) aufdrehen; Druckregler für Acetylen und Lachgas nicht verstellen !
- Brennerkopf entsprechend der jeweiligen Methode einsetzen
- Füllstand des Abwasserauffanggefäßes prüfen
- Proben- und Spülschlauch in das Magnetventil (IS5) einspannen (Spülschlauch vorn, Probenschlauch hinten) und mit Spannhülsen feststecken

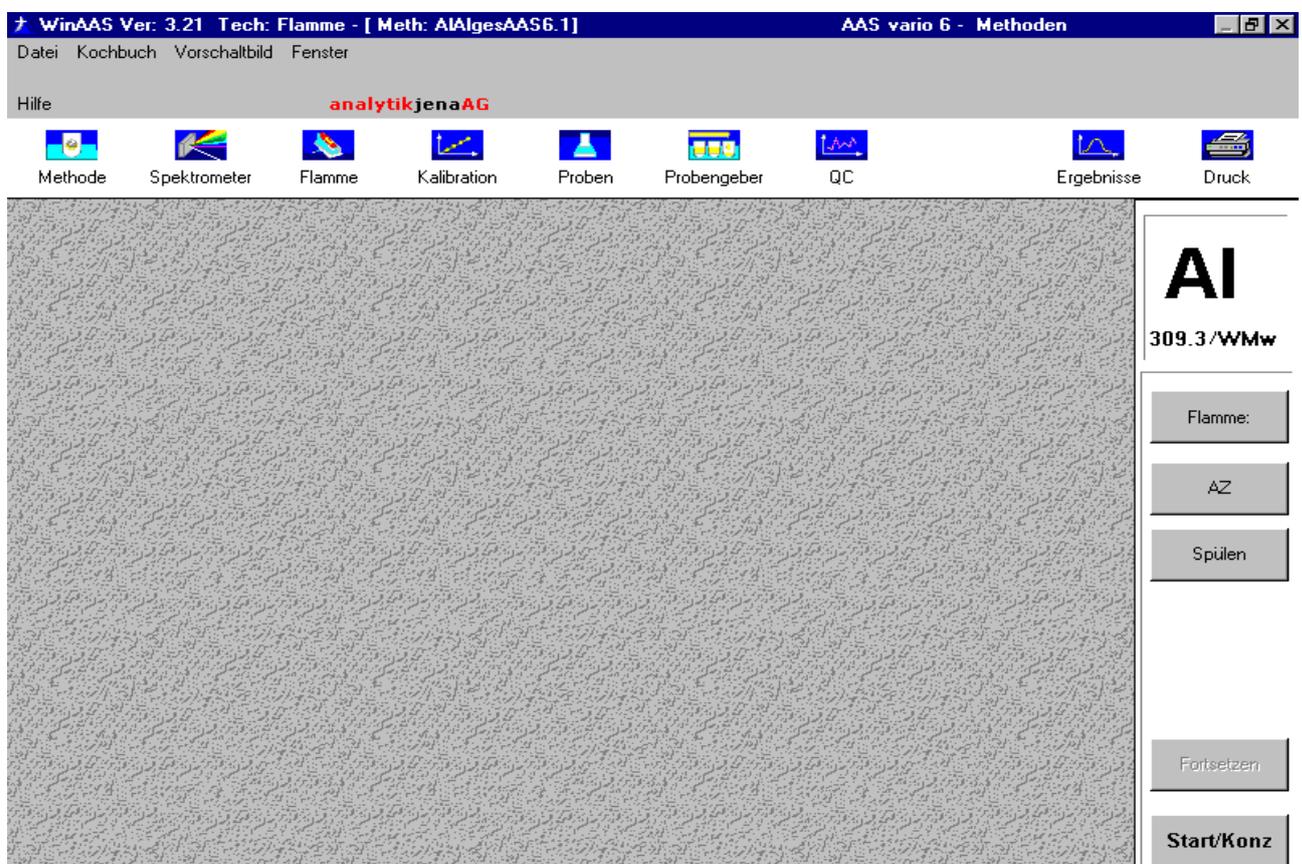
2. Programm aufrufen

- Programm WinAAS durch Doppelklick starten. Es erscheint das sogenannte *Vorschaltbild*.
- Bei *Operator* Namenskürzel eingeben; bei *Auswahl Aufgabe* für Einzelelement-Messungen *Methoden*, für Mehrelement-Messungen *sequ. Multiroutine* anklicken; mit OK bestätigen;
- Flamme zünden durch Anklicken der Taste *Flamme*

2a. Einzelelement-Messung

- bei Auswahl *Methoden* erscheint die Übersicht *Methode*
- die gewünschte Methode auswählen, mit *Laden* aufrufen und OK bestätigen; es erscheint das Hauptmenü. Siehe Abbildung 1

Abb. 1



- Spüllösungsflasche (große Flasche) und Verdünnungslösungsflasche (kleine Flasche) am Probengeber entsprechend der jeweiligen Methodenbeschreibung auffüllen. Wird ein Wech-

AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1	3
---------	---	------------	---

sel der Verdünnungslösungs- oder der Spüllösungsart durchgeführt (z. B. von NH₄Cl zu Wasser) müssen die Ansaugschläuche und die Dosierpumpe des Dilutors mit den neuen Lösungen auf folgende Weise gespült werden: Verdünnungslösungsflasche abschrauben, ausspülen, mit neuer Lösung füllen und neben das Gerät stellen. Ansaugstutzen und Tauchheber gründlich mit demin. Wasser von aussen abspülen. Untermenü Probengeber anklicken: Karteikarte *Funktionstest* aufrufen. Pipettiervolumen von 500 µl auf 4500 µl ändern, sowie die Dosiergeschwindigkeit von 5 auf 8 heraufsetzen. Zuerst Taste *Flasche*, dann Taste *Aufnehmen* anklicken, danach Taste *Heber* sowie *Abgeben* anklicken. Die Schläuche werden durchgespült. In gleicher Weise noch 2 mal verfahren. Flasche mit neuer Verdünnungslösung aufschrauben und den gleichen Vorgang noch 3 mal wiederholen. Anschließend Pipettiervolumen und Dosiergeschwindigkeit wieder auf die Ausgangswerte zurücksetzen.

- Aus dem Hauptmenü *Proben* anklicken; es erscheint das Untermenü mit den Karteikarten *Probentabelle*, *Konz.-Ausgabe*, *ID/Proben* und *Statistik*. Siehe Abbildung 2

Abb. 2

The screenshot shows the WinAAS software interface. The title bar indicates 'WinAAS Ver: 3.21 Tech: Flamme - [Meth: AlAlgesAAS6.1] AAS vario 6 - Methoden'. The main window is titled 'Proben' and contains a menu with options: 'Probentabelle', 'Konz.-Ausgabe', 'ID/Proben', 'Statistik', and 'Mult.Param.'. The 'Probentabelle' menu is active, displaying a table of samples.

Nr	*	Pos	ID/Wt-Daten		Konzentration Analysenprobe					
			Name	m [pg]	mg/L	VB	SD	RSD [%]	Bem.	
1	*	85	Kal-Null		0					
2	*	86	Kal-Std1		5.000					
3	*	86	Kal-Std2		10.00					
4	*	86	Kal-Std3		15.00					
5	*	86	Kal-Std4		20.00					
6	*	89	QC 1							
7	*	1	10 ppm Al							
8	*	2	10 ppm Al							
9	*	3	10 ppm Al							
10	*	4	10 ppm Al							
11	*	5	10 ppm Al							
12	*	6	10 ppm Al							
13	*	7	10 ppm Al							
14	*	8	10 ppm Al							
15	*	9	10 ppm Al							

Below the table, there are several control buttons: 'Tab. init.', 'Ergebn.lösch.', 'Tab. drucken', 'Ändern', 'Löschen', 'Einfügen', 'Laden / Speichern', 'Arbeitsbereich', 'Zeile messen', 'Einzelwerte', '-> Kal.-Tab.', 'Ansicht Ablauf', 'Nach Ende: Lampe aus Flamme aus', and 'Neuberechnen'. An 'OK' button is located at the bottom right.

On the right side of the interface, there is a vertical panel with the 'AI' logo and the text '309.3/WMw'. Below this, there are several buttons: 'Flamme:', 'AZ', 'Spülen', 'Fortsetzen', and 'Start/Konz'.

- Laden/Speichern anklicken; aus der Probentabellenliste die gewünschte Grundtabelle anklicken (großer/kleiner Probenteller); mit *Laden* die Tabelle aufrufen, mit OK bestätigen.
- Karteikarte *ID/Proben* anklicken. In das Feld *Charge* die Serien-Nr. eingeben; in das Feld *Kundenorder* können weitere wichtige Informationen für den Anwender (z.B. laufende Nr. von – bis; Nachmessungen o.Ä.) eingegeben werden. Über *Tabelle Löschen* die Tabelle leeren (mit *Ja* bestätigen); *Zeile anhängen* anklicken, unter *Probenname* die Proben-Nr. (z.B.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1	4

2001W10003) der 1. Probe eingeben und ev. Verdünnungsfaktor eingeben. Mit der Taste *Nächste* wird automatisch die Proben-Nr. der nächsten Probe um 1 erhöht. Auf diese Weise max. 75 Proben-Nr. eingeben. Anschließend mit OK bestätigen. Probentabelle kann durch anklicken der Taste *Speichern* abgespeichert werden und über die Taste *Laden* bei Bedarf später aufgerufen werden.

- mit der Taste => *Probentab.* werden die Proben-Nr. automatisch in die Probentabelle mit den Standards und den Kontrollproben (QC-Probe) eingeordnet. Nach Umschalten auf die Karteikarte *Probentabelle* muß die aktuell abzuarbeitende Probenliste auf Plausibilität geprüft werden. (Siehe Abb. 2)
- *Arbeitsbereich* anklicken; Anzahl der abzuarbeitenden Proben angeben und mit OK bestätigen. Bei vollständig gefüllter Probentabelle ist der Arbeitsbereich 1-87 (Blind, 5 Standards, 75 Proben, 6 Kontrollproben). Falls weniger als 75 Proben gemessen werden sollen, muß der Arbeitsbereich bis zur letzten Probe und am Schluß die Kontrollprobe eingegeben werden: z.B. 1-35, 87.

Achtung: Im Arbeitsbereich werden die abzuarbeitenden Positionen der Probentabelle eingegeben und nicht die Positionen im Probenteller. Die ausgewählten Positionen werden automatisch in der 2. Spalte mit Sternchen markiert.

2b. Mehrelement-Messung

bei Auswahl *sequ. Multiroutine* erscheint die Übersicht *Programmdateien*

- Spüllösungsflasche (große Flasche) und Verdünnungslösungsflasche (kleine Flasche) am Probengeber entsprechend der jeweiligen Methodenbeschreibung auffüllen. Wird ein Wechsel der Verdünnungslösungs- oder der Spüllösungsart durchgeführt (z. B. von NH₄Cl zu Wasser) müssen die Ansaugschläuche und die Dosierpumpe des Dilutors mit den neuen Lösungen auf folgende Weise gespült werden: Verdünnungslösungsflasche abschrauben, ausspülen, mit neuer Lösung füllen und neben das Gerät stellen. Ansaugstutzen und Tauchheber gründlich mit demin. Wasser von aussen abspülen. Untermenü Probengeber anklicken: Karteikarte *Funktionstest* aufrufen. Pipettiervolumen von 500 µl auf 4500 µl ändern, sowie die Dosiergeschwindigkeit von 5 auf 8 heraufsetzen. Zuerst Taste *Flasche*, dann Taste *Aufnehmen* anklicken, danach Taste *Heber* sowie *Abgeben* anklicken. Die Schläuche werden durchgespült. In gleicher Weise noch 2 mal verfahren. Flasche mit neuer Verdünnungslösung aufschrauben und den gleichen Vorgang noch 3 mal wiederholen. Anschließend Pipettiervolumen und Dosiergeschwindigkeit wieder auf die Ausgangswerte zurücksetzen.
- gewünschtes Programm (z.B. AKE1.1/NaNagesAAS4.1/KKgesAAS4.1) anklicken und *Laden* drücken; mit OK bestätigen; es erscheint das Hauptmenü. Siehe Abbildung 1.
- *Laden/Speichern* anklicken; aus der Probentabellenliste die gewünschte Grundtabelle anklicken (großer/kleiner Probenteller); mit *Laden* die Tabelle aufrufen, mit OK bestätigen.
- Untermenü „*Proben*“ anklicken; es erscheint das Untermenü mit den Karteikarten *Probentabelle*, *Konz-Ausgabe*, *ID/Proben*, *Statistik* und *Multi-Parameter*
- Karteikarte *ID/Proben* anklicken. In das Feld *Charge* die Serien-Nr. eingeben; in das Feld *Kundenorder* können weitere wichtige Informationen für den Anwender (z.B. laufende Nr. von – bis; Nachmessungen o.Ä.) eingegeben werden. Über *Tabelle Löschen* die Tabelle leeren (mit *Ja* bestätigen); *Zeile anhängen* anklicken, unter *Probenname* die Proben-Nr. (z.B. 2001W10003) der 1. Probe eingeben und ev. Verdünnungsfaktor eingeben. Mit der Taste *Nächste* wird automatisch die Proben-Nr. der nächsten Probe um 1 erhöht. Auf diese Weise max. 75 Proben-Nr. eingeben. Anschließend mit OK bestätigen. Probentabelle kann durch anklicken der Taste *Speichern* abgespeichert werden und über die Taste *Laden* bei Bedarf später aufgerufen werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1	5

- mit der Taste => *Proben*tab. werden die Proben-Nr. automatisch in die Probentabelle mit den Standards und den Kontrollproben (QC-Probe) eingeordnet. Dies kann durch Umschalten auf die Karteikarte *Probentabelle* geprüft werden. (Siehe Abb. 2)
- Karteikarte *Mult.Param.* anklicken; für jede Element-Methode muß die Anzahl der zu messenden Proben angegeben werden. Dies geschieht durch Markieren der Methodenzeile und anschließendes Anklicken der Taste *Parameter*. Bei vollständig gefüllter Probentabelle ist der Arbeitsbereich 1-87 (Blind, 5 Standards, 75 Proben, 6 Kontrollproben). Falls weniger als 75 Proben gemessen werden sollen, muß der Arbeitsbereich bis zur letzten Probe und am Schluß die) eingegeben werden: z.B. 1-35, 87
Achtung: Im Arbeitsbereich werden die abzuarbeitenden Positionen der Probentabelle eingegeben und nicht die Positionen im Probenteller. Die ausgewählten Positionen werden automatisch in der 2. Spalte mit Sternchen markiert.
- Bei einem Mehrelement-Lauf sollten die Lampen für das jeweils nächste Element vorgeheizt werden. Dies geschieht durch Anklicken von *Ein* im Feld *Vorheizen der Lampe* und Eingabe von 15 min. im Feld *Vorheizzeit*. Bei Elementen mit Lachgas/Acetylen-Flamme muß zusätzlich im Feld *Lachgas Einbrennzeit* 15 min. eingegeben werden. Anschließend alle Eingaben mit OK bestätigen; es erscheint das Hauptmenü
- Flamme zünden durch Anklicken der Taste *Flamme*

3. Standards ansetzen und Proben abfüllen

- Stammlösungen entsprechend der jeweiligen Methodenbeschreibung ansetzen (Einzel-/Mehr-Elementstammlösungen, Zusätze etc.);
- Blindlösung, Stammlösung und Kontrollstandard (QC) abfüllen und in die entsprechenden Positionen des Probentellers stellen:
 - a. Probenteller mit 89 Positionen:**
 Pos 85: Blindlösung
 Pos 86: konz. Ausgangsstandard (Stammlösung)
 Pos 89: Kontrollstandard (QC)
 - b. Probenteller mit 53 Positionen:**
 Pos 49: Blindlösung
 Pos 50: konz. Ausgangsstandard (Stammlösung)
 Pos 53: Kontrollstandard (QC)
- Proben abfüllen (Zusätze siehe Methodenbeschreibung) und in die Positionen 1-75 bzw. 1-45 des Probentellers stellen
- Probenteller in Probengeber setzen
- Im Hauptmenü das Untermenü *Probengeber* anklicken; Karteikarte *Technische Parameter* anklicken; *Initialisieren* anwählen, mit OK bestätigen

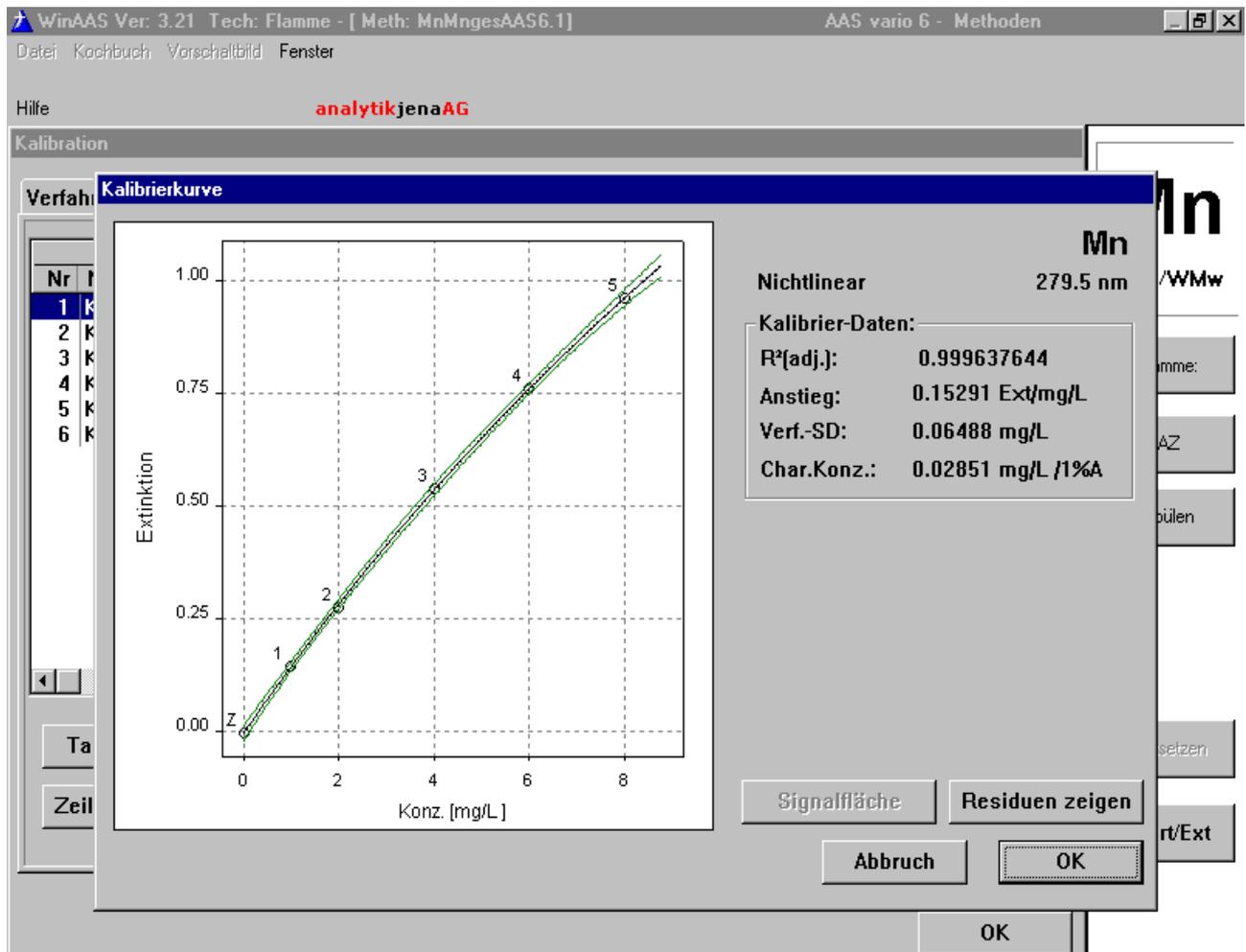
4. Messung starten

- Im Hauptmenü Taste *Start* drücken; es folgt die Abfrage zur Protokolldatei; *Protokolldatei neu beginnen* anklicken; die Messung beginnt.

5. Kontrollen während der Messung

- Nach der Eichung stoppt das Gerät die Messung und zeigt die aktuelle Eichkurve an. Siehe Abbildung 3. Die Eichkurve muß geprüft werden auf R^2 , die char. Konzentration (siehe Elementbestimmungsmethode) und einzelne Ausreißer im Kurvenverlauf. Bei nicht erfüllten Bedingungen ist die Eichung zu wiederholen. Ansonsten wird die Eichkurve mit der Taste *OK* akzeptiert. Die Messung der Proben startet

Abb. 3



- Nach der Eichung und jeweils nach 15 Proben wird ein Kontrollstandard (QC) gemessen. Liegt der Meßwert nicht innerhalb der vorgegebenen Grenzen, wird eine Rekalibration durchgeführt (Messung von Blindlösung und eines ausgewählten Standards zur Anpassung der Kalibrationskurve) und die Messung des QC wiederholt. Liegt der Meßwert weiterhin ausserhalb der vorgegebenen Grenzen, wird die Messung gestoppt, anderenfalls wird weitergemessen.
- Während der Messung muß ab und zu geprüft werden, ob
 - die Flamme gleichmäßig und ruhig brennt (bei Lachgas auf Pyrokohlenstoff-Ablagerungen achten !)
 - ausreichend Spül- und Verdünnungslösung vorhanden sind
 - Standard- und QC-Lösungen im Probengeber nachgefüllt werden müssen
 - die Gasversorgung (Lachgaswaage, Acetylenumschaltung) gewährleistet ist

6. Datensicherung nach der Messung

- folgt mit neuer Software

7. Arbeiten nach Abschluß der Messung

- Nach Abschluß der Messungen muß die Probengebernadel und der Brenner ca. 3 min. gespült werden. Das Spülen wird durch Drücken der Taste *Spülen* gestartet und beendet.
- Anschließend wird die Flamme gelöscht. Dies geschieht durch Drücken der Taste *Flamme*.
- Silikonschläuche aus dem Injektionsventil herausnehmen

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1	7

- Nun kann das Programm beendet und der Rechner sowie das AAS-Gerät ausgeschaltet werden:
 - im Hauptmenü links oben *Datei* anklicken; *Applikation beenden* anklicken
 - *Parametersatz speichern* mit ja beantworten
 - *Parkposition anfahren* mit ja beantworten; das Programm wird automatisch beendet
 - Rechner runterfahren und ausschalten
 - AAS-Gerät ausschalten
- Nach dem Abkühlen wird der Brenner ausgebaut, 5 Minuten im Ultraschallbad gereinigt und mit demin. Wasser gespült.
- Proben- und der Verdünnungsschlauch aus dem Umschaltventil nehmen.
- Der Füllstand der Ablaufflasche muß überprüft und gegebenenfalls die Flasche entleert werden.
- Druckluft- und Acetylenversorgung zudrehen, Lachgas-Flasche zudrehen und Leitung entlüften
- Abzug ausstellen

Die folgenden Arbeiten sind im Routinebetrieb nicht nötig! Sie sollten nur im Notfall (defekte Lampe, wiederholt unsinnige Extinktions-Ergebnisse) durchgeführt werden!

A. Lampenjustage (nur nötig bei neu eingebauten oder umgesetzten Lampen !)

- Methode aufrufen, deren Lampe justiert werden soll
- danach im Hauptmenü das Untermenü Spektrometer anklicken; Karteikarte Energie/Verstärkung anklicken
- Taste *Start* drücken
- die beiden Verstellerschrauben an der Lampe solange drehen, bis auf dem Bildschirm das Skalenmaximum erreicht ist (falls Vollausschlag erreicht wird, kann durch Drücken der Taste *Abgleichen* der Ausschlag in das Sichtfenster zurückgeholt werden)
- nach erfolgter Justage *Stopp* drücken und mit OK Untermenü wieder verlassen

B. Brennerjustage und Flammenoptimierung (ist in der Elementmethode gespeichert; nur bei unerklärlichen Störungen ev. nötig !)

- Im Hauptmenü Untermenü Flamme aufrufen
- Karteikarte Flammenoptimierung wählen
- Probengebernadel in Blindlösung (Wasser) halten; Taste AZ drücken
- nach erfolgtem Nullabgleich Nadel in Standard halten
- Mit den Verstelltasten den Brenngasfluß solange ändern, bis eine maximale Extinktion gemessen wird (Achtung! Bei manchen Elementen ändert sich bei geändertem Brenngasfluß auch die Basislinie; daher muß nach jeder Brenngasänderung zwischendurch ein Nullabgleich gemacht werden)
- auf die gleiche Weise kann die optimale Brennerhöhe eingestellt werden
- mit OK-Taste das Menü verlassen
- Falls die Einstellungen bei der Optimierung geändert wurden, müssen sie in der Methode abgespeichert werden. Dies geschieht durch Anwahl des Menüs Methode; dort wird die aktuell geladene Methode blau angezeigt. Durch Drücken der Taste *Ändern* werden die Änderungen gespeichert und das Datum der Methodenzeile aktualisiert. Mit der OK-Taste das Menü verlassen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
AAS(FI)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(FI)4.1	8

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.01.2005

AAS ZEE nit 600s (Fa. Analytik Jena AG)

für:

Elementbestimmungsmethoden	MMgesAAS8.1 M = Cd, Pb, Cu
----------------------------	----------------------------

Inhalt:

	Seite
1. Messvorbereitungen	2
3. Programm aufrufen	2
3. Messvorbereitungen	2
4. Überprüfung und Formieren des Graphitrohres	3
5. Erstellung einer Probenliste	3
6. Standards, Matrixmodifikatoren und Proben abfüllen sowie Kontrolle der Messpeaklage	7
7. Messung mit Matrixmodifikatoren	8
8. Start der Messung	9
9. Kontrolle der Messung	9
10. Datensicherung nach der Messung	10

Anhang:

/

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorption <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1
		2

1. Meßvorbereitungen

- AAS-Gerät, Rechner und Drucker anschalten
- Abzug anstellen
- Argonventil (gelb an der Wand) öffnen
- Füllstand des Spülgefäßes und des Abfallgefäßes kontrollieren. Bei Bedarf nachfüllen (Spülgefäß) bzw. leeren (Abfallgefäß)

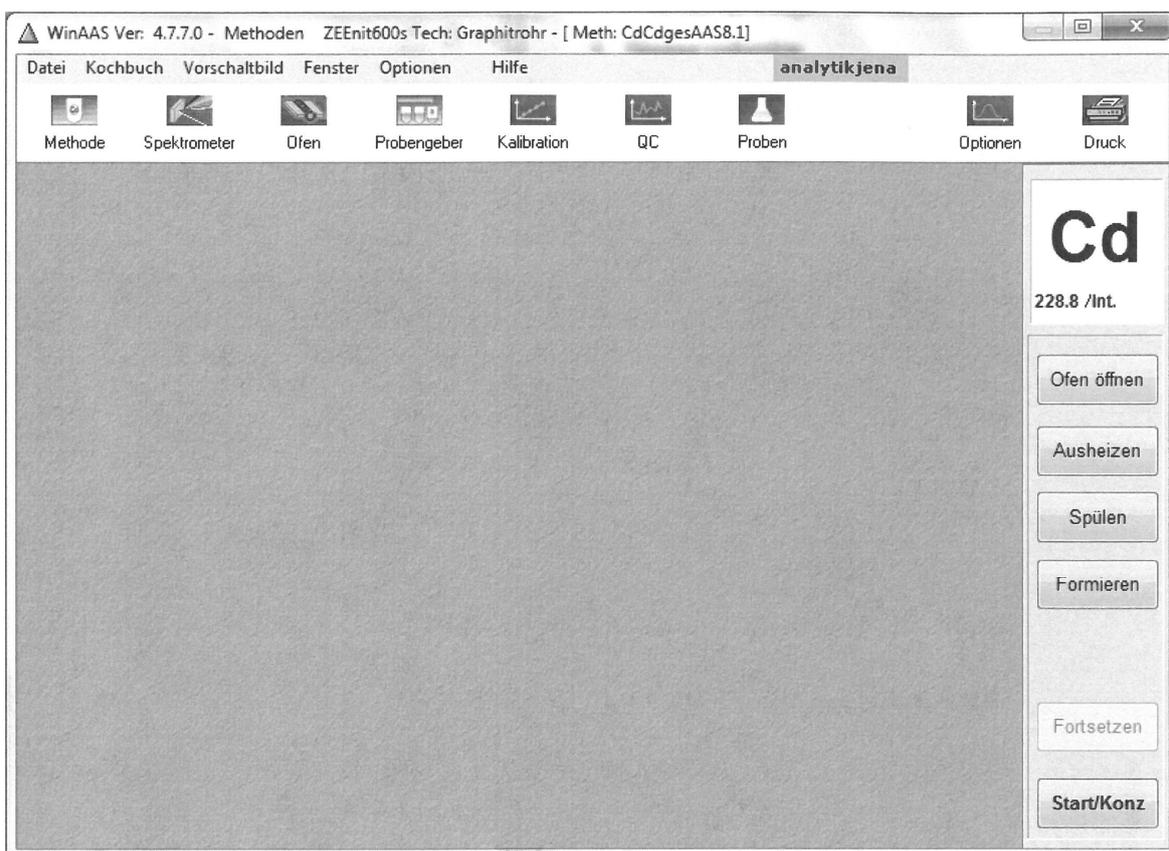
2. Programm aufrufen

- Programm WinAAS durch Doppelklick starten. Es erscheint das *Vorschaltbild*.
- Bei *Operator* Namenskürzel eingeben, Eingaben bei *Labor*, *Code* und *Bemerkung* sind freigestellt
- bei Auswahl *Aufgabe* für Einzelelement-Messungen *Methoden* mit OK bestätigen;

3. Messung vorbereiten

- bei Auswahl *Methoden* erscheint die Übersicht *Methode*
- die gewünschte Methode auswählen, mit *Laden* aufrufen und OK bestätigen, das Gerät lädt alle in der gewählten Methode hinterlegten Parameter.
- es erscheint das Hauptmenü. Siehe Abbildung 1

Abb. 1



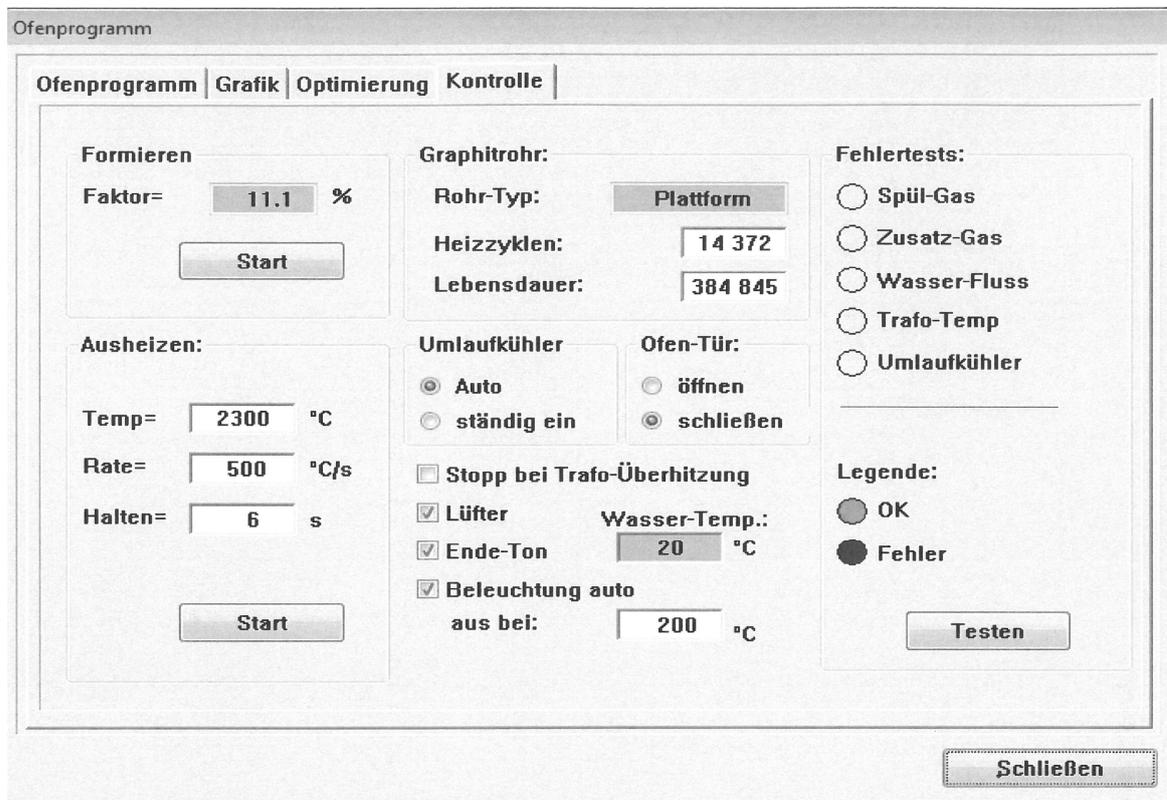
4. Überprüfung und Formieren des Graphitrohres

- Überprüfen ob sich im Graphitrohrfen ein intaktes Rohr befindet.
- Dazu den Button *Ofen öffnen* (Button Leiste am rechten Bildrand) drücken. Der Ofen öffnet sich. Das Rohr kann mit einer Pinzette vorsichtig entnommen und in Augenschein genommen werden. Ist das Rohr noch mechanisch stabil, wird es wieder eingesetzt und der Ofen mit dem Button *Ofen schließen* geschlossen.

AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1	3
--------	---	-----------	---

- In der Kopfzeile den Button *Ofen* drücken. Aus dem aufklappenden Menü siehe Abb. 9 die Karteikarte *Kontrolle* wählen. Ein Menü klappt auf. Siehe Abbildung 2. In diesem Menü den Button *Start* unterhalb von *Formieren* drücken

Abb. 2



- Es startet ein Temperaturprogramm welches die reale Rohrtemperatur mit Hilfe eines IR-Detektors misst und mit den vorgegebenen Widerstandswerten des Rohres vergleicht. Ergeben sich Differenzen zwischen Soll und Ist, wird das Heizprogramm entsprechend angepasst. Es werden Faktoren berechnet die zwischen 0 und 10 % liegen. Bei Prozentwerten über bzw. 10 % werden die im Gerät hinterlegten Standardwerte genommen. In diesem Fall sollte das Graphitrohr zeitnah ausgetauscht werden.

5. Erstellung einer Probenliste

- Aus dem Hauptmenü heraus *Proben* anklicken; es erscheint das Untermenü mit den Karteikarten *Probentabelle*, *Konz-Ausgabe*, *ID/Proben* und *Statistik*. Siehe Abbildung 3
- Den Button „*Tabelle Initiieren*“ drücken. Im aufklappenden Fenster mit Hilfe der Pfeiltasten die Anzahl der benötigten Tabellenplätze (Proben plus Kalibrationsstandards plus Kontrollproben) auswählen. Die anderen vorgegebenen Einstellungen beibehalten.
- Karteikarte *ID/Proben* anklicken. Folgendes Fenster öffnet sich. Siehe Abbildung 4
- In das Feld *Charge* die aktuelle Serien-Nummer eingeben; in das Feld *Kundenorder* können weitere wichtige Informationen für den Anwender (z.B. laufende Nr. von – bis; Nachmessungen o. Ä.) eingegeben werden. Sollten sich noch alte Daten in der Tabelle befinden, diese über *Tabelle löschen* entfernen (mit *Ja* bestätigen).
- *Zeile anhängen* anklicken, unter *Probenname* die Proben-Nummer (z.B. 2005W10003) der 1. Probe eingeben sowie den Verdünnungsfaktor eingeben. Mit der Taste *Nächste* wird automatisch die Probennummer der nächsten Probe um den Wert 1 erhöht. Auf diese Weise maximal 75 Probennummern eingeben. Anschließend mit OK bestätigen. Die Probenliste

AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1	5
--------	---	-----------	---

- mit der Taste --> *Proben*tab. werden die Proben-Nummern automatisch in die Proben-tabelle gesendet. Nach Umschalten auf die Karteikarte *Proben*tabelle hat diese folgendes Aussehen. Siehe Abbildung. 5

Abb. 5

The screenshot shows a software window titled 'Proben' with a menu bar containing 'Proben', 'Konz.-Ausgabe', 'ID/Proben', 'Statistik', and 'Mult.Param.'. Below the menu is a table with the following columns: 'Nr', '*', 'Pos', 'ID/Wt-Daten Name', 'AS-VF', 'µg/L', 'VB', 'SD', 'RSD [%]', and 'Bem.'. The table contains 15 rows of data, with the first row highlighted. To the right of the table is a vertical menu with options: 'ID/Akt.', 'Ext.', 'Konz.1', and 'Konz.2'. Below the table are several control buttons: 'Tab. init.', 'Ändern', 'Laden / Speichern', 'Einzelwerte', 'Nach Ende: Lampe aus', 'Ergebn.lösch.', 'Löschen', 'Arbeitsbereich', '-> Kal.-Tab.', 'Tab. drucken', 'Einfügen', 'Zeile messen', 'Ansicht Ablauf', and 'Neuberechnen'. At the bottom, there are buttons for 'Export: CSV-Datei', 'Zwischenablage', and 'Schließen'.

Nr	*	Pos	ID/Wt-Daten Name	AS-VF	µg/L	VB	SD	RSD [%]	Bem.
1	*	1	2005B00101						
2	*	2	2005B00102						
3	*	3	2005B00103						
4	*	4	2005B00104						
5	*	5	2005B00105						
6	*	6	2005B00106						
7	*	7	2005B00107						
8	*	8	2005B00108						
9	*	9	2005B00109						
10	*	10	2005B00110						
11	*	11	2005B00111						
12	*	12	2005B00112						
13	*	13	2005B00113						
14	*	14	2005B00114						
15	*	15	2005B00115						

- Mit dem Mauszeiger die erste Probe markieren und *Einfügen* anwählen. Im aufklappenden Menü *Kalibrieren* auswählen. Siehe Abbildung. 6
- mit OK bestätigen.
Folgendes Menü erscheint. Siehe Abbildung 7
- Die leere Zeilennummer 7 markieren und den Button *Ändern* drücken. Es erscheint ein Menü. Siehe Abb. 6.
- *Probenart* anklicken und aus dem aufklappenden Menü *QC-Probe 1* auswählen und mit *OK* bestätigen.
- Zeile 23 (Probennummer 16 bei 5 Kalibrationsstandards) wählen, den Button *Einfügen* anklicken und den oben beschriebenen Vorgang wiederholen. Auf diese Weise wird jeweils nach 15 Proben ein Kontrollstandard eingefügt. Der letzte Kontrollstandard muss am Ende der Probenliste stehen.
- Es ist wichtig, zwischen der **Probenliste**, die zuerst erstellt wird und in der alle zu messenden Proben stehen und der **Proben**tabelle, in der sich sowohl alle zu messenden Proben, die Kalibrationsstandards, und die Kontrollstandards befinden, zu unterscheiden. Die Probenliste ist immer eine Teilmenge der Proben
- *Arbeitsbereich* anklicken und die Anzahl der abzuarbeitenden Proben inklusive Kalibrationsstandards und Kontrollproben angeben und mit *OK* bestätigen.

Abb. 6

Proben-Parameter

Tabellenplatz-Nummer:

Probenart:

Probengeber-Position:

ID/Wt-Daten:

Probenname:

Vorverdunnungs-Faktor:

Lösungsvolumen: mL

Einwaage: g

Relative Feuchte: %

Blindwert-Korrektur

Aktionen vor der Probenmessung:

Ofen-Aktionen:

keine

Ausheizen

Formieren

Nullabgleich

Mess-Aktionen

keine

Rekalibrieren

Kalibrieren

Rekalib./Kalib.

Abb. 7

Proben

Probentabelle | Konz.-Ausgabe | ID/Proben | Statistik | Mult.Param.

Nr	*	Pos	ID/Wt-Daten		Konzentration Analysenprobe					Bem.
			Name	AS-VF	µg/L	VB	SD	RSD [%]		
1	*	79	Kal-Null			0				
2	*	82	Kal-Std1			1.00				
3	*	82	Kal-Std2			2.00				
4	*	82	Kal-Std3			3.00				
5	*	82	Kal-Std4			4.00				
6	*	82	Kal-Std5			5.00				
7	*	1								
8	*	1	2005B00101							
9	*	2	2005B00102							
10	*	3	2005B00103							
11	*	4	2005B00104							
12	*	5	2005B00105							
13	*	6	2005B00106							
14	*	7	2005B00107							
15	*	8	2005B00108							

Nach Ende: Lampe aus

Export:

Achtung: Im Arbeitsbereich werden die nacheinander abzuarbeitenden Positionen der Proben-tabelle eingegeben und nicht die Positionen im Proben-teller. Die ausgewählten Positionen werden automatisch in der 2. Spalte mit Sternchen markiert.

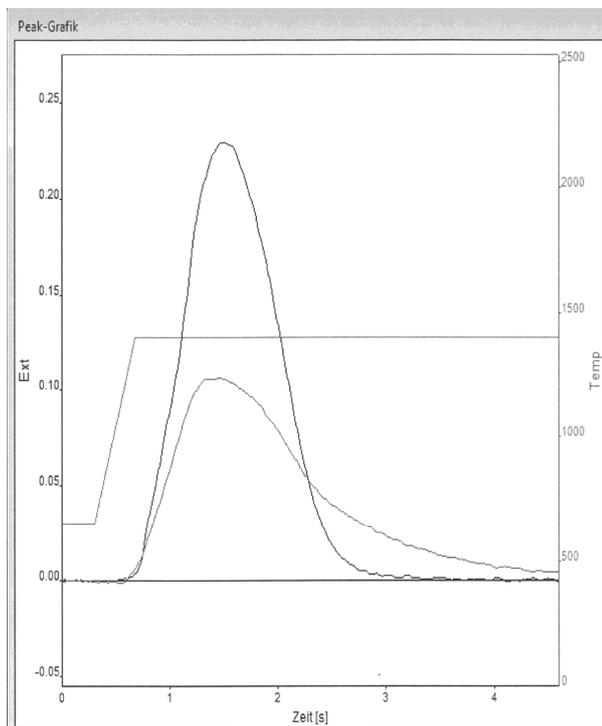
- Die Standardlösungen und der Kontrollstandard in die entsprechenden Positionen des Proben-tellers wie in der Proben-tabelle vorgegeben stellen.

AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1	7
--------	---	-----------	---

6. Standards Matrixmodifikatoren und Proben abfüllen sowie Kontrolle der Messpeaklage

- Die Proben abfüllen und in den entsprechenden Probengeberpositionen platzieren.
- vor dem Beginn der Messung muss die Kontrollprobe und eine der zu messenden Analysenproben manuell gemessen werden um die Lage des Messpeaks in der Peak-Grafik zu kontrollieren. Dazu mit der Maus die zu messende Probenzeile markieren und anschließend *Zeile messen* drücken. Anschließend wird die Probe gemessen und auf dem Bildschirm erscheint die Peak-Grafik. Siehe Abbildung 8.
- Die Zeile *Pyrolyse* wählen und den Button *Ändern* drücken. Im aufklappenden Menü die Temperatur um 100 Grad Celsius erniedrigen und mit *OK* bestätigen.
- Zeigt der Messpeak ein Tailing, im Ofenprogramm (Abb. 9) die Zeile *Atomisieren* anwählen und den Button *Ändern* drücken. Im aufklappenden Menü die Temperatur um 100 Grad Celsius erhöhen und mit *OK* bestätigen.
- *Schließen* drücken und bei einer erfolgten Änderung der Atomisierungstemperatur auf die Karteikarte *Spektrometer* wechseln. Im aufklappenden Menü die Karteikarte *Integrationsparameter* wählen. Im Punkt *Messzeiten* die Integrationszeit um eine Sekunde erhöhen.
- Mit *Schließen* die Seite verlassen und wieder auf die Karteikarte *Proben* wechseln.
- Die manuelle Messung der Kontrollprobe und einer Analysenprobe wie oben beschrieben wiederholen und die Lage der Messpeaks abermals kontrollieren.
- Diese Kontrolle der Messpeaks ist notwendig, um sicher zu gehen, das keine Anteile des zu messenden Elementes vorzeitig atomisiert werden, oder Teile des Messpeaks nicht erfasst werden (bei Tailing).

Abb. 8

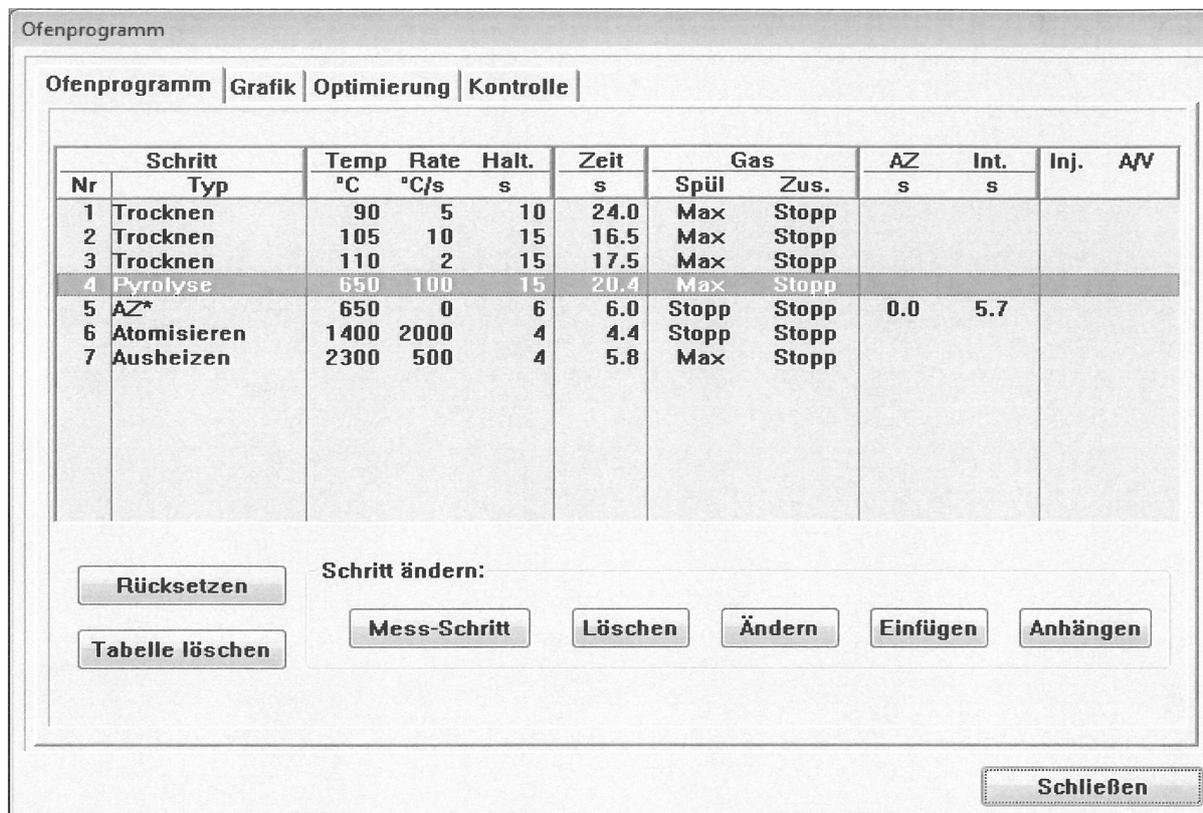


- Es werden der Messpeak und der Untergrundpeak, sowie der Temperaturverlauf des Graphitrohres angezeigt. Der Erscheinungszeitpunkt des Messpeaks muss hinter dem Temperaturanstieg der Atomisierungsphase liegen. Weiterhin darf der Messpeak kein Tailing aufweisen, d. h. am Ende der Atomisierung (Am Ende der Peakdarstellung) muss er sich wieder auf der Basislinie befinden. Ist der Erscheinungszeitpunkt des Messpeak zu früh, muss die

AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1	8
--------	---	-----------	---

Pyrolysetemperatur erniedrigt werden. Dazu das Probenmenü schließen und die Karteikarte *Ofen* wählen. Das Ofenprogramm erscheint. Ofenprogramm erscheint.
Siehe Abbildung 9.

Abb. 9



- Gegebenenfalls können die Temperaturen auch gegensätzlich erhöht bzw. erniedrigt werden, zum Beispiel bei einem Wechsel des Graphitrohres.
- Manchmal besonders nach einem Graphitrohrwechsel auftretende Doppelpeaks können vernachlässigt werden, da die Fläche unter den Messpeaks integriert wird.

7. Messung mit Matrixmodifikatoren

- Die Elemente Cadmium und Blei bilden mit Chloridionen (z. B. Königswassermatrix) sehr leicht flüchtiges CdCl_2 bzw. $\text{Pb}(\text{Cl}_2)_2$ was dazu führt, dass diese beiden Elemente bereits ab 200 Grad Celsius (Cd) oder 400 Grad Celsius (Pb) im Rohr sublimieren und somit bei der Atomisierung nicht mehr erfasst werden. Gibt man zu der in das Rohr injizierten Probe eine 1 %ige $(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4$ -Lösung so bildet sich im Graphitrohr thermisch stabileres Cadmium- bzw. Bleiphosphat so dass die Vorbehandlungstemperatur bei Cadmium auf 600 Grad Celsius und bei Blei auf 800 Grad Celsius erhöht werden kann und somit eine bessere Abtrennung von Störmatrix vor der Atomisierung möglich ist. Die gleichzeitige Zugabe einer 0,5 %igen MgNO_3 Lösung führt bei der Trocknung der Probe zu einer dünnen Schicht aus Magnesiumnitrat. Dadurch erfolgt die Atomisierung sehr gleichmäßig. Beide Matrixmodifikationslösungen haben feste Positionen im Probengeberteller und werden durch den Probengeber zu jeder Probe in das Graphitrohr injiziert.

8. Messung starten

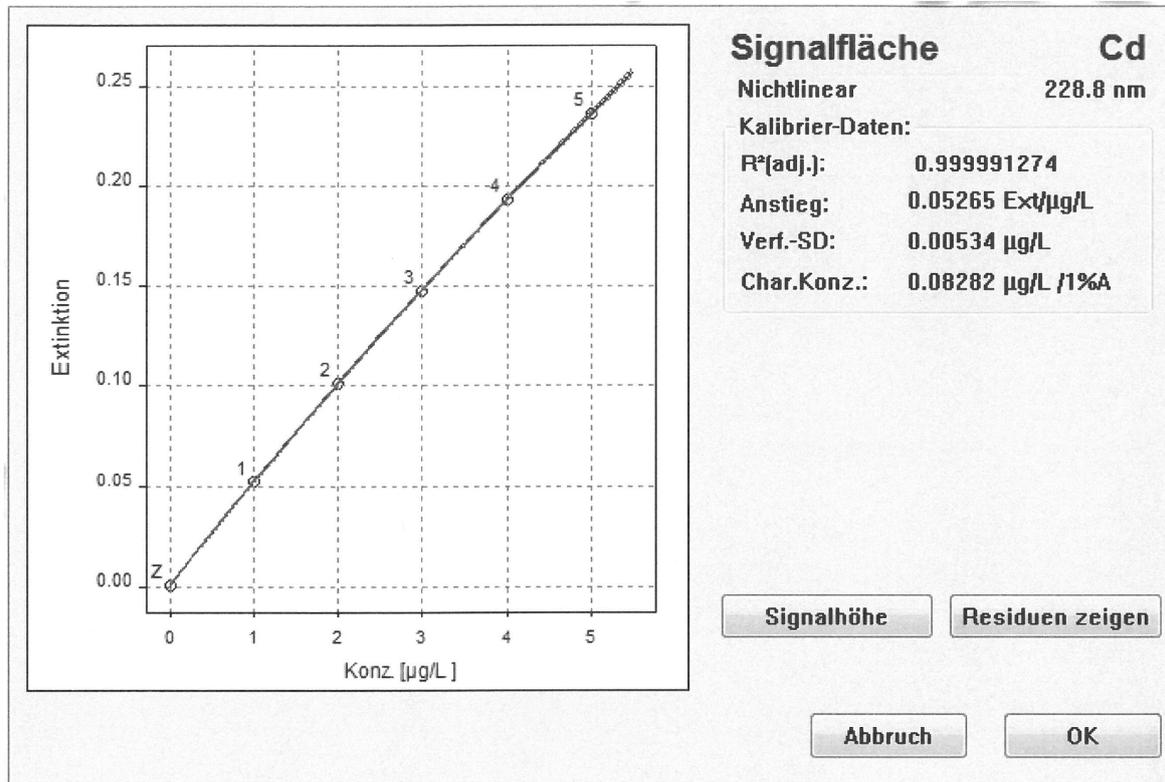
- Im Menü *Proben* die Taste *Start/Konz* drücken (Buttonleiste am Bildschirm rechts unten).
- es folgt eine Abfrage zum Speicherstatus der Messdaten.
- *Protokolldatei neu beginnen* auswählen und mit OK bestätigen.
- die Messung beginnt.

AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1	9
--------	---	-----------	---

9. Kontrollen während der Messung

- Nach der Eichung stoppt das Gerät die Messung und zeigt die aktuelle Eichkurve an. Siehe Abbildung 8

Abb. 8



- Die Eichkurve muss auf ihre Qualität geprüft werden. R^2 sollte bei 5 Standards mindestens 0,999 betragen. Ist dieses Kriterium erfüllt, wird die Kalibrationskurve mit OK akzeptiert und die Messung startet. Bei nicht erfüllten Bedingungen den *Abbruch* Button drücken. Die Eichung muss dann wiederholt werden.
- Vor den Proben wird zunächst eine Kontrollprobe gemessen (QC). Folgende Übersicht der Messwerte der Kontrollprobe erscheint. Siehe Abbildung 9.
- Die gemessene Konzentration beträgt 2,41 µg/l. Die erwartete Konzentration ist 2,5 µg/l, demnach beträgt die Wiederfindungsrate 96,53 %. Bei einer erlaubten Abweichung von maximal 5 % wird der Messwert akzeptiert und die Messung der Proben beginnt.
- Liegt die Wiederfindungsrate außerhalb der erlaubten Abweichung, werden die Blindlösung und der Rekalibrationsstandard gemessen und die aktuelle Kalibrationskurve angepasst. Ergibt die darauf folgende Messung der Kontrollprobe einen korrekten Wert, wird mit der Messung der Proben begonnen. Liegt die Wiederfindungsrate erneut außerhalb der erlaubten Abweichung, wird die Messung gestoppt. Die Standards und die Kontrollprobe müssen neu abgefüllt und die Messung erneut gestartet werden.
- Nach 15 Proben wird die Kontrollprobe, wie in der Probentabelle festgelegt, erneut gemessen. Liegt die Wiederfindungsrate innerhalb des erlaubten Bereichs, wird die Messung fortgesetzt. Liegt sie außerhalb, wird wie oben beschrieben eine Rekalibration durchgeführt und die Kontrollprobe erneut gemessen.

Die Messwerte der 15 davor gemessenen Proben dürfen wegen der inkorrekten Kontrollprobe nicht verwendet werden. Ihre Messung muss wiederholt werden.

AAS(G)	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometer AAS	AAS(G)2.1	10
--------	---	-----------	----

Abb. 9

Alphanumerische Messergebnisse

K30 Platz: 7
#: 1(1) Pos.: 89

Konz: 2.41 µg/L
 VB: ± 0.0220 µg/L
 SD: µg/L
 RSD: %
 Konz1: 2.41 µg/L

Erwart.Konz.: 2.50 µg/L
 Wiederf.-Rate: 96.53 %
 Reaktion: keine

#	Ext	BG	Konz1
1	0.1209	0.1405	2.41

10. Datensicherung nach der Messung

- Nach Abschluss der Messung wird ein Ausdruck aller gemessenen Proben erstellt. Dafür den *Schließen* Button drücken und in der Kopfzeile rechts die Karteikarte *Druck* wählen. Es erscheint eine Übersicht aller vorhandenen Protokoll-Daten. Die neuesten Messungen stehen in den ersten Zeilen. Die gewünschte Zeile auswählen (identifizierbar am Messdatum und der Messzeit) und bei *Protokoll-Bestandteile Methoden-Parameter, Proben: Konzentrationen/Gehalte* und *Kalibrationstabelle* anwählen und den Button *Protokoll anzeigen* wählen. Es erscheint am Bildschirm die Druckübersicht. *Drucken* wählen und mit dem *OK*-Button den Ausdruck der Daten veranlassen.
- Alle Proben werden ein zweites Mal gemessen. Die erhaltenen Werte werden in eine mit Hilfe des Lims erstellte Excel-Tabelle eingegeben und der Mittelwert der Proben bestimmt. Ist die Abweichung geringer als die Bestimmungsgrenze des gemessenen Elementes, wird der Mittelwert in das Lims eingegeben. Bei größeren Abweichungen muss eine dritte Messung durchgeführt werden.

Gerät	Anleitungs-Nr.		Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance		ALLIANCE3.1 1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.12.1999

Continuous Flow Colorimeter Alliance Evolution II (Fa. Alliance)

für:

Elementbestimmungs-	CICICFE2.2, NNgesCFC4.2, NNH4CFC3.2, NNO3CFC4.2
Methode	

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien	2
2. Stromversorgung	2
3. Gasversorgung	2
4. Rechnerprogramm aufrufen	2
5. Pumpen starten	2
6. Lauf vorbereiten	2
7. Probeteller definieren	3
8. Ananalysenlauf starten	3
9. Reihenfolge der Messungen eines bereits gestarteten Analysenlaufes mit z.B. 44 Proben	3
10. Übersicht über den System Monitor	4
11. Analysenlauf stoppen	4
12. Verkürzen oder Verlängern des bereits gestarteten Analysenlaufes	4
13. Nachbearbeitung von Analysenläufen	5
14. Ausschalten des Gerätes	6
15. Sonstiges	6
16. Programmübersicht der SKALAR CFS Software	7

Wichtige Hinweise:

	Nie Reagenzien oder Lösungen auf dem Gerät abstellen! (Es besteht die Gefahr, dass Lösungen in das Gerät laufen!)
	Nie Reagenzien oder Sonstiges auf dem XYZ-Probennehmer abstellen! (Nach dem Einschalten des Probengebers fährt dieser die vier "Eckpositionen" ab. Wird er während dieser Bewegung behindert, verstellt sich die Justierung!)

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	2

1. Reagenzien:

- Reagenzienmengen überprüfen
- Reagenzien entsprechend der Anleitung ansetzen, kodierte Pins in die Reagenzienbehälter stecken
- Demin. Wasser für den Probenehmer erneuern
- Bei allen Elementen darauf achten, daß die Auffanggefäße geleert sind. Die Nitrat, Nges und die Ammoniumabfalllösung in die entsprechenden Chemikalienabfallgefäße entsorgen, Chloridabfalllösung über die Kanalisation entsorgen

2. Stromversorgung:

- Rechner, Bildschirm, Hauptschalter vom Alliance-Gerät (hinten links), Probenehmer und Interface einschalten.
- UV-Digester bei N-ges. einschalten, es braucht 45 Min., bis der Digester betriebsbereit ist.

3. Gasversorgung:

- Pumpendeckel 1 und 2 schließen
- N₂-Versorgung schließen
- N₂-Gasflasche öffnen, mit dem Regelungsventil einen Vordruck von 1,6 bar einstellen. (Beim Zudrehen der Gasflasche nicht vergessen das Regelungsventil nach links zu drehen, nachdem der Restdruck entwichen ist, um das Nadelventil beim Aufdrehen nicht zu überlasten!!!)

4 Rechnerprogramm aufrufen:

- Anmelden mit dem Kennwort/Passwort: *Labor*
- Mit einem Doppelklick der  auf *UserInterface* das Skalar Programm starten.
- Es erscheint der "Hauptbildschirm" des Skalar-Programmes.

5. Pumpen starten:

- Darauf achten, daß die Schläuche keinen Kontakt mit den beweglichen Teilen Pumpe haben!
- Um die Pumpen zu starten den roten Schalter vorne rechts am Alliance-Gerät einschalten.
- Bei Nitrat und Nges nach dem Einlaufen der Imidazolösung die Cadmiumsäulen in die Systeme einbauen. (siehe Elementbestimmungsmethoden)

6. Lauf vorbereiten:

- Standards herstellen
- XYZ-Probenehmer (Standardrack) wie folgt von links nach rechts bestücken:

S8	S8	S7	S6	S5	S4	S3	S2	S1	S0
KSK1 QC1	KSK2 QC2	KSK3 QC3	KNIT QC4						

- Probenehmerrack von oben nach unten linksbündig bestücken

7. Probteller definieren

- Probteller für die zu messenden Proben definieren:
Es gibt 2 Möglichkeiten einen neuen Probteller zu entwerfen.
A) Einen bereits vorhandenen Probteller wie folgt aufrufen
Mit der  auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probteller* anklicken
Bran & Luebbe AIM 1250 anwählen und einen beliebigen Teller mit der Maus anklicken
B) Einen neuen Probteller über *Datei---Neu--Probteller--spezieller Probteller--BranLuebbe AIM 1250* erstellen
Die nachfolgenden Erklärungen gelten für beide Varianten
- Location = Rackposition: Diese anklicken (blau unterlegt) Position festlegen und anklicken.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	3

Bei fortlaufender Reihenfolge schwarz umrandetes Feld durch Festhalten des + Zeichens mit der linken Maustaste, auf die gewünschte Position (bzw. auf die Anzahl der zu messenden Proben) ziehen

- *Type = Probe* Stets Probe auswählen und die gewünschte Probenanzahl definieren
- *Identity = lfd. Nummern* ggf. Hauptbuchnummern. eingeben
- *Predilution(Vorverdünnung)* = Bei diesem Probenehmer nicht möglich
- *Multiplikator* = Bereits mit einem externen Diluter verdünnte Proben z.B. 1:5 eingeben, und darauf achten dass keine Verdünnungsfaktoren vom einem bereits erstellten Lauf im Multiplikatorfeld stehen.
- Diesen Probenteller entweder unter gleichem Namen oder unter einem neuen Namen über *File--Save* abspeichern.

8. Analysenlauf starten:

- *ANALYSE-- NEU --Interface 1: Analyser1 , Alliance* anwählen
- Auf die ... klicken um das Fenster aufzuklappen. Den Probenehmer *Bran & Luebbe AIM 1250* durch Anklicken anwählen
- Es erscheint eine Liste von zuvor definierten Probentellern. Den zu dem auf dem Rack befindlichen Proben passenden Probenteller anklicken
- *Optionen* anklicken. In der Routine werden alle Teller s.u. verwendet.
Nur wenn die Probenanzahl durch 15 teilbar ist, wird der *Nach der Analyse Teller* ausgeschaltet, um eine doppelte Kontrollmessung (Wiederholungsteller alle 15 Proben und Nach der Analyse Teller) zu vermeiden.

Folgende Optionen sind angeschaltet:

Benutze Synchronisationsteller
Benutze Kalibrationsteller
Benutze Vor der Analyse Teller
Benutze Wiederholungsteller
Benutze Nach der Analyse Teller

- *Bemerkungen* anklicken. Serien Nr. und lfd. Probennummern z.B.1- 44 oder frei wählbaren Text eingeben.
- Durch Anklicken von *Start Analyse* den Analysenlauf starten.

9. Reihenfolge der Messungen eines Analysenlauf mit z.B. 44 Proben:

Synchronisations Teller = Tracer höchster Standard
Kalibrations Teller = alle Standards sowie QC 1 - QC 4
Vor der Analyse Teller = Wasch Ignore

Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 1

Wiederholungs Teller = QC 1- QC4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 16

Wiederholungs Teller= QC 1- QC 4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

14 Proben ab Probenrackposition 31

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	4

.Nach der Analyse Teller=QC 1- QC 4

Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

- Durch die Online-Qualitätskontrolle (QC) werden folgende Fehler noch im jeweiligen Analysenlauf bearbeitet:
 - A) Sollten nach der Standardreihe die QC-Standards außerhalb der festgelegten Grenzen liegen, wird der Lauf gestoppt.
 - B) Sollte einer der QC 1 bis QC 4 Standarde im Wiederholungsteller außerhalb des Toleranzbereiches liegen, werden die 15 Proben davor wiederholt (höchstens 2 mal, ansonsten wird der Lauf gestoppt)
 - C) Sollten Peakerkennungsfehler bei Proben vorliegen, werden diese wiederholt.(Höchstens mal)

10. Übersicht über den System Monitor

Diese Darstellung gibt Auskünfte über den Status des Analysators, der einzelnen Kanäle, den Stand der Messung, sowie über die Messwerte der Qualitätskontrollstandards.

Durch Anklicken des Icons *System Monitor* diesen aufrufen, und durch Anklicken des Fensters *Interface*, *Interface1* auswählen. Auf dem Bildschirm erscheint das System Monitorfenster:

- Graphics: Hier erscheinen die 4 Kanäle zur Ansicht (Basislinienunruhe usw.)
- Results: Im Monitor erscheinen die Ergebnisse der bereits gelaufenen Standards und Proben
- Online QC: Kontrollbildschirm der bereits gemessenen QC

11. **Analysenlauf stoppen:**

- Um einen Analysenlauf abzubrechen wird auf der oberen Menüleiste *Analyse--Stop--Interface1: Analyser1: Alliance* angeklickt.
- Soll ein neuer Analysenlauf gestartet werden, muß die Totzeit des langsamsten Elementes (N-Ges. ca. 30 min) abgewartet werden.
- Bei Neustart kann der gleiche Probenstellernamen verwendet werden.

12. **Verkürzen oder Verlängern eines bereits gestarteten Analysenlaufes**

- Über *Analyse--Aktueller Analysenlauf--Table--Interface1: Analyser 1: Alliance* ist es möglich, den Table zu verkürzen oder zu verlängern. Der bereits bearbeitete Teil des Laufes ist gelb markiert, und für die weitere Bearbeitung gesperrt.
- Verkürzt wird der Teller durch Eingabe von: ... Ende des Tellers.
- Eine Verlängerung des Laufes wird durch Eingabe der neuen Positionen der zu messenden Proben durchgeführt. Anschliessend über *File-Save* den Menüpunkt verlassen.

13. **Nachbearbeitung von Analysenläufen**

Ein fertig gemessener Analysenlauf kann nachträglich bearbeitet werden, d.h. es können nachträglich QC-Standards, Kalibrationsstandards und die Peakerkennungsmarker gelöscht oder versetzt werden.

- *Analyse--Analysenläufe--Alliance*: mit Doppelklick den zu bearbeitenden Lauf aufrufen.
- Es erscheint mit Summery das Endprotokoll des Analysenlaufes. Die einzelnen Elemente werden durch anklicken des Elements in der Kopfzeile aufgerufen.
- Im linken unteren Feld sollte die Verfahrensstandardabweichung < als 1 % sein.
- Die beiden Grafiken (unter der Darstellung der Peaks), beschreiben bei Drift (links) und bei Basislinie (rechts) die Abweichungen der gemessenen Werte, durch die Breite der Vertrauensbänder.
- Die darunter befindliche linke Grafik zeigt den Eichkurvenverlauf mit den Vertrauensbändern der Kalibrierkurve an. Die rechte Grafik die Abweichung der Eichstandards vom Sollwert in mg/l an.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	5

- Um die Peaks in Einzeldarstellung begutachten zu können, muß durch Doppelklick mit der linken Maustaste im Feld Identifikation eine Standard- oder Probenbezeichnung gewählt werden. Mit der rechten Maustaste muß in das schwarz umrandeten Feld geklickt werden. Es erscheint *Bearbeite Peak*. Durch Anklicken von *Bearbeite Peak* erscheint der Bildschirm *Edit Peak*. Hier besteht die Möglichkeit alle Peaks (die Verdünnungen sind nicht verrechnet, sie erscheinen im Summary) einzeln zu kontrollieren und ggf. zu verändern.
- Im Scrollbarfeld mit der linken Maustaste Peak für Peak aufrufen. Solange im Feld Status keine gelbunterlegte Warnung oder rot unterlegte Fehlermeldung erscheint, ist die Peakauswertung OK. Bei gelber Warnung hat das Programm selbsttätig die Auswertung heraus genommen die mit einer zu hohen Abweichung zur Peakerkennung auffiel. Bei roter Markierung wurde die Messung einmal wiederholt.
- Anklicken von *Halbautomatischer Peakerkennung* um zwischen den einzelnen Auswertungsmethoden zu wählen (je nach Methode stehen zwischen einer und vier Methoden zur Verfügung)
- Durch Anklicken von *manueller Peakerkennung* erscheint das Auswertekreuz auf dem Peak, durch Klicken mit der linken Maustaste erscheint ein neues Kreuz welches mit gedrückter linker Maustaste verschoben werden kann. Durch Anklicken von ja, wird die veränderte Position bei der Berechnung des Messwertes sofort berücksichtigt.
- Auf diese Weise alle Peaks kontrollieren und am Ende das Kreuz in der oberen rechten Ecke zum Beenden der Bearbeitung anklicken.
- Auf diese Art und Weise jedes Element bearbeiten. Danach unbedingt über *Datei Speichern* abspeichern, da sonst der Verlust aller Veränderungen erfolgt.
- Nach nochmaligem Aufrufen des Laufes s.o. auf *Summary* klicken. Danach über *Datei-Übertragung zur Tabellenkalkulation* anklicken. Eine kleine Diskette ( ; 3,5 Zoll) in Laufwerk a: plazieren und warten, bis der Bildschirm neu aufgebaut ist.
- Erstelle LIMS- Datei anwählen, bei *Temp Pfeil* anklicken. Danach das 3,5 Zoll Laufwerk anwählen. Mit der Maus das Feld *Dateiname* anklicken, die ←-Taste einmal drücken und unter Nr. die Laufnr. z.B. 1a0.LIMS eingeben unter der der Lauf gespeichert werden soll.
- Im Benutzerfeld anschließend die Serie und Laufnr. eingeben z.B. W01001. Auf *Drucke Analyseergebnisse* klicken. Die erstellten Ausdrücke befinden sich am Laserdrucker im Flur.
- Darauf folgende Frage: *Sollen Ihre Änderungen... Nein* anklicken.
- Durch Klicken auf das obere rechte Kreuz den aufgerufenen Analysenlauf verlassen und die Sicherheitsabfrage mit *ja* bestätigen. Diskette zur weiteren Verarbeitung der Daten am Rechner mit dem Zwischenprogramm Skalar-Editor bearbeiten.

14. Ausschalten des Gerätes:

- Nach Beendigung der gesamten Messung die Cadmium-Säule durch Kurzschliessen vor Luftzufuhr schützen.
- Die Pins in die markierten Waschgefäße stecken. Das System ca. 30 Min. mit H₂O spülen.
- Nach Beendigung des Spülvorganges die Pumpen stoppen: Schalter vorne rechts am Alliance -Gerät ausschalten.
- UV- Digestor und Probenehmer ausschalten
- Die Stickstoffflasche zudrehen und Restdruck entweichen lassen.
- Die Pumpendeckel vom Alliance Gerät öffnen
- Alle offenen Windows-Programme schließen, über *Start Beenden* Computer herunter fahren OK anklicken und den Rechner ausschalten.
- Danach Interface, Rechner Bildschirm und den Hauptschalter des Alliance Gerätes ausschalten.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	6

15. Sonstiges:

- Falls Fehlermeldungen erscheinen diese notieren, und auf jeden Fall, soweit möglich, vor schriftsmäßig das Programm *UserInterface* verlassen und das Programm neu aufrufen. (z.B. bei Dr. Watson und UserInterface Fehler)
- Am Photometer sollte in der Routine nichts verstellt werden. Es sollte an den Photometern nur dann gedreht werden, wenn die Basislinie des entsprechenden Elementes nicht mehr im Peakfenster zu sehen ist.
- Bei einer Abweichung des Nitrit Standard von >+ 3% muss die Cd-Coil entweder nochmals aktiviert oder durch eine neu Cd-Coil ausgetauscht werden.
- Einstellen von Base und Gain:
Es hängt von der jeweiligen Küvette ab, wie die Base und Gain Werte liegen.
Die Basislinie auf 5 %, die Verstärkung (Gain) auf 95% einstellen.
An den Photometern der jeweiligen Kanäle die Basislinie einstellen. Danach die Einstellungen mit dem Feststeller neben den Einstellknöpfen fixieren.
Für die Gain-Einstellungen den höchsten Standard direkt über die Probenemernadel ansaugen. Wenn der Peak erscheint den Gain-Wert auf ca. 95% einstellen und fixieren. Falls mehrere Kanäle eingestellt werden müssen bei diesen genauso verfahren.. Die Probenemernadel unbedingt 4. Minuten nach dem Ansaugen des Standards in die Spüllösung zurück stellen, damit die Einstellung nicht zu lange dauert.

Kanal	Element	Basislinie	Gain
1	NO ₃	13.55	1.46
2	NH ₄	3.94	0.5
3	Nges	5.5	0.84
4	CIE	0.1	1.72

16. Programmübersicht SKALAR CFS Software :

Im Folgenden werden die einzelnen Untermenüs mit ihren Einstellungen beschrieben. Im Kopf erscheint folgende Menüleiste:

- Menüleiste mit dazu gehörigen einzelnen **Menüpunkten**
Datei : **Öffnen--Interface--Analysator--System--Probenteller**
Real Time: **Anzeige der aktuellen Daten**
Analyse: **Neu- Aktuelle Analyse-Analysenläufe**
Konfiguration: **Lade System- System Kontroller**
- Datei: Öffnen-- Interface = Interface 1 Interface Setup**
Anschluß: COM 2, Baudrate 11520, Kommunikationsprotokoll: Skalar Serial Standard
Serielle Leitung: COM 2 : Bran&Luebbe AIM 1250
I/O Karten: 1. Keithley DAS 801,
Datei: Öffnen--Analysator = Analysator 1--Analyser Bildschirm
Probenahme:
Probenehmer COM 2: Bran+Luebbe AIM 1250
Verdünner kein Verdünner angeschlossen
Analysenmodul 1-10:
Modul 1: Nitrat Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 1; 50 Hz, Mean Value
Modul 2: Ammonium Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 2; 50 Hz, Mean Value
Modul 3: Gesamt- N Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 3; 50 Hz, Mean Value
Modul 4: Chlorid Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 4 5 Oz Mean Value

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1
		7

Analysenmodul 11-20:

keine Eingabe erforderlich

Systemkontroller: Nicht angeschlossen

Einschaltprozeduren: Nicht benötigt

Ausschaltprozeduren: Nicht benötigt

Schlafprozeduren: Nicht benötigt

- **Datei: Öffnen--System = Alliance--Analytical SystemBildschirm**

Wiederholungsteller: Hier wird festgelegt welche Kontrollstandards nach jeweils 15 Proben gemessen werden.

Location	Type	Identity
Standardposition 11	QC1	KSK1
Standardposition 12	QC2	KSK2
Standardposition 13	QC3	KSK3
Standardposition 14	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Nach der Analyse Teller: Beschreibt den Teller nach den zuletzt gemessenen Proben

Location	Type	Identity
Standardposition 11	QC1	KSK1
Standardposition 12	QC2	KSK2
Standardposition 13	QC3	KSK3
Standardposition 14	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Ausgabe:

Ausdruck Kommando: *Report*

Kommando nach Transfer zur Tabellenkalkulation

Library: c:\Programme\UserInterface\System1.xla/Macro:Summary

Vor der Analyse Teller : Beschreibt den Teller bevor die ersten Proben gemessen werden

Location	Type	Identity
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Probenahme/ Verdünnung:

Probenehmer COM2: Bran+Luebbe AIM1250, Probezeit 60 s

Probenahme pro Becher 1 Waschzeit 40 s WDH-Teller Interval 15
(alle 15 Proben) Luftzeit 8 s

ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	8
----------	--	-------------	---

Kalibrationsteller:

Location	Type	Identity
Standardposition 2	Standard 1(Drift)	Standard S8
Standardposition 3	Standard 2	Standard S7
Standardposition 4	Standard 3	Standard S6
Standardposition 5	Standard 4	Standard S5
Standardposition 6	Standard 5	Standard S4
Standardposition 7	Standard 6	Standard S3
Standardposition 8	Standard 7	Standard S2
Standardposition 9	Standard 8	Standard S1
Standardposition 10	Standard 9	Standard S0
Standardposition 11	QC1	KSK1
Standardposition 12	QC2	KSK2
Standardposition 13	QC3	KSK3
Standardposition 14	QC4	KNIT

Synchronisationsteller:

Location	Type	Identity
Standardposition 1	Tracer (höchster Standard)	Tracer

Method 1- 10 Method Setup Bildschirm:

	Nitrat	Ammonium	Chlorid	Gesamt Stickstoff
<u>Synchronisation</u>				
Peak ist eine Verfärbung	ja	ja	ja	ja
Schwellwert	0,02	0,02	0,02	0,02
Start Ignor Zeit	60	60	60	60
End Ignor Zeit	60	60	60	60
Retensionzeit	+ - 100	0	0	0
Zwangsstart	1800	1800	1800	1800
<u>Peakerkennung berechnet:</u>				
Chebyschow Apxproximation der kleinsten Fehlerquadrate	ja	nein	ja	ja
Minimum Std. Abweichung	ja	ja	ja	ja
Mini. Std. Abw. Methode	ja	ja	ja	ja
Erkennungs Toleranz	0,005	0,005	0,005	0,005
Öffne Zeitfenster	5%	5%	5%	5%
Schließe Zeitfenster	60%	60%	60%	60%
<u>Korrekturen</u>				
Basisliniendrift Korrektur	0,01	0,01	0,01	0,01
Def. Wasch berücksichtigen	√	√	√	√
Benutze Wasch	Wasch0	Wasch0	Wasch0	Wasch0
Peakhöhendrift Korrektur	0,02	0,02	0,02	0,02
Punkt zu Punkt Korrektur	√	√	√	√
Benutze Drift	Drift0	Drift0	Drift0	Drift0
Zeitfenster Korrektur	20 sec.	10 sec.	10 sec.	10sec

Gerät	Anleitungs-Nr.			Seite
ALLIANCE	Continuous Flow Colorimeter Alliance			ALLIANCE3.1
				9

Berechnung

Kalibrations Methode	1. Order	1. Order	2. Order	1. Order
Standard Konzentrationen	7-0	7-0	15-0	14-0

Verdünnungen

Verd. Proben über	-	-	-	-
-------------------	---	---	---	---

Datenverarbeitung

	-	-	-	-
--	---	---	---	---

Ausgabe

Methoden Einheiten	mg/L	mg/L	mg/L	mg/l
Ausgabenformat	0.000	0.000	0.000	0.000
Spalte in Tabelle	1	2	-	(3)
Transfer Kommando	spreadsheet NO3	-	-	-

Grafik

Grafik Minimum	0,01	0,01	0,01	0,01
Grafik Maximum	0,1	0,12	0,1	0,12

Allgemeine QC

Statistische Genauigkeit	99%	99%	99%	99%
Max. rel. Verf. Std. Abw.	2,0%	2,0%	2,0%	2%
Max. Nachweissgrenze	20	0	0	0
Maxi Bestimmungsgrenze	35	0	0	0

Konzentrationen

erlaubte Differenzen	QC1	(1) 0,15	(1) 0,15	(1) 0,25	(2) 0,35
	QC2	(3) 0,15	(3) 0,15	(6) 0,25	(6) 0,3
	QC3	(5) 0,15	(5) 0,15	(14) 0,45	(10) 0,3
	QC4	(7) 0,21			(7) 0,21

() = Konzentration des Standards in mg/l

Die Online-Qualitätskontrolle betrifft alle Kanäle.

<i>Synchronisationsteller:</i> Startpeak nicht innerhalb des Zeitrahmens	Stop analysis
<i>Kalibrationsteller:</i> Relative Verfahrensstandardabw. außerhalb d. Vorgabe	Continue
<i>Kalibrationsteller:</i> QC außerhalb der Vorgabe	Stop analysis
<i>Wiederholungsteller:</i> Basislinie außerhalb der Vorgabe	Continue
<i>Wiederholungsteller:</i> Peakhöhendrift außerhalb der Vorgabe	Continue
<i>Wiederholungsteller:</i> QC außerhalb der Vorgabe	Repeat Samplebatch before Rescheduledtable
<i>Wiederholungsteller:</i> Zeitfensterverschiebung außerhalb der Vorgabe	Continue
<i>Probeteller:</i> Peakerkennungswarnung	Continue
<i>Probeteller:</i> Peakerkennungsfehler	Repeat Sample

Methode 11-20: keine Eingabe erforderlich

- **Datei: Öffnen-Probeteller**
Siehe Punkt 6: Probeteller definieren
- **Analyse: Neu-Aktuelle Analyse-Analysenläufe..-Stop**
Siehe Anleitungspunkte 7 bis 11
- **Konfiguration: Lade System-Interface 1: Analyser 1: Alliance**
Das System muß neu geladen werden, sobald Veränderungen über Datei-System-Alliance-Analytical System vorgenommen wurden. (Ein neuer Start von CFSService bewirkt das Gleiche. Achtung! CFSService nicht während einer laufenden Analyse schließen, da sonst die Daten des Laufes verloren gehen).
- **Konfiguration-- System Kontroller-- Interface 1**
Damit werden die Steckdosen auf der Stromleiste manuell ein- und ausgeschaltet

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
ALLIANCE	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter Alliance	ALLIANCE3.1	10

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
RC-412	C-Analysator RC412, Fa. Leco	C1.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1.12.2006

C-Analysator RC412 (Fa. Leco)

für:

Elementbestimmungs- methoden	CCorgC1.1, CCO3C1.1

Inhalt:

	Seite
1. Vorbereitungen	2
2. Bestimmung der Tageskorrekturfaktoren	2
3. Messung von Bodenproben	3
4. Messung von Humusproben	3

<u>Anhang:</u> ---

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
RC-412	C-Analysator RC412, Fa. Leco	C1.1	2

1. Vorbereitungen:

- Füllmenge der Sauerstoffflasche im Gasflaschenschrank kontrollieren.
- Absperrventil öffnen.
- Ventil an der Wand oberhalb des Gerätes öffnen. Der eingestellte Vordruck sollte bei 4 bar liegen.
- Die beiden mit $MgClO_4$ gefüllten Trockenrohre vorne am Gerät kontrollieren. Sollte sich das Trockenmittel zu mehr als zwei Drittel dunkel gefärbt haben, muss die Füllung erneuert werden.
- Hauptschalter am Gerät einschalten und mit dem rechteckigen schwarzen *Gas on* Knopf rechts am Gerät den Gasfluss einschalten.
- Drucker einschalten.
- Die angezeigten Drücke an den beiden Manometern an der Front des Gerätes überprüfen. *Incoming Pressure* links sollte 40 psi und *Pump Pressure* rechts sollte 30 psi anzeigen.
- Danach den *Analysis Flow* und den *Purge Flow* kontrollieren. Der Analysis Flow sollte auf 1 L/min und der der Purge Flow auf 300 ml/min eingestellt sein. Bei Bedarf kann mit den beiden schwarzen Drehknöpfen nachjustiert werden.
- Mit den Funktionstasten F1 bis F8 ist es möglich, durch die verschiedenen Ebenen der Software zu navigieren. Mit F8 gelangt man grundsätzlich auf die nächst höhere Ebene
- Durch Drücken von F2 gelangt man in den Ambient Monitor. Es werden die aktuellen Betriebsdaten des Gerätes wie Temperatur der Öfen, sowie Spannungs-, System- und Druckwerte angezeigt.

2. Bestimmung der Tageskorrekturfaktoren:

- Im Gerät ist eine Grundeichung hinterlegt. Mit der Bestimmung der Tageskorrekturfaktoren wird diese Grundeichung an die aktuellen Gerätebedingungen angepasst. Es wird wie folgt vorgegangen:
- Auf der Tastatur unter dem Bildschirm *enter* drücken. Danach 2x F8 und 1x F6 *Channel Select* drücken. Am Bildschirm erscheint eine Übersicht gespeicherter Messmethoden.
- Mit F2 ein Programm wählen, das die verwendeten Schiffchen bei 1000 °C ausheizt. Nach dem Erreichen der Ofentemperatur 3 Quarzschiffchen nacheinander je 3 Minuten ausheizen.
- Das verwendete Analyseprogramm für Humus- und Bodenproben wird anschließend über F5 (210607) aufgerufen.
- Nach dem Auswählen der Methode 2x F8 drücken.
- Sollen Bodenproben gemessen werden muss wie folgt vorgegangen werden:
2 mal 15-25 mg $CaCO_3$ in die ausgeheizten Quarzschiffchen einwiegen.
Warten bis die Starttemperatur des Aufheizprogrammes erreicht ist, die Einwaage und den Probenamen eingeben und mit F5 die Messung starten. Sobald die Ofenladelampe (Furnace Ready) aufleuchtet und ein akustisches Signal ertönt, Quarzschiffchen mit dem Schiebepstab in den Ofen schieben. Die Messung beginnt.
Am Ende der Analyse das Quarzschiffchen wieder aus dem Ofen ziehen.
- Nach Ablauf des Messprogramms wird mit der 2. eingewogenen $CaCO_3$ Probe genauso verfahren.
- Jeweils nach Ablauf des Messprogramms wird das Ergebnis ausgedruckt. Unter Phase 2: *Carbon* wird der Carbonatgehalt in Prozent ausgedruckt. Stimmen die Werte beider Standards überein (Abweichung unter 3 %) kann mit den erhaltenen Werten der Tageskorrekturfaktor für die im Gerät hinterlegte Grundkalibration bestimmt werden.
- Nach der Analyse der beiden Standards mit F1 das Untermenü *Calibration* aufrufen. Daraus mit F1 Funktion *Standard Calibration* öffnen.
- Elementgehalt der Standard Probe (12 % bei $CaCO_3$) Mit Enter abspeichern.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
RC-412	C-Analysator RC412, Fa. Leco	C1.1	3

- *high Carbon* wählen. Die Ergebnisse der letzten 11 Analysen werden angezeigt; dabei steht die zuletzt durchgeführte Analyse am Ende der Liste. Die beiden gemessenen Calciumcarbonat-Standards werden mit *Yes* markiert.
- Taste F7 (Process Results) drücken. Mit Hilfe der ausgewählten Proben wird der Tageskorrekturfakt für die Messung von Bodenproben errechnet, mit dem die Ergebnisse der heute zu messenden Proben berechnet werden.
- Sollen Humusproben gemessen werden, muss wie folgt vorgegangen werden:
20 mg des hauseigenen Standards NFBVH werden zusammen mit 3-5 mg CaCO₃ eingewogen, gemischt und mit gewaschenem Quarzsand überschichtet (zur Vermeidung einer zu heftigen Reaktion des Probenmaterials mit dem darüber geleiteten Sauerstoff).
Die eingewogene Probe wird wie oben beschrieben analysiert.
- Den gleichen Vorgang wie für die Bodenstandards mit den gemessenen Humusstandards (NFBVH+Calciumcarbonat) wiederholen. Es muss jedoch *low Carbon* gewählt werden.
- Jetzt ist das Gerät messbereit.

3. Messung von Bodenproben:

- Etwa 200 mg der zu messenden Bodenprobe in ein Quarzschiffchen einwiegen und das Gewicht abspeichern.
- Mit Taste F5 (Analyse) die Analyse einleiten.
- Sobald die Ofenladelampe (Furnace ready) aufleuchtet und ein akustisches Signal ertönt, das Quarzschiffchen mit dem Schiebestab in den Ofen schieben.
- Am Ende der Analyse das Quarzschiffchen mit dem Schiebestab wieder aus dem Ofen herausziehen.
- Die Analyseergebnisse werden automatisch angezeigt und ausgedruckt.
- Phase 1 Carbon zeigt den organischen C-Gehalt in Prozent ein, Phase 2 Carbon zeigt den anorganischen Carbonat-Gehalt der Probe an.
- Zum Ausdruck des Messpeaks erst F8, und dann F3 drücken (Data Buffer).
- F1 (Screen Plot) drücken, anschließend F1 (Print Plot), der gesamte Messpeak mit dem Temperaturverlauf des Ofens wird ausgedruckt.

4. Messung von Humusproben:

- Die Messung von Carbonat in Humusproben ist durch den hohen organischen Kohlenstoffgehalt im Vergleich zu dem häufig sehr niedrigen Carbonatgehalt erschwert, weil der hohe organische Kohlenstoffpeak den anorganischen Carbonat Peak verdecken kann und eine Trennung der beiden Peaks und deren separate Auswertung nur mit einer Chromatogramm-Auswerte-Software möglich ist. Dazu müssen die Rohdaten der CO₂-Messungen in die Chromatogramm-Auswerte-Software übertragen und der CO₃-Peak als Peak auf der Corg-Schulter ausgewertet werden.
- Es werden ca. 50 mg Humusprobe eingewogen, mit gewaschenem Quarzsand überschichtet und wie bei den Bodenproben beschrieben gemessen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
RC-412	C-Analysator RC412, Fa. Leco	C1.1	4

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1
		1

Datum: 20.8.2004

Gerätekurzanleitung:

Elementaranalysator EA 3000 (Fa. Hekatech)

für:

Elementbestimmungs- methoden	CCgesCNS5.1, NNgesCNS5.1, CCgesCNS5.2, NNgesCNS5.2 und folgende
---------------------------------	--

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
1. Vorbereitungen	2
2. Dichtigkeitstest	2
3. Eichung	3
4. Starten des CN-Laufes	4
5. Einwaagen	4
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb	5
1. Zählerstände kontrollieren	5
2. Aschefänger ausleeren	5
3. Wasserfalle ausleeren	6
4. Reduktionsreaktor wechseln (Cu)	6
5. Oxidationsreaktor wechseln	6
6. Wartung des Probengebers	7

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang:

Anhang 1: Systemeinstellungen

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1	2

A. Routineablauf des Messbetriebes

1. Vorbereitungen:

- Helium- und Sauerstoffflaschenfüllung kontrollieren: Die Einstellung an beiden Reduzierventilen sollte ca. 5 bar sein.
- Gerätevordruck am Reduzierventil (dieses befindet sich an der Wand über dem Gerät) überprüfen:
Helium = 3 bar
Sauerstoff = 3 bar
- Mikrowaage einschalten und kalibrieren (durch Drücken der Cal-Taste)
- Den Computer und Monitor einschalten.
- Die Callidus Software (5.1-Callidus) durch Doppelklicken des Icons starten.
- Die aktuelle Version darf nur einmal aktiviert sein/werden, da sonst Fehlermeldungen/Programmabstürze vorprogrammiert sind!!! Im Task Manager kann kontrolliert werden, ob das Programm mehrmals gestartet wurde: durch gleichzeitiges Drücken von Strg/Alt/Entf den Task-Manager öffnen und bei Bedarf überzählige Callidus-Programmeinträge löschen (mehr als Einer)
- *Operator* anklicken, *Log in* anklicken, *Username* eingeben und *Password* eintragen, mit *ok* bestätigen.
- Es erscheint: *Check connection, Instrument: S3 und Balance: 96 mit ok bestätigen.*
Anschließend: *Instrument* anklicken und *Settings* auswählen
- Bei Instrument set:
- TCD Supply on
- Autosampler: SAS ON
- Polarity: +
- Gain: x1
- Anschließend die Geräteparameter überprüfen, siehe Methodenparameter im Anhang 1. Diese Einstellungen/Parameter müssen vorgegeben sein.
- Bei Standby-Autoready: *Out of Standby* wählen (Die daraufhin beginnende Konditionierung dauert ca. 15 Min.)
- Bei Gas Off- Leak Test- PM Zählerstände/Kapazitäten kontrollieren, und gegebenenfalls die entsprechenden Bauteile entleeren oder austauschen und Zählerstände zurücksetzen.

2. Dichtigkeitstest

Vor Beginn der Messungen sollte täglich ein Dichtigkeitstest durchgeführt werden:

- *Instrument -- Settings -- Gas Off-Leak Test-PM* wählen:
- *START Leak Test* wählen, es erscheint *running*. Dann einen Blick auf die Gasflüsse werfen, ob sie stabil sind. Erst dann wird 90 Sekunden lang geprüft, ob das System gasdicht ist. Wenn das System dicht ist erscheint: *passed*, wenn es undicht ist: *failed*
- Ist die Basislinie stabil, (TCD Signal oder Plotter) - *AutoZero* anklicken (1,000).

3. Eichung

- Zunächst in den Programmteil *Analysis* wechseln und *New Autorun* anklicken.
Danach die Probentabelle ausfüllen
Beispiel:
Type auswählen (Byp = Bypass, Blk = Blank, Std = Standard, Spc = Special, Smp = Probe
5-6 Byp (Byp = befüllte Zinnkartusche)
3-4 Blk (Blk = leere Zinnkartusche)

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1
		3

2 Std EDTA mit 1mg und 3mg Einwaage

2 Spc EDTA mit 1mg und 3mg Einwaage (diese können gegebenenfalls als Std verwendet werden)

1 oder mehrere Smp mit unterschiedlichen Kontrollstandards

- Um die Gewichte direkt von der Waage in die Proben-tabelle übertragen zu können, *Balance Button* aktivieren.
- Die eingewogenen Zinnschiffchen in den **Probengeber Makro 80** setzen, dabei mit der ersten Probe an der Position mit dem Pin beginnen und danach einmal den Load Sample-Knopf (grüner Knopf am Kasten unter dem Proben-teller) drücken. Die 1.Probe wird dann in die Spül-/Startposition gefahren (mittels Rotor mit 4 Löchern in 90° Abständen).
- Nicht vergessen den Deckel aufzulegen.
- Method (Methodenparameter), Data Processing, **Wichtig:** unter Report Configuration überprüfen, ob bei Element % ein Häkchen gesetzt ist (ansonsten siehe Anhang 1)
- Wenn alles ok ist, erst Save anklicken und dann Start. Jetzt kann mit der Messung begonnen werden.
- *Create New Auto Run*, Name: Sample Type und Sample Source auswählen = Autorun Name, wenn eine neue Bezeichnung erforderlich ist, mit Add Type und Add Source erstellen und mit ok bestätigen.
- *Auto Run Name* erstellen, mit ok sichern und über Start beginnen.
- Während der Messung darf nur über die untere Leiste gearbeitet werden, da das Programm sonst abstürzt!!! und der Inhalt der Proben-tabelle und die Gewichte verloren gehen!
- Wenn der Lauf beendet ist, erscheint auf dem Bildschirm die Probenliste, die man ausdrucken muss, um die Eichung im Modul **Sample Manager** bearbeiten zu können.
- Hierzu den **Sample Manager** öffnen, *Search last acquired Autorun* anklicken, *Start search* anklicken, bei Search Results *Autorun Name* mit der linken Maustaste aktivieren, und mit der rechten Maustaste öffnen *open for Recalculation* anklicken, um die Eichung (Peaks) anzuschauen:
- Blank: C Area sollte < 10.000 mikro Volt*s sein, sonst muss der Probengeber gereinigt werden (s. B.6. Probengeber reinigen).
- Weicht der Messwert eines EDTA-Standards (Std) um mehr als 1% vom Sollwert ab, so kann dieser in Spc umbenannt werden, und durch Umbenennung eines Specials (Spc) mit EDTA gleicher Einwaage in Std getauscht werden. Wenn ein Austausch vorgenommen wurde, mit *Apply* anpassen und mit *Confirm* bestätigen/ übernehmen. Danach muss ein neuer Ausdruck der Eichung erstellt werden.

4. Starten des CN-Laufes

- Gasflüsse und Temperaturen kontrollieren.
- Im **Sample Manager** die Tageseichung/-kontrolle suchen (*Search last acquired Autorun, Start search*). Mit der linken Maustaste den Lauf anklicken.
- Mit der rechten Mausetaste *Export Calibration* anklicken.
- *Create Autorun Name*: Sample Type und Sample Source vergeben und mit ok bestätigen.
- Mit Autofill oder durch Eingabe der Probennummern die Proben-tabelle erstellen.
- Um die Gewichte direkt von der Waage in die Proben-tabelle übertragen zu können, den *Balance Button* aktivieren.
- Die vorbereiteten Zinnschiffchen in den Probengeber setzen, dabei mit der ersten Probe an der Position mit dem Pin beginnen (=1. Probe direkt in die Öffnung).
- Nicht vergessen den Deckel aufzulegen.
- An der 1.-, jeder 10.- und letzten Position eines Laufs sollte eine Kontrollprobe (KP1/KB1)

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1 4

gemessen werden (siehe Lims-Serienliste). In der Probentabelle für die Kontrollprobe als Type Smp wählen. (Gegebenenfalls die *Positionen* mit der rechten Mausetaste anklicken und *Quality Criteria* auswählen. Es öffnet sich eine Tabelle aus der ein entsprechender Standard ausgewählt werden kann:

- *Select, Position* aus der Probentabelle und Abweichungen (+ -) in mg absolut eintragen. Bei den Elementen H, S und O jeweils eine Null eingeben und mit *ok* bestätigen).
- Danach über *Autorun Start* anklicken.
- Während der Messung darf nur über die untere Leiste gearbeitet werden, da das Programm sonst abstürzt!!! und die Probentabelle mit den Gewichten evtl. neu erstellt werden muss.
- Es besteht außerdem die Möglichkeit, während eines Laufes weitere Proben einzuwiegen und auch einzufügen. **Wichtig:** Hierzu kann die Probentabelle an jeder Position (auf Probengeberposition achten / *Stop at* setzen) erweitert werden.
- Wenn der Lauf beendet ist, erscheint auf dem Bildschirm eine Probentabelle, die ausgedruckt und zur Weiterverarbeitung mit *relaqs* versendet werden muss (tab seperated text-Format).

5. Einwaagen

Folgende Mengen sollten eingewogen werden:

- Pflanzen-, Humusmaterial: <5 mg
- Boden normal: 20-30 mg
- Boden hell (wenig C): 50-70 mg
- Boden dunkel (viel C): ca. 10 mg
- EDTA, Acetanilid, BBOT 2-3 mg
- NHARZ: 2-3 mg
- NFVH: <5 mg
- Spruce Needles: 2 mg
- Beech Leaves: 2 mg
- Solling 30-50 50-70 mg
- Boden1 15 mg
- Boden4 50-70 mg

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb

1. Zählerstände kontrollieren:

Unter *Settings/ Gas Off- Leak Test- PM* - Zählerstände kontrollieren. Die Kapazitäten des Oxidations-, oder Reduktionsrohres bzw. des Aschefängers oder der Wasserfalle können erschöpft sein. Dabei sollten die entsprechenden Bauteile nach Messung der eingestellten Probenzahl kontrolliert und gegebenenfalls entleert, gewechselt oder ausgetauscht werden.

- A Oxidations- Reaktor = Oxidationsrohr bei/ab ca. 1700 Proben (abhängig vom eingewogenen Probenmaterial)
- B Wasserfalle = Wasserfalle nach ca. 250 Proben bei original $Mg(ClO_4)_2$ von Hekatech
- C Column = Aschefänger bei ca. 50-70 Proben (bei Bodenproben höchstens ca. 50 Proben)

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1	5

D Reduktions- Reaktor = Reduktionsrohr bei/ab ca. 650 Proben (abhängig vom eingewogenen Probenmaterial)

E Helium = ca. 2000 Proben

- **Wichtig:** *Vor* dem Wechsel bzw. Austausch *Gas off* anklicken. Wenn der Druck auf <10 kPa gesunken ist, kann das entsprechende Bauteil gewechselt werden. *Nach* jedem **einzelnen** Wechsel/Austausch *Gas on* und **Dichtigkeitstest** s.o. durchführen.
- Nach dem Austausch die entsprechenden Zählerstände auf Null setzen:
- Direkt am Messgerät die *SP-F* -Taste drücken, mit Cursor auf *Counts* (CNTS) gehen, *Enter* drücken, den entsprechenden Zählerstand mit dem Cursor anwählen und *Enter* drücken, anschließend mit der **EXIT**-Taste den Vorgang beenden (Achtung: die drei Tasten auf der linken Seite vorne am Gerät dürfen nicht leuchten!) oder über Settings/ Gas Off- Leak Test-PM.
- Wenn die Basislinie stabil ist (TCD Signal oder Plotter) - *AutoZero* anklicken (1,000).
- Gasflüsse und Temperaturen kontrollieren, bevor der Lauf gestartet wird.

2. Aschefänger ausleeren

- Vor dem Ausbau des Aschefängers *Gas off* anklicken und warten bis der Gasdruck auf 0 abgesunken ist!
- Handschraube des Probengebers lösen, Schieber nach rechts ziehen, Probengeber abheben, obere Verschraubung lösen, und den Aschefänger herausziehen. Vorsicht heiß!
- In die Ablage mit den Schamottsteinen ablegen, etwas abkühlen lassen und mit einer Stahlstange oder Pinzette die Rückstände nach/von unten herausschieben/-ziehen/-drücken/-klopfen.
- Danach in den Aschefänger von unten etwas Quarzwolle hineinstopfen, in das Reaktorrohr einsetzen und festschrauben (in LOCK- Position drehen).
- Den Probengeber wieder aufsetzen, den Schieber bis zum linken Anschlag schieben und festdrehen.
- Das Trägergas wieder einschalten, und einen Dichtigkeitstest durchführen.

3. Wasserfalle ausleeren

- Vor dem Ausbau der Wasserfalle *Gas off* anklicken und warten bis der Gasdruck auf 0 abgesunken ist.
- Die Verschraubungen vom Filterrohr lösen, die zwei grünen Dichtringe auffangen und säubern.
- Ein neues Filterrohr auf einer Seite mit ein wenig Quarzwolle stopfen, dann Mg-Perchlorat einfüllen, dieses etwas festklopfen und oben wieder etwas Quarzwolle aufsetzen.
- Die zwei grünen Dichtringe in die Verschraubungen einsetzen (evtl. ganz leicht fetten) und diese wieder festdrehen.
- Das Trägergas wieder einschalten, und einen Dichtigkeitstest durchführen.

4. Reduktionsreaktor wechseln (Cu)

- Hat sich das Kupfer im Reduktionsrohr fast vollständig schwarz verfärbt, so muss es ausgetauscht werden.
- Vor dem Ausbau *Gas off* anklicken, und warten bis der Gasdruck auf 0 abgesunken ist
- Die Schraube oberhalb des Rohres mit Hilfe eines 14er- und 8er-Maulschlüssels lösen, den Gas-Schlauch (mit der Schraube) herausziehen, und den Reaktor auf die Position UNLOCK

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1
		6

- drehen (nicht ganz bis zum Ende)
- Den Reaktor herausziehen, auf der Ablage mit den Schamottsteinen ablegen, und etwas abkühlen lassen.
- In der Zwischenzeit ein neues Quarzrohr mit Quarzwolle, Kupfer-/Quarzsplittergemisch, Quarzwolle und Quarzsplittern befüllen (siehe Anlage 2).
- Wenn Eddingmarkierungen am Quarzrohr vorhanden sind, müssen diese unbedingt entfernt werden, da sich sonst an dieser Stelle eine Sollbruchstelle bildet.
- Verschraubung vom abgekühlten Reaktor abschrauben, und auf den neu befüllten Reaktor montieren. Dabei die Dichtungsringe kontrollieren und gegebenen Falls wechseln.
- Den Reaktor vorsichtig in den Ofen einführen, und in die Dichtung der Bodenhalterung drücken. Im Gerät noch einmal festziehen, und in LOCK-Position drehen.
- Anschließend Gas-Schlauch wieder befestigen (handfest, plus eine halbe Umdrehung mit dem Maulschlüssel), das Trägergas einschalten und das System 15 min spülen lassen.
- Einen Dichtigkeitstest durchführen.
- Falls das System undicht ist, die Bodenhalterung im Gerät überprüfen (rechte Seitenklappe unten)
- Nach dem Wechsel das Rohr aufheizen lassen, und die Stabilität abwarten. Dann zunächst 8 Einlaufproben (Byp) messen (beliebige Proben, an eine vorhandene Eichung angehängt), und anschließend **neu eichen!**

5. Oxidationsreaktor wechseln

- Vor dem Ausbau *Gas off* anklicken, und warten bis der Gasdruck auf 0 abgesunken ist
- Handschraube des Probengebers lösen, Schieber nach rechts ziehen, Probengeber abheben, obere Verschraubung lösen, Reaktor auf Position UNLOCK drehen (nicht ganz bis zum Ende) und das gesamte Rohr herausziehen. Vorsicht heiß!
- Den Reaktor auf der mitgelieferter Ablage, auf den Schamottsteinen ablegen, und etwas abkühlen lassen.
- Beim Wechsel darauf achten, dass sich möglichst keine Luft zwischen Aschefänger und Befüllung befindet, gegebenen Falls mit Quarzwolle auffüllen.
- Verschraubung vom abgekühlten Reaktor abschrauben und auf den neuen Reaktor montieren, dabei Dichtungsringe kontrollieren und gegebenen Falls wechseln. Danach den Reaktor vorsichtig, aber zügig in den Ofen einführen, und in die Dichtung der Bodenhalterung drücken. Im Gerät noch einmal festziehen und in LOCK-Position drehen.
- Wenn Eddingmarkierungen am Quarzrohr vorhanden sind, müssen diese unbedingt entfernt werden, da sich sonst an dieser Stelle eine Sollbruchstelle bildet.
- Anschließend den Probengeber wieder aufsetzen und das Trägergas einschalten. Den Schieber bis zum linken Anschlag schieben und festschrauben.
- Anschließend das System aufheizen lassen und Stabilität abwarten (stabile Basislinie).
- Dann einen Dichtigkeitstest durchführen.
- Falls das System undicht ist, die Bodenhalterung im Gerät überprüfen (rechte Seitenklappe unten)
- Jetzt zunächst 8 Einlaufproben messen (beliebige Proben, an eine vorhandene Eichung angehängt), und danach neu eichen!

6. Wartung des Probengebers (40+40):

- Vor dem Ausbau *Gas off* anklicken, und warten bis der Gasdruck auf 0 abgesunken ist
- Den Probenteller abnehmen.
- Die Kreuzschlitzschraube am linken Kolbenende lösen, den Kolben mit dem Verriegelungs-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, EURO EA 3000, Hekatech	CN1.1	7

bügel ein Stückchen nach rechts schieben und dann ohne Halterung ganz hinausdrücken.
WICHTIG: Der Kolben darf keine Kratzer bekommen, da sonst Undichtigkeiten entstehen können.

- Den Kolben mit Wasser oder Ethanol oder im Ultraschall reinigen und mit Papier abtrocknen. Dabei auch die Röhre innen nur mit einem feuchten Tuch säubern (Kratzspuren!).
- Die grünen O- Ringe (bei Bedarf) nur mit einem speziellen Werkzeug (Hülse der Fa. IVA, siehe beiliegende Anleitung) austauschen.
- Vor dem Wiedereinbau des Kolbens, etwas Silikonfett in die rechte Röhrenöffnung geben, und den Kolben mit den Löchern senkrecht bis zum Anschlag schieben. Dabei den Hebel mitziehen und ganz nach links schieben. Die Schraube wieder befestigen und den Kolben mehrfach hin- und herziehen/schieben, um das Fett zu verteilen.
- Probensteller wieder aufsetzen und darauf achten, dass die entsprechend ausgerichtete Dichtungsscheibe aus Gummi darunter sitzt (sonst wird zu viel Raumluft mit angesaugt) - **Verunreinigung N!**
- Danach einen Dichtigkeitstest durchführen.

7. **Wartung des Probengebers (Makro 80):**

Ca. 1x im Monat (oder nach ca.1500-2000 Analysen)

- In den Gas Off- Modus gehen
- Probengeber ausschalten (Kippschalter hinten/unten rechts)
- Die beiden Gasleitungen entfernen
- Die beiden elektrischen Anschlüsse entfernen
- Über die Rändelschraube Probengeber lösen
- Linke Platte entfernen
- Schwarze Mutter entfernen
- Rechte Platte entfernen
- Mit Imbus die zwei hinteren Motorspannschrauben lockern, Zahnriemen lockern, Rotorachse entfernen, Rotor rausnehmen, untere schwarze/oder grüne Scheibe reinigen, Bohrungen reinigen- entgegen Uhrzeigersinn.
- Ggf. schwarze/oder grüne Dichtplatte ganz leicht mit Hochvakuumfett einreiben und darauf achten, dass die „Gaslöcher“ frei bleiben.

Einbau:

- Rotor mit Magneten nach unten einbauen
- Rotor einlegen (Achse/ Schlitz für Dreher nach oben) und mit dem Zahnriemen mittig umlegen (auf die Zähne achten, nicht unten auflegen) und vorerst handfest schrauben.
- Probengeber auf die Seite legen und von oben auf den Motor drücken. Alle 3 Schrauben richtig festziehen (Zahnriemenspannung ist sehr wichtig für den Rotor- und Probenstellertransport).
- Rechte Deckplatte aufsetzen, Schwarze Mutter anziehen bis Dichtigkeit erreicht ist (zu fest= Rotor dreht nicht mehr; zu wenig= undicht).
- Linke Platte aufsetzen (Abdeckung), locker festschrauben.
- Probensteller draufsetzen, festschrauben, feinjustieren.
- Gasleitungen und elektrischen Anschlüsse wieder anbringen (Beschriftung oben auf dem Gerät)
- Probengeber einschalten (Kippschalter hinten/unten rechts)
- Gas aktivieren, Stabilität abwarten und Dichtigkeitstest durchführen.

SYSTEMEINSTELLUNGEN**Methodenparameter**

Die folgenden Parameter sollten unter *Instrument – Settings - Instrument set* oder *Analyses / New Autorun/ Method* eingestellt sein:

Carrier	40	kPa
Purge	80	ml/min
Oxygen	10	ml
P O2	20	kPa
Oxidations Time	7,8	sec
Sampling Delay	10	sec
Run Time	200	sec
Front Furnace	1040	°C
Rear Furnace	650	°C
Oven	40	°C

Data Processing

Calibration Type:K-Factor

Component Table: Retention time (s) N 60 C 110
 Window (%) N 10 C 15

(diese müssen gegeben Falls je nach Verbrennungsverhalten der Proben angepasst werden)

Integration Parameters: 1 1 1 1000 V. Valley

Report Configuration

Configuration: CN

Report Options: Summaries (Element %)

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, Euro EA 3000, Hekatech	CN2.1
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 20.08.2004

Elementaranalysator Euro EA (Fa. Hekatech)

für:

Elementbestimmungs-	CCO3CNS1.1, CCorgCNS2.1
methoden	und folgende

Inhalt:

	Seite
5. Vorbereitungen	2
6. Umbau des Gerätes	2
7. Wechsel vom CN-Modus in den Carbonatmodus	2
8. Eichung	3
9. Proben messen	4

<u>Anhang:</u> ---

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, Euro EA 3000, Hekatech	CN2.1	2

1. Vorbereitungen:

- Heliumflaschenfüllung kontrollieren: Die Einstellung an beiden Reduzierventilen sollte ca. 5 bar sein.
- Gerätevordruck am Reduzierventil (dieses befindet sich an der Wand über dem Gerät) überprüfen:
Helium = 3bar
- Den Computer einschalten. Es erscheint das Icon Callidus.
- Die Callidus Software durch Anklicken des Icons starten.
- Die aktuelle Version darf nur einmal aktiviert sein/werden, da sonst Fehlermeldungen/Programmabstürze vorprogrammiert sind!!! Im Task Manager kann kontrolliert werden, ob das Programm mehrmals gestartet wurde: durch gleichzeitiges Drücken von Strg/Alt/Entf den Task-Manager öffnen und überzählige Callidus-Programmeinträge löschen (mehr als Einer)
- Operator anklicken, *Log in* anklicken, Username eingeben und Password eintragen, mit *ok* bestätigen: z.B. *Namenskürzel*, *CN* und *ok*
- Es erscheint: *Check connection ok*
- Es erscheint: *Setting Workspace*, wenn dieses auf 5.1-Callidus steht: mit *ok* bestätigen.
- Die Keramikschieffchen mit heißem Wasser spülen. Probenreste gegebenenfalls mit einer Bürste entfernen. Anschließen mit demin. Wasser spülen und auf dem Reaktionsofen des IC-Kits trocknen.

2. Umbau des Gerätes

- Stecker des Probengebers abziehen (nur wenn sich Proben darin befinden)
- In jedem Fall *Gas off* wählen und warten bis der Gasdruck auf 0 abgefallen ist, bevor die Wasserfalle oder die Trockenröhrchen geöffnet werden, oder Arbeiten am IC-Kit durchgeführt werden.
- Prüfen ob der Schlauch in der Wasserfalle gegen die Glaswand gerichtet ist, da sonst ein korrekter Ablauf des Kondenswassers nicht gewährleistet ist.
- Das $Mg(ClO_4)_2$ -Röhrchen auf jeden Fall austauschen, auch wenn es nur etwas feucht ist. Feuchtigkeit äußert sich in Beulen in der Basislinie und Instabilität.
- Anschließend einen Dichtigkeitstest durchführen s. Kurzanleitung CN1.1 Pkt. A.2.
- Ein- und Ausgangsschläuche vom IC-Kit wie folgt mit dem CN-Analysator verbinden: IC-Schläuche trennen und an den IC-Kasten entsprechend der Beschriftung anschließen. Dabei die Verbindungen zunächst handfest drehen, dann mit Maulschlüsseln festhalten und höchstens eine viertel bis halbe Umdrehung nachziehen.
- Anschließend einen Dichtigkeitstest für das IC-Kit durchführen (s. Bedienungsanleitung IC-Kit, Fa. Hekatech)

3. Wechsel vom CN-Modus in den Carbonat-Modus:

- IC-Kit einschalten (grüner Knopf)
- *Instrument* anklicken
- *Settings* auswählen, *Instrument set*
- *Open* anklicken: es öffnet sich die Methodenliste. Aus dieser, IC-Kit auswählen, *open* anklicken, die Parameter überprüfen und gegebenenfalls ändern. *Save -- Send* anklicken.
- Die Polarität auf -- setzen und das Fenster verlassen (x)
- Abwarten bis die Basislinie stabil ist.
- *Auto Zero* anklicken: es erscheint *zero running*, wenn dieses abgeschlossen ist ertönt ein Piepsen, und es erscheint im Statusfenster (unten) statt *running standby*

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, Euro EA 3000, Hekatech	CN2.1 3

- Überprüfen, ob sich genügend 50 %ige Phosphorsäure in der Vorratsflasche befindet (50 ml 85%ige orto-Phosphorsäure + 35 ml H₂O demin., gut mischen. Da Wasser und Phosphorsäure sehr unterschiedliche Dichten haben lassen sie sich verhältnismäßig schwer mischen. Das demin. Wasser sollte nicht frisch aus der Leitung kommen, sondern abgestanden sein, da es dann weniger Gase enthält. Es kann alternativ auch im Ultraschallbad entgast werden.)

4. Eichung:

- *Analysis* wählen
- *New Autorun* anklicken
- Die Methode kontrollieren, wenn Parameter falsch sind *open IC-Kit* anwählen, *open*. Die Parameter sollten jetzt blau unterlegt sein und können gegebenenfalls geändert werden. Dieses mit *send to instrument* bestätigen.
- Anschließend kann die Probentabelle ausgefüllt werden. Hierbei ist es wichtig das mit *Stop at* und *Resume* gearbeitet wird:

BypassBps 1 mg (zum Spülen)
 CaCO₃ Std 10 mg
 CaCO₃ Std 30 mg
 BCO₃ Smp 30 mg

- Basislinie kontrollieren, wenn diese stabil ist, *Auto Zero* anklicken
- Die Probe in die Schleuse des IC-Kits stellen. Dabei darauf achten, dass das Schiffchen gerade eingesetzt ist, da es sich sonst verkantet; und nicht in die Probenkammer geschoben werden kann.
- Den Deckel schließen und warten bis die Basislinie konstant ist. Die Messung dann über den blauen Pfeil starten und den Lauf benennen.
- Die Säure langsam zudosieren (? ml, ein Kolbenhub der Dispensette), dabei darauf achten, dass die Reaktion nicht zu heftig abläuft und kein Probenmaterial aus dem Schiffchen heraus geschleudert wird.
- Die Probe in den Ofen schieben, *Stop at* und *apply* anklicken.
- Wenn die Messung beendet ist erscheint das Ergebnisprotokoll. Das Ausdruckfenster verkleinern (es sollte dann als Reiter auf der unteren Leiste liegen). Das Ausdruckfenster der vorherigen Messung schließen. Die gemessene Probe aus dem Ofen holen. Falls sich in der Kammer Säuretropfen befindend diese abtupfen.
- Die nächste Probe in die Kammer stellen, Säure zudosieren s.o. und die Stabilität der Basislinie abwarten. Mit *Resume* die Messung der neuen Probe starten. Die Probentabelle weiter abarbeiten. Nach dem Start der letzten Probe, diese ohne *Stop at* messen.
- Wenn der Lauf beendet ist erscheint auf dem Bildschirm das Ergebnisprotokoll, das ausgedruckt werden muss, um die Eichung im Modul **Sample Manager** bearbeiten zu können.
- Den Sample Manager öffnen, *search last acquired autorun* anklicken, *start search* anklicken und bei *search results autorun* den Namen des Lauf mit der linken Maustaste aktivieren. Mit der rechten Maustaste *open for recalculation* anklicken, um die Eichung anzuschauen. Standards (Std) und Specials (Spc) gleicher Einwaage gegebenenfalls gegen einander austauschen. Sollte die Abweichung des Messwertes eines Standards >1% vom Sollwert sein, und der Messwert eines Specials mit gleicher Einwaage <1 %, so kann der Standard in Spc und der Special in Std umbenannt werden, wodurch dieser dann für die Berechnung des Tagesfaktors verwendet wird. Wenn ein derartiger Austausch vorgenommen wurde, so muss dieser mit *apply* angepasst und mit *confirm* übernommen werden. Danach muss ein neuer Ausdruck der Eichung erstellt werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, Euro EA 3000, Hekatech	CN2.1	4

- Wenn die Eichung in Ordnung ist, können Proben angehängt werden.
- Wird am nächsten Tag weiter gemessen, so kann die Eichung exportiert werden.
- Zur Kontrolle der Eichung werden folgende Proben gemessen:

CaCO ₃	2,5 mg
CaCO ₃	30 mg
BCO ₃	30 mg

Diese Tageskontrollproben als Smp (Samples) messen. Wenn die Messwerte im Rahmen der erlaubten Abweichungen sind, können Proben angehängt und gemessen werden.

5. Proben messen:

- Im Sample Manager die Tageseichung suchen (*search last acquired autorun, Start search*).
- Diese mit der linken Maustaste anklicken, und mit der rechten Maustaste den Export der Kalibration auslösen (*Export Calibration*).
- Es erscheint: *create autorun name*. Den *sample type* und die *sample source* vergeben und mit *ok* bestätigen.
- Nach und nach Proben einwiegen und im Sample Table eintragen. Dabei ist es **wichtig**, das im Sample Table vor dem Start des Laufes immer eine Probenzeile mehr ausgefüllt ist, damit mit Stop at gearbeitet werden kann. Nur dann ist es möglich, während des Laufes weitere Proben einzuwiegen und zu messen.
- Das aktive Fenster während der Messung **nicht** schließen; da während der Messung immer über die untere Leiste gearbeitet werden muss.
- Anschließend die Basislinie kontrollieren. Wenn sie ruhig läuft, *auto zero* anklicken. Erst dann eine Probe in die Schleuse einsetzen, dabei darauf achten, dass das Keramikschiffchen genau eingesetzt ist, da es sich sonst verkanten kann und dann nicht in die Probenkammer eingeschoben werden kann. Dann den Deckel der Schleuse schließen, warten bis die Basislinie stabil ist und die Messung der ersten Probe durch Anklicken des blauen Pfeils starten. Den Lauf benennen.
- Nach dem Einsetzen eines Schiffchens, und dem Schließen des Deckels, wird die Säure langsam zudosiert s.o. und die Probe in den Ofen geschoben. Danach *Stop at* und *apply* anklicken.
- Alle weiteren Proben, die in diesem Lauf gemessen werden sollen, mit *resume* starten.
- Wenn die Messung beendet ist, erscheint das Ergebnisprotokoll. Das Ausdruckfenster verkleinern (es liegt dann auf der unteren Leiste). Das Ausdruckfenster der vorherigen Messung schließen. Die gemessene Probe aus dem Ofen holen. Falls sich in der Kammer Säuretropfen befindend diese abtupfen.
- Wenn das Keramikschiffchen nach abgeschlossener Messung aus der Schleuse genommen wird, so muss kontrolliert werden, ob eine vollständige Reaktion der gesamten Probe stattgefunden hat. Es sollte z.B. kontrolliert werden, ob die Probe vollständig benetzt wurde. Wenn nicht, so muss die Probe wiederholt werden. Proben die schlecht benetzbar sind, sollten vor dem Einsetzen in die Schleuse mit abgestandenem oder entgastem demin. Wasser mit Hilfe einer Eppendorfpipette vollständig benetzt werden. Dabei muss jedoch darauf geachtet werden, dass noch ausreichend Platz für die Säure im Schiffchen ist.
- Danach die nächste Probe in die Kammer stellen, Säure zudosieren s.o. und die Stabilität der Basislinie abwarten. Mit *Resume* die Messung der neuen Probe starten. Die Probentabelle weiter abarbeiten. Nach dem Start der letzten Probe, diese ohne *Stop at* messen.
- Wenn die letzte Probe gemessen ist, das Ergebnisprotokoll ausdrucken.
- Die Peakflächen der Proben im Sample Manager kontrollieren.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, Euro EA 3000, Hekatech	CN2.1	5

- Sollte der Messwert einer Probe unter der Nachweisgrenze liegen, so muss die Probe mit höherer Einwaage wiederholt werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
CN	CN, Euro EA 3000, Hekatech	CN2.1	6

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onenchromathograph Metrohm	IC2.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 15.12.2007

Ionenchromatographie-Anlage (Fa. Metrohm) mit IC Net- und MagIC Net-Software

für:

Elementbestimmungs- methode	NaNagesIC2.1, CaCagesIC2.1, KKgesIC2.1, MgMgges2.1, NNH4IC2.1,
	FFIC2.1, ClClIC2.1, NNO2IC2.1, NNO3IC2.1, SSO4IC2.1, PPO4IC2.1
	und folgende

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien ansetzen	2
2. Vorbereitungen vor dem Anschalten	2
3. Anschalten der IC-Anlage und Starten der Software	2
4. Vorbereitung eines Analysenlaufs	3
5. Starten des Analysenlaufs	5
6. Prüfungen während des Analysenlaufs	5
7. Ausschalten der Anlage nach Beendigung der Messungen	6
8. Daten prüfen, bearbeiten und speichern	6
9. Geräteinfos	7
10. Wartung	7
11. Störungen und ihre Behebung	8

Wichtige Hinweise:

	Die Spülgefäße des IC-Probengebers 838 dürfen nicht mit Deckel verschraubt im Rack stehen, da die Höhe nicht passt!
	Bitte keine Lösungen (Eluenten, Lösungen für Suppressor) auffüllen, sondern jeweils frisch einfüllen (besonders Reinstwasser), damit es zu keiner Verkeimung der Lösungen kommen kann!
	Auf keinen Fall die Eluenten für Anionen und Kationen vertauschen !

Anhang: ---

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>ch</u> romathograph Metrohm	IC2.1	2

1. Reagenzien ansetzen:

1. Dest. Wasser für Suppressorspülung:

nur Reinstwasser aus Elga-Anlage verwenden

2. Säure für Suppressorspülung:

6 ml konz. Schwefelsäure (H₂SO₄) sowie 5,04 g Oxalsäure in 2 Liter Reinstwasser ansetzen

3. Anioneneluent:

0,678 g Na₂CO₃ sowie 0,084 g Na₂HCO₃ in 2 Liter Reinstwasser lösen

4. Kationeneluent:

12 ml 1 mol Salpetersäure in 2 Liter Reinstwasser geben. Diese Lösung entweder am Tag zuvor ansetzen oder für 10 Minuten ins Ultraschallbad setzen.

Achtung: Bitte keine Lösungen auffüllen sondern jeweils frisch einfüllen (besonders Reinstwasser), damit es zu keiner Verkeimung der Lösungen kommen kann!!!

Achtung: auf keinen Fall Eluenten vertauschen!! (Säulen gehen kaputt)

5. Standards:

In der Methode ist eine Grundeichung hinterlegt, die jeweils nur mit Checkstandards überprüft wird.

Herstellung der Checkstandards: siehe Methoden

2. Vorbereitung vor dem Anschalten:

1. Probengeber:

Die 3 Spülgefäße (250 ml Flaschen) werden vor dem Einschalten des Probengebers mit Reinstwasser gefüllt; dieses muss täglich erneuert werden.

Achtung: die Spülgefäße des Probengebers dürfen nicht mit Deckel verschraubt im Rack stehen, da die Höhe nicht passt!

Der Probengeber checkt beim Anschalten der Steckerleiste die Positionen, deshalb nichts auf den Probenteller abstellen!

2. Reagenzien:

s.o.

3. Anschalten der IC-Anlage und Starten der Software:

Zum Ionenchromatographen gehören 2 Softwareprogramme:

IC Net (damit werden die Eluentenpumpen und der Ofen an- und ausgeschaltet sowie die Schlauchpumpe 833 angeschaltet)

MagIC Net (ist für die Methode, die Probengeberbearbeitung sowie die Auswertung zuständig)

1. Rechner anschalten und IC Net-Software starten:

- zuerst den Rechner anschalten; IC Net Software starten mittels User Name *ic* und Passwort *ic; login* (Sollte MagIC Net zuerst gestartet worden sein, diese Software wieder schließen und zuerst IC Net Software starten, um eine Fehlermeldung zu vermeiden.)

2. Stromversorgung anschalten:

- die Steckerleisten einschalten; damit werden die Detektoren 819, die Schlauchpumpe 833, die Eluentenpumpen, das Separation Center, der Probengeber und der Degaser mit Strom versorgt.

3. Eluentenpumpen starten:

- um die Eluentenpumpen zu starten wird in der IC Net-Software auf das grüne Symbol *verbundenes System* geklickt. Hier erscheint je nach Methode bzw. Stand der letzten Messung das Fenster für *IC/Standard.smt*, *IC/Probe.smt* oder *IC/Ende.smt*. (Wechselt durch MagIC Net automatisch)

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>c</u> hromathograph Metrohm	IC2.1	3

- *Control* anklicken und *startup hardware* (Measure baseline) anwählen. Es erscheint das Watch Windows Fenster, in dem folgende Informationen ständig angezeigt werden:
- der Druck der Pumpen (sollte nach einer Einlaufzeit für die Anionen (IC Pump) ca.4.9 MPa und für die Kationen (IC Pump2) ca. 10.1 MPa sein!)
- die Temperatur des Säulen-Ofens (35 °C)
- die Leitfähigkeit der Detektoren

Sollte das Watch Windows Fenster nicht geöffnet worden sein, kann es mit Doppelklick auf den Bildschirm in der Abbildung der IC-Anlage geöffnet werden.

Hinweis:

Das Fenster *System State* (s. Leiste unten) wird automatisch geöffnet, sobald ein System verbunden wird. Es zeigt Status- und Fehlermeldungen an. Meldungen mit *Gerätenamen* betreffen ein bestimmtes Gerät, Meldungen mit *Ordernamen* (Name des Ordners, der die Systemdatei enthält) das geladene System.

4. Fluss der Suppressor-Reagenzien prüfen:

In der Routine sollte die Fließgeschwindigkeit der Säure und des Reinstwassers für den Suppressor kontrolliert werden..

Zur Überprüfung des Durchflusses Sichtkontrolle der Tropfen an den Schlauchenden durchführen. Bei Störungen die Pumpe neu einstellen (evtl. Reiter an der Pumpe 833 fester stellen und erneut den Fluss kontrollieren) oder Inlinefilter wechseln. Bei Undichtigkeit den jeweiligen Schlauch wechseln.

5. MagIC Net Software starten:

- durch Mausklick MagIC Net Software öffnen; es erscheinen 4 Fenster (Ablauf, Report, Liveanzeige 1 und 2) und 4 große Button für die Unterprogramme *Arbeitsplatz*, *Datenbank*, *Methode* und *Konfiguration* (nicht verändern!). Aktiv ist das Programm *Arbeitsplatz*.
- im Fenster *Ablauf Equilibrierung* anwählen; unter Methode die aktuelle Meßmethode Methode: März2011-S4 Für Kr und Freilandproben oder Methode: April2011 A2-K1 für Lysimeterproben auswählen, falls die Methode *Ende* angezeigt wird.
- Um eine Durchbrechen des Suppressors (nach 15 Min. ohne Messung) zu verhindern wird möglichst schnell mit zwei WasserHE (Position 119) angefangen zu messen und danach die Checkstandards, Probe usw).
- im Fenster *Ablauf Bestimmungsserie* anwählen.

4. Vorbereitung eines Analysenlaufs:

1. Bearbeiten der Probentabelle:

Für jeden Lauf muss eine Probentabelle erzeugt werden. Dies ist möglich durch Aufrufen einer alten Probentabelle (a) oder Zurücksetzen der letzten angezeigten Probentabelle (b).

(a) eine alte Probentabelle wird über den Button *Probentabelle*, dann *Laden* und Auswahl einer alten Tabelle aufgerufen. In dieser alten Tabelle werden die einzelnen Zeilen über das Menü *Bearbeiten* und dann *Zeile bearbeiten* das Dialogfenster *Zeile bearbeiten- Arbeitsplatzprobentabelle* bearbeitet.

(b) das Zurücksetzen der letzten, bereits gemessenen Probentabelle erfolgt mit dem Button *Probentabelle zurücksetzen* (gebogener Pfeil über rotem Punkt, in der Kopfzeile).

- im Feld **Methode** aktuelle Meßmethode: z.B. März2011-S4 auswählen
- im Feld **Ident** für normale Proben die Probennummer (2012W0), für Checkstandards K1IC oder K2IC und für Kontrollproben 1/WasserHE1IC auswählen.
- Checkstandard K3IC wird zur Überprüfung des jeweiligen höchsten Standard jeden Elementes zur Überprüfung der Wiederfindung einmal am Anfang gemessen
- im Feld **Probentyp** entweder Probe (für alle Proben und die Kontrollprobe) oder Checkstandard1 bzw. Checkstandard2 auswählen (Standard wird nur bei der Grundeichung verwendet)

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>c</u> hromathograph Metrohm	IC2.1 4

- im Feld **Position** wird durch Eingabe einer Zahl die Probengeberposition festgelegt. Bei Bestätigen durch Enter wird automatisch die nächste Zeile aufgerufen. (Wird die Zeile mit *übernehmen* bestätigt, so muss das Fenster durch *schließen* geschlossen und dann die nächste Zeile angeklickt wird.)

- im Feld **Verdünnung** wird im Normalfall 1 und bei verdünnten Proben der Verdünnungsfaktor eingegeben.

In allen Feldern können nach Drücken der Taste *Pfeil plus* von einer mit der Maustaste ausgewählten Zeile an durch Festhalten und Runterziehen die nächsten Zeilen fortlaufend nummeriert werden.

In alle Feldern können nach Drücken der Auffüll-Taste (Querbalken mit Pfeil nach unten) von einer mit der Maustaste angewählten Zeile durch Festhalten und Runterziehen der Inhalt dupliziert werden.

Sollten Proben bereits in der Tabelle eingefügt sein, die es real nicht gibt, werden diese mit Bearbeiten: *Zeilen nicht ausführbar setzen* bei der Messung übersprungen. Wird die Proben-tabelle zurück gesetzt, kann diese Position über bearbeiten: *Zeilen ausführbar setzen* wieder bearbeitet werden.

- bereits hinterlegte Informationen wie:

Injektion: 1

Volumen: 20

Probenmenge: 1000

bleiben in der Routine erhalten.

(Müssen diese Informationen verändert werden, muss das Unterprogramm *Methode* aufgerufen werden. Nach Laden der aktuellen Meßmethode wird über die Kopfzeilenfelder *Bearbeiten* und dann *Eigenschaften* das Fenster *Probandaten* geöffnet und dort die Informationen geändert.)

Hinweise zur Proben-tabelle:

- die Proben-tabelle beginnt in der Regel mit dem Wasser HE auf Position 119, danach Checkstandards 1 und 2, dann folgen 15 Proben, danach folgen wieder die beiden Checkstandards und so weiter. Am Ende müssen auf jeden Fall 2 Checkstandards sowie drei Wasser HE (Position 147 und 148) stehen. Danach wird in der letzten Zeile die Methode *Ende*, der Proben-typ *Probe* und die Position 1 eingeben. Dadurch werden am Ende des Laufs alle Pumpen ausgestellt.

Achtung: der gesamte Lauf sollte nicht mehr als ca. 70 Proben haben, da sich die Proben in der relativ warmen Laborluft verändern können!

- es ist einfacher, die Proben in die Positionen 1 bis x zu stellen und die Checkstandards ab der Position 120 einzusetzen (**Achtung:** Da jeder Checkstandard 2 Positionen benötigt, muss in der Proben-tabelle die jeweils nächste Position übersprungen werden!).

- bei Verwendung von Metrohm Proben-gefäßen für die Checkstandards kann aus diesen 2 mal gemessen werden wenn diese so voll wie möglich gefüllt werden. (**Achtung:** diese Gefäße werden gespült und wieder verwendet!).

- die Proben-tabelle muss über die Test-Taste (grüner Hacken) auf Vollständigkeit geprüft werden (**Achtung:** die Test-Taste prüft nur die Vollständigkeit aller Eingaben; Fehler wie die Eingabe der gleichen Positionsnummer für verschiedene Proben werden nicht erkannt!)

2. Speicherung der Chromatogramme in Datenbanken:

Die Chromatogramme der Serien werden in Datenbanken gespeichert. (FN und KR sowie eigene Datenbanken für Lysimeter)

Die Datenbanken werden wie folgt benannt: Eichung-Monat-Jahr-Datei =Eichung April2011A2-K1 Datei 1).Da jede Datenbank nur eine Größe von 5000 MB haben sollte, werden die Datenbanken mit Dateinummerierung weiter geführt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>c</u> hromathograph Metrohm	IC2.1	5

- vor jedem Lauf muss geprüft werden, ob in der Datenbankverwaltung die aktuelle Datenbank genügend Speicherkapazität besitzt oder eine weitere Datei angelegt werden muss. Dazu wählt man im Unterprogramm *Datenbank* in der Kopfzeile *Datei* an und wählt das Untermenü *Datenbankverwaltung* an. Wenn die aktuelle Datenbank noch nicht vorhanden ist, drückt man *Bearbeiten* und anschließend *Neu* und legt in dem Fenster die neue Datenbank an.

- anschließend wird geprüft, ob in der Methode die aktuelle Datenbank eingetragen ist. Dazu wählt man im Unterprogramm *Methode* in der Kopfzeile *Datei* und dann *öffnen* an. Im Fenster wird die aktuelle Meßmethode (März2011-S4) ausgewählt und geöffnet. Im Fenster *Auswertung-Standards* öffnet man das Untermenü *Resultate* und die Karteikarte *Datenbank*. Wenn nicht die aktuelle Datenbank angezeigt wird, muss mit *Bearbeiten* und noch mal *Bearbeiten* das Datenbankauswahlfenster geöffnet werden und die aktuelle Datenbank angeklickt und mit *ok* betätigt werden. Diese Methodenänderung muss gespeichert werden; dazu in der Kopfzeile *Datei* anwählen und *Speichern* anklicken.

3. Proben abfüllen:

- die Proben werden in die Probenröhrchen (runder Boden, Einweg) abgefüllt und mit Deckel fest verschlossen
- die Checkstandards werden in jeweils 2 Metrohmgefäße (spitzer Bogen, Mehrweg) abgefüllt, da Anionen- und Kationen-Standards getrennte Lösungen sind und auch 2 Probengeber-Positionen (zuerst Anionen-Std., dann Kationen-Std.) benötigen.

5. Starten des Analysenlaufs:

1. Starten:

Wenn die WasserHE Proben zum einlaufen des Gerätes, alle Checkstandards sowie die ersten Proben abgefüllt und mit Deckel versehen im Probenteller stehen, über *Start* die Messung des Laufs entsprechend der Probentabelle starten.

Achtung: falls während des Laufs der Probengeber weiter mit Probenröhrchen befüllt wird, ist es nur möglich, Proben in der Nähe der zu messenden Probe dazu zu stellen, wenn die Nadel sich über dem Waschgefäß befindet. (Der grüne Schutz verdeckt die nächsten Positionen).

Vor Beendigung eines Laufes bzw bevor das Gerät abgestellt wird, sollten die letzte Messungen aus WasserHe bestehen, um die Säulen sowie den Suppressor zu reinigen.

2. Prüfung am Probengeber:

Anhand der Luftblasen prüfen, ob die Proben über die Probengeberschlauchpumpe transportiert werden. Bei Störungen Lauf stoppen und die Pumpe neu einstellen (evtl. Reiter fester stellen).

6. Prüfungen während des Analysenlaufs:

1. Prüfung der Checkstandards:

Nach Messung der beiden ersten Checkstandards müssen sofort deren Ergebnisse geprüft werden. Dazu wählt man das Unterprogramm *Datenbank* an (in die Datenbank werden laufend alle fertig gemessenen Probenergebnisse geschrieben) und prüft, ob im Fenster *Bestimmungsübersicht* die Checkstandards rot markiert sind (= Standards nicht ok!) oder nicht. Bei roter Markierung Lauf stoppen.

2. Stoppen eines Laufs:

Falls ein Lauf gestoppt werden muss, gibt es 2 Möglichkeiten:

- Mit *Stop* wird die jeweilige gerade gemessene Probe sofort ohne Datenaufnahme gestoppt. Mit *Start* wird die nächste Probenmessung gestartet.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>c</u> hromathograph Metrohm	IC2.1	6

- Mit *Pause* wird die jeweilige gerade gemessene Probe zu Ende gemessen, der Pause-Button erscheint als *Cont.* und kann zur Fortsetzung der nächsten Probenmessung gedrückt werden.

3. Anzeigen während des Laufs:

Die Messung einer Probe dauert ca. 20 Minuten. In der Probentabelle wird der Bearbeitungsstand der Serie ständig angezeigt:

Gemessen: Zeile grau, Statusspalte Finished 1/1 (wird in die Datenbank übertragen und dort sichtbar)

In Arbeit: Zeile rot, Statusspalte Injektion 1/1

Noch nicht gemessen: Zeile weiß, Statusspalte Ready 0/1

Die aktuell laufenden Chromatogramme werden laufend in den Liveanzeigen 1 und 2 aufgezeichnet. Zuerst wird die Anionenmessung gestartet danach die Kationenmessung. Es erscheinen 4 Chromatogramme: Anionen hoch und tief sowie Kationen hoch und tief. Die Unterscheidung zwischen hoch und tief erfolgt wegen unterschiedlicher Eichbedingungen (siehe Methoden).

4. Notieren während eines Laufes:

Grundleitfähigkeit sowie Druck beider Kanäle die im IC-Net Watch-Window zu sehen sind.

7. Ausschalten der Anlage nach Beendigung der Messungen:

1. IC Net Software schließen:

- um die Eluentenpumpen zu stoppen wird in der IC Net-Software auf das grüne Symbol *verbundenes System* geklickt und im Fenster IC/Ende.smt *Control - shutdown hardware* angewählt. (Die Eluentenpumpen werden gestoppt, die Suppressorpumpe nicht. Diese wird mit dem Stromausschalten gestoppt, wenn nicht vorher mit *Ende* im Arbeitsplatz gestoppt wurde.)

- danach Programm schließen; Abfrage mit *ja* bestätigen

2. Stromversorgung ausschalten:

- die Steckerleiste ausschalten (damit wird die Suppressor Pumpe gestoppt, wenn in der Probentabelle nicht die Methode Ende verwendet wurde).

3. MagIC Net Software schließen:

- Programm MagIC Net schließen

- den Rechner ausschalten

8. Daten prüfen, bearbeiten und speichern:

Die Prüfung und Bearbeitung aller Chromatogramme der Proben und Checkstandards erfolgt im Unterprogramm Datenbank.

1. Checkstandards prüfen:

Fehlerhafte Checkstandards sind rot markiert. Bei roter Markierung im Chromatogramm die Ursachen prüfen.

2. Chromatogramme prüfen:

Für jede Probe müssen die Anionen- und Kationen-Chromatogramme auf Störungen und richtige Integration geprüft werden. Dabei ist besonders darauf zu achten, dass

- die Basislinie waagrecht ohne lang gezogene Buckel verläuft

- kleine NH₄-Peaks neben großen Na-Peaks als aufgesetzte Peaks ausgewertet werden (siehe Auswertung Datenbank bei Anionen tief (Säulenabhängig))

- die Zuordnung und Erkennung (NH₄,Na und Kalium) der Peaks zu den Ionen richtig ist

- große Peaks nicht oben abgeschnitten werden (Peaks außerhalb des Messbereichs; Proben müssen verdünnt und erneut gemessen werden!)

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>ch</u> romathograph Metrohm	IC2.1	7

- Schnellfilter (Trichter gelber Blitz) mit doppelklick für ausgesuchte Proben verwenden (z.B. Checkstandard 2) es werden alle Checkstandards der Datenbank rausgesucht. Löschen dieses Filters mit (Trichter mit rotem Kreuz).

3. Bearbeiten von Chromatogrammen:

Zur Bearbeitung von Chromatogrammen sind tiefergehende Kenntnisse der Chromatographiesoftware und der Integrationstechniken nötig.

4. Datei für das Programm RELAQS erzeugen:

Zur Übertragung von Daten ins RELAQS müssen zunächst Ergebnisdateien erzeugt werden. Die Ergebnisdateien werden entsprechend der Serienbezeichnung benannt (z.B. 2012W003) und sollen die Daten der gesamten Serie enthalten.

- die Ergebnisdateien werden im Unterprogramm *Datenbank* durch Anklicken von *Extras* in der Kopfzeile, dann *Vorlagen*, *Exportvorlagen*, *Tabelle Datenweiterverarbeitung* und *Eigenschaften* im Feld *Fixer Dateiname* (z.B. 2012W003) eingetragen und mit *ok* und *schließen* bestätigt.

- zum Übertragen der Daten in die Ergebnisdatei werden im Unterprogramm *Datenbank* in der Probentabelle die zu übertragenden Proben markiert (gewünschte Probe anklicken, Shift-taste gedrückt halten, mit Maus letzte gewünschte Probe anklicken)

- dann in der Kopfzeile *Bestimmungen* und anschließend *Exportieren* anklicken und unter *Exportvorlagen Tabelle Datenweiterverarbeitung* auswählen und mit *ok* bestätigen.

- die weitere Bearbeitung der Datei erfolgt dann wie üblich im RELAQS.

9. Geräteinfos:

1. Säulentypen:

Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100

Kationen-Säule: Metrosep C3 -250

2. Probenschleifen:

- Anionenmessung: 20 µl

- Kationenmessung: 50 µl

3. Temperatur der Detektoren:

Soll: 35 +/- 1 °C

10. Wartung:

1. Trockenmittel für Anioneneluenten:

Bei der Anionen-Eluenten-Flasche das schwarze Natriumhydroxid-Trockenmittel austauschen, sobald dieses zur Hälfte grau geworden ist. (Achtung: als Chemikalie entsorgen!)

2. Pumpenschlauchwechsel:

- kann einmal gedreht werden

- Pumpenschläuche wechseln, wenn die Schläuche durch mehrfaches Nachspannen mit dem Schlauchspanner zu platt geworden sind, um Lösung zu fördern.

Pumpenschlauch mit Spüllösung (10 ml Ethanol + 10 ml 1N HNO₃ in 100 ml Reinstwasser) spülen oder wechseln wenn NH₄/NO₃ Checkstandards abweichen. Alle 6 Monate sollten alle Schläuche des gesamten Probenweges erneuert werden. (Dringend notwendig, wenn die Checkstandard beim Schlauchwechsel weiß- weiß nicht besser werden)

Probe: weiß-weiß

Reinstwasser: orange-weiß

Schwefelsäure: orange-weiß

3. Säulenlagerung:

- bei mehr als 4 Wochen Pause die Vor und Hauptsäule zusammen ausbauen und mit Eluent gefüllt verschließen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>c</u> hromathograph Metrohm	IC2.1	8

- vor dem Wiedereinbau die Systeme mit neu angesetzten Reagenzien spülen und erst danach die Säulen wieder einbauen.

4. Filterwechsel:

- alle 6 Monate wechseln

- zum Filterwechsel die Pumpen stoppen, Leitung abschrauben, Filtergehäuse mit 2 Schraubenschlüsseln öffnen, Filter austauschen, handfest anziehen und ¼ Umdrehung mit dem Schraubenschlüssel nachdrehen. Pumpen anstellen und Filter durchspülen, dann Leitung wieder anschließen

5. RP-18 Guard-Wechsel:

- ca. alle 2 Monate wechseln

- zum Filterwechsel die Pumpen stoppen, Leitung abschrauben, Filtergehäuse mit 2 Schraubenschlüsseln öffnen, Filter und RP-18 Guard austauschen, handfest anziehen und ¼ Umdrehung mit dem Schraubenschlüssel nachdrehen. Pumpen anstellen und Filter durchspülen, dann Leitung wieder anschließen

6. Reinigung des Anionenpumpenventiles und des Anionendetektors

Spülung mit 0,2 M Salpetersäure (15 ml konz. HNO₃/1Liter dest Wasser ansetzen) über den Eluentenweg der Anionen:

Vor dem Guard-Filter abschrauben, mit der Kapillare direkt den Detektor verbinden.

(Suppressor und Säule, Vorsäule und Guard werden nicht gespült!!)

Flow ml/min von 0,7 auf 1,5 setzen. Erst mit Dest Wasser spülen, pH test am Ausgang vom Detektor und danach 15 min mit 0,2 M Salpetersäure spülen. Danach wieder 15 Min mit Dest Wasser spülen. Den Schlauch nicht nur abwischen sondern richtig abspülen und mit Eluenten 15 Min einfahren lassen, Flow ml/min von 1,5 auf 0,7 setzen danach die Säulen einbauen und normal Betrieb wieder aufnehmen.

7. Reinigung des Kationenpumpenventiles und des Kationendetektors

Spülung mit 0,02 M Salpetersäure (20 ml 1M HNO₃/1Liter dest Wasser ansetzen) über den Eluentenweg bei den Kationen:

Vor der Guard abschrauben und mit der Kapillare nach der Kationensäule direkt den Detektor verbinden. (Säule, Vorsäule und Guard werden nicht gespült!!)

Flow ml/min von 1,2 auf 1,5 setzen. Erst mit dest Wasser spülen, pH test am Ausgang vom Detektor und danach 15 min mit 0,2 mol Salpetersäure spülen. Danach wieder 15 Min mit Wasser spülen. Mit Eluenten 15 einfahren lassen, Flow ml/min von 1,5 auf 1,2 setzen danach die Säulen einbauen und normal Betrieb wieder aufnehmen.

8. Spülen der Säulen

8a. Spülen der Anionensäule

(wenn die Konzentrationen zu niedrig werden)

Spüllösung: 10-fach konzentrierte Eluentenlsg (0,42 g NaHCO₃ und 3,39 g NaCO₃ auf 1l)

Eluentenlösung tauschen, Säule ausbauen,

Säule gegen die Fließrichtung (Pfeilrichtung), (ohne Vorsäule) ohne Detektor und Supressor, am Inline-Filter vor der Probenschleife mit der Eluentenlösung 2 Stunden spülen, Lösung direkt von der Säule im Becherglas auffangen. Über Nacht in der Säule belassen anschließend einbauen, mittels Wasser/He konditionieren und durch Checkstandards (Check1, Check2 und Check3. Evtl. muß eine neue Eichung erfolgen) überprüfen.

8b. Spülen der Kationensäule

(wenn die Konzentrationen zu niedrig werden)

Spüllösung: 10-fach konzentrierte Eluentenlsg (50ml 1M HNO₃/500 ml)

Eluentenlösung tauschen, Säule ausbauen,

Säule gegen die Fließrichtung (Pfeilrichtung), (ohne Vorsäule) ohne Detektor, am Inline-Filter vor der Probenschleife mit der Eluentenlösung 2 Stunden spülen, Lösung direkt von

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>ch</u> romathograph Metrohm	IC2.1	9

der Säule im Becherglas auffangen. Über Nacht in der Säule belassen. anschließend einbauen, mittels WasserHe konditionieren und durch Checkstandards (Check1, Check2 und Check3. Evtl. muß eine neue Eichung erfolgen) überprüfen.

9. Spülen des Eluentenweges:

Für das Spülen der Eluentenwege sowie der Detektoren muss der Weg nach dem Ventil direkt zu den Detektoren kurzgeschlossen werden. (ohne Säulen, RP- Guards und den Suppressoren)

11. Störungen und ihre Behebung:

1. Die Retentionszeiten der Peaks werden kürzer:

=> Alterung oder Belegung der Säulen

Beseitigung: Retentionszeiten in der Methode nachführen; bei extremen Veränderungen Säule wechseln

Retentionszeiten nachführen: mit der Maus das jeweilige Element anklicken (wird blau hinterlegt) danach Retentionszeiten aktualisieren anklicken. Alle Elemente so bearbeiten und in der jeweiligen Methode abspeichern (Nachbearbeiten: o aus markierter Bestimmung, Methode -, OK).

Es darf keine Messung laufen, da sonst keine Methodenänderung übernommen wird!!

2. Die Retentionszeiten der Peaks werden länger (z.B. Sulfat):

=> der Eluent ist gealtert oder verschmutzt

Beseitigung: frischer Eluent

3. Der NH₄-Peak des Checkstandards 2 wird kleiner:

=> in der Regel Pilzbefall im Probenschlauch des Probengebers

Beseitigung der Störung durch Schlauchwechsel oder Säurespülung.

Säurespülung:

Gefäß mit Säurespüllösung (10 ml 1N HNO₃ +10 ml Ethanol in 100 ml Reinstwasser) auf der 3. Spülposition stellen, im IC Net auf das Symbol des Probengebers klicken, Manual Autosampler anwählen,

im Feld *Move Position Spülen_3* auswählen, Start anklicken, im Feld *Lift Position Arbeit* auswählen (Nadel bewegt sich nach unten), Start anklicken, im Feld *Pump Position on* anwählen, PumpStart anklicken, nach 10 min. Stopp anklicken, Position *Shift* auswählen (Nadel bewegt sich nach oben), Start anklicken.

Danach 45 Minuten mit Reinstwasser nachspülen (Probengeberablauf identisch), mit pH-Papier testen, ob Leitung säurefrei ist.

Danach mit Checkstd.2 System überprüfen.

4. Der PO₄-Peak des Checkstandards 2 wird kleiner:

=> vermutlich Belegung der Guard-Filter mit größeren Fe und/oder Ca Mengen oder Ausfällungen von Fe auf der Säule

Beseitigung: Filterwechsel, ev. Vorsäule erneuern

5. Die Peaks werden breiter oder es zeigen sich Doppelpeaks:

=> vermutlich ein mechanisches Problem der Pumpe (Alterung)

Beseitigung: Pumpenreparatur

6. Leerlaufen der Eluenten:

- die Pumpen stoppen automatisch!

- frischen Eluenten einfüllen;

- Pumpe entlüften: Öffnen des Purge-Ventils, leere Spritze an den Ventilauslaß aufstecken und die Luft aus dem System saugen, danach das Purge-Ventil wieder zudrehen

- die Pumpe wieder starten

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
IC	<u>I</u> onen <u>c</u> hromathograph Metrohm	IC2.1	10

7. Der Pumpendruck steigt extrem an:

=> Verstopfung im System (Filter, Schläuche etc.)

Beseitigung: Verstopfungsursache durch schrittweises Kurzschließen des Leitungsweges bis nach der Säule herausfinden und verstopftes Teil austauschen oder reinigen.

8. unruhige Basislinie:

=> Temperaturregelung der Detektoren ev. nicht in Ordnung

Beseitigung: Temperatur durch Einstecken eines Temperaturfühlers in das Loch oberhalb des Detektoreingangs messen; muss 35 +/- 1 °C sein

12. wichtige Hinweise:

1. Kolben für Standardlösungen:

- a. Glaskolben geben Na und etwas K ab; für niedrige Kat-Stds. nicht geeignet (unter 1 ppm)!
- b. PFA-Kolben müssen säuregespült werden!
- c. Kat-Std-Lösungen stets ansäuern (100 µl 1m HNO₃ auf 100 ml)!

2. Haltbarkeit Stds.:

- a. im Probenteller abgefüllt max. 2 Tage
- b. Im Kolben ca. 1 Woche (niedrige Stds.)
- c. kühl stellen

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1. 3. 2003

**Induktiv gekoppeltes Plasma-Emissions-Spektrometer IRIS Advantage
(Fa. Thermo Instruments)**

für:

Elementbestimmungs-	MMgesICP7.1, 7.2, 7.3	M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P
Methoden	MMgesICP8.1, 8.2	M= Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Ti, Zn
	MMgesICP10.1	M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na
	SSgesICP10.3	
	MMgesICP13.1	M = Ca, K, Mg, Na

Inhalt:

A Durchführung von Messungen

	Seite
1. Messvorbereitungen	2
2. Zünden der Plasmafackel	2
3. Methoden-Auswahl und Sequenz-Erstellung für Routine-Lauf	2
4. Eingabe der Probengeber-Daten	3
5. Abfüllen der Standards und der Proben	4
7. Starten der Messung	4
8. Mögliche Veränderungen während des Analysenlaufs	4
8. Kontrollen während des Analysenlaufs	5
9. Beenden der Messung und Ausschalten des Gerätes	5
10. Speicherung der Daten und deren Übertragung in das Relaq	5

B Hilfe bei Gerätestörungen

11. Softwareabsturz	5
12. Störungen beim Plasma-Status	6

C Wartung

13. Wartung des ICP-Spektrometers	6
14. Wartung des Probeneinfuhrsystems	7

Anhang:

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	2

A Durchführung von Messungen

1. Messvorbereitungen

- Raumklimatisierung einschalten.
- Füllstand des Ablaufsammelgefäßes prüfen, bei Bedarf ausleeren.
- Rechner, Bildschirm und Probengeber anstellen.
Nach dem Booten des Rechners in das Hausnetzwerk einloggen.
- Den *TEVA*-Icon anklicken. Benutzernamen aus Klappmenü auswählen und mit **Enter** bestätigen. Das *TEVA*-Grundmenü erscheint.
- die Kassetten der Schlauchpumpe schließen und die Probengebernadel in ein Vorratsgefäß mit demineralisiertem Wasser hängen.
- Soll eine Messung mit Internen Standard durchgeführt werden, müssen die entsprechenden Schläuche mit dem Mischfitting und der Glasspirale verwendet werden. Die Ansaugnadel für den Internen Standard muss dann in den Vorratsbehälter für den Internen Standard gehängt werden (Konzentration des Internen Standards siehe Methodenbeschreibung)



Der Interne Standard muss nach dem Ansetzen 1 Stunde zum Entgasen in das Ultraschallbad gestellt werden, anschließend soll er vor der Benutzung mindestens 2 Tage bei Zimmertemperatur aufbewahrt werden!

Die zu messenden Proben müssen Raumtemperatur haben.

2. Zünden der Plasmafackel

- In der unteren Button-Leiste den Button *Fackel* anklicken. Es erscheint das Plasma Status Menü. Den Button **Zünden** anklicken. Die Hochspannung schaltet ein, die Mischkammer und die Fackel werden mit Argon gespült. Nach 90 sec. zündet ein Tesla-Funke das Plasma. (zündet das Plasma nicht oder erlischt es nach kurzer Zeit wieder, den Zündvorgang wiederholen, eventuell Kontrolle auf Undichtigkeiten im Schlauchsystem).
- Mit Button **schließen** Menü Plasma Status verlassen.
- wird mit dem Ultraschallzerstäuber gearbeitet, orange Taste an der Front des UT 5000+ drücken. Die Aerosolerzeugung beginnt.



Es muss genauestens darauf geachtet werden, dass bei eingeschalteten Transducer immer Lösung über die Schlauchpumpe in den UT 5000+ gefördert wird. Bei Trockenlaufen des Gerätes verkürzt sich die Lebensdauer des Transducer erheblich.

3. Methoden-Auswahl und Sequenz-Erstellung für Routine-Lauf

- im Hauptmenü **Analyst** anwählen
- Gewünschte Methode in der Nummernspalte anklicken (es gibt für jede Untersuchungsmethode / Probenart eine entsprechende ICP-Methode) und mit **OK** bestätigen.
- Karteikarte **Sequenz** anklicken
- **Auto Session** aufrufen, **New Autosampler** auswählen; es erscheint das Menü New Automation Session. Session Type **Autosampler** anklicken; *Gilson Combo Rack* auswählen. Den Button **New** für *List of Sequences to Run* anklicken. Es erscheint das Menü **New Sequence** mit der aktuell gewählten Methode (kann über Auswahlliste geändert werden)
- Bei *Number of Samples* die Anzahl der zu messenden Proben eingeben. Unter *Sample Name* die erste Proben-Nummer eingeben (z.B. 2003W12345). *Auto generate sequence name* wegklicken, als Sequenz-Namen Serien-Nr. plus Buchstaben (A=1. Lauf der Serie) sowie

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	3

falls gewünscht Kommentar in Klammern (z.B. Wdh.-Proben) eingeben und mit *OK* bestätigen.

- Bei geplanten Nachläufen im Kasten *End Actions Shut Down* Plasma anklicken.
- Nach dem Eintragen *New Automation Session* mit **OK** bestätigen; es erscheint der Probengeber-Rack-Aufbau.

4. Eingabe der Probengeber-Daten

- Auf der Karteikarte *Sequence* das **+** vor dem Probengebersymbol anklicken, dann auf den Sequenz-Namen klicken. Es erscheint eine Übersicht der angelegten Proben-Nummern.
- Müssen aus der automatisch erstellten Tabelle Proben gelöscht werden, die entsprechende Probenzeile markieren (mit der Maus die erste Spalte der zu löschenden Probe anklicken; ganze Zeile wird schwarz unterlegt). In der Kopfzeile den Proben-Lösch-Button (2. von links) anklicken und die Sicherheitsabfrage mit **yes** bestätigen; Probe ist gelöscht.
- Sollen in die bestehende Tabelle zusätzliche Probenkennungen eingefügt werden, (z.B. Blindproben bzw. Standardmaterial bei Druckaufschlüssen) muss wie folgt vorgegangen werden. In der Kopfzeile den linken Button (Proben hinzufügen) anklicken. Im erscheinenden Menü die Anzahl der hinzuzufügenden Proben, sowie den Proben-Namen eingeben und diesen mit **OK** bestätigen. Die eingefügten Probenkennungen stehen jetzt am Ende der Tabelle. Sollen die Probenkennungen innerhalb der Tabelle verschoben werden, muss wie folgt vorgegangen werden: Mit dem Mauszeiger die erste Spalte der zu verschiebenden Probe anklicken; Probenzeile wird markiert; den Mauszeiger loslassen. Jetzt mit dem linken Mauszeiger die erste Spalte erneut anklicken, dabei die Maustaste gedrückt halten und durch Bewegen der Maus die Probe an die gewünschte Tabellenposition verschieben.
- Nicht fortlaufende Probenkennungen (z.B. bei Wdh.-Proben) müssen einzeln editiert werden.
- In der Spalte *Comment* bei der ersten Probe den Serien-Namen sowie jeweils mit einer Leerstelle Abstand die Aufschluss- und die Messwiederholung eingeben. Mit dem Mauszeiger auf diese Zelle gehen, linke Maustaste drücken, festhalten und soweit wie gewünscht die Spalte markieren. Den *Fill-Button* in der Kopfzeile (2 grüne Reagenzgläser) drücken. Die Spalte wird mit dem in der ersten Zelle stehenden Text gefüllt. Aufschluss- und Messwiederholungen müssen einzeln editiert werden.
Jede Zelle in der *Comment*-Spalte muss gefüllt sein.
- In der Spalte *Corrfact* kontrollieren, ob die von der Messmethode vorgegebenen Verdünnungsfaktoren korrekt sind (ggf. verändern).
- Ist die Probengebortabelle fertiggestellt die rechte Maustaste betätigen und falls gewünscht mit *Print* die Probengebortabelle ausdrucken (vorher Spalten zusammenschieben für DIN A4-Ausdruck).

Anschließend wird der **List View** Button in der Bildschirmpfzeile (Quadrat mit Rasterlinien) gedrückt. Es erscheint eine schematische Darstellung der Probengeberpositionen. Mit der rechten Maustaste auf das Probengebersymbol der Sequenzkarteikarte klicken. Aus dem erscheinenden Klappmenü **Auto-Locate All** anklicken; allen Standards und Proben werden Rack-Positionen zugeordnet.

- In der Kopfzeile **Auto-Session** anklicken und aus dem Klappmenü **save as** auswählen. Als **Auto-Session name** den Sequenznamen eingeben (siehe Punkt. 4) und unter **Save** abspeichern.

5. Abfüllen der Standards und der Proben

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	4

- Probengeber einschalten (Kippschalter Rückseite links). In der Bildschirmkopfzeile das Probengebersymbol anklicken. Der Probengeber wird initialisiert (Pfeil wird gelb unterlegt). Wird die Initialisierung versehentlich vor dem Anschalten des Probengebers durchgeführt, kommt es zum vollständigen Absturz der Teva-Software. => siehe Hilfe bei Softwareabsturz.
- Bewegt man den Mauszeiger über die blau markierten Standardrackpositionen, sieht man deren Belegung. Die Standards und Kontrollstandards in die entsprechenden Positionen stellen.
- Proben abfüllen, eventuell Säure zugeben (siehe entsprechende Methodenbeschreibung) und entsprechend der ausgedruckten Tabelle in die Racks stellen. Sind die Standards und das erste Rack abgefüllt, kann die Messung gestartet werden.

6. Starten der Messung

- Die Karteikarte **Method** anklicken. Das Untermenü **Automated Output** auswählen. Unter *Export Information* Filename den Sequenz-Namen (siehe Pkt. 4) eingeben und *Append* auswählen. Unter diesem Namen werden die Daten abgespeichert.
- Die Probengebernadel in die Halterung des Probengebers stecken (siehe Markierung). In der Bildschirmkopfzeile den Button *Run Auto Session* (gelber Pfeil) drücken; die Messung startet.
- Zum Beobachten der Messergebnisse klickt man die Karteikarte *Analyse* an. Sobald die erste Probe gemessen ist, erscheint die Darstellung der Ergebnisse. Durch anklicken von *New Sample* auf der Karteikarte *Analyse* wird die jeweils aktuell gemessene Probe dargestellt. Durch Doppelklick auf ein Elementergebnis wird die Messgrafik dargestellt.

7. Mögliche Veränderungen während des Analysenlaufs

- Proben überspringen: sollte beim weiteren Abfüllen eine Probenflasche leer sein, so kann die Analyse dieser Probe aus dem Analyseprogramm gestrichen werden. Dazu den Mauszeiger in der Rackansicht über die betreffende Probe bewegen, rechte Maustaste drücken und *unlocate* anklicken. Diese Position wird dann übersprungen ohne die weiteren Positionen zu verändern.
- Lauf unterbrechen: Soll ein Lauf unterbrochen und anschließend an gleicher Stelle fortgesetzt werden, auf der Karteikarte *Sequenz* in der Kopfleiste den Button *Pause After Sample* (2 senkrechte gelbe Balken) drücken. Das erscheinende Menü mit *OK* bestätigen. Der Probengeber misst die aktuelle Probe zu Ende und fährt anschließend die Probengebernadel in die Spülstation. Soll der Lauf fortgesetzt werden, den gleichen Button noch einmal drücken.
- Lauf stoppen: Soll ein Lauf gestoppt werden, auf der Karteikarte *Sequenz* in der Kopfleiste Button *Abort Auto Session* (rotes Quadrat) drücken. Das erscheinende Menü mit *OK* bestätigen. Der Probengeber bricht die Messung der Probe unmittelbar ab.
- Lauf stoppen und mit Eichung bzw. ohne Eichung neu starten. Ist ein Lauf wie im vorherigen Absatz beschrieben gestoppt worden, kann er an beliebiger Stelle fortgesetzt werden. Dazu in der Karteikarte *Sequenz Samples* anklicken. Mit dem Mauszeiger auf die Probe gehen an der die Messung neu gestartet werden soll und die rechte Maustaste drücken. *Start Auto-Session At This Sample* bestätigen. Aus dem jetzt erscheinenden Menü *Ja* auswählen, wenn vor der Probe die *start actions* (Standardisierung und Kontrollproben-Messung) durchgeführt werden sollen. Soll ohne Standardisierung und anschließender Kontrollproben-Messung mit der Messung der Proben fortgefahren werden, *Nein* anklicken.

8. Kontrollen während des Analysenlaufs

- während des Analysenlaufes muss ständig kontrolliert werden, ob
 - a. die Blindwerte der Eichung sauber sind

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	5

- b. die Werte der Kontrollproben plausibel sind
- c. das Spüllösungsgefäß ausreichend gefüllt ist
- d. das Vorratsgefäß für den internen Standard genug Lösung enthält.
- e. bei Messung mit Ultraschallzerstäuber: der Transducer noch ein einwandfreies Aerosol erzeugt
- f. der Wert für den Internen Standard sich nicht zu stark verändert
- g. in den Ansaugschläuchen für die Proben und den Internen Standard sich Luftbläschen bilden (diese können durch leichtes klopfen gegen den Schlauch entfernt werden)

9. Beenden der Messung und Ausschalten des Gerätes

- Wenn das Gerät die letzte Probe des Analysenlaufs gemessen hat, fährt die Probengebernadel in die Spülstation. Auf dem Bildschirm ist das Ergebnis der letzten Probe zu sehen.
- alle Ansaugnadeln in das Wasservorratsgefäß hängen und 15 min. das System spülen lassen
- bei Messung mit Ultraschallzerstäuber orangen Knopf an der Frontseite des Ultraschallzerstäubers ausschalten
- nach 15 Minuten den Plasma Status Button (Bildschirm unten rechts) drücken und *Shut Down* anklicken. Das Plasma wird gelöscht und das Gerät in den *Stand by*-Modus versetzt.
- Den Probengeber ausschalten
- Rechner, Bildschirm, Drucker und ggf. Raumthermostat oder Ultraschallzerstäuber ausstellen

10. Speicherung der Daten und deren Übertragung ins Relaq

- Die Daten der gemessenen Proben befinden sich im Verzeichnis C:/Programme/Thermo Elemental/Teva/export. Mit Hilfe des Explorers wird die entsprechende Datei (Dateiname siehe Punkt 4 Absatz 5 *Sequenz Namen*) auf einen Relaq fähigen Rechner kopiert.

B Hilfe bei Gerätestörungen

11. Software-Absturz

- Gelegentlich kann es zum Absturz der Geräte-Software kommen. Folgende Software-Fehlfunktionen sind denkbar:
- Am Bildschirm erscheint eine Fehlermeldung. Nach deren Bestätigung mit *OK* ist keine Funktion der Software mehr aktiv, es ist jedoch möglich die TEVA-Software zu verlassen und von der Windows-Ebene aus TEVA neu zu starten. Alle Funktionen sind dann wieder aktiv.
- Am Bildschirm erscheint eine Fehlermeldung. Nach deren Bestätigung mit *OK* ist keine Funktion der Software mehr aktiv, und es ist nicht möglich, die TEVA-Software zu verlassen. Mit gleichzeitigen drücken der Tasten *Steuerung Alt* und *Entfernen* den Task-Manager aufrufen und *Task beenden* wählen, falls notwendig wiederholen bis alle Programme der TEVA-Software beendet sind. Anschließend die TEVA-Software neu starten. Alle Funktionen sind dann wieder aktiv.
- In seltenen Fällen kommt es vor, dass die Kommunikation zwischen Rechner und ICP abgebrochen ist. Die Verbindung kann nur wiederhergestellt werden, indem sowohl Rechner als auch ICP neu gebootet werden.

Die Rändelmutter oben links an der Frontabdeckung des Plasmas lösen bis das Plasma erlischt. 30 Sekunden warten, Rändelmutter wieder festziehen. Hauptschalter des ICP (roter Kippschalter rechts hinten unten) ausschalten und nach 20 Sekunden wieder einschalten. Gleichzeitig den PC neu starten. Nach dem Starten der TEVA-Software etwa 1 Minute warten (die Kommunikation zwischen Rechner und ICP wird wiederhergestellt). In der unteren

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	6

Button-Leiste den Button *Fackel* anklicken. Es erscheint das Plasma Status Menü. Das Plasma kann wieder gezündet und mit dem Gerät weitergearbeitet werden.

12. Störungen beim Plasma-Status

- Sollte es zum plötzlichen Abschalten des Plasmas während des laufenden Betriebes kommen, kann das Plasma Status Menü Hinweise für die Ursache geben. Dazu Menü aufrufen. Am oberen Rand des Menüs sind 3 Gruppen von Statussymbolen dargestellt:
 1. **Communications:** wenn *Update* nicht grün, ist die Kommunikation PC – ICP unterbrochen.
Busy leuchtet im Messbetrieb gelb
 2. **Plasma Status:** wenn *Plasma* nicht grün, leuchtet das Plasma nicht; wenn *RF Supplies* nicht grün ist, gibt es eine Störung der Stromversorgung der Hochspannungsröhre.
 3. **Interlocks:** In diesem Menü werden interne Sicherheitsabschaltungen dargestellt; wenn *Door* nicht grün, Rändelmutter oben links an der Frontabdeckung des Plasmas auf festen Sitz überprüfen; wenn *Water* nicht grün leuchtet, ist die Wasserkühlung für die Plasmafackel unterbrochen (siehe auch Punkt Wartung); wenn *Argon* nicht grün leuchtet, ist der Argoneingangsdruck zu niedrig; wenn *HV* nicht grün leuchtet, liegt eine Störung bei der Versorgung der Hochspannung vor.

C Wartung

Bei der Wartung ist zwischen dem Gerät und der Probeneinfuhr zu unterscheiden.

13. Wartung des ICP-Spektrometers

Die eigene Wartung des Anwenders besteht in folgenden Tätigkeiten:

- **Kontrolle des Luftfilters** an der linken Seite im **halbjährlichen** Rhythmus; am IRIS Advantage wird die kleine Klappe links unten aufgeklappt; die Filterplatte könnte bei starker Verschmutzung mit einem Staubsauger gereinigt werden oder getauscht werden.
- **Kontrolle des Kühlwasser-Kreislaufes** im **halbjährlichen** Rhythmus (Kühlung der Plasma-Spule und der Peltier-Kühlung des Detektors); das linke Frontpanel entfernen; der auf der linken Seite befindliche Wasser-Vorratsbehälter wird auf Füllstand und Flüssigkeitsqualität kontrolliert;
- Weitere Arbeiten wie z.B. die Kontrolle und Reinigung der Eintrittslinse können nur von Service-Techniker vorgenommen werden.

14. Wartung des Probeeinfuhrsystems

Der Zustand des Probeeinfuhrsystems (Plasmatorch, Injektorrohr, Zerstäuber, Zerstäuber und Pumpenschläuche) bestimmt wesentlich die Qualität der analytischen Resultate. Die einzelnen Komponenten werden wie folgt kontrolliert und gereinigt:

- **Injektorrohr:** die Spitze des Injektorrohres muss sauber sein, da im extremen Fall der Aerosolgasstrom abgelenkt wird und das Plasma erlischt. Das Injektorrohr wird über Nacht in Königswasser gestellt, mit H₂O demin. gespült und getrocknet.
- **Zerstäuber:** Der Zerstäuber wird nach der Messung noch ca. 10 Minuten mit H₂O demin. gespült. Falls mit hohen Salzfrachten gearbeitet wurde und Ablagerungen an der Spitze des Injektorrohres aufgetreten sind, wird der Zerstäuber aus seiner Halterung herausgezogen und

Gerät	Plasma-Emissions-Spektrometer	Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	7

über Nacht kopfüber in ein Becherglas mit Königswasser gestellt. Der Argon-Schlauch muss von der Argon-Versorgung getrennt werden (Luer-Lock-Kopplung), damit die Säure nicht versehentlich angesaugt wird.

- **Pumpenschläuche:** Pumpenschläuche müssen ca. nach 4-wöchigen Gebrauch gewechselt werden. Sie sind nicht mehr rund und ergeben schlechte Standardabweichungen. Wenn mit hohen Säurekonzentrationen gearbeitet wird, sollte statt Tygon Viton verwendet werden.

Gerät	Plasma-Emissions-Spektrometer	Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP3.1	8

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1. 5. 2006

Induktiv gekoppeltes Plasma-Emissions-Spektrometer iCAP 6300 Duo (Fa. Thermo Fisher Scientific) mit axialer und radialer Plasma-betrachtung

für:

Elementbestimmungs- Methoden	MMgesICP14.1	M = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn
	MMgesICP15.1	M = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn
	MMgesICP16.1	M = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn
	MMgesICP19.1	M = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn

Inhalt:

Seite

A Durchführung von Messungen

- | | |
|--|---|
| 1. Messvorbereitungen | 2 |
| 2a. Messung mit konzentrischen Meinhard-Zerstäuber | 2 |
| 2b. Messung mit Ultraschallzerstäuber | 2 |
| 3. Zünden der Plasmafackel | 2 |
| 4. Methodenauswahl | 3 |
| 5. Sequenz-Erstellung für einen Probengeber-Lauf | 3 |
| 6. Starten der Messung | 4 |
| 9. Mögliche Eingriffsmöglichkeiten während des Analysenlaufs | 5 |
| 8. Kontrollen während des Analysenlaufs | 5 |
| 9. Messung der Kontrollprobe | 5 |
| 10. Ende der Messung | 6 |
| 11. Kontrolle der Peakpositionen | 6 |
| 12. Kontrolle der Untergrundpositionen | 7 |
| 13. Speicherung der Daten und deren Übertragung ins Relaq | 8 |
| 14. Ausschalten aller Geräte | 8 |

B Hilfe bei Gerätestörungen

- | | |
|----------------------------------|---|
| 15. Störungen beim Plasma-Status | 9 |
|----------------------------------|---|

C Wartung

- | | |
|---|----|
| 16. Reinigung des Zerstäubers | 9 |
| 17. Reinigung der Plasmafackel | 9 |
| 18. Justage der Plasmafackel | 10 |
| 19. Reinigung des Periskopfensters | 10 |
| 20. Kontrolle der Pumpenschläuche | 11 |
| 21. Kontrolle und Reinigung des Eintrittsfensters | 11 |
| 22. Kontrolle des Kühlwasser-Kreislaufes | 11 |

Anhang:

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	2

A Durchführung von Messungen

1. Messvorbereitungen

- Raumklimatisierung einschalten.
- Umlaufkühler einschalten.
- Füllstand des Ablaufsammelgefäßes prüfen und bei Bedarf leeren.
- Füllstand der Vorratsflaschen für Spülsäure prüfen und bei Bedarf nachfüllen.
- die Pumpenschläuche in die Halterungen der Schlauchpumpe einspannen, die Kassetten der Pumpe schließen und die Probengebernadel in ein Vorratsgefäß mit demin. Wasser hängen.
- Rechner, Bildschirm, Probengeber und Probengeberabzughaube einschalten.
- Den Rechner booten und in das Hausnetzwerk einloggen.
- Den TEVA Control Center Icon anklicken. Benutzernamen aus Klappmenü auswählen und mit Enter bestätigen. Das TEVA-Grundmenü erscheint und das Gerät wird initialisiert.

2a. Messung mit pneumatischen Zerstäuber

- falls erforderlich, die Mischkammer und den pneumatischen Zerstäuber zusammenbauen und in die vorgesehene Öffnung an der Plasmafackel stecken.

2b. Messung mit Ultraschall-Zerstäuber

- Soll eine Messung mit Ultraschallzerstäuber und Internem Standard durchgeführt werden (Methode MMgesICP14.1), müssen die entsprechenden Schläuche mit dem Mischfitting und der Glasspirale verwendet werden, der Ultraschallzerstäuber mit der Plasmafackel verbunden werden und die Ansaugnadel für den Internen Standard in das entsprechende Gefäß gehängt werden.
- Den Verschluss für die Schlauchpumpe an der Rückseite des Ultraschallzerstäubers schließen
- Kippschalter an der Rückseite des Gerätes auf "on" stellen. Der Ultraschallzerstäuber hat nach ca. 15 Minuten seine Betriebstemperaturen erreicht
- Durch drücken des Operate Knopfes wird der Transducer gestartet und die Aerosolerzeugung beginnt.



Es muss genauestens darauf geachtet werden, dass bei eingeschalteten Transducer immer Lösung über die Schlauchpumpe in den UT 5000+ gefördert wird. Bei Trockenlaufen des Gerätes verkürzt sich die Lebensdauer des Transducers signifikant

3. Zünden der Plasmafackel

- In der unteren Button-Leiste das Fackel-Symbol anklicken. Es wird der aktuelle Plasma Status angezeigt. Button Plasma On anklicken. Nach ca. 15 sec. zündet ein Tesla-Funke das Plasma und es wird eine automatische Peakjustierung durchgeführt. Zündet das Plasma nicht oder erlischt es nach kurzer Zeit wieder, bitte den Zündvorgang wiederholen, eventuell Kontrolle auf Undichtigkeiten im Schlauchsystem oder der Probenzuführung.
- Mit dem Button Close das Plasma-Status-Menü verlassen. Es kann mit der Vorbereitung der Messung begonnen werden. Aus Gründen der notwendigen thermischen Stabilisierung sollte bis zum Beginn einer Messung eine Wartezeit von mindestens 60 Minuten eingehalten werden.

4. Vorbereitung der Messung

- im Hauptmenü Karteikarte Analysis anwählen (am unteren linken Rand des Bildschirms)

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	3

- im aufklappenden Menü **Method** (oben links) aufrufen und aus dem erscheinenden Menü **Open** auswählen
- es erscheint eine Übersicht aller gespeicherten Methoden. Der Methodenname setzt sich aus der Untersuchungsmethode und der Probenart (z. B. Untersuchungsmethode => DAN2.2, Probenart => Pflanze, entsprechender Methodenname => DAN2.2Pflanze) zusammen.
- Die gewünschte Methode in der **Methode Name** Spalte markieren und mit **OK** bestätigen. Alle erforderlichen Parameter für die ausgewählte Methode werden geladen.

5. Sequenz-Erstellung für einen Probengeber-Lauf

- Die Karteikarte **Sequence** anwählen (am unteren linken Rand des Bildschirms).
- **Auto Session** aufrufen, **New Autosampler** auswählen; es erscheint das Menü **New Automation**
- Session Type **Autosampler** anklicken.
- aus dem darunter liegenden Aufklappmenü den gewünschten Probenrack-Typ auswählen. Bei Verwendung von 20 ml Szintillations-Flaschen als Probengefäße ist dieses **CETAC ASX-520 3x7 Racks (30mm tube rack layout)**. Bei der Verwendung von Probengefäßen anderer Größe muss ein entsprechend dafür geeigneter Probenrack-Typ ausgewählt werden.
- Den Button **New** anklicken. Es erscheint das Menü **New Sequence** mit der aktuell gewählten Methode.
- Bei **Number of Samples** die Anzahl der zu messenden Proben eingeben (die maximale Anzahl bei dem gewählten Probenrack-Typ ist 84).
- unter **Sample Name** die erste Proben-Nummer eingeben (z.B. 2010P12345). Die Eingabe mit **OK** bestätigen.
- Das erscheinende Menü **New Automation Session** mit **OK** bestätigen. Es erscheint eine Übersicht, die den Probengeber-Rack-Aufbau darstellt.
- In der Kopfzeile **List View** auswählen. Es erscheint eine Tabelle mit den angelegten Proben-Nummern.
- Müssen aus der automatisch erstellten Tabelle Proben gelöscht werden, die entsprechende(n) Probenzeile(n) markieren, (mit der Maus die erste(n) Spalte der zu löschenden Probe(n) anklicken; die ganze(n) Zeile(n) wird schwarz unterlegt). In der Kopfzeile den Proben-Lösch-Button (2. von links) anklicken und die Sicherheitsabfrage mit **Yes** bestätigen; die Probe ist gelöscht.
- Sollen in die erstellte Tabelle zusätzliche Probenkennungen eingefügt werden, (z.B. Blindproben oder Standardmaterial) muss wie folgt vorgegangen werden. In der Kopfzeile den linken Button (Proben hinzufügen) anklicken. Im erscheinenden Menü die Anzahl der hinzuzufügenden Proben, sowie den Proben-Namen eingeben; mit **OK** bestätigen. Die eingefügten Probenkennungen stehen jetzt am Ende der Tabelle.
- Sollen die Probenkennungen innerhalb der Tabelle an eine andere Position verschoben werden, muss wie folgt vorgegangen werden. Mit dem Mauszeiger die erste Spalte der zu verschiebenden Probe anklicken; Probenzeile wird markiert; den Mauszeiger loslassen. Jetzt mit dem linken Mauszeiger die erste Spalte erneut anklicken, dabei die Maustaste gedrückt halten und durch Bewegen der Maus die Probenkennung an die gewünschte Tabellenposition verschieben.
- Nicht fortlaufende Probenkennungen (z.B. Mess- bzw. Aufschlusswiederholungen) müssen einzeln editiert werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	4

- In die Spalte **Comment** bei der ersten Probe den Serien-Namen sowie jeweils mit einer Leerstelle Abstand die Aufschluss- und die Mess-Wiederholung eingeben. Mit dem Mauszeiger auf diese Zelle gehen, linke Maustaste drücken, festhalten und soweit wie gewünscht die Spalte markieren. Den *Fill*-Button in der Kopfzeile (2 grüne Reagenzgläser) drücken. Die Spalte wird mit dem in der ersten Zelle stehenden Text gefüllt. Aufschluss- und Messwiederholungen müssen einzeln editiert werden.
Jede Zelle in der **Comment** Spalte muss gefüllt sein.
- In der Spalte **Corrfact** kontrollieren, ob die von der Messmethode vorgegebenen Verdünnungsfaktoren korrekt sind (ggf. verändern).
- Anschließend wird der **List View** Button in der Bildschirmkopfzeile (Quadrat mit Rasterlinien) gedrückt. Es erscheint eine schematische Übersicht der Probengeberpositionen. Mit der rechten Maustaste auf das Probengebersymbol der Sequenzkarteikarte klicken. Aus dem erscheinenden Klappmenü **Auto-Locate All** anklicken; allen Standards und Proben werden in den Racks Positionen zugeordnet.
- Ist die Probengebertabelle fertig gestellt, rechte Maustaste betätigen und falls gewünscht mit *Print* die Probengebertabelle ausdrucken
- In der Kopfzeile **Auto-Session** anklicken und aus dem Klappmenü **Save As** auswählen. Als **Auto-Session Name** einen Sequenznamen (beliebig) eingeben und unter **Save** abspeichern.
- Durch drücken des Probengebersymbols in der Kopfzeile wird der Probengeber initialisiert und mit dem ICP-Gerät verbunden.

6. Starten der Messung

- Nach dem Zünden des Plasmas muss wegen der notwendigen thermischen Stabilisierung des Gerätes mindestens eine Stunde gewartet werden, bevor die Messung gestartet werden kann
- Nach dieser notwendigen Wartezeit mit dem Mauszeiger auf **Rinse** gehen (In der Rackansicht oben links). Rechte Maustaste drücken und aus dem aufklappenden Menü **Go To Rinse** auswählen. Die Probengebernadel bewegt sich in die Spülstation und diese wird gleichzeitig mit Spülsäure gespült.
- Den zur Schlauchpumpe führenden Ansaugschlauch mit dem Probengeberschlauch verbinden.
- Die Kalibrationsstandards und die Kontrollproben abfüllen (immer nur die benötigte Menge) und in die entsprechenden Standardpositionen des Probengebers stellen.
- Den Startbutton (gelber Pfeil in der Kopfzeile) drücken. Das Gerät führt eine automatische Peakjustierung durch und startet anschließend die Messung.
- Auf die Karteikarte **Analysis** (am unteren linken Rand des Bildschirms) wechseln. **New Sample** auswählen Sobald die erste Messung erfolgt ist, wird das Ergebnis der aktuellen Messung am Bildschirm dargestellt.
- Die Kalibrationsstandards werden gemessen und im Anschluss die zur Messmethode gehörende Kontrollprobe.
- In der Zwischenzeit die Probenracks entsprechend der erstellten Probengebertabelle bestücken.
- Die Messwerte der Kontrollprobe werden automatisch mit den in der verwendeten Methode hinterlegten Sollwerten verglichen. Sind die Abweichungen vom Sollwert größer als erlaubt (Markierung des entsprechenden Elementes mit **F** (Fail)) muss die Messung gestoppt und die Kalibration wiederholt und/oder die Kontrollprobe neu abgefüllt werden. Anschließend wird die Messung neu gestartet.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	5

7. Mögliche Eingriffsmöglichkeiten während des Analysenlaufs

- Proben überspringen:
Sollte sich bei der Bestückung der Probenracks eine Probenflasche als leer erweisen, so kann die Analyse dieser fehlenden Probe während der laufenden Messung aus der Analysensequenz gestrichen werden. Dazu den Mauszeiger in der Rackansicht (nach Anwahl der Karteikarte **Sequenz**) über die betreffende Probe bewegen, die rechte Maustaste drücken und **Unlocate** anklicken. Diese Rackposition wird dann übersprungen ohne den weiteren Ablauf der Sequenz zu verändern.
- Lauf unterbrechen:
Soll ein Lauf unterbrochen und anschließend an gleicher Stelle fortgesetzt werden, auf der Karteikarte **Sequenz** in der Kopfleiste den Button **Pause After Sample** (2 senkrechte gelbe Balken) drücken. Erscheinendes Menü mit **OK** bestätigen. Der Probengeber misst die aktuelle Probe zu Ende und fährt in die Spülstation. Soll der Lauf fortgesetzt werden, den gleichen Button noch einmal drücken.
- Lauf stoppen:
Soll ein Lauf gestoppt werden, auf der Karteikarte **Sequenz** in der Kopfleiste den Button **Abort Auto Session** (rotes Quadrat) drücken. Das erscheinende Menü mit **OK** bestätigen. Der Probengeber bricht die Messung der Probe ab und fährt die Probengebernadel zur Spülstation.
- Lauf stoppen und mit Eichung bzw. ohne Eichung neu starten:
Ist ein Lauf wie im vorherigen Absatz beschrieben gestoppt worden, kann er an beliebiger Stelle fortgesetzt werden. Dazu in der Karteikarte Sequenz **Untitled** anklicken, danach **+** anschließend aus dem aufklappenden Menü **Samples** auswählen. Mit dem Mauszeiger auf die Probe gehen, an der die Messung neu gestartet werden soll, die rechte Maustaste drücken, **Start Auto-Session At This Sample** bestätigen. Aus dem jetzt erscheinenden Menü **Calibration** und **QC** auswählen, wenn eine Kalibration gewünscht wird, dieses mit **OK** bestätigen. Soll ohne eine erneute Kalibration weiter gemessen werden, nur die Option **QC** auswählen und mit **OK** bestätigen. In diesem Fall besteht nicht die Möglichkeit die Proben nachzubearbeiten, daher sollte nach Möglichkeit immer die Option der Messung mit Kalibration gewählt werden.

8. Kontrollen während des Analysenlaufs

- während des Analysenlaufes muss ständig kontrolliert werden, ob
 - h. die Blindwerte der Kalibration sauber sind
 - i. die Werte der Kontrollproben plausibel sind
 - j. die Proben gleichmäßig angesaugt werden
 - k. in der Mischkammer ein gleichmäßiges Aerosol gebildet wird
 - l. sich keine Verunreinigungen oder Verstopfungen im Probenansaugsystem befinden
 - m. die Standardabweichungen der einzelnen Wiederholungsmesswerte niedrig sind (in Abhängigkeit der gemessenen Konzentrationen)
 - n. die Mengen der zu messenden Proben und der Kalibrationsstandards ausreichend sind

9. Messung einer Kontrollprobe

- Nach der Messung einer bestimmten Anzahl von Proben, die abhängig von der gewählten Messmethode ist, erfolgt die Messung einer Kontrollprobe. Sind die Abweichungen vom Sollwert größer als erlaubt sind die betroffenen Elementlinien mit F (Fail) markiert. Als Reaktion darauf wird eine Kalibration durchgeführt und die Kontrollprobe danach noch einmal gemessen. Liegen die neu ermittelten Werte nun innerhalb der erlaubten Abwei-

chungen, wird die Messung fortgesetzt. Ist mindestens 1 Wert außerhalb der erlaubten Abweichungen, stoppt die Messung.

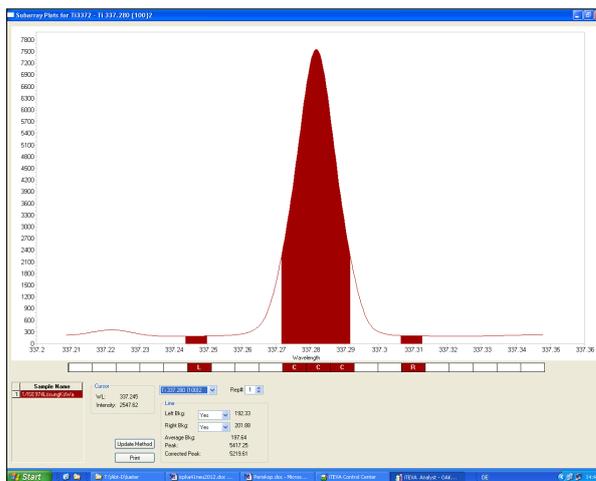
- Um die Messung in diesem Fall fortzusetzen muss wie folgt vorgegangen werden: Auf der Karteikarte **Sequenz** mit dem Mauszeiger auf die nächste zu messende Probe gehen und die rechte Maustaste drücken. Aus dem erscheinenden Menü **Start Auto-Session Run At This Sample** auswählen. In dem aufklappenden Menü **Calibration** sowie **QC** auswählen und mit **OK** bestätigen. Die Messung der Proben wird an der ausgewählten Stelle mit vorheriger Kalibration und darauf folgender Kontrollprobenmessung fortgesetzt.

10. Ende der Messung

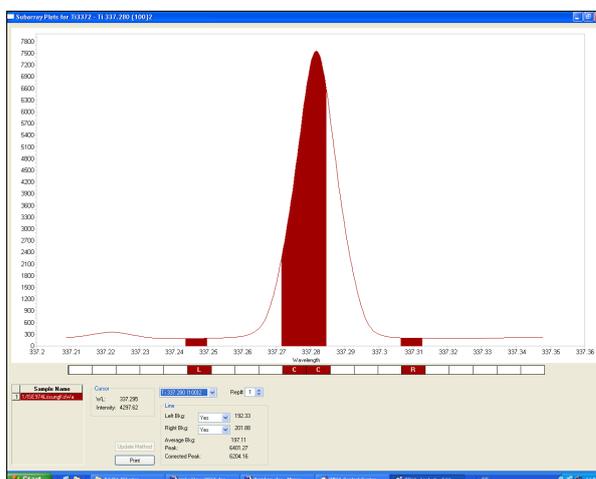
- Wenn das Gerät die letzte Probe des Analysenlaufs gemessen hat (Kontrollprobe), fährt die Probengebernadel in die Spülstation. Auf dem Bildschirm wird das Ergebnis der letzten gemessenen Probe angezeigt.

11. Kontrolle der Peakpositionen

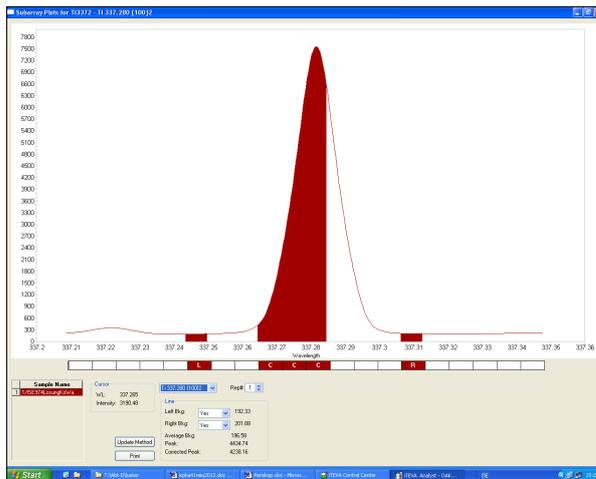
Nach Abschluss der Messung muss immer eine Überprüfung der aktuell verwendeten Peakpositionen durchgeführt werden. Dafür wird die zuletzt gemessene Kontrollprobe verwendet. Durch einen Doppelklick auf das erste Element wird der zugehörige Messpeak angezeigt. Ist das rot unterlegte Messsignal mittig platziert und erfasst den Messpeak möglichst vollständig, ist keine Korrektur notwendig.



Beispiel 1: keine Korrektur notwendig



Beispiel 2: das Peakfenster ist zu schmal. In diesem Beispiel muss der Messpeak um einen Pixel nach rechts verbreitert werden. Dazu mit dem Mauszeiger im Pixelraster unterhalb des Messpeaks an den Rand des rechten Messpixels gehen bis ein erscheint. Die linke Maustaste drücken und halten und dabei den Messpeak durch bewegen des Doppelpfeils nach rechts um einen Pixel verbreitern. Im Anschluss daran **Update Method** drücken.

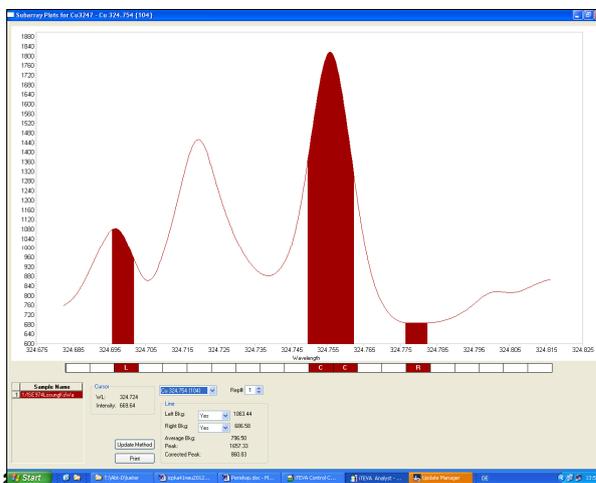


Beispiel 3: das ausgewählte Peakfenster ist zu weit nach links verschoben. In diesem Beispiel muss der gesamte Messpeak um einen Pixel nach rechts verschoben werden. Dazu mit dem Mauszeiger im Pixelraster in die Mitte eines Messpixels gehe, die linke Maustaste drücken und halten und den gesamten Messpeak durch bewegen nach rechts um eine Pixelposition verschieben. Im Anschluss daran **Update Method** drücken.

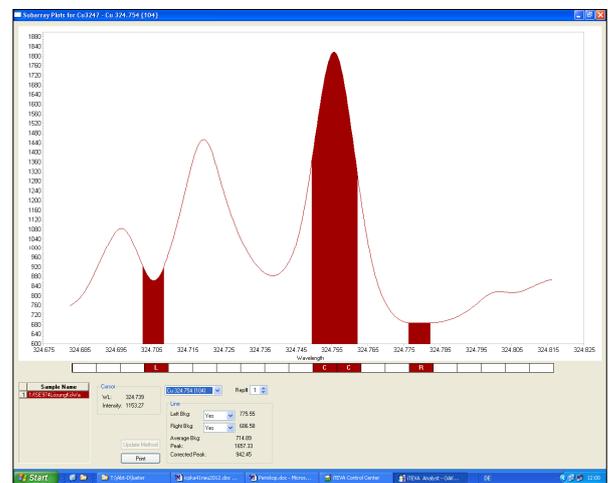
- diese Überprüfung und eventuelle Korrektur der Peakpositionen muss für alle Elemente jeweils am Ende einer automatischen Messsequenz durchgeführt werden. Mit den korrigierten Positionen wird automatisch eine Korrektur der Kalibrationskurven und daraus resultierend der Messwerte vorgenommen. Diese durchgeführten Korrekturen der Peaklagen führen häufig zu nachträglich korrekten Kontrollproben-Ergebnissen von ursprünglich unkorrekten.

12. Kontrolle der Untergrundpositionen

- Bei der vor Beginn der Messung durchgeführten Peakjustierung werden alle verwendeten Analysenlinien exakt auf ihr Maximum justiert. Ebenso werden alle Untergrundpunkte entsprechend ihrer Entfernung vom Peakmaximum korrigiert. In den verwendeten Methoden sind alle Untergrundpositionen an Stellen gesetzt, an denen keine Störungen durch andere Linien zu erwarten sind. Bei den Elementen Kupfer und Chrom kann es im Spurenbereich bei Proben mit hoher Matrixbelastung (z. B. Königswasser-Aufschlüsse von Böden) jedoch notwendig sein, die Lage der Untergrundpositionen zu überprüfen und falls erforderlich zu korrigieren, weil bei diesen beiden Elementlinien schon eine Verschiebung von einem Pixel zu falschen Ergebnissen führen kann. Dazu mit dem Mauszeiger im Pixelraster in die Mitte eines Untergrund-Messpixels gehe, die linke Maustaste drücken und halten und den gesamten Messpixel durch bewegen nach rechts um eine Pixelposition verschieben.



falsche Untergrundposition



korrekte Untergrundposition

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	8

Werden Proben unbekannter Zusammensetzung gemessen, sollten sicherheitshalber alle Untergrundpositionen kontrolliert werden

13. Speicherung der Daten und deren Übertragung ins Relaq

- Zur Speicherung der Daten wird wie folgt vorgegangen: Mit dem Mauszeiger in die erste Zeile der gemessenen Sequenz gehen. Sie wird blau unterlegt. Die rechte Maustaste drücken. Aus dem aufklappenden Menü **Export All Samples** auswählen. Es erscheint ein Fenster mit der Aufforderung einen Dateinamen anzugeben, unter dem die gemessenen Proben abgespeichert werden sollen. Die Benennung der Datei ist freigestellt, es sollte jedoch möglich sein, aus dem Dateinamen Rückschlüsse auf deren Inhalt zu ziehen. Auf diese Weise können auch mehrere hintereinander gemessene Sequenzen zu einer Datei zusammengefasst werden. Die erste und letzte Probe der Datei muss immer eine Kontrollprobe sein. Eventuell in der Datei vorhandene Kalibrationsstandards müssen mit dem Text-Editor nachträglich aus der Datei entfernt werden

Die auf diese Weise erstellte Datei wird im Verzeichnis C:/Programme/Thermo Elemental/Teva/Export als Text-Datei abgespeichert. Mit Hilfe des Explorers wird die Datei auf einen Relaq fähigen Rechner kopiert und dort weiter bearbeitet.

14. Ausschalten aller Gerätes

- Auf die Seite Sequenz wechseln. Mit dem Mauszeiger auf **Rinse** gehen (In der Rackansicht oben links). Rechte Maustaste drücken und aus dem aufklappenden Menü **Go To Home** auswählen. Die Probengebernadel bewegt sich nach oben und die Spülstation wird nicht mehr mit Spülsäure gespült.
- Warten bis der noch mit Spülsäure gefüllte Probenschlauch leer gepumpt ist. Den Probengeberschlauch entfernen und den Zerstäuber und die Mischkammer durch eintauchen des Ansaugschlauches in ein mit demin. Wasser gefülltes Becherglas 15 Minuten spülen.
- Bei Messung mit Ultraschallzerstäuber den Ansaugschlauch für den Internen Standard ebenfalls in das Becherglas mit demin. Wasser stellen und 15 Minuten spülen.
- Nach der Wartezeit die Aerosolzeugung des Transducers durch drücken des orangen Knopfes an der Frontseite des Gerätes stoppen, die Schlauchpumpe an der Rückseite entlasten und das gesamte Gerät durch Umlegen des Kippschalters an der Rückfront ausschalten.
- Das Fackelsymbol am unteren rechten Rand des Bildschirms anklicken und im aufklappenden Plasma Status Fenster **Plasma Off** wählen. Das Plasma erlischt.
- Die Kassetten der Schlauchpumpe öffnen und die Pumpenschläuche entlasten.
- Den Probengeber, die Probengeberabzughaube, die Raumklimatisierung sowie den Rechner ausschalten.
- nach 10 Minuten den Umlaufkühler ausstellen.

B Hilfe bei Gerätestörungen

15. Störungen beim Plasma-Status

- Sollte es zum plötzlichen Abschalten des Plasmas während des laufenden Betriebes kommen, auf die Seite **iTEVA Control Center** wechseln (Button am unteren Bildschirmrand). Unter „Message“ sind sämtliche durchgeführten Aktionen des Gerätes protokolliert. Nach dem unplanmäßigen Abschalten des Plasmas erscheint dort eine Fehlermeldung, aus der man häufig die Ursache des Abschaltens herleiten kann.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	9

C Wartung

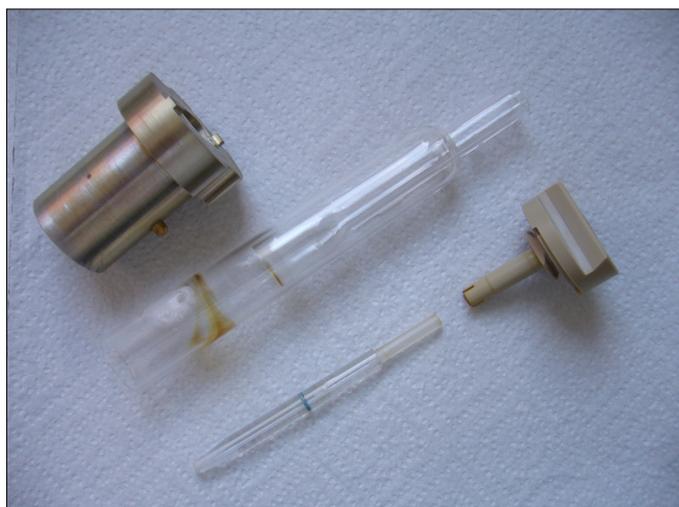
16. Reinigung des Zerstäubers

Der Zustand des Probeeinfuhrsystems (Plasmafackel, Injektorrohr, Zerstäuber, Zerstäuberkammer und Pumpenschläuche) bestimmt wesentlich die Qualität der analytischen Resultate. Ist der Zerstäuber vollständig oder teilweise verstopft kann er kein gleichmäßiges Aerosol mehr produzieren. Dieses führt zu abnehmenden Empfindlichkeiten und stark schwankenden Messwerten. Zur Reinigung muss der Zerstäuber ausgebaut werden und umgekehrt vorsichtig mit hohem Wasserdruck gespült werden. Dieser Vorgang muss mehrfach wiederholt werden. Im Auflichtmikroskop können eventuelle Verstopfungen erkannt werden. Die Verwendung von feinen Drähten zur Reinigung führt unweigerlich zur Zerstörung des Zerstäubers und sollte daher vermieden werden.

Ist keine Reinigung des Zerstäubers möglich, ist er unbrauchbar und muss durch einen neuen ersetzt werden.

17. Reinigung der Plasmafackel:

Die Fackel muss regelmäßig in Abhängigkeit der gemessenen Proben gereinigt werden. Hohe Elementgehalte der gemessenen Proben (z. B. Königswasseraufschlüsse von Böden) führen zu Ablagerungen im Inneren des Quarzrohres, die bewirken, dass am Plasmawächter kein Lichteinfall gemessen werden kann und in der Folge der Gasfluss gestoppt wird und das Plasma erlischt. Zur Reinigung muss die Fackel, die mittels Bajonettverschluss in ihrer Halterung sitzt, ausgebaut und zerlegt werden.



Das Quarzrohr und das Injektorrohr werden über Nacht im Abzug kopfüber in ein mit Königswasser gefülltes 250 ml Becherglas gestellt, am nächsten Morgen gründlich mit H₂O demin. gespült und getrocknet. Nach dem Zusammenbau wird die Fackel vorsichtig (dazu die Abdeckung der Torchbox öffnen) wieder in seine Halterung eingebaut, wobei darauf geachtet werden muss, dass die Magnetspule nicht verbogen wird.

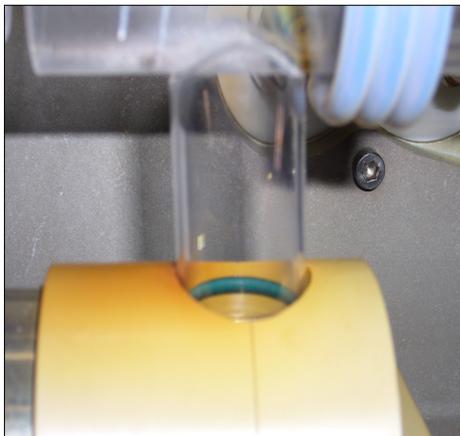
Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	10

18. Justage der Plasmafackel:

Wurde die Fackel aus- und wieder in das Gerät eingebaut, muss eine automatische Justierung der Beobachtungsspiegel vorgenommen werden. Dazu das Plasma zünden. Nach 30 Minuten eine 2 mg/l Zink enthaltende Lösung ansaugen und die Karteikarte **Analysis** wählen. Im Bildschirmkopf **Instrument** aufrufen. Aus dem aufklappenden Menü **Torch Alignment** auswählen. Der Beobachtungsspiegel positioniert sich in allen Betrachtungsrichtungen (axial UV, axial VIS, radial UV und radial VIS) auf die höchste Intensität. Die automatische Justage dauert 15-20 Minuten.

19. Reinigung des Periskopfensters:

Das Periskopfenster hat die Aufgabe, die aus dem Plasma radial abgehende Emission mit hoher Empfindlichkeit in die Optik zu leiten. Im Verlauf der Zeit sammeln sich auf dem Eintrittsfenster Verunreinigungen an. Um diese zu beseitigen, wird das Periskopfenster



herausgenommen (dazu muss die Fackel ausgebaut werden) und mit Säure gereinigt. Es sollte so bald wie möglich wieder eingesetzt werden, da der Umlenkspiegel freiliegt. Sinnvollerweise sollte immer ein 2. Fenster als Reserve bereitgehalten werden, damit es zügig gewechselt werden kann.



20. Kontrolle der Pumpenschläuche

Die Pumpenschläuche bestehen aus Tygon. Sie sind durch den Anpressdruck an die Schlauchpumpe und die hohe Säurekonzentration der gemessenen Proben einem hohen Verschleiß ausgesetzt und müssen deshalb regelmäßig kontrolliert werden. Wenn die Messwertstabilität ab- und die relative Standardabweichung der Messungen zunimmt, müssen sie ausgetauscht werden.

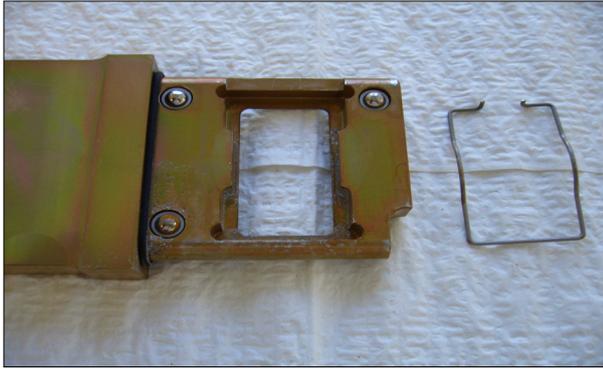
21. Kontrolle und Reinigung des Eintrittsfensters

Das Eintrittsfenster zur axialen Optik befindet sich ca. 5 cm hinter dem Keramik-Konus. Unverdampfte Komponenten der Probe können den Gegenstrom der Argonspülung durchdringen und sich auf das Fenster niederschlagen. Um eine gleich bleibende Empfindlichkeit des Spektrometersystems insbesondere im UV-Bereich zu gewährleisten, ist das Eintrittsfenster in regelmäßigen Abständen zu kontrollieren und bei Bedarf zu reinigen.



Zugang zum Eintrittsfenster erhält man durch eine Klappe, die sich links neben der großen Tür zum Probenraum befindet. Durch Herausziehen des Rahmens kann man die ca. 1.5 mm starke Quarzplatte inspizieren. Falls eine Reinigung erforderlich sein sollte, kann diese Platte nach Entfernung des Drahtrahmens herausgenommen werden. Die Reinigung könnte in einer Schale mit Königswasser erfolgen. Die Platte muss sehr vorsichtig behandelt werden (Reinigen und Trocknen), um sie

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	11



nicht zu zerbrechen. Ohne Eintrittsfenster darf das Spektrometer nicht betrieben werden.

22. Kontrolle des Kühlwasser-Kreislaufes

Der Umlaufkühler enthält etwa 4 Liter demineralisiertes Wasser. Es wird mit 4 ml Thermo-clean DC zur Vermeidung von Algenwuchs und 6,76 g NaHCO_3 zur Einstellung auf PH 7 versetzt. Die Flüssigkeit muss 1 Mal im Monat auf Verunreinigungen geprüft werden. In halbjährlichen Abständen muss die Flüssigkeit des Umlaufkühlers gewechselt werden.

Gerät	Plasma-Emissions-Spektrometer	Anleitung-Nr.	Seite
ICP	Plasma-Emissions-Spektrometer	ICP4.1	12

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH-Meter	PHM5.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.02.2000

pH-Meter PHM290 der Fa. Radiometer mit Einstabmeßkette und Temperaturfühler

für:

Elementbestimmungs- methoden	HH+PHM1.4

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Meßbetriebes	2
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Meßbetrieb	3
C. Geräteeinstellungen für die Messung	4

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

<u>Anhang:</u> ---

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	<u>pH-Meter</u>	PHM5.1	2

A. Routineablauf des Meßbetriebes

1. Vor der Messung überprüfen, ob die Elektrode und der Temperaturfühler mit dem pH-Meter verbunden sind: Für jeden Stecker besteht nur eine Möglichkeit, d. h. ein Falschanschluss ist nicht möglich.
2. Den Stecker des Gerätes in die Steckdose stecken, da es bei diesem Gerät keinen Ein/Aus-Schalter gibt. Es erscheint Methode A, pH-Messung.
3. Schutzkappe von der Elektrolytnachfüllöffnung entfernen, Elektrode mit demin. H₂O abspülen und trockentupfen (nicht reiben!, elektrostatische Aufladung!). Bei Elektroden mit KCl-Kristallen (Radiometer), kontrollieren ob noch Kristalle in der Elektrode zu sehen sind. Sind keine Kristalle mehr zu sehen, einige KCl-Kristalle mit der Pinzette in die Elektrolyteinfüllöffnung geben. Dies sollte am Abend vor der Messung gemacht werden, da die Einstellung des Gleichgewichts der Elektrode etwas Zeit benötigt.
4. Vor Beginn der Messung das Gerät neu eichen:
 Elektrode und Temperaturfühler in den Puffer 7.00 tauchen und etwas bewegen. Nachdem sich die Lösung beruhigt hat, die CAL-Taste betätigen. Es erscheint: *Elektrode tauchen in Puffer 1, 7.0000* ✓, die ✓-Taste betätigen, es erscheint: *Elektrode tauchen in Puffer 2, 4.000* ✓. Die Elektrode mit demin. Wasser abspülen, trockentupfen, in die Pufferlösung 4.00 tauchen und etwas bewegen. Nach Stillstand der Lösung die ✓-Taste drücken. Es erscheint:
 pH-Nullpunkt z.B. 6,80
 Empfindlichkeit z.B. 99,5%
 Diese Werte in die entsprechenden Datenlisten eintragen.
 Der pH-Nullpunkt sollte bei einer neuen Elektrode nahe 7.00 liegen, da eine neue Elektrode mit frischem Puffer pH 7.0 gefüllt ist. Bei der Alterung der Elektrode verschiebt sich dieser Nullpunkt. Er sollte auf jeden Fall zwischen **5,8** und **7,5** liegen.
 Die Empfindlichkeit ist die prozentuale Steigung der Eichfunktion. Sie sollte zwischen **95 %** und **102 %** liegen.
5. Nach der Eichung sollte zunächst noch einmal die Pufferlösung 7.00 und dann die Pufferlösung 4.00 gemessen werden, um die Eichung zu überprüfen. Die Messwerte sollten maximal ± 0.02 vom Sollwert betragen. Ausserdem sollte mindestens ein zertifizierter Standard von Mettler-Toledo z.B. 4.01 gemessen werden, um zu überprüfen, ob die Pufferlösungen von Merck noch in Ordnung sind. Die Abweichung des Messwertes sollte innerhalb der auf dem Beutel angegebenen Abweichung liegen. Danach kann mit der Messung von Proben begonnen werden (s. Punkt 6.).
6. Zum Messen von Proben/Pufferlösungen die Taste pH/mV drücken und die ab gespülte und abgetupfte Elektrode in die Probe/Pufferlösung tauchen und etwas bewegen. Nachdem die eingestellten Bedingungen für die Stabilität des Messwertes erfüllt sind, erscheint STAB (in einzelnen Buchstaben nacheinander) im Display. Das Ergebnis der Messung z.B. *ERGEB. 5.898 pH* steht dann im Display.
7. Alle 10 Proben einen Puffer (z.B. pH 5.0, 4.0, 7.0) messen. Sollte die Abweichung vom Sollwert größer als ± 0.02 pH-Einheiten sein, muss nach Punkt 4 neu geeicht werden.
8. Nach der Messung den Stecker des Gerätes herausziehen, die Elektrolytnachfüllöffnung der Elektrode verschließen und die Elektrode in eine ausreichende Menge 3 mol/l KCl-Lösung stellen, damit sichergestellt ist das sie nicht austrocknet.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	<u>pH-Meter</u>	PHM5.1	3

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Meßbetrieb

- Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung bzw. Kalibrierung stets öffnen.
- Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Meßwert verfälscht wird.
- Bei der Messung nicht rühren!
- Bei der Messung muss das Diaphragma (Keramikstift) in der Elektrode von der Messlösung bedeckt sein.
- Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Messlösung liegen, sowie mindestens 3 cm unterhalb der Elektrolyteinfüllöffnung. Ist dies nicht der Fall Elektrolytlösung nach den Angaben auf der Elektrode oder auf dem Begleitzettel der Elektrode nachfüllen. Bei Elektroden mit KCl-Kristallen (Radiometer), sollten KCl-Kristalle in der Elektrode zu sehen sein. Ist dies nicht der Fall, einige Kristalle mit der Pinzette, am Abend vor der Messung, über die Elektrolytnachfüllöffnung in die Elektrode füllen.
- Die Pufferlösung und Messlösung sollten die gleiche Temperatur haben.
- Temperaturfühler möglichst mit in die Messlösung tauchen, ist dies nicht möglich, den Temperaturfühler in eine Lösung mit gleicher Temperatur geben.
- Bei der Eichung immer erst Puffer pH 7.00, dann Puffer pH 4.00 messen, keine anderen Puffer benutzen.
- Liegen der pH-Nullpunkt und/oder die Empfindlichkeit nicht in den angegebenen Grenzen, kann versucht werden die Elektrode zu reinigen s. unter Pkt. 11, oder/und der Elektrolyt ausgetauscht werden. Sollten die Werte danach nicht im angegebenen Bereich liegen, muss eine neue Elektrode beschafft werden.
- Bei einer neuen Elektrode stets prüfen, ob Memory-Effekte auftreten. Hierzu nach der Messung einer Pufferlösung, eine Probe mit geringer Leitfähigkeit messen. Der Messwert der Probe sollte bekannt sein und durch diese zweite Messung bestätigt werden. Ist dies nicht der Fall muß unter Umständen eine andere Elektrode beschafft werden.
- Messung von Proben mit pH-Werten >5:
Hierbei ist es besonders wichtig das die Meßlösung nicht bewegt wird, da die Elektrode in diesem Meßbereich besonders störanfällig ist.
- Messung von Proben mit einer Leitfähigkeit unter 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$:
Bei diesen Proben müssen ebenfalls längere Wartezeiten einkalkuliert werden, da die Einstellung des Meßwertes langsamer erfolgt und zusätzlich Memory-Effekte von vorher gemessenen Proben auftreten können. Ausserdem sollte die Elektrode bei der Messung dieser Proben auf keinen Fall bewegt werden.
- Reinigung von Elektroden:
Eine Reinigung der Elektrode sollte durchgeführt werden, wenn sich der Messwert bei pH-Werten unter 5.0 nicht innerhalb von maximal 60 s einstellt, der Wert für die Empfindlichkeit oder/und den Nullpunkt ausserhalb der angegebenen Grenzen liegt.
 - Die HF-Reaktivierungslösung in ein Plastikgefäß geben (kein Glas!!) und die Elektrode eine Minute in der Lösung bewegen.
 - Elektrode mit demin. Wasser abspülen
 - über Nacht in 3 mol/l KCl-Lösung aufbewahren
 - bei leichter Verschmutzung mit Spülmittel reinigen

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	<u>pH-Meter</u>	PHM5.1	4

Vorsicht: nur mit Handschuhen und Schutzbrille arbeiten. HF hinterläßt  schwer heilende Wunden an Haut und Schleimhäuten. Bei Kontakt der Haut, Schleimhäute mit HF, sofort mit viel Wasser spülen, HF-Salbe auftragen (Kühlschrank Sozialraum), und in jedem Fall einen Arzt aufsuchen!

- ausgetrocknete Elektroden (mit Flüssigelektrolyt) müssen mindestens 24 Stunden in 3 M KCl-Lösung aufbewahrt werden, bevor sie wieder benutzt werden können. Ausgetrocknete Gelelektrolytelektroden sind oft irreversibel geschädigt und müssen ausgetauscht werden.

C. Geräteeinstellungen für die Messung

Im Konfigurationsmenü für die Messung und für die Kalibration ist Folgendes eingestellt:

1. Messmethode:

Im Display sollte Methode A pH-Messung (bei Messung von Hand) oder Methode E (bei automatischer Messung mit dem Gilson Probengeber) zu sehen sein. Ist dies nicht der Fall, die Pfeiltasten rechts/links so oft drücken bis Methode A oder E im Display erscheint.

Dann um in das Menü für die Einstellung der Messbedingungen zu gelangen die Method-Taste ca. 4 s drücken. Mit den Pfeiltasten nach oben/unten kann zwischen den Menüpunkten gewechselt werden, mit den Pfeiltasten rechts/links können die entsprechenden Einstellungen vorgenommen werden. Nach dem Drücken der Method-Taste sollten folgende Einstellungen vorgenommen werden (die gültige Einstellung ist durch zwei Pfeile im Display des Gerätes markiert): Als Erstes drch Drücken der Pfeil nach rechts, Pfeil nach links Tasten die entsprechende Methode A oder E wählen. Anschließend die Method-Taste ca. 3 s drücken um in den Editiermodus zu gelangen. Hier folgende Einstellungen vornehmen:

von-Hand-Messung:

KODE	Nein
EDITIERE	Methode
EDITIERE	Methode A pH

hier durch Drücken von Pfeil nach rechts auf RÜCKSETZEN gehen und durch Pfeil nach unten auf BESTÄTIGEN A, und durch Pfeil nach rechts auf JA gehen, um alle Parameter zurückzusetzen und neue Einstellungen vornehmen zu können:

Mit Pfeil nach unten auf SELEKT. MODUS gehen und mit Pfeil nach rechts/links MESSUNG auswählen.

Mit Pfeil nach unten auf SELEKT. EINHEIT gehen und mit Pfeil nach rechts/links pH einstellen. Dann weiter mit Pfeil nach unten prüfen, ob folgende Einstellungen vorhanden sind.

FRAGE NACH ID	Nein
EDITIERE	Probe
PROBENERGEBNIS	Autoread
STAB. KRITERIUM	50 mpH/min
AKZEPTZEIT	1:00 (min:s)
MIN pH-ALARM	-1.00 pH
MAX pH-ALARM	15.00 pH
MIN TEMP ALARM	-9.9 °C
MAX TEMP ALARM	99.9 °C

Sind alle Einstellungen richtig, durch kurzes Drücken der Method-Taste in den Messmodus zurückkehren.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH-Meter	PHM5.1	5

Automatische Messung (Gilson Probengeber):

KODE Nein

EDITIERE Methode

EDITIERE Methode E pH

hier durch Drücken von Pfeil nach rechts auf RÜCKSETZEN gehen und durch Pfeil nach unten auf BESTÄTIGEN E; und durch Pfeil nach rechts auf JA gehen, um alle Parameter zurückzusetzen und neue Einstellungen vornehmen zu können:

Mit Pfeil nach unten auf SELEKT. MODUS gehen und mit Pfeil nach rechts/links MESSUNG auswählen.

Mit Pfeil nach unten auf SELEKT. EINHEIT gehen und mit Pfeil nach rechts/links pH einstellen. Dann weiter mit Pfeil nach unten prüfen, ob folgende Einstellungen vorhanden sind.

FRAGE NACH ID Nein

EDITIERE Probe

PROBENERGEBNIS IN INTERVALL.

STAB. KRITERIUM 50 mpH/min

DRUCKINTERVALL 00:01 (min:s)

DRUCKENDE NACH 99:00 (h:min)

SPEICHERN IN GLP Letztes Erg

MIN pH-ALARM -1.00 pH

MAX pH-ALARM 15.00 pH

MIN TEMP ALARM -9.9 °C

MAX TEMP ALARM 99.9 °C

Sind alle Einstellungen richtig durch kurzes Drücken der Method-Taste in den Messmodus zurückkehren.

2. Kalibration:

Im Display sollte Methode pH Kalibrierung zu sehen sein. Ist dies nicht der Fall die Pfeiltasten rechts/links so oft drücken bis Methode pH etc. im Display erscheint.

Dann um in das Menü für die Einstellung der Kalibrationsbedingungen zu gelangen die Method-Taste ca. 4 s drücken. Mit den Pfeiltasten nach oben/unten kann zwischen den Menüpunkten gewechselt werden, mit den Pfeiltasten rechts/links können die entsprechenden Einstellungen vorgenommen werden. Nach dem Drücken der Method-Taste sollten folgende Einstellungen vorgenommen werden (die gültige Einstellung ist durch zwei Pfeile im Display des Gerätes markiert):

KODE Nein

EDITIERE Methode

EDITIERE Methode pH

RUECK GLP pH Nein

FRAGE NACH ID Nein

EDITIERE Kalibrierung

KALIBRIERUNGSTYP auto

BENUTZTE PUFFER IUPAC

KALIBRIERUNG MIT 2 Puffer

STAB. KRITERIUM 50 mpH/min

AKZEPTZEIT 3:00 min:s

MIN EMPFINDLICH 95 %

MAX EMPFINDLICH 102 %

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
PHM	<u>pH-Meter</u>	PHM5.1

MIN TEMPERATUR -9.9 °C
 MAX TEMPERATUR 99.9 °C
 ISO-pH-WERT 6.65 pH
 KALIBRIERE ALLE 24 Stunden

Sind alle Einstellungen richtig kurz die Method-Taste drücken. Es erscheint Methode pH Kalibrierung. Die Pfeiltasten rechts/links drücken bis Methode A pH Messung erscheint.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1.6.2006

pH/LF-Messsystem SP10 der Fa. Skalar

für:

Elementbestimmungs- methoden	HH+PHM6.1, LFLFM2.1 und folgende

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
1. Vorbereitungen zur pH/LF-Messung	2
2. Programm Skalar Robotic aufrufen	2
3. Lauf vorbereiten	3
4. Probenhalter definieren und Analysenlauf starten	3
5. Analysenlauf stoppen	4
6. Datenverarbeitung	5
7. Ausschalten des Gerätes	5
8. Leitfähigkeitszellenkonstante kontrollieren	5
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb	6
C. Geräteeinstellungen für die Messung	6

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang: ---

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	2

A. Routineablauf des Meßbetriebes

1. Vorbereitungen zur pH/LF-Messung

- Wasserbehälter für demin. Wasser auffüllen
- Gefäß für die Aufbewahrungslösung (Fa. Metrohm, Nr. 6.2323.000) (muss nicht täglich erneuert werden) öffnen.
- Gefäße für die Standardlösungen (Puffer, Portionsbeutel) täglich neu befüllen.
- Gefäße für die Kontrolllösungen (Puffer, Literflaschen, Fa. Merck) täglich neu befüllen.
- Gefäß für die Konditionierungslösung mit beliebiger Probe pH ca. 4,5 täglich neu befüllen.

Waschgefäß	Aufbewahrungslösung			pH 7,00 Standardlösung	pH 4,00 Standardlösung	pH 7,00 Kontrolle	PH 4,00 Kontrolle	Konditionierungslösung
------------	---------------------	--	--	------------------------	------------------------	-------------------	-------------------	------------------------

- Puffer pH 7,00 und pH 4,00 Standardlösungen (Merck Nr. 1.99002.0001 (pH 7.00), Nr. 1.99001.0001 (pH 4,00))
Puffer pH 7,00 und pH 4,00 Kontrolllösungen (Merck Nr. 1.09439.1000 (pH 7.00), Nr. 1.09435.1000 (pH 4,00))
- Tuschwämme mit demin. Wasser ausspülen bzw. befeuchten und in die Aufbewahrungsdose legen. Dabei die Schwammtücher so verteilen, dass die LF-Messzelle in das Schwammtuch eintaucht, und die pH- Elektrode (Fa. Orion, Nr. 8104SC) die Schwammtücher leicht berührt.
- In der Halterung sollten sich die folgenden Messzellen etc. befinden: die Leitfähigkeitsmesszelle, der Rührer mit dem kleinen 3 mm Paddel und die pH-Elektrode. Der Temperaturfühler für die pH Messung befindet sich rechts neben dem Probennehmer. Er sollte möglichst frei hängen um die Raumtemperatur exakt zu messen. Da der Temperaturfühler nicht in die Proben eintaucht, müssen die Proben Raumtemperatur haben! Wenn länger (d.h. am Tag vorher) nicht gemessen wurde, ist die Elektrode aus der Halterung ausgebaut und die Elektrolytöffnung verschlossen. Die Elektrode in die Halterung einbauen und die Schutzkappe von der Elektrolyteinfüllöffnung entfernen. Die Elektrode so tief wie möglich einsetzen, sie sollte ca. auf der gleichen Höhe wie der Rührer sein. Achtung: Beim Festschrauben der Elektrode die Befestigungsschraube so wenig wie möglich anziehen damit das Glas der Elektrode nicht kaputt geht! Die Nachfüllöffnung muss während der Messung offen sein!
- Erst jetzt den Probennehmer einschalten. Dieser bewegt sich danach ins Waschgefäß. Der Probennehmer kann im angeschalteten Zustand nicht mehr manuell bewegt werden!

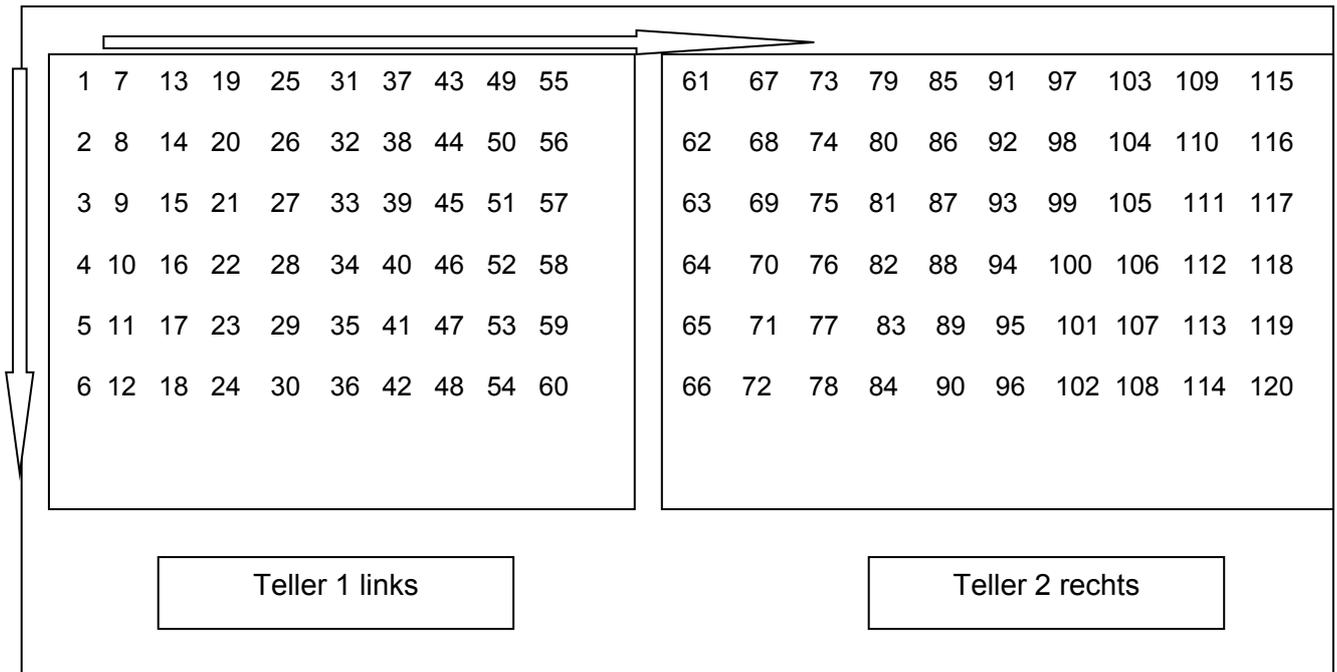
2. Programm Skalar Robotic aufrufen

- Benutzername: *Labor* Kennwort: *bdf*
- Das Programm InstrumentService.exe startet automatisch im Hintergrund
- Das Programm pH-Messung mit Doppelklick auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Das pH-Meter und das Leitfähigkeitsmessgerät werden über den Rechner eingeschaltet. Bei dem pH Meter erscheint während der Eichung: *Autocal Tec, AR, ARng, und TP*, bei der Messung nur *TP* auf dem Display.
- Anschließend darauf achten, dass die Pumpe anspringt und die Elektrode in die Aufbewahrungslösung gefahren wird. Erst dann kann ein Lauf gestartet werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	3

3. Lauf vorbereiten

- Die Proben in 10 ml Bechergläser abfüllen. Darauf achten, dass die Leitfähigkeitsmesszelle und die pH-Elektrode tief genug in die Probe reichen, d.h. das Keramikdiaphragma der pH-Elektrode, sowie die Elektrodenflächen und der Temperaturfühler der LF-Messzelle vollständig mit Lösung bedeckt sind (Schlitz vollständig von Lösung bedeckt). Die Bechergläser mit der Tülle nach rechts in das nummerierte Probentablett stellen. Die Reihenfolge der Nummerierung des Probentellers ist in der Abbildung angegeben (erste Reihe links von oben nach unten, danach 2. Reihe von links von oben nach unten bestücken usw., s.u.):



4. Probenteller definieren und Analysenlauf starten

- File --- New---* pH/EC Messung anklicken.
- Bei Dateiname *Abbrechen* anklicken. Der Dateiname wird später vergeben. Es erscheint dann ein Tabellenblatt, in das folgende Angaben eingeben werden müssen:
Probenbezeichnung: hier die Hauptbuchnummern eingeben. Entweder alle Nummern einzeln eingeben oder die Hauptbuchnummern aus dem Lims kopieren, und über die Zwischenablage in die Spalte Probenbezeichnung einfügen: *Lims-- Messung --Dateneingabe --Wasserserie* anwählen. Dateneingabe von Hand, rechte Maustaste, *aktuellen Block in Zwischenablage* kopieren. Excel öffnen und über Strg V die Daten einfügen. Dabei beachten, dass bei den Wiederholungsproben hinter der Probekennung leer 1 (AWDHNr) und leer 2 (MWDHNr) steht (diese Bezeichnungen hinter den Probekennungen der Wiederholungsproben einfügen.). Die Datei unter: T:\Abt-D\eigenerName speichern. Diese Datei am Rechner des Skalargerätes öffnen, die Hauptbuchnummern markieren und mit Strg C in die Zwischenablage speichern. In der ersten Spalte der Probenbezeichnung die Hauptbuchnummern mit Strg V einfügen.
U Methode: die Maus an die rechte untere Ecke bewegen, und durch das erscheinende Kreuz die Methode ANULL oder ANULLIC anwählen, und für die Anzahl der Proben die gemessen werden sollen nach unten duplizieren.
P Methode pH: die Methode HH+PHM6.1 anwählen und entsprechend der Anzahl der Proben die gemessen werden sollen nach unten duplizieren.
P Methode LF: die Methode LFLFLFM2.1 anwählen und entsprechend der Anzahl der Pro-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	4

ben die gemessen werden solle nach unten duplizieren.

Es können max. 120 Proben mit beiden Proben-Tabletts bearbeitet werden.

- Durch Anklicken von *Start* den Lauf starten.
- Das Programm fragt automatisch unter welchem Dateinamen die Daten abgespeichert werden sollen (Angabe der Seriennummer und laufende Nummer z.B. 2006W045). Die Datei wird unter C:/Dokumente und Einstellungen/Labor/Eigene Dateien/Dateien abgespeichert.
- Zuerst wird die pH-Elektrode mit den pH-Standardlösungen geeicht. Anschließend wird durch Messung der Kontrolllösungen geprüft, ob die Eichung in Ordnung ist. Nach einer erfolgreichen Eichung beginnt die Messung der Proben. Nach jeweils 20 Proben werden die Kontrollpufferlösungen 7,0 und 4,0 gemessen. Weichen die Messwerte weniger als 0,02 vom Sollwert ab, so wird mit der Messung der Proben fortgefahren. Ist die Abweichung größer, so wird neu geeicht und die Kontrollpufferlösungen gemessen. Liegen alle Werte im erlaubten Bereich, so wird die Messung aller Proben vor der fehlerhaften Kontrolle bis zur letzten richtigen Kontrolle noch einmal gemessen, liegen die Messwerte außerhalb des erlaubten Bereichs, so wird die Messung abgebrochen.
- Über die obere Menüleiste *View-Analysis Details* ist es möglich den gestarteten Lauf zu beobachten:
 Im Tabellenblatt *Kalibrationsprotokoll* erscheinen die Werte für das Asymmetriepotential und die Steilheit. Der Wert für das Asymmetriepotential sollte zwischen -15 und +15 liegen, der Wert für die Steilheit zwischen -60,5 und -58.
 Im Tabellenblatt *Sample Table* erscheinen von links nach rechts: die Hauptbuchnummern, die Untersuchungsmethode, die Elementbestimmungsmethoden für pH und LF, die Messwerte für pH und LF, die Temperaturen für pH und LF, sowie das Datum und die Uhrzeit der Messung.
 Die einzelnen Messwerte der pH-Werte können im Tabellenblatt *Einzelwerte* angesehen werden. Im Tabellenblatt *Logfile* erscheinen die Originalmessdaten der pH- und Leitfähigkeitsmessungen. Hieraus ist ersichtlich, ob aufeinander folgende Proben deren pH-Werte eine größere Differenz als +/-2 pH-Einheiten von einander hatten nochmals gemessen wurden, oder ob Proben wegen fehlerhafter Kontrollproben wiederholt worden sind.
- Nach Beendigung des Laufs ertönt ein akustisches Signal. Es erscheint rechts unten ein kleines Fenster (pH/EC-Messung) welches durch anklicken geschlossen und der Signalton ausgeschaltet wird.

5. Analysenlauf stoppen

- *Instrument---Stop Analysis---* anklicken, die Probenmessung wird gestoppt, und die Elektrode bleibt im Becherglas stehen.
- *Instrument---Reset---* anklicken, die Elektrode wird zuerst ins Waschwasser und dann in die Aufbewahrungslösung geführt.
- *Instrument---Halt---* anklicken, die Probenmessung wird gestoppt und die Elektrode bleibt an der jeweiligen Position stehen. Es besteht nun die Möglichkeit im Sample Table Probennummern von Proben nachzutragen die zusätzlich gemessen werden sollen. Dazu einfach die nächste Zeilen in der Probentabelle auswählen und ausfüllen. Durch Anklicken von *Continue* wird der Lauf weiter bearbeitet und der erweiterte Teller abgearbeitet.
- Es besteht außerdem die Möglichkeit im Sample Table Probennummern zu löschen. Dazu die Shift-Taste und Entf drücken.

6. Datenverarbeitung

Die Datei wird automatisch auf C:/Dokumente und Einstellungen/Labor/Eigene Daten/Dateien gespeichert. Die Datei von C:/Eigene Dateien/Daten nach J:/Labor/relaqs/pH_Wasser im .csv Format (ohne pHEC-Measurment) abspeichern. Es wird nur das Tabellenblatt *Sample Table* benötigt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	5

- Datei nach C:/Relaqs_V3/PH-LF kopieren.
- Im Relaqs die Datei öffnen, Wiederholungsmessungen überprüfen: Die Abweichungen für pH dürfen 0,02 bei pH-Werten < 5 und 0,05 bei pH-Werten > 5 betragen. Bei Proben mit einer Leitfähigkeit < 50µS/cm darf die Abweichung für pH auch größer sein. Ansonsten Messungen wiederholen.
- Die Datei exportieren und im LIMS weiterverarbeiten.

7. Ausschalten des Gerätes

- Probennehmer, pH-Meter sowie das Leitfähigkeitsmessgerät ausschalten. Rechner herunterfahren. Bildschirm ausschalten.
- Bechergläser sowie Puffergefäße mit demin. Wasser spülen. Tuschschwämme ausspülen und zum trocknen einzeln auslegen.
- Elektrode aus der Halterung ausbauen, den Flüssigkeitsstand der Elektrolytlösung überprüfen und diese gegebenenfalls nachfüllen (original ORION Filling Solution). Die Öffnung verschließen und die Elektrode in das externe Aufbewahrungsgefäß stecken.

8. Leitfähigkeitszellenkonstante kontrollieren

Leitfähigkeitszellenkonstante einmal im Jahr kontrollieren:

- Als Kontrolllösung dient der LF-Standard von Mettler Toledo (Nr.51 302 049). Diesen Standard in ein Gefäß geben, die Messzelle aus der Halterung nehmen, mit demin. Wasser abspülen und trocken tupfen. Messzelle so tief in die Kontrolllösung tauchen das der Schlitz der Messzelle TetraCon 325 vollständig bedeckt ist. Dabei die Lösung mit der Hand auf 25°C erwärmen (Die Temperatur der Lösung sollte genau 25 °C betragen da die Leitfähigkeit einer Lösung sehr stark von der Temperatur abhängig ist). Der Messwert darf maximal +/- 30 µS/cm vom Sollwert 1413 µS/cm bei 25 °C abweichen. Sollte die Abweichung größer sein; muss die Zellenkonstante neu eingestellt werden. Siehe unter C: Geräteeinstellung für die Messung.

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb

- Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung bzw. Kalibrierung stets öffnen.
- Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Meßwert verfälscht wird.
- Bei der Messung muss das Diaphragma (Keramikstift) in der Elektrode von der Messlösung bedeckt sein.
- Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Messlösung liegen, sowie mindestens 3 cm unterhalb der Elektrolyteinfüllöffnung. Ist dies nicht der Fall, Elektrolytlösung nach den Angaben auf der Elektrode oder auf dem Belegzettelnachfüllen. Bei Elektroden mit KCl-Kristallen (Radiometer), sollten KCl-Kristalle in der Elektrode zu sehen sein. Ist dies nicht der Fall, einige Kristalle mit der Pinzette, am Abend vor der Messung, über die Elektrolytnachfüllöffnung in die Elektrode füllen.
- Die Pufferlösungen und die Messlösungen sollten Zimmertemperatur haben.
- Bei einer neuen Elektrode stets prüfen, ob Memory-Effekte auftreten. Hierzu nach der Messung einer Pufferlösung, eine Probe mit geringer Leitfähigkeit messen. Der Messwert der Probe sollte bekannt sein und durch diese zweite Messung bestätigt werden. Ist dies nicht der Fall, muss unter Umständen eine andere Elektrode beschafft werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	6

C. Geräteeinstellungen für die Messung

pH-Meter, pH 730, Fa.WTW:

Nach dem Einschalten des pH-Meters, sollte Folgendes auf dem **Display** zu sehen sein:

pH

pH-Wert: z.B. 6.992

Temperatur: z.B. 24,9 °C

TP (dies erscheint bei angeschlossenem Temperaturfühler automatisch auf dem Display)

Elektrodensymbol mit Strichen die die Güte der Elektrode anzeigen (3 Striche = sehr gut, d.h. Steilheit und Asymmetriepotential im erlaubten Bereich. Bei weniger als 2 Strichen, sollte die Elektrode ausgetauscht werden).

Wenn drei Striche in der Elektrode zu sehen sind, sind folgende Bedingungen gegeben:

Steilheit -60,5...-58 [mV/pH]

Asymmetriepotential -15...+15 [mV]

Im **Konfigurationsmenü** für die Messung und für die Kalibration müssen am pH-Meter folgende Parameter eingestellt sein:

Baudrate 4800

Int. 1 OFF

Int. 2 OFF

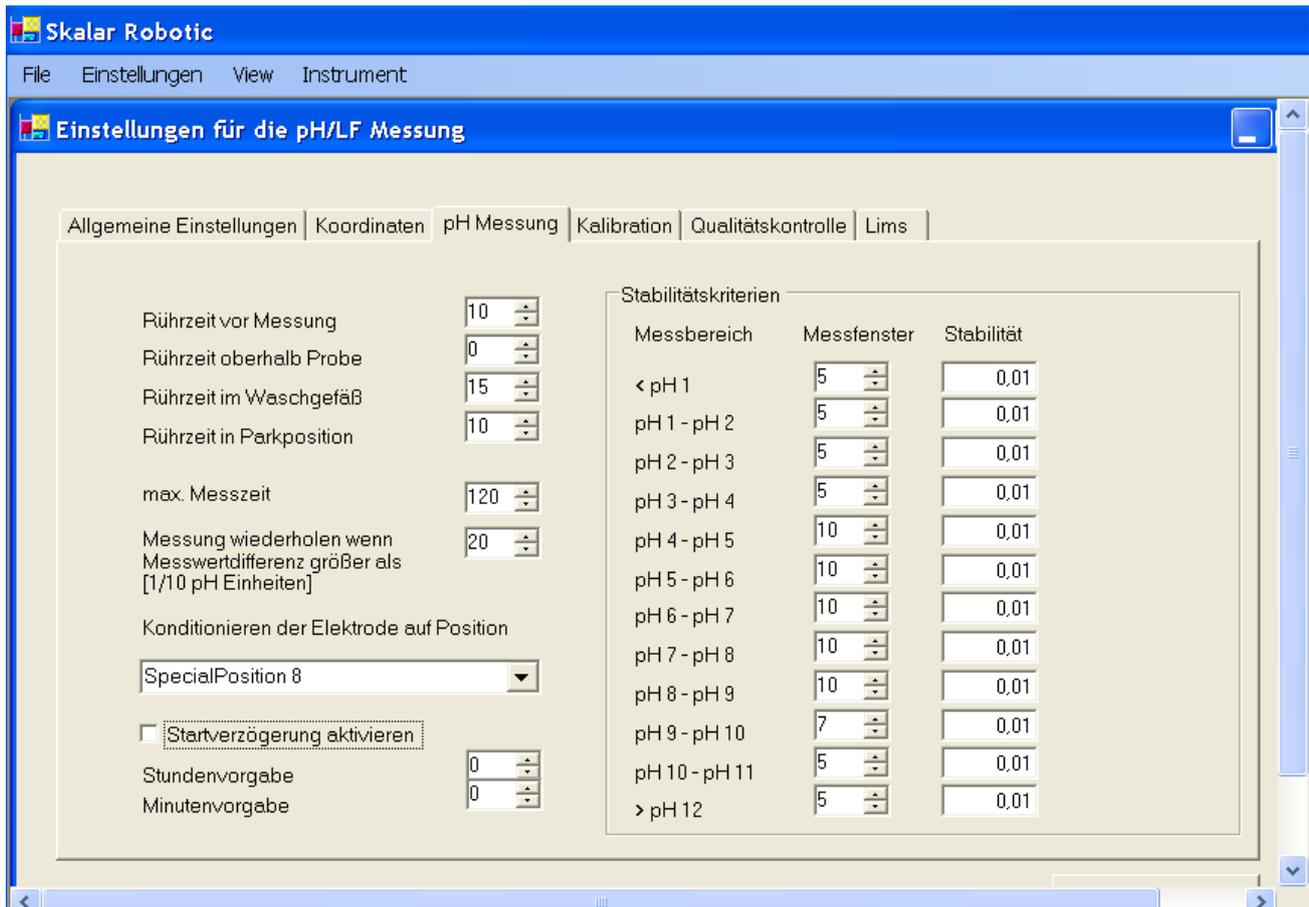
Int. 3 d 999

USE °C

Sonstiges:

AR (Auto Range): muss deaktiviert sein, d.h. AR wird nicht auf dem Display angezeigt

AutoCal TEC: vollautomatische 2- oder 3-Punkt-Kalibrierung technischer Pufferlösungen, automatische Erkennung der Pufferlösungen.



LF-Messgerät, Cond 730, Fa. WTW:

Nach dem Einschalten des LF-Messgerätes, sollte Folgendes auf dem **Display** zu sehen sein:

\mathcal{H} = Messung der Leitfähigkeit

TP: dies erscheint bei geschlossenem Temperaturfühler automatisch auf dem Display

ARng: dies erscheint bei eingeschalteter Auto Range –Funktion

Trel25: Referenztemperatur = 25 °C

nLF: erscheint, wenn die Funktion nichtlineare Temperaturkompensation eingestellt wurde

Im **Konfigurationsmenü** müssen folgende Parameter für die LF-Messung eingestellt sein:

Baudrate	4800
Int. 1	NO
Int. 2	OFF
Int. 3	d 196
Arn	YES
T	25
LF	S/cm
USE	°C
LFtc	nLF

Außerdem muss die Funktion AR (Auto Read) deaktiviert sein. Hierzu die Taste *AR* drücken, bis AR nicht mehr auf dem Display angezeigt wird.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM6.1	8

Einstellung der Zellenkonstanten der LF-Messzelle:

Diese kann wie folgt vorgenommen werden:

Die Taste CAL so oft drücken bis LF CELL auf dem Display erscheint. Danach die Taste RUN ENTER drücken, anschließend die Taste CAL so oft drücken, bis die Zellenkonstante auf dem Display erscheint. Diese sollte 0.475 1/cm sein. Die Zellenkonstante wird mit 0,01M KCl eingestellt. Dabei ist zu beachten das die Temperatur der Lösung 25°C beträgt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1.6.2006

pH-Messsystem SP10 der Fa. Skalar

für:

Elementbestimmungs- methoden	HH+PHM7.1

Inhalt:

	Seite
A. Probenvorbereitung	2
1. Vorbereitung des Probenehmers	2
2. Programm RoboticServer aufrufen	2
3. Dilutoren spülen	3
4. Zugabe der Lösung	3
B. Proben rühren	4
C. pH-Messung	4
1. Gerät vorbereiten	4
2. Analysenlauf starten	5
3. Analysenlauf stoppen	5
4. Ausschalten des Gerätes	5
D. Arbeiten mit dem Programmteil Scheduler	6
1. Einstellungen in der Maske Scheduler	6
2. Einstellungen der individuellen Applikation im Scheduler	7
E. Datenverarbeitung	8
F. Geräteeinstellungen für die Messung	8

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang: ---

PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	2
-----	------------------------	--------	---

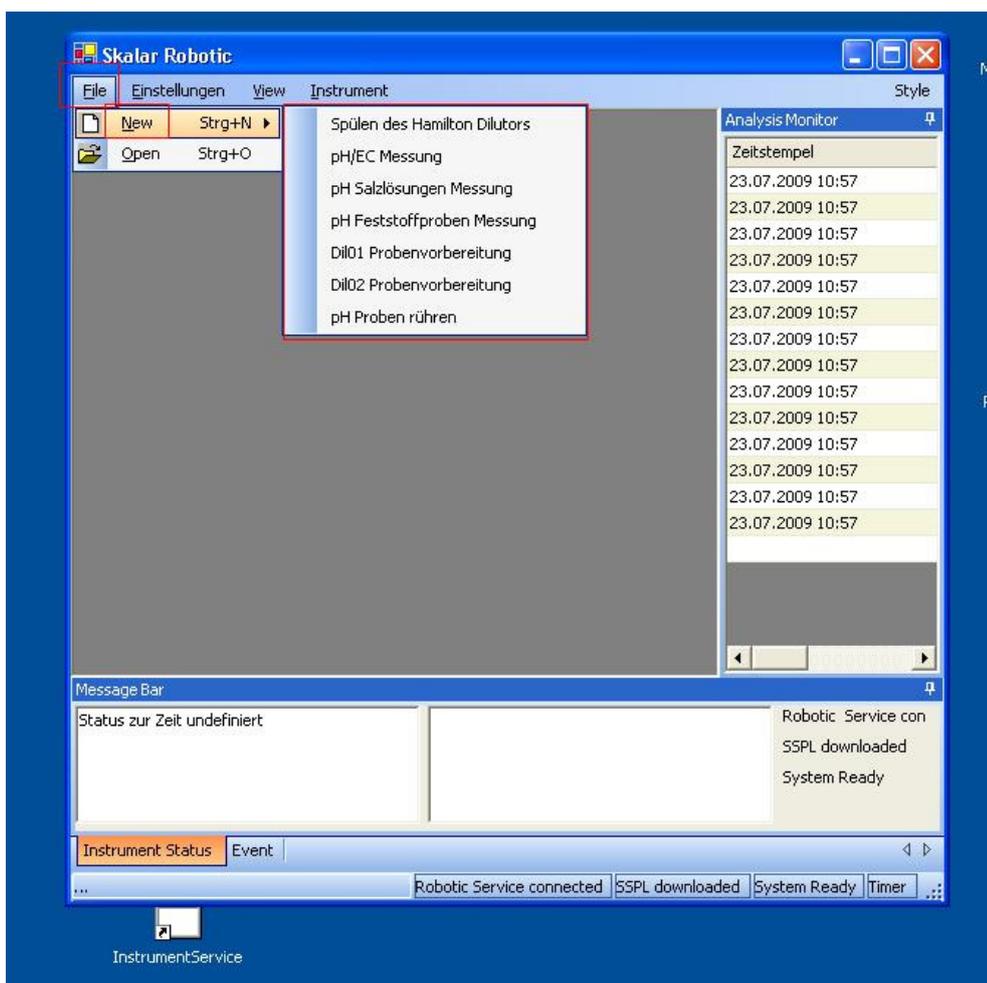
A: Dilutor Probenvorbereitung

1. Vorbereitung des Probenehmers

- Für die pH-Messung in Boden- oder Humusproben muss sich der große Rührer in der Halterung befinden und der Dilutorschlauch am Zugaberohr des Probenehmers angeschlossen sein.
- Den Wasserbehälter für demin. Wasser auffüllen.
- Den Probenehmer einschalten. Dieser bewegt sich danach ins Waschgefäß. Der Probenehmer kann im angeschalteten Zustand nicht mehr manuell bewegt werden! Das Waschgefäß mit demin. Wasser füllen.

2. Programm RoboticServer aufrufen

- Benutzername: *Labor* Kennwort: *bdf*
- Das Programm InstrumentService.exe startet automatisch im Hintergrund
- Das Programm RoboticServer mit Doppelklick auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Das pH-Meter wird über den Rechner automatisch eingeschaltet.
- Der Probenehmer fährt automatisch in das Aufbewahrungsgefäß.



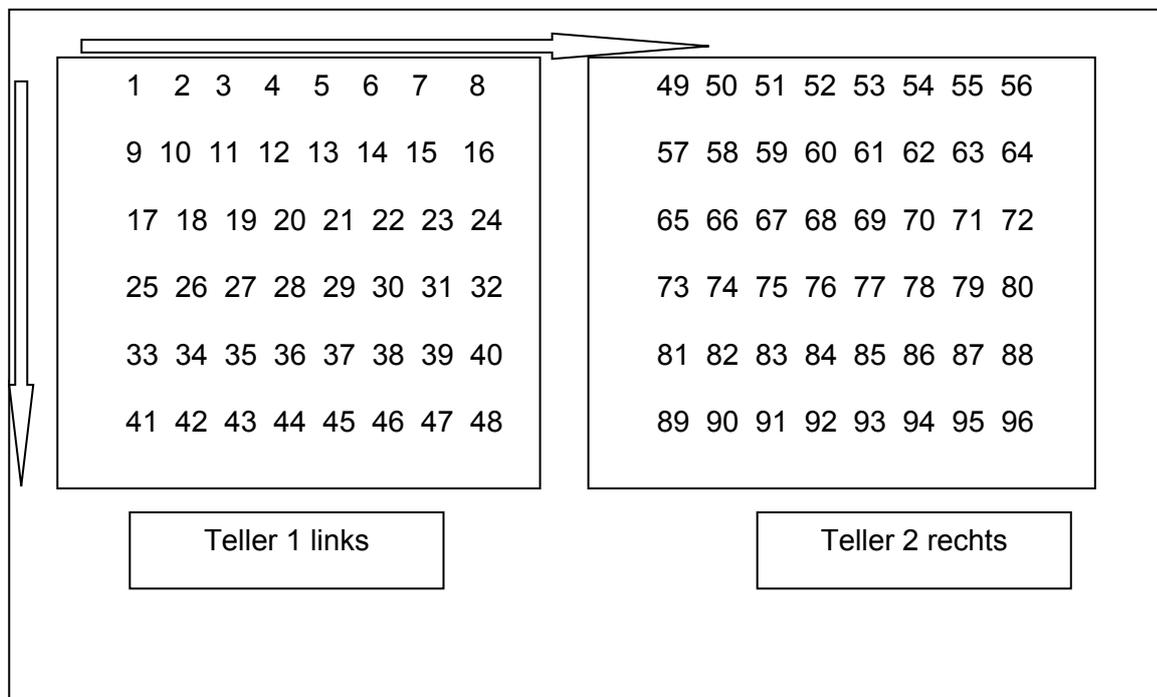
Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	3

3. Dilutoren spülen

- Die Dilutoren die gespült werden sollen von Hand einschalten.
 - Der Schlauch für Dil01 muss in die 3l Flasche mit demin. Wasser tauchen, der Schlauch für Dil02 in 1N KCl- oder 0,01M CaCl₂-Lösung (Dilutorbezeichnung: s. Beschriftung am Gerät).
 - Es gibt für jeden Dilutor einen separaten Programmpunkt. Wird Spülen des Dilutors Dil01 angewählt, so wird der Dilutor 1 (dest Wasser) gespült. Wird der Dilutor Dil02 angewählt, so wird der Dilutor 2 (KCl oder CaCl₂-Lösung) gespült.
 - *File--New--Dil01 Spülen/Dil02 Spülen* anklicken
 - Der entsprechende Dilutor wird dann automatisch 2-mal mit der vollen Spritze gespült.
- Nach Beendigung des Spülens ertönt ein akustisches Signal.

4. Zugabe der Lösung

- Die abgefüllten Feststoffproben mit dem nummerierten Probenblett (Boden) auf das Gerät stellen. Die Reihenfolge der Nummerierung des Probenbletts ist in der Abbildung angegeben.



- *File--New--Dil01 Probenvorbereitung* (oder *Dil02 Probenvorbereitung*) anklicken.
- Bei Dateiname *abbrechen* anklicken. Der Dateiname wird später vergeben. Es erscheint dann ein Tabellenblatt, in das folgende Angaben eingeben werden müssen:
Probenbezeichnung: hier die Hauptbuchnummern eingeben.
 Entweder alle Nummern einzeln eingegeben oder die Hauptbuchnummern aus dem LIMS kopieren und über die Zwischenablage in die Spalte Probenbezeichnung einfügen:
 An einem *LIMS-Rechner*: *Lims--Messung--Dateneingabe--Serie* anwählen. *Dateneingabe von Hand* wählen und mit der rechten Maustaste den aktuellen Block in die Zwischenablage kopieren. Excel öffnen, und über Strg V die Daten einfügen, Datei speichern unter: T:\Abt-D\eigenes Verzeichnis. Diese Datei am Rechner des Skalargerätes öffnen, die Hauptbuchnummern markieren und mit Strg C in die Zwischenablage speichern. In der ersten Spalte der Probenbezeichnung die Hauptbuchnummern mit Strg V einfügen.
U Methode: die Maus an die rechte untere Ecke bewegen und durch das erscheinende Kreuz

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	4

die Methode (pHH2O5.1, pHKCl5.1, pHCaCl25.1 (Hausmethode), oder pHH2O6.1, pHKCl6.1, pHCaCl26.1 (EU-Methode)) anwählen und für die Anzahl der Proben nach unten duplizieren.

P Methode pH: die Methode PHM7.1 anwählen und für die Anzahl der Proben nach unten duplizieren.

Es können max. 96 Proben mit beiden Feststoffproben-tabletts bearbeitet werden. Es wird eine Rührgeschwindigkeit von 5 empfohlen, welche rechts am Gerät eingestellt wird.

- Über *Start* den Lauf starten.
- Das Programm fragt automatisch unter welchem Dateiname die Daten abgespeichert werden sollen (Angabe der Seriennummer z.B. 2009B005)
- Nun werden 25 ml aus dem Dilutor in jede Feststoffprobe gegeben und jede Probe wird gerührt.
- Nach Beendigung der Probenvorbereitung ertönt ein akustisches Signal.
- Bei Benutzung des Dil02 (KCl, CaCl₂) sollte dieser so zeitnah wie möglich mit dest. Wasser gespült werden.

B: Proben rühren

Nach entsprechender Standzeit werden die Proben durchgerührt.

File---New--- pH Proben rühren wählen

Bei Dateiname kann die Datei aus der Probenvorbereitung verwendet werden.

Über *Start* den Lauf starten. Das Programm fragt automatisch unter welchem Dateiname die Daten abgespeichert werden sollen (Angabe der Seriennummer z.B. 2009B005). Nun wird jede Probe noch einmal gerührt.

Im Scheduler (siehe unter Punkt D) können die Proben mehrmals hintereinander gerührt werden. (nachts 2x - nach ca. 5 und 10 Stunden- und vor der Messung).

C: pH-Messung

1. Gerät vorbereiten

- In der Halterung wird nun zusätzlich die Boden-pH-Elektrode bis oberhalb des Rührers eingebaut. Der Temperaturfühler für die pH Messung befindet sich rechts neben dem Probennehmer. Achtung: Beim Festschrauben der Elektrode die Befestigungsschraube so wenig wie möglich anziehen damit das Glas der Elektrode nicht kaputt geht!
- Gefäße für die Standardlösungen (Puffer) neu befüllen.

Wasch- gefäß	Aufbe- wahrungs- lösung			pH 7,00 Standard- lösung	pH 4,00 Standard- lösung	pH 7,00 Kontrolle	PH 4,00 Kontrolle	Konditio- nierungs- lösung
-----------------	-------------------------------	--	--	--------------------------------	--------------------------------	----------------------	----------------------	----------------------------------

- Puffer pH 7,00 und pH 4,00 Standardlösungen (Merck Nr. 1.99002.0001 (pH 7.00), Nr. 1.99001.0001 (pH 4,00))
Puffer pH 7,00 und pH 4,00 Kontrolllösungen (Merck Nr. 1.09439.1000 (pH 7.00), Nr. 1.09435.1000 (pH 4,00))
sowie die Konditionierungslösung täglich neu abfüllen. Je nach Methode: H₂O demin., 0,01 M CaCl₂, bzw. 1N KCl.
Als Aufbewahrungslösung wird die Lösung der Firma Metrohm (Nr. 6.2323.000) verwendet.
Für die Messung wird eine Rührgeschwindigkeit von 4 empfohlen, welche rechts am Gerät am Probennehmer eingestellt wird.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	5

2. Analysenlauf starten

- *File---New---pH Feststoffproben Messung* anklicken
Bei Dateiname, Datei aus Probenvorbereitung auswählen. Es erscheint ein Tabellenblatt mit den zu bearbeiteten Probennummern.
- Über *Start* den Lauf starten.
- Das Programm fragt automatisch unter welchem Dateiname die Daten abgespeichert werden sollen (Angabe der Seriennummer z.B. 2006B045)
- Zuerst wird die pH-Elektrode mit den pH-Standardlösungen geeicht. Anschließend wird durch Messung der Kontrolllösungen geprüft, ob die Eichung in Ordnung ist. Nach einer erfolgreichen Eichung beginnt der definierte Analysenlauf.
- Über die obere Menüleiste *View-Analysis Details* ist es möglich den gestarteten Lauf zu beobachten:
Im Tabellenblatt *Sample Table* erscheinen von links nach rechts: die Hauptbuchnummern, die Untersuchungsmethode, die Elementbestimmungsmethoden für pH, die Messwerte für pH, die Temperaturen für pH sowie das Datum mit der Uhrzeit.
Die einzelnen Messwerte der pH-Werte können im Tabellenblatt *Einzelwerte* angesehen werden. Im Tabellenblatt *Logfile* erscheinen die Originalmessdaten der pH Messungen. Hieraus ist ersichtlich, ob Proben wegen Kontrollprobenfehlern wiederholt worden sind.
- Nach Beendigung des Laufs ertönt ein akustisches Signal

3. Analysenlauf stoppen

- *Instrument---Stopp Analysis* anklicken: die Probenmessung wird gestoppt, und die Elektrode bleibt im Becherglas stehen.
- *Instrument---Reset* anklicken: die Elektrode wird zuerst ins Waschwasser und dann in die Aufbewahrungslösung geführt.
- *Instrument---Halt* anklicken: die Probenmessung wird gestoppt und die Elektrode bleibt an der jeweiligen Position stehen. Mit *Continue* wird der Lauf weiter bearbeitet.

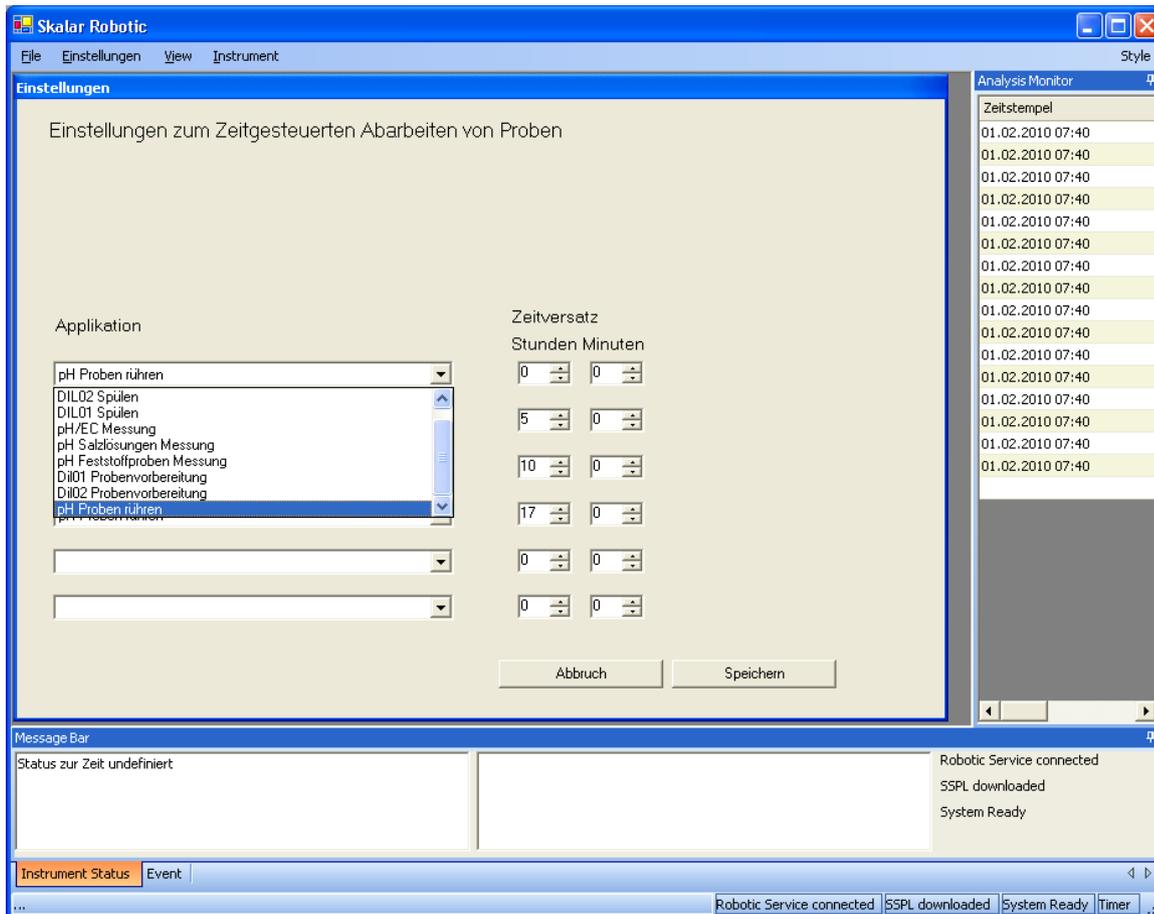
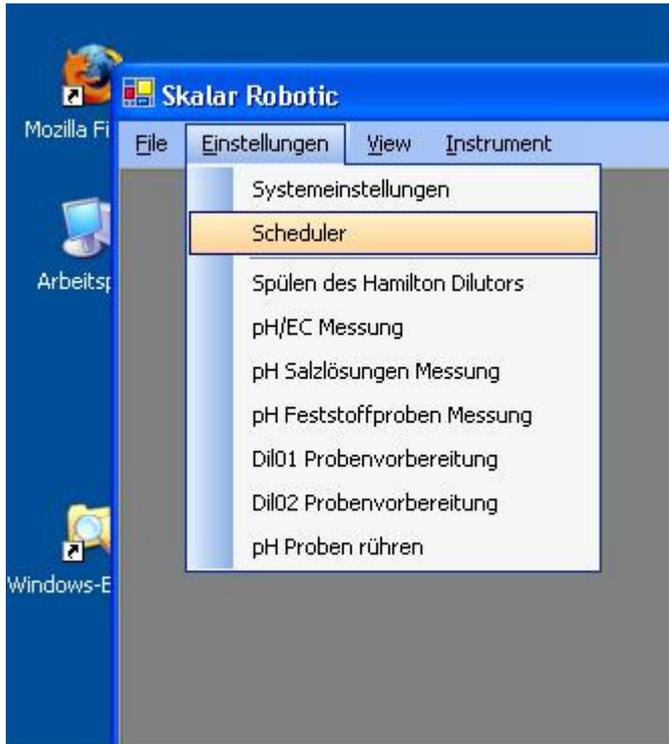
4. Ausschalten des Gerätes

- Den Probennehmer, das pH-Meter, sowie die Dilutoren ausschalten. Den Rechner herunterfahren und den Bildschirm ausschalten.
- Die Probengefäße im Waschbecken mit Schlammfänger mit demin. Wasser spülen.
- Die Elektrode aus der Halterung ausbauen. Den Flüssigkeitsstand der Elektrolytlösung überprüfen und gegebenenfalls nachfüllen (original ORION Filling Solution). Die Öffnung verschließen und die Elektrode in das externe Aufbewahrungsgefäß stecken.
- Das Waschgefäß zum Reinigen von der Bodenplatte lösen (2 Rändelschrauben). Das Gefäß und den Abflussschlauch mit einer Spritzflasche mit demin. Wasser spülen. Das Gefäß anschließend durch leichtes Andrehen der Schrauben auf der Bodenplatte fixieren.

D: Arbeiten mit dem Programmteil Scheduler

1. Einstellungen in der Maske Scheduler

Unter dem Menü *Einstellungen* findet man das Untermenü Scheduler, in dem es die Maske zum zeitgesteuerten Abarbeiten von Arbeitsschritten gibt.



Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	7

Es können folgende Arbeitsschritte kombiniert werden:

- Dil01 oder Dil02 Probenvorbereitung: es wird die entsprechende Lösung zugegeben, und gerührt.
- pH Proben rühren: die Probensuspension wird gerührt.
- pH Feststoffproben Messung: die pH-Messung wird durchgeführt.

Der Zeitversatz richtet sich nach dem Startzeitpunkt. Es sollte mit einem Zeitversatz von 0 Stunden und 0 Minuten begonnen werden. Von diesem Zeitpunkt ausgehend werden die Arbeitsschritte abgearbeitet. In diesem Beispiel beginnt die Probenvorbereitung also 0 Minute nach dem Start, nach 5 Stunden 0 Minuten und 10 Stunden 0 Minuten (ab Start des Laufes) werden die Proben je einmal gerührt.

Grundsätzlich können bis zu sechs Arbeitsschritte kombiniert werden s.o.

Nach der Eingabe der Arbeitsschritte und Anklicken von Start werden die im Scheduler eingegebenen Arbeitsschritte der Reihe nach den Zeitvorgaben (Zeitversatz) entsprechend abgearbeitet.

Möchte man einen Arbeitsschritt sofort starten, klickt man auf den roten Button (nächste Applikation sofort starten).

Bei allen zeitgesteuerten Applikationen wird man außerdem nach dem Dateinahmen gefragt:

Datei öffnen → *abrechnen* → *Teller definieren* → *starten* → *Speicherort festlegen* → *Starten* und los geht es (Es kann nur eine Maske gespeichert werden).

Der Scheduler kann unter *View---Scheduler* an- und ausgeschaltet werden. (Häkchen = an)

2. Einstellungen der individuellen Applikation im Scheduler

- Im Scheduler können verschiedene Bearbeitungsschritte zusammengestellt werden, die dann nach dem Starten eines Laufes der Reihe nach abgearbeitet werden. Hierzu stellt man sich zunächst unter *View---Scheduler* eine Applikation zusammen (z.B. nachts 2x nach 5 Stunden und 2x nach 10 Stunden rühren).
- Nach der Eingabe klickt man auf den Button Start. Mit der Abarbeitung der Bearbeitungsschritte wird nach der dem im Scheduler eingegebenen Zeitversatz s.o. begonnen. Möchte man eine Applikation sofort starten, so klickt man auf den roten Button (nächst Applikation sofort starten).
- Bei allen zeitgesteuerten Applikationen wird nach dem Dateinahmen gefragt: *Datei öffnen* → *abrechnen* → *Teller definieren* → *Starten* → *Speicherort festlegen* → und los geht es.

E: Datenverarbeitung

- Alle Dateien werden automatisch unter *C:/Skalar/Daten* gespeichert, wobei für jeden Arbeitsschritt eine eigene Datei erstellt wird:
SamplePretreatment.xls → für die Probenvorbereitung
SampleStirring.xls → für das Rühren der Proben
SampleMeasurement.xls → für die Messung der Proben
 Es wird nur die Datei *Samplemeasurement.xls* benötigt, alle anderen Dateien können sofort gelöscht werden.
- Diese Datei von *C:/Skalar/Daten* nach *J:/Labor/relaqs/pH_Boden* im .csv Format (ohne *pH_SampleMeasurement*) abspeichern. (Es wird nur das Tabellenblatt *Sample Table* benötigt).
- Mit dem *freeCommander* kann die Datei .csv geöffnet (F4) werden..
- Die Datei nach *C:/Relaqs_V3/pH-LF* kopieren.
- Im *Relaqs* die Datei importieren, öffnen und die Wiederholungsmessungen überprüfen. Die

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	8

Abweichungen der Wiederholungsmessungen von einander dürfen mindestens \pm untere Bestimmungsgrenze und maximal 10 %, betragen. Die Datei exportieren und im LIMS weiterverarbeiten.

F: Geräteeinstellungen für die Messung

Im Konfigurationsmenü für die Messung und für die Kalibration müssen am pH-Meter folgende Parameter eingestellt sein:

pH-Meter, pH 730, Fa.WTW:

Nach dem Einschalten des pH-Meters, sollte Folgendes auf dem **Display** zu sehen sein:

pH

pH-Wert: z.B. 6.992

Temperatur: z.B. 24,9 °C

TP (dies erscheint bei angeschlossenem Temperaturfühler automatisch auf dem Display)

Elektrodensymbol mit Strichen die die Güte der Elektrode anzeigen (3 Striche = sehr gut, d.h. Steilheit und Asymmetriepotential im erlaubten Bereich. Bei weniger als 2 Strichen, sollte die Elektrode ausgetauscht werden.)

Wenn drei Striche in der Elektrode zu sehen sind, sind folgende Bedingungen gegeben:

Steilheit -60,5 bis -58 [mV/pH]

Asymmetriepotential -15 bis +15 [mV]

Im **Konfigurationsmenü** für die Messung und für die Kalibration müssen am pH-Meter folgende Parameter eingestellt sein:

Baudrate 4800

Int. 1 OFF

Int. 2 OFF

Int. 3 d 999

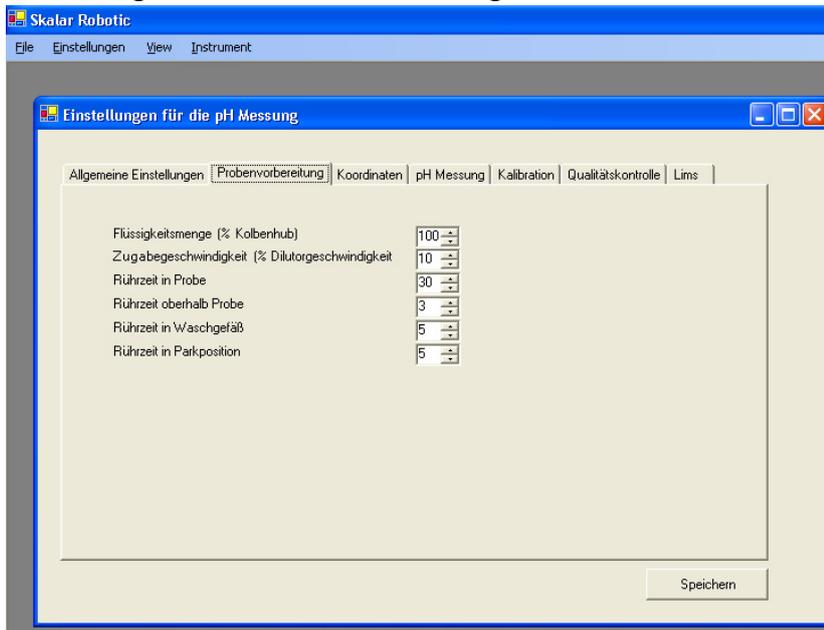
USE °C

Sonstiges:

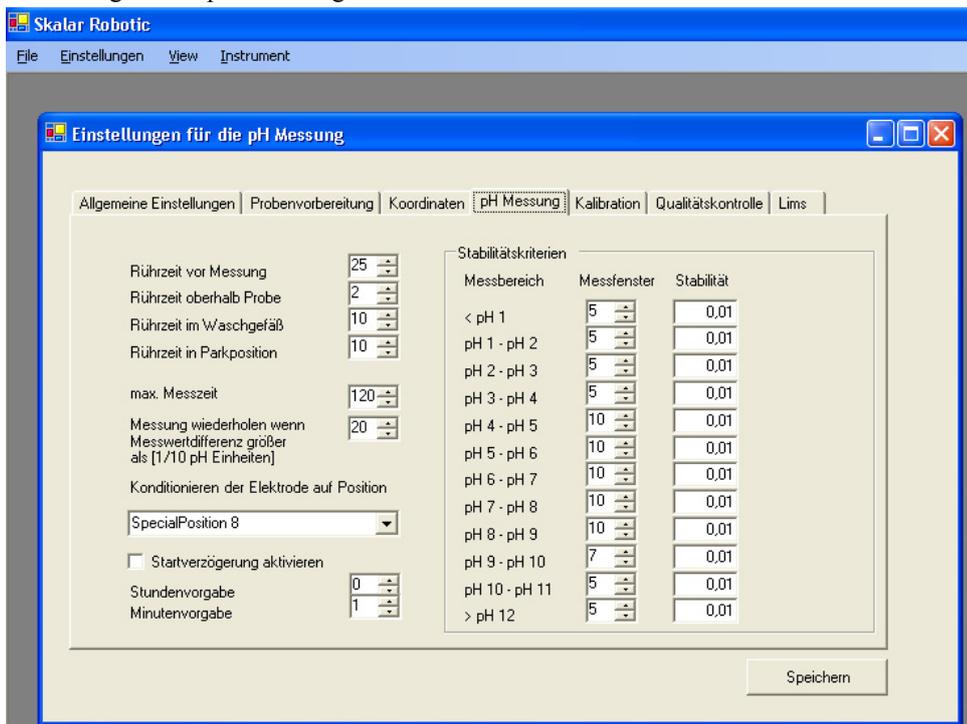
AR (Auto Range): muss deaktiviert sein, d.h. AR wird nicht auf dem Display angezeigt

AutoCal TEC: vollautomatische 2- oder 3-Punkt-Kalibrierung technischer Pufferlösungen, automatische Erkennung der Pufferlösungen.

Einstellung für die Probenvorbereitung:



Einstellung für die pH-Messung



Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH/LF-Messplatz Skalar	PHM7.1	10

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH-Messplatz Skalar	PHM8.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1.3.2009

pH-Messsystem SP10 der Fa. Skalar (Salzlösungen Gerät 2)

für:

Elementbestimmungs- methoden	HH+1PHM6.1, HH+2PHM6.1

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
1. Vorbereitungen zur pH-Messung	2
2. Programm pH Messung aufrufen	2
3. Lauf vorbereiten	3
4. Probensteller definieren und Analysenlauf starten	3
5. Analysenlauf stoppen, Tellerpositionen bearbeiten	4
6. Datenverarbeitung	5
7. Ausschalten des Gerätes	5
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb	6
C. Geräteeinstellungen für die Messung	6

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang:

/

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH-Messplatz Skalar	PHM8.1	2

A. Routineablauf des Meßbetriebes

1. Vorbereitungen zur pH-Messung

- Gefäß für die Aufbewahrungslösung (Fa. Metrohm, Nr. 6.2323.000) (muss nicht täglich erneuert werden) öffnen.
- Gefäße für die Standardlösungen (Puffer, Portionsbeutel) täglich neu befüllen.
- Gefäße für die Kontrolllösungen (Puffer, Literflaschen) täglich neu befüllen
- Gefäß für die Konditionierungslösung mit 1N NH₄Cl-Lösung bei Ake1.1 und mit 0,1 M BaCl₂-Lösung bei AKEG1.1, AKEG2.1 und AKH3.1 täglich neu befüllen.

Waschgefäß	Aufbewahrungslösung (Metrohm)			pH 7,00 Standardlösung	pH 4,00 Standardlösung	pH 7,00 Kontrolle	PH 4,00 Kontrolle	Konditionierungslösung
------------	-------------------------------	--	--	------------------------	------------------------	-------------------	-------------------	------------------------

- Puffer pH 7,00 und pH 4,00 Standardlösungen (Merck Nr. 1.99002.0001 (pH 7.00), Nr. 1.99001.0001 (pH 4,00)) Puffer pH 7,00 und pH 4,00 Kontrolllösungen (Merck Nr. 1.09439.1000 (pH 7.00), Nr. 1.09435.1000 (pH 4,00))
- pH-Elektrode für Ake-, AKEG- und AKH-Lösungen einsetzen. Die Elektrode so tief wie möglich einsetzen, sie sollte ca. auf der gleichen Höhe wie der Rührer sein. Achtung: Beim Festschrauben der Elektrode die Befestigungsschraube so wenig wie möglich anziehen, damit das Glas der Elektrode nicht zerbricht! Die Nachfüllöffnung muss während der Messung offen sein!
- Das Waschgefäß wird automatisch mit demin. Wasser gefüllt.
- Erst jetzt den Probenehmer einschalten. Dieser bewegt sich danach ins Waschgefäß. Der Probenehmer kann im eingeschaltetem Zustand nicht mehr manuell bewegt werden!

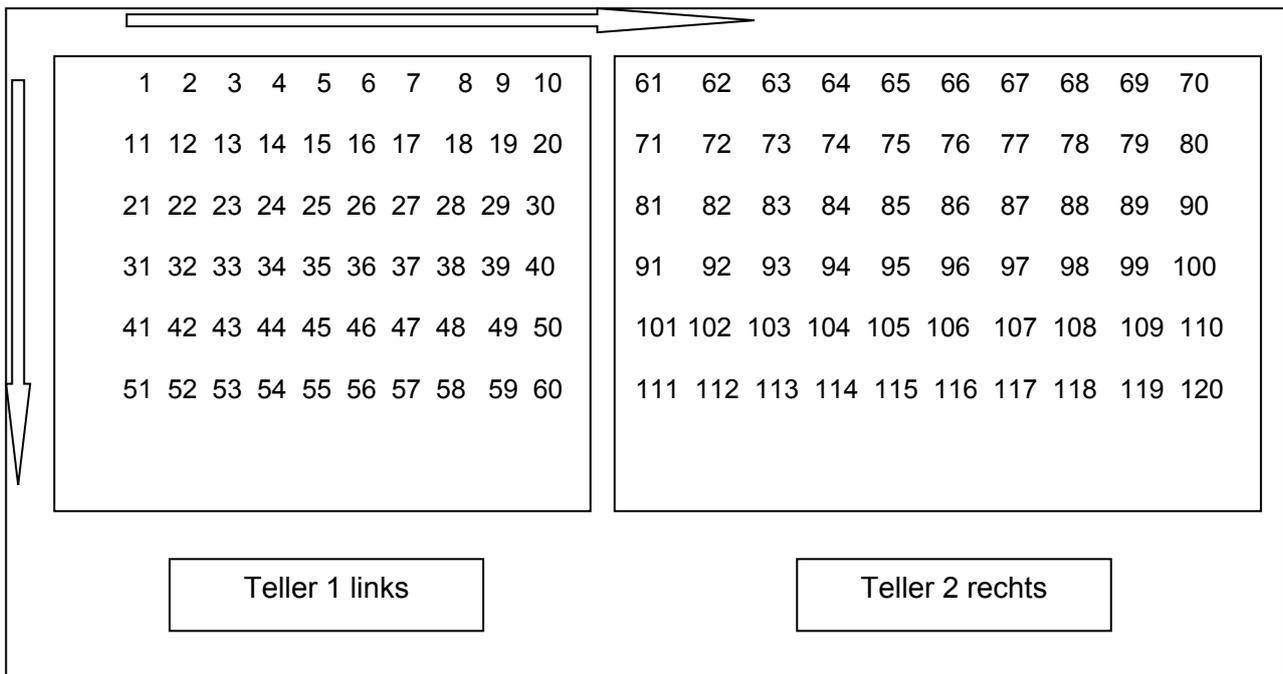
2. Programm RoboticServer aufrufen

- Benutzername: *Labor* Kennwort: *bdf*
- Das Programm InstrumentService.exe startet automatisch im Hintergrund
- Das pH-Meter wird automatisch über den Rechner eingeschaltet.
Auf dem Display des pH Meters erscheint während der Eichung: *Autocal Tec, AR, ARng, und TP*, bei der Messung nur *TP*.
- Das Programm pH-Messung mit Doppelklick auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Warten bis die Halterung mit der Elektrode automatisch in die Aufbewahrungslösung gefahren ist.

3. Lauf vorbereiten

- Die Proben in 10 ml Bechergläser abfüllen. Darauf achten, dass die pH-Elektrode tief genug in die Probe reicht (d.h. das Keramikdiaphragma der pH-Elektrode vollständig mit Lösung bedeckt ist). Die Bechergläser mit der Tülle nach rechts in das nummerierte Probentablett stellen (Tablett: pH-Salzlösungen). Die Reihenfolge der Nummerierung des Probentellers ist in der Abbildung angegeben (erste Reihe von oben links nach letzte Reihe unten rechts.):

PHM	pH-Messplatz Skalar	PHM8.1	3
-----	---------------------	--------	---



4. Probenteller definieren und Analysenlauf starten

- *File ---New---pH Salzlösungen Messung* anklicken
- Bei Dateiname *Abbrechen* anklicken. Der Dateiname wird später vergeben. Es erscheint dann ein Tabellenblatt, in das folgende Angaben eingeben werden müssen:
Probenbezeichnung: hier die Hauptbuchnummern eingeben. Entweder alle Nummern einzeln eingeben oder die Hauptbuchnummern aus dem Lims kopieren, und über die Zwischenablage in die Spalte Probenbezeichnung einfügen: *Lims-- Messung --Dateneingabe --Serie* anwählen. Dateneingabe von Hand, rechte Maustaste, *aktuellen Block in Zwischenablage* kopieren. Excel öffnen und über Strg V die Daten einfügen. Die Datei unter: T:\Abt-D\eigenerName speichern. Diese Datei am Rechner des Skalargerätes öffnen, die Hauptbuchnummern markieren und mit Strg C in die Zwischenablage speichern. In der ersten Spalte der Probenbezeichnung die Hauptbuchnummern mit Strg V einfügen.
U Methode: die Maus an die rechte untere Ecke bewegen, und durch das erscheinende Kreuz die Methode Ake1.1, AKH3.1, AKEG1.1 oder AKEG2.1 anwählen, und für die Anzahl der Proben die gemessen werden sollen nach unten duplizieren.
P Methode pH: die Methode HH+1PHM6.1 oder HH+2PHM6.1 anwählen und entsprechend der Anzahl der Proben die gemessen werden sollen nach unten duplizieren. Es können maximal 120 Proben mit beiden Probentabletts bearbeitet werden.
- Durch Anklicken von *Start* den Lauf starten.
- Das Programm fragt automatisch unter welchem Dateiname die Daten abgespeichert werden sollen (Angabe der Seriennummer und laufenden Nummer z.B. 2009H01501). Die Datei wird unter C:/Dokumente und Einstellungen/labor/Eigene Daten/Daten abgespeichert.
- Zuerst wird die pH-Elektrode mit den pH-Standardlösungen geeicht. Anschließend wird durch Messung der Kontrolllösungen geprüft, ob die Eichung in Ordnung ist. Nach einer erfolgreichen Eichung beginnt die Messung der Proben. Nach jeweils 10 Proben werden die Kontrollpufferlösungen 7,0 und 4,0 gemessen. Weichen die Messwerte weniger als 0,02 vom Sollwert ab, so wird mit der Messung der Proben fortgefahren. Ist die Abweichung größer, so wird neu geeicht und die Kontrollpufferlösungen gemessen. Liegen alle Werte im erlaubten Bereich, so wird die Messung aller Proben vor der fehlerhaften Kontrolle bis zur letzten rich-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH-Messplatz Skalar	PHM8.1	4

tigen Kontrolle noch einmal gemessen, liegen die Messwerte außerhalb des erlaubten Bereichs, so wird die Messung abgebrochen.

- Über die obere Menüleiste *View-Analysis Details* ist es möglich den gestarteten Lauf zu beobachten:
Im Tabellenblatt *Kalibrationsprotokoll* erscheinen die Werte für das Asymmetriepotential und die Steilheit. Der Wert für das Asymmetriepotential sollte zwischen -15 und +15 liegen, der Wert für die Steilheit zwischen -60,5 und -58.
Im Tabellenblatt *Sample Table* erscheinen von links nach rechts: die Hauptbuchnummern, die Untersuchungsmethode, die Elementbestimmungsmethoden für pH, die Messwerte für pH, die Temperaturen für pH sowie das Datum und die Uhrzeit der Messung.
Die einzelnen Messwerte der pH-Werte können im Tabellenblatt *Einzelwerte* angesehen werden. Im Tabellenblatt *Logfile* erscheinen die Originalmessdaten der pH-Messungen. Hieraus ist ersichtlich, ob aufeinander folgende Proben deren pH-Werte eine größere Differenz als +/- 2 pH-Einheiten von einander hatten nochmals gemessen wurden, oder ob Proben wegen fehlerhafter Kontrollproben wiederholt worden sind.
- Nach Beendigung des Laufs ertönt ein akustisches Signal.

5. Analysenlauf stoppen, Tellerpositionen bearbeiten

- *Instrument---Stop Analysis---* anklicken, die Probenmessung wird gestoppt, und die Elektrode bleibt im Becherglas stehen.
- *Instrument----Reset---* anklicken, die Elektrode wird zuerst ins Waschwasser und dann in die Aufbewahrungslösung geführt.
- *Instrument---Halt---* anklicken, die Probenmessung wird gestoppt und die Elektrode bleibt an der jeweiligen Position stehen. Es besteht nun die Möglichkeit im Sample Table Probennummern von Proben nachzutragen die zusätzlich gemessen werden sollen. Dazu einfach die nächste Zeilen in der Probentabelle auswählen und ausfüllen. Durch Anklicken von *Continue* wird der Lauf weiter bearbeitet und der erweiterte Teller abgearbeitet.
- Lücken im Probenteller werden bei leeren Probebezeichnungen übersprungen.
- Es besteht außerdem die Möglichkeit im Sample Table Probennummern zu löschen. Dazu die Shift-Taste und Entf drücken.

6. Datenverarbeitung

Die Datei wird automatisch auf C:/Dokumente und Einstellungen/labor/Eigene Daten/Daten gespeichert. Die Datei von C:/Dokumente und Einstellungen/labor/Eigene Daten/Daten nach J:/Labor/relaqs/pH_Salzlösungen im .csv Format (ohne pH_SampleMeasurment) abspeichern. Beim speichern vorher das Tabellenblatt *Sample Table* anklicken. Es wird nur das Tabellenblatt *Sample Table* benötigt. Der Dateiname darf keine Leerzeichen enthalten.

- Datei nach C:/Relaqs-V3/PH-LF kopieren.
- Im RelaqsV3 die Datei öffnen und bearbeiten. Wiederholungsmessungen überprüfen: Die Abweichungen für pH dürfen 0,02 bei pH-Werten < 5 und 0,05 bei pH-Werten > 5 betragen. Ansonsten Messungen wiederholen.
- Die Datei ins LIMS exportieren.

7. Ausschalten des Gerätes

- Probennehmer und pH-Meter ausschalten. Rechner herunter fahren. Bildschirm ausschalten.
- Bechergläser sowie Puffergefäße mit demin. Wasser spülen.
- Elektrode aus der Halterung ausbauen, den Flüssigkeitsstand der Elektrolytlösung überprüfen und diese gegebenenfalls nachfüllen. Die Öffnung verschließen und die Elektrode in das externe Aufbewahrungsgefäß stecken.

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
PHM	pH-Messplatz Skalar	PHM8.1 5

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb

1. Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung bzw. Kalibrierung stets öffnen.
1. Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Messwert verfälscht wird.
2. Bei der Messung muss das Diaphragma (Keramikstift) in der Elektrode von der Messlösung bedeckt sein.
3. Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Messlösung liegen, sowie mindestens 3 cm unterhalb der Elektrolyteinfüllöffnung. Ist dies nicht der Fall, Elektrolytlösung nach den Angaben auf der Elektrode oder auf dem Begleitzettel der Elektrode nachfüllen. Bei Elektroden mit KCl-Kristallen (nur Elektroden der Fa. Radiometer), sollten KCl-Kristalle in der Elektrode zu sehen sein. Ist dies nicht der Fall, einige Kristalle mit der Pinzette, am Abend vor der Messung, über die Elektrolytnachfüllöffnung in die Elektrode füllen.
4. Die Pufferlösungen und die Messlösungen sollten Zimmertemperatur haben.
5. Bei einer neuen Elektrode stets prüfen, ob Memory-Effekte auftreten. Hierzu nach der Messung einer Pufferlösung, eine Probe mit geringer Leitfähigkeit messen. Der Messwert der Probe sollte bekannt sein und durch diese zweite Messung bestätigt werden. Ist dies nicht der Fall, muss unter Umständen eine andere Elektrode beschafft werden.

C. Geräteeinstellungen für die Messung

Im Konfigurationsmenü für die Messung und für die Kalibration müssen am pH-Meter folgende Parameter eingestellt sein:

pH-Meter, pH 730, Fa.WTW:

Nach dem Einschalten des pH-Meters, sollte Folgendes auf dem **Display** zu sehen sein:

pH

pH-Wert: z.B. 6.992

Temperatur: z.B. 24,9 °C

TP (dies erscheint bei angeschlossenem Temperaturfühler automatisch auf dem Display)

Elektrodensymbol mit Strichen die die Güte der Elektrode anzeigen (3 Striche = sehr gut, d.h. Steilheit und Asymmetriepotential im erlaubten Bereich. Bei weniger als 2 Strichen, sollte die Elektrode ausgetauscht werden).

Wenn drei Striche in der Elektrode zu sehen sind, sind folgende Bedingungen gegeben:

Steilheit -60,5 bis -58 [mV/pH]

Asymmetriepotential -15 bis +15 [mV]

Im **Konfigurationsmenü** für die Messung und für die Kalibration müssen am pH-Meter folgende Parameter eingestellt sein:

Baudrate 4800

Int. 1 OFF

Int. 2 OFF

Int. 3 d 999

USE °C

Sonstiges:

AR (Auto Range): muss deaktiviert sein, d.h. AR wird nicht auf dem Display angezeigt

AutoCal TEC: vollautomatische 2- oder 3-Punkt-Kalibrierung technischer Pufferlösungen, automatische Erkennung der Pufferlösungen.

Einstellungen für die pH-Messung:

Allgemeine Einstellungen		Stabilitätskriterien		
Parameter	Wert	Messbereich	Messfenster	Stabilität
Rührzeit vor Messung	20	< pH 1	5	0,01
Rührzeit oberhalb Probe	0	pH 1 - pH 2	5	0,01
Rührzeit im Waschgefäß	15	pH 2 - pH 3	5	0,01
Rührzeit in Parkposition	11	pH 3 - pH 4	5	0,05
max. Messzeit	120	pH 4 - pH 5	10	0,05
Messung wiederholen wenn Messwertdifferenz größer als [1/10 pH Einheiten]	20	pH 5 - pH 6	10	0,05
Konditionieren der Elektrode auf Position	SpecialPosition 8	pH 6 - pH 7	10	0,05
<input type="checkbox"/> Startverzögerung aktivieren		pH 7 - pH 8	10	0,05
Stundenvorgabe	0	pH 8 - pH 9	10	0,05
Minutenvorgabe	1	pH 9 - pH 10	7	0,01
		pH 10 - pH 11	5	0,01
		> pH 12	5	0,01

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.06.1999

Continuous Flow Colorimeter SAN PLUS mit automatischem Probennehmer SA1070, Software CFS (Skalar)

für:

Elementbestimmungs-	CICICFE3.1, NNH4CFC4.1, NNO3CFC5.1, NNgesCFC5.1
Methode	

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien	2
2. Stromversorgung	2
3. Rechnerprogramm aufrufen	2
4. Pumpendeckel arretieren	2
5. Lauf vorbereiten	2
6. Probenteller definieren	2
7. Analysenlauf starten	3
8. Reihenfolge der Messungen eines bereits gestarteten Analysenlaufes mit z.B. 44 Proben	3
9. Übersicht über den System Monitor	4
10. Analysenlauf stoppen	4
11. Verkürzen oder Verlängern des gestarteten Analysenlaufes	4
12. Nachbearbeitung von Analysenläufen	5
13. Manuelles Ausschalten des Gerätes	6
14. Automatisches Ausschalten des Gerätes	6
15. Sonstiges (Fehlermeldungen, Photometer, Wasserbad)	6
16. Programmübersicht der SKALAR CFS Software	7

wichtige Hinweise:

	Sich nicht auf der äußeren Umrandung des Probengebers abstützen!
---	--

<u>Anhang:</u>
/

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1
		2

1. Reagenzien:

- Reagenzienmengen überprüfen
- Reagenzien entsprechend der Anleitung ansetzen, kodierte Pins in die Reagenzienbehälter stecken
- Demin. Wasser für den Probengeber/Dilutor erneuern
- Bei allen Elementen darauf achten, daß die Auffanggefäße geleert sind. Die Lösungen in die entsprechenden Chemikalienabfallgefäße entleeren.

2. Stromversorgung:

- Rechner, Bildschirm und Interface einschalten (über das Interface bzw. die Steckerleiste werden folgende Geräte mit Strom versorgt: Probengeber/ Dilutor, UV-Digestor, Photometer, CI-Verstärker, Wasserbad für Ammonium und die Pumpen).

3. Rechnerprogramm aufrufen:

- Anmelden mit dem Kennwort/Passwort: *Labor*
- Mit einem Doppelklick der  auf *Userinterface* das Skalar Programm starten.
- Es erscheint der *Hauptbildschirm* des Skalar-Programmes.
- Nach Erscheinen des Skalar-Programmes starten die Geräte (siehe oben), die über die Steckerleiste mit Strom versorgt werden.

4. Pumpendeckel arretieren:

- Den Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen.
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach unten klappen.
- Die Hebel loslassen (müssen jeweils am Rand stehen) und den Arretierungshebel um 90° nach unten klappen.
- Systeme entsprechend der Methodenbeschreibungen einlaufen lassen
- Bei Nitrat und Nges nach dem Einlaufen der Imidazolreagenz die Ventile der Cadmium-Säulen so verdrehen, damit das Reagenz durch die Säulen läuft

5. Lauf vorbereiten:

- Standards herstellen, Standardgefäße neu befüllen (diese sollten wenn sie offen gestanden haben erneuert werden)
- Standardrack wie folgt von rechts nach links (Reihenfolge beachten!) bestücken:

KNIT	KINT	KSK6	KSK5	KSK1	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S8
QC5	QC4	QC3	QC2	QC1										

- Probennehmerrack ab Position 1, von vorne nach hinten, sowie von rechts nach links fortlaufend mit Proben bestücken (siehe Numerierung auf den Probenracks).

6. Probensteller definieren

Es gibt 2 Möglichkeiten einen neuen Probensteller zu definieren:

A) Einen bereits vorhandenen Probensteller wie folgt aufrufen

Mit der  auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probensteller* anklicken *Skalar SA 1070/30* anwählen und einen beliebigen Teller mit der Maus anklicken

B) Einen neuen Probensteller über *Datei--Neu--Probensteller--spezieller Probensteller--Skalar SA 1070/30* erstellen

- Die nachfolgenden Erklärungen gelten für beide Varianten:
- Mit der  auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probensteller* anklicken *Skalar SA 1070/30* anwählen und einen beliebigen Teller mit der Maus anklicken
- Location = Rackposition: Diese anklicken (blau unterlegt) Position festlegen und anklicken. Bei fortlaufender Reihenfolge schwarz umrandetes Feld durch Festhalten des + Zeichens mit der linken Maustaste auf die gewünschte Position (bzw. auf die Anzahl der zu messenden Proben) ziehen

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1
		3

- *Type = Probe* Stets Probe auswählen und die gewünschte Probenanzahl definieren
- *Identity = lfd. Nummern* ggf. Hauptbuchnummern eingeben.
- *Multiplikator* = Bereits mit einem externen Dilutor verdünnte Proben z.B. 1:5 eingeben, und darauf achten, dass keine Verdünnungsfaktoren vom vorherigen Lauf im Multiplikatorfeld stehen.
- Diesen Probenteller entweder unter gleichem Namen oder unter einem neuen Namen über *File--Save* abspeichern.

7. Analysenlauf starten:

- *ANALYSE--NEU--Interface 1: Analyser1 , System1* anwählen
- Auf die ... klicken um das Fenster aufzuklappen. Den Probenehmer *Skalar SA 1070/30* durch Anklicken anwählen
- Es erscheint eine Liste von zuvor definierten Probentellern. Den zu dem auf dem Rack befindlichen Proben passenden Probenteller anklicken
- *Optionen* anklicken. In der Routine werden alle Teller s.u. verwendet.
Nur wenn die Probenanzahl durch 15 teilbar ist, wird der *Nach der Analyse Teller* ausgeschaltet, um eine doppelte Kontrollmessung (Wiederholungsteller alle 15 Proben und Nach der Analyse Teller) zu vermeiden.

Folgende Optionen sind angeschaltet:

Benutze Synchronisationsteller
Benutze Kalibrationsteller
Benutze Vor der Analyse Teller
Benutze Wiederholungsteller
Benutze Nach der Analyse Teller

- *Bemerkungen* anklicken. Serien Nr. und lfd. Probennummern z.B.1- 44 oder frei wählbaren Text eingeben.
- Durch Anklicken von *Start Analyse* den Analysenlauf starten.

8. Reihenfolge der Messungen eines Analysenlauf mit z.B. 44 Proben:

Synchronisations Teller = Tracer höchster Standard.
Kalibrations Teller = alle Standards sowie QC 1 - QC 5
Vor der Analyse Teller = Wasch Ignore

Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 1

Wiederholungs Teller = QC 1- QC5
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 16

Wiederholungs Teller = QC 1- QC5
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

14 Proben ab Probenrackposition 31

Nach der Analyse Teller = QC 1- QC 5
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1 4

- Durch die Online-Qualitätskontrolle (QC) werden folgende Fehler noch im jeweiligen Analysenlauf bearbeitet:
 - a) Sollten nach der Standardreihe die QC-Standards außerhalb der festgelegten Grenzen liegen, wird der Lauf gestoppt.
 - b.) Sollte einer der QC 1 bis QC 5-Standard im Wiederholungsteller außerhalb des Toleranzbereiches liegen, werden die 15 Proben davor wiederholt (höchstens 2 mal, ansonsten wird der Lauf gestoppt)
 - c.) Sollten Peakerkennungsfehler bei Proben vorliegen, werden diese wiederholt.(höchstens 2 mal)

9. Übersicht über den System Monitor

Diese Darstellung gibt Auskünfte über den Status des Analysators, der einzelnen Kanäle, den Stand der Messung sowie über die Messwerte der Qualitätskontrollstandards.

Durch Anklicken des Icons *System Monitor* diesen aufrufen, und durch Anklicken des Fensters *Interface*, *Interface1* auswählen. Auf dem Bildschirm erscheint das System Monitorfenster:

- Graphics: Hier erscheinen die 4 Kanäle zur Ansicht (Basislinienunruhe usw.)
- Results: Im Monitor erscheinen die Ergebnisse der bereits gelaufenen Standards und Proben
- Online QC: Kontrollbildschirm der bereits gemessenen QC

10. Analysenlauf stoppen:

- Um einen Analysenlauf abzubrechen wird auf der oberen Menüleiste *Analyse--Stop -- Interface1: Analyser1: System 1* angeklickt.
- Soll ein neuer Analysenlauf gestartet werden, muss die Totzeit des langsamsten Elementes (Nges, ca. 20 min) abgewartet werden.
- Bei Neustart kann der gleiche Probenstellernamen verwendet werden.

11. Verkürzen oder Verlängern eines bereits gestarteten Analysenlaufes

- Über *Analyse--Aktueller Analysenlauf--Table--Interface1: Analyser 1: System 1* ist es möglich den Table zu verkürzen oder zu verlängern. Der bereits bearbeitete Teil des Laufes ist gelb markiert und für die weitere Bearbeitung gesperrt.
- Verkürzt wird der Teller durch Eingabe von: ... Ende des Tellers.
- Eine Verlängerung des Laufes wird durch Eingabe neuer Positionen der zu messenden Proben durchgeführt. Anschliessend über *File-Save* den Menüpunkt verlassen.

12. Nachbearbeitung von Analysenläufen

Ein fertig gemessener Analysenlauf kann nachträglich bearbeitet werden, d.h. es können nachträglich QC-Standards, Kalibrationsstandards und die Peakerkennungsmarker gelöscht oder versetzt werden.

- *Analyse--Analysenläufe--System1*: mit Doppelklick den zu bearbeitenden Lauf aufrufen.
- Es erscheint mit Summary das Endprotokoll des Analysenlaufes. Die einzelnen Elemente werden durch Anklicken des Elements in der Kopfzeile aufgerufen.
- Im linken unteren Feld sollte die Verfahrensstandardabweichung < als 1 % sein.
- Die beiden Grafiken (unter der Darstellung der Peaks), beschreiben bei Drift (rechts) und bei Basislinie (links) die Abweichungen der gemessenen Werte, durch die Breite der Vertrauensbänder.
- Die darunter befindliche linke Grafik zeigt den Eichkurvenverlauf mit den Vertrauensbändern der Kalibrierkurve an. Die rechte Grafik die Abweichung der Eichstandards vom Sollwert in mg/l an.
- Um die Peaks in Einzeldarstellung begutachten zu können, muß mit der linken Maustaste im Feld Identifikation eine Standard- oder Probenbezeichnung durch Doppelklick ausgewählt werden. Mit der rechten Maustaste muß in das schwarz umrandete Feld geklickt werden. Es erscheint *Bearbeite Peak*. Durch Anklicken von *Bearbeite Peak* erscheint der Bildschirm

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1 5

Edit Peak. Hier besteht die Möglichkeit alle Peaks (die Verdünnungen sind nicht verrechnet, sie erscheinen im Summary) einzeln zu kontrollieren und ggf. zu verändern.

- Im Scrollbarfeld mit der linken Maustaste Peak für Peak aufrufen. Solange im Feld Status keine gelb unterlegte Warnung oder eine rot unterlegte Fehlermeldung erscheint, ist die Peakauswertung OK. Bei gelber Warnung hat das Programm selbsttätig die Auswertung herausgenommen die mit einer zu hoher Abweichung zur Peakerkennung auffiel. Bei roter Markierung wurde die Messung einmal wiederholt.
- Anklicken von *Halbautomatischer Peakerkennung* um zwischen den einzelnen Auswertungsmethoden zu wählen (je nach Methode stehen zwischen einer und vier Methoden zur Verfügung.)
- Durch Anklicken von *manueller Peakerkennung* erscheint das Auswertekreuz auf dem Peak, durch Klicken mit der linken Maustaste erscheint ein neues Kreuz welches mit gedrückter linken Maustaste verschoben werden kann.. Durch Anklicken von ja, wird die veränderte Position bei der Berechnung des Messwertes sofort berücksichtigt.
- Auf diese Weise alle Peaks kontrollieren und am Ende das Kreuz in der oberen rechten Ecke zum Beenden der Bearbeitung anklicken.
- Auf diese Art und Weise jedes Element bearbeiten. Danach unbedingt über *Datei Speichern* abspeichern, da sonst der Verlust aller Veränderungen erfolgt.
- Nach nochmaligem Aufrufen des Laufes s.o. auf *Summary* klicken. Danach über *Datei-Übertragung zur Tabellenkalkulation* anklicken. Eine kleine Diskette ( ; 3,5 Zoll) in Laufwerk a: plazieren und warten, bis der Bildschirm neu aufgebaut ist.
- Erstelle LIMS- Datei anwählen, bei *Temp Pfeil* anklicken. Danach das 3,5-Laufwerk anwählen. Mit der Maus das Feld *Dateiname* anklicken, die ←-Taste einmal drücken und unter Nr. die Laufnr. z.B. 1a0.LIMS eingeben unter der der Lauf gespeichert werden soll.
- Im Benutzterfeld anschließend die Serie und Laufnr. eingeben z.B. W01001. Auf *Drucke Analyseergebnisse* klicken. Die erstellten Ausdrücke befinden sich am Laserdrucker im Flur.
- Darauf folgende Frage: *Sollen Ihre Änderungen... Nein* anklicken.
- Bei manueller Peakveränderungen oder sonstigen nachträglichen Veränderungen, diese über *Datei- Speichern* abspeichern. Wenn nicht durch Klicken auf das obere rechte Kreuz den aufgerufenen Analysenlauf verlassen und die Sicherheitsabfrage mit *ja* bestätigen. Diskette zur weiteren Verarbeitung der Daten am Rechner mit dem Zwischenprogramm Skalar-Editor bearbeiten.

13. Manuelles Ausschalten des Gerätes:

- Nach Beendigung der gesamten Messung die Cadmium-Säulen durch Verdrehen der Ventile vor Luftzufuhr schützen.
- Die Pins in die markierten Waschgefäße stecken. Das System ca. 30 Min. mit H₂O spülen.
- Danach das Interface ausschalten (alle auf der Steckerleiste befindlichen Geräte werden gleichzeitig ausgeschaltet).
- Die Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach oben klappen
- Alle offenen Windows-Programme schließen, über *Start Beenden* Computer herunter fahren OK anklicken und den Rechner ausschalten.

14. Automatisches Ausschalten des Gerätes

- Wenn der letzte Lauf zeitmäßig vor der eingestellten Uhrzeit im Systemkontroller gestartet wurde, geht das System nach Beendigung des Analysenlaufes in den Schlafmodus über. Dies bedeutet, daß alles außer Rechner; Interface und Pumpe ausgeschaltet wird und am nächsten Tag über die Uhrzeit im Systemkontroller wieder eingeschaltet wird. Im Schlafmo-

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1 6

das wird die Pumpe alle 3 Minuten für 3 Sekunden mit Strom versorgt, d.h. die Andruckrollen der Pumpe bewegt um ein Flachdrücken und damit Verkleben der Schläuche zu verhindern. Der Reagenzienverbrauch wird dadurch minimiert.

15. Sonstiges:

- Falls Fehlermeldungen erscheinen diese notieren und auf jeden Fall, soweit möglich, vorschriftsmäßig das Programm *Userinterface* verlassen und das Programm neu aufrufen. (z.B. bei Dr. Watson und Userinterface Fehler)
- Am Photometer sollte in der Routine nichts verstellt werden. Es sollte an den Photometern nur dann gedreht werden, wenn die Basislinie des entsprechenden Elementes nicht mehr im Peakfenster zu sehen ist.
- Das Wasserbad des Ammoniumkanals kontrollieren, ob genügend demin. Wasser im Vorratsbehälter vorhanden ist
- Die Luftschleusenschläuche wechseln nachdem sie nach mehrmaligem Verändern der Andruckpunkte zu sehr zusammen kleben und kein gleichmäßiges Blasenmuster mehr entsteht. Hierzu den Schlauch durch den Kamm an der Oberseite der Transportpumpe ziehen, den ersten Luftblaseninjektor an dem Ring anheben und den Schlauch unter den Luftblaseninjektor legen. Mit dem 2. Luftblaseninjektor analog verfahren. Den Schlauch durch den 2. Kamm der Transportpumpe ziehen, und an dem Analysenmodul bzw. an dem freigewordenen Luftanschluss anschließen.
- Bei einer Abweichung des Nitrit Standard von $>+ 3\%$ muss die Cd-Füllung des U-Röhrchens erneuert werden s. Methodenbeschreibungen.

16. Programmübersicht SKALAR CFS Software :

Im Folgenden werden die einzelnen Untermenüs mit ihren Einstellungen beschrieben. Im Kopf erscheint folgende Menüleiste:

- Menüleiste mit dazu gehörigen einzelnen **Menüpunkten**
 - Datei :** **Öffnen--Interface--Analysator--System--Probenteller**
 - Real Time:** **Anzeige der aktuellen Daten**
 - Analyse:** **Neu- Aktuelle Analyse-Analysenläufe**
 - Konfiguration:** **Lade System- System Kontroller**
- **Datei: Öffnen--Interface = Interface 1** Interface Setup
 - Anschluß:* COM 2, Baudrate 11520, Kommunikationsprotokoll: Skalar Serial Standard
 - Serielle Leitung:* COM 2 : Skalar Sampler SA 1070/ S30
 - I/O Karten:* 1. Keithley DAS 801, 2. PCCCOM 4 Port Serial Card
- **Datei: Öffnen--Analysator = Analysator 1--Analyser Bildschirm**
 - Probenahme:*
 - Probenehmer COM 2: Skalar Sampler SA 1070/30
 - Verdünner Karte 2 CPCCOM 4 Port Serial Card
 - Analysenmodul 1-10:*
 - Modul 1: Nitrat Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 1; 50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point Integration
 - Modul 2: Ammonium Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 1; 50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point Integration
 - Modul 3: Nges Karte 3 (Keithley DAS 801) Port 1; 50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point Integration
 - Modul 4: Chlorid Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 4 5 OHZ mean Value
 - Analysenmodul 11-20:*
 - keine Eingabe erforderlich
 - Systemkontroller:* Selbstständiges Einschalten bzw. Ausschalten der Steckerleiste. Nur bei laufenden Interface und PC möglich!

SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1	7
--------	--	-----------	---

Bei den Tagen der Woche (Mo-So), werden die Uhrzeiten und Wochentage für das Ein- und Ausschalten festgelegt. In der Routine muß der letzte zu startende Lauf des Tages vor der Ausschaltzeit liegen. Der Systemkontroller wird erst nach dem Laufende aktiviert, unabhängig der tatsächlichen Uhrzeit. Der Lauf wird in jedem Fall beendet, auch wenn die Ausschaltzeit vor der Uhrzeit zum Zeitpunkt des Laufendes ist.

Einschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die unterschiedlichen Ports auf der Steckerleiste eingeschaltet werden sollen.

Belegung der Ports auf der Steckerleiste :

Karte 1 Port 9: Photometer, Chlorid-Verstärker

Karte 1 Port 10: Probennehmer, Pumpe

Karte 1 Port 11: Heizbad für Ammonium, UV- Digestor

Ausschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die einzelnen Ports ausgeschaltet werden sollen.

Schlafprozeduren: Nach Laufende wird die Pumpe alle 180 s 3 s zum Laufen gebracht, um ein Verkleben der Schläuche zu verhindern und den Reagenzienverbrauch zu minimieren.

- **Datei: Öffnen--System = System1 1--Analytical System Bildschirm**

Wiederholungsteller: Hier wird festgelegt welche Kontrollstandards nach jeweils 15 Proben gemessen werden.

Location	Type	Identity
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK5
Standardposition 14	QC3	KSK6
Standardposition 15	QC4	KINT
Standardposition 16	QC5	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Nach der Analyse Teller: Beschreibt den Teller nach den zuletzt gemessenen Proben

Location	Type	Identity
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK5
Standardposition 14	QC3	KSK6
Standardposition 15	QC4	KINT
Standardposition 16	QC5	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Ausgabe:

Ausdruck Kommando: *Report*

Kommando nach Transfer zur Tabellenkalkulation

Library:c:\Programme\UserInterface\System1.xla/Macro:Summary

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1
		8

Vor der Analyse Teller: Beschreibt den Teller bevor die ersten Proben gemessen werden

Location	Type	Identity
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Probenahme/ Verdünnung:

Probenehmer COM2: Skalar Sampler SA1070/130, Probezeit 50 s
 Probenahme pro Becher 1: Waschzeit 60 s, WDH-Teller Interval 15 (alle 15 Proben),
 Luftzeit 0 s
 Verdüner Karte 2: CPCCOM 4 Port Serial Card Port 2 External Dilutor Hamilton

Kalibrationsteller:

Location	Type	Identity
Standardposition 3	Standard 1(Drift)	Standard 1
Standardposition 4	Standard 2	Standard 2
Standardposition 5	Standard 3	Standard 3
Standardposition 6	Standard 4	Standard 4
Standardposition 7	Standard 5	Standard 5
Standardposition 8	Standard 6	Standard 6
Standardposition 9	Standard 7	Standard 7
Standardposition 10	Standard 8	Standard 8
Standardposition 11	Standard 9	Standard 9
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC 4	KNIT

Synchronisationsteller:

Location	Type	Identity
Standardposition 1	Tracer (höchster Standard)	Tracer

Method 1- 10 Method Setup Bildschirm:

	Nitrat	Ammonium	Chlorid	Gesamt Stickstoff
<u>Synchronisation</u>				
Peak ist eine Verfärbung	ja	ja	ja	ja
Schwellwert	0,1	0,2	0,1	0,2
Start Ignor Zeit	60	60	60	60
End Ignor Zeit	60	60	60	60
Retentionszeit	650 V	0	0	0
Zwangsstart	1800	1800	1800	1800
<u>Peakerkennung berechnet:</u>				
Chebyshev Approximation	ja	nein	ja	ja

Gerät	Anleitungs-Nr.			Seite
SKALAR	Continuous Flow Colorimeter SKALAR			SKALAR1.1

der kleinsten Fehlerquadrate	ja	nein	ja	ja
Minimum Std. Abweichung	ja	ja	ja	ja
Mini. Std. Abw. Methode	ja	ja	ja	ja
Erkennungs Toleranz	0,005	0,005	0,005	0,005
Öffne Zeitfenster	5%	5%	5%	5%
Schließe Zeitfenster	60%	60%	60%	60%
<u>Korrekturen</u>				
Basisliniendrift Korrektur	0,01	0,01	0,01	0,01
Def. Wasch berücksichtigen	√	√	√	√
Benutze Wasch	Wasch0	Wasch0	Wasch0	Wasch0
Peakhöhendrift Korrektur	0,02	0,02	0,02	0,02
Punkt zu Punkt Korrektur	√	√	√	√
Benutze Drift	Drift0	Drift0	Drift0	Drift0
Zeitfenster Korrektur	20 sec.	10 sec.	10 sec.	10sec
<u>Berechnung</u>				
Kalibrations Methode	1. Order	1. Order	2. Order	1.Order
Standard Konzentrationen	7-0	7-0	15-0	14-0
<u>Verdünnungen</u>				
Verd. Proben über	7,1	7,1	15,1	14,1
Datenverarbeitung	-	-	-	-
<u>Ausgabe</u>				
Methoden Einheiten	mg/L	mg/L	mg/L	mg/l
Ausgabeformat	0.000	0.000	0.000	0.000
Spalte in Tabelle	1	2	4	3
Transfer Kommando	spreadsheet NO3	-	-	-
<u>Grafik</u>				
Grafik Minimum	0	0,0	0	0
Grafik Maximum	0,4	1,8	0,5	0,9
<u>Allgemeine QC</u>				
Statistische Genauigkeit	99%	99%	99%	99%
Max. rel. Verf. Std. Abw.	2,0%	2,0%	2,0%	2%
Max. Nachweissgrenze	20	0	0	0
Maxi Bestimmungsgrenze	35	0	0	0
Konzentrationen				
erlaubte Differenzen	QC1	(0,5) 0,15	(0,5) 0,15	(1) 0,25
	QC2	(2) 0,15	(2) 0,15	(4) 0,25
	QC3	(5) 0,15	(5) 0,15	(14) 0,45
	QC4	(4) 0,15	(4) 0,15	(9) 0,27
	QC5	(7) 0,21	-	-
				(7) 0,21

() = Konzentration des Standards in mg/l

Die Online-Qualitätskontrollen betreffen alle Kanäle.

Synchronisationsteller: Startpeak nicht innerhalb des Zeitrahmens Stop analysis

Kalibrationsteller: Relative Verfahrensstandardabw. außerhalb d. Vorgabe Continue

Kalibrationsteller: QC außerhalb der Vorgabe Stop analysis

Wiederholungsteller: Basislinie außerhalb der Vorgabe Continue

Wiederholungsteller: Peakhöhendrift außerhalb der Vorgabe Continue

Wiederholungsteller: QC außerhalb der Vorgabe Repeat Samplebatch before Rescheduletable

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.1	10

Wiederholungsteller: Zeitfensterverschiebung außerhalb der Vorgabe

Continue

Probenteller: Peakerkennungswarnung

Continue

Probenteller: Peakerkennungsfehler

Repeat Sample

Methode 11-20: keine Eingabe erforderlich

- **Datei: Öffnen-Probenteller**

Siehe Punkt 6 Probenteller definieren

- **Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe--Stop**

Siehe Anleitungspunkte 7 bis 11

- **Konfiguration: Lade System--Interface 1: Analyser 1: System 1**

Das System muß neu geladen werden, sobald Veränderungen über Datei-System-System1-Analytical System vorgenommen wurden. (Ein neuer Start von CFSService bewirkt das Gleiche. Achtung! dieses nicht während einer laufenden Analyse schließen, da sonst die Daten des Laufes verloren gehen.).

- **Konfiguration--System Kontroller--Interface 1**

Damit werden die Steckdosen auf der Stromleiste manuell ein- und ausgeschaltet

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.12.1999

Continuous Flow Colorimeter SAN PLUS mit automatischem Probennehmer SA1070, Software CFS (Skalar)

für:

Elementbestimmungs-	CICICFE3.2, NNH4CFC4.2, NNO3CFC5.2, LFCFC1.1
Methode	

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien	2
2. Stromversorgung	2
3. Rechnerprogramm aufrufen	2
4. Pumpendeckel arretieren	2
5. Leitfähigkeitszellenkonstante kontrollieren	2
6. Lauf vorbereiten	3
7. Probenteller definieren	3
8. Analysenlauf starten	4
9. Reihenfolge der Messungen eines bereits gestarteten Analysenlaufes mit z.B. 44 Proben	4
10. Übersicht über den System Monitor	5
11. Analysenlauf stoppen	5
12. Verkürzen oder Verlängern des gestarteten Analysenlaufes	5
13. Nachbearbeitung von Analysenläufen	6
14. Manuelles Ausschalten des Gerätes	7
15. Automatisches Ausschalten des Gerätes	7
16. Sonstiges (Fehlermeldungen, Photometer, Wasserbad)	7
17. Programmübersicht der SKALAR CFS Software	8

Wichtige Hinweise:



Sich nicht auf der äusseren Umrandung des Probengebers abstützen!

Anhang:

/

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2 2

1. Reagenzien:

- Reagenzienmengen überprüfen
- Reagenzien entsprechend der Anleitung ansetzen, kodierte Pins in die Reagenzienbehälter stecken
- Demin. Wasser für den Probengeber/Diluter erneuern
- Bei allen Elementen darauf achten, dass die Auffanggefäße geleert sind. Die Lösungen in die entsprechenden Chemikalienabfallgefäße entleeren.

2. Stromversorgung:

- Rechner, Bildschirm und Interface einschalten. Über das Interface bzw. die Steckerleiste werden folgende Geräte angeschaltet, soweit diese im angeschalteten Zustand über das Interface ausgeschaltet wurden: Probenehmer/ Dilutor Photometer, CI-Verstärker, Wasserbad für Ammonium und die Pumpen. Das Leitfähigkeitsgerät wird separat eingeschaltet.

3. Rechnerprogramm aufrufen:

- Anmelden mit dem Kennwort/Passwort: *Labor*
- Mit einem Doppelklick der  auf *UserInterface* das Skalar Programm starten.
- Es erscheint der *Hauptbildschirm* des Skalar-Programmes.
- Nach Erscheinen des Skalar-Programmes starten die Geräte (siehe oben) die über die Steckerleiste mit Strom versorgt werden.

4. Leitfähigkeitszellenkonstante kontrollieren:

- Bevor die Pumpen und der Probenehmer eingeschaltet werden, wird die Leitfähigkeitsmesszelle, die sich an der Halterung zusammen mit der Probenadel befindet, in eine Standardlösung mit 575 $\mu\text{S}/\text{cm}$ gehalten. Dieser Wert wurde bei der neuen Elektrode in dieser Lösung zum Zeitpunkt der Eichung gemessen. Da sich die Zellkonstante der Elektrode verändert und zu einer Parallelverschiebung der Eichkurve führt muss die Zellkonstante vor Beginn der Messung einer Serie durch Messung dieser Lösung geprüft werden. Ist die Abweichung vom Sollwert grösser als $\pm 10 \mu\text{S}/\text{cm}$ so muss die Zellkonstante so verändert werden s.u., dass in dieser Lösung ein Wert von 575 $\mu\text{S}/\text{cm}$ gemessen wird.
- Zellkonstante ändern: Die C Taste drücken, bis der alte Zellkonstanten-Wert zur Zeit 1.002 1/cm erscheint. Mit den ∇ oder \blacktriangle Pfeil Tasten den Wert verändern, bis der gemessene Wert 575 $\mu\text{S}/\text{cm}$ im Display angezeigt wird. Mit der Run/Enter Taste den Wert abspeichern und durch drücken der χ Taste zurück in den Temperatur Anzeige Modus gehen.
Der Temperaturfühler liegt im Raum und wird nicht in die Lösung getaucht. Da die Leitfähigkeitsmessung stark temperaturabhängig ist, muss darauf geachtet werden, dass die Proben exakt Raumtemperatur haben.

5. Pumpendeckel arretieren:

- Den Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen.
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach unten klappen.
- Die Hebel loslassen (müssen jeweils am Rand stehen) und den Arretierungshebel um 90° nach unten klappen.
- Systeme entsprechend der Methodenbeschreibungen einlaufen lassen
- Bei Nitrat nach Einlaufen des Imidazolreagenzes die Cadmium-Säule so einbauen, dass das Reagenz durch die Säule läuft.

6. Lauf vorbereiten:

- Standards herstellen, Standardgefäße neu befüllen (diese sollten nach zweimaligem Messen mit der LF Elektrode ausgetauscht werden, da die relative Verfahrensstandardabweichung sich mit jedem Messen stark vergrößert, da Proben- und Standardlösung verschleppt wird.)
- Standardrack wie folgt von rechts nach links (Reihenfolge beachten!) bestücken:

Gerät	Anleitungs-Nr.											Seite	
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR											SKALAR1.2	3

KNIT QC4	KSK3 QC3	KSK2 QC2	KSK1 QC1	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S8	T8
-------------	-------------	-------------	-------------	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

- Eine Probe, deren Messwert nicht benötigt wird (Dummi), für die Vorverdünnung (Predilution), in Position 190 stellen. Diese wird für die Leitfähigkeitsmessung gebraucht, da ohne Vorverdünnung die Zeit für die korrekte Datenaufnahme zu kurz ist.
- Probennehmerack ab Position 1, von vorne nach hinten, sowie von rechts nach links fortlaufend mit Proben bestücken (siehe Nummerierung auf den Probenracks).
- Mit dieser Programmversion ist es möglich, Proben entweder bei bekannter Konzentration vorzuverdünnen (Predilution), sowie Proben mit zu hoher Konzentration die im Analysenlauf gemessen worden sind, nachträglich automatisch vom Probennehmer verdünnen zu lassen.

Bei der Vorverdünnung = *Predilution* muss bei den jeweiligen Proben im Probensteller die Predilution in % in der entsprechenden Spalte angegeben sein.

Bei Proben die im gleichen Analysenlauf verdünnt werden sollen, weil sie bei der Messung über dem höchsten Standard liegen, muß im *Method Setup* Bildschirm in den jeweiligen Methoden im Unterpunkt *Verdünnungen* diese angeklickt sein. Sie werden nach Messung aller Proben verdünnt (33 %). Sollte die erste Verdünnung nicht ausreichend sein, wird die Probe aus der ersten Verdünnung nochmals verdünnt, sollte die Probe weiterhin nicht im Messbereich liegen wird sie weiter verdünnt. So häufig, wie die Eingabe bei Methode eine Verdünnung zuläßt.

Die Lösungen werden in das Rack (Rack Nr.5) ganz links pipettiert, weshalb dieses mit leeren Reagenzgläsern bestückt sein muss. Es muss einkalkuliert werden, dass die Proben unter Umständen zwei- oder mehrmals verdünnt werden.

7. Probensteller definieren

- Probensteller für die zu messenden Proben definieren:
Es gibt 2 Möglichkeiten einen neuen Probensteller zu definieren:
A) Einen bereits vorhandenen Probensteller wie folgt aufrufen
Mit der  auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probensteller* anklicken
Skalar SA 1070/30 anwählen und einen beliebigen Teller mit der Maus anklicken
B) Einen neuen Probensteller über *Datei--Neu--Probensteller--spezieller Probensteller--Skalar SA 1070/30* erstellen
Die nachfolgenden Erklärungen gelten für beide Varianten
- *Location = Rackposition*: Diese anklicken (blau unterlegt) Position festlegen und anklicken.
Bei fortlaufender Reihenfolge schwarz umrandetes Feld durch Festhalten des + Zeichens mit der linken Maustaste auf die gewünschte Position (bzw. auf die Anzahl der zu messenden Proben) ziehen
- *Type = Probe* Stets Probe auswählen und die gewünschte Probenanzahl definieren
- *Identity = lfd. Nummern* ggf. Hauptbuchnummern eingeben.
- *Predilution (Vorverdünnung) = Vor der eigentlichen Analyse werden Proben vorverdünnt, um anschließend im Analysenlauf gemessen zu werden. Den Verdünnungsgrad in % angeben (d.h. 1:4 Verdünnung = 25 %).*
- *Multiplikator* = Bereits mit einem externen Dilutor verdünnte Proben z.B. 1:5 eingeben, und darauf achten, dass keine Verdünnungsfaktoren vom vorherigen Lauf im Multiplikatorfeld stehen.
- Diesen Probensteller entweder unter gleichem Namen oder unter einem neuen Namen über *File--Save* abspeichern. Bei Umbenennung bereits bestehender Probensteller wird der alte Probensteller überschrieben.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2
		4

- **Achtung:** Auf eingegebenen Verdünnungen und auf die richtige Reihenfolge der Probenahme aus den einzelnen Racks achten!! Es besteht keine Möglichkeit die Messreihenfolge bei überschriebenen Proben Tellern nochmals zu kontrollieren.

8. Analysenlauf starten:

- *ANALYSE--NEU--Interface 1: Analyser1 , System1* anwählen
- Auf die ... klicken um das Fenster aufzuklappen. Den Probennehmer *Skalar SA 1070/30* durch Anklicken anwählen
- Es erscheint eine Liste von zuvor definierten Proben Tellern. Den zu dem auf dem Rack befindlichen Proben passenden Probenteller anklicken
- *Optionen* anklicken. In der Routine werden alle Teller s.u. verwendet.
Nur wenn die Probenanzahl durch 15 teilbar ist, wird der *Nach der Analyse Teller* ausgeschaltet, um eine doppelte Kontrollmessung (Wiederholungsteller alle 15 Proben und Nach der Analyse Teller) zu vermeiden.

Folgende Optionen sind angeschaltet:

Benutze Synchronisationsteller
Benutze Kalibrationsteller
Benutze Vor der Analyse Teller
Benutze Wiederholungsteller
Benutze Nach der Analyse Teller

- *Bemerkungen* anklicken. Serien Nr. und lfd. Probennummern z.B.1- 44 oder frei wählbaren Text eingeben.
- Durch Anklicken von *Start Analyse* den Analysenlauf starten.

9. Reihenfolge der Messungen eines Analysenlauf mit z.B. 44 Proben:

Vorverdünnung der Probe (Dummi) Position 190 die für die Leitfähigkeitsmessung bei Predilution definiert worden ist.

Synchronisations Teller = Tracer höchster Standard
Kalibrations Teller = alle Standards sowie QC 1 - QC 4
Vor der Analyse Teller = Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 1

Wiederholungs Teller = QC 1- QC4
 Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 16

Wiederholungs Teller= QC 1- QC 4
 Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift

14 Proben ab Probenrackposition 31

Nach der Analyse Teller= QC 1- QC 4
 Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2 5

- Durch die Online-Qualitätskontrolle (QC) werden folgende Fehler noch im jeweiligen Analysenlauf bearbeitet:
 - a.) Sollten nach der Standardreihe die QC-Standards außerhalb der festgelegten Grenzen liegen, wird der Lauf gestoppt.
 - b.) Sollte einer der QC 1 bis QC 4-Standarde im Wiederholungsteller außerhalb des Toleranzbereiches liegen, werden die 15 Proben davor wiederholt (höchstens 2 mal, ansonsten wird der Lauf gestoppt)
 - c.) Sollten Peakerkennungsfehler bei Proben vorliegen, werden diese wiederholt.(höchstens 2 mal)
- Sollten keine Online QC Fehler aufgetreten sein, wird nach dem letzten Analysenteller kontrolliert, ob Proben über dem festgelegten höchsten Standard gemessen worden sind, um die Automatische Verdünnung zu aktivieren. Danach, wenn keine weiteren Online QC Fehler aufgetreten sind wird der Analysenlauf abgeschlossen.

10. Übersicht über den System Monitor

Diese Darstellung gibt Auskünfte über den Status des Analysators, der einzelnen Kanäle, den Stand der Messung, sowie über die Messwerte der Qualitätskontrollstandards.

Durch Anklicken des Icons *System Monitor* diesen aufrufen, und durch Anklicken des Fensters *Interface, Interface1* auswählen. Auf dem Bildschirm erscheint das System Monitorfenster:

- System: Stand der Messung
- Graphics: Hier erscheinen die 4 Kanäle zur Ansicht (Basislinienunruhe usw.)
- Results: Im Monitor erscheinen die Ergebnisse der bereits gelaufenen Standards und Proben
- Online QC: Kontrollbildschirm der bereits gemessen QC

11. Analysenlauf stoppen:

- Um einen Analysenlauf abzubrechen wird auf der oberen Menüleiste *Analyse--Stop -- Interface1: Analyser1: System 1* angeklickt.
- Soll ein neuer Analysenlauf gestartet werden, muss die Totzeit des langsamsten Elementes (Chlorid, ca. 15 min) abgewartet werden.
- Bei Neustart wird der gleiche Probenstellernamen verwendet

12. Verkürzen oder Verlängern eines bereits gestarteten Analysenlaufes

- Über *Analyse--Aktueller Analysenlauf--Table--Interface1: Analyser 1: System 1* ist es möglich den Table zu verkürzen oder zu verlängern. Der bereits bearbeitete Teil des Laufes ist gelb markiert und für die weitere Bearbeitung gesperrt.
- Verkürzt wird der Teller durch Eingabe von: ... Ende des Tellers. Wobei alle nachfolgenden Optionen wie Probenwiederholungen und Verdünnungen der bereits gemessenen Proben bestehen bleiben.
- Eine Verlängerung des Laufes wird durch Eingabe neuer Positionen der zu messenden Proben durchgeführt. Anschliessend über *File-Save* den Menüpunkt verlassen

13. Nachbearbeitung von Analysenläufen

Ein fertig gemessener Analysenlauf kann nachträglich bearbeitet werden, d.h. es können nachträglich QC-Standards, Kalibrationsstandards und die Peakerkennungsmarker gelöscht oder ersetzt werden.

- *Analyse--Analysenläufe--System1*: mit Doppelklick den zu bearbeitenden Lauf aufrufen.
- Es erscheint mit Summary das Endprotokoll des Analysenlaufes. Die einzelnen Elemente werden durch Anklicken des Elements in der Kopfzeile aufgerufen.
- Im linken unteren Feld sollte die Verfahrensstandardabweichung < als 1 % sein.
- Die beiden Grafiken (unter der Darstellung der Peaks), beschreiben bei Drift (rechts) und bei Basislinie (links) die Abweichungen der gemessenen Werte, durch die Breite der Vertrauensbänder.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2 6

- Die darunter befindliche linke Grafik zeigt den Eichkurvenverlauf mit den Vertrauensbändern der Kalibrierkurve an. Die rechte Grafik die Abweichung der Eichstandards vom Sollwert in mg/l an.
- Um die Peaks in Einzeldarstellung begutachten zu können, muss mit der linken Maustaste im Feld Identifikation eine Standard- oder Probenbezeichnung durch Doppelclick angewählt werden. Mit der rechten Maustaste muß in das schwarz umrandete Feld geklickt werden. Es erscheint *Bearbeite Peak*. Durch Anklicken von *Bearbeite Peak* erscheint der Bildschirm *Edit Peak*. Hier besteht die Möglichkeit alle Peaks (die Verdünnungen sind nicht verrechnet, sie erscheinen im Summary) einzeln zu kontrollieren und ggf. zu verändern.
- Im Scrollbarfeld mit der linken Maustaste Peak für Peak aufrufen. Solange im Feld Status keine gelbunterlegte Warnung oder eine rot unterlegte Fehlermeldung erscheint, ist die Peakauswertung OK. Bei gelber Warnung hat das Programm selbsttätig die Auswertung herausgenommen die mit einer zu hoher Abweichung zur Peakerkennung auffiel. Bei roter Markierung wurde die Messung wiederholt.
- Anklicken von *Halbautomatischer Peakerkennung* um zwischen den einzelnen Auswertungsmethoden zu wählen (je nach Methode stehen zwischen einer und vier Methoden zur Verfügung).
- Durch Anklicken von *manueller Peakerkennung* erscheint das Auswertekreuz auf dem Peak, durch Klicken mit der linken Maustaste erscheint ein neues Kreuz welches mit gedrückter linker Maustaste verschoben werden kann.. Durch Anklicken von ja, wird die veränderte Position bei der Berechnung des Messwertes sofort berücksichtigt.
- Auf diese Weise alle Peaks kontrollieren und am Ende das Kreuz in der oberen rechten Ecke zum Beenden der Bearbeitung anklicken.
- Auf diese Art und Weise jedes Element bearbeiten. Danach unbedingt über *Datei Speichern* abspeichern, da sonst der Verlust aller Veränderungen erfolgt.
- Nach nochmaligem Aufrufen des Laufes s.o. auf *Summary* klicken. Danach über *Datei-Übertragung zur Tabellenkalkulation* anklicken. Eine kleine Diskette ( ; 3,5 Zoll) in Laufwerk a: plazieren und warten, bis der Bildschirm neu aufgebaut ist.
- Erstelle LIMS- Datei anwählen, bei *Temp Pfeil* anklicken. Danach das 3,5 Laufwerk anwählen. Mit der Maus das Feld *Dateiname* anklicken, die ←-Taste einmal drücken und unter Nr. die Laufnr. z.B. 1a0.LIMS eingeben unter der der Lauf gespeichert werden soll.
- Im Benutzterfeld anschließend die Serie und Laufnr. eingeben z.B. W01001. Auf *Drucke Analysenergebnisse* klicken. Die erstellten Ausdrücke befinden sich am Laserdrucker im Flur.
- Darauffolgende Frage: *Sollen Ihre Änderungen... Nein* anklicken.
- Bei manueller Peakveränderungen oder sonstigen nachträglichen Veränderungen, diese über *Datei- Speichern* abspeichern. Wenn nicht durch Klicken auf das obere rechte Kreuz den aufgerufenen Analysenlauf verlassen und die Sicherheitsabfrage mit *ja* bestätigen. Diskette zur weiteren Verarbeitung der Daten am Rechner mit dem Zwischenprogramm Skalar-Editor bearbeiten.

14. Manuelles Ausschalten des Gerätes:

- Nach Beendigung der gesamten Messung die Cadmium-Säule aus dem Fließsystem ausbauen diese sowie das Fließsystem verschliessen.
- Die Pins in die markierten Waschgefäße stecken. Das System ca. 15 Min. mit H₂O spülen.
- Danach das Interface ausschalten (alle auf der Steckerleiste befindlichen Geräte werden gleichzeitig ausgeschaltet. Das Leitfähigkeitsgerät ist durch den geräteeigenen Akku noch in Betrieb).
- Die Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2 7

- Die Hebel festhalten und den Deckel nach oben klappen
- Alle offenen Windows-Programme schließen, über *Start Beenden* Computer herunter fahren OK anklicken und den Rechner ausschalten.

15. Automatisches Ausschalten des Gerätes

- Wenn der letzte Lauf zeitmäßig vor der eingestellten Uhrzeit im Systemkontroller gestartet wurde, geht das System nach Beendigung des Analysenlaufes in den Schlafmodus über. Dies bedeutet, dass alles ausser Rechner; Interface und Pumpe ausgeschaltet wird und am nächsten Tag über die Uhrzeit im Systemkontroller wieder eingeschaltet wird. Im Schlafmodus wird die Pumpe alle 3 Minuten für 3 Sekunden mit Strom versorgt, d.h. die Andruckrollen der Pumpe bewegt um ein flachdrücken und damit Verkleben der Schläuche zu verhindern. Der Reagenzien Verbrauch wird dadurch minimiert.

16. Sonstiges:

- Die Leitfähigkeitsmesszelle bleibt in der Halterung und sollte während Messpausen immer im Spülgefäß feucht gelagert werden. Ist die Messzelle längere Zeit trocken gewesen muss sie vor der Messung mindestens 24 Stunden in Wasser gelagert werden. Auf jeden Fall muss dann die Zellkonstante und Eichung geprüft werden, da sich die Platinbeschichtung der Messzelle verändern kann.
- Falls Fehlermeldungen erscheinen diese notieren und auf jeden Fall, soweit möglich, vorschriftsmäßig das Programm *UserInterface* verlassen und das Programm neu aufrufen. (z.B. bei Dr. Watson und UserInterface Fehler)
- Am Photometer sollte in der Routine nichts verstellt werden. Es sollte an den Photometern nur dann gedreht werden, wenn die Basislinie des entsprechenden Elementes nicht mehr im Peakfenster zu sehen ist. Deutet eher auf falsch angesetzte Reagenzien.
- Das Wasserbad des Ammoniumkanals kontrollieren, ob genügend demin. Wasser im Vorratsbehälter vorhanden ist
- Die Luftschleusenschläuche wechseln nachdem sie nach mehrmaligem Verändern der Andruckpunkte zu sehr zusammen kleben und kein gleichmässiges Blasenmuster mehr entsteht. Hierzu den Schlauch durch den Kamm an der Oberseite der Transportpumpe ziehen, den ersten Luftblaseninjektor an dem Ring anheben und den Schlauch unter den Luftblaseninjektor legen. Mit dem 2. Luftblaseninjektor analog verfahren. Den Schlauch durch den 2. Kamm der Transportpumpe ziehen, und an dem Analysenmodul bzw. an dem freigewordenen Luftanschluss anschließen.
- Bei einer Abweichung des Nitrit Standard von $\pm 3\%$ muss die Cd-Füllung des U-Röhrchens erneuert werden s. Methodenbeschreibungen.

17. Programmübersicht SKALAR CFS Software :

Folgenden werden die einzelnen Untermenüs mit ihren Einstellungen beschrieben. Im Kopf erscheint folgende Menüleiste mit dazu gehörigen einzelnen Menüpunkten:

- | | |
|-----------------------|--|
| Datei : | Öffnen--Interface--Analysator--System--Probenteller |
| Real Time: | Anzeige der aktuellen Daten |
| Analyse: | Neu- Aktuelle Analyse-Analysenläufe-Stop |
| Konfiguration: | Lade System- System Kontroller |
| QC: | Die erstellten Gerätemethoden erscheinen- System1 |
- **Datei: Öffnen--Interface = Interface 1** Interface Setup
Anschluß: COM 2, Baudrate 11520, Kommunikationsprotokoll: Skalar Serial Standard
Serielle Leitung: COM 2 : Skalar Sampler SA 1070/ S30
I/O Karten: 1. Keithley DAS 801, 2. PCCOM 4 Port Serial Card
 - **Datei: Öffnen--Analysator = Analysator 1--Analyser Bildschirm**
Probenahme:
 Probenehmer COM 2: Skalar Sampler SA 1070/30
 Verdünner Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card) External Dilutor Hamilton

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2
		8

Port 2

Analysenmodul 1-10:

Modul 1: Nitrat Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 1; 50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point Integration

Modul 2: Ammonium Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 1; 50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point Integration

Modul 3 Leitfähigkeit Karte 2 (PCCOM 4 port Serial Card) Port 1 WTW LF 597,

Modul 4: Chlorid Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 4 5 OHZ mean Value

Analysenmodul 11-20:

keine Eingabe erforderlich

Systemkontroller: Selbstständiges Einschalten bzw. Ausschalten der Steckerleiste. Aktivierung nur bei laufendem Interface und PC möglich!

Bei den Tagen der Woche (Mo-So), werden die Uhrzeiten und Wochentage für das Ein- und Ausschalten festgelegt. In der Routine muß der letzte zu startende Lauf des Tages vor der Ausschaltzeit liegen. Der Systemkontroller wird erst nach dem Laufende aktiviert, unabhängig von der tatsächlichen Uhrzeit. Der Lauf wird in jedem Fall beendet, auch wenn die Ausschaltzeit vor der Uhrzeit zum Zeitpunkt des Laufendes ist.

Einschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die unterschiedlichen Ports auf der Steckerleiste eingeschaltet werden sollen.

Belegung der Ports auf der Steckerleiste :

Karte 1 Port 9: Photometer, Chlorid Verstärker

Karte 1 Port 10: Probennehmer, Pumpe

Karte 1 Port 11: Heizbad für Ammonium, LF Gerät

Ausschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die einzelnen Ports ausgeschaltet werden sollen.

Schlafprozeduren: Nach Laufende wird die Pumpe alle 180 s 3 s zum Laufen gebracht, um ein Verkleben der Schläuche zu verhindern und den Reagenzien Verbrauch zu minimieren.

- **Datei: Öffnen--System = System1 1--Analytical System Bildschirm**

Wiederholungsteller: Hier wird festgelegt welche Kontrollstandards nach jeweils 15 Proben gemessen werden.

Location	Type	Identity
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 2	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 2	Drift	Drift

Nach der Analyse Teller: Beschreibt den Teller nach den zuletzt gemessenen Proben

Location	Type	Identity
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2
		9

Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Ausgabe:

Ausdruck Kommando: *Report*

Kommando nach Transfer zur Tabellenkalkulation

Library:c:\Programme\UserInterface\System1.xla/Macro:Summary

Einstellungen für die Verdünnungsstufe:

Verdünnung auf 33 %

Needle Height in Wash: 10%

Needle Height in Standard: 10%

Needle Height in Sample: 10%

Needle Height in Dilute: 10%

Needle Height in Dispense: 45%

Dilutor Pickup Speed 10%

Dilutor Dispense Speed 40

Dilutor Volume 70

Jump after Wash 0

Jump before Sampling1 1

Jump after Sampling 0

Jump before Wash 1

Vor der Analyse Teller : Beschreibt den Teller bevor die ersten Proben gemessen werden

Location	Type	Identity
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 2	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 2	Drift	Drift

Probenahme/ Verdünnung:

Probenehmer COM2: Skalar Sampler SA1070/130, Probezeit 50 s

Probenahme pro Becher 1: Waschzeit 60 s, WDH Teller Interval 15 (alle 15 Proben),
Luftzeit 0 s

Verdünner: Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card) Port 2 External Dilutor
Hamilton

Verdünne auf % 33

Max Anzahl Verdünnungen 1 (Bei kurzen Läufen <120 Proben sind mehrere (Kaskaden-)
Verdünnungen messbar da es kein Platzproblem auf dem Pro-
behmer in Rack 5 ganz rechts gibt)

Kalibrationsteller:

Location	Type	Identity
Standardposition 3	Standard 1	Standard 1
Standardposition 4	Standard 2	Standard 2
Standardposition 5	Standard 3	Standard 3
Standardposition 6	Standard 4	Standard 4
Standardposition 7	Standard 5	Standard 5
Standardposition 8	Standard 6	Standard 6

SKALAR	<u>C</u>ontinuous <u>F</u>low <u>C</u>olorimeter SKALAR	SKALAR1.2	10
---------------	--	------------------	-----------

Standardposition 9	Standard 7	Standard 7
Standardposition 10	Standard 8	Standard 8
Standardposition 11	Standard 9	Standard 9
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT

Synchronisationsteller:

Location	Type	Identity
Standardposition 1	Tracer (höchster Standard)	Tracer

Method 1- 10 Method Setup Bildschirm:

	Nitrat	Ammonium	Chlorid	Leitfähigkeit
<u>Synchronisation</u>				
Peak ist eine Verfärbung	ja	ja	ja	ja
Schwellwert	0,1	0,2	0,1	200
Start Ignor Zeit	60	60	60	60
End Ignor Zeit	60	60	60	60
Retensionzeit	650 V	0	0	0
Zwangsstart	1800	1800	1800	1800
<u>Peakerkennung berechnet:</u>				
Chebyschow Apxproximation	ja	nein	ja	nein
der kleinsten Fehlerquadrate	ja	nein	ja	nein
Minimum Std. Abweichung	ja	ja	ja	nein
Mini. Std. Abw. Methode	ja	ja	ja	ja
Erkennungs Toleranz	0,005	0,005	0,005	20,0
Öffne Zeitfenster	5%	5%	5%	5%
Schließe Zeitfenster	60%	60%	60%	60%
<u>Korrekturen</u>				
Basisliniendrift Korrektur	0,01	0,01	0,01	-
Def. Wasch berücksichtigen	√	√	√	-
Benutze Wasch	Wasch0	Wasch0	Wasch0	-
Peakhöhendrift Korrektur	0,02	0,02	0,02	-
Punkt zu Punkt Korrektur	√	√	√	-
Benutze Drift	Drift0	Drift0	Drift0	-
Zeitfenster Korrektur	20 sec.	10 sec.	10 sec.	-
<u>Berechnung</u>				
Kalibrations Methode	1. Order	1. Order	2. Order	no Calibration
Standard Konzentrationen	7-0	7-0	15-0	-
<u>Verdünnungen</u>				
Verd. Proben über	7,1	7,1	15,1	-
<u>Datenverarbeitung</u>				
	-	-	-	-
<u>Ausgabe</u>				
Methoden Einheiten	mg/L	mg/L	mg/L	µS/cm
Ausgabenformat	0.000	0.000	0.000	0.00
Spalte in Tabelle	1	2	4	3
Transfer Kommando	spreadsheet NO3	-	-	-
<u>Grafik</u>				

Gerät				Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	Continuous Flow Colorimeter SKALAR			SKALAR1.2	11

Grafik Minimum		0	0,0	0	-25
Grafik Maximum		0,4	1,8	0,5	350
<u>Allgemeine QC</u>					
Statistische Genauigkeit		99%	99%	99%	99%
Max. rel. Verf. Std. Abw.		2,0%	2,0%	2,0%	2%
Max. Nachweissgrenze		20	0	0	0
Maxi Bestimmungsgrenze		35	0	0	0
Konzentrationen					
erlaubte Differenzen	QC1	(1) 0,15	(1) 0,15	(1) 0,25	-
	QC2	(3) 0,15	(3) 0,15	(6) 0,25	-
	QC3	(5) 0,15	(5) 0,15	(14) 0,45	-
	QC4	(7) 0,15	(7) 0,15	-	-

() = Konzentration des Standards in mg/l

Die Online- Qualitätskontrollen betreffen alle Kanäle außer dem Leitfähigkeitskanal

Synchronisationsteller: Startpeak nicht innerhalb des Zeitrahmens Stop analysis

Kalibrationsteller: Relative Verfahrensstandardabw. außerhalb d. Vorgabe Continue

Kalibrationsteller: QC außerhalb der Vorgabe Stop analysis

Wiederholungsteller: Basislinie außerhalb der Vorgabe Continue

Wiederholungsteller: Peakhöhendrift außerhalb der Vorgabe Continue

Wiederholungsteller: QC außerhalb der Vorgabe Repeat Samplebatch before Rescheduledtable

Wiederholungsteller: Zeitfensterverschiebung außerhalb der Vorgabe Continue

Probenteller: Peakerkennungswarnung Continue

Probenteller: Peakerkennungsfehler Repeat Sample

Methode 11-20: keine Eingabe erforderlich

- **Datei: Öffnen- Probenteller**

Siehe Punkt 6: Probenteller definieren

- **Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe..-Stop**

Siehe Anleitungspunkte 7 bis 11

- **Konfiguration: Lade System--Interface 1: Analyser 1: System 1**

Das System muß neu geladen werden, sobald Veränderungen über Datei-System-System1-Analytical System vorgenommen wurden. (Ein neuer Start von CFS-Service bewirkt das Gleiche. Achtung! dieses nicht während einer laufenden Analyse schließen, da sonst die Daten des Laufes verloren gehen.).

- **Konfiguration--System Kontroller--Interface 1**

Interface: Interface 1

Analyzer: Analyser 1

System: System1

System Mode : System is in automatik Mode

System Control Lines : keine Eintragung

Reagent Valves: keine Eintragungen

Times... Möglichkeit, die *System Start und Stop Time* zu verändern. Diese Eintragungen bleiben nur bis zum verlassen des UserInterfaces erhalten.

Alle Änderungen mit Update bestätigen

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.2	12

- **QC: System1**

Start Datum und End Datum eingeben über welchen Zeitraum kontrolliert werden soll. Mit Ok bestätigen. Es werden alle Läufe des Zeitraumes aufgelistet. Es besteht die Möglichkeit: Basislinie, Drift Calibration und QC zu vergleichen.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.09.2002

Continuous Flow Colorimeter SAN PLUS mit automatischem Probennehmer SA1070, Software CFS (Skalar)

für:

Elementbestimmungs-	CICICFE3.2, NNH4CFC4.2, NNO3CFC5.2, LFCFC1.1
Methode	

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien	2
2. Stromversorgung	2
3. Rechnerprogramm aufrufen	2
4. Pumpendeckel arretieren	2
5. Leitfähigkeitszellenkonstante kontrollieren	2
6. Lauf vorbereiten	3
7. Probenteller definieren	3
8. Analysenlauf starten	4
9. Reihenfolge der Messungen eines bereits gestarteten Analysenlaufes mit z.B. 44 Proben	4
10. Übersicht über den System Monitor	5
11. Analysenlauf stoppen	5
12. Verkürzen oder Verlängern des gestarteten Analysenlaufes	5
13. Nachbearbeitung von Analysenläufen	6
14. Manuelles Ausschalten des Gerätes	7
15. Automatisches Ausschalten des Gerätes	8
16. Sonstiges (Fehlermeldungen, Photometer, Wasserbad)	8
17. Programmübersicht der SKALAR CFS Software	8

Wichtige Hinweise:



Sich nicht auf der äusseren Umrandung des Probengebers abstützen!

Anhang:

/

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3
		2

1. Reagenzien:

- Reagenzienmengen überprüfen
- Reagenzien entsprechend der Anleitung ansetzen, kodierte Pins in die Reagenzienbehälter stecken
- Demin. Wasser für den Probengeber/Dilutor erneuern, für das Spülgefäß kann auch demin. Wasser mit Brij verwendet werden (2,5 ml Brij/1 l demin. Wasser)
- Bei allen Elementen darauf achten, dass die Auffanggefäße geleert sind. Die Lösungen in die entsprechenden Chemikalienabfallgefäße entleeren.

2. Stromversorgung:

- Rechner, Bildschirm und Interface einschalten. Über das Interface bzw. die Steckerleiste werden folgende Geräte angeschaltet, soweit diese im angeschalteten Zustand über das Interface ausgeschaltet wurden: Probenehmer/ Dilutor Photometer, Cl-Verstärker, Wasserbad für Ammonium sowie die Pumpen. Das Leitfähigkeitsgerät wird separat eingeschaltet.

3. Rechnerprogramm aufrufen:

- Anmelden mit dem Kennwort/Passwort: *Labor*
- Mit einem Doppelklick auf *UserInterface* das Skalar Programm starten.
- Es erscheint der *Hauptbildschirm* des Skalar-Programmes.
- Nach Erscheinen des Skalar-Programmes starten die Geräte (siehe oben) die über die Steckerleiste mit Strom versorgt werden.

5. Leitfähigkeitszellenkonstante kontrollieren:

- Bevor die Pumpen und der Probenehmer eingeschaltet werden, wird die Leitfähigkeitsmesszelle, die sich an der Halterung zusammen mit der Probenadel befindet, in eine Standardlösung mit 575 $\mu\text{S}/\text{cm}$ gehalten. Dieser Wert wurde bei der neuen Elektrode in dieser Lösung zum Zeitpunkt der Eichung gemessen. Da sich die Zellkonstante der Elektrode verändert und zu einer Parallelverschiebung der Eichkurve führt muss die Zellkonstante vor Beginn der Messung einer Serie durch Messung dieser Lösung geprüft werden. Ist die Abweichung vom Sollwert grösser als $\pm 10 \mu\text{S}/\text{cm}$ so muss die Zellkonstante so verändert werden s.u., dass in dieser Lösung ein Wert von 575 $\mu\text{S}/\text{cm}$ gemessen wird.
- Zellkonstante ändern: Die C Taste drücken, bis der alte Zellkonstanten-Wert zur Zeit 1.002 1/cm erscheint. Mit den ∇ oder \blacktriangle Pfeil Tasten den Wert verändern, bis der gemessene Wert 575 $\mu\text{S}/\text{cm}$ im Display angezeigt wird. Mit der Run/Enter Taste den Wert abspeichern und durch drücken der χ Taste zurück in den Temperatur Anzeige Modus gehen. Der Temperaturfühler liegt im Raum und wird nicht in die Lösung getaucht. Da die Leitfähigkeitsmessung stark temperaturabhängig ist, muss darauf geachtet werden, dass die Proben exakt Raumtemperatur haben.

5. Pumpendeckel arretieren:

- Den Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen.
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach unten klappen.
- Die Hebel loslassen (müssen jeweils am Rand stehen) und den Arretierungshebel um 90° nach unten klappen.
- Systeme entsprechend der Methodenbeschreibungen einlaufen lassen
- Bei Nitrat nach Einlaufen des Imidazolreagenzes die Cadmium-Säule so einbauen, dass das Imidazolreagenz durch die Säule läuft.

6. Lauf vorbereiten:

- Standards herstellen, Standardgefäße neu befüllen (diese sollten jeden Tag bzw. nach zweimaliger Messung mit der LF Elektrode ausgetauscht werden, da die relative Verfahrensstandardabweichung sich mit jedem Messen stark vergrößert, da Proben- und Standardlösung verschleppt wird.)
- Standardrack wie folgt von rechts nach links (Reihenfolge beachten!) bestücken:

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3
		3

KNIT QC4	KSK3 QC3	KSK2 QC2	KSK1 QC1	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S8	T8
-------------	-------------	-------------	-------------	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

- Bei der Messung von Leitfähigkeit muss in die erste Position Rack 5 der Standard S7 gestellt werden. (Tracer für die Leitfähigkeitsmesszelle)
- Probennehmerrack ab Position 1, von vorne nach hinten, sowie von rechts nach links fortlaufend mit Proben bestücken (siehe Nummerierung auf den Probenracks).
- Mit dieser Programmversion ist es möglich, Proben entweder bei bekannter Konzentration vorzuverdünnen (Predilution), oder Proben mit zu hoher Konzentration die im Analysenlauf gemessen worden sind, nachträglich automatisch vom Probenehmer verdünnen zu lassen. Bei der Vorverdünnung = *Predilution* muss bei den jeweiligen Proben im Probensteller die Predilution in % in der entsprechenden Spalte angegeben sein. Bei Proben die im gleichen Analysenlauf verdünnt werden sollen, weil sie bei der Messung über dem höchsten Standard liegen, muß im *Method Setup* Bildschirm in den jeweiligen Methoden im Unterpunkt *Verdünnungen*, dieser Punkt angeklickt sein. Sie werden nach Messung aller Proben verdünnt (1. Verdünnung = 33 %). Sollte die erste Verdünnung nicht ausreichend sein, wird die Probe aus der ersten Verdünnung nochmals verdünnt (2. Verdünnung = 33%), sollte die Probe weiterhin nicht im Messbereich liegen wird sie weiter verdünnt (3. Verdünnung = 33% der 2. Verdünnung). Es kann in der Methode festgelegt werden wie oft verdünnt werden soll, hier auf 3 x eingestellt. Die Lösungen werden in das Rack (Rack Nr.5) ganz links pipettiert, weshalb dieses mit leeren Reagenzgläsern bestückt sein muss. Es muss bei der Bestückung dieses Racks mit leeren Reagenzgläsern einkalkuliert werden, dass die Proben unter Umständen zwei-, maximal dreimal verdünnt werden.

7. Probensteller definieren

- Probensteller für die zu messenden Proben definieren:
Es gibt 2 Möglichkeiten einen neuen Probensteller zu definieren:
A) Einen bereits vorhandenen Probensteller wie folgt aufrufen:
Auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probensteller* anklicken
Skalar SA 1070/30 anwählen und einen beliebigen Teller anklicken
B) Einen neuen Probensteller über *Datei--Neu--Probensteller--spezieller Probensteller-- Skalar SA 1070/30* erstellen

Die nachfolgenden Erklärungen gelten für die Varianten A und B:

- *Position*: Diese Anklicken (blau unterlegt) und die Position der ersten Probe festlegen und Anklicken.
Bei fortlaufender Reihenfolge schwarz umrandetes Feld durch Festhalten des + Zeichens mit der linken Maustaste auf die gewünschte Position (bzw. auf die Anzahl der zu messenden Proben) ziehen.
- *Type = Probe*: Stets „Probe“ auswählen und die gewünschte Probenanzahl definieren
- Achtung: Bei der Messung der Leitfähigkeit, muss die erste Position mit *Position Rack 5 Position 1 Probe Dummi Vorverdünnung 50* belegt werden. (= Tracer für die Leitfähigkeits-messzelle)
- *Bezeichnung*= lfd. Nummern ggf. Hauptbuchnummern eingeben.
Über *Edit--Insert Sample* ist eine Durchnummerierung der Proben möglich:
Insert Sample at Position: erste Bezeichnung ab Probe 1 ohne Lf Messung und ab 2 mit LF Messung

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3 4

Prefix: z.B. 2002W

Body: Zahlenwert um den automatisch erhöht werden soll= 1500

Body Increment : Zahlenwert mit dem die Probenbezeichnung automatisch erhöht werden soll = 1

Nummer of Samples to insert: Anzahl der zu messenden Proben eingeben

Suffix: wird nicht benötigt (Eingabe eines Nachspann möglich)

Execute bestätigen, danach entweder neue Probennummern eingeben oder die Eingabemaske mit *Finish* verlassen

- Vorverdünnung = Vor der eigentlichen Analyse werden Proben vorverdünnt, um anschließend im Analysenlauf gemessen zu werden. Den Verdünnungsgrad in % angeben (d.h. z.B. 1:4 Verdünnung = 25 %).
- *Multiplikator* = Für bereits mit einem externen Dilutor verdünnte Proben z.B. 1:5 bei 20 %iger Verdünnung eingeben. Darauf achten, dass keine Verdünnungsfaktoren vom vorherigen Lauf im Multiplikatorfeld stehen!
- Diesen Probenteller entweder unter gleichem Namen oder unter einem neuen Namen über *File--Save* abspeichern. Bei Umbenennung bereits bestehender Probenteller wird der alte Probenteller überschrieben.
- Achtung: Auf eingegebene Verdünnungen und auf die richtige Reihenfolge der Probenahme aus den einzelnen Racks achten!! Es besteht keine Möglichkeit (erst ab neuer Version) die Messreihenfolge bei überschriebenen Probentellern nochmals zu kontrollieren.

8. Analysenlauf starten:

- *ANALYSE--NEU--Interface 1: Analyser1 , System1* anwählen
- Auf die ... klicken um das Fenster aufzuklappen. Den Probenehmer *Skalar SA 1070/30* durch Anklicken anwählen
- Es erscheint eine Liste von zuvor definierten Probentellern. Den zu dem auf dem Rack befindlichen Proben passenden Probenteller anklicken
- *Optionen* anklicken. In der Routine werden alle Teller s.u. verwendet.
Nur wenn die Probenanzahl durch 15 teilbar ist, wird der *Nach der Analyse Teller* ausgeschaltet, um eine doppelte Kontrollmessung (Wiederholungsteller alle 15 Proben und Nach der Analyse Teller) zu vermeiden.
Folgende Optionen sind angeschaltet:
 - Benutze Synchronisationsteller*
 - Benutze Kalibrationsteller*
 - Benutze Vor der Analyse Teller*
 - Benutze Wiederholungsteller*
 - Benutze Nach der Analyse Teller*
- *Bemerkungen* anklicken. Serien Nr. und lfd. Probennummern z.B.1- 44 oder frei wählbaren Text eingeben.
- Durch Anklicken von *Start Analyse* den Analysenlauf starten.

9. Reihenfolge der Messungen eines Analysenlauf mit z.B. 44 Proben:

Vorverdünnung des Tracers (Dummi) Rack 5 Position 1 der für die Leitfähigkeitsmessung bei Predilution definiert worden ist.

Synchronisations Teller = Tracer höchster Standard
Kalibrations Teller = alle Standards sowie QC 1 - QC 4
Vor der Analyse Teller = Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift
 15 Proben ab Probenrackposition 1
Wiederholungs Teller = QC 1- QC4
 Wasch Ignore

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3	5

Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

15 Proben ab Probenrackposition 16

Wiederholungs Teller= QC 1- QC 4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

14 Proben ab Probenrackposition 31

Nach der Analyse Teller= QC 1- QC 4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift

- Durch die Online-Qualitätskontrolle (QC) werden folgende Fehler noch im jeweiligen Analysenlauf bearbeitet:
 - a.) Sollten nach der Standardreihe die QC-Standards außerhalb der festgelegten Grenzen liegen, wird der Lauf gestoppt.
 - b.) Sollte einer der QC 1 bis QC 4-Standard im Wiederholungsteller außerhalb des Toleranzbereiches liegen, werden die 15 Proben davor wiederholt (höchstens 2 mal, ansonsten wird der Lauf gestoppt)
 - c.) Sollten Peakerkennungsfehler bei Proben vorliegen, werden diese wiederholt.(höchstens 2 mal)
- Sollten keine Online QC Fehler aufgetreten sein, wird nach dem letzten Analysenteller kontrolliert, ob Proben über dem festgelegten höchsten Standard gemessen worden sind, um die Automatische Verdünnung zu aktivieren. Danach, wenn keine weiteren Online QC Fehler aufgetreten sind wird der Analysenlauf abgeschlossen.

10. Übersicht über den System Monitor

Diese Darstellung gibt Auskünfte über den Status des Analysators, der einzelnen Kanäle, den Stand der Messung, sowie über die Messwerte der Qualitätskontrollstandards.

Durch Anklicken des Icons *System Monitor* diesen aufrufen, und durch Anklicken des Fensters *Interface1*, *Interface1* auswählen. Auf dem Bildschirm erscheint das System Monitorfenster:

- System: Stand der Messung
- Graphics: Hier erscheinen die 4 Kanäle zur Ansicht (Basislinienunruhe usw.)
- Results: Im Monitor erscheinen die Ergebnisse der bereits gelaufenen Standards und Proben
- Online QC: Kontrollbildschirm der bereits gemessen QC

11. Analysenlauf stoppen:

- Um einen Analysenlauf abzubrechen wird auf der oberen Menüleiste *Analyse--Stop -- Interface1: Analyser1: System 1* angeklickt.
- Soll ein neuer Analysenlauf gestartet werden, muss die Totzeit des langsamsten Elementes (Chlorid, ca. 15 min) abgewartet werden.
- Bei Neustart wird der gleiche Probenstellernamen verwendet

12. Verkürzen oder Verlängern eines bereits gestarteten Analysenlaufes

- Über *Analyse--Aktueller Analysenlauf--Table--Interface1: Analyser 1: System 1* ist es möglich den Table zu verkürzen oder zu verlängern. Der bereits bearbeitete Teil des Laufes ist gelb markiert und für die weitere Bearbeitung gesperrt.
- Verkürzt wird der Teller durch Eingabe von: ... Ende des Tellers. Wobei alle nachfolgenden Optionen wie Probenwiederholungen und Verdünnungen der bereits gemessenen Proben bestehen bleiben.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3 6

- Eine Verlängerung des Laufes wird durch Eingabe neuen Positionen der zu messenden Proben durchgeführt. Anschliessend über File-Save den Menüpunkt verlassen

13. Nachbearbeitung von Analysenläufen

Ein fertig gemessener Analysenlauf kann nachträglich bearbeitet werden, d.h. es können nachträglich QC-Standards, Kalibrationsstandards und die Peakerkennungsmarker gelöscht oder versetzt werden.

- *Analyse--Analysenläufe--System1*: Ein rotes Diagramm vor der Analyse besagt, dass die Analyse momentan noch läuft, ein grünes Diagramm zeigt eine abgeschlossene Analyse an. Mit Doppelklick den zu bearbeitenden Lauf aufrufen.
- Es erscheint mit Zusammenfassung das Endprotokoll des Analysenlaufes. Die 3 farbigen Balken vor dem Methodennamen sollten grün sein. Ist der erste Balken rot, liegt eine Grenzwertverletzung vor. Ist der zweite Balken gelb, liegt mind. bei einer Probe eine Warnung bei der Peakerkennung vor. Ist der zweite Balken rot, liegt mindestens bei einer Probe eine Fehlermeldung bei der Peakerkennung vor. Ist der dritte Balken rot, sind die Ergebnisse der Methode nicht weiter verarbeitet worden.
Die einzelnen Methoden werden durch anklicken aufgerufen. Kontrollieren:
- Im linken unteren Feld sollte die Verfahrensstandardabweichung $< 1\%$ und nicht in rot markiert sein.
- Die beiden Grafiken unter der Darstellung der Peaks beschreiben Basislinienverlauf links und Drift rechts, die Abweichungen der gemessenen Werte, über die Breite des Vertrauensbandes.
Basislinie: Auf der X-Achse ist die laufende Nummer eingetragen, auf der Y-Achse die Extinktion. Die blauen Kreuze stellen die Basislinienpunkte dar, die blaue Linie ist die hochgerechnete Basislinie. Die schwarzen Linien stellen den Mittelwert der Basislinie \pm der max. erlaubten Basisliniendrift dar.
Drift: Auf der X-Achse ist die laufende Nummer eingetragen, auf der Y-Achse die Extinktion. Die roten Kreuze stellen die gemessenen Driftpunkte dar und die schwarzen Linien stellen den Mittelwert der Paekhohendrift \pm der max. erlaubten Basisliniendrift.
- Die Grafik Calibration zeigt den Eichkurvenverlauf mit den Vertrauensbändern der Kalibrierkurve an. Die Grafik Residuals zeigt die Abweichung der Eichstandards vom Sollwert in mg/l an.
- Um die Peaks in Einzeldarstellung begutachten zu können, muss mit der linken Maustaste im Feld *Bezeichnung* ein Standard- oder Proben durch Doppelklick angewählt werden. Mit der rechten Maustaste muß in das schwarz umrandete Feld geklickt werden. Es erscheint *Bearbeite Peak*. Durch Anklicken von *Bearbeite Peak* erscheint der Bildschirm *Edit Peak*. Hier besteht die Möglichkeit alle Peaks (die Verdünnungen sind nicht verrechnet, sie erscheinen im Summary) einzeln zu kontrollieren und ggf. zu verändern.
- Im Scrollbarfeld mit der linken Maustaste Peak für Peak aufrufen. Solange im Feld Status keine gelbunterlegte Warnung oder eine rot unterlegte Fehlermeldung erscheint, ist die Peakauswertung OK. Bei gelber Warnung hat das Programm selbsttätig die Auswertung herausgenommen die mit einer zu hoher Abweichung zur Peakerkennung auffiel. Bei roter Markierung wurde die Messung wiederholt.
- Anklicken von *Halbautomatischer Peakerkennung* um zwischen den einzelnen Auswertungsmethoden zu wählen (je nach Methode stehen zwischen einer und vier Methoden zur Verfügung).
- Durch Anklicken von *manueller Peakerkennung* erscheint das Auswertekreuz auf dem Peak, durch Klicken mit der linken Maustaste erscheint ein neues Kreuz welches mit gedrückter linker Maustaste verschoben werden kann.. Durch Anklicken von ja, wird die veränderte Position bei der Berechnung des Messwertes sofort berücksichtigt.
- Sollte das Zeitfenster so verschoben sein, das daß Peakmaximum nicht korrekt erfaßt wurde, kann dieses durch manuelles Verschieben des Zeitfensters behoben werden.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3 7

Vorhergehende Probe anscrollen, im rechten gelben Teil der Peakdarstellung mit einem doppelklick linke Maustaste einen sog. Slider aufrufen. Diesen mit der Maus soweit verschieben, bis eine sinnige Peakauswertung möglich ist. Durch betätigen des unteren Scrollbalkens mit der linken Maustaste wird nach der Sicherheitsabfrage eine Reanalyse ausgeführt. Evtl. ist eine Wiederholung der Zeitfensterverschiebung an andere Stelle nötig, dann diesen Vorgang wiederholen.

- Auf diese Weise alle Peaks kontrollieren und am Ende das Kreuz in der oberen rechten Ecke zum Beenden der Bearbeitung anklicken.
- Jedes Element auf eventuelle Probleme bearbeiten. Danach auf *Zusammenfassung-Datei-Übertragung zur Tabellenkalkulation* klicken. Eine kleine Diskette ( ; 3,5 Zoll) in Laufwerk A plazieren.
Erstelle LIMS- Datei anwählen, bei *speichern unter Laufwerk 3 1/2 Diskette (A)* anwählen im Feld *Dateiname:* w2401 eingeben und mit *speichern* bestätigen.
- Im Benutzerfeld anschließend die Serie und Laufnr. eingeben z.B. W01001. Auf *Drucke Analyseergebnisse* klicken. Die erstellten Ausdrücke befinden sich am Laserdrucker im Flur.
- Bei manueller Peakveränderungen oder sonstigen nachträglichen Veränderungen, diese über *Datei- Speichern* abspeichern. Wenn nicht durch Klicken auf das obere rechte Kreuz den aufgerufenen Analysenlauf verlassen und die Sicherheitsabfrage mit *ja* bestätigen. Diskette zur weiteren Verarbeitung der Daten am Rechner mit dem Zwischenprogramm Skalar-Editor bearbeiten.

14. Manuelles Ausschalten des Gerätes:

- Nach Beendigung der gesamten Messung die Cadmium-Säule aus dem Fließsystem ausbauen diese sowie das Fließsystem verschliessen.
- Die Pins in die markierten Waschgefäße stecken. Das System ca. 15 Min. mit H₂O spülen.
- Danach das Interface ausschalten (alle auf der Steckerleiste befindlichen Geräte werden gleichzeitig ausgeschaltet. Das Leitfähigkeitsgerät ist durch den geräteeigenen Akku noch in Betrieb).
- Die Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach oben klappen
- Alle offenen Windows-Programme schließen, über *Start Beenden* Computer herunter fahren OK anklicken und den Rechner ausschalten.

18. Automatisches Ausschalten des Gerätes

- Wenn der letzte Lauf zeitmäßig vor der eingestellten Uhrzeit (s. S. 13 Konfig.–System Controller-Interface 1) im Sytemkontroller gestartet wurde, geht das System nach Beendigung des Analysenlaufes in den Schlafmodus über. Dies bedeutet, dass alles ausser Rechner; Interface und Pumpe ausgeschaltet wird und am nächsten Tag über die Uhrzeit im Systemkontroller wieder eingeschaltet wird. Im Schlafmodus wird die Pumpe alle 3 Minuten für 3 Sekunden mit Strom versorgt, d.h. die Andruckrollen der Pumpe bewegt um ein flachdrücken und damit Verkleben der Schläuche zu verhindern. Der Reagenzien Verbrauch wird dadurch minimiert.

19. Sonstiges:

- Die Leitfähigkeitsmesszelle bleibt in der Halterung und sollte während Messpausen immer im Spülgefäß mit Dest. Wasser feucht gelagert werden. Ist die Messzelle längere Zeit trocken gewesen muss sie vor der Messung mindestens 24 Stunden in Dest. Wasser eingeweicht werden. Auf jeden Fall muss dann die Zellkonstante und Eichung geprüft werden, da sich die Platinbeschichtung der Messzelle verändern kann.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3
		8

- Falls Fehlermeldungen erscheinen diese notieren und auf jeden Fall, soweit möglich, vorschriftsmäßig das Programm *UserInterface* verlassen und das Programm neu aufrufen. (z.B. bei Dr. Watson und UserInterface Fehler)
- Am Photometer sollte in der Routine nichts verstellt werden. Es sollte an den Photometern nur dann gedreht werden, wenn die Basislinie des entsprechenden Elementes nicht mehr im Peakfenster zu sehen ist. Deutet eher auf falsch angesetzte Reagenzien.
- Das Wasserbad des Ammoniumkanals kontrollieren, ob genügend demin. Wasser im Vorratsbehälter vorhanden ist
- Die Luftschleusenschläuche wechseln nachdem sie nach mehrmaligem Verändern der Andruckpunkte zu sehr zusammen kleben und kein gleichmäßiges Blasenmuster mehr entsteht. Hierzu den Schlauch durch den Kamm an der Oberseite der Transportpumpe ziehen, den ersten Luftblaseninjektor an dem Ring anheben und den Schlauch unter den Luftblaseninjektor legen. Mit dem 2. Luftblaseninjektor analog verfahren. Den Schlauch durch den 2. Kamm der Transportpumpe ziehen, und an dem Analysenmodul bzw. an dem freigewordenen Luftanschluss anschließen.
- Bei einer Abweichung des Nitrit Standard von $\pm 3\%$ muss die Cd-Füllung des U-Röhrchens erneuert werden s. Methodenbeschreibungen.

20. Programmübersicht SKALAR CFS Software :

Im Folgenden werden die einzelnen Untermenüs mit ihren Einstellungen beschrieben. Im Kopf erscheint folgende Menüleiste mit dazu gehörigen einzelnen Menüpunkten:

Datei : Öffnen--Interface--Analysator--System--Probenteller
Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe--Stop
Konfiguration: Lade System--System Kontroller
QC: System 1

- **Datei: Öffnen--Interface = Interface 1** Interface Einstellungen
Anschluß: COM 2, Baudrate 11520, Kommunikationsprotokoll: Skalar Serial Standard
Serielle Leitungen: COM 2 : Skalar Sampler SA 1070/ S30
I/O Karten: 1. Keithley DAS 801, 2. PCCOM 4 Port Serial Card
- **Datei: Öffnen--Analysator = Analyser 1--Analysator Einstellungen**
Probenahme:
 Probenehmer COM2: Skalar Sampler SA 1070/30
 Verdüner Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card)::Port 2 : External Dilutor Hamilton
Analysenmodul 1-10:
 Modul 1: Nitrat Karte 1 (Keithley DAS 801)::Port 1:50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point integration
 Modul 2: Ammonium Karte 1 (Keithley DAS 801)::Port 1:50 Hz, Bubble Gate 1s 10 Point integration
 Modul 3: Leitfähigkeit Karte 2 (PCCOM 4 port Serial Card) Port 1 WTW LF 597,
 Modul 4: Chlorid Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 4 : 50 Hz Mean Value
Analysenmodul 11-20:
 keine Eingabe erforderlich
Systemkontroller: Selbstständiges Einschalten bzw. Ausschalten der Steckerleiste. Aktivierung nur bei laufendem Interface und PC möglich!
 Bei den Tagen der Woche (Mo-So), werden die Uhrzeiten und Wochentage für das Ein- und Ausschalten festgelegt. In der Routine muß der letzte zu startende Lauf des Tages vor der Ausschaltzeit liegen. Der Systemkontroller wird erst nach dem Laufende aktiviert, unabhängig von der tatsächlichen Uhrzeit. Der Lauf wird in jedem Fall beendet, auch wenn die Ausschaltzeit vor der Uhrzeit zum Zeitpunkt des Laufendes ist.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3
		9

Einschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die unterschiedlichen Ports auf der Steckerleiste eingeschaltet werden sollen.

Belegung der Ports auf der Steckerleiste :

Karte 1 Port 9: Photometer, Chlorid Verstärker

Karte 1 Port 10: Probennehmer, Pumpe

Karte 1 Port 11: Heizbad für Ammonium, LF Gerät

Ausschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die einzelnen Ports ausgeschaltet werden sollen.

Schlafprozeduren: Nach Laufende wird die Pumpe alle 180 s, 5 s zum Laufen gebracht, um ein Verkleben der Schläuche zu verhindern und den Reagenzien Verbrauch zu minimieren.

- **Datei: Öffnen--System = System1--**Analysensystem

Wiederholungsteller: Hier wird festgelegt welche Kontrollstandards nach jeweils 15 Proben gemessen werden.

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 2	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 2	Drift	Drift

Nach der Analyse Teller: Beschreibt den Teller nach den zuletzt gemessenen Proben

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 3	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 3	Drift	Drift

Ausgabe:

Ausdruck Kommando: *Report*

Kommando nach Transfer zur Tabellenkalkulation

Library: C:\Programme\UserInterface\System1.xla/Macro:Summary

Library: C:\Cfs\Exel\Macro.xla/Macro:Summary (gültig ab 10.2002)

Probenahmedetails:

Needle High in Wash:	0 %	Jump after Wash	0
Needle High in Standard:	10 %	Jump before Sampling	1
Needle High in Sample:	10 %	Jump after Sampling	0
Needle High in Dilute:	10 %	Jump before Wash	1
Needle High in Dispense:	45 %	Wash while Sampling	√
Dilutor Pickup Speed:	10 %	Sample Event Mask	0

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.3

Dilutor Dipense Speed: 40 % Sample Event Duration 0
Dilutor Volume: 70 % Wash Event Mask 0
Sample Event Duration 0

Vor der Analyse Teller : Beschreibt den Teller bevor die ersten Proben gemessen werden

Position	Type	Bezeichnung
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 2	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 2	Drift	Drift

Probenahme/ Verdünnung:

Probenehmer COM2: Skalar Sampler SA1070/130
Probezeit 50 s, Probenahme pro Becher 1 Waschzeit 60 s,
WDH Teller Interval 15 (alle 15 Proben), Luftzeit 0 s
Verdünner: Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card)::Port 2 : External Dilutor
Hamilton
Verdünne auf % 33
Max Anzahl Verdünnungen 3 (Bei kurzen Läufen <120 Proben sind mehrere (Kaskaden-)
Verdünnungen messbar da es kein Platzproblem auf dem Pro-
benehmer in Rack 5 ganz rechts gibt)

Kalibrationsteller:

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 3	Standard 1	Standard 1
Standardposition 4	Standard 2	Standard 2
Standardposition 5	Standard 3	Standard 3
Standardposition 6	Standard 4	Standard 4
Standardposition 7	Standard 5	Standard 5
Standardposition 8	Standard 6	Standard 6
Standardposition 9	Standard 7	Standard 7
Standardposition 10	Standard 8	Standard 8
Standardposition 11	Standard 9	Standard 9
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT

Synchronisationsteller:

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 1	Tracer (höchster Standard)	Tracer

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u>ontinuous <u>F</u>low <u>C</u>olorimeter SKALAR	SKALAR1.3
		11

Methoden Einstellungen:

	Nitrat	Ammonium	Chlorid	Leitfähigkeit
<u>Synchronisation</u>				
Peak ist eine Verfärbung	ja	ja	ja	ja
Schwellwert	0,1	0,2	0,1	200
Start Ignor Zeit	60	60	60	60
End Ignor Zeit	60	60	60	60
Retensionzeit	650 V	0	0	0
Zwangsstart	1800	1800	1800	1800
<u>Peakerkennung berechnet:</u>				
Chebyschow Apxproximation	ja	nein	ja	nein
der kleinsten Fehlerquadrate	ja	nein	ja	nein
Minimum Std. Abweichung	ja	ja	ja	nein
Mini. Std. Abw. Methode	ja	ja	ja	ja
Erkennungs Toleranz	0,005	0,005	0,005	20,0
Öffne Zeitfenster	5%	5%	5%	5%
Schließe Zeitfenster	60%	60%	60%	60%
<u>Korrekturen</u>				
Basisliniendrift Korrektur	√	√	√	-
Max. erl. Basisliniendrift	0,01	0,01	0,01	-
System Wasch berücksichtigen	√	√	√	-
Def. Wasch berücksichtigen	√	√	√	-
Benutze Wasch	Wasch0	Wasch0	Wasch0	-
Peakhöhendrift Korrektur	√	√	√	-
Max. erl. Peakhöhendrift	0,02	0,02	0,02	-
Punkt zu Punkt Korrektur	√	√	√	-
Benutze Drift	Drift0	Drift0	Drift0	-
Zeitfenster Korrektur		√	√	√
Max erl. Zeitfensterverschiebung	20 sec.	10 sec.	10 sec.	-
<u>Berechnung</u>				
Kalibrations Methode	1. Order	1. Order	2. Order	no Calibration
Standard Konzentrationen	7-0	7-0	15-0	-
<u>Verdünnungen</u>				
Verd. Proben über	7,1	7,1	15,1	-
Reanalyse der fogenden Proben	1	1	1	-
<u>Datenverarbeitung</u>				
	-	-	-	-
<u>Ausgabe</u>				
Methoden Einheiten	mg/L	mg/L	mg/L	µS/cm
Ausgabenformat	0.000	0.000	0.000	0.00
Spalte in Tabelle	1	2	4	3
Transfer Kommando	spreadsheet NO3		-	-
<u>Grafik</u>				
Grafik Minimum	0	0,0	0	-25
Grafik Maximum	0,4	1,8	0,5	350
Bildschirmglättung	none	none	none	none
<u>Allgemeine QC</u>				
Statistische Genauigkeit	99%	99%	99%	99%
Max. rel. Verf. Std. Abw.	2,0%	2,0%	2,0%	2%
Max. Nachweissgrenze	20	0	0	0
Maxi Bestimmungsgrenze	35	0	0	0
Konzentrationen				

Gerät					Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u>ontinuous <u>F</u>low <u>C</u>olorimeter SKALAR				SKALAR1.3	12

erlaubte Differenzen	QC1	(1) 0,15	(1) 0,15	(1) 0,25	-
	QC2	(3) 0,15	(3) 0,15	(6) 0,25	-
	QC3	(5) 0,15	(5) 0,15	(14) 0,45	-
	QC4	(7) 0,15	(7) 0,15	-	-

() = Konzentration des Standards in mg/l

Die Online- Qualitätskontrollen betreffen alle Kanäle außer dem Leitfähigkeitskanal

Synchronisationsteller: Startpeak nicht innerhalb des Zeitrahmens Stop analysis

Kalibrationsteller: Relative Verfahrensstandardabw. außerhalb d. Vorgabe Continue

Kalibrationsteller: QC außerhalb der Vorgabe Stop analysis

Wiederholungsteller: Basislinie außerhalb der Vorgabe Continue

Wiederholungsteller: Peakhöhendrift außerhalb der Vorgabe Continue

Wiederholungsteller: QC außerhalb der Vorgabe Repeat Samplebatch
before Rescheduledtable

Wiederholungsteller: Zeitfensterverschiebung außerhalb der Vorgabe Continue

Probenteller: Peakerkennungswarnung Continue

Probenteller: Peakerkennungsfehler Repeat Sample

Methode 11-20: keine Eingabe erforderlich

- **Datei: Öffnen--Probenteller**

Siehe Punkt 6: Probenteller definieren

- **Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe--Stop**

Siehe Anleitungspunkte 7 bis 11

- **Konfiguration: Lade System--Interface 1: Analyser 1: System 1**

Das System muß neu geladen werden, sobald Veränderungen über Datei-System-System1-Analytical System vorgenommen wurden. (Ein neuer Start von CFS-Service bewirkt das Gleiche. Achtung! dieses nicht während einer laufenden Analyse schließen, da sonst die Daten des Laufes verloren gehen.).

- **Konfiguration--System Kontroller--Interface 1**

Interface: Interface 1

Analyzer: Analyser 1

System: System1

Kontrolleitung: keine Eintragung

Reagentventile: keine Eintragungen

Zeiten: Möglichkeit die System Start und Stop Time zu verändern.

Diese Eintragungen bleiben nur bis zum verlassen des UserInterfaces erhalten.

Ändern der Zeiten: Manuellen Modus auswählen (Automatic Mode anklicken)

Zeiten ändern

Übernehmen anklicken

Wieder auf Automatic Modegehen

Beenden anklicken

- **QC: System1**

Start Datum und End Datum eingeben über welchen Zeitraum kontrolliert werden soll. Mit Ok bestätigen. Es werden alle Läufe des Zeitraumes aufgelistet. Es besteht die Möglichkeit: Basislinie, Drift Calibration und QC zu vergleichen.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 31.07.2006

Continuous Flow Colorimeter SAN PLUS mit automatischem Probennehmer SA1070, Software CFS (Skalar)

für:

Elementbestimmungs-	CICICFE3.2, NNH4CFC4.3, NNO3CFC5.3
Methode	

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien	2
2. Stromversorgung	2
3. Rechnerprogramm aufrufen	2
4. Pumpendeckel arretieren	2
5. Lauf vorbereiten	3
6. Probenteller definieren	3
7. Analysenlauf starten	4
8. Reihenfolge der Messungen eines bereits gestarteten Analysenlaufes mit z.B. 44 Proben	4
9. Übersicht über den System Monitor	5
10. Analysenlauf stoppen	5
11. Verkürzen oder Verlängern des gestarteten Analysenlaufes	5
12. Nachbearbeitung von Analysenläufen	6
13. Manuelles Ausschalten des Gerätes	7
14. Automatisches Ausschalten des Gerätes	8
15. Sonstiges (Fehlermeldungen, Photometer, Wasserbad)	8
16. Programmübersicht der SKALAR CFS Software	8
17. Löschen von Analysis und Tabellen	

Wichtige Hinweise:

	Sich nicht auf der äußeren Umrandung des Probengebers abstützen!
---	--

<u>Anhang:</u>
/

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4
		2

1. Reagenzien:

- Reagenzienmengen überprüfen
- Reagenzien entsprechend der Anleitung ansetzen, kodierte Pins in die Reagenzienbehälter stecken
- Demin. Wasser für den Dilutor (ohne Brij) erneuern, für das Spülgefäß demin. Wasser mit Brij verwendet werden (0,25 ml Brij/4 l demin. Wasser)
- Bei allen Elementen darauf achten, dass in den Chemikalienabfallgefäßen noch genügend Platz ist, ansonsten austauschen.

2. Stromversorgung:

- Rechner, Bildschirm und Interface einschalten. Über das Interface bzw. die Steckerleiste werden folgende Geräte angeschaltet, soweit diese im angeschalteten Zustand über das Interface ausgeschaltet wurden: Probenehmer/ Dilutor Photometer, CI-Verstärker, Wasserbad für Ammonium sowie die Pumpen.

3. Rechnerprogramm aufrufen:

- Anmelden mit Benutzername: *Labor* Kennwort: *BDF*
- Mit einem Doppelklick auf *UserInterface* das Skalar Programm starten.
- Es erscheint der *Hauptbildschirm* des Skalar- Programmes.
- Nach Erscheinen des Skalar- Programmes starten die Geräte (siehe oben) die über die Steckerleiste mit Strom versorgt werden.

4. Pumpendeckel arretieren:

- Den Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen.
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach unten klappen.
- Die Hebel loslassen (müssen jeweils am Rand stehen) und den Arretierungshebel um 90° nach unten klappen.
- Systeme entsprechend der Methodenbeschreibungen einlaufen lassen
- Bei Nitrat nach Einlaufen des Imidazolreagenz die Cadmium-Säule so einbauen, dass das Imidazolreagenz durch die Säule läuft.

5. Lauf vorbereiten:

- Standards herstellen, Standardgefäße neu befüllen (diese sollten jeden Tag ausgetauscht werden.)
- Standardrack wie folgt von rechts nach links (Reihenfolge beachten!) bestücken:

KNIT	KSK3	KSK2	KSK1	ST										
QC4	QC3	QC2	QC1	9	9	9	8	7	6	5	4	3	2	1

- Probennehmerrack ab Position 1, von vorne nach hinten, sowie von rechts nach links fortlaufend mit Proben bestücken (siehe Nummerierung auf dem Probenrack).
- Mit dieser Programmversion ist es möglich, Proben entweder bei bekannter Konzentration vorzuverdünnen (Vorverdünnung), oder Proben mit zu hoher Konzentration die im Analysenlauf gemessen worden sind, nachträglich automatisch vom Probenehmer verdünnen zu lassen.

Bei der Vorverdünnung muss bei den jeweiligen Proben im Probensteller die Vorverdünnung in % in der entsprechenden Spalte angegeben sein.

Bei Proben die im gleichen Analysenlauf verdünnt werden sollen, weil sie bei der Messung über dem höchsten Standard liegen, muss im *Method Setup* Bildschirm in den jeweiligen Methoden im Unterpunkt *Verdünnungen*, dieser Punkt angeklickt sein. Sie werden nach Messung aller Proben verdünnt (1. Verdünnung = 33 %). Sollte die erste Verdünnung nicht

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4 3

ausreichend sein, wird die Probe aus der ersten Verdünnung nochmals verdünnt (2. Verdünnung = 33%). Es kann in der Methode festgelegt werden wie oft verdünnt werden soll, hier ist eine 2 x eingestellt.

Die Lösungen werden in das Rack (Rack Nr.5) ganz links pipettiert, weshalb dieses mit leeren Reagenzgläsern bestückt sein muss. Es muss bei der Bestückung dieses Racks mit leeren Reagenzgläsern einkalkuliert werden, dass die Proben unter Umständen zweimal verdünnt werden.

6. Probensteller definieren

- Probensteller für die zu messenden Proben definieren:

Es gibt 2 Möglichkeiten einen neuen Probensteller zu definieren:

- A) Einen bereits vorhandenen Probensteller wie folgt aufrufen:

Auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probensteller* anklicken
Skalar SA 1070/30 anwählen und einen beliebigen Teller anklicken

- B) Einen neuen Probensteller über *Datei--Neu--Probensteller--spezieller Probensteller--Skalar SA 1070/30* erstellen

Die nachfolgenden Erklärungen gelten für die Varianten A und B:

- *Position*: Diese Anklicken (blau unterlegt) und die Position der ersten Probe festlegen und Anklicken.
Bei fortlaufender Reihenfolge schwarz umrandetes Feld durch Festhalten des + Zeichens mit der linken Maustaste auf die gewünschte Position (bzw. auf die Anzahl der zu messenden Proben) ziehen.
- *Type = Probe*: Stets „Probe“ auswählen und die gewünschte Probenanzahl definieren
- *Bezeichnung= lfd. Nummern* ggf. Hauptbuchnummern eingeben.
Über *Edit--Insert Sample* ist eine Durchnummerierung der Proben möglich:
Insert Sample at Position: erste Bezeichnung ab Probe 1
Prefix: z.B. 2002W
Body: Zahlenwert um den automatisch erhöht werden soll= 1500
Body Inkrement: Zahlenwert mit dem die Probenbezeichnung automatisch erhöht werden soll = 1
Numer of Samples to insert: Anzahl der zu messenden Proben eingeben
Suffix: wird nicht benötigt (Eingabe eines Nachspann möglich)
Execute bestätigen, danach entweder neue Probennummern eingeben oder die Eingabemaske mit *Finish* verlassen
- *Vorverdünnung = Vor der eigentlichen Analyse werden Proben vom Skalar Dilutor vorverdünnt, um anschließend im Analysenlauf gemessen zu werden. Den Verdünnungsgrad in % angeben (d.h. z.B. 1:4 Verdünnung = 25 %).*
- *Multiplikator* = Für bereits mit einem externen Dilutor verdünnte Proben z.B. 1:5 bei 20 %iger Verdünnung eingeben. Darauf achten, dass keine Verdünnungsfaktoren vom vorherigen Lauf im Multiplikatorfeld stehen!
- Diesen Probensteller entweder unter gleichem Namen oder unter einem neuen Namen über *Datei speichern* abspeichern. Bei Umbenennung bereits bestehender Probensteller wird der alte Probensteller überschrieben, soll dieser Teller erhalten bleiben: *Datei speichern als neuer Teller*.

7. Analysenlauf starten:

- *ANALYSE--NEU--Interface 1: Analyser1 , kleinemessbereich* anwählen
- Auf die ... klicken um das Fenster aufzuklappen. Den Probenehmer *Skalar SA 1070/30* durch Anklicken anwählen
- Es erscheint eine Liste von zuvor definierten Probenstellern. Den zu dem auf dem Rack befindlichen Proben passenden Probensteller anklicken
- *Optionen* anklicken. In der Routine werden alle Teller s. u. verwendet.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4	4

Nur wenn die Probenanzahl durch 15 teilbar ist, wird der *Nach der Analyse Teller* ausgeschaltet, um eine doppelte Kontrollmessung (Wiederholungsteller alle 15 Proben und Nach der Analyse Teller) zu vermeiden.

Folgende Optionen sind angeschaltet:

- Benutze Synchronisationsteller*
- Benutze Kalibrationsteller*
- Benutze Vor der Analyse Teller*
- Benutze Wiederholungsteller*
- Benutze Nach der Analyse Teller*

- *Bemerkungen* anklicken. Serien Nr. und lfd. Probennummern z.B.1- 44 oder frei wählbaren Text eingeben.
- *Methoden*: hier ist es möglich nur bestimmte Elemente messen zu lassen z.B. nur Nitrat und Ammonium (für KCl-Messungen).
- Durch Anklicken von *Start Analyse* den Analysenlauf starten.

8. Reihenfolge der Messungen eines Analysenlaufs mit z.B. 44 Proben:

Synchronisations Teller = Tracer höchster Standard
Kalibrations Teller = alle Standards sowie QC 1 - QC 4
Vor der Analyse Teller = Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift
 Wasch Wasch ignore

15 Proben ab Probenrackposition 1
Wiederholungs Teller = QC 1- QC4
 Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift
 Wasch Wasch ignore

15 Proben ab Probenrackposition 16
Wiederholungs Teller= QC 1- QC 4
 Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift
 Wasch Wasch ignore

14 Proben ab Probenrackposition 31
 Nach der Analyse Teller= QC 1- QC 4
 Wasch Ignore
 Wasch Wasch
 Drift Ignore
 Drift Drift
 Wasch Wasch ignore

- Sollten keine Online QC Fehler aufgetreten sein, wird nach dem letzten Analysenteller kontrolliert, ob Proben über dem festgelegten höchsten Standard gemessen worden sind, um die Automatische Verdünnung zu aktivieren. Danach, wenn keine weiteren Online QC Fehler aufgetreten sind wird der Analysenlauf abgeschlossen.

9. Übersicht über den System Monitor

Diese Darstellung gibt Auskünfte über den Status des Analysators, der einzelnen Kanäle, den Stand der Messung, sowie über die Messwerte der Qualitätskontrollstandards.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4 5

Durch Anklicken des Icons *System Monitor* diesen aufrufen, und durch Anklicken des Fensters *Interface, Interface1* auswählen. Auf dem Bildschirm erscheint das System Monitorfenster:

- System: Stand der Messung
- Graphics: Hier erscheinen die 3 Kanäle zur Ansicht (Basislinienunruhe usw.)
- Results: Im Monitor erscheinen die Ergebnisse der bereits gelaufenen Standards und Proben
- Online QC: Kontrollbildschirm des Correlations Faktor der Standardreihe und der bereits gemessenen QC.

10. Analysenlauf stoppen:

- Um einen Analysenlauf abzubrechen wird auf der oberen Menüleiste *Analyse--Stop--Interface1: Analyser1: kleinemessbereich* angeklickt.
- Soll ein neuer Analysenlauf gestartet werden, muss die Totzeit des langsamsten Elementes (Chlorid, ca. 15 min) abgewartet werden.
- Bei Neustart wird der gleiche Probenzellernamen verwendet

11. Verkürzen oder Verlängern eines bereits gestarteten Analysenlaufes

- Über *Analyse--Aktueller Analysenlauf--Probenzeller--Interface1: Analyser1: kleinemessbereich* ist es möglich den Table zu verkürzen oder zu verlängern. Der bereits bearbeitete Teil des Laufes ist gelb markiert und für die weitere Bearbeitung gesperrt.
- Verkürzt wird der Teller durch Eingabe von: ... Ende des Tellers. Wobei alle nachfolgenden Optionen wie Probenwiederholungen und Verdünnungen der bereits gemessenen Proben bestehen bleiben.
- Eine Verlängerung des Laufes wird durch Eingabe neuer Positionen der zu messenden Proben durchgeführt. Anschließend über *File-Save* den Menüpunkt verlassen

12. Nachbearbeitung von Analysenläufen

Ein fertig gemessener Analysenlauf kann nachträglich bearbeitet werden, d.h. es können nachträglich QC-Standards, Kalibrationsstandards und die Peakerkennungsmarker gelöscht oder versetzt werden.

- *Analyse--Analysenläufe--kleinemessbereich*: Ein rotes Diagramm vor der Analyse besagt, dass die Analyse momentan noch läuft, ein grünes Diagramm zeigt eine abgeschlossene Analyse an.

Mit Doppelklick den zu bearbeitenden Lauf aufrufen.

- Es erscheint mit Zusammenfassung das Endprotokoll des Analysenlaufes. Die 3 farbigen Balken vor dem Methodennamen sollten grün sein. Ist der erste Balken rot, liegt eine Grenzwertverletzung vor. Mittelwertes Basislinie und Mittelwert Drift kontrollieren. Ist der zweite Balken gelb, liegt mind. bei einer Probe eine Warnung bei der Peakerkennung vor. Ist dieser zweite Balken rot, liegt mindestens bei einer Probe eine Fehlermeldung bei der Peakerkennung vor. Ist der dritte Balken rot, sind die Ergebnisse der Methode nicht weiter verarbeitet worden.

Die einzelnen Methoden werden durch anklicken aufgerufen. Kontrolliere:

- Im linken unteren Feld sollte die Verfahrensstandardabweichung $< 2\%$ und nicht in rot markiert sein.
- Die beiden Grafiken unter der Darstellung der Peaks beschreiben Basislinienverlauf links und Drift rechts, die Abweichungen der gemessenen Werte, über die Breite des Vertrauensbandes.
Basislinie: Auf der X- Achse ist die laufende Nummer eingetragen, auf der Y- Achse die Extinktion. Die blauen Kreuze stellen die Basislinienpunkte dar, die blaue Linie ist die hochgerechnete Basislinie. Die schwarzen Linien stellen den Mittelwert der Basislinie +/- der max. erlaubten Basisliniendrift dar.
Drift: Auf der X- Achse ist die laufende Nummer eingetragen, auf der Y- Achse die Extinktion. Die roten Kreuze stellen die gemessenen Driftpunkte dar und die schwarzen Linien stellen den Mittelwert der Paekhohendrift +/- der max. erlaubten Basisliniendrift.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4 6

- Die Grafik Calibration zeigt den Eichkurvenverlauf mit den Vertrauensbändern der Kalibrierkurve an. Die Grafik Residuals zeigt die Abweichung der Eichstandards vom Sollwert in mg/l an.
- Um die Peaks in Einzeldarstellung begutachten zu können, muss mit der linken Maustaste im Feld *Bezeichnung* ein Standard- oder Proben durch Doppelklick angewählt werden. Mit der rechten Maustaste muss in das schwarz umrandete Feld geklickt werden. Es erscheint *Bearbeite Peaks (Element)*. Durch Anklicken von *Bearbeite Peak* erscheint der Bildschirm Peak Bearbeitung. Hier besteht die Möglichkeit alle Peaks (die Verdünnungen sind nicht verrechnet, sie erscheinen in der Zusammenfassung) einzeln zu kontrollieren und ggf. zu verändern.
- Im Scrollbarfeld mit der linken Maustaste Peak für Peak aufrufen. Solange im Feld Status keine gelbunterlegte Warnung oder eine rot unterlegte Fehlermeldung erscheint, ist die Peakauswertung OK. Bei gelber Warnung hat das Programm selbsttätig die Auswertung herausgenommen die mit einer zu hoher Abweichung zur Peakerkennung auffiel. Bei roter Markierung wurde die Messung wiederholt.
- Anklicken von *Halbautomatischer Peakerkennung* um zwischen den einzelnen Auswertungsmethoden zu wählen (je nach Methode stehen zwischen einer und vier Methoden zur Verfügung).
- Durch Anklicken von *manuelle Peakerkennung* erscheint das Auswertekreuz auf dem Peak, durch Klicken mit der linken Maustaste erscheint ein neues Kreuz welches mit gedrückter linker Maustaste verschoben werden kann. Durch Anklicken von ja, wird die veränderte Position bei der Berechnung des Messwertes sofort berücksichtigt.
- Sollte das Zeitfenster so verschoben sein, das daß Peakmaximum nicht korrekt erfasst wurde, kann dieses durch manuelles Verschieben des Zeitfensters behoben werden. Vorhergehende Probe ansrollen, im rechten gelben Teil der Peakdarstellung mit einem doppelklick linke Maustaste einen sog. Slider aufrufen. Diesen mit der Maus soweit verschieben, bis eine sinnige Peakauswertung möglich ist. Durch betätigen des unteren Scrollbalkens mit der linken Maustaste wird nach der Sicherheitsabfrage eine Reanalyse ausgeführt.
- Auf diese Weise alle Peaks kontrollieren und am Ende das Kreuz in der oberen rechten Ecke zum Beenden der Bearbeitung anklicken. Jedes Element auf eventuelle Probleme bearbeiten. Danach auf *Zusammenfassung--Datei-Übertragung zur Tabellenkalkulation* klicken um das Macro zu starten, was für die Abspeicherung unter dem T Laufwerk und den Ausdruck benötigt wird.
- Erstelle LIMS Datei anklicken, speichern in t:\Abt.D \Relaqs\Skalar Continius flow\Skalar\Serien und Laufnummer speichern.
- Im Benutzterfeld die Serie und Laufnr. eingeben z.B. W01001. Auf *Drucke Analyseergebnisse* klicken. Der erstellte Ausdruck befindet sich am Laserdrucker im Flur.
- Das Macro wird geschlossen und es erscheint die Zusammenfassung.
- Bei manueller Peakveränderungen oder sonstigen nachträglichen Veränderungen, diese über *Datei- Speichern* abspeichern. Wenn nicht durch Klicken auf das obere rechte Kreuz den aufgerufenen Analysenlauf verlassen und die Sicherheitsabfrage mit ja bestätigen. Diskette zur weiteren Verarbeitung der Daten am Rechner mit dem Zwischenprogramm Skalar-Editor bearbeiten.

13. Manuelles Ausschalten des Gerätes:

- Nach Beendigung der gesamten Messung die Cadmium-Säule aus dem Fließsystem ausbauen diese sowie das Fließsystem verschließen.
- Die Pins in die markierten Waschgefäße stecken. Das System ca. 15 Min. mit H₂O spülen.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4 7

- Danach das Interface ausschalten (alle auf der Steckerleiste befindlichen Geräte werden gleichzeitig ausgeschaltet)
- Die Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel abnehmen, den Arretierungshebel wieder nach unten bewegen, um die Feder zu entspannen
- Die Schläuche durch hochdrücken des Halterrahmens entlasten.
- Alle offenen Windows-Programme schließen, über *Start Beenden* Computer herunter fahren OK anklicken und den Rechner sowie Bildschirm ausschalten.

14. Automatisches Ausschalten des Gerätes

- Wenn der letzte Lauf zeitmäßig vor der eingestellten Uhrzeit (Kapitel 13 Konfig.-System Controller- Interface 1) im Sytemkontroller gestartet wurde, geht das System nach Beendigung des Analysenlaufes in den Schlafmodus über. Dies bedeutet, dass alles außer Rechner; Interface und Pumpe ausgeschaltet wird und am nächsten Tag über die Uhrzeit im Systemkontroller wieder eingeschaltet wird. Im Schlafmodus wird die Pumpe alle 3 Minuten für 3 Sekunden mit Strom versorgt, d.h. die Andruckrollen der Pumpe bewegt, um ein Flachdrücken und damit Verkleben der Schläuche zu verhindern. Der Reagenzien Verbrauch wird dadurch minimiert.

15. Sonstiges:

- Regelmäßig kontrollieren, ob genügend freier Speicherplatz zur Verfügung steht. (Daten werden nicht gespeichert gerade bei Nachtläufen nicht kontrollierbar.) Dazu *Arbeitsplatz-Festplatte* rechte Maustaste - *Eigenschaften*. Wenn nötig alte Läufe im Skalar Programm löschen s. Punkt 17!
- Falls Fehlermeldungen erscheinen, diese notieren und auf jeden Fall, soweit möglich, vorschriftsmäßig das Programm *UserInterface* verlassen und das Programm neu aufrufen. (z.B. bei Dr. Watson und UserInterface Fehler)
- Am Photometer sollte in der Routine nichts verstellt werden. Es sollte an den Photometern nur dann gedreht werden, wenn die Basislinie des entsprechenden Elementes nicht mehr im Peakfenster zu sehen ist. Deutet eher auf falsch angesetzte Reagenzien.
- Das Wasserbad des Ammoniumkanals kontrollieren, ob genügend demin. Wasser im Vorratsbehälter vorhanden ist
- Die Luftschleusenschläuche wechseln nachdem sie nach mehrmaligem Verändern der Andruckpunkte zu sehr zusammen kleben und kein gleichmäßiges Blasenmuster mehr entsteht. Hierzu den Schlauch durch den Kamm an der Oberseite der Transportpumpe ziehen, den ersten Luftblaseninjektor an dem Ring anheben und den Schlauch unter den Luftblaseninjektor legen. Mit dem 2. Luftblaseninjektor analog verfahren. Den Schlauch durch den 2.Kamm der Transportpumpe ziehen, und an dem Analysenmodul bzw. an dem freigewordenen Luftanschluss anschließen.
- Bei einer Abweichung des Nitrit Standard von $\pm 3\%$ muss die Cd-Füllung des U-Röhrchens erneuert werden s. Methodenbeschreibungen.

16. Programmübersicht SKALAR CFS Software :

Im Folgenden werden die einzelnen Untermenüs mit ihren Einstellungen beschrieben. Im Kopf erscheint folgende Menüleiste mit dazu gehörigen einzelnen Menüpunkten:

Datei : Öffnen--Interface--Analysator--System--Probeteller
Analyse: Neu-Aktuelle Analyse--Analysenläufe-Stop
Konfiguration: Lade System--System Controller
QC: System 1

- **Datei:** Öffnen--Interface = Interface 1 Interface Einstellungen
Anschluss: COM 2, Baudrate 38400, Kommunikationsprotokoll: Skalar Serial Standard

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4

- Serielle Leitungen: COM 2 : Skalar Sampler SA 1070/ S30
I/O Karten: 1. Keithley DAS 801, 2. PCCOM 4 Port Serial Card
- **Datei: Öffnen--Analysator = Analyser 1--**Analysator Einstellungen
Probenahme:
 Probenehmer COM2: Skalar Sampler SA 1070/30
 Verdüner Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card)::Port 2 : External Dilutor Hamilton
Analysenmodul 1-10:
 Modul 5: Nitrat 30mm Karte 1 (Keithley DAS 801)::Port 5:50 Hz, Bubble Gate 2s 10 Point integration
 Modul 6: Ammonium 30mmKarte 1 (Keithley DAS 801)::Port 6:50 Hz, Bubble Gate 2s 10 Point integration
 Modul 4: Chlorid Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 4 : 50 Hz Mean Value
Analysenmodul 11-20:
 keine Eingabe erforderlich
Systemkontroller: Selbstständiges Einschalten bzw. Ausschalten der Steckerleiste. Aktivierung nur bei laufendem Interface und PC möglich!
 Bei den Tagen der Woche (Mo- So), werden die Uhrzeiten und Wochentage für das Ein- und Ausschalten festgelegt. In der Routine muss der letzte zu startende Lauf des Tages vor der Ausschaltzeit liegen. Der Systemkontroller wird erst nach dem Laufende aktiviert, unabhängig von der tatsächlichen Uhrzeit. Der Lauf wird in jedem Fall beendet, auch wenn die Ausschaltzeit vor der Uhrzeit zum Zeitpunkt des Laufendes ist.
Einschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die unterschiedlichen Ports auf der Steckerleiste eingeschaltet werden sollen.
 Belegung der Ports auf der Steckerleiste :
 Karte 1 Port 9: Photometer, Chlorid Verstärker
 Karte 1 Port 10: Probenehmer, Pumpe
 Karte 1 Port 11: Heizbad für Ammonium,
Ausschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die einzelnen Ports ausgeschaltet werden sollen.
Schlafprozeduren: Nach Laufende wird die Pumpe alle 180 s, 5 s zum Laufen gebracht, um ein Verkleben der Schläuche zu verhindern und den Reagenzien Verbrauch zu minimieren.
- **Datei: Öffnen--System = kleinemessbereich--**Analysensystem
Wiederholungsteller: Hier wird festgelegt welche Kontrollstandards nach jeweils 15 Proben gemessen werden.

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 10	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 10	Drift	Drift
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4	9
--------	--	-----------	---

Nach der Analyse Teller: Beschreibt den Teller nach den zuletzt gemessenen Proben

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 12	QC1	KSK1
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC3	KSK3
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 10	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 10	Drift	Drift
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Ausgabe:

Ausdruck Kommando: *Report*

Kommando nach Transfer zur Tabellenkalkulation

Library: C:\Programme\UserInterface\System1.xla/Macro:Summary

Probenahmedetails:

Needle High in Wash:	0 %	Jump after Wash	0
Needle High in Standard:	10 %	Jump before Sampling	0
Needle High in Sample:	7 %	Jump after Sampling	0
Needle High in Dilute:	10 %	Jump before Wash	0
Needle High in Dispense:	45 %	Wash while Sampling	√
Dilutor Pickup Speed:	10 %	Sample Event Mask	0
Dilutor Dispense Speed:	30 %	Sample Event Duration	0
Dilutor Volume:	70 %	Wash Event Mask	0
		Sample Event Duration	0

Vor der Analyse Teller: Beschreibt den Teller bevor die ersten Proben gemessen werden

Position	Type	Bezeichnung
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 11	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 11	Drift	Drift
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Probenahme/ Verdünnung:

Probenehmer COM2:	Skalar Sampler SA1070/130 Probezeit 50 s, Probenahme pro Becher 1 Waschzeit 60 s, WDH Teller Interval 15 (alle 15 Proben), Luftzeit 0 s
Verdünner:	Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card)::Port 2 : External Dilutor Hamilton
Verdünne auf %	33
Max Anzahl Verdünnungen	2(Bei kurzen Läufen <120 Proben sind mehrere (Kaskaden-) Verdünnungen messbar da es kein Platzproblem auf dem Pro- benehmer in Rack 5 ganz rechts gibt)

SKALAR	<u>C</u>ontinuous <u>F</u>low <u>C</u>olorimeter SKALAR	SKALAR1.4	10
---------------	--	------------------	-----------

Kalibrationsteller:

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 3	Standard 1	Standard 1
Standardposition 4	Standard 2	Standard 2
Standardposition 5	Standard 3	Standard 3
Standardposition 6	Standard 4	Standard 4
Standardposition 7	Standard 5	Standard 5
Standardposition 8	Standard 6	Standard 6
Standardposition 9	Standard 7	Standard 7
Standardposition 10	Standard 8	Standard 8
Standardposition 11	Standard 9	Standard 9

Synchronisationsteller:

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 1	Tracer (höchster Standard)	Tracer
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Methode 1- 10 Methoden Einstellungen:

	Nitrat	Ammonium	Chlorid
<u>Synchronisation</u>			
Peak ist eine Verfärbung	ja	ja	ja
Schwellwert	0,1	0,2	0,005
Start Ignor Zeit	60	60	60
End Ignor Zeit	60	60	60
Retensionzeit	650 V	0	0
Zwangsstart	1800	1800	1800
<u>Peakerkennung berechnet:</u>			
Chebyschow Apxproximation der kleinsten Fehlerquadrate	ja	nein	ja
Minimum Std. Abweichung	ja	ja	ja
Mini. Std. Abw. Methode	ja	ja	ja
Erkennungs Toleranz	0,005	0,005	0,005
Öffne Zeitfenster	5%	0	5%
Schließe Zeitfenster	60%	50%	60%
<u>Korrekturen</u>			
Basisliniendrift Korrektur	√	√	√
Max. erl. Basisliniendrift	0,01	0,01	0,01
System Wasch berücksichtigen	√	√	√
Def. Wasch berücksichtigen	√	√	√
Benutze Wasch	Wasch0	Wasch0	Wasch0
Peakhöhendrift Korrektur	√	√	√
Max. erl. Peakhöhendrift	0,02	0,02	0,02
Punkt zu Punkt Korrektur	√	√	√
Benutze Drift	Drift0	Drift0	Drift0
Zeitfenster Korrektur	√	√	√
Max erl. Zeitfensterverschiebung	10 sec.	10 sec.	10 sec.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4	11

Berechnung

Kalibrations Methode	1. Order	1. Order	2. Order
Standard Konzentrationen	0-5	0-5	0-15

Verdünnungen

Verd. Proben über	5,1	5,1	15,1
Reanalyse der folgenden Proben	1	1	1

Datenverarbeitung

<u>Ausgabe</u>			
Methoden Einheiten	mg/L	mg/L	mg/L
Ausgabenformat	0.000	0.000	0.000
Spalte in Tabelle	1	2	4
Transfer Kommando	spreadsheet NO3	-	-

Grafik

Grafik Minimum	0,2	-0,5	0
Grafik Maximum	1,5	4,5	0,5
Bildschirmglättung	none	none	none

Allgemeine QC

Statistische Genauigkeit	99%	99%	99%
Max. rel. Verf. Std. Abw.	2,0%	2,0%	2,0%
Max. Nachweissgrenze	0	0	0
Maxi Bestimmungsgrenze	0	0	0
Konzentrationen			
erlaubte Differenzen	QC1 (4,0) 0,15	(4,0) 0,15	(14,0) 0,25
	QC2 (1,5) 0,15	(1,5) 0,15	(6) 0,25
	QC3 (0,25)	(0,25)	(14) 0,25
	QC4 (4,26) 0,15	-	-

() = Konzentration des Standards in mg/l

Die Online- Qualitätskontrollen betreffen alle Kanäle außer dem Leitfähigkeitskanal

<i>Synchronisationsteller:</i> Startpeak nicht innerhalb des Zeitrahmens	Stop analysis
<i>Kalibrationsteller:</i> Relative Verfahrensstandardabw. außerhalb d. Vorgabe	Continue
<i>Kalibrationsteller:</i> QC außerhalb der Vorgabe	Stop analysis
<i>Wiederholungsteller:</i> Basislinie außerhalb der Vorgabe	Continue
<i>Wiederholungsteller:</i> Peakhöhendrift außerhalb der Vorgabe	Continue
<i>Wiederholungsteller:</i> Zeitfensterverschiebung außerhalb der Vorgabe	Continue
<i>Probenteller:</i> Peakerkennungswarnung	Continue
<i>Probenteller:</i> Peakerkennungsfehler	Continue

Methode 11-20: keine Eingabe erforderlich

- **Datei: Öffnen- Probenteller**
Siehe Punkt 6: Probenteller definieren
- **Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe--Stop**
Siehe Anleitungspunkte 7 bis 11
- **Konfiguration: Lade System--Interface 1: Analyser 1: kleinermessbereich**
Das System muss neu geladen werden, sobald Veränderungen über Datei-System- kleinermessbereich System1-Analysen System vorgenommen wurden. (Ein neuer Start von CFS-Service bewirkt das Gleiche. Achtung! dieses nicht während einer laufenden Analyse schließen, da sonst die Daten des Laufes verloren gehen.)
- **Konfiguration--System Kontroller--Interface 1**
Interface: Interface 1
Analyzer: Analyzer 1

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.4

System: kleinemessbereich
 Kontrolleitung: keine Eintragung
 Reagentventile: keine Eintragungen
 Zeiten: Möglichkeit die System Start und Stop Time zu verändern.
 Diese Eintragungen bleiben nur bis zum verlassen des UserInterfaces erhalten.

Ändern der Zeiten: Manuellen Modus auswählen (Automatic Mode anklicken)
 Zeiten ändern
 Übernehmen anklicken
 Wieder auf Automatic Mode gehen
 Beenden anklicken

- **QC: System1**

Start Datum und End Datum eingeben über welchen Zeitraum kontrolliert werden soll. Mit Ok bestätigen. Es werden alle Läufe des Zeitraumes aufgelistet. Es besteht die Möglichkeit: Basislinie, Drift Calibration und QC zu vergleichen.

17. Löschen von Tables und Analysis

Datei-Datenbank-Service-Delete Table

Den zu löschenden Probensteller markieren, delete anwählen und die Frage: Sind Sie sicher, dass Sie Probensteller138 löschen wollen? Mit *ja* bestätigen.

Datei- Datenbank-Service-Delete Analysis

Die zu löschenden Analysenläufe markieren, Delete anklicken und die Sicherheitsabfragen mit *ja* bestätigen.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 22.10.2009

Continuous Flow Colorimeter SAN PLUS mit automatischem Probennehmer SA1070, Software CFS (Skalar)

für:

Elementbestimmungs-	CICICFE3.2, NNH4CFC6.1, NNH4CFC7.1, NNO3CFC5.4,
Methode	NNO3CFC6.2

Inhalt:

	Seite
1. Reagenzien	2
2. Stromversorgung	2
3. Rechnerprogramm aufrufen	2
4. Pumpendeckel arretieren	2
5. Lauf vorbereiten	3
6. Probenteller definieren	3
7. Analysenlauf starten	4
8. Reihenfolge der Messungen eines bereits gestarteten Analysenlaufes mit z.B. 44 Proben	4
9. Übersicht über den System Monitor	5
10. Analysenlauf stoppen	5
11. Verkürzen oder Verlängern des gestarteten Analysenlaufes	5
12. Nachbearbeitung von Analysenläufen	6
13. Manuelles Ausschalten des Gerätes	7
14. Automatischer Schlafmodus des Gerätes	8
15. Sonstiges (Photometer, Wasserbad, Schlauchwechsel)	8
16. Programmübersicht der SKALAR CFS Software	8
17. Löschen von Analysis und Tabellen	8

Wichtige Hinweise:



Sich nicht auf der äußeren Umrandung des Probengebers abstützen!

Anhang:

/

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		2

1. Reagenzien:

- Reagenzienmengen überprüfen
- Reagenzien entsprechend der Anleitung ansetzen, kodierte Pins in die Reagenzienbehälter stecken
- Bei Wassermessung das Spülgefäß mit demin. Wasser sowie Brij füllen (0,25 ml Brij/ 4 l demin. Wasser)
Bei N-Min Messung das Spülgefäß mit 0,5m KCl sowie Brij füllen (0,25 ml Brij/ 1 l 0,5 m KCl)
- Bei allen Elementen darauf achten, dass in den Chemikalienabfallgefäßen noch genügend Platz ist, ansonsten austauschen. (volle sowie leere Chemikalienabfallgefäße befinden sich im Technikraum, diese bitte mit dem jeweiligen Element beschriften).

2. Stromversorgung:

- Rechner, Bildschirm Probenehmer (Stecker) und Interface einschalten. Über das Interface bzw. die Steckerleiste werden folgende Geräte angeschaltet, wenn die Einschaltzeiten vor der momentanen Zeit liegt: Photometer, Cl-Verstärker, Wasserbad für Ammonium sowie die Pumpen.

3. Rechnerprogramm aufrufen:

- Anmelden mit Benutzername: *Labor* Kennwort: *BDF*
- Mit einem Doppelklick auf Continuous Flow Software das Skalar Programm starten.
- Es erscheint der "Hauptbildschirm" des Skalar- Programmes.
- Nach Erscheinen des Skalar- Programmes starten die Geräte (siehe oben) die über die Steckerleiste mit Strom versorgt werden. (Sollten diese nicht starten, die Einschaltzeiten siehe Kapitel 16 Konfig. Sytem Kontroller Interface 1 ändern.)

4. Pumpendeckel arretieren:

- Den Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen.
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel nach unten klappen.
- Die Hebel loslassen (müssen jeweils am Rand stehen) und den Arretierungshebel um 90° nach unten klappen.
- Systeme entsprechend der Methodenbeschreibungen einlaufen lassen
- Bei Nitrat nach Einlaufen des Imidazolreagenz die Cadmium-Säule so einbauen, dass das Imidazolreagenz durch die Säule läuft.

5. Lauf vorbereiten:

- Standards herstellen, Standardgefäße neu befüllen (diese sollten jeden Tag ausgetauscht werden, da sich die relative Verfahrensstandardabweichung mit jedem Messen stark vergrößert.)
- Standardrack wie folgt von rechts nach links (Reihenfolge beachten!) bestücken:

KNIT	KSK3	KSK2	KSK1	ST										
QC4	QC3	QC2	QC1	9	9	9	8	7	6	5	4	3	2	1

- Probennehmerrack ab Position 1, von vorne nach hinten, sowie von rechts nach links fortlaufend mit Proben bestücken (siehe Nummerierung auf dem Probenrack).

6. Probensteller definieren

- Probensteller für die zu messenden Proben definieren:
Es gibt 2 Möglichkeiten einen neuen Probensteller zu definieren:
a.) Einen bereits vorhandenen Probensteller wie folgt aufrufen:

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		3

Auf der oberen Menüleiste *Datei--Öffnen--Probenteller* anklicken, *Skalar SA 1070/30* anwählen und einen beliebigen Teller anklicken

b.) Einen neuen Probenteller über *Datei--Neu--Probenteller--spezieller Probenteller--Skalar SA 1070/30* erstellen

Die nachfolgenden Erklärungen gelten für die Varianten a. und b.:

- *Position*: Diese Anklicken (blau unterlegt) und die Position der ersten Probe festlegen und Anklicken.

Bei fortlaufender Reihenfolge schwarz umrandetes Feld durch Festhalten des + Zeichens mit der linken Maustaste auf die gewünschte Position (bzw. auf die Anzahl der zu messenden Proben) ziehen.

- *Type = Probe*: Stets *Probe* auswählen und die gewünschte Probenanzahl definieren

- *Bezeichnung= lfd. Nummern* ggf. Hauptbuchnummern eingeben.

Über *Edit--Insert Sample* ist eine Durchnummerierung der Proben möglich:

Insert Sample at Position: erste Bezeichnung ab Probe 1

Prefix: z.B. 2002W

Body: Zahlenwert um den automatisch erhöht werden soll=1500

Body Inkrement: Zahlenwert mit dem die Probenbezeichnung automatisch erhöht werden soll =1

Number of Samples to insert: Anzahl der zu messenden Proben eingeben

Suffix: wird nicht benötigt (Eingabe eines Nachspann möglich)

Execute bestätigen, danach entweder neue Probennummern eingeben oder die Eingabemaske mit *Finish* verlassen

- *Multiplikator* = Für bereits mit einem externen Dilutor verdünnte Proben z.B. 1:5 bei 20 %iger Verdünnung eingeben. Darauf achten, dass keine Verdünnungsfaktoren vom vorherigen Lauf im Multiplikatorfeld stehen!
- Diesen Probenteller entweder unter gleichem Namen oder unter einem neuen Namen über *Datei speichern* abspeichern. Bei Umbenennung bereits bestehender Probenteller wird der alte Probenteller überschrieben, soll dieser Teller erhalten bleiben: *Datei speichern* als *neuer Teller*.

7. Analysenlauf starten:

Der Analysenlauf sollte erst gestartet werden, wenn die Basislinien nach mind. 20 Minuten Einlaufzeit gerade verlaufen.

- *ANALYSE--NEU --Interface 1: Analyser1*, *kleinermessbereich* anwählen
- Auf die ... klicken um das Fenster aufzuklappen. Den Probenehmer *Skalar SA 1070/30* durch Anklicken anwählen
- Es erscheint eine Liste von zuvor definierten Probentellern. Den zu dem auf dem Rack befindlichen Proben passenden Probenteller anklicken
- *Optionen* anklicken. In der Routine werden alle Teller s. u. verwendet.

Nur wenn die Probenanzahl durch 15 teilbar ist, wird der *Nach der Analyse Teller* ausgeschaltet, um eine doppelte Kontrollmessung (Wiederholungsteller alle 15 Proben und Nach der Analyse Teller) zu vermeiden.

Folgende Optionen sind angeschaltet:

Benutze Synchronisationsteller

Benutze Kalibrationsteller

Benutze Vor der Analyse Teller

Benutze Wiederholungsteller

Benutze Nach der Analyse Teller

- *Bemerkungen* anklicken. Serien Nr. und lfd. Probennummern z.B.1- 44 oder frei wählbaren Text eingeben.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		4

- *Methoden*: hier ist es möglich nur bestimmte Elemente messen zu lassen z.B. nur Nitrat und Ammonium (für KCl Messungen).
- Durch Anklicken von *Start Analyse* den Analysenlauf starten.

8. Reihenfolge der Messungen eines Analysenlaufs mit z.B. 44 Proben:

Synchronisations Teller = Tracer höchster Standard
Kalibrations Teller = alle Standards sowie QC 1 - QC 4
Vor der Analyse Teller = Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift
Wasch Wasch ignore

15 Proben ab Probenrackposition 1

Wiederholungs Teller = QC 1- QC4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift
Wasch Wasch ignore

15 Proben ab Probenrackposition 16

Wiederholungs Teller= QC 1- QC 4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift
Wasch Wasch ignore

14 Proben ab Probenrackposition 31

Nach der Analyse Teller= QC 1- QC 4
Wasch Ignore
Wasch Wasch
Drift Ignore
Drift Drift
Wasch Wasch ignore

9. Übersicht über den System Monitor

Diese Darstellung gibt Auskünfte über den Status des Analysators, der einzelnen Kanäle, den Stand der Messung, sowie über die Messwerte der Qualitätskontrollstandards.

Durch Anklicken des Icons *System Monitor* diesen aufrufen, und durch Anklicken des Fensters *Interface1* auswählen. Auf dem Bildschirm erscheint das System Monitorfenster:

- System: Stand der Messung
- Graphics: Hier erscheinen die 3 Kanäle zur Ansicht (Basislinienunruhe usw.)
- Results: Im Monitor erscheinen die Ergebnisse der bereits gelaufenen Standards und Proben
- Online QC: Kontrollbildschirm des Correlations Faktor der Standardreihe und der bereits gemessen QC.

10. Analysenlauf stoppen:

- Um einen Analysenlauf abzubrechen wird auf der oberen Menüleiste *Analyse--Stop--Interface1: Analyser1: kleinermessbereich* angeklickt.
- Soll ein neuer Analysenlauf gestartet werden, muss die Totzeit des langsamsten Elementes (Chlorid, ca. 15 min) abgewartet werden.
- Bei Neustart wird der gleiche Probenzellernamen verwendet sowie die Bemerkung erneuert.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5	5

11. Verkürzen oder Verlängern eines bereits gestarteten Analysenlaufes

- Über *Analyse--Aktueller Analysenlauf--Probensteller--Interface1: Analyser1: kleinemessbereich* ist es möglich den Probensteller zu verkürzen oder zu verlängern. Der bereits bearbeitete Teil des Laufes ist gelb markiert und für die weitere Bearbeitung gesperrt.
- Eine Verlängerung des Laufes wird durch Eingabe neuer Positionen der zu messenden Proben durchgeführt. Anschließend über *File-Save* den Menüpunkt verlassen.
- Verkürzt wird der Teller durch löschen der Positionen jener Proben die zu viel sind. Anschließend über *File-Save* den Menüpunkt verlassen.

12. Nachbearbeitung von Analysenläufen

Ein fertig gemessener Analysenlauf kann nachträglich bearbeitet werden, d.h. es können nachträglich QC-Standards, Kalibrationsstandards und die Peakerkennungsmarker gelöscht oder versetzt werden.

- *Analyse--Analysenläufe--kleinemessbereich*: Ein rotes Diagramm(Fahrrad) vor der Analyse besagt, das die Analyse momentan noch läuft, ein grünes Diagramm zeigt eine abgeschlossene Analyse an.

Mit Doppelklick den zu bearbeitenden Lauf aufrufen.

- Es erscheint mit Zusammenfassung das Endprotokoll des Analysenlaufes. Die 3 farbigen Balken vor dem Methodennamen sollten grün sein. Ist der erste Balken rot, liegt eine Grenzwertverletzung vor. Mittelwertes Basislinie und Mittelwert Drift kontrollieren. Ist der zweite Balken gelb, liegt mind. bei einer Probe eine Warnung bei der Peakerkennung vor. Ist dieser zweite Balken rot, liegt mindestens bei einer Probe eine Fehlermeldung bei der Peakerkennung vor. Ist der dritte Balken rot, sind die Ergebnisse der Methode nicht weiter verarbeitet worden.

Die einzelnen Methoden werden durch anklicken aufgerufen. Kontrollieren:

- Im linken unteren Feld sollte die Verfahrensstandardabweichung $< 2\%$ und nicht in rot markiert sein.
- Die beiden Grafiken unter der Darstellung der Peaks beschreiben Basislinienverlauf links und Drift rechts, die Abweichungen der gemessenen Werte, über die Breite des Vertrauensbandes.
Basislinie: Auf der X-Achse ist die laufende Nummer eingetragen, auf der Y-Achse die Extinktion. Die blauen Kreuze stellen die Basislinienpunkte dar, die blaue Linie ist die hochgerechnete Basislinie. Die schwarzen Linien stellen den Mittelwert der Basislinie +/- der max. erlaubten Basisliniendrift dar.
Drift: Auf der X-Achse ist die laufende Nummer eingetragen, auf der Y-Achse die Extinktion. Die roten Kreuze stellen die gemessenen Driftpunkte dar und die schwarzen Linien stellen den Mittelwert der Peakhöhendrift +/- der max. erlaubten Basisliniendrift.
- Die Grafik Calibration zeigt den Eichkurvenverlauf mit den Vertrauensbändern der Kalibrierkurve an. Die Grafik Residuals zeigt die Abweichung der Eichstandards vom Sollwert in mg/l an.
- Um die Peaks in Einzeldarstellung begutachten zu können, muss mit der linken Maustaste im Feld *Bezeichnung* ein Standard- oder Proben durch Doppelklick angewählt werden. Mit der rechten Maustaste muss in das schwarz umrandete Feld geklickt werden. Es erscheint *Bearbeite Peaks (Element)*. Durch Anklicken von *Bearbeite Peak* erscheint der Bildschirm Peak Bearbeitung. Hier besteht die Möglichkeit alle Peaks (die Verdünnungen sind nicht verrechnet, sie erscheinen in der Zusammenfassung) einzeln zu kontrollieren und ggf. zu verändern.
- Im Scrollbarfeld mit der linken Maustaste Peak für Peak aufrufen. Solange im Feld Status keine gelbunterlegte Warnung oder eine rot unterlegte Fehlermeldung erscheint, ist die Peakauswertung OK. Bei gelber Warnung hat das Programm selbsttätig die Auswertung herausgenommen die mit einer zu hoher Abweichung zur Peakerkennung auffiel. Bei roter Markierung wurde die Messung wiederholt.

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5 6

- Anklicken von *Halbautomatischer Peakerkennung* um zwischen den einzelnen Auswertungsmethoden zu wählen (je nach Methode stehen zwischen einer und vier Methoden zur Verfügung).
- Durch Anklicken von *manuelle Peakerkennung* erscheint das Auswertekreuz auf dem Peak, durch Klicken mit der linken Maustaste erscheint ein neues Kreuz welches mit gedrückter linker Maustaste verschoben werden kann. Durch Anklicken von ja, wird die veränderte Position bei der Berechnung des Messwertes sofort berücksichtigt.
- Sollte das Zeitfenster so verschoben sein, das daß Peakmaximum nicht korrekt erfasst wurde, kann dieses durch manuelles Verschieben des Zeitfensters behoben werden. Vorhergehende Probe ansrollen, im rechten gelben Teil der Peakdarstellung mit einem doppelklick linke Maustaste einen sog. Slider aufrufen. Diesen mit der Maus soweit verschieben, bis eine sinnige Peakauswertung möglich ist. Durch betätigen des unteren Scrollbalkens mit der linken Maustaste wird nach der Sicherheitsabfrage eine Reanalyse ausgeführt.
- Auf diese Weise alle Peaks kontrollieren und am Ende das Kreuz in der oberen rechten Ecke zum Beenden der Bearbeitung anklicken. Jedes Element auf eventuelle Probleme bearbeiten. Danach auf *Zusammenfassung- Datei-Übertragung zur Tabellenkalkulation* klicken um das Macro zu starten, was für die Abspeicherung unter dem T Laufwerk und den Ausdruck benötigt wird.
- Erstelle LIMS Datei anklicken, speichern in T:\Abt.D \Relaqs\Skalar Continius flow\Serien und Laufnummer speichern.
- Im Benutzterfeld die Serie und Laufnr. eingeben z.B. W01001. Auf *Drucke Analyseergebnisse* klicken. Der erstellte Ausdruck befindet sich am Laserdrucker im Flur.
- Das Macro wird geschlossen und es erscheint die Zusammenfassung.
- Bei manueller Peakveränderungen oder sonstigen nachträglichen Veränderungen, diese über *Datei- Speichern* abspeichern. Wenn nicht durch Klicken auf das obere rechte Kreuz den aufgerufenen Analysenlauf verlassen und die Sicherheitsabfrage mit *ja* bestätigen. Diskette zur weiteren Verarbeitung der Daten am Rechner mit dem Zwischenprogramm Skalar-Editor bearbeiten.

13. Manuelles Ausschalten des Gerätes:

- Nach Beendigung der gesamten Messung die Cadmium-Säule aus dem Fließsystem ausbauen diese sowie das Fließsystem verschließen.
- Die Pins in die markierten Waschgefäße stecken. Das System ca. 15 Min. mit H₂O spülen.
- Danach das Interface ausschalten (alle auf der Steckerleiste befindlichen Geräte werden gleichzeitig ausgeschaltet)
- Die Arretierungshebel um 90° nach oben bewegen
- Die beiden Öffnungshebel gegeneinander nach innen drücken.
- Die Hebel festhalten und den Deckel abnehmen, den Arretierungshebel wieder nach unten bewegen, um die Feder zu entspannen
- Die Schläuche durch hochdrücken des Halterrahmens entlasten.
- Alle offenen Windows-Programme schließen, über *Start Beenden Computer herunter fahren* OK anklicken und den Rechner sowie Bildschirm ausschalten.

14. Automatischer Schlafmodus des Gerätes

- Wenn der letzte Lauf zeitmäßig vor der eingestellten Ausschaltzeit (Kapitel 16 Konfig.– System Controller-Interface 1) im Sytemkontroller gestartet wurde, geht das System nach Beendigung des Analysenlaufes in den Schlafmodus über. Dies bedeutet, dass alles außer Rechner; Interface und Pumpe ausgeschaltet wird und am nächsten Tag über die Einschaltzeit im Systemkontroller wieder eingeschaltet wird. Im Schlafmodus wird die Pumpe alle 3 Minuten für 3 Sekunden mit Strom versorgt, d.h. die Andruckrollen der Pumpe bewegt um

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5 7

ein flachdrücken und damit Verkleben der Schläuche zu verhindern. Der Reagenzien Verbrauch wird dadurch minimiert.

15. Sonstiges:

- Regelmäßig kontrollieren ob genügend freier Speicherplatz zur Verfügung steht. (Daten werden nicht gespeichert gerade bei Nachtläufen nicht kontrollierbar.) Dazu *Arbeitsplatz-Festplatte* rechte Maustaste–*Eigenschaften*. Wenn nötig alte Läufe im Skalar Programm löschen s. Punkt 17!
 - Am Photometer sollte in der Routine nichts verstellt werden. Es sollte an den Photometern nur dann gedreht werden, wenn die Basislinie des entsprechenden Elementes nicht mehr im Peakfenster zu sehen ist. Deutet eher auf falsch angesetzte Reagenzien.
 - Das Wasserbad des Ammoniumkanals kontrollieren, ob genügend demin. Wasser im Vorratsbehälter vorhanden ist
18. Bei einer Abweichung des Nitrit Standard von $\pm 3\%$ muss die Cd-Füllung des U-Röhrchens erneuert werden s. Methodenbeschreibungen.
19. Wenn die NH_4 Peaks zu flach werden die NO_3 und NH_4 Systeme nach der Demin Wasser Spülung mit 10 % Natriumhypochloridlösung gesondert gespült.(s. schwarze Markierung an den Fittings) Dabei unbedingt drauf achten, das die Hypochloridlösung nicht in den Nitratatabfall geleitet wird .(Chlorgasentwicklung)
20. Der Probenschlauch vom Probennehmer zu den Systemen sollte regelmäßig erneuert werden. Die anderen Pumpenschläuche bei Bedarf wechseln.
- Cl-Aktivierung: Cl- Elektroden so kurzschließen das die Elektroden mit der FeCl_3 Lösung 15 Minuten im Kreislauf über einen gelb gelb Schlauch aktiviert werden. Anschließend 20 Min. mit der Chlorid Reagenzlösung einlaufen lassen, bis die Basislinie ruhig verläuft.

16. Programmübersicht SKALAR CFS Software :

Folgenden werden die einzelnen Untermenüs mit ihren Einstellungen beschrieben. Im Kopf erscheint folgende Menüleiste mit dazu gehörigen einzelnen Menüpunkten:

Datei : Öffnen--Interface--Analysator--System--Probeteller

Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe--Stop

Konfiguration: Lade System--System Kontroller

QC: System 1

- **Datei: Öffnen-- Interface = Interface 1** Interface Einstellungen
Anschluss: COM 2, Baudrate 38400, Kommunikationsprotokoll: Skalar Serial Standard
Serielle Leitungen: COM 2 : Skalar Sampler SA 1070/ S30
I/O Karten: 1. Keithley DAS 801, 2. PCCOM 4 Port Serial Card
- **Datei: Öffnen--Analysator = Analyser 1--Analysator Einstellungen**
Probenahme:
 Probennehmer COM2: Skalar Sampler SA 1070/30
 Verdünner Karte 2 (PCCOM 4 Port Serial Card)::Port 2 : External Dilutor Hamilton
Analysenmodul 1-10:
 Modul 1: Nitrat 30mm Karte 1 (Keithley DAS 801)::Port 5:50 Hz, Bubble Gate 2s 10 Point integration
 Modul 2: Ammonium 30mmKarte 1 (Keithley DAS 801)::Port 6:50 Hz, Bubble Gate 2s 10 Point integration
 Modul 3: Chlorid Karte 1 (Keithley DAS 801) Port 4 : 50 Hz Mean Value
Analysenmodul 11-20:
 keine Eingabe erforderlich
Systemkontroller: Selbstständiges Einschalten bzw. Ausschalten der Steckerleiste. Aktivierung nur bei laufendem Interface und PC möglich!
 Bei den Tagen der Woche (Mo- So), werden die Uhrzeiten und Wochentage für das Ein- und Ausschalten festgelegt. In der Routine muss der letzte zu startende Lauf des Tages vor

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		8

der Ausschaltzeit liegen. Der Systemkontroller wird erst nach dem Laufende aktiviert, unabhängig von der tatsächlichen Uhrzeit. Der Lauf wird in jedem Fall beendet, auch wenn die Ausschaltzeit vor der Uhrzeit zum Zeitpunkt des Laufendes ist.

Einschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die unterschiedlichen Ports auf der Steckerleiste eingeschaltet werden sollen.

Belegung der Ports auf der Steckerleiste :

Karte 1 Port 9: Photometer, Chlorid Verstärker

Karte 1 Port 10: Probennehmer, Pumpe

Karte 1 Port 11: Heizbad für Ammonium,

Ausschaltprozeduren: Hier wird festgelegt in welcher Reihenfolge bzw. Zeitversatz die einzelnen Ports ausgeschaltet werden sollen.

Schlafprozeduren: Nach Laufende wird die Pumpe alle 180 s, 5 s zum Laufen gebracht, um ein Verkleben der Schläuche zu verhindern und den Reagenzien Verbrauch zu minimieren.

- **Datei: Öffnen--System = kleinermessbereich--**Analysensystem

Wiederholungsteller: Hier wird festgelegt welche Kontrollstandards nach jeweils 15 Proben gemessen werden.

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 12	QC3	KSK3
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC1	KSK1
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 10	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 10	Drift	Drift
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Nach der Analyse Teller: Beschreibt den Teller nach den zuletzt gemessenen Proben

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 12	QC3	KSK3
Standardposition 13	QC2	KSK2
Standardposition 14	QC1	KSK1
Standardposition 15	QC4	KNIT
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 10	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 10	Drift	Drift
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Ausgabe:

Ausdruck Kommando: *Report*

Kommando nach Transfer zur Tabellenkalkulation

Library:C:\Programme\UserInterface\System1.xla/Macro:Summary

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		9

Probenahmedetails:

Needle High in Wash:	0 %	Jump after Wash	0
Needle High in Standard:	10 %	Jump before Sampling	0
Needle High in Sample:	7 %	Jump after Sampling	0
Needle High in Dilute:	10 %	Jump before Wash	0
Needle High in Dispense:	45 %	Wash while Sampling	√
Dilutor Pickup Speed:	10 %	Sample Event Mask	0
Dilutor Dispense Speed:	30 %	Sample Event Duration	0
Dilutor Volume:	70 %	Wash Event Mask	0
		Sample Event Duration	0

Vor der Analyse Teller: Beschreibt den Teller bevor die ersten Proben gemessen werden

Position	Type	Bezeichnung
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren
Waschposition	Wasch	Wasch
Standardposition 11	Ignorieren	Drift ignorieren
Standardposition 11	Drift	Drift
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Probenahme:

Probenehmer COM2: Skalar Sampler SA1070/130
 Probezeit 50 s, Probenahme pro Becher 1 Waschzeit 60 s,
 WDH Teller Interval 15 (alle 15 Proben), Luftzeit 0 s

Kalibrationsteller:

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 3	Standard 1	Standard 1
Standardposition 4	Standard 2	Standard 2
Standardposition 5	Standard 3	Standard 3
Standardposition 6	Standard 4	Standard 4
Standardposition 7	Standard 5	Standard 5
Standardposition 8	Standard 6	Standard 6
Standardposition 9	Standard 7	Standard 7
Standardposition 10	Standard 8	Standard 8
Standardposition 11	Standard 9	Standard 9

Synchronisationsteller:

Position	Type	Bezeichnung
Standardposition 1	Tracer (höchster Standard)	Tracer
Waschposition	Ignorieren	Wasch ignorieren

Gerät	Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5
		10

Methoden Einstellungen:

	Nitrat	Ammonium	Chlorid
<u>Synchronisation</u>			
Peak ist eine Verfärbung	ja	ja	ja
Schwellwert	0,1	0,2	0,005
Start Ignor Zeit	60	60	60
End Ignor Zeit	60	60	60
Retensionzeit	650 V	0	0
Zwangsstart	1800	1800	1800
<u>Peakerkennung berechnet:</u>			
Chebyschow Apxproxiniation	ja	nein	ja
der kleinsten Fehlerquadrate	ja	nein	ja
Minimum Std. Abweichung	ja	ja	ja
Mini. Std. Abw. Methode	ja	ja	ja
Erkennungs Toleranz	0,005	0,005	0,005
Öffne Zeitfenster	5%	0	5%
Schließe Zeitfenster	60%	50%	60%
<u>Korrekturen</u>			
Basisliniendrift Korrektur	√	√	√
Max. erl. Basisliniendrift	0,01	0,01	0,01
System Wasch berücksichtigen	√	√	√
Def. Wasch berücksichtigen	√	√	√
Benutze Wasch	Wasch0	Wasch0	Wasch0
Peakhöhendrift Korrektur	√	√	√
Max. erl. Peakhöhendrift	0,02	0,02	0,02
Punkt zu Punkt Korrektur	√	√	√
Benutze Drift	Drift0	Drift0	Drift0
Zeitfenster Korrektur	√	√	√
Max erl. Zeitfensterversch.	10 sec.	10 sec.	10 sec.
<u>Berechnung</u>			
Kalibrations Methode	1. Order	1. Order	2. Order
Standard Konzentrationen	0-5	0-5	0-15
<u>Verdünnungen</u>			
Verd. Proben über	5,1	5,1	15,1
Reanalyse der folgenden Proben		1	1
			1
<u>Datenverarbeitung</u>			
	-	-	-
<u>Ausgabe</u>			
Methoden Einheiten	mg/L	mg/L	mg/L
Ausgabenformat	0.000	0.000	0.000
Spalte in Tabelle	1	2	4
Transfer Kommando	spreadsheet NO3	-	-
<u>Grafik</u>			
Grafik Minimum	0,2	-0,5	0
Grafik Maximum	1,5	4,5	0,5
Bildschirmglättung	none	none	none
<u>Allgemeine QC</u>			
Statistische Genauigkeit	99%	99%	99%
Max. rel. Verf. Std. Abw.	2,0%	2,0%	2,0%
Max. Nachweissgrenze	0	0	0
Maxi Bestimmungsgrenze	0	0	0
Konzentrationen			

Gerät				Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR			SKALAR1.5	11

erlaubte Differenzen	QC3	(0,25) 1%	(0,25) 1%	(1) 5%
	QC2	(1,5) 5%	(1,5) 5%	(6) 5%
	QC1	(4,0) 5%	(4,0) 5%	(14) 5%
	QC4	(4,26) 0,15	-	-

() = Konzentration des Standards in mg/l

Method 11-20: keine Eingabe erforderlich

- **Datei: Öffnen--Probenteller**
Siehe Punkt 6: Probenteller definieren
- **Analyse: Neu--Aktuelle Analyse--Analysenläufe--Stop**
Siehe Anleitungspunkte 7 bis 11
- **Konfiguration: Lade System--Interface 1: Analyser 1: kleinermessbereich**
Das System muss neu geladen werden, sobald Veränderungen über Datei-System- kleinermessbereich System1-Analysen System vorgenommen wurden. (Ein neuer Start von CFS-Service bewirkt das Gleiche. Achtung! dieses nicht während einer laufenden Analyse schließen, da sonst die Daten des Laufes verloren gehen.)
- **Konfiguration--System Kontroller--Interface 1**
Interface: Interface 1
Analyzer: Analyzer 1
System: kleinermessbereich
Kontrolleitung: keine Eintragung
Reagentventile: keine Eintragungen
Zeiten: Möglichkeit die System Start und Stop Time zu verändern.
Diese Eintragungen bleiben nur bis zum verlassen des UserInterfaces erhalten.
Ändern der Zeiten: Manuellen Modus auswählen (Automatic Mode anklicken)
Zeiten ändern
Übernehmen anklicken
Wieder auf Automatic Mode gehen
Beenden anklicken
- **QC: System1**
Start Datum und End Datum eingeben über welchen Zeitraum kontrolliert werden soll. Mit Ok bestätigen. Es werden alle Läufe des Zeitraumes aufgelistet. Es besteht die Möglichkeit: Basislinie, Drift Calibration und QC zu vergleichen.

17. Löschen von Tables und Analysis

Datei-Datenbank-Service-Delete Table

Den zu löschenden Probenteller markieren, delete anwählen und die Frage: Sind Sie sicher, dass Sie Probenteller138 löschen wollen? Mit *ja* bestätigen.

Datei-Datenbank-Service-Delete Analysis

Die zu löschenden Analysenläufe markieren, Delete anklicken und die Sicherheitsabfragen mit *ja* bestätigen.

Gerät		Anleitungs-Nr.	Seite
SKALAR	<u>C</u> ontinuous <u>F</u> low <u>C</u> olorimeter SKALAR	SKALAR1.5	12

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.1 1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.01.2000

Titrator TIM900 der Fa. Radiometer mit automatischem Probengeber SAC80

für:

Elementbestimmungs-	AKALK37TIT1.1 AKALK40TIT1.1 AKALK43TIT1.1
Methoden	AKALK45TIT1.1

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Meßbetriebes	2
1. Vorbereitung für die Messung	2
2. Messung der Proben	3
3. Datendokumentation	5
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Meßbetrieb	5

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang:

/

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Tit</u> trator	TIT2.1 2

A. Routineablauf des Meßbetriebes

1. Vorbereitungen für die Messung:

Allgemeines:

- Rechner, Titrations-Manager, Autobürette und Sampler einschalten
- Kennwort: *BDF* mit *OK* bestätigen
- Das Programm *Tim Talk 9* mit Doppelklick mit der Maus auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Methode überprüfen: es wird die zuletzt benutzte Methode geladen. Sollte es nicht die Methode Alkalinität sein, über *Datei-Methode öffnen-Alkalinität-öffnen* die Methode aufrufen.

Bürette vorbereiten:

- Vorratsflasche der Bürette ggf. mit 0,01 M HCl auffüllen
- Vor der Messung werden durch gründliches Spülen des Systems Luftblasen aus Bürette, Schläuchen usw. entfernt. Hierzu den Programmpunkt:
Einstellungen-Bürette-Kontrollbürette Spülen aufrufen.

Der Spülvorgang besteht aus folgenden Schritten:

- Leeren in den Becher, $\frac{1}{4}$ der Bürette ist gefüllt, Leeren in den Becher,
- $\frac{1}{4}$ der Bürette ist gefüllt, leeren in den Becher
- die Bürette ist zur Hälfte gefüllt, Leeren in den Becher

Das Spülen dauert ca. 2 Minuten.

Füllen = Es wird der Kolben mit Säure aus der Vorratsflasche gefüllt

Leere in Becher (Dosierte Becher) = Dieser Vorgang dient zum Ausspülen des kontaminierten Reagenzes aus der Zugabespitze. Die Bürette wird mit maximaler Geschwindigkeit in den Becher entleert.

Leere in Flasche (Dosierte Flasche) = Mit Hilfe dieses Vorganges wird nicht gebrauchte Säure aus der Bürette in den Vorratsbehälter gepumpt.

Nach dem Spülvorgang diesen Menüpunkt durch anklicken des oberen rechten Kreuzes verlassen

Eichung der pH-Elektrode:

- Elektrode aus der 3 mol KCl nehmen und die Schutzkappe von der Elektrolyteinfüllöffnung entfernen. Überprüfen, ob die KCl Kristalle in der Elektrode verklumpt sind. Wenn ja, diese aus der Elektrode entfernen und Elektrode mit neuen Kristallen befüllen bis einige Kristalle in der Elektrode zu sehen sind d.h. sich nicht auflösen. Die Elektrode dann in die Halterung einbauen. In der Halterung befinden sich ausserdem der Temperaturfühler, der Rührer und die Zugabespitze. Darauf achten, dass die Elektrode tief genug eingebaut wurde, d.h. die Keramikstifte beim Eintauchen mit Lösung bedeckt sind, und der Rührer die Zugabespitze bei der Abgabe der Säure nicht behindert. Danach:

- *Einstellungen Elektrode* anklicken

Bei Signal *Auto* angekreuzt lassen und auf *Kalibriere* drücken.. Die Elektrode und den Temperaturfühler nach dem Abspülen mit demin. Wasser abtupfen (nicht trockenreiben), in den Puffer 1 mit dem pH Wert 7,00 eintauchen und mit *OK* bestätigen. Sobald sich der zu messende Wert stabilisiert hat, diesen mit *Akzeptieren* bestätigen.

Elektrode und den Temperaturfühler mit demin. Wasser abspülen, abtupfen und in den Puffer 2 mit dem pH Wert pH 4,00 eintauchen. Mit *OK Pufferlösung 2* bestätigen. Den Messwert *Akzeptieren* sobald dieser sich stabilisiert hat.

Nach der Eichung werden die Kalibrierungsdaten auf der linken Seite erneuert. Die Werte für die Empfindlichkeit und den Nullpunkt sollten folgende Werte nicht über- oder unterschreiten.

pH Nullpunkt: 5,8-7,5

Elektrodenempfindlichkeit: 90% - 103%

Liegen die Werte der Elektrode ausserhalb der Werte, so kann versucht werden die Elektrode zu regenerieren führt dies nicht zum Erfolg muss die Elektrode ausgetauscht werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.1	3

Nach der Eichung sollte zur Kontrolle z.B. ein 7,0 und ein 4,0 Puffer durch *Signal Messung* gemessen werden. Die Abweichung vom Sollwert sollte maximal +/- 0,02 betragen. Diesen Programmteil dann mit *Stop* beenden, und anschliessend diesen Menüpunkt über das obere rechte Kreuz verlassen.

Kontrolle des Titers der Säure:

A)

- Zur Kontrolle der Säure werden 20 ml 0.01 N NaOH-Lösung in einen kleinen Becher abpipettiert, Halter mit Elektrode, Temperaturfühler, Rührer und Zugabespitze in den Becher stecken.
- Im Hauptbildschirm 20 ml Volumen sowie laufende Nr. 1000 eingeben. Über *Start Aktuelle Methode* die Titration starten.
- Der Säureverbrauch bis zum pH-Wert von 7,0 sollte 20 +/- 0,5 ml betragen.

B)

- Zur Kontrolle der Säure können auch 10ml 0.005 M Na₂CO₃-Lösung (0,53 g/l) in einen Becher pipettiert werden. Den Halter mit der Elektrode, dem Temperaturfühler, dem Rührer und der Zugabespitze in den Becher stecken. Darauf achten, dass der Rührer sich bewegt.
- Im Hauptbildschirm 10 ml Volumen sowie laufende Nr. 1000 eingeben. Über *Start Aktuelle Methode* die Titration starten.
- Der Säureverbrauch bis zum pH-Wert von 4,5 sollte 10 +/- 0,3 ml betragen.
- Die Messung dauert ca. 20 Minuten.

Ist die Abweichung grösser sollte neue Säure angesetzt werden.

Die Na₂CO₃-Lösung sollte nicht älter als 2 Wochen sein und im Kühlschrank aufbewahrt werden.

2. Messung von Proben

Es werden nur Proben mit einem pH Wert über 4,50 titriert!

Probenteller abfüllen:

- 2 Gefässe mit demin. Wasser auf die Positionen 19 und 20 stellen, diese nach der Messung jedes Probentellers erneuern.
- In die Positionen 1 bis 18 können Gefässe mit Probenlösung gestellt werden. Hierzu mit einer Finnpipette (2-10 ml) jeweils 20ml Probe in die PE-Gefässe pipettieren. Die Pipettenspitze zwischen 2 Proben mit 10 ml Probenlösung vorspülen.

Probennummern eingeben:

- Im Programm *Datei Probenspeicher* wählen
- ▼ aufklappen und *Teller Nr. 1 Serie* anwählen
- Im blau unterlegtem Feld *Identifikation* die Hauptbuchnummern z.B. W20001 eingeben. Mit Pfeil ↓ die nächsten Hauptbuchnummern bis Position 18 eingeben. Darauf achten, dass bei Menge 20 und bei Faktor 1 steht, da diese Werte mit gespeichert werden und in der Auswertedatei mit den Verbrauchswerten verrechnet werden.
- Über *Datei-Speichern* die eingegebenen Daten speichern.
- Den Probenspeicher über das rechte obere Kreuz verlassen

Probenteller starten:

- *Einstellungen- Probenwechsler* anwählen. Einstellungen (1)

Methode	Alkalinität
Erster Becher	1
Letzter Becher	Anzahl der abpipettierten Proben eingeben und mit der Maus in die oberste Reihe klicken um die Eingabe zu bestätigen. Nicht die Enter Taste benutzen, da sich die Reihe erweitert und diese nur mit "ersetze" wieder gelöscht werden kann.
Spülbecher	2

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Tit</u> rat	TIT2.1	4

Spülzeit 5

Probenspeicher - Teller Nr. 1 Serie - laden

Bevor gestartet wird, muß kontrolliert werden, ob im geöffneten Fenster *Probenwechslerdaten* nur eine Methode Nr. aufgeführt ist.

- Danach mit der Maus *Start Probenwechsler* anwählen. Das Fenster *Start Probenwechsler Labor 1 Alkalinität in Becher 1 zu z.B. 18* (Becher 19 und 20 sind für die zwei Spüllösungen reserviert) mit *OK* bestätigen
- Der Teller wird abgearbeitet. Je nach pH Werten z. B. unter pH 5,00 dauert die Abarbeitung von 18 Proben ca. 1 ½ Stunden. Bei pH Werten über pH 8,00 dauert 1 Probe ca. 25 Minuten.
- Nach der Methodeninitialisierung erscheint die Titrationskurve der aktuellen Titration auf dem Bildschirm.

Hier bestehen folgende Möglichkeiten:

1. Die Titration über *stop* zu stoppen
2. Den nächsten Probenspeicher *Serien Messung Nr. 2* mit den entsprechenden Hauptbuch Nr. vorzubereiten und abzuspeichern.
3. Den Probenwechsler neu einzugeben und bereits neue Proben ab Position 1 messen zu lassen, und damit das Messende über das Tellerende zu verschieben. Z.b. von *Teller Nr. 1 Serie* Position 16-18 abzuarbeiten und danach *Teller Nr.2 Serie* ab Position 1-14 messen zu lassen. Dafür beim Spülvorgang Methodeninitialisierung die Messung abbrechen und über *Einstellungen Probenwechsler, Einstellungen 1* folgende Angaben eingeben: Erster Becher 16 und letzter Becher 18 bei *Teller Nr 1 Serie*.

Über Einfügen wird eine zweite Zeile hinzugefügt. Bei Probenspeicher *Teller Nr. 2 Serie* laden und die Angaben für die weiten Proben eingefügen: *Erster Becher 1 und letzter Becher 15* eingeben. Siehe Einstellungen 1.

Nr.	Methode	erster Becher	letzter Becher	Spülbecher	Spülzeit	Probenspeicher
1	Alkalinität	16	18	2	5	Teller Nr.1 Serie
2	Alkalinität	1	15	2	5	Teller Nr.2 Serie

Es werden zuerst die Positionen 16-18 und danach die Positionen 1-15 abgearbeitet.

Einstellungen 1

Methode	Alkalinität	Laden/Feld löschen
ErsterBecher	_____	
LetzterBecher	_____	
Spülbecher	2	
Spülzeit	5	
Probenspeicher	TellerNr.2 Serie	Laden/Feld löschen

Addieren (eine Nr. Reihe dazu)
Einfügen (kopiert Nr. Reihe dazu)
Ersetzen (löscht Nr.Reihe)

Danach erneut starten. Mit der Maus *Start Probenwechsler* anwählen.

Das Fenster *Start Probenwechsler Labor 1*

Alkalinität in Becher 16 zu 18

Alkalinität in Becher 1 zu 14 mit *OK* bestätigen

3. Datendokumentation

Ergebnisse bearbeiten und abspeichern in eine Übersichtsdatei:

- Laden und Aufrufen von gemessenen Proben:
Datei- Ergebnisse anklicken, über Parameterselktion Datum: z.B. > 19.5.00 eingeben und über *Liste erneuern* die Probenergebnisse die ab dem 19.5.2000 gemessen wurden laden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.1	5

Zum Sichtbarmachen der Ergebnisse einer Probe, eine Probennummer mit Doppelklick aufrufen. Es erscheint das Endergebnis der Titration. *Kurve* anklicken, um die Titrationskurve aufzurufen. Eine Kontrolle des Titrationsverlaufes ist über Anklicken von *alle Punkte* möglich. Es erscheinen sämtliche Messpunkte dieser Probe. Durch zweimaliges Schliessen können danach durch Anklicken von *Laden* weitere Proben aufgerufen werden. Mit nochmaligen *Schliessen* gelangt man zurück ins Hautmenü.

- Ausdrucken der Ergebnisse
Durch Wahl von *Datei- Ergebnisse- Datumeingabe* gewünschte Proben durch Markierung auswählen und über *Drucke Ergebnisse* ausdrucken lassen. Die erstellten Ausdrücke befinden sich am Laserdrucker im Flur. Die Ergebnisprotokolle abheften.
- Nach Beendigung der Serie die Ergebnisse in einer Übersichtsdatei abspeichern:
Dazu über *Datei Ergebnisse* die Proben der jeweiligen Serie aufrufen und blau markieren. Mit gedrückter Strg Taste können einzelne Probenergebnisse angewählt werden. Mehrere Probenergebnisse können mit der Grösser Taste blau markiert werden.
Nach dem Markieren *Übersichtsdatei* anklicken und mit dem Seriennamen z.B. W0500.SUM abspeichern. Der Pfad lautet H:/ labordaten\alkalinität\rohdaten\w0500.SUM
Zur weiteren Datenverarbeitung die Datei granrech.xls verwenden.
- Hierzu muss der Rechner mit labor und Kennwort: BDF gestartet worden sein.
- Das Granrech-Ikon anklicken. Es wird das Programm Excel aufgerufen.
- *Datei öffnen* anklicken. Als Dateityp: *Alle Dateien* wählen. Aus dem Verzeichnis H:\Labordaten\Alkalinität\Rohdaten die jeweilige Serie z.B. W1300.SUM auswählen und öffnen. Da es sich bei der Messwertdatei *.sum um keine Datei im Excel-Format handelt erscheint beim Öffnen der Datei der Text-Assistent. Zunächst einmal *weiter* anklicken, und danach das Texterkennungszeichen " auf *kein* ändern. Mit *Ende* den Text- Assistent beenden.
- Anschliessend die obere linke Ecke (Feld zwischen 1 und A) zum Markieren des gesamten Arbeitsblattes anklicken.
- *Bearbeiten Ersetzen* wählen, einmal die *Tab-Taste* drücken und die erscheinende Meldung: *alle ersetzen* bestätigen.
- Die markierten Daten über *Bearbeiten- Kopieren- Fenster- Granrech.xls* in das Register Rohdaten (s. unteren Bildschirm) in das Feld A1 durch anklicken *von Bearbeiten- Einfügen kopieren*.
- Bei dem Register *Verrechnungen* kontrollieren, ob der R-Faktor bei allen Proben 0,99 beträgt. Proben bei denen dies nicht der Fall ist müssen wiederholt werden.
- Diese Datei über *Datei- Speichern Verzeichnis H:\Labordaten\Alkalinität\fertig* z.B. W1300.xls
- Rechner über Start-Beenden-ok herunterfahren und ausschalten.
- Datenblätter abheften.

4. Ausschalten der Geräte:

Nach Abschluss aller Messungen werden die Pufferlösungen pH 4,00 und pH 7,00 als Kontrolle der Elektrode über *Einstellungen Elektrode Messung* gemessen und kontrolliert (Abweichung max. +/- 0,02).

Danach die Elektrode aus der Halterung nehmen, die Elektrolyteinfüllöffnung verschliessen und die Elektrode in 3 mol KCl aufbewahren. Den Titrations-Manager (Titrator), die Autobürette, den Sampler ausschalten. Den Rechner herunterfahren und ausschalten. Probengefässe mit demin. Wasser spülen und trocknen lassen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.1	6

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Meßbetrieb

1. Bevor eine Titration gestartet werden kann, muss kontrolliert werden, ob die folgenden Angaben im Hauptmenübildschirm eingegeben sind:

<u>Probendaten</u>		<u>Blank</u>
Probennummer	1000	Blankvolumen 0,0000
Probenidentifikation	0,005 mol Na ₂ CO ₃	<u>Titrant</u>
Probenmenge	10 ml	Salzsäure
Probenfaktor	1	<u>Rührzeit</u>
<u>Elektrode</u>	PHC30001-7 (1.11.99)	10 Sekunden

2. Vor der Messung ausserdem kontrollieren, ob die Geschwindigkeit am Rührer auf Stufe 6 eingestellt ist.
3. Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung/Kalibrierung stets öffnen.
pH-Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Meßwert verfälscht wird.
4. Bei der Messung muß das/die Diaphragma/en (Keramikstift) in der Elektrode von der Meßlösung bedeckt sein. Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Meßlösung liegen. Ist dies nicht der Fall, mit Elektrolytlösung nach den Angaben auf der Elektrode nachfüllen. Kontrollieren, ob KCl-Kristalle in der Elektrode sind und ob diese frei beweglich sind. Wenn nicht Kristalle nachfüllen.
5. Pufferlösung und Meßlösung sollten die gleiche Temperatur haben.
6. Bei der Eichung immer erst Puffer pH 7.0, dann Puffer pH 4.0 messen
7. Reinigung von Elektroden:
Eine Reinigung der Elektrode sollte durchgeführt werden, wenn die Elektrode träge geworden ist, d.h. sich der Meßwert langsam einstellt, oder die Steigung unter 95 % liegt.

Vorsicht: nur mit Handschuhen und Schutzbrille arbeiten. HF hinterläßt schwer heilende Wunden an Haut und Schleimhäuten.

- Die HF-Reaktivierungslösung in ein Plastikgefäß geben (kein Glas!!) und die Elektrode eine Minute in der Lösung bewegen.
 - Elektrode mit demin. Wasser abspülen
 - über Nacht in 3 mol/l KCl-Lösung aufbewahren
 - bei leichter Verschmutzung mit Spülmittel reinigen
8. ausgetrocknete Elektroden (mit Flüssigelektrolyten) müssen mindestens 24 Stunden in KCl-Lösung aufbewahrt werden, bevor sie wieder benutzt werden können.
 9. Die Eichung muß einmal vor Beginn der Messung durchgeführt werden, bei Abweichungen von $> \pm 0.02$ von den Sollwerten der Pufferlösungen, muß die pH-Eichung wiederholt werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.2	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 29.03.2007

Titrator TIM900 der Fa. Radiometer mit automatischem Probengeber SAC80

für:

Elementbestimmungs-	AKALK37TIT1.1 AKALK40TIT1.1 AKALK43TIT1.1
Methoden	AKALK45TIT1.1

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
2. Vorbereitungen für die Messung	2
2. Messung der Proben	4
3. Datendokumentation	5
4. Ausschalten der Geräte	5
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb	6
C. Datenverarbeitung mit dem Programm RelaqS und Datentransfer zum LIMS	7
D. Auswahl der Proben für die Alkalinitätsmessung	7

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten!

Anhang:

/

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.2 2

i. Routineablauf des Messbetriebes

1. Vorbereitungen für die Messung:

Allgemeines:

- Rechner, Titrations-Manager, Autobürette und Sampler einschalten
- Benutzername: *Labor*
- Kennwort: *BDF* mit *OK* bestätigen
- Das Programm *Tim Talk 9* mit Doppelklick mit der Maus auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Methode überprüfen: es wird die zuletzt benutzte Methode geladen. Sollte es nicht die Methode *Alkalinität* sein, über *Datei-Methode öffnen - Alkalinität - öffnen* die Methode aufrufen.

Bürette vorbereiten:

- Vorratsflasche mit 0,01 M HCl einen Tag vor der Messung aus dem Kühlschrank nehmen. Kontrollieren ob die Lösung klar ist, und gegebenenfalls neu ansetzen.
- Vor der Messung werden durch gründliches Spülen des Systems Luftblasen aus Bürette, Schläuchen usw. entfernt. Hierzu die 4 Spülbecher mit demin. Wasser füllen und den Programmpunkt:
Einstellungen - Bürette - Kontrollbürette aufrufen.
Beim Dosiervolumen 5,000 ml eingeben, da das Volumen des Kolbens der Dosiereinheit nicht gespeichert wird.
Der Spülvorgang besteht aus folgenden Schritten:
Füllen = statt der HCl kurz Luft ansaugen, danach wieder HCl bis die Bürette gefüllt ist.
Leere in Becher (Dosiere Becher) = Die Bürette wird mit maximaler Geschwindigkeit in den Becher entleert.
Den Vorgang des Füllens (ohne Luft Ansaugung) und Entleerens 3-mal durchführen
Nach dem Spülvorgang diesen Menüpunkt durch Anklicken des oberen rechten Kreuzes verlassen.

Eichung der pH-Elektrode:

- pH-Elektrode (Fa. Orion, Nr. 8104BNUWP) aus der Aufbewahrungslösung (Fa. Metrohm, Nr. 6.2323.000) nehmen und die Schutzkappe von der Elektrolyteinfüllöffnung entfernen.
- *Einstellungen Elektrode* anklicken.
Bei *Signal Auto* angekreuzt lassen und auf *Kalibriere* drücken. Die Elektrode und den Temperaturfühler nach dem Abspülen mit demin. Wasser abtupfen (nicht trockenreiben), in den Puffer 1 mit dem pH Wert 7,00 eintauchen, und mit *OK* bestätigen. Sobald sich der zu messende Wert stabilisiert hat, diesen mit *Akzeptieren* bestätigen.
Elektrode und Temperaturfühler mit demin. Wasser abspülen, abtupfen und in den Puffer 2 mit dem pH Wert pH 4,00 eintauchen. Mit *OK Pufferlösung 2* bestätigen. Den Messwert durch Anklicken von *Akzeptieren* bestätigen, sobald sich dieser stabilisiert hat.
Nach der Eichung werden die Kalibrierungsdaten auf der linken Seite durch die neuen Werte ersetzt. Die Werte für die Empfindlichkeit und den Nullpunkt sollten folgende Werte nicht über- oder unterschreiten:
pH Nullpunkt: 5,8-7,5
Elektrodenempfindlichkeit: 95%-102%
Liegen die Werte der Elektrode außerhalb der Werte so muss die Elektrode ausgetauscht werden.
Nach der Eichung sollte zur Kontrolle z.B. ein 7,0 und ein 4,0 Puffer unter *Signal Messung* gemessen werden. Die Abweichung vom Sollwert sollte maximal +/-0,02 betragen. Diesen Programmteil dann mit *Stop* beenden, und anschließend diesen Menüpunkt durch Anklicken des oberen rechten Kreuzes verlassen.

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.2 3

- Die Elektrode in die Halterung einbauen. In der Halterung befinden sich außerdem der Temperaturfühler, der Rührer und die Zugabespitze. Darauf achten, dass die Elektrode tief genug eingebaut wurde, d.h. das Keramikdiaphragma beim Eintauchen mit Lösung bedeckt sind, und der Rührer die Zugabespitze bei der Abgabe der Säure nicht behindert.

Kontrolle des Titers der Säure:

- Zur Kontrolle der Säure wird eine 0,05 M Na₂CO₃-Stammlösung hergestellt: 2,65g Na₂CO₃ p.a. auf 500 ml mit H₂O demin. auffüllen. Diese Lösung sollte nicht älter als 3 Monate werden!
2 ml der Stammlösung in einen 100 ml Kolben pipettieren und bis zum Eichstrich auffüllen (täglich erneuern).
- 20 ml von dieser Lösung in einen Probenbecher (PE-Gefäße) pipettieren. Hierzu mit einer Pipette (2-10 ml) jeweils 20 ml Probe in die PE-Gefäße pipettieren und titrieren.
- Im Programm *Datei Probenspeicher* wählen
- ▼ aufklappen und *Kontrolle* anwählen
- Hier muss im *Identifikationsfeld* Kontrolle eingetragen sein. Nach Möglichkeit sollten 2 Kontrollproben gemessen werden. Darauf achten, dass bei Menge 20 und bei Faktor 1 steht.
- Den Probenspeicher über das rechte obere Kreuz verlassen
- Einstellungen- Probenwechsler* anwählen. Einstellungen (1)

Methode	Alkalinität
Erster Becher	1
Letzter Becher	2
Spülbecher	2
Spülzeit	5
- Probenspeicher - Kontrolle - laden*
Bevor gestartet wird, muss kontrolliert werden, ob im geöffneten Fenster *Probenwechslerdaten* nur eine Methoden-Nr. aufgeführt ist.
- Danach *Start Probenwechsler* anwählen. Das Fenster *Start Probenwechsler Labor 1 Alkalinität in Becher 1 zu Anzahl der Proben* mit OK bestätigen.
- Nach der Methodeninitialisierung erscheint die Titrationskurve der aktuellen Titration auf dem Bildschirm.
 - Der Säureverbrauch bis zum pH-Wert von 4,5 sollte 4 ml +/- 0,15 ml betragen.
- Die Messung dauert ca. 10 Minuten.
Ist die Abweichung größer, sollte neue Säure angesetzt oder die Schläuche (1-mal im Jahr) erneuert werden.
Titer der Säure mit NaOH prüfen (alternativ zu Na₂CO₃).
 - Zur Kontrolle der Säure werden 20 ml 0.01 N NaOH-Lösung in einen kleinen Becher abpipettiert und titriert (s. unter Na₂CO₃).
 - Der Säureverbrauch bis zum pH-Wert von 7,0 sollte 20 +/-0,5 ml betragen.

2. Messung von Proben

Es dürfen nur Proben titriert werden, bei denen noch mindestens 100 ml vorhanden sind!

Es werden nur Proben mit einem pH Wert über 4,99 titriert!

Hierbei eine Vorauswahl der zu messenden Proben treffen (s. D). Zuerst alle Proben mit einem pH-Wert von 5,00-5,99 pH messen, danach alle Proben mit einem pH Wert von 6,00–7,00, und zuletzt alle Proben mit einem pH-Wert über 7,00.

Probenteller abfüllen:

- Pro Probe werden mit dem Dilutor 20 ml in die PE-Gefäße abgefüllt. Es werden jedoch nicht mehr als 2 Probentablets abgefüllt, da die Proben sonst zu lange stehen und Kohlendioxid aus der Luft aufnehmen könnten.

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titратор</u>	TIT2.2 4

Dilutor

1. 8 ml Probe ansaugen
2. 7 ml in den Abfall abgeben
3. 7 ml ansaugen
4. 7 ml in Becher abgeben
5. 7 ml ansaugen
6. 7 ml in Becher abgeben
7. 6 ml ansaugen
8. 6 ml in Becher abgeben
9. 1 ml in Abfall abgeben
10. automatisch mit demin. Wasser spülen

Probennummern eingeben:

- Im Programm *Datei Probenspeicher* wählen
- ▼ aufklappen und *Teller Nr. 1 Serie* anwählen
- Im blau unterlegten Feld *Identifikation* die Hauptbuchnummern z.B. 2008W02116 eingeben. Mit Pfeil ↓ die nächsten Hauptbuchnummern eingeben. (s. D: Die Daten aus der vorsortierten pH-Liste kopieren und mit *Inhalt einfügen* in die Liste einfügen) Darauf achten, das bei Menge 20 und bei Faktor 1 steht, da diese Werte mit gespeichert werden und in der Auswertedatei mit den Verbrauchswerten verrechnet werden.
- Es sollten nach der Messung von maximal 2 Proben-Tablets 1-2 Kontrollproben gemessen werden. Anstatt der Hauptbuchnummer wird für die Kontrollproben *Kontrolle* eingetragen.
- Über *Datei-Speichern* die eingegebenen Daten speichern (Dateiname: Seriennummer_Laufnummer.xls).
- Den Probenspeicher über das rechte obere Kreuz verlassen.

Probenteller starten:

- *Einstellungen- Probenwechsler* anwählen. Einstellungen (1)

Methode	Alkalinität
Erster Becher	1
Letzter Becher	Anzahl der zu titrierenden Probengefäße eingeben und mit der Maus in die oberste Reihe klicken um die Eingabe zu bestätigen. Nicht die Enter Taste benutzen, da sich die Reihe erweitert und diese nur mit "ersetze" wieder gelöscht werden kann.
Spülbecher	2
Spülzeit	5

Probenspeicher - Teller Nr. 1 Serie - laden

Bevor gestartet wird, muss kontrolliert werden, ob im geöffneten Fenster *Probenwechslerdaten* nur eine Methode Nr. aufgeführt ist.
- Danach mit der Maus *Start Probenwechsler* anwählen. Das Fenster *Start Probenwechsler Labor 1 Alkalinität in Becher 1 zu Anzahl der Proben* mit OK bestätigen.
- Der Teller wird abgearbeitet.
- Nach der Methodeninitialisierung erscheint die Titrationskurve der aktuellen Titration auf dem Bildschirm.
Hier bestehen folgende Möglichkeiten:
 4. Die Titration über *stop* zu stoppen,
 5. Den nächsten Probenspeicher *Serien Messung Nr. 2* mit den entsprechenden Hauptbuch Nr. vorzubereiten und abzuspeichern.
Den Probenwechsler neu einzugeben

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titration</u>	TIT2.2 5

3. Datendokumentation

Ergebnisse bearbeiten und abspeichern:

- Laden und Aufrufen von gemessenen Proben:
Datei-Ergebnisse anklicken, über Parameterselektion Datum: z.B. > 19.5.07 eingeben und über *Liste erneuern* die Probenergebnisse die ab dem 19.5.2007 gemessen wurden laden.
 Zum Sichtbarmachen der Ergebnisse einer Probe, eine Probennummer mit Doppelklick aufrufen. Es erscheint das Endergebnis der Titration. *Kurve* anklicken, um die Titrationskurve aufzurufen. Eine Kontrolle des Titrationsverlaufes ist über Anklicken von *alle Punkte* möglich. Es erscheinen sämtliche Messpunkte dieser Probe. Durch zweimaliges Schließen können danach durch Anklicken von *Laden* weitere Proben aufgerufen werden. Mit nochmaligem *Schließen* gelangt man zurück ins Hautmenü.
- Nach Beendigung der Serie die Ergebnisse in einer Übersichtsdatei abspeichern:
 Dazu über *Datei Ergebnisse* die Proben der jeweiligen Serie aufrufen und blau markieren. Mit gedrückter Strg Taste können einzelne Probenergebnisse angewählt werden. Mehrere Probenergebnisse können mit der Shift Taste blau markiert werden
 Nach dem Markieren *Übersichtsdatei* anklicken und mit dem Seriennamen z.B. 2006W00101.SUM abspeichern.
 Der Pfad lautet T:\Abt-D\relaqs\alka\2006W00101.SUM
 Zur weiteren Verarbeitung der Daten die Datei mit dem Programm Relaq3 bearbeiten.
 Siehe unter: C. Datenverarbeitung mit Relaq3 und Datentransfer zum LIMS

4. Ausschalten der Geräte:

Nach Abschluss aller Messungen werden die Pufferlösungen pH 4,00 und pH 7,00 als Kontrolle der Elektrode über *Einstellungen Elektrode Messung* gemessen und kontrolliert (Abweichung max. +/-0,02).

Danach die Elektrolyteinfüllöffnung verschließen und die Elektrode in der Aufbewahrungslösung aufbewahren. Den Titrations-Manager (Titration), die Autobürette und den Sampler ausschalten. Den Rechner herunterfahren und ausschalten. Probengefäße mit demin. Wasser spülen und trocknen lassen.

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb

1. Bevor eine Titration gestartet werden kann, muss kontrolliert werden, ob die folgenden Angaben im Hauptmenübildschirm eingegeben sind:

<u>Probendaten</u>		<u>Blank</u>
Probennummer	1000	Blankvolumen 0,0000
Probenidentifikation	0,05 mol Na ₂ CO ₃	<u>Titration</u>
Probenmenge	20ml	Salzsäure
Probenfaktor	1	<u>Rührzeit</u>
<u>Elektrode</u>	PHC30001-7 (1.11.99)	10 Sekunden

2. Vor der Messung außerdem kontrollieren, ob die Geschwindigkeit am Rührer auf Stufe 6 eingestellt ist.
3. Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung/Kalibrierung stets öffnen.
4. pH-Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Messwert verfälscht wird.
5. Bei der Messung muss das Diaphragma (Keramikstift) in der Elektrode von der Messlösung bedeckt sein. Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Messlösung liegen. Ist dies nicht der Fall, mit Elektrolytlö-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT2.2	6

sung nach den Angaben auf der Elektrode nachfüllen. Dieses nicht direkt vor der eigentlichen Benutzung sondern am Tag vorher oder 3 Stunden warten.

6. Pufferlösung und Messlösung sollten Zimmertemperatur haben.
7. Bei der Eichung immer erst Puffer pH 7.0, dann Puffer pH 4.0 messen.
8. Die Eichung muss einmal vor Beginn der Messung durchgeführt werden, bei Abweichungen von $> \pm 0.02$ von den Sollwerten der Pufferlösungen, muss die pH-Eichung wiederholt werden.

C. Datenverarbeitung mit dem Programm Relaqs und Datentransfer zum LIMS

- Im LIMS unter Untersuchungsmethode die Serie deren Proben gemessen wurden aufrufen und unter Dateneingabe das für die Titration pipettierte Volumen, in der Regel 20 ml und den Titer der Säure mit der titriert wurde, in der Regel 0,01, eingeben. Für leere Proben x eintragen.
- Im LIMS unter Messung die Serie deren Proben gemessen wurden aufrufen. Dann *Exportieren* wählen und unter *Parameter für den Lauf auswählen* AKALK45, AKALK43, AKALK40 und AKALK37 durch Anklicken markieren, dann das Icon zum Erzeugen der Gerätedatei: 21 anklicken. Es wird dann die Datei für die Datenverarbeitung der Messwerte mit dem Programm Relaqs erzeugt.
- Nach Messung der Proben, werden Dateien (*.SUM) durch das Programm des Titrators erstellt. Diese wie folgt bearbeiten:
- Rechner auf dem sich das Programm Relaqs befindet starten, Norton Commander aufrufen, unter T:\Abt-D\relaqs\alka\2006W00101.SUM die zu bearbeitende Datei suchen und in das Verzeichnis C:\relaqs\Titra\dbf kopieren (F5)
- Das Programm Relaqs starten: mit Namens Kürzel anmelden → Laborgerät wählen: Titra → Lauf importieren → Lauf auswählen → Import starten → im Relaqs Dateiformat speichern → zurück anklicken.
- Lauf öffnen → Datei anwählen → öffnen
- Kontrollieren ob Proben rot markiert sind, Proben evtl. wiederholen oder pH-Wert nachmessen
- Nach Bearbeitung Lauf exportieren → Ausdruck über drucken erstellen und diesen in die Serienmappe legen, Programm schließen
- LIMS öffnen → Messung → Dateneingabe → Seriennummer wählen → Einlesen der Geräte-Files, die Werte werden nun übertragen
- Im LIMS: Unter Dateneingabe von Hand, für Proben die nicht gemessen wurden für alle vier Titrationsschritte ein x eingeben. Nach dem Korrekturlesen einen Ausdruck erstellen und in die entsprechende Serienmappe legen.

D. Auswahl der Proben für die Alkalinitätsmessung

- Datei der pH-Messung Seriennummer.xls in Excel öffnen.
- Blattschutz aufheben
- Spalten, die nicht benötigt werden, herauslöschen
- Zeilen der Wiederholungsproben löschen
- Alle Zellen markieren und unter Daten - *Sortieren* - *Sortieren nach Spalte pH Wert (Aufsteigend)* sortieren.
- Alle Zeilen von Proben mit pH-Werten unter 5,00 löschen (Zeilen markieren und löschen).
- Proben mit zu geringer Wassermenge (weniger als 100 ml) löschen
- pH-Bereich: 5,00-6,00 markieren, *Daten - Sortieren - Sortieren nach Probennummer*
- pH-Bereich: 6,01-7,00 markieren, *Daten - Sortieren - Sortieren nach Probennummer*
- pH-Bereich: >7,01 markieren, *Daten - Sortieren - Sortieren nach Probennummer*

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>T</u>itrator	TIT2.2	7

- Liste ausdrucken (mit Zeilen und Spaltenüberschrift), anhand dieser Liste die Proben zur Messung der Alkalinität abfüllen s.o.
- Liste speichern unter: Dateiname: Alkliste in T:AbtID/
- Die Liste in das entsprechende Arbeitsblatt kopieren (s. Kapitel Probennummern eingeben).

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>T</u> itrator	TIT2.2	8

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT3.1 1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1.11.2009

Titrator TIM865 der Fa. Radiometer mit automatischem Probengeber SAC80

für:

Elementbestimmungs-	ALK37TIT2.1 ALK40TIT2.1 ALK43TIT2.1
Methoden	ALK45TIT2.1

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
1. Vorbereitungen für die Messung	2
2. Messung der Proben	4
3. Datendokumentation	5
4. Ausschalten der Geräte	5
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb	6
C. Datenverarbeitung mit dem Programm Relaq3 und Datentransfer zum LIMS	7
D. Auswahl der Proben für die Alkalinitätsmessung	7

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten!

Anhang:

/

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT3.1 2

A. Routineablauf des Messbetriebes

1. Vorbereitungen für die Messung:

Allgemeines:

- Rechner, Titrations-Manager (TIM 865) und Sampler einschalten
- Benutzername: *Labor*
- Kennwort: *bd* mit *OK* bestätigen
- Das Programm *Ttra Master* mit Doppelklick mit der Maus auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Mit den Kennwort login: *labor* und Passwort: *titrator* einloggen.
- Der TIM 865 muss im Betriebsmodus SAC Sequenz stehen.

Bürette vorbereiten:

- Vorratsflasche mit 0,01 M HCl einen Tag vor der Messung aus dem Kühlschrank nehmen. Kontrollieren ob die Lösung klar ist, und gegebenenfalls neu ansetzen. (0,01M Titrisol Salzsäure)
- Vor der Messung werden durch gründliches Spülen des Systems Luftblasen aus Bürette, Schläuchen usw. entfernt. Hierzu die 4 Spülbecher mit demin. Wasser füllen und direkt am TIM865 mit den Pfeilen im Reagenzregister auf das Symbol Flasche gehen. Unter dem Programmpunkt *7 Bürettenfunktion* kann man die Bürette Füllen, Entleeren, Durchfluten, Spülen, Bürette austauschen und Bürette entfernen.
- Zum entfernen der Luftblasen wählt man das Menü *3 Durchfluten*.
Nach dem Spülvorgang diesen Menüpunkt über *Esc* verlassen. Nun muss im Reagenzregister eine Sonne abgebildet sein.

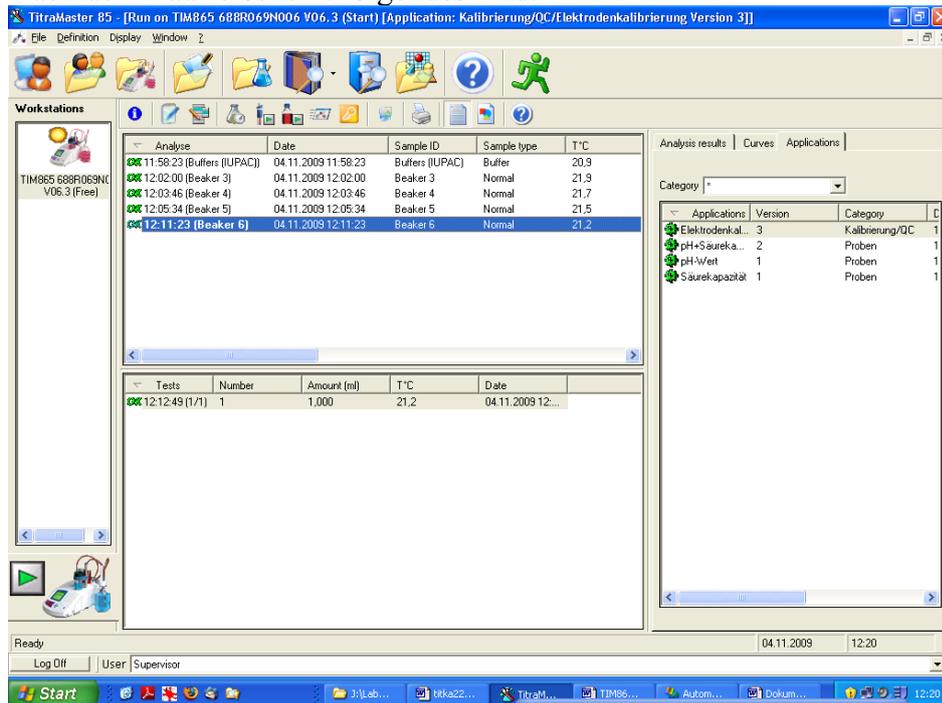
Alle weiteren Schritte werden am Computer im Programm *Tri Master* bearbeitet.

Eichung der pH-Elektrode und Kontrolle des Titers der Säure:

- pH-Elektrode (Fa. Orion, Nr. 8104BNUWP) aus der Aufbewahrungslösung (Fa. Metrohm, Nr. 6.2323.000) nehmen und die Schutzkappe von der Elektrolyteinfüllöffnung entfernen.
- Die Elektrode in die Halterung einbauen. In der Halterung befinden sich außerdem der Temperaturfühler, der Rührer und die Zugabespitze. Darauf achten, dass die Elektrode tief genug eingebaut wurde, d.h. die Keramikstifte beim Eintauchen mit Lösung bedeckt sind, und der Rührer die Zugabespitze bei der Abgabe der Säure nicht behindert.
- Puffer 1 mit dem pH Wert 7,00 (Fa. Merck Nr. 199002) und den Puffer 2 mit dem pH Wert pH 4,00 (Fa. Merck Nr. 199001) in das Rack an Position 1 und 2 stellen. An Position 3 und 4 Puffer 1 mit dem pH Wert 7,00 (Fa. Merck Nr. 1.09439) und den Puffer 2 mit dem pH Wert pH 4,00 (Fa. Merck Nr. 1.09435) als pH-Kontrolle stellen.
- An Position 5 und 6 kommt jeweils eine Kontrolle (siehe Ansetzen der Kontrolllösung zur Bestimmung des Titers der Säure).
- Im Programm TriMaster unter *Applications* den Punkt *Elektrodenkalibrierung* einmal anklicken. Alle Voreinstellung zur Kalibrierung und Kontrolle sind in dieser Applikation bereits abgespeichert (Mit Doppelklick auf *Elektrodenkalibrierung* sieht man die Voreinstellung).
- Auf den grünen Pfeil des Titration Manager zum Starten klicken.



Nach dem Lauf erscheint folgendes Bild:



Sollwerte der Eichung und des Titers der Säure:

- Die Werte für die Empfindlichkeit und den Nullpunkt sollten folgende Werte nicht über- oder unterschreiten:
 - pH Nullpunkt: 5,8-7,5
 - Elektrodenempfindlichkeit: 95%-102%
- Liegen die Werte der Elektrode außerhalb der Werte muss die Elektrode ausgetauscht werden.
- Eine korrekte Eichung wird unter *Analyse* mit einem grünen OK bestätigt.
- Die Abweichung der pH-Kontrollen vom Sollwert sollte maximal +/- 0,02 betragen.
- Am Bildschirm erscheint im Elektrodenregister eine Sonne. Ebenfalls bekommt der TIM 865 am Bildschirm im Tabellenblatt Workstation eine Sonne.
- Der Säureverbrauch der Kontrolle bis zum pH-Wert von 4,5 sollte 4 ml +/- 0,1 ml betragen.
- Sind alle Werte im Soll-Bereich werden diese unter *Analyse* mit einem grünen OK Bestätigt.

Ansetzen der Kontrolllösung:

- Zur Kontrolle der Säure wird eine 0,05 M Na₂CO₃-Stammlösung hergestellt: 2,65g Na₂CO₃ p.a. (Fa Merck Nr. 1.06392) mit H₂O demin. lösen und auf 500 ml mit H₂O demin. auffüllen. Diese Lösung wird im Kühlschrank aufbewahrt und sollte nicht älter als 3 Monate sein!
- ml der Stammlösung in einen 100 ml Kolben pipettieren und bis zum Eichstrich auffüllen. (täglich erneuern).
- 20 ml von dieser Lösung in einen Probenbecher (PE-Gefäße) pipettieren. Hierzu mit einer Pipette (2-10 ml) jeweils 20 ml Probe in die PE-Gefäße pipettieren.

Ist die Abweichung größer sollte neue Säure angesetzt, oder die Schläuche (1-mal im Jahr) erneuert werden.

2. Messung von Proben

Es dürfen nur Proben titriert werden, bei denen noch mindestens 100 ml vorhanden sind!

Es werden nur Proben mit einem pH Wert über 4,99 titriert!

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrat</u> or	TIT3.1 4

Hierbei eine Vorauswahl der zu messenden Proben treffen (s. D). Zuerst alle Proben mit einem pH-Wert von 5,00-5,99 pH messen, danach alle Proben mit einem pH Wert von 6,00–7,00, und zuletzt alle Proben mit einem pH-Wert über 7,00 messen.

Probenteller abfüllen:

- Pro Probe werden mit dem Dilutor 20 ml in die PE-Gefäße abgefüllt. Es stehen 2 Probetabletts mit je 42 Proben zur Verfügung. Die Proben sollten nicht zu lange an der Luft stehen, da sie sonst Kohlendioxid aus der Luft aufnehmen könnten.

Dilutor

- 8 ml Probe ansaugen
- 7 ml in den Abfall abgeben
- 7 ml ansaugen
- 7 ml in Becher abgeben
- 7 ml ansaugen
- 7 ml in Becher abgeben
- 6 ml ansaugen
- 6 ml in Becher abgeben
- 1 ml in Abfall abgeben
- automatisch mit demin. Wasser spülen

Dateiname vergeben:

Unter *File--General setup –File Name ·Manuel* den aktuellen Dateinamen vergeben.

Hier ist auch der Pfad für den *Automatic export* angegeben.

Probennummern eingeben und Probenteller starten:

- Eine Liste (Probennummer-Datei) mit den zu pipettierenden Hauptbuchnummern in Excel (.xls) erstellen. In der Liste dürfen nur in Spalte A die Hauptbuchnummern stehen. Es sollten am Ende der Messung 2 Kontrollproben gemessen werden. Anstatt der Hauptbuchnummer wird für die Kontrollproben *Kontrolle* eingetragen.
- Unter *Applications* den Punkt *pH+Säurekapazität* doppelt anklicken. Unter *Samples* wird mit Doppelklick die Anzahl der Proben (Becher) unter *Number of samples* eingegeben. Mit OK bestätigen.
- Auf dem Button Probentabelle (sample stack) klicken.



- Unter *Imporation file...suchen* die Probennummern- Datei suchen und mit *Update* einlesen.
- Im Tabellenblatt erscheinen nun die Hauptbuchnummern der zu pipettierenen Proben.
- Auf den grünen Pfeil des Titration Managers zum Starten klicken.



- Der Teller wird abgearbeitet.
- Zuerst wird der pH-Wert der Probe gemessen, anschließend wird bis zu den pH-Werten 4.5, 4.3, 4.0 und 3.7 titriert.
- Es erscheint am Bildschirmrand im Tabellenblatt *Curve* die aktuelle Titrationskurve mit den EP.
- Nach der Messung kann man sich unter *Analysis results* die Ergebnisse anschauen. Unter *Curve* sieht man die Titrationskurven.

3. Datendokumentation

Ergebnisse bearbeiten und abspeichern:

Die Ergebnisse werden automatisch im Verzeichnis J:\Labor\relaqs\titra\ im txt-Format abgespeichert. Zur weiteren Verarbeitung der Daten die Datei mit dem Programm Relaq5 bearbeiten. Siehe unter: **C. Datenverarbeitung mit Relaq5 und Datentransfer zum LIMS**

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT3.1	5

4. Ausschalten der Geräte:

Nach Abschluss aller Messungen werden die Pufferlösungen pH4,0 und 7,0 als Kontrolle der Elektrode gemessen und kontrolliert.

Die Elektrode verschließen und in der Aufbewahrungslösung stellen. Den TIM 865 und den Sampler ausschalten. Das Programm unter *File--Quit* oder auf dem Button grünes Männchen klicken und beenden. Den Rechner herunterfahren und ausschalten. Probengefäße mit demin. Wasser spülen und trocknen lassen.

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb

1. Folgende Symbole zeigt das Display am TIM865 :



Sonnenschein-Symbol:

Alles ist in Ordnung! Die Methode oder Sequenz kann ausgeführt werden.

Sonnenscheinsymbole sind erforderlich, um die Methode ausführen zu können.



Wolken-Symbol:

Innerhalb 12 oder 24 Stunden sind Arbeiten am System erforderlich, zum Beispiel eine Kalibrierung und/oder ein Austausch der Reagenzflasche.



Sturm-Symbol:

Das Kalibrierungsdatum einer der Elektroden oder eines Reagenz des Systems ist abgelaufen oder eine Elektrode oder ein Reagenz ist nicht installiert



Fragezeichen:

Es liegt ein Programmfehler vor oder ein Reagenz und/oder eine Elektrode sind in der gewählten Methode nicht definiert.

Die Programmierung der Methode überprüfen.

2. In den Einstellungen sind folgende Daten eingegeben, welche nicht verändert werden sollen:

<u>Probendaten</u>		<u>Blank</u>
Probennummer		Blankvolumen 0,0000
Probenidentifikation	0,05 mol Na ₂ CO ₃	<u>Titrant</u>
Probenmenge	20ml	Salzsäure 0,01M
Probenfaktor	1	<u>Rührzeit</u>
<u>Elektrode</u>	ORION 8104BN	10 Sekunden

3. Vor der Messung außerdem kontrollieren, ob die Geschwindigkeit am Rührer auf Stufe 6 eingestellt ist.

4. Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung/Kalibrierung stets öffnen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT3.1	6

5. pH-Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Messwert verfälscht wird.
6. Bei der Messung muss das Diaphragma (Keramikstift) in der Elektrode von der Messlösung bedeckt sein. Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Messlösung liegen. Ist dies nicht der Fall, mit Elektrolytlösung nach den Angaben auf der Elektrode nachfüllen. Dieses nicht direkt vor der eigentlichen Benutzung sondern am Tag vorher oder 3 Stunden warten.
7. Pufferlösung und Messlösung sollten Zimmertemperatur haben.
8. Bei der Eichung immer erst Puffer pH 7.0, dann Puffer pH 4.0 messen.
9. Die Eichung muss einmal vor Beginn der Messung durchgeführt werden, bei Abweichungen von $> \pm 0.02$ von den Sollwerten der Pufferlösungen, muss die pH-Eichung wiederholt werden.

C. Datenverarbeitung mit dem Programm Relaq und Datentransfer zum LIMS

- Im LIMS unter Untersuchungsmethode die Serie deren Proben gemessen wurden aufrufen und unter Dateneingabe das für die Titration pipettierte Volumen, in der Regel 20 ml und den Titer der Säure mit der titriert wurde, in der Regel 0,01, eingeben. Für leere Proben x eintragen.
- Im LIMS unter Messung die Serie deren Proben gemessen wurden aufrufen. Dann *Exportieren* wählen und unter *Parameter für den Lauf auswählen* ALK45, ALK43, ALK40 und ALK37 durch Anklicken markieren, dann das Icon zum Erzeugen der Gerätedatei: 21 anklicken. Es wird dann die Datei für die Datenverarbeitung der Messwerte mit dem Programm Relaq erzeugt.
- Nach Messung der Proben, werden Dateien (*.txt) durch das Programm des Titrators erstellt. Diese wie folgt bearbeiten:
- Rechner auf dem sich das Programm Relaq befindet starten, freeCommander aufrufen, unter J:\Labor\relaq\titra\2009W060.txt die zu bearbeitende Datei suchen und in das Verzeichnis C:\relaq\titra\dbf kopieren (F5)
- Das Programm Relaq starten: mit Namens Kürzel anmelden → Laborgerät wählen: Titra → Lauf importieren → Lauf auswählen → Import starten → im Relaq Dateiformat speichern → zurück anklicken.
- Lauf öffnen → Datei anwählen → öffnen
- Kontrollieren ob Proben rot markiert sind, Proben evtl. wiederholen oder pH-Wert nachmessen
- Nach Bearbeitung Lauf exportieren → Ausdruck über drucken erstellen. Das Programm schließen
- LIMS öffnen → Messung → Dateneingabe → Seriennummer wählen → Einlesen der Geräte-Files, die Werte werden nun übertragen
- Im LIMS: Unter Dateneingabe von Hand, für Proben die nicht gemessen wurden für alle vier Titrationsschritte ein x eingeben. Nach dem Korrekturlesen einen Ausdruck erstellen und mit den Relaq-Ausdruck die entsprechende Serienmappe legen.

D. Auswahl der Proben für die Alkalinitätsmessung

- Datei mit den gemessenen pH-Werten in Excel öffnen. (aus T:Abt-D/relaq/pH)
- Blattschutz aufheben
- Es werden die Spalten mit den laufenden Nummern, Probennummern und pH-Wert benötigt. Die restlichen Spalten können gelöscht werden.
- Zeilen der Wiederholungsproben löschen

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT3.1	7

- Alle Zellen markieren und unter *Daten-Sortieren-Sortieren nach Spalte pH Wert (Aufsteigend)* sortieren.
- Alle Zeilen von Proben mit pH-Werten unter 5,00 löschen (Zeilen markieren und löschen).
- Proben mit zu geringer Wassermenge (weniger als 100 ml) löschen
- pH-Bereich: 5,00-6,00 markieren, *Daten - Sortieren - Sortieren nach Probennummer*
- pH-Bereich: 6,01-7,00 markieren, *Daten - Sortieren - Sortieren nach Probennummer*
- pH-Bereich: >7,01 markieren, *Daten - Sortieren - Sortieren nach Probennummer*
- Liste ausdrucken (mit Zeilen und Spaltenüberschrift), anhand dieser Liste die Proben zur Messung der Alkalinität abfüllen s.o.
- Die Liste nur mit den Hauptbuchnummern in Excel abspeichern. Sie wird unter Probentabelle als Update eingelesen. (s. Kapitel Probennummern eingeben).

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>T</u> itrator	TIT3.1	8

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT4.1 1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 1.04.2011

Titrator TIM865 der Fa. Radiometer mit automatischem Probengeber SAC80

für:

Elementbestimmungs-	HAHKTIT2.1 SASKTIT2.1
Methoden	

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
1. Vorbereitungen für die Messung	2
2. Messung der Proben	3
3. Datendokumentation	4
4. Ausschalten der Geräte	4
B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb	4

Wichtiger Hinweis:



Die unter B. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten!

Anhang:

/

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titrator</u>	TIT4.1 2

A. Routineablauf des Messbetriebes

1. Vorbereitungen für die Messung:

Allgemeines:

- Rechner, Titrations-Manager (TIM 865) und Sampler (SAC90) einschalten
- Benutzername: *Labor*
- Kennwort: *ddf* mit *OK* bestätigen
- Das Programm *Ttra Master* mit Doppelklick auf das entsprechende Icon aufrufen.
- Mit dem Kennwort login: *labor* und Passwort: *titrator* einloggen.
- Der TIM 865 muss im Betriebsmodus SAC Sequenz stehen.

Bürette vorbereiten:

- Vorratsflasche (für den H-Wert mit 0,1M HCl, für den S-Wert 0,1M NaOH) einen Tag vor der Messung aus dem Kühlschrank nehmen. Kontrollieren, ob die Lösung klar ist, und gegebenenfalls neu ansetzen.
- Es wird mit TIM 2 gearbeitet. Wechsel von TIM 1 (Grundeinstellung) auf TIM 2 (TIM 1 = 10ml Bürette / TIM 2 = 25ml Bürette):
Reagenzien Menü anwählen
Bürettenfunktion 7 Adresse ändern: TIM2
Reagenz-Register
Reagenzien installieren - Flasche austauschen *OK*
Zur Wahl eines Reagenzes aus der Liste: NaOH 0,1M oder 0,1M HCl anwählen, alles mit 1 bestätigen.
Becher unter die Dosierspitze stellen, mit *OK* bestätigen. *Bürette entleeren Reagenzienflasche entfernen*. Bürette wird gefüllt
Reagenzienflasche installieren Mit *OK* bestätigen. Bürette wird durchflutet.
Tipp: Wenn die Titrierlösung in der Auswahl am TIM 865 fehlt, am Rechner die richtige Applikation wählen und auf *Reagent calibration* klicken. Es wird eine Verbindung zum TIM 865 hergestellt.
- Vor der Messung werden durch gründliches Spülen des Systems Luftblasen aus Bürette, Schläuchen etc. entfernt. Hierzu die 3 Spülbecher mit demin. Wasser füllen und direkt am TIM865 mit den Pfeilen im Reagenzregister auf das Symbol Flasche gehen. Unter dem Programmpunkt 7 *Bürettenfunktion* kann man die Bürette Füllen, Entleeren, Durchfluten, Spülen, Austauschen oder Entfernen.
- Zum Entfernen der Luftblasen aus der Bürette und den Schläuchen wählt man das Menü 3: *Durchfluten*.
Nach dem Spülvorgang diesen Menüpunkt über *Esc* verlassen. Danach muss im Reagenzregister eine Sonne abgebildet sein.

Alle weiteren Schritte werden am Computer im Programm *Tri Master* bearbeitet.

Eichung der pH-Elektrode und Kontrolle des Blindwertes:

- pH-Elektrode (Fa. Orion, Nr. 8104BNUWP) aus der Aufbewahrungslösung (Fa. Metrohm, Nr. 6.2323.000) nehmen und die Schutzkappe von der Elektrolyteinfüllöffnung entfernen.
- Die Elektrode in die Halterung einbauen. In der Halterung befinden sich außerdem der Temperaturfühler, der Rührer und die Zugabespitze. Darauf achten, dass die Elektrode tief genug eingebaut wurde, d.h. die Keramikstifte beim Eintauchen mit Lösung bedeckt sind, und der Rührer die Zugabespitze bei der Abgabe der Säure nicht behindert.
- Puffer 1 mit dem pH Wert 7,00 (Fa. Merck Nr. 199002) und den Puffer 2 mit dem pH Wert pH 4,00 (Fa. Merck Nr. 199001) in das Rack an Position 1 und 2 stellen. An Position 3 und 4 Puffer 1 mit dem pH Wert 7,00 (Fa. Merck Nr. 1.09439, Tüte) und den Puffer 2 mit dem pH Wert pH 4,00 (Fa. Merck Nr. 1.09435, Tüte) als pH-Kontrolle stellen.

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Titration</u>	TIT4.1 3

- An Position 5 und 6 20ml der 0,1M NaOH (H-Wert) bzw. 0,1M HCl (S-Wert) stellen.
- Im Programm TriMaster unter *Applications* den Punkt *Kalibrierung HCl* (für den H-Wert) oder *Kalibrierung NaOH* (für den S-Wert) einmal anklicken. Alle Voreinstellung zur Kalibrierung und Kontrolle sind in dieser Applikation bereits abgespeichert (Mit Doppelklick auf *Kalibrierung HCl* oder *Kalibrierung NaOH* sieht man die Voreinstellung).
- Den grünen Pfeil des Titration Managers zum Starten anklicken.

Sollwerte der Eichung :

- Die Werte für die Empfindlichkeit und den Nullpunkt sollten folgende Werte nicht über- oder unterschreiten:
pH Nullpunkt: 5,8-7,5
Elektrodenempfindlichkeit: 90%-103%
- Liegen die Werte der Elektrode außerhalb der Werte muss die Elektrode ausgetauscht werden. Eine korrekte Eichung wird unter *Analyse* mit einem grünen *OK* bestätigt.
- Die Abweichung der pH-Kontrollen vom Sollwert sollte maximal +/- 0,02 betragen. Am Bildschirm erscheint im Elektrodenregister eine Sonne. Ebenfalls bekommt der TIM 865 am Bildschirm im Tabellenblatt Workstation eine Sonne.

2. Messung von Proben

Proben abfüllen:

- Pro Probe werden mit der Pipette 20 ml in die PE-Gefäße abgefüllt. Es stehen 2 Probentabletts mit je 42 Positionen zur Verfügung. Die Proben sollten nicht zu lange an der Luft stehen, da sie sonst Kohlendioxid aus der Luft aufnehmen könnten.

Dateiname vergeben:

- Unter *File--General setup -File Name-Manuell* den aktuellen Dateinamen vergeben. Hier ist auch der Pfad für den *Automatic export* angegeben.

Probennummern eingeben und Probenteller starten:

- Eine Liste (Probennummer-Datei) mit den zu pipettierenden Hauptbuchnummern in Excel (.xls) erstellen. In der Liste dürfen nur in Spalte A die Hauptbuchnummern stehen.
- Unter *Applications* den Punkt *Kappen-Adrian HCl* oder *Kappen-Adrian NaOH* doppelt anklicken. Unter *Samples* wird mit Doppelklick die Anzahl der Proben (Becher) unter *Number of samples* eingegeben. Mit *OK* bestätigen.
- Auf den Button Probentabelle (sample stack) klicken.
- Unter *Importation file ...suchen* die Probennummern- Datei suchen und mit *Update* einlesen.
- Im Tabellenblatt erscheinen nun die Hauptbuchnummern der zu pipettierenen Proben.
- Auf den grünen Pfeil des Titration Managers zum Starten klicken.
- Der Teller wird abgearbeitet.
- Die Proben werden beim H-Wert mit 0,1M HCl bis zum pH-Wert 6,0 titriert. Beim S-Wert werden die Proben mit 0,1M NaOH bis zum pH-Wert 5,2 titriert.
- Es erscheint am Bildschirmrand im Tabellenblatt *Curve* die aktuelle Titrationskurve mit den EP (Endpunkten).
- Nach der Messung kann man sich unter *Analysis results* die Ergebnisse anschauen. Unter *Curve* sieht man die Titrationskurven.

3. Datendokumentation

Ergebnisse bearbeiten und abspeichern:

Die Ergebnisse werden automatisch im Verzeichnis J:\Labor\relaqs\titra\ im txt-Format abgespeichert. Zur weiteren Verarbeitung siehe Methodenbeschreibungen der Untersuchungsmethoden akkah11b.doc und akkas11b.doc: Auswertung/Datendokumentation.

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TIT	<u>Tit</u> rat <u>or</u>	TIT4.1 4

4. Ausschalten der Geräte:

- Nach Abschluss aller Messungen werden die Pufferlösungen pH 4,0 und 7,0 als Kontrolle der Elektrode gemessen und die Messwerte kontrolliert.
- Die Einfüllöffnung der Elektrode verschließen und die Elektrode in die Aufbewahrungslösung stellen.
- Vor dem Ausschalten die Schläuche von TIM 2 s.o. mit Wasser spülen.
- Den TIM 865 und den Sampler ausschalten. Das Programm unter *File--Quit*, oder durch Klicken auf den Button: grünes Männchen beenden. Den Rechner herunterfahren und ausschalten.
- Probengefäße mit demin. Wasser spülen und trocknen lassen.

B. Zu beachtende Details und Besonderheiten für den Messbetrieb

1. Folgende Symbole zeigt das Display am TIM865 :



Sonnenschein-Symbol:

Alles ist in Ordnung! Die Methode oder Sequenz kann ausgeführt werden.

Das Sonnenscheinsymbol ist erforderlich, um eine Methode ausführen zu können.



Wolken-Symbol:

Innerhalb 12 oder 24 Stunden sind Arbeiten am System erforderlich, zum Beispiel eine Kalibrierung und/oder ein Austausch der Reagenzflasche.



Sturm-Symbol:

Das Kalibrierungsdatum einer der Elektroden oder eines Reagenz des Systems ist abgelaufen oder eine Elektrode oder ein Reagenz ist nicht installiert.



Fragezeichen:

Es liegt ein Programmfehler vor oder ein Reagenz und/oder eine Elektrode sind in der gewählten Methode nicht definiert. Die Programmierung der Methode muss überprüft werden.

2. Vor der Messung kontrollieren, ob die Geschwindigkeit am Rührer auf Stufe 6 eingestellt ist.
3. Bei Elektroden mit Flüssigelektrolyten, die Elektrolytnachfüllöffnung vor der Messung/Kalibrierung stets öffnen.
4. pH-Elektrode nie trockenreiben, nur abtupfen, da sie sich sonst elektrostatisch auflädt, wodurch der Messwert verfälscht wird.
5. Bei der Messung muss das Diaphragma (Keramikstift) in der Elektrode von der Messlösung bedeckt sein. Der Flüssigkeitsstand des Elektrolyten sollte mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsstand der Messlösung liegen. Ist dies nicht der Fall, mit Elektrolytlösung nach den Angaben auf der Elektrode nachfüllen. Dieses nicht direkt vor der Messung, sondern am Tag oder 3 Stunden vor der Messung durchführen.
6. Pufferlösung und Messlösung sollten Zimmertemperatur haben.
7. Bei der Eichung immer erst Puffer pH 7,0, dann Puffer pH 4,0 messen.
8. Die Eichung muss einmal vor Beginn der Messung durchgeführt werden, bei Abweichungen von $> \pm 0.02$ von den Sollwerten der Pufferlösungen, muss die pH-Eichung wiederholt werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.1	1

Datum: 01.01.1999

Gerätekurzanleitung:

Total Organic Carbon Analyser (DIMATOC 100, Fa. Dimatec) mit Stickstoffdetektor und automatischem Probengeber (222, Fa. Gilson)

für:

Elementbestimmungs- methoden	CCanorgTOC3.1, CCgesTOC3.2, CCorgTOC3.1, NNgesTOC2.1
---------------------------------	--

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Meßbetriebes	2
I. Vorbereitungen für die Messung	2
II. Messung von Proben	3
III. Ausdrucken von Messergebnissen	7
IV. Erstellen von Messwertdateien	8
V. Ausschalten des Gerätes	8
B. Eichung	9
C. Wartung und Pflege	
1. Austausch des TC-Katalysators	10
2. Austausch des IC-Katalysators	11
3. Austausch des Halogenabsorbers am IC- und TC-Messkanal	11
4. Austausch des N-Konverters und des Ozonabsorbers am N-Messgerät	12
5. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleissteilen	13
6. Dichtigkeitsprüfung	13
7. Beseitigung von Verstopfungen	14
8. Überprüfung der Nadelposition	15

Wichtiger Hinweis:



Die unter C. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang:

Anhang 1: Software-Überblick

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.1	2

A. Routineablauf des Messbetriebs

I. Vorbereitungen für die Messung

1. Die Sauerstoffflasche im Gasfläschenschrank und den Gaszugang am Druckminderer am Labortisch aufdrehen. Den Vordruck am Druckminderer am Labortisch auf 4,5-5,0 bar einstellen. Anschliessend 15 Min. warten, damit das ganze Gerät (Gasleitungen, Katalysator etc. vollständig durchgespült ist).
2. Überprüfen, ob noch ausreichend Druckerpapier im Drucker ist, Drucker und Rechner einschalten.
3. Überprüfen, ob noch genug Phosphorsäure 1:1 (42,5 %ig) im IC-Reagenzbehälter (ganz rechts im 3er Rack) ist und ob noch genug 10 %ige HCl im OC-Reagenzbehälter (mittlere Position im 3er Rack) ist, falls organischer Kohlenstoff gemessen werden soll. Die IC-Reagenzlösung sollte täglich erneuert werden.
4. Kontrollieren, ob sich die Füllung der zwei Halogenabsorberrohre an der rechten Seite des Gerätes verfärbt hat. Die Bronzeplättchen (gold) dürfen sich zu nicht mehr als 2/3 grün, die Zinkplättchen (silber) zu nicht mehr als 2/3 weiß verfärbt haben. Sollte dies der Fall sein, die Füllung austauschen.
5. Kontrollieren, ob die rote Alarmdiode für die Kühlertemperatur (Kühler, Alarm) leuchtet. Diese befindet sich vorne am Gerät und sollte ca. 15 Minuten nach dem Einschalten des Gerätes erloschen sein, die grüne Kontrolllampe vorne am Gerät muss in jedem Fall leuchten. Leuchtet die rote Kontrolllampe, oder leuchtet die grüne Lampe nicht, so ist der Kühler defekt und es dürfen keine Messungen durchgeführt werden, da sonst die IR-Messzelle durch eintretendes Wasser beschädigt werden kann. Der Kühler muss dann durch den Kundendienst ausgetauscht werden.
6. Kontrollieren, ob sich der Ablaufschlauch vom Spülgefäss für die Nadel im Abfluss des Labortisches befindet. Das Spülwasser täglich erneuern (MilliQ Gradient A10) und die Flasche mit Parafilm vollständig abdecken.
7. Kontrollieren, ob der Druck am Manometer des Dilutors auf 1 bar eingestellt ist. Die Menge des abgegebenen Gases, beim Entgasen von angesäuerten Proben für die OC-Messung, kann am Nadelventil des Dilutors verändert werden, wenn die abgegebene Gasmenge während der Ausgasungsperiode zu hoch ist.
8. Das Blindwassergefäss (ganz linke Position im 3er Rack) mit frischen H₂O demin. aus der Reinstwasseranlage für C-freies Wasser (Milli Q Gradient A10) befüllen.
9. Zuerst den Hauptschalter am N-Detektor und die Heizung des Detektors durch Hereindrücken des Einschubs einschalten, erst dann den Ozongenerator einschalten (Reihenfolge unbedingt beachten und den Ozongenerator niemals ohne Gasfluss einschalten!). War der Detektor vollständig ausgeschaltet, so braucht er eine Stunde bis er sich stabilisiert hat und mit den Messungen begonnen werden kann. War nur der Ozongenerator und nicht der Hauptschalter ausgeschaltet, was bei kürzeren Messpausen (z.B. ein Wochenende) sinnvoll ist, so beträgt die Stabilisierungszeit ca. 15 Minuten.
10. Die Heizung des IC- und TC-Kanals durch Hereindrücken der Einschübe an der Frontseite des Gerätes einschalten (Die Heizungen niemals ohne Gasfluss einschalten!).
11. Anschliessend warten bis die Temperaturen an N-Detektor (330 °C), IC- (160 °C) und TC-Kanal (850 °C) erreicht sind.
12. Dann die Wasserstände in den Kondensatsammelgefässen (rechte Seite) kontrollieren. Sie sollten kurz unterhalb des Ablaufrohres sein. Ist dies der Fall, kann durch kurzzeitiges Zuhalten der Schläuche zwischen Absorbergefässen und IR-Detektor eine schnelle Dichtigkeitsprüfung durchgeführt werden, die vor Beginn der Messung in jedem Fall durchgeführt werden sollte. Ist das Gerät dicht tritt Wasser aus dem Rohr des Kondensatsammelgefässes aus.
13. Anschliessend sollte eine Konditionierung des TC-Kanals durchgeführt werden. Hierzu den Computer und den Drucker einschalten. Es erscheint ein Fenster mit dem Icon (Bildchen) TOC-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u>	TOC3.1	3

Steuerprogramme. Durch Doppelklick auf dieses Icon wird das TOC-Steuerprogramm aufgerufen und es erscheint das Fenster *Dimatoc-Kommunikationsinterface Vers. 1.0*, welches mit *OK* bestätigt werden muss. Danach sollte die Rackdarstellung mit den blauen Fläschchen erscheinen. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche öffnet sich ein Fenster in dem die **Konditionierung des TC-Kanals** (9. Punkt) durch Doppelklick mit der linken Maustaste gewählt werden kann. Diese sollte vor jeder Messung zweimal durchgeführt werden. Bei der Konditionierung wird Wasser aus dem Spülwassergefäß oder Wasser aus einem Probengefäß in das TC-Katalysatorrohr injiziert, um den Katalysator zu waschen.

14. Nach längerem Stillstand des Gerätes kann der Gasdruck ausserhalb des Bereichs $4,0 \text{ bar} \pm 0,1$ liegen. Es sollten dann einige Standards verschiedener Konzentration gemessen werden um zu überprüfen ob sich der Druck normalisiert und ob der Katalysator noch in Ordnung ist. Normalisiert sich der Gasdruck nicht, so muss er am Gerät auf $4,0 \text{ bar} \pm 0,1$ eingestellt werden. Hierzu die Schraube am Reglerknopf lösen, den Druck einstellen und die Schraube wieder festziehen. Danach sollte die Unterkante der Kugel des Durchflussmessers einen Fluss von 10 l/h anzeigen. Nach dem Einstellen des Drucks noch mal Standards verschiedener Konzentration messen. Stimmen die Standards nicht, d.h. ist die Abweichung grösser als 5 %, so muss neu geeicht werden, bzw. bei starken Minderbefunden bei TC- oder OC-Messungen der TC- Katalysator gewechselt werden.
15. Danach kann mit der Messung von Proben begonnen werden

II. Messung von Proben

Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Es erscheint ein Fenster mit folgenden Punkten:

1. Probentabelle bearbeiten
2. Rackbelegung ausdrucken
3. Blindwert messen
4. Alle Proben im Rack messen
5. Rack weiter abarbeiten
6. Ergebnisse neu berechnen
7. Kalibrierkurven
8. Ergebnisse ausdrucken
9. Konditionierung TC-Kanal s.o.

1. Probentabelle bearbeiten:

Nach dem Aufrufen des Punktes 1 erscheint eine Tabelle, die im Kopf 8 Icons (Bildchen) hat:

Zunächst muss die Probentabelle editiert werden, d.h. es müssen folgende Eintragungen vorgenommen werden. Für das Editieren stehen Hilfsfunktionen zur Verfügung die weiter unten beschrieben sind (Icons):

- Methodenname: Hier wird die Hauptbuchnummer z.B. 20000 eingegeben, oder wie weiter unten beschrieben automatisch ausgefüllt und hochgezählt
- Methodennummer: Es kann entweder eine der Nummern eingegeben werden oder durch Klicken mit der rechten Maustaste die Definition dieser Nummern vorgenommen oder angeschaut werden. Für die IC-Messung sind die Nummern 1-4, für die TC-Messung die Nummern 11-18, für die OC-Messung die Nummern 21-25 und für die Differenzmessung (OC = TC-IC) die Nummern 31-34 reserviert. Hinter diesen Nummern verbergen sich folgende Definitionen, die nach Klicken mit der linken Maustaste auf Methoden zur IC-, TC-, OC- oder Differenzmessung angeschaut oder verändert werden können:

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	4

IC-Messung: 35 µl Einspritzmenge der Phosphorsäure für das automatische Ansäuern des IC-Kanals, 60 Standplatz für das Glas in dem sich die Phosphorsäure befindet (ganz rechts im 3er Rack), 100 µl Injektionsvolumen der Probe (fest vorgegeben), der Blindwert wird nicht in die Berechnung der Messwerte einbezogen, die Messwerte von Kontrollstandards werden nicht in die Kontrollkarte einbezogen. Diese Vorgaben sind in Methode 1 und 2 definiert, Methode 1 ist IC-Messung kombiniert mit der Nges(TNB)-Methode, 1 IC-Messung ohne Nges-Messung.

TC-Messung: In den Methoden 11 und 12 ist definiert das ohne Einbeziehung des Blindwertes, ohne Aufnahme des Messwertes von Kontrollstandards in die Kontrollkarte und ohne Pt-Wolle-Katalysator gemessen wird. 11 ist die Methode mit Nges-Messung, 12 die Methode ohne Nges-Messung.

OC-Messung: In den Methoden 21 und 22 ist folgendes festgelegt: 30µl HCl wird vor dem Ausgasen zur Probe gegeben. Die Ausgasungszeit, d.h. die Zeit in der Sauerstoff in die angesäuerte Probe geblasen wird ist auf 10 min festgelegt, es wird kein Blindwert in die Berechnung der Messwerte einbezogen und der Messwert von Kontrollstandards wird nicht in eine Kontrollkarte einbezogen. Die Methode 21 ist mit Nges-Messung, die Methode 22 ist ohne Nges-Messung

Differenzmethode (OC = TC-IC): In den Methoden 31 und 32 sind folgende Bedingungen definiert: 35 µl Einspritzmenge der Phosphorsäure für das automatische Ansäuern des IC-Kanals, 60 Standplatz für das Glas in dem sich die Phosphorsäure befindet (ganz rechts im 3er Rack), 100 µl Injektionsvolumen der Probe (fest vorgegeben), die Methode 31 ist mit Nges-Messung, die Methode 32 ist ohne Nges-Messung. Blindwerte werden bei der Berechnung von Messwerten nicht berücksichtigt, Messungen von Kontrollstandards nicht in Kontrollkarten geführt.

- Verdünnung: hier den Verdünnungsfaktor der Probe eingeben, d.h. die Zahl mit der der Messwert multipliziert werden soll
- Messung: Zahl der Messungen eingeben, Dieses bezieht sich nicht auf die Einzelmessungen die 3 sein sollte.
- Bemerkung: hier können beliebige Bemerkungen eingegeben werden.

Beschreibung der Funktionen der Icons (von links nach rechts oben über der Tabelle):

Diese dienen dem schnelleren Ausfüllen der Probenabelle:

- a) Zeile löschen: Es wird nach Anklicken dieses Icons mit der rechten Maustaste abgefragt welche Zeile, d.h. Probenposition gelöscht werden soll. Es wird dann der Eintrag in dieser Zeile gelöscht, was bedeutet dass diese Position bei der Abarbeitung des Racks übersprungen wird.
- b) Werte vorgeben: Sind Einträge in der Probenabelle immer gleich, wie z.B. die Methodennummer, oder sollen Probennummern weitergezählt werden, so können hier z.B. folgende Vorgaben für das automatische Ausfüllen der Tabelle gemacht werden:

Probenname: z.B. W, P oder B

Methode: Hier kann eine der Methodennummern z.B. 11 für TC/Nges-Messung eingegeben werden

Verdünnung: z.B. 1 für unverdünnte Proben

Messung: Hier kann die Zahl der durchzuführenden Einzelmessungen eingegeben werden, dies sollte in der Regel 3 sein.

Bemerkung: kann leer bleiben, oder es kann ein beliebiger Text eingegeben werden Das Feld *Probenname um fortlaufenden Index ergänzen*, sollte durch Anklicken mit der linken Maustaste angekreuzt werden, wenn Probennummern weitergezählt werden sollen. Unter *Index ab* wird dann die erste Probennummer eingegeben.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	5

Zum Ausfüllen der Tabelle wird dann auf das Feld: *soll die Tabelle wie oben dargestellt ausgefüllt werden* mit der linken Maustaste geklickt und bei *vom Probenplatz* die Startpositionsnummer (in der Regel 1) und bei *bis Probenplatz* die Positionsnummer der letzten Probe im Rack eingegeben.

Werden weitere Probennummern in der Tabelle gewünscht, so kann durch mehrmaliges Drücken von TAB die Tabelle weiter entsprechend der oben eingegebenen Kriterien ausgefüllt werden. An den Positionen 10 und 11, 20 und 21 etc. sollten Kontrollstandards eingefügt werden. Nachdem 9 Probennummern eingegeben worden sind, wird je nachdem welche Art der Messung TC, IC, OC, Differenzmessung oder/und Nges) durchgeführt wird pro Messart ein Standard eingefügt. Wird an den Proben sowohl eine TC- als auch eine Nges-Messung durchgeführt, so sollte ein TC- und ein Nges-Standard nach 9 Proben gemessen werden. Wird nur IC oder nur OC gemessen wird nach jeweils 10 Proben ein IC- bzw. OC-Standard eingeführt. Bei der Differenzmessung einen TC- und einen IC-Standard einfügen. Die Konzentration der Standards sollte der Konzentration in den Proben angepasst sein. Es sollten Standards verschiedener Konzentration im Wechsel gemessen werden. Die Bezeichnung der Standards sollte wie folgt eingegeben werden z.B. TC5, TC10, IC20, N02, N1. Anders bezeichnete Standards können vom TOC-Editor nicht als solche erkannt und ausgewertet werden.

- c) Tabelle ordnen: wurden z.B. Probenpositionen (1.) gelöscht, so wird nach Anklicken dieses Icons die Probenpositionen um eine Position nach oben aufgerückt.
- d) Tabelle neu anlegen: Es wird eine neue Tabelle erstellt, die vollständig neu ausgefüllt werden muss.
- e) Tabelle sichern unter: Nach Anklicken dieses Icons wird abgefragt, unter welchem Dateinamen und in welchem Verzeichnis die Tabelle abgespeichert werden soll.
- f) Gespeicherte Tabelle darstellen: Unter diesem Punkt kann eine gespeicherte Tabelle aufgerufen werden und falls notwendig verändert werden. Die fertige veränderte Tabelle kann gegebenenfalls unter einem anderen Namen gespeichert werden (Punkte). Es gibt folgende Tabellen die unter diesem Punkt geladen werden können Dateinamen: TC-Messung = 59 Proben mit Methode 11 (TC + Nges) messen, IC-Messung-1 = 19 Proben mit Methode 2 (IC) messen, TC-Messung-pur = 59 Proben mit Methode 12 (nur TC) messen
- g) Tabelle ausdrucken: Nach dem Aufrufen dieses Punktes wird ein Ausdruck der Tabelle erstellt.
- h) Tabelle schliessen: Nach Anklicken dieses Icons wird das Fenster verlassen, es erscheint wieder die Rackdarstellung.

2. Rackbelegung ausdrucken:

- Unter diesem Punkt kann ein ziemlich unsinniger Ausdruck erstellt werden. Ausgedruckt wird die Rackbelegung so, wie sie auf dem Bildschirm zu sehen ist, d.h. ein Gitternetz mit Fläschchen ohne weitere Bezeichnung.

3. Blindwert messen:

- Vor Beginn der Messung sollte mindestens ein Blindwert gemessen werden. Die Lösung für diese Messung wird aus der 1. Position des Probenracks genommen. Das Gefäß für die Blindwertmessung muss vor der Messung mit frischem Wasser aus der Reinstwasseranlage MilliQ Gradient A10 aufgefüllt werden. Die Messung des Blindwertes sollte in sofern vernachlässigbar sein als kein Peak im Peakfenster zu sehen sein sollte. Ist dies nicht der Fall, sollten weitere Blindwerte gemessen werden bis kein Peak mehr zu sehen ist. Danach kann mit der Messung von Proben begonnen werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	6

4. Alle Proben im Rack messen:

- Zunächst muss das Rack mit den Probengläschen die zu ca. 2/3 mit Probe oder Standard befüllt sind bestückt werden. Bei der Messung von TC, IC, Differenzmethode und Nges werden die Gläschen mit Alufolie abgedeckt. Bei der Messung von OC bleiben die Gläser offen. Erst die Gläser in das Rack stellen, dabei mit der zweiten Position links oben beginnen (die erste Position ist für Blindwasser reserviert) und das Rack von links nach rechts und von oben nach unten bestücken (maximal 59 Proben). In die Positionen 10, 20, 30, 40 und 50 TC/OC Standards stellen, in die Positionen 11, 21, 31, 41, 51 Nges- oder IC-Standards stellen, dabei wechselnde Konzentrationen wählen. In die Position 59 ein Glas mit Reinstwasser aus der Reinswasseranlage MilliQ Gradient A10 stellen um eventuelle Verschmutzungen in den Leitungen zu entfernen. Dann einen Bogen Alufolie über die Gläser legen und mit dem PVC-Rahmen fixieren.
- Nach Wahl des Punktes 4. initialisiert sich der Probengeber und beginnt mit der Messung der ersten Probe. Anschliessend werden alle Proben, so wie sie in der Probentabelle eingegeben wurden gemessen. Es erscheint pro Messung ein Fenster in dem der/die Messpeaks (TC oder IC oder OC und Nges-Peak) dargestellt werden. Es werden mindestens 3 Messungen, maximal 5 Messungen durchgeführt. Nach der dritten Messung wird der Variationskoeffizient berechnet, ist er zu hoch (>3%), wird eine vierte Messung durchgeführt. Danach wird ein Ausreissertest durchgeführt und der am Weitesten vom Mittelpunkt liegende Messwert eliminiert (in Klammern gesetzter Wert). Es wird dann wiederum die Standardabweichung berechnet und gegebenenfalls eine fünfte Messung durchgeführt. Nach der fünften Messung werden wiederum die Ausreisser eliminiert und aus den verbleibenden Messwerten der Mittelwert berechnet. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das Fläschchen in der Rackdarstellung, kann dieser Mittelwert und die Einzelwerte angeschaut werden. Die eliminierten Messwerte sind in Klammern gesetzt.

5. Rack weiter abarbeiten (nachdem die Messung abgebrochen wurde):

- Die Bearbeitung der Proben kann beendet werden, indem man mit der rechten Maustaste in das Fenster klickt in dem die gerade ablaufende Messung dargestellt wird. Es wird dann eine Auswahlliste dargestellt in der Messung abbrechen F10 erscheint. Durch Drücken der Taste F10 wird die Messung abgebrochen. Man sollte erst dann F10 drücken wenn eine Messung so gut wie abgeschlossen ist, d.h. die Basislinie erreicht wurde.
- Die Messung der Proben kann durch Aufrufen dieses Punktes fortgesetzt werden. Es wird an der Stelle weitergemessen wo aufgehört wurde.

6. Ergebnisse neu berechnen/Messpeaks löschen:

- Klickt man mit der rechten Maustaste auf ein Fläschchen in der Rackdarstellung so öffnet sich das Fenster in dem die Ergebnisse der Messungen dargestellt werden. In diesem Fenster befindet sich ganz unten links der Knopf *Messpeaks*. Nach dem Anklicken dieses Knopfes mit der linken Maustaste werden die Messpeaks aller Einzelmessungen dargestellt. Klickt man mit der rechten Maustaste in ein Peakfenster, so öffnet sich eine Auswahlliste. In dieser kann Messpeak löschen angeklickt werden, wodurch der Peak gelöscht wird.
- Anschliessend muss durch Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung die Auswahlliste aufgerufen werden in der der Punkt 6. gewählt werden muss. Das Ergebnis der Probe bei der ein Peak gelöscht wurde wird dann neu berechnet.

7. Kalibrierkurven:

Dieser Punkt sollte nur zum Anschauen von Kalibrierkurven verwendet werden. Es gibt ein separates Menü Kalibrieren in dem die Kalibration durchgeführt werden sollte und auch

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	7

Veränderungen an Kalibrierkurven wie Löschen einzelner Peaks und Neuberechnen der Kurve durchgeführt werden kann.

- Nach Wahl dieses Punktes erscheint ein Fenster in dem alle aktiven Kalibrierkurven dargestellt sind. Durch Doppelklick mit der linken Maustaste kann eine Kalibrierkurve gewählt werden, die dann als Kurve mit ihren Vertrauensbändern dargestellt wird. Zusätzlich wird die Rackdarstellung mit roten Fläschchen dargestellt. Die Kurve kann auch an dieser Stelle bearbeitet werden, in dem einzelne Peaks (s. Punkt 6.) oder Standards gelöscht werden.
- Ausserdem kann die Kurve ausgedruckt werden. Wurden Peaks gelöscht muss der Punkt 6. Ergebnisse neu berechnen aufgerufen werden.
Dies sollte jedoch nach Möglichkeit in dem Menü Kalibration s.u. durchgeführt

8. Ergebnisse ausdrucken:

- Es wird ein sehr ausführlicher Ausdruck mit allen Einzelmessungen (Konzentrationen und Peakflächen) erstellt. Dargestellt sind auch die eingeklammerten Werte die für die Berechnung des Endergebnisses nicht berücksichtigt wurden, sowie der Mittelwert (MW), der Variationskoeffizient (VK) und die Standardabweichung (Sy). Angegeben ist auch die für die Messung verwendete Kalibrierkurve. Ein derartiger Ausdruck sollte nur erstellt werden wenn diese ausführlichen Informationen benötigt werden, z.B. Tests. Ansonsten kann unter dem Unterprogramm *Datenvisualisierung* (s. dort) ein komprimierter Ausdruck erstellt werden, der in der Regel vollkommen ausreicht.

9. TC-Kanal konditionieren:

- Vor Beginn der Messung von Proben sollte diese Konditionierung zweimal durchgeführt werden. S. Vorbereitung für die Messung

III. Ausdrucken von Messergebnissen (komprimierter Ausdruck):

Es gibt ein von der eigentlichen TOC-Steuersoftware unabhängiges Programm **Datenvisualisierung** mit dem Ausdrücke und Dateien erstellt werden können.

Dieses Programm wird wie folgt aufgerufen:

Auf den Start-Knopf unten links mit der linken Maustaste klicken und Programme--TOC-Steuerprogramm--Datenvisualisierung wählen.

Es öffnet sich das Fenster: *Messdaten des Dimatec TOC-100* in dem 3 Knöpfe zu sehen sind:

1. Konvertierung und Sortierung:

Nach Wahl dieses Punktes müssen folgende Einstellungen gewählt werden:

archiviertes Ergebnis und 2-Stellen müssen mit einem Punkt versehen sein, d.h. sie sind aktiviert. Ebenso müssen folgende Punkte abgehakt d.h. aktiviert sein:

Darstellung des Messdatums immer	
Darstellung des TIC-Messwertes	immer
Darstellung des TC-Messwertes	immer
Darstellung des TOC-Messwertes	immer
Darstellung des TNB-Messwertes	immer
Darstellung der Messmethode	immer
Nach Datum selektieren	immer

Danach das erste Icon (Bildchen) oben links für das Einlesen der Daten aus der Datenbank mit der linken Maustaste anklicken. Es erscheint das Fenster:

Wählen Sie die zu konvertierende Datei aus. Die entsprechende Datei (i. d. Regel ganz rechts unten) durch Anklicken mit der linken Maustaste wählen (der Name der Datei ist dann blau unterlegt). Anschliessend mit der linken Maustaste auf *Öffnen* klicken.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	8

2. Datenbankinhalt:

Durch Klicken mit der linken Maustaste auf Datenbankinhalt kann der Inhalt der zuvor geöffneten Datei angeschaut werden, d.h. es kann kontrolliert werden, ob man die richtige Datei ausgewählt hat.

3. Druckbild:

Durch Klicken mit der linken Maustaste auf Druckbild, können noch Veränderungen am Ausdruck vorgenommen werden. Z.B. können hier die Spaltenbreiten, Seitenränder usw. festgelegt werden. Normalerweise können diese Einstellungen so bleiben wie sie sind.

Anschließend kann durch Klicken mit der linken Maustaste auf das Drucker-Icon (4-tes von links) der Ausdruck auf dem Bildschirm angezeigt und nach nochmaligem Klicken auf das Drucker-Icon über der Darstellung der Ausdruck erstellt werden. Dieser Ausdruck reicht im normalen Messbetrieb vollkommen aus.

IV. Erstellen von Messwertdateien:

- Mit dem Programm Datenvisualisierung, dessen Aufruf unter Punkt III beschrieben ist, kann eine Datei erstellt werden, die vom TOC-Editor gelesen werden kann.
- Hierzu zunächst unter Start--Programme--Norton Commander denselben aufrufen und in das Verzeichnis c:\Programme\Dimatec\TOC-Steuerprogramm (2-ter Eintrag)\Daten\DB wechseln und mit F8 alle Dateien in diesem Verzeichnis löschen. Dabei ist es wichtig, dass das Programm Datenvisualisierung nicht geöffnet ist, da die Dateien sonst nicht gelöscht werden können.
- Anschließend das Programm Datenvisualisierung wie unter Punkt III beschrieben aufrufen, und die Datei die exportiert werden soll, öffnen. In der Ansicht Datenbankinhalt kontrollieren, ob die richtige Datei gewählt wurde. Die Einstellungen müssen wie unter Punkt III beschrieben gewählt werden z.B. nach Datum sortieren etc.. Danach mit der linken Maustaste auf das 3te Icon von links *Daten exportieren* klicken. Es wird dann die Datei auswahl.txt erstellt, die im Norton Commander weiter bearbeitet werden muss.
- In den Norton Commander wechseln und das Verzeichnis c:\Programme\Dimatec\TOC-Steuerprogramm (2-ter Eintrag)\Daten\DB wählen. In diesem Verzeichnis befindet sich die Datei auswahl.txt die mit F6 (Umbenennen/Bewegen) auf eine Diskette kopiert werden muss. Dabei wird sie in z.B. W14991.txt umbenannt, d.h. 1. Lauf der Serie W14/99. Danach kann die Datei mit dem TOC-Editor bearbeitet werden.

V. Ausschalten des Gerätes

Stickstoffmessteil: Ozon-Schalter ausschalten, den Drehschalter auf Aus drehen, die Heizung durch Herausziehen des Einschubs ausschalten, den Netzschalter nur bei langen Messpausen ausschalten.

TC/IC-Messgerät: die Heizungen der Kanäle 1 und 2 durch herausziehen der beiden Einschübe (Temperatur 1 und Temperatur 2) ausschalten, den Netzschalter nie ausschalten.

Anschließend sollte eine Stunde gewartet werden bis sich das Gerät abgekühlt hat. Dann den Vordruck am Labortisch auf 0 stellen und die Gasflasche im Gasflaschenschrank zudrehen und entlüften.

Das Gerät sollte am Wochenende und bei längeren Messpausen ausgeschaltet werden.

B. Eichung

Für die Erstellung von Kalibrierkurven gibt es einen speziellen Programmteil der wie folgt aufgerufen wird:

Man sollte sich im TOC-Steuerprogramm befinden, d.h. die Rackdarstellung mit den blauen Flaschen sollte zu sehen sein. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das graue Feld

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	9

rechts unten auf dem Bildschirm kann ein Fenster geöffnet werden in dem *Leiste zur Programmsteuerung* erscheint. Durch Anklicken mit der linken Maustaste öffnet sich ein Fenster in dem *Setup* eingegeben werden muss und *OK* mit der linken Maustaste angeklickt werden muss. Danach erscheinen vier Icons u. a. *Kalibrieren* oben auf dem Bildschirm. Nach Anklicken dieses Icons öffnet sich ein Fenster in dem die Rackdarstellung mit roten Fläschchen zu sehen ist. Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung öffnet sich ein Fenster in dem:

1. Standards eingeben/ändern erscheint

Hier muss Folgendes eingegeben werden:

- Messart Eingabe von TC, IC, OC, Differenzmessung oder Nges-Messung je nachdem für welche Messart geeicht werden soll
- Methode aus der Klappliste dieses Feldes die Methodennummer wählen. (TC=12, IC=1, Nges=11)
- Messungen hier eine 5 für die Zahl der Einzelmessungen eingeben
- Grösse des Standards Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die weissen Felder dieser Tabelle, öffnet sich ein weiteres Fenster in dem die Konzentrationen der Standards mit einer Nachkommastelle eingegeben werden müssen.

Danach den 3. Punkt wählen

2. Rackdarstellung ausdrucken

Es wird ein genauso unsinniger Ausdruck wie im Messmenue erstellt.

3. Blindwert messen

Vor Beginn der Eichung sollten 2 Blindwerte gemessen werden. In den Messfenstern soll lediglich die Basislinie und keine Messpeaks zu sehen sein.

4. Alle Standards im Rack messen

Anschliessend kann mit der Messung der Standards begonnen werden.

Nach dem Anklicken dieses Punktes wird die Messung der Standards gestartet. Nach Abschluss der Messungen kann je nach Verlauf der Messung die Abfrage erfolgen, ob die Eichung quadratisch ausgewertet werden soll. Hier sollte immer *nein* gewählt werden. Anschliessend sollte die Eichung sofort ausgewertet werden. Dieses heisst, man sollte alle Einzelmessungen anschauen und Messpeaks die stark von den anderen Messungen abweichen löschen. Die Messpeaks eines Standards können durch Anklicken eines Fläschchens in der Rackdarstellung (linke Maustaste) und Anklicken des Knopfes Messpeaks unten im Fenster dargestellt werden. Durch Klicken in das Messpeakfenster öffnet sich ein anderes Fenster in dem durch Anklicken von Messpeak löschen der Peak gelöscht werden kann. Ganze Standards die weit von der berechneten Eichkurve (mittlere Linie) entfernt liegen, können durch das Löschen aller zugehörigen Peaks gelöscht werden. In der Regel sollten keine ganzen Standards gelöscht werden und die Eichung sollte wiederholt werden wenn der Variationskoeffizient bei der jeweils niedrigsten Eichung über 3 %, bei den folgenden höheren Eichungen grösser als 1 % sind. Nach dem Löschen von Messpeaks unbedingt Punkt 6. *gemessene Standards auswerten* aufrufen.

5. Rack weiter abarbeiten:

Wurde die Messung der Standards unterbrochen was genauso funktioniert wie unter *II. Messung von Proben* beschrieben, so kann die Messung der Proben durch Aufrufen dieses Punktes fortgesetzt werden.

6. gemessene Standards auswerten

Egal ob an der Eichung manipuliert wurde oder nicht, sollte dieser Punkt angewählt werden. Die Kalibrierkurve wird dann berechnet und zusammen mit ihren statistischen Kenngrössen (Variationskoeffizient, Prüfwert, die Grenzen sind in den Elementbestimmungsmethodenbeschreibungen beschrieben) dargestellt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	10

7. Kalibrierkurven

Nach dem Anklicken dieses Punktes erscheint eine Liste der gespeicherten Eichkurven mit ihren Messbereichen. Es kann eine Eichkurve mit der linken Maustaste angeklickt werden worauf eine Darstellung dieser Eichung erfolgt. Diese kann dann ausgedruckt oder gegebenenfalls auch noch nachträglich manipuliert werden. Durch Klicken auf die erscheinende Rackdarstellung können wiederum die Messpeaks oder die Peakflächen der Einzelpeaks dargestellt werden.

C. Wartung und Pflege

1. Austausch des TC-Katalysators:

- Als Erstes den Einschub Temperatur 1 herausziehen und warten bis die Temperatur soweit gefallen ist, dass das Katalysatorrohr ohne Gefahr entnommen werden kann.
- Dann den Port herausschrauben, das weisse Oberteil aufdrehen und das blaue Septum austauschen. Dabei darauf achten, dass die Teflonseite nach unten zeigt.
- Dann die zwei Schrauben der Halteplatte für das TC-Katalysatorrohr (oben, rechte Seite des Gerätes) lösen und das Reaktorrohr nach oben aus dem Gerät herausziehen.
- Den schwarzen Schlauch vom seitlichen Ausgang des Rohres abziehen und gegebenenfalls brüchige oder aufgeweitete Teile des Schlauches abschneiden.
- Die rote Verschraubung vom Rohr abschrauben und die Dichtung in der Verschraubung (Teflonseite zeigt zum Reaktorrohr) austauschen, wenn sie stark abgenutzt., d.h. unten zerdrückt ist.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug (Quarzwolle!) neu befüllen. Katalysatorkugeln und Quarzwolle getrennt in die entsprechenden Sammelgefäße für die Entsorgung geben. Das Platinnetz mit Wasser demin. reinigen und trocknen. Auf den Boden des Rohres ca. 5 mm Quarzwolle geben, dabei darauf achten das die Wolle nicht zu fest gestopft wird. Darüber Katalysatorkugeln bis 5 mm unter der Aussparung für das Thermoelement einfüllen und mit einem Platinnetz bedecken. Die Füllhöhe der Katalysatorkugeln unbedingt einhalten da es sonst zu Messungenauigkeiten (Doppelpeaks) kommen kann.
- Die Verschraubung auf das Rohr schrauben und den schwarzen Schlauch auf den seitlichen Ausgang stecken. Dabei darauf achten dass die Halteschrauben und der Stutzen an der Seite einen Winkel von 90° bilden. Anschliessend das Rohr in das Gerät einführen bis ein leichter Widerstand zu spüren ist. Den Reaktor dann vorsichtig in den Teflonblock einführen. Danach die Halteplatte wieder festschrauben und den Einspritzport darauf festschrauben.
- Vor Beginn von Messungen sollte wenigstens eine schnelle Dichtigkeitsprüfung durchgeführt werden. Hierzu wird der Silikonschlauch am vorderen Absorbergefäß zugehalten und beobachtet, ob sich die Wasserstände in den Kondensatsammelgefässen bewegen, d.h. Wasser aus der Kapillare austritt. Ist dies der Fall, ist das Gerät dicht.
- Den Einschub Temperatur wieder hereinschieben und warten bis die Temperatur von 850 oC erreicht ist.
- Danach den TC-Kanal dreimal Konditionieren (Bildschirm Proben messen). Danach mindestens zweimal demin. Wassermessen. Ist der Messwert des Wassers unter 0.5 mg/l kann gemessen werden.

2. Austausch des IC-Katalysators

- Zunächst den Port herausschrauben, das weisse Oberteil aufdrehen und das Septum austauschen. Dabei darauf achten, dass die Teflonseite nach unten zeigt.
- Dann die zwei Schrauben der Halteplatte für das IC-Katalysatorrohr (oben, rechte Seite des Gerätes) lösen und das Reaktorrohr nach oben aus dem Gerät herausziehen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	11

- Den schwarzen Schlauch vom seitlichen Ausgang des Rohres abziehen und gegebenenfalls brüchige oder aufgeweitete Teile des Schlauches abschneiden.
- Die rote Verschraubung vom Rohr abschrauben und die Dichtung in der Verschraubung (Teflonseite zeigt zum Reaktorrohr) austauschen wenn sie stark abgenutzt d.h. nach unten hin zerdrückt ist.
- Das Reaktorrohr entleeren und das leere Rohr unten verschliessen (Parafilm) mit 10 %iger HCl befüllen und über Nacht einweichen lassen um die Verkrustungen zu lösen. Dann mit Wasser gut ausspülen und trocknen.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug (Phosphorsäure!) neu befüllen. Auf den Boden des Rohres eine 1 cm hohe Schicht Raschigringe geben. Das Rohr dann bis 5 mm unterhalb der Aussparung für den Temperaturfühler mit IC-Trägermaterial auffüllen. Das Rohr dabei leicht klopfen damit sich die Füllung verdichtet.
- Anschliessend mit einer Vollpipette 10 ml 85 %ige Phosphorsäure auf den Reaktor geben und die überschüssige Säure ablaufen lassen. Dann ein zweites Mal 10 ml 85 %ige Phosphorsäure auf den Reaktor geben und ebenfalls die überschüssige Säure ablaufen lassen. Den Reaktor hierzu ca. 15 Minuten so lagern das die Säure ablaufen kann Kontrollieren ob das gesamte IC-Trägermaterial benetzt ist. Den Reaktor vor dem Einbau über Nacht, mindestens jedoch 30 Minuten so lagern.
- Danach die Verschraubung auf das Rohr schrauben und den schwarzen Schlauch auf den seitlichen Ausgang stecken. Dabei darauf achten dass die Halteschrauben und der Stutzen an der Seite einen Winkel von 90° bilden. Anschliessend das Rohr in das Gerät einführen bis ein leichter Widerstand zu spüren ist. Den Reaktor dann vorsichtig in den Teflonblock einführen. Danach die Halteplatte wieder festschrauben.
- Vor Beginn von Messungen eine Dichtigkeitsprüfung durchführen. Hierzu den Silikonschlauch am hinteren Absorbergefäss zuhalten und beobachten, ob sich die Wasserstände in den Kondensatsammelgefässen bewegen, d.h. Wasser aus der Kapillare austritt. Ist dies der Fall ist das Gerät dicht.
- Die Regeneration des IC-Katalysators erfolgt automatisch

3. Austausch der Halogenabsorber am IC- und TC-Messkanal

- An der rechten Seite des Gerätes befinden sich die zwei Glasgefässe für das Halogenabsorbermaterial des TC- und des IC- Kanals.
- Die Absorberfüllung muss ausgetauscht werden, wenn sich die Bronzeplättchen zu mehr als 2/3 grün verfärbt haben, oder/und sich die Zinkplättchen zu mehr als 2/3 weiss verfärbt haben.
- Die Schliffklemmen entfernen und den Schliff öffnen. Anschliessend die Gefässe aus den Halterungen nehmen und je zur Hälfte mit Absorber B (Bronze) und Absorber Z (Zink) füllen. Die Reihenfolge der Füllungen ist beliebig.
- Die Gefässe in umgekehrter Reihenfolge zusammensetzen. Die Schliffe dabei leicht mit Vakuumsfett oder Vaseline einfetten. Nach leichtem Drehen der Schliffe sollte der Schliff durchsichtig sein. Dies ist wichtig damit die Verbindung vollkommen gasdicht ist. Jedoch sollte auch nicht zuviel Fett verwendet werden, da Fett kohlenstoffhaltig ist und falls es in den Gasstrom gelangt die Messergebnisse verfälschen könnte.

4. Austausch des N-Konverters und des Ozonabsorbers des N-Messgerätes

a) Austausch des N-Konverters

Nach ca. 1-3 Jahren, spätestens jedoch wenn die Peakflächen der Stickstoffpeaks abnehmen, sollte die N-Konverterfüllung ausgetauscht werden, um eine vollständige Umwandlung aller Stickoxide in Stickstoffmonoxid (NO) zu gewährleisten.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	12

- Hierzu die Bodenplatte des Gerätes abschrauben: Die zwei Schrauben an jeder Seite des Gerätes abschrauben. Anschliessend das N-Messgerät auf die rechte Seite legen. Dabei darauf achten, dass die Schlauchverbindungen zum TOC-Messgerät nicht unterbrochen werden. Dann die Bodenplatte abnehmen.
- Die jetzt zugängliche Verschraubung am Konverterrohr (dieses sieht wie das Katalysatorrohr des TC- bzw. IC-Kanals aus) lösen. Hierzu die weisse Rändelschraube am Konverterrohr leicht lösen (nicht vollständig abdrehen) und vom Konverterrohr abziehen. Das Gerät danach auf die offene Bodenplatte stellen.
- Das Rohr, welches oben mit einer roten Blindkappe verschlossen ist, vorsichtig nach oben herausziehen, dabei den schwarzen Schlauch der zur Seite weggeht mitführen.
- Den Schlauch vom Rohr abziehen und das Rohr unter dem Abzug neu befüllen (Quarzwolle!): Die rote Blindkappe abschrauben und die Füllung herausklopfen. Die Quarzwolle und die Konverterfüllung (Molybdän) für die Entsorgung getrennt sammeln.
- Anschliessend neue Quarzwolle einfüllen und neue Konverterfüllung in das Rohr geben. Dabei das Rohr leicht klopfen.
- Das Gerät in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammenbauen.

Achtung: Nach dem Austausch des N-Konverters muss das Gerät mit N-Standards neu eingefahren werden, d.h. das solange Stickstoffstandards verschiedener Konzentration gemessen werden müssen bis die Peakflächen konstant sind. Erst dann kann und muss das Gerät für die Stickstoffmessung neu geeicht werden.

b) Austausch des Ozonabsorbers

- An der Rückseite des N-Messgerätes befindet sich ein mit Aktivkohle gefülltes Kunststoffrohr, welches überschüssiges Ozon aus dem Messgasstrom entfernt bevor das Messgas das N-Messgerät verlässt. Die Füllung dieses Rohres muss einmal im Jahr gewechselt werden, um zu verhindern, dass überschüssiges Ozon in die Laborluft gelangt.
- Hierzu den schwarzen Schlauch von dem Kunststoffrohr abziehen und das Rohr aus der Halterung nehmen.
- Das Rohr unter dem Abzug (Quarzwolle !) aufschrauben und die Füllung entnehmen.
- Mit frischer Quarzwolle und Aktivkohle befüllen. Die Quarzwolle für die Entsorgung sammeln, die Aktivkohle verwerfen.
- Das Rohr wieder in die Halterung setzen und die Schlauchverbindung wiederherstellen.

5. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleissteilen

- Die Septen in den Einspritzports sollten häufiger ausgetauscht werden, da sie durch das Einstecken der Nadel mit der Zeit undicht werden. Wurde bei der Dichtigkeitsprüfung eine Undichtigkeit gefunden, so sollte zunächst geprüft werden, ob durch den Austausch des Septums, die Undichtigkeit behoben werden kann. Dabei sollte beachtet werden, dass die teflonbeschichtete Seite des Septums nach oben zeigt. Die Standzeit eines Septums beträgt ca. 300 Einspritzungen.
- Die rote Verschraubung der IC- und TC-Reaktorrohre muss halbjährlich gewechselt werden, da sie durch die hohen Temperaturen in den Reaktoren brüchig werden.
- Die in diesen Verschraubungen sitzenden Dichtungsringe müssen ausgetauscht werden wenn sie stark abgenutzt d.h. zerdrückt sind. Hierzu die rote Kappe abschrauben und mit Hilfe eines Schraubendrehers die Dichtung herausziehen und durch eine neue Dichtung ersetzen. Dabei darauf achten, dass die teflonbeschichtete Seite der Dichtung zum Reaktorrohr hin zeigt.
- Die Dichtung im Teflonverschraubungsblock (untere Verschraubung des Reaktors) muss einmal jährlich ausgetauscht werden. Hierzu den Teflonblock dem Gerät entnehmen und den schwarzen Dichtungsring im Block sehr vorsichtig mit einer Nadel entnehmen (am Besten mit der Nadel in den Ring stechen). Dabei darauf achten das der Teflonblock durch die Nadel nicht zerkratzt wird.

Gerät	Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.1 13

- Die zwei weissen Steigleitungen die vom IC- und vom TC-Kanal wegführen einmal jährlich reinigen oder austauschen.
- Die Glaskapillaren (0.6 mm Innendurchmesser), die in die zwei schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen eingebaut sind, müssen einmal im Jahr durch neue Glasrohre ersetzt werden.
- Die schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen werden durch die Hitze brüchig. Da jedoch meisst nur das Schlauchstück direkt am Reaktor porös wird kann es bei einem Reaktorwechsel gegebenenfalls gekürzt werden und muss erst wenn die Länge nicht mehr ausreicht ausgetauscht werden.

6. Dichtigkeitsprüfung

Eine ausführliche Überprüfung der Dichtigkeit sollte grundsätzlich nach jedem Austausch von Komponenten wie Reaktor, Absorber, Schläuche, Dichtungen etc. durchgeführt werden. Anzeichen für das Vorliegen einer Undichtigkeit sind Minderbefunde bei der Messung von Standards oder eine schlechte Reproduzierbarkeit bei der Messung von Proben und Standards

a) TC-Kanal

- Den Vordruck des Trägergases Sauerstoff am Druckminderer am Labortisch auf 0,5 bar einstellen oder den Druck am Gerät ebenfalls auf 0,5 bar einstellen. Hierzu die Schraube am Einstellknopf am Gerät (am TC-Kanal) lösen und den Druck auf 0,5 bar einstellen.
- Den Silikonschlauch der vom vorderen Kühler weggeht vom Kühler abziehen und mit einem Stopfen verschliessen. Den Schlauch von Ausgang A; K2 (hinten am Messgerät) abziehen und diesen mit einer schwarzen Verschlusskappe verschliessen. Danach muss die Kugel am Flowmeter des TC-Kanals ganz unten sein und darf sich nicht mehr bewegen. Bewegt sie sich noch liegt eine Undichtigkeit vor. Bei einer Undichtigkeit:
- Als Erstes sollte dann das Septum im TC-Einspritzport getauscht werden.
- Sinkt die Kugel danach nicht ab und bewegt sie sich immer noch, so liegt eine Undichtigkeit im Bereich des TC-Reaktors oder des Halogenabsorbers vor. Es sollte dann zunächst geprüft werden, ob der Schliff des Halogenabsorbers ausreichend gefettet ist. Ist das Gerät danach immer noch nicht dicht, sollte die rote Verschraubung oben am Reaktor gelöst werden und die Dichtung in der roten Schraubkappe ausgetauscht werden.
- Ist die Undichtigkeit nach Durchführung dieser Massnahmen nicht behoben, so sollten alle Schläuche auf Brüchigkeit geprüft werden, ausserdem sollte geprüft werden, ob alle Schlauchverbindungen fest sind. Als Letztes kann dann noch geprüft werden ob der Reaktor im Teflonblock richtig sitzt und ob die Dichtung im Teflonblock in Ordnung ist.
- Ist die Dichtigkeit hergestellt, muss zuerst die Verschlusskappe von Ausgang E entfernt werden, dann der Stopfen vom Silikonschlauch am Halogenabsorber und dann die Schlauchverbindungen wiederhergestellt werden. Danach wird der Druck wieder auf seinen ursprünglichen Wert von 4 bar am Gerät und von ca. 4,5-5 bar am Druckminderer am Labortisch eingestellt.

b) IC-Kanal

- Den Vordruck des Trägergases Sauerstoff am Druckminderer am Labortisch auf 0,5 bar einstellen. Den Druck am Gerät (am IC-Kanal) ebenfalls auf 0,5 bar einstellen. Hierzu die Schraube am Einstellknopf am Gerät lösen und den Druck auf 0,5 bar einstellen.
- Den Silikonschlauch der vom hinteren Kühler weggeht mit einem Stopfen verschliessen. Den Schlauch von Ausgang A, K1 (hinten am Messgerät) abziehen und diesen mit einer schwarzen Verschlusskappe verschliessen. Danach muss die Kugel am Flowmeter des IC-Kanals ganz unten sein und darf sich nicht mehr bewegen. Bewegt sie sich noch liegt eine Undichtigkeit vor. Bei einer Undichtigkeit:
- Als Erstes sollte dann das Septum im IC-Einspritzport getauscht werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.1	14

- Dann den Silikonschlauch am hinteren Halogenabsorber unten zuhalten. Sinkt die Kugel danach nicht ab und bewegt sie sich immer noch, so liegt eine Undichtigkeit im Bereich des IC-Reaktors oder des Halogenabsorbers vor. Es sollte dann zunächst geprüft werden, ob der Schliff des Halogenabsorbers ausreichend gefettet ist. Ist das Gerät danach immer noch nicht dicht, sollte die rote Verschraubung oben am Reaktor gelöst werden und die Dichtung in der roten Schraubkappe ausgetauscht werden.
- Ist die Undichtigkeit nach Durchführung dieser Massnahmen nicht behoben, so sollten alle Schläuche auf Brüchigkeit geprüft werden, Ausserdem sollte geprüft werden, ob alle Schlauchverbindungen fest sind. Als Letztes kann dann noch geprüft werden ob der IC-Reaktor im Teflonblock richtig sitzt und ob die Dichtung im Teflonblock in Ordnung ist.
- Ist die Dichtigkeit hergestellt, muss zuerst die Verschlusskappe von Ausgang A entfernt werden, dann der Stopfen von Silikonschlauch am Halogenabsorber und dann die Schlauchverbindungen wiederhergestellt werden. Danach wird der Druck wieder auf seinen ursprünglichen Wert von 4 bar am Gerät und von ca. 4,5-5 bar am Druckminderer am Labortisch eingestellt.

7. Beseitigung von Verstopfungen

Konnte bei einer Dichtigkeitsprüfung keine Undichtigkeit des Systems festgestellt werden und treten trotzdem ungewöhnliche Peakformen oder/und schlecht reproduzierbare Messergebnisse auf, so kann auch eine Verstopfung vorliegen. Diese kann nur an folgenden Stellen vorliegen:

- Das Schlauchstück zwischen Reaktor und Kapillare kann durch Reaktormaterial verstopft sein. Dieses sollte deshalb entfernt und ausgetauscht oder gereinigt werden. Ausserdem sollte das seitliche Glasrohr des Reaktors auf eine Verstopfung hin überprüft werden.
- Liegt an dieser Stelle keine Verstopfung vor, so kann nur noch die Quarzwolle am Boden des TC-Reaktors durch zerfallendes Reaktormaterial verstopft sein. Der Reaktor sollte dann ausgebaut und neu befüllt werden.

8. Überprüfung der Nadelposition

- Man sollte sich im TOC-Steuerprogramm befinden, d.h. die Rackdarstellung mit den blauen Flaschen sollte zu sehen sein. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das graue Feld rechts unten auf dem Bildschirm kann ein Fenster geöffnet werden in dem *Leiste zur Programmsteuerung* erscheint. Durch Anklicken mit der linken Maustaste öffnet sich ein Fenster in dem *Setup* eingegeben werden muss und *OK* mit der linken Maustaste angeklickt werden muss. Danach erscheinen vier Icons u. a. *Kalibrieren*, *Messen* oben auf dem Bildschirm. Nach Klicken mit der rechten Maustaste auf die graue Fläche rechts oben öffnet sich das Fenster:
- **Konfiguration**, in dem u. a. *Veränderung an den PW-Koordinaten* durch Anklicken mit der linken Maustaste gewählt werden kann. Nach dem Anklicken des OK-Knopfes mit der linken Maustaste erscheint die Meldung *Abgleich des Probenwechslers--Initialisierung der PW-Koordinaten* auf dem Bildschirm. Danach erscheint ein Fenster in dem für die verschiedenen Positionen z.B. Einspritzport Kanal 1 + 2, Probengefässe, Spülgefäss die x- und y-Koordinaten und die Eintauchtiefe verändert werden können. Die Nadel fährt jeweils in die entsprechende Position wodurch überprüft werden kann ob sie stimmt, oder ob sie verändert werden muss. Anschliessend die Einstellung mit *OK* bestätigen um den Punkt zu verlassen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.2	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 01.12.1999

Total Organic Carbon Analyser (DIMATOC 100, Fa. Dimatec) mit Stickstoffdetektor und automatischem Probengeber (222, Fa. Gilson)

für:

Elementbestimmungs- methoden	CCanorgTOC3.1, CCgesTOC3.2, NNgesTOC2.1
---------------------------------	---

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Meßbetriebes	2
I. Vorbereitungen für die Messung	2
II. Messung von Proben	3
VI. Ausdrucken von Messergebnissen	7
VII. Erstellen von Messwertdateien	8
VIII. Ausschalten des Gerätes	8
B. Eichung	9
C. Wartung und Pflege	
1. Austausch des TC-Katalysators	10
2. Austausch des IC-Katalysators	11
3. Austausch des Halogenabsorbers am IC- und TC-Messkanal	11
4. Austausch des N-Konverters und des Ozonabsorbers am N-Messgerät	12
5. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleissteilen	13
6. Dichtigkeitsprüfung	13
7. Beseitigung von Verstopfungen	14
8. Überprüfung der Nadelposition	15

Wichtiger Hinweis:



Die unter C. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten !!

Anhang:

Anhang 1: Software-Überblick

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	2

A. Routineablauf des Messbetriebs

I. Vorbereitungen für die Messung

1. Die Sauerstoffflasche im Gasflaschenschrank und den Gaszugang am Druckminderer am Labortisch aufdrehen. Den Vordruck am Druckminderer am Labortisch auf 4,5-5,0 bar einstellen. Anschliessend 15 Min. warten, damit das ganze Gerät (Gasleitungen, Katalysator etc. vollständig durchgespült ist).
2. Überprüfen, ob noch ausreichend Druckerpapier im Drucker ist, Drucker und Rechner einschalten.
3. Überprüfen, ob noch genug Phosphorsäure 1:1 (25 %ig) im IC-Reagenzbehälter (ganz rechts im 3er Rack) ist. Die IC-Reagenzlösung sollte täglich erneuert werden.
4. Kontrollieren, ob sich die Füllung der zwei Halogenabsorberrohre an der rechten Seite des Gerätes verfärbt hat. Die Bronzeplättchen (gold) dürfen sich zu nicht mehr als 2/3 grün, die Zinkplättchen (silber) zu nicht mehr als 2/3 weiß verfärbt haben. Sollte dies der Fall sein, die Füllung austauschen.
5. Kontrollieren, ob die rote Alarmdiode für die Kühlertemperatur (Kühler, Alarm) leuchtet. Diese befindet sich vorne am Gerät und sollte ca. 15 Minuten nach dem Einschalten des Gerätes erlöschen sein, die grüne Kontrolllampe vorne am Gerät muss in jedem Fall leuchten. Leuchtet die rote Kontrolllampe, oder leuchtet die grüne Lampe nicht, so ist der Kühler defekt und es dürfen keine Messungen durchgeführt werden, da sonst die IR-Messzelle durch eintretendes Wasser beschädigt werden kann. Der Kühler muss dann durch den Kundendienst ausgetauscht werden.
6. Kontrollieren, ob sich der Ablaufschlauch vom Spülgefäss für die Nadel im Abfluss des Labortisches befindet. Das Spülwasser täglich erneuern (MilliQ Gradient A10) und die Flasche mit Parafilm vollständig abdecken.
7. Kontrollieren, ob der Druck am Manometer des Dilutors auf 1 bar eingestellt ist. Die Menge des abgegebenen Gases, beim Entgasen von angesäuerten Proben für die OC-Messung, kann am Nadelventil des Dilutors verändert werden, wenn die abgegebene Gasmenge während der Ausgasungsperiode zu hoch ist.
8. Das Blindwassergefäss (ganz linke Position im 3er Rack) mit frischen H₂O demin. aus der Reinstwasseranlage für C-freies Wasser (Milli Q Gradient A10) befüllen.
9. Zuerst den Hauptschalter am N-Detektor und die Heizung des Detektors durch Hereindrücken des Einschubs einschalten, erst dann den Ozongenerator einschalten (Reihenfolge unbedingt beachten und den Ozongenerator niemals ohne Gasfluss einschalten!). War der Detektor vollständig ausgeschaltet, so braucht er eine Stunde bis er sich stabilisiert hat und mit den Messungen begonnen werden kann. War nur der Ozongenerator und nicht der Hauptschalter ausgeschaltet, was bei kürzeren Messpausen (z.B. ein Wochenende) sinnvoll ist, so beträgt die Stabilisierungszeit ca. 15 Minuten.
10. Die Heizung des IC- und TC-Kanals durch Hereindrücken der Einschübe an der Frontseite des Gerätes einschalten (Die Heizungen niemals ohne Gasfluss einschalten!).
11. Anschliessend warten bis die Temperaturen an N-Detektor (330 °C), IC- (160 °C) und TC-Kanal (850 °C) erreicht sind.
12. Dann die Wasserstände in den Kondensatsammelgefässen (rechte Seite) kontrollieren. Sie sollten kurz unterhalb des Ablaufrohres sein. Ist dies der Fall, kann durch kurzzeitiges Zuhalten der Schläuche zwischen Absorbergefässen und IR-Detektor eine schnelle Dichtigkeitsprüfung durchgeführt werden, die vor Beginn der Messung in jedem Fall durchgeführt werden sollte. Ist das Gerät dicht tritt Wasser aus dem Rohr des Kondensatsammelgefässes aus.
13. Anschließend sollte eine Konditionierung des TC-Kanals durchgeführt werden. Hierzu den Computer und den Drucker einschalten. Es erscheint ein Fenster mit dem Icon (Bildchen) TOC-Steuerprogramme. Durch Doppelklick auf dieses Icon wird das TOC-Steuerprogramm aufgerufen und es erscheint das Fenster *Dimatoc-Kommunikationsinterface Vers. 1.0*, welches mit *OK*

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	3

bestätigt werden muss. Danach sollte die Rackdarstellung mit den blauen Fläschchen erscheinen. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche öffnet sich ein Fenster in dem die **Konditionierung des TC-Kanals** (9. Punkt) durch Doppelklick mit der linken Maustaste gewählt werden kann. Diese sollte vor jeder Messung zweimal durchgeführt werden. Bei der Konditionierung wird Wasser aus dem Spülwassergefäss oder Wasser aus einem Probengefäss in das TC-Katalysatorrohr injiziert, um den Katalysator zu waschen.

14. Nach längerem Stillstand des Gerätes kann der Gasdruck ausserhalb des Bereichs $4,0 \text{ bar} \pm 0,1$ liegen. Es sollten dann einige Standards verschiedener Konzentration gemessen werden, um zu überprüfen ob sich der Druck normalisiert und ob der Katalysator noch in Ordnung ist. Normalisiert sich der Gasdruck nicht, so muss er am Gerät auf $4,0 \text{ bar} \pm 0,1$ eingestellt werden. Hierzu die Schraube am Reglerknopf lösen, den Druck einstellen und die Schraube wieder festziehen. Danach sollte die Unterkante der Kugel des Durchflussmessers einen Fluss von 10 l/h anzeigen. Nach dem Einstellen des Drucks noch mal Standards verschiedener Konzentration messen. Stimmen die Standards nicht, d.h. ist die Abweichung grösser als 5 %, so muss neu geeicht werden, bzw. bei starken Minderbefunden bei TC-Messungen der TC- Katalysator gewechselt werden.
15. Danach kann mit der Messung von Proben begonnen werden

II. Messung von Proben

Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Es erscheint ein Fenster mit folgenden Punkten:

1. Probentabelle bearbeiten
2. Rackbelegung ausdrucken
3. Blindwert messen
4. Alle Proben im Rack messen
5. Rack weiter abarbeiten
6. Ergebnisse neu berechnen
7. Kalibrierkurven
8. Ergebnisse ausdrucken
9. Konditionierung TC-Kanal s.o.

1. Probentabelle bearbeiten:

Nach dem Aufrufen des Punktes 1 erscheint eine Tabelle, die im Kopf 8 Icons (Bildchen) hat:

Zunächst muss die Probentabelle editiert werden, d.h. es müssen folgende Eintragungen vorgenommen werden. Für das Editieren stehen Hilfsfunktionen zur Verfügung die weiter unten beschrieben sind (Icons):

- Methodennamen: Hier wird die Hauptbuchnummer z.B. 20000 eingegeben, oder wie weiter unten beschrieben automatisch ausgefüllt und hochgezählt
- Methodennummer: Es kann entweder eine der Nummern eingegeben werden oder durch Klicken mit der rechten Maustaste die Definition dieser Nummern vorgenommen oder angeschaut werden. Für die IC-Messung sind die Nummern 1-4, für die TC-Messung die Nummern 11-18 und für die Differenzmessung (OC = TC-IC) die Nummern 31-34 reserviert. Hinter diesen Nummern verbergen sich folgende Definitionen, die nach Klicken mit der linken Maustaste auf Methoden zur IC-, TC-, oder Differenzmessung angeschaut oder verändert werden können:

IC-Messung: 35 µl Einspritzmenge der Phosphorsäure für das automatische Ansäuern des IC-Kanals, 60 Standplatz für das Glas in dem sich die Phosphorsäure befindet (ganz rechts im 3er Rack), 100 µl Injektionsvolumen der Probe (fest vorgegeben), der Blindwert wird nicht in die Berechnung der Messwerte einbezogen, die Mess-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	4

werte von Kontrollstandards werden nicht in die Kontrollkarte einbezogen. Diese Vorgaben sind in Methode 1 definiert.

TC-Messung: In den Methoden 11 und 12 ist definiert das ohne Einbeziehung des Blindwertes, ohne Aufnahme des Messwertes von Kontrollstandards in die Kontrollkarte und ohne Pt-Wolle-Katalysator gemessen wird. 11 ist die Methode mit Nges-Messung, 12 die Methode ohne Nges-Messung.

OC-Messung: Bei der verwendeten Katalysatorfüllung mit TNb-Katalysatorzusatz darf kein OC gemessen werden, da die stark saueren Proben (HCl) den TNb-Katalysatorzusatz zerstören würden.

Differenzmethode (OC = TC-IC): In den Methoden 31 und 32 sind folgende Bedingungen definiert: 35 µl Einspritzmenge der Phosphorsäure für das automatische Ansäuern des IC-Kanals, 60 Standplatz für das Glas in dem sich die Phosphorsäure befindet (ganz rechts im 3er Rack), 100 µl Injektionsvolumen der Probe (fest vorgegeben), die Methode 31 ist mit Nges-Messung, die Methode 32 ist ohne Nges-Messung. Blindwerte werden bei der Berechnung von Messwerten nicht berücksichtigt, Messungen von Kontrollstandards nicht in Kontrollkarten geführt.

- Verdünnung: hier den Verdünnungsfaktor der Probe eingeben, d.h. die Zahl mit der der Messwert multipliziert werden soll
- Messung: Zahl der Messungen eingeben, Dieses bezieht sich nicht auf die Einzelmessungen die 3 sein sollte.
- Bemerkung: hier können beliebige Bemerkungen eingegeben werden.

Beschreibung der Funktionen der Icons (von links nach rechts oben über der Tabelle):

Diese dienen dem schnelleren Ausfüllen der Probentabelle:

a) Zeile löschen: Es wird nach Anklicken dieses Icons mit der rechten Maustaste abgefragt welche Zeile, d.h. Probenposition gelöscht werden soll. Es wird dann der Eintrag in dieser Zeile gelöscht, was bedeutet dass diese Position bei der Abarbeitung des Racks übersprungen wird.

b) Werte vorgeben: Sind Einträge in der Probentabelle immer gleich, wie z.B. die Methodennummer, oder sollen Probennummern weitergezählt werden, so können hier z.B. folgende Vorgaben für das automatische Ausfüllen der Tabelle gemacht werden:

Probename: z.B. W, P oder B

Methode: Hier kann eine der Methodennummern z.B. 11 für TC/Nges-Messung eingegeben werden

Verdünnung: z.B. 1 für unverdünnte Proben

Messung: Hier kann die Zahl der durchzuführenden Einzelmessungen eingegeben werden, dies sollte in der Regel 3 sein.

Bemerkung: kann leer bleiben, oder es kann ein beliebiger Text eingegeben werden Das Feld *Probename um fortlaufenden Index ergänzen*, sollte durch Anklicken mit der linken Maustaste „angekreuzt“ werden, wenn Probennummern weitergezählt werden sollen. Unter *Index ab* wird dann die erste Probennummer eingegeben.

Zum Ausfüllen der Tabelle wird dann auf das Feld: *soll die Tabelle wie oben dargestellt ausgefüllt werden* mit der linken Maustaste geklickt und bei *vom Probenplatz* die Startpositionsnummer (in der Regel 1) und bei *bis Probenplatz* die Positionsnummer der letzten Probe im Rack eingegeben.

Werden weitere Probennummern in der Tabelle gewünscht, so kann durch mehrmaliges Drücken von TAB die Tabelle weiter entsprechend der oben eingegebenen Kriterien ausgefüllt werden. An den Positionen 10 und 11, 20 und 21 etc. sollten Kontrollstandards eingefügt werden. Nachdem 9 Probennummern eingegeben worden sind, wird je nachdem welche Art der Messung TC, IC, Differenzmessung oder/und Nges) durchge-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	5

führt wird pro Messart ein Standard eingefügt. Wird an den Proben sowohl eine TC- als auch eine Nges-Messung durchgeführt, so sollte ein TC- und ein Nges-Standard nach 9 Proben gemessen werden. Wird nur IC oder nur TC gemessen wird nach jeweils 10 Proben ein IC- bzw. TC-Standard eingeführt. Bei der Differenzmessung einen TC- und einen IC-Standard einfügen. Die Konzentration der Standards sollte der Konzentration in den Proben angepasst sein. Es sollten Standards verschiedener Konzentration im Wechsel gemessen werden. Die Bezeichnung der Standards sollte wie folgt eingegeben werden z.B. TC5, TC10, IC20, N02, N1. Anders bezeichnete Standards können vom TOC-Editor nicht als solche erkannt und ausgewertet werden.

- c) Tabelle ordnen: wurden z.B. Probenpositionen (1.) gelöscht, so wird nach Anklicken dieses Icons die Probenpositionen um eine Position nach oben aufgerückt.
- d) Tabelle neu anlegen: Es wird eine neue Tabelle erstellt, die vollständig neu ausgefüllt werden muss.
- e) Tabelle sichern unter: Nach Anklicken dieses Icons wird abgefragt, unter welchem Dateinamen und in welchem Verzeichnis die Tabelle abgespeichert werden soll.
- f) Gespeicherte Tabelle darstellen: Unter diesem Punkt kann eine gespeicherte Tabelle aufgerufen werden und falls notwendig verändert werden. Die fertige veränderte Tabelle kann gegebenenfalls unter einem anderen Namen gespeichert werden (Punkte). Es gibt folgende Tabellen die unter diesem Punkt geladen werden können Dateinamen: TC-Messung = 59 Proben mit Methode 11 (TC + Nges) messen, IC-Messung-1 = 19 Proben mit Methode 2 (IC) messen, TC-Messung-pur = 59 Proben mit Methode 12 (nur TC) messen
- g) Tabelle ausdrucken: Nach dem Aufrufen dieses Punktes wird ein Ausdruck der Tabelle erstellt.
- h) Tabelle schliessen: Nach Anklicken dieses Icons wird das Fenster verlassen, es erscheint wieder die Rackdarstellung.

2. Rackbelegung ausdrucken:

- Unter diesem Punkt kann ein ziemlich unsinniger Ausdruck erstellt werden. Ausgedruckt wird die Rackbelegung so, wie sie auf dem Bildschirm zu sehen ist, d.h. ein Gitternetz mit Fläschchen ohne weitere Bezeichnung.

3. Blindwert messen:

- Vor Beginn der Messung sollte mindestens ein Blindwert gemessen werden. Die Lösung für diese Messung wird aus der 1. Position des Probenracks genommen. Das Gefäß für die Blindwertmessung muss vor der Messung mit frischem Wasser aus der Reinstwasseranlage MilliQ Gradient A10 aufgefüllt werden. Die Messung des Blindwertes sollte in sofern vernachlässigbar sein als kein Peak im Peakfenster zu sehen sein sollte. Ist dies nicht der Fall, sollten weitere Blindwerte gemessen werden bis kein Peak mehr zu sehen ist. Danach kann mit der Messung von Proben begonnen werden.

4. Alle Proben im Rack messen:

- Zunächst muss das Rack mit den Probengläschen die zu ca. 2/3 mit Probe oder Standard befüllt sind bestückt werden. Bei der Messung von TC, IC, Differenzmethode und Nges werden die Gläschen mit Alufolie abgedeckt. Erst die Gläser in das Rack stellen, dabei mit der zweiten Position links oben beginnen (die erste Position ist für Blindwasser reserviert) und das Rack von links nach rechts und von oben nach unten bestücken (maximal 59 Proben). In die Positionen 10, 20, 30, 40 und 50 TC-Standards stellen, in die Positionen 11, 21, 31, 41, 51 Nges- oder IC-Standards stellen, dabei wechselnde Konzentrationen wählen. In die Position 59 ein Glas mit Reinstwasser aus der Reinstwasseranlage MilliQ Gradient A10

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.2	6

stellen um eventuelle Verschmutzungen in den Leitungen zu entfernen. Dann einen Bogen Alufolie über die Gläser legen und mit dem PVC-Rahmen fixieren.

- Nach Wahl des Punktes 4. initialisiert sich der Probengeber und beginnt mit der Messung der ersten Probe. Anschliessend werden alle Proben, so wie sie in der Probentabelle eingegeben wurden gemessen. Es erscheint pro Messung ein Fenster in dem der/die Messpeaks (TC oder IC oder und Nges-Peak) dargestellt werden. Es werden mindestens 3 Messungen, maximal 5 Messungen durchgeführt. Nach der dritten Messung wird der Variationskoeffizient berechnet, ist er zu hoch (>3%), wird eine vierte Messung durchgeführt. Danach wird ein Ausreissertest durchgeführt und der am Weitesten vom Mittelpunkt liegende Messwert eliminiert (in Klammern gesetzter Wert). Es wird dann wiederum die Standardabweichung berechnet und gegebenenfalls eine fünfte Messung durchgeführt. Nach der fünften Messung werden wiederum die Ausreisser eliminiert und aus den verbleibenden Messwerten der Mittelwert berechnet. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das Fläschchen in der Rackdarstellung, kann dieser Mittelwert und die Einzelwerte angeschaut werden. Die eliminierten Messwerte sind in Klammern gesetzt.

5. Rack weiter abarbeiten (nachdem die Messung abgebrochen wurde):

- Die Bearbeitung der Proben kann beendet werden, indem man mit der rechten Maustaste in das Fenster klickt in dem die gerade ablaufende Messung dargestellt wird. Es wird dann eine Auswahlliste dargestellt in der Messung abbrechen F10 erscheint. Durch Drücken der Taste F10 wird die Messung abgebrochen. Man sollte erst dann F10 drücken wenn eine Messung so gut wie abgeschlossen ist, d.h. die Basislinie erreicht wurde.
- Die Messung der Proben kann durch Aufrufen dieses Punktes fortgesetzt werden. Es wird an der Stelle weitergemessen wo aufgehört wurde.

6. Ergebnisse neu berechnen/Messpeaks löschen:

- Klickt man mit der rechten Maustaste auf ein Fläschchen in der Rackdarstellung so öffnet sich das Fenster in dem die Ergebnisse der Messungen dargestellt werden. In diesem Fenster befinden sich ganz unten links der Knopf *Messpeaks*. Nach dem Anklicken dieses Knopfes mit der linken Maustaste werden die Messpeaks aller Einzelmessungen dargestellt. Klickt man mit der rechten Maustaste in ein Peakfenster, so öffnet sich eine Auswahlliste. In dieser kann Messpeak löschen angeklickt werden, wodurch der Peak gelöscht wird.
- Anschliessend muss durch Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung die Auswahlliste aufgerufen werden in der der Punkt 6. gewählt werden muss. Das Ergebnis der Probe bei der ein Peak gelöscht wurde wird dann neu berechnet.

7. Kalibrierkurven:

Dieser Punkt sollte nur zum Anschauen von Kalibrierkurven verwendet werden. Es gibt ein separates Menü Kalibrieren in dem die Kalibration durchgeführt werden sollte und auch Veränderungen an Kalibrierkurven wie Löschen einzelner Peaks und Neuberechnen der Kurve durchgeführt werden kann.

- Nach Wahl dieses Punktes erscheint ein Fenster in dem alle aktiven Kalibrierkurven dargestellt sind. Durch Doppelklick mit der linken Maustaste kann eine Kalibrierkurve gewählt werden, die dann als Kurve mit ihren Vertrauensbändern dargestellt wird. Zusätzlich wird die Rackdarstellung mit roten Fläschchen dargestellt. Die Kurve kann auch an dieser Stelle bearbeitet werden, in dem einzelne Peaks (s. Punkt 6.) oder Standards gelöscht werden.
- Ausserdem kann die Kurve ausgedruckt werden. Wurden Peaks gelöscht muss der Punkt 6. Ergebnisse neu berechnen aufgerufen werden.
Dies sollte jedoch nach Möglichkeit in dem Menü Kalibration s.u. durchgeführt

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	7

8. Ergebnisse ausdrucken:

- Es wird ein sehr ausführlicher Ausdruck mit allen Einzelmessungen (Konzentrationen und Peakflächen) erstellt. Dargestellt sind auch die eingeklammerten Werte die für die Berechnung des Endergebnisses nicht berücksichtigt wurden, sowie der Mittelwert (MW), der Variationskoeffizient (VK) und die Standardabweichung (Sy). Angegeben ist auch die für die Messung verwendete Kalibrierkurve. Ein derartiger Ausdruck sollte nur erstellt werden wenn diese ausführlichen Informationen benötigt werden, z.B. Tests. Ansonsten kann unter dem Unterprogramm *Datenvisualisierung* (s. dort) ein komprimierter Ausdruck erstellt werden, der in der Regel vollkommen ausreicht.

9. TC-Kanal konditionieren:

- Vor Beginn der Messung von Proben sollte diese Konditionierung zweimal durchgeführt werden. S. Vorbereitung für die Messung

III. Ausdrucken von Messergebnissen (komprimierter Ausdruck):

Es gibt ein von der eigentlichen TOC-Steuersoftware unabhängiges Programm **Datenvisualisierung** mit dem Ausdrücke und Dateien erstellt werden können.

Dieses Programm wird wie folgt aufgerufen:

Auf den Start-Knopf unten links mit der linken Maustaste klicken und Programme--TOC-Steuerprogramm --Datenvisualisierung wählen.

Es öffnet sich das Fenster: *Messdaten des Dimatec TOC-100* in dem 3 Knöpfe zu sehen sind:

1. Konvertierung und Sortierung:

Nach Wahl dieses Punktes müssen folgende Einstellungen gewählt werden:

archiviertes Ergebnis und 2-Stellen müssen mit einem Punkt versehen sein, d.h. sie sind aktiviert. Ebenso müssen folgende Punkte abgehakt d.h. aktiviert sein:

Darstellung des Messdatums immer
 Darstellung des TIC-Messwertes immer
 Darstellung des TC-Messwertes immer
 Darstellung des TOC-Messwertes immer
 Darstellung des TNB-Messwertes immer
 Darstellung der Messmethode immer
 Nach Datum selektieren immer

Danach das erste Icon (Bildchen) oben links für das Einlesen der Daten aus der Datenbank mit der linken Maustaste anklicken. Es erscheint das Fenster:

Wählen Sie die zu konvertierende Datei aus. Die entsprechende Datei (i. d. Regel ganz rechts unten) durch Anklicken mit der linken Maustaste wählen (der Name der Datei ist dann blau unterlegt). Anschliessend mit der linken Maustaste auf *Öffnen* klicken.

2. Datenbankinhalt:

Durch Klicken mit der linken Maustaste auf Datenbankinhalt kann der Inhalt der zuvor geöffneten Datei angeschaut werden, d.h. es kann kontrolliert werden, ob man die richtige Datei angewählt hat.

3. Druckbild:

Durch Klicken mit der linken Maustaste auf Druckbild, können noch Veränderungen am Ausdruck vorgenommen werden. Z.B. können hier die Spaltenbreiten, Seitenränder usw. festgelegt werden. Normalerweise können diese Einstellungen so bleiben wie sie sind.

Anschliessend kann durch Klicken mit der linken Maustaste auf das Drucker-Icon (viertes von links) der Ausdruck auf dem Bildschirm angezeigt und nach nochmaligem Klicken auf das Drucker-Icon über der Darstellung der Ausdruck erstellt werden. Dieser Ausdruck reicht im normalen Messbetrieb vollkommen aus.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	8

IV. Erstellen von Messwertdateien:

- Mit dem Programm Datenvisualisierung, dessen Aufruf unter Punkt III beschrieben ist, kann eine Datei erstellt werden, die vom TOC-Editor gelesen werden kann.
- Hierzu zunächst unter Start--Programme--Norton Commander denselben aufrufen und in das Verzeichnis c:\Programme\Dimatec\TOC-Steuerprogramm (2-ter Eintrag)\Daten\DB wechseln und mit F8 alle Dateien in diesem Verzeichnis löschen. Dabei ist es wichtig, dass das Programm Datenvisualisierung nicht geöffnet ist, da die Dateien sonst nicht gelöscht werden können.
- Anschliessend das Programm Datenvisualisierung wie unter Punkt III beschrieben aufrufen, und die Datei die exportiert werden soll, öffnen. In der Ansicht Datenbankinhalt kontrollieren, ob die richtige Datei gewählt wurde. Die Einstellungen müssen wie unter Punkt III beschrieben gewählt werden z.B. nach Datum sortieren etc. Danach mit der linken Maustaste auf das 3-te Icon von links *Daten exportieren* klicken. Es wird dann die Datei auswahl.txt erstellt, die im Norton Commander weiter bearbeitet werden muss.
- In den Norton Commander wechseln und das Verzeichnis c:\Programme\Dimatec\TOC-Steuerprogramm (2-ter Eintrag)\Daten\DB wählen. In diesem Verzeichnis befindet sich die Datei auswahl.txt die mit F6 (Umbenennen/Bewegen) auf eine Diskette kopiert werden muss. Dabei wird sie in z.B. W14991.txt umbenannt, d.h. 1. Lauf der Serie W14/99. Danach kann die Datei mit dem TOC-Editor bearbeitet werden.

V. Ausschalten des Gerätes

Stickstoffmessteil: Ozon-Schalter ausschalten, den Drehschalter auf Aus drehen, die Heizung durch Herausziehen des Einschubs ausschalten, den Netzschalter nur bei langen Messpausen ausschalten.

TC/IC-Messgerät: die Heizungen der Kanäle 1 und 2 durch herausziehen der beiden Einschübe (Temperatur 1 und Temperatur 2) ausschalten, den Netzschalter nie ausschalten.

Anschliessend sollte eine Stunde gewartet werden bis sich das Gerät abgekühlt hat. Dann den Vordruck am Labortisch auf 0 stellen und die Gasflasche im Gasflaschenschrank zudrehen und entlüften.

Das Gerät sollte am Wochenende und bei längeren Messpausen ausgeschaltet werden.

B. Eichung

Für die Erstellung von Kalibrierkurven gibt es einen speziellen Programmteil der wie folgt aufgerufen wird:

Man sollte sich im TOC-Steuerprogramm befinden, d.h. die Rackdarstellung mit den blauen Flaschen sollte zu sehen sein. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das graue Feld rechts unten auf dem Bildschirm kann ein Fenster geöffnet werden in dem *Leiste zur Programmsteuerung* erscheint. Durch Anklicken mit der linken Maustaste öffnet sich ein Fenster in dem *Setup* eingegeben werden muss und *OK* mit der linken Maustaste angeklickt werden muss. Danach erscheinen vier Icons u. a. *Kalibrieren* oben auf dem Bildschirm. Nach Anklicken dieses Icons öffnet sich ein Fenster in dem die Rackdarstellung mit roten Fläschchen zu sehen ist. Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung öffnet sich ein Fenster in dem:

1. Standards eingeben/ändern erscheint

Hier muss Folgendes eingegeben werden:

- Messart Eingabe von TC, IC, Differenzmessung oder Nges-Messung je nachdem für welche Messart geeicht werden soll
- Methode aus der Klappliste dieses Feldes die Methodenummer wählen. (TC=12, IC=1, Nges=11)
- Messungen hier eine 5 für die Zahl der Einzelmessungen eingeben

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u>	TOC3.2	9

d) Grösse des Standards Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die weissen Felder dieser Tabelle, öffnet sich ein weiteres Fenster in dem die Konzentrationen der Standards mit einer Nachkommastelle eingegeben werden müssen.

Danach den 3. Punkt wählen

2. Rackdarstellung ausdrucken

Es wird ein genauso unsinniger Ausdruck wie im Messmenue erstellt.

3. Blindwert messen

Vor Beginn der Eichung sollten 2 Blindwerte gemessen werden. In den Messfenstern soll lediglich die Basislinie und keine Messpeaks zu sehen sein.

4. Alle Standards im Rack messen

Anschliessend kann mit der Messung der Standards begonnen werden.

Nach dem Anklicken dieses Punktes wird die Messung der Standards gestartet. Nach Abschluss der Messungen kann je nach Verlauf der Messung die Abfrage erfolgen, ob die Eichung quadratisch ausgewertet werden soll. Hier sollte immer *nein* gewählt werden. Anschliessend sollte die Eichung sofort ausgewertet werden. Dieses heisst, man sollte alle Einzelmessungen anschauen und Messpeaks die stark von den anderen Messungen abweichen löschen. Die Messpeaks eines Standards können durch Anklicken eines Fläschchens in der Rackdarstellung (linke Maustaste) und Anklicken des Knopfes Messpeaks unten im Fenster dargestellt werden. Durch Klicken in das Messpeakfenster öffnet sich ein anderes Fenster in dem durch Anklicken von Messpeak löschen der Peak gelöscht werden kann. Ganze Standards die weit von der berechneten Eichkurve (mittlere Linie) entfernt liegen, können durch das Löschen aller zugehörigen Peaks gelöscht werden. In der Regel sollten keine ganzen Standards gelöscht werden und die Eichung sollte wiederholt werden wenn der Variationskoeffizient bei der jeweils niedrigsten Eichung über 3 %, bei den folgenden höheren Eichungen grösser als 1 % sind. Nach dem Löschen von Messpeaks unbedingt Punkt 6. *gemessene Standards auswerten* aufrufen.

5. Rack weiter abarbeiten:

Wurde die Messung der Standards unterbrochen was genauso funktioniert wie unter *II. Messung von Proben* beschrieben, so kann die Messung der Proben durch Aufrufen dieses Punktes fortgesetzt werden.

6. gemessene Standards auswerten

Egal ob an der Eichung manipuliert wurde oder nicht, sollte dieser Punkt angewählt werden. Die Kalibrierkurve wird dann berechnet und zusammen mit ihren statistischen Kenngrössen (Variationskoeffizient, Prüfwert, die Grenzen sind in den Elementbestimmungsmethodenbeschreibungen beschrieben) dargestellt.

7. Kalibrierkurven

Nach dem Anklicken dieses Punktes erscheint eine Liste der gespeicherten Eichkurven mit ihren Messbereichen. Es kann eine Eichkurve mit der linken Maustaste angeklickt werden worauf eine Darstellung dieser Eichung erfolgt. Diese kann dann ausgedruckt oder gegebenenfalls auch noch nachträglich manipuliert werden. Durch Klicken auf die erscheinende Rackdarstellung können wiederum die Messpeaks oder die Peakflächen der Einzelpeaks dargestellt werden.

C. Wartung und Pflege

1. Austausch des TC-Katalysators:

- Als Erstes den Einschub Temperatur 1 herausziehen und warten bis die Temperatur soweit gefallen ist, dass das Katalysatorrohr ohne Gefahr entnommen werden kann.
- Dann den Port herausschrauben, das Metalloberteil aufdrehen und das blaue Septum austauschen. Dabei darauf achten, dass die Teflonseite nach unten zeigt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	10

- Dann die zwei Schrauben der Halteplatte für das TC-Katalysatorrohr (oben, rechte Seite des Gerätes) lösen und das Reaktorrohr nach oben aus dem Gerät herausziehen.
- Den schwarzen Schlauch vom seitlichen Ausgang des Rohres abziehen und gegebenenfalls brüchige oder aufgeweitete Teile des Schlauches abschneiden.
- Die rote Verschraubung vom Rohr abschrauben und die Dichtung in der Verschraubung (Teflonseite zeigt zum Reaktorrohr) austauschen, wenn sie stark abgenutzt., d.h. unten zerdrückt ist.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug (Quarzwolle!) neu befüllen. Katalysatorkugeln (Pt-Kugelkatalysator), TNb-Zusatzkatalysator (CuO auf Bimssteinträgermaterial) und Quarzwolle getrennt in die entsprechenden Sammelgefäße für die Entsorgung geben. Das Platinnetz mit Wasser demin. reinigen und trocknen. Auf den Boden des Rohres ca. 5 mm Quarzwolle geben, dabei darauf achten das die Wolle nicht zu fest gestopft wird. Darüber zunächst Katalysatorkugeln und dann TNb-Katalysatorzusatz je zur Hälfte bis 5 mm unter der Aussparung für das Thermoelement einfüllen. Zwischen die beiden Füllungen ein Platinnetz legen. Die Gesamtfüllhöhe des Katalysators unbedingt einhalten, da es sonst zu Messungenauigkeiten (Doppelpeaks) kommen kann.
- Die Verschraubung auf das Rohr schrauben und den schwarzen Schlauch auf den seitlichen Ausgang stecken. Dabei darauf achten dass die Halteschrauben und der Stutzen an der Seite einen Winkel von 90° bilden. Anschliessend das Rohr in das Gerät einführen bis ein leichter Widerstand zu spüren ist. Den Reaktor dann vorsichtig in den Teflonblock einführen. Danach die Halteplatte wieder festschrauben und den Einspritzport darauf festschrauben.
- Vor Beginn von Messungen sollte wenigstens eine schnelle Dichtigkeitsprüfung durchgeführt werden. Hierzu wird der Silikonschlauch am vorderen Absorbergefäss zugehalten und beobachtet, ob sich die Wasserstände in den Kondensatsammelgefässen bewegen, d.h. Wasser aus der Kapillare austritt. Ist dies der Fall, ist das Gerät dicht.
- Den Einschub Temperatur wieder hereinschieben und warten bis die Temperatur von 850 oC erreicht ist.
- Danach den TC-Kanal dreimal Konditionieren (Bildschirm Proben messen). Danach mindestens zweimal demin. Wassermessen. Ist der Messwert des Wassers unter 0.5 mg/l kann gemessen werden.

2. Austausch des IC-Katalysators

- Zunächst den Port herausschrauben, das Metalloberteil aufdrehen und das Septum austauschen. Dabei darauf achten, dass die matte Seite nach unten zeigt.
- Dann die zwei Schrauben der Halteplatte für das IC-Katalysatorrohr (oben, rechte Seite des Gerätes) lösen und das Reaktorrohr nach oben aus dem Gerät herausziehen.
- Den schwarzen Schlauch vom seitlichen Ausgang des Rohres abziehen und gegebenenfalls brüchige oder aufgeweitete Teile des Schlauches abschneiden.
- Die rote Verschraubung vom Rohr abschrauben und die Dichtung in der Verschraubung (Teflonseite zeigt zum Reaktorrohr) austauschen wenn sie stark abgenutzt d.h. nach unten hin zerdrückt ist.
- Das Reaktorrohr entleeren und in und über Nacht in Wasser einweichen, gut spülen und trocknen.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug (Phosphorsäure!) neu befüllen. Auf den Boden des Rohres eine 1 cm hohe Schicht Raschigringe geben. Das Rohr dann bis 5 mm unterhalb der Aussparung für den Temperaturfühler mit IC-Trägermaterial auffüllen. Das Rohr dabei leicht klopfen, damit sich die Füllung verdichtet.
- Anschliessend mit einer Vollpipette 10 ml 85 %ige Phosphorsäure auf den Reaktor geben und die überschüssige Säure ablaufen lassen. Dann ein zweites Mal 10 ml 85 %ige Phosphorsäure

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	11

auf den Reaktor geben und ebenfalls die überschüssige Säure ablaufen lassen. Den Reaktor hierzu ca. 15 Minuten so lagern das die Säure ablaufen kann. Kontrollieren ob das gesamte IC-Trägermaterial benetzt ist. Den Reaktor vor dem Einbau über Nacht, mindestens jedoch 30 Minuten so lagern.

- Danach die Verschraubung auf das Rohr schrauben und den schwarzen Schlauch auf den seitlichen Ausgang stecken. Dabei darauf achten dass die Halteschrauben und der Stutzen an der Seite einen Winkel von 90° bilden. Anschliessend das Rohr in das Gerät einführen bis ein leichter Widerstand zu spüren ist. Den Reaktor dann vorsichtig in den Teflonblock einführen. Danach die Halteplatte wieder festschrauben.
- Vor Beginn von Messungen eine Dichtigkeitsprüfung durchführen. Hierzu den Silikonschlauch am hinteren Absorbergefäss zuhalten und beobachten, ob sich die Wasserstände in den Kondensatsammelgefässen bewegen, d.h. Wasser aus der Kapillare austritt. Ist dies der Fall ist das Gerät dicht.
- Die Regeneration des IC-Katalysators erfolgt automatisch

3. Austausch der Halogenabsorber am IC- und TC-Messkanal

- An der rechten Seite des Gerätes befinden sich die zwei Glasgefässe für das Halogenabsorbermaterial des TC- und des IC- Kanals.
- Die Absorberfüllung muss ausgetauscht werden, wenn sich die Bronzeplättchen zu mehr als 2/3 grün verfärbt haben, oder/und sich die Zinkplättchen zu mehr als 2/3 weiss verfärbt haben.
- Die Schliffklemmen entfernen und den Schliff öffnen. Anschliessend die Gefässe aus den Halterungen nehmen und je zur Hälfte mit Absorber B (Bronze) und Absorber Z (Zink) füllen. Die Reihenfolge der Füllungen ist beliebig.
- Die Gefässe in umgekehrter Reihenfolge zusammensetzen. Die Schliffe dabei leicht mit Vakuumsfett oder Vaseline einfetten. Nach leichtem Drehen der Schliffe sollte der Schliff durchsichtig sein. Dies ist wichtig damit die Verbindung vollkommen gasdicht ist. Jedoch sollte auch nicht zuviel Fett verwendet werden, da Fett kohlenstoffhaltig ist und falls es in den Gasstrom gelangt die Messergebnisse verfälschen könnte.

4. Austausch des N-Konverters und des Ozonabsorbers des N-Messgerätes

a) Austausch des N-Konverters

Nach ca. 1-3 Jahren, spätestens jedoch wenn die Peakflächen der Stickstoffpeaks abnehmen, sollte die N-Konverterfüllung ausgetauscht werden, um eine vollständige Umwandlung aller Stickoxide in Stickstoffmonoxid (NO) zu gewährleisten.

- Hierzu die Bodenplatte des Gerätes abschrauben: Die zwei Schrauben an jeder Seite des Gerätes abschrauben. Anschliessend das N-Messgerät auf die rechte Seite legen. Dabei darauf achten, dass die Schlauchverbindungen zum TOC-Messgerät nicht unterbrochen werden. Dann die Bodenplatte abnehmen.
- Die jetzt zugängliche Verschraubung am Konverterrohr (dieses sieht wie das Katalysatorrohr des TC- bzw. IC-Kanals aus) lösen. Hierzu die weisse Rändelschraube am Konverterrohr leicht lösen (nicht vollständig abdrehen) und vom Konverterrohr abziehen. Das Gerät danach auf die offene Bodenplatte stellen.
- Das Rohr, welches oben mit einer roten Blindkappe verschlossen ist, vorsichtig nach oben herausziehen, dabei den schwarzen Schlauch der zur Seite weggeht mitführen.
- Den Schlauch vom Rohr abziehen und das Rohr unter dem Abzug neu befüllen (Quarzwolle !): Die rote Blindkappe abschrauben und die Füllung herausklopfen. Die Quarzwolle und die Konverterfüllung (Molybdän) für die Entsorgung getrennt sammeln.
- Anschliessend neue Quarzwolle einfüllen und neue Konverterfüllung in das Rohr geben. Dabei das Rohr leicht klopfen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.2	12

- Das Gerät in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammenbauen.

Achtung: Nach dem Austausch des N-Konverters muss das Gerät mit N-Standards neu eingefahren werden, d.h. das solange Stickstoffstandards verschiedener Konzentration gemessen werden müssen bis die Peakflächen konstant sind. Erst dann kann und muss das Gerät für die Stickstoffmessung neu geeicht werden.

b) Austausch des Ozonabsorbers

- An der Rückseite des N-Messgerätes befindet sich ein mit Aktivkohle gefülltes Kunststoffrohr, welches überschüssiges Ozon aus dem Messgasstrom entfernt bevor das Messgas das N-Messgerät verlässt. Die Füllung dieses Rohres muss einmal im Jahr gewechselt werden, um zu verhindern, dass überschüssiges Ozon in die Laborluft gelangt.
- Hierzu den schwarzen Schlauch von dem Kunststoffrohr abziehen und das Rohr aus der Halterung nehmen.
- Das Rohr unter dem Abzug (Quarzwolle !) aufschrauben und die Füllung entnehmen.
- Mit frischer Quarzwolle und Aktivkohle befüllen. Die Quarzwolle für die Entsorgung sammeln, die Aktivkohle verwerfen.
- Das Rohr wieder in die Halterung setzen und die Schlauchverbindung wiederherstellen.

5. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleissteilen

- Die Septen in den Einspritzports sollten häufiger ausgetauscht werden, da sie durch das Einstecken der Nadel mit der Zeit undicht werden. Wurde bei der Dichtigkeitsprüfung eine Undichtigkeit gefunden, so sollte zunächst geprüft werden, ob durch den Austausch des Septums, die Undichtigkeit behoben werden kann. Dabei sollte beachtet werden, dass die teflonbeschichtete Seite des Septums nach oben zeigt. Die Standzeit eines Septums beträgt ca. 300 Einspritzungen.
- Die rote Verschraubung der IC- und TC-Reaktorrohre muss halbjährlich gewechselt werden, da sie durch die hohen Temperaturen in den Reaktoren brüchig werden.
- Die in diesen Verschraubungen sitzenden Dichtungsringe müssen ausgetauscht werden wenn sie stark abgenutzt d.h. zerdrückt sind. Hierzu die rote Kappe abschrauben und mit Hilfe eines Schraubendrehers die Dichtung herausziehen und durch eine neue Dichtung ersetzen. Dabei darauf achten, dass die teflonbeschichtete Seite der Dichtung zum Reaktorrohr hin zeigt.
- Die Dichtung im Teflonverschraubungsblock (untere Verschraubung des Reaktors) muss einmal jährlich ausgetauscht werden. Hierzu den Teflonblock dem Gerät entnehmen und den schwarzen Dichtungsring im Block sehr vorsichtig mit einer Nadel entnehmen (am Besten mit der Nadel in den Ring stechen). Dabei darauf achten das der Teflonblock durch die Nadel nicht zerkratzt wird.
- Die zwei weissen Steigleitungen die vom IC- und vom TC-Kanal wegführen einmal jährlich reinigen oder austauschen.
- Die Glaskapillaren (0.6 mm Innendurchmesser), die in die zwei schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen eingebaut sind, müssen einmal im Jahr durch neue Glasrohre ersetzt werden.
- Die schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen werden durch die Hitze brüchig. Da jedoch meisst nur das Schlauchstück direkt am Reaktor porös wird kann es bei einem Reaktorwechsel gegebenenfalls gekürzt werden und muss erst wenn die Länge nicht mehr ausreicht ausgetauscht werden.

6. Dichtigkeitsprüfung

Eine ausführliche Überprüfung der Dichtigkeit sollte grundsätzlich nach jedem Austausch von Komponenten wie Reaktor, Absorber, Schläuche, Dichtungen etc. durchgeführt werden. Anzeichen für das Vorliegen einer Undichtigkeit sind Minderbefunde bei der Messung von Standards oder eine schlechte Reproduzierbarkeit bei der Messung von Proben und Standards

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.2	13

a) TC-Kanal

- Den Vordruck des Trägergases Sauerstoff am Druckminderer am Labortisch auf 0,5 bar einstellen oder den Druck am Gerät ebenfalls auf 0,5 bar einstellen. Hierzu die Schraube am Einstellknopf am Gerät (am TC-Kanal) lösen und den Druck auf 0,5 bar einstellen.
- Den Silikonschlauch der vom vorderen Kühler weggeht vom Kühler abziehen und mit einem Stopfen verschliessen. Den Schlauch von Ausgang A; K2 (hinten am Messgerät) abziehen und diesen mit einer schwarzen Verschlusskappe verschliessen. Danach muss die Kugel am Flowmeter des TC-Kanals ganz unten sein und darf sich nicht mehr bewegen. Bewegt sie sich noch liegt eine Undichtigkeit vor. Bei einer Undichtigkeit:
- Als Erstes sollte dann das Septum im TC-Einspritzport getauscht werden.
- Sinkt die Kugel danach nicht ab und bewegt sie sich immer noch, so liegt eine Undichtigkeit im Bereich des TC-Reaktors oder des Halogenabsorbers vor. Es sollte dann zunächst geprüft werden, ob der Schliff des Halogenabsorbers ausreichend gefettet ist. Ist das Gerät danach immer noch nicht dicht, sollte die rote Verschraubung oben am Reaktor gelöst werden und die Dichtung in der roten Schraubkappe ausgetauscht werden.
- Ist die Undichtigkeit nach Durchführung dieser Massnahmen nicht behoben, so sollten alle Schläuche auf Brüchigkeit geprüft werden, ausserdem sollte geprüft werden, ob alle Schlauchverbindungen fest sind. Als Letztes kann dann noch geprüft werden ob der Reaktor im Teflonblock richtig sitzt und ob die Dichtung im Teflonblock in Ordnung ist.
- Ist die Dichtigkeit hergestellt, muss zuerst die Verschlusskappe von Ausgang E entfernt werden, dann der Stopfen vom Silikonschlauch am Halogenabsorber und dann die Schlauchverbindungen wiederhergestellt werden. Danach wird der Druck wieder auf seinen ursprünglichen Wert von 4 bar am Gerät und von ca. 4,5-5 bar am Druckminderer am Labortisch eingestellt.

b) IC-Kanal

- Den Vordruck des Trägergases Sauerstoff am Druckminderer am Labortisch auf 0,5 bar einstellen. Den Druck am Gerät (am IC-Kanal) ebenfalls auf 0,5 bar einstellen. Hierzu die Schraube am Einstellknopf am Gerät lösen und den Druck auf 0,5 bar einstellen.
- Den Silikonschlauch der vom hinteren Kühler weggeht mit einem Stopfen verschliessen. Den Schlauch von Ausgang A, K1 (hinten am Messgerät) abziehen und diesen mit einer schwarzen Verschlusskappe verschliessen. Danach muss die Kugel am Flowmeter des IC-Kanals ganz unten sein und darf sich nicht mehr bewegen. Bewegt sie sich noch liegt eine Undichtigkeit vor. Bei einer Undichtigkeit:
- Als Erstes sollte dann das Septum im IC-Einspritzport getauscht werden.
- Dann den Silikonschlauch am hinteren Halogenabsorber unten zuhalten. Sinkt die Kugel danach nicht ab und bewegt sie sich immer noch, so liegt eine Undichtigkeit im Bereich des IC-Reaktors oder des Halogenabsorbers vor. Es sollte dann zunächst geprüft werden, ob der Schliff des Halogenabsorbers ausreichend gefettet ist. Ist das Gerät danach immer noch nicht dicht, sollte die rote Verschraubung oben am Reaktor gelöst werden und die Dichtung in der roten Schraubkappe ausgetauscht werden.
- Ist die Undichtigkeit nach Durchführung dieser Massnahmen nicht behoben, so sollten alle Schläuche auf Brüchigkeit geprüft werden, Ausserdem sollte geprüft werden, ob alle Schlauchverbindungen fest sind. Als Letztes kann dann noch geprüft werden ob der IC-Reaktor im Teflonblock richtig sitzt und ob die Dichtung im Teflonblock in Ordnung ist.
- Ist die Dichtigkeit hergestellt, muss zuerst die Verschlusskappe von Ausgang A entfernt werden, dann der Stopfen von Silikonschlauch am Halogenabsorber und dann die Schlauchverbindungen wiederhergestellt werden. Danach wird der Druck wieder auf seinen ursprünglichen Wert von 4 bar am Gerät und von ca. 4,5-5 bar am Druckminderer am Labortisch eingestellt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.2	14

7. Beseitigung von Verstopfungen

Konnte bei einer Dichtigkeitsprüfung keine Undichtigkeit des Systems festgestellt werden und treten trotzdem ungewöhnliche Peakformen oder/und schlecht reproduzierbare Messergebnisse auf, so kann auch eine Verstopfung vorliegen. Diese kann nur an folgenden Stellen vorliegen:

- Das Schlauchstück zwischen Reaktor und Kapillare kann durch Reaktormaterial verstopft sein. Dieses sollte deshalb entfernt und ausgetauscht oder gereinigt werden. Ausserdem sollte das seitliche Glasrohr des Reaktors auf eine Verstopfung hin überprüft werden.
- Liegt an dieser Stelle keine Verstopfung vor, so kann nur noch die Quarzwolle am Boden des TC-Reaktors durch zerfallendes Reaktormaterial verstopft sein. Der Reaktor sollte dann ausgebaut und neu befüllt werden.

8. Überprüfung der Nadelposition

- Man sollte sich im TOC-Steuerprogramm befinden, d.h. die Rackdarstellung mit den blauen Flaschen sollte zu sehen sein. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das graue Feld rechts unten auf dem Bildschirm kann ein Fenster geöffnet werden in dem *Leiste zur Programmsteuerung* erscheint. Durch Anklicken mit der linken Maustaste öffnet sich ein Fenster in dem *Setup* eingegeben werden muss und *OK* mit der linken Maustaste angeklickt werden muss. Danach erscheinen vier Icons u. a. *Kalibrieren*, *Messen* oben auf dem Bildschirm. Nach Klicken mit der rechten Maustaste auf die graue Fläche rechts oben öffnet sich das Fenster:
- **Konfiguration**, in dem u. a. *Veränderung an den PW-Koordinaten* durch Anklicken mit der linken Maustaste gewählt werden kann. Nach dem Anklicken des OK-Knopfes mit der linken Maustaste erscheint die Meldung *Abgleich des Probenwechslers - Initialisierung der PW-Koordinaten* auf dem Bildschirm. Danach erscheint ein Fenster in dem für die verschiedenen Positionen z.B. Einspritzport Kanal 1 + 2, Probengefässe, Spülgefäss die x- und y-Koordinaten und die Eintauchtiefe verändert werden können. Die Nadel fährt jeweils in die entsprechende Position wodurch überprüft werden kann ob sie stimmt, oder ob sie verändert werden muss. Anschliessend die Einstellung mit *OK* bestätigen um den Punkt zu verlassen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC3.3	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 15.12.2007

Total Organic Carbon Analyser (DIMATOC 2000, Fa. Dimatec) mit Stickstoffdetektor und automatischem Probengeber

für:

Elementbestimmungs- methoden	CCanorgTOC3.2, CCgesTOC3.3, NNgesTOC2.2
---------------------------------	---

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
I. Vorbereitungen für die Messung	2
II. Messung von Proben	3
IX. Ausschalten des Gerätes	8
B. Eichung	8
C. Wartung und Pflege	9
1. Austausch der IC-und TC-Reaktorrohre	9
2. Austausch der Halogen-Adsorber am IC-und TC Messkanal	10
3. Austausch des N-Konverters, des Rotfilters und des Ozonabsorbers	11
4. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleißteilen	12
5. Dichtigkeitsprüfung	12
6. Beseitigung von Verstopfungen	13
7. Überprüfung der Nadelposition	13

Wichtiger Hinweis:



Die unter C. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten!

Anhang:

Anhang 1: Ansicht des DIMATOC 2000 Software-Überblick

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> otal <u>O</u> rganic <u>C</u> arbon Analyser	TOC3.3	2

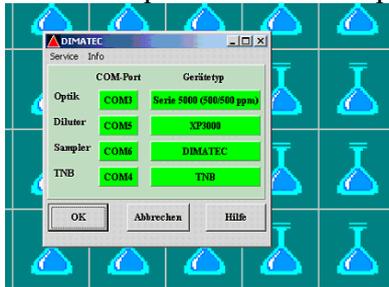
A. Routineablauf des Messbetriebs

I. Vorbereitungen für die Messung

1. Die Sauerstoffflasche im Gasflaschenschrank und den Gaszugang am Druckminderer am Labortisch aufdrehen. Den Vordruck am Druckminderer am Labortisch auf 4,5-5,0 bar einstellen. Anschliessend 15-30 Min. warten, bis das ganze Gerät (Gasleitungen, Katalysator etc.) vollständig durchspült ist.
2. Überprüfen, ob noch genügend Phosphorsäure (30-%ig) zur Konditionierung des IC-Reaktors im IC-Reagenzbehälter (dritte Aussparung im Geräteaufsatz) ist.
3. Die Füllung der zwei Chloridadsorberrohre an der rechten Seite des Gerätes kontrollieren. Die Bronzeplättchen (Chloridadsorber *B*) dürfen sich zu nicht mehr als 2/3 grün, die Zinkplättchen (Chloridadsorber *Z*) zu nicht mehr als 2/3 weiß verfärbt haben.
4. Neben dem Netzschalter, der mit *Ein/Aus* gekennzeichnet ist, befinden sich drei LEDs auf der Frontplatte. Wird das Gerät eingeschaltet, leuchtet für etwa 2 Sekunden sowohl die grüne als auch die rote LED des Kühlers auf (Funktionskontrolle der Kühlerregelung). Danach erlischt die grüne LED und die rote Alarm-LED blinkt. Nach Erreichen der Betriebstemperatur des Kühlers (nach etwa 15 min) erlischt die rote LED und das Aufleuchten der grünen LED kennzeichnet den normalen Betriebszustand des Kühlers. Blinkt die rote LED während des Betriebes oder erlischt sie auch nach längerer Anlaufzeit (ca. 15 min) nicht, ist der Kühler defekt. Es dürfen keine Messungen durchgeführt werden, da sonst die IR-Messzelle durch eintretendes Wasser beschädigt werden kann. Der Kühler muss dann durch den Kundendienst ausgetauscht werden.
5. Kontrollieren, ob sich der Ablaufschlauch des Spülgefäßes für die Nadel im Abfluss des Labortisches befindet. Das Spülwasser täglich erneuern (demin. Wasser) und die Flasche mit Parafilm vollständig abdecken.
6. Zuerst den Hauptschalter am N-Detektor einschalten und die Temperatur des Detektors durch drücken der Pfeiltaste ▲ auf 330°C einstellen. Erst dann den Ozongenerator einschalten (Reihenfolge unbedingt beachten und den Ozongenerator niemals ohne Gasfluss einschalten!). War der Detektor vollständig ausgeschaltet, so braucht er eine Stunde bis er sich stabilisiert hat und mit den Messungen begonnen werden kann. War nur der Ozongenerator und nicht der Hauptschalter ausgeschaltet, was bei kürzeren Messpausen (z.B. ein Wochenende) sinnvoll ist, so beträgt die Stabilisierungszeit ca. 15 Minuten.
7. Die Heizung des IC- (160°C) und TC-Kanals (850°C) an der Frontseite des Gerätes durch drücken der Pfeiltaste ▲ einschalten.
8. Nach längerem Stillstand des Gerätes und nach dem Wechsel des Katalysators sollten einige Standards verschiedener Konzentration gemessen werden, um zu überprüfen ob der Katalysator in Ordnung ist. Stimmen die Standards nicht, d.h. ist die Abweichung größer als 5 % vom Sollwert, so muss neu geeicht werden, bzw. bei starken Minderbefunden der TC- Katalysator gewechselt werden.
9. Der Gasdruck des IC- und TC-Kanals muss im Bereich 4,0 bar \pm 0,1 liegen. Liegt er außerhalb dieses Bereichs, so muss er eingestellt werden. Hierzu die Schraube am Reglerknopf lösen, den Druck einstellen und die Schraube wieder festziehen. Danach sollte die Unterkannte der Kugel im Durchflussröhrchen einen Fluss von 10 l/h anzeigen. (Achtung: Nur wenn das Trägergas zugeschaltet ist, bewegt sich die Kugel im Durchflussmesser). Wurde der Systemdruck verändert, verlieren alle bisherigen Kalibrierungen ihre Gültigkeit und es muss neu geeicht werden.

II. Messung von Proben

- Am Desktop das TOC-Steuerprogramm starten. Es erscheint folgendes Bild:



- Unter *Service/Einstellungen* befinden sich die Tabellenblätter für Einstellungen, LIMS, Alarmprogramm und Gerätediagnostik.
- Unter *Service / Einstellungen* das Tabellenblatt LIMS wählen. Hier wird unter *Export an LIMS* der Button  angeklickt und unter *Pfad für die zu exportierende Datei* der Dateiname angegeben. Anschließend mit Speichern bestätigen. Mit OK verlässt man diesen Menüpunkt. Das Gerät wird dann automatisch initialisiert, die Nadel gespült, und das Trägergas für den IC- und TC-Kanal automatisch zugeschaltet. Mit zugeschaltetem Trägergas können die Dichtigkeitsprüfungen durchgeführt werden. Hierzu die Wasserstände in den Kondensatsammelgefäßen (rechte Seite) kontrollieren. Sie sollten sich kurz unterhalb des Ablaufrohres befinden. Beim kurzzeitigen Zuhalten der Leitung zwischen Adsorbergefäßen und IR-Detektor tritt Wasser aus dem Rohr des Kondensatsammelgefäßes aus. Tritt kein Wasser aus dem Rohr des Kondensatsammelgefäßes aus, ist das Gerät undicht.
- Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Es erscheint ein Fenster mit folgenden Punkten:
 - Messablauf
 - Probentabelle bearbeiten
 - Blindwert messen
 - Alle Proben im Rack messen
 - Rack weiter abarbeiten
 - Berechnen/Druck
 - Ergebnisse neu berechnen
 - Ergebnisse ausdrucken
 - Daten an LIMS übergeben
 - Sonstiges
 - Konditionierung TC-Kanal
 - Nadel spülen
 - Trägergas abschalten
 - Trägergas zuschalten
 - Ergebnisse archivieren
 - Alle Daten archivieren
 - Aktive Kalibrierkurven
 - Letzter Fehler
 - Softwareversion
 - Injektionsvolumen testen
 - Programmverwaltung
 - Leiste zur Programmsteuerung
 - Konfiguration
 - Programm beenden

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	4

1. Messablauf

1.1 Probentabelle bearbeiten:

Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Messablauf ► Probentabelle bearbeiten auswählen.

Nach dem Aufrufen der Probentabelle erscheint eine Tabelle, die im Kopf 9 Icons (Bildchen) hat:

Beschreibung der Funktionen der Icons (von links nach rechts oben über der Tabelle):

Diese dienen dem schnelleren Ausfüllen der Probentabelle:

1. Zeile löschen: Es wird nach Anklicken dieses Icons mit der rechten Maustaste abgefragt welche Zeile, d.h. Probenposition gelöscht werden soll. Es wird dann der Eintrag in dieser Zeile gelöscht, was bedeutet dass diese Position bei der Abarbeitung des Racks übersprungen wird.
2. Werte vorgeben: Sind Einträge in der Probentabelle immer gleich, wie z.B. die Methode, oder sollen Probennummern weitergezählt werden, so können hier die Vorgaben für das automatische Ausfüllen der Tabelle gemacht werden.
3. Das Feld *Soll der Probenname um fortld. Index ergänzt werden*, sollte durch Anklicken angekreuzt werden, wenn Probennummern weitergezählt werden sollen. Unter *Index ab* wird dann die erste Probennummer eingegeben.
4. Zum Ausfüllen der Tabelle wird dann auf das Feld: *soll die Tabelle wie oben dargestellt ausgefüllt werden?* mit der linken Maustaste geklickt und bei *vom Probenplatz* die Startpositionsnummer (in der Regel 1) und bei *bis Probenplatz* die Positionsnummer der letzten Probe im Rack eingegeben.
5. An den Positionen 1, 2, 3, 4 und 20, 21, 22, 23 etc., also an den ersten vier Positionen und dann alle 20 Proben sollten Misch-Kontrollstandards eingefügt werden. Die Bezeichnung der Standards muss wie folgt eingegeben werden IC1, IC2, TCN1, TCN2. Anders bezeichnete Standards können vom Datenweiterverarbeitungsprogramm Relaq3 nicht als solche erkannt und ausgewertet werden.
6. Tabelle ordnen: wurden z.B. Probenpositionen (1.) gelöscht, so wird nach Anklicken dieses Icons die Probenpositionen um eine Position nach oben aufgerückt.
7. Tabelle neu anlegen: Es wird eine neue Tabelle erstellt, die vollständig neu ausgefüllt werden muss.
8. Tabelle sichern unter: Nach Anklicken dieses Icons wird abgefragt, unter welchem Dateinamen und in welchem Verzeichnis die Tabelle abgespeichert werden soll.
9. Gespeicherte Tabelle darstellen: Unter diesem Punkt kann eine gespeicherte Tabelle aufgerufen werden und falls notwendig verändert werden. Die fertige veränderte Tabelle kann gegebenenfalls unter einem anderen Namen gespeichert werden.
10. Tabelle ausdrucken: Nach dem Aufrufen dieses Punktes wird ein Ausdruck der Tabelle erstellt.
11. Tabelle mit Fehlern schließen
12. Tabelle schließen: Nach Anklicken dieses Icons wird das Fenster verlassen, es erscheint wieder die Rackdarstellung.

Anlegen einer neuen Probentabelle unter dem Icon 7. Tabelle neu anlegen:

Zunächst muss die Probentabelle editiert werden, d.h. es müssen folgende Eintragungen vorgenommen werden (Für das Editieren stehen Hilfsfunktionen zur Verfügung die weiter unten beschrieben sind (Icons)):

- Probenname: Hier werden die fortlaufende Nummer der Proben einer Serie z.B. 1, 2, 3 eingegeben. In einem Lauf mit unterschiedlichen Serien wird die erste Probe der Serie mit der **Serien-Nr./ldf.Nr.** versehen, z.B.

12W010/1

2

3

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	5

4

5

12W024/50

51

52 etc.

- **Methoden:** Hier kann entweder eine der Nummern eingegeben werden, oder durch Klicken mit der rechten Maustaste die Definition dieser Nummern vorgenommen oder angeschaut werden. Für die IC-Messung ist die Nummer 1, für die TC-Messung die Nummern 11 (ohne Nges) und 12 (mit Nges), und für die Differenzmessung (OC = TC-IC) die Nummer 31 reserviert. Hinter diesen Nummern verbergen sich folgende Definitionen, die nach Klicken mit der linken Maustaste auf Methoden zur IC-, TC-, oder Differenzmessung angeschaut oder verändert werden können:

IC-Messung: 45 µl Einspritzmenge der Phosphorsäure für das automatische Ansäuern des IC-Kanals (die Phosphorsäure befindet sich ganz rechts im 3er Rack), 100 µl Injektionsvolumen der Probe. Diese sind in Methode 1 definiert.

TC-Messung: In den Methoden 11 und 12 ist die Messung von TC definiert. Das Injektionsvolumen der Probe beträgt 200µl. Die Methode 11 ist ohne Nges-Messung. Die Methode 12 ist die Methode mit Nges-Messung

OC-Messung: Bei der verwendeten Katalysatorfüllung mit TNb-Katalysatorzusatz darf kein OC gemessen werden, da die stark sauren Proben (HCl) den TNb-Katalysatorzusatz zerstören würden.

Differenzmethode (OC = TC-IC): In der Methode 31 sind folgende Bedingungen definiert: 45 µl Einspritzmenge der Phosphorsäure für das automatische Ansäuern des IC-Kanals, 100µl Injektionsvolumen der Probe. TC und Nges-Messung 200 µl Injektionsvolumen der Probe,

- **Verdünnung:** hier den Verdünnungsfaktor der Probe eingeben, d.h. die Zahl mit der der Messwert multipliziert werden soll.
- **Messung:** Zahl der Messungen eingeben. Es sollten mindestens 3 Einzelmessungen gemessen werden.
- **Bemerkung:** hier können beliebige Bemerkungen eingegeben werden.

1.2 Alle Proben im Rack messen:

- Zunächst muss das Rack mit den Probengläschen, die mit Probe oder Standard bis zum Rand befüllt sind, bestückt werden. Wenn nicht genug Lösung vorhanden ist, wird die Probe in das kleine grün ummantelte Probengläschen abgefüllt. Die Gläschen werden mit Alufolie abgedeckt, wobei die Probe nicht mit Alufolie in Berührung kommen sollte. Das Rack von links nach rechts und von oben nach unten bestücken (maximal 60 Proben). Die Misch- Standards für IC, TC und Nges an die richtigen Positionen stellen (d.h. alle 20 Proben für jeden zu messenden Parameter eine Standardlösung). In die Position 60 oder an die letzte Position einer Messung ein Gläschen mit Reinstwasser aus der Reinstwasseranlage stellen, um eventuelle Verschmutzungen in den Leitungen zu entfernen (für diese Position nur mit Methode 12 messen d.h. ohne IC-Messung). Außerdem muss durch die Messung des WasserHE3IC-Standards, der Harnstoff enthält, in jedem Lauf geprüft werden, ob bei komplexen N-Verbindungen Minderbefunde auftreten. Der WasserHE3IC wird mit Methode 12 gemessen. Die Sollwerte für TC liegen bei $15 \pm 5\%$, die Sollwerte für Nges bei $7 \pm 5\%$.
- Sind seit der letzten Messung oder nach dem Starten des TOC-Programmes mehr als 30 Minuten vergangen, hat sich das Trägergas automatisch abgeschaltet. Dann muss das Trägergas ca. 5 Minuten vor der Messung wieder zugeschaltet werden. Wenn man keinen neuen Dateinamen (exportierende Datei) vergibt, werden alle alten Daten überschreiben. Für eine neue Messung deshalb einen neuen Dateinamen vergeben. Hierzu das Programm beenden. Die Rackdarstellung verschwindet, man befindet sich in Desktop-Hauptmenü, weiter s. Punkt II. Nach dem Bestücken

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	6

des Racks mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Messablauf ► Alle Proben im Rack messen anwählen.

- Der Probengeber spült die Nadel und beginnt mit der Messung der ersten Probe. Anschliessend werden alle Proben, so wie sie in der Proben-tabelle eingegeben wurden, gemessen. Es erscheint pro Messung ein Fenster in dem der/die Messpeaks (TC, IC, Nges) dargestellt werden. Es werden mindestens 3, maximal 5 Messungen durchgeführt. Nach der dritten Messung wird der Variationskoeffizient berechnet, ist er zu hoch (>3%), wird eine vierte Messung durchgeführt. Danach wird ein Ausreissertest durchgeführt und der am Weitesten vom Mittelpunkt entfernt liegende Messwert eliminiert (in Klammern gesetzter Wert). Es wird dann wiederum die Standardabweichung berechnet und gegebenenfalls eine fünfte Messung durchgeführt. Nach der fünften Messung werden wiederum die Ausreisser eliminiert und aus den verbleibenden Messwerten der Mittelwert berechnet. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das Fläschchen in der Rackdarstellung, kann dieser Mittelwert und die Einzelwerte angeschaut werden. Die eliminierten Messwerte sind in Klammern gesetzt.

1.3 Rack weiter bearbeiten:

- Die Bearbeitung der Proben kann gestoppt werden, indem man mit der rechten Maustaste in das Fenster klickt in dem die gerade ablaufende Messung dargestellt wird. Es erscheint die Auswahl *Messung abbrechen*. Man sollte erst dann eine Messung abbrechen, wenn sie so gut wie abgeschlossen ist, d.h. die Basislinie erreicht wurde. Es wird gefragt: Daten an Lims vergeben? Man wählt entweder ja oder nein.
- Die Messung der Proben kann durch Aufrufen des Punktes **Rack weiter abarbeiten** fortgesetzt werden. Es wird an der Stelle weitergemessen wo aufgehört wurde. Oder **alle Proben im Rack messen**, alle Proben werden von Beginn an gemessen.

Probenplatz hinzufügen/ändern/löschen:

Während einer Messung hat man die Möglichkeit die Eingabe zu ändern.

Mit der gehaltenen Shift- und Maustaste rechts kommt man zu dem Menü.

Probenplatz entfernen:

Probenplatz lesen/ändern: Eintrag ändern

Probenplatz hinzufügen: Neuen Eintrag hinzufügen

Proben-tabelle bearbeiten:

Nach jeder Änderung mit OK bestätigen!

2. Berechnen/Drucken

2.1 Ergebnisse neu berechnen:

- Nachdem alle Proben aus der Proben-tabelle gemessen wurden sollte man sich die einzelnen Ergebnisse anschauen.
- Klickt man mit der rechten Maustaste auf ein Fläschchen in der Rackdarstellung so öffnet sich das Fenster in dem die Ergebnisse der Messungen dargestellt werden. In diesem Fenster befindet sich ganz unten links die Schaltfläche *Messpeaks*. Nach dem Anklicken der Schaltfläche mit der linken Maustaste werden die Messpeaks aller Einzelmessungen dargestellt. Klickt man mit der rechten Maustaste in ein Peakfenster, so öffnet sich eine Auswahlliste. In dieser kann *Messpeak löschen* angeklickt werden, wodurch der Peak gelöscht wird.
- Anschließend muss durch Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung die Auswahlliste aufgerufen werden und der Punkt Ergebnisse neu berechnet angeklickt werden. Das Ergebnis der Probe bei der ein Peak gelöscht wurde wird dann neu berechnet.

2.2 Ergebnisse ausdrucken:

Die Ergebnisse (Mittelwerte) der Messungen und der Dateiname werden auf einer Seite ausgedruckt.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	7

Daten an LIMS übergeben:

Die Daten werden automatisch auf J:/labor/relaqs/toc abgespeichert, und können dort mit Relaq und LIMS weiterbearbeitet werden.

3. Sonstiges

3.1 Konditionierung TC-Kanal: Wird nicht mehr durchgeführt. Man sollte den Katalysator nach ca. 120 Proben und nach längeren Messpausen mit verdünnter HCl (50µl 25% HCl auf 100ml H₂O) spülen. Die HCl wird dabei wie eine Probe mit der Methode 18 1-mal gemessen, Anschließend gründlich mit demin. Wasser (Methode 12) spülen.

3.2 Aktive Kalibrierkurve

Hier sind alle aktiven Kalibrierkurven enthalten. Mit einem Doppelklick auf den entsprechenden Kurvenamen kann man die Kalibrierkurve mit den Standardabweichungen und Variationskoeffizienten anschauen.

3.3 Leiste zur Programmsteuerung (siehe B)

- Kalibriermodus
- Messmodus
- Manuell
- Automatik

3.4 Konfiguration

- Grundlegende Programmeinstellungen
- Veränderungen bei den Messmethoden
- Veränderung am Druckbild
- Veränderung an den P-W Koordinaten (siehe C -> Punkt 7)
- Kalibrierkurvenauswahl einschränken (siehe B)

3.5 Programm beenden: TOC-Programm verlassen

III. Ausschalten des Gerätes

Stickstoffmessteil:

Ozon-Schalter ausschalten,

Die Temperatur durch Drücken der Pfeiltaste ▼ herunter fahren, den Drehschalter auf *Aus* drehen.

TC/IC-Messgerät:

Die Temperatur der Kanäle 1 und 2 durch Drücken der Pfeiltaste ▼ herunter fahren. Das Trägergas abschalten. Sonstiges ► Trägergas abschalten (wenn es noch nicht abgeschaltet ist). Programm beenden. Dann den Vordruck am Labortisch auf 0 stellen, Gaszugang zudrehen und die Gasflasche im Gasflaschenschrank zudrehen und entlüften.

Das Gerät sollte nur bei längeren Messpausen ausgeschaltet werden.

Der Netzschalter sollte nie ausgeschaltet werden.

B. Eichung

Im Menüpunkt *Programmverwaltung* ► *Leiste zur Programmsteuerung* kann zum Kalibriermodus gewechselt werden. Es erscheinen vier Icons oben auf dem Bildschirm: *Kalibriermodus*, *Messmodus*, *Manuell*, *Automatic*. Durch Anklicken des Icons *Kalibriermodus* wechselt man in den Kalibriermodus, in dem entschieden werden kann, ob eine oder mehrere Kalibrierkurven erstellt werden sollen. Achtung, sollen mehrere Kalibrierkurven erstellt werden, so muss unbedingt darauf geachtet werden an welcher die Position eine Kalibrierkurve steht, z.B. die erste Kurve an Position 1-10, die zweite an Position 1-20 usw. Die Rackdarstellung wechselt im Kalibriermodus in rote Fläschchen. Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung öffnet sich ein Fenster in dem:

Standards eingeben/ändern erscheint

Hier muss Folgendes eingegeben werden:

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	8

a) Messart

Eingabe von TC, IC, Differenzmessung oder Nges-Messung je nachdem welche Messart geeicht werden soll.

b) Methode

aus der Klappliste dieses Feldes die Methodennummer wählen. (TC=11, IC=1, Nges=12)

c) Messungen

hier eine 5 für die Zahl der Einzelmessungen eingeben

d) Grösse des Standards

Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die weißen Felder dieser Tabelle, öffnet sich ein weiteres Fenster in dem die Konzentrationen der Standards mit einer Nachkommastelle eingegeben werden müssen.

Mit OK bestätigen

Jetzt befindet man sich automatisch wieder in der Rackdarstellung.

Es kann mit der Messung begonnen werden, hierzu den Punkt *alle Proben im Rack* messen s.o. auswählen.

Nach Abschluss der Messungen trägt man den Kurvennamen und den Verantwortlichen ein. Die Eichkurve sollte linear ausgewertet werden. Nun wechselt man in den Menüunterpunkt *Aktive Kalibrierkurven*. Dort befindet sich die erstellte Kalibrierkurve. Es kann nur die zuletzt erstellte Kalibrierkurve bearbeitet werden. Alle Einzelmessungen anschauen und eventuell Messpeaks die stark von den anderen Messungen abweichen löschen. Ganze Standards die weit von der berechneten Eichkurve (mittlere Linie) entfernt liegen, können durch das Löschen aller zugehörigen Peaks gelöscht werden. In der Regel sollten keine ganzen Standards gelöscht werden und die Eichung wiederholt werden, wenn der Variationskoeffizient bei der jeweils niedrigsten Eichung größer als 3 %, bei den folgenden höheren Eichungen grösser als 1 % ist. Nach dem Löschen von Messpeaks unbedingt *gemessene Standards auswerten* aufrufen. Anschließend wird ein neuer Kurvennamen vergeben. Im Menü *Programmverwaltung, Konfiguration, Kalibrierkurvenauswahl einschränken* sieht man alle zurzeit aktiven Kalibrierkurven. Hier kann man die entsprechenden Kalibrierkurven deaktivieren, aktivieren, umbenennen und löschen. Darauf achten, dass für jede Methode nur eine Kalibrierkurve aktiv ist.

C. Wartung und Pflege

1. Austausch der IC- und TC-Reaktorrohre:

- Als Erstes die Temperatur durch **drücken der Pfeiltaste ▼** herunter fahren. Warten bis die Temperatur soweit gefallen ist, dass das Reaktorrohr ohne Gefahr entnommen werden kann.
- Den Einspritzport herausschrauben, das Metalloberteil aufdrehen und das blaue Septum entfernen. Den Einspritzport gründlich mit Wasser reinigen.
- Das blaue Septum erneuern. Dabei darauf achten, dass die Teflonseite nach oben zeigt.
- Das Abdeckblech entfernen.
- Die zwei Schrauben der Halteplatte (oben, rechte Seite des Gerätes) lösen und das Reaktorrohr nach oben aus dem Katalyse-Ofen herausziehen.
- Den schwarzen Schlauch vom seitlichen Ausgang des Rohres abziehen und gegebenenfalls brüchige oder aufgeweitete Teile des Schlauches abschneiden.
- Die Verschraubung vom Rohr abschrauben und die Dichtung in der Verschraubung (Teflonseite zeigt zum Reaktorrohr) austauschen.
- Die klappbare Frontplatte öffnen. (Achtung: Netzstecker ziehen) Den Teflonblock von der Schraubkappe lösen und reinigen evtl. auch den O-Ring. Auf einen exakten Sitz des O-Rings achten.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	9

2. Befüllen des TC-Katalysators:

- Das Reaktorrohr unter dem Abzug entleeren. Den TC-(Kugel)-Katalysator, den Kombikatalysator und die Quarzwolle getrennt in die entsprechenden Sammelgefäße für die Entsorgung geben. Das Reaktorrohr mit Wasser gründlich spülen und trocknen.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug neu befüllen (s. Abb. 1) Auf den Boden des Rohres ca. 2-3 mm Quarzwolle geben, dabei darauf achten, dass die Wolle nicht zu fest gestopft wird. Darüber zunächst den TC-Katalysator und dann den Kombikatalysator je zur Hälfte bis 5 mm unter der Aussparung für das Thermoelement einfüllen. Abschließend kommt eine flache Lage (ca. 2 mm) Quarzwolle in den Reaktor. Wird der Reaktor zu hoch mit dem Katalysatormaterial gefüllt, kommt es zu Messungenauigkeiten (Doppelpeaks etc.).

3. Befüllen des TC-Katalysators:

- Das Reaktorrohr entleeren evtl. über Nacht in Wasser einweichen, danach gut spülen und trocknen.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug (Phosphorsäure!) neu befüllen. Auf den Boden des Rohres eine 1 cm hohe Schicht Raschigringe geben. Das Rohr dann bis 5 mm unterhalb der Aussparung für den Temperaturfühler mit IC-Trägermaterial auffüllen. Das Rohr dabei leicht klopfen damit sich die Füllung verdichtet. Anschließend mit einer Vollpipette 10 ml 85 %ige Phosphorsäure auf den Reaktor geben und die überschüssige Säure ablaufen lassen. Dann ein zweites Mal 10 ml 85 %ige Phosphorsäure auf den Reaktor geben und ebenfalls die überschüssige Säure ablaufen lassen. Den Reaktor hierzu ca. 15 Minuten senkrecht lagern, so dass die überschüssige Säure ablaufen kann.
- Kontrollieren ob das gesamte IC-Trägermaterial benetzt ist. Den Reaktor vor dem Einbau über Nacht, mindestens jedoch 30 Minuten so lagern.

4. Einbau des TC- oder IC-Katalysators:

- Die Verschraubung auf das Rohr schrauben. Dabei darauf achten, dass die Halteschrauben und der Gaseinlaßstutzen des Reaktors an der Seite einen Winkel von 90° bilden. Anschließend das Rohr in das Gerät einführen und den schwarzen Schlauch auf den seitlichen Gaseinlaßstutzen stecken. Den Reaktor dann vorsichtig in den Teflonblock einführen, bis ein leichter Widerstand zu spüren ist. Achtung! keine Gewalt anwenden, der Reaktorfuß kann abbrechen. **(Beim Einbau der Reaktoren sollte die klappbare Frontplatte geöffnet werden, um die richtige Stellung der Schnellwechsel-Kupplungen kontrollieren zu können. Die unterhalb der Katalysator-Ofen liegenden weißen Schnellwechsel-Kupplungen sind so zu positionieren, dass der Reaktorfuß in die Bohrung passt)**
- Danach die Halteplatte wieder festschrauben, das Abdeckblech darauf legen und den Einspritzport darauf schrauben.
- Die Temperatur wieder hochfahren und warten bis 160°C bzw. 850°C erreicht ist.
- Danach den TC-Kanal 2 mal mit verdünnter HCl (25%) mit Methode 18 und demin. Wasser (Methode 12) gründlich spülen, bis die Basislinie gerade verläuft. Ist der Messwert des Wassers unter 0.1 mg/l, kann gemessen werden.
- Den IC-Kanal gründlich mit demin. Wasser spülen (Methode 1), bis die Basislinie gerade verläuft. Ist der Messwert des Wassers unter 0.1 mg/l, kann gemessen werden.
- Nach dem Austausch der TC- und IC-Katalysatoren, oder nach der Entfernung des Einspritzports, muss die Nadel justiert werden (s. Punkt 7).

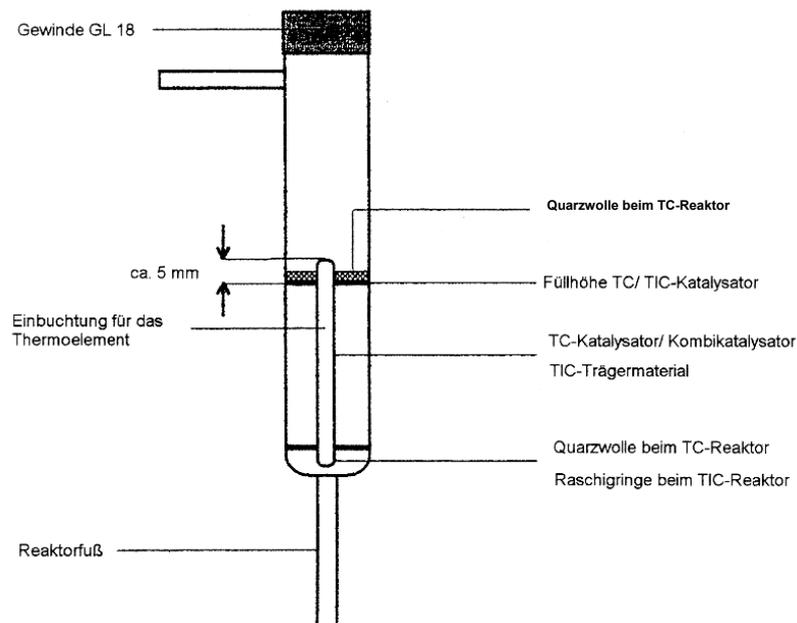


Abb. 1: Aufbau und Befüllung der Reaktoren

5. Austausch der Halogen-Adsorber am IC- und TC-Messkanal

- An der rechten Seite des Gerätes befinden sich die zwei Glasgefäße für das Halogen-Adsorbermaterial des TC- und des IC- Kanals.
- Die Adsorberfüllung muss ausgetauscht werden, wenn sich die Bronzeplättchen zu mehr als 2/3 grün verfärbt haben, oder/und sich die Zinkplättchen zu mehr als 2/3 weiss verfärbt haben.
- Die Schliffklemmen entfernen und den Schliff öffnen. Anschliessend die Gefäße aus den Halterungen nehmen und je zur Hälfte mit Adsorber B (Bronze) und Adsorber Z (Zink) befüllen. Die Reihenfolge der Füllungen ist beliebig.
- Die Gefäße in umgekehrter Reihenfolge zusammensetzen. Die Schliffe dabei leicht mit Vakuumsfett oder Vaseline einfetten. Nach leichtem Drehen der Schliffe sollte der Schliff durchsichtig sein. Dies ist wichtig damit die Verbindung vollkommen gasdicht ist. Jedoch sollte auch nicht zuviel Fett verwendet werden, da Fett kohlenstoffhaltig ist und falls es in den Gasstrom gelangt die Messergebnisse verfälschen könnte.
- Die Gefäße evtl. erneuern, wenn sie schmutzig sind und gründlich spülen.

6. Austausch des N-Konverters, des Rotfilters und des Ozonabsorbers des TNb-Moduls

6.1 Austausch des N-Konverters

Nach ca. 1. Jahr, spätestens jedoch wenn die Peakflächen der Stickstoffpeaks abnehmen, sollte die N-Konverterfüllung ausgetauscht werden, um eine vollständige Umwandlung aller Stickoxide in Stickstoffmonoxid (NO) zu gewährleisten.

- Zunächst den Hauptschalter ausstellen, die Temperatur herunterfahren und den Netzstecker ziehen.
- Dann die Bodenplatte und die Abdeckung des TNb-Moduls abschrauben. Anschließend das TNb-Messgerät auf die rechte Seite legen. Dabei darauf achten, dass die Schlauchverbindungen zum TOC-Messgerät nicht unterbrochen werden. Dann die Bodenplatte abnehmen.
- Die jetzt zugängliche Verschraubung am Konverterrohr (dieses sieht wie das Katalysatorrohr des TC- bzw. IC-Kanals aus) lösen. Hierzu die weiße Rändelschraube am Konverterrohr leicht lösen (nicht vollständig abdrehen) und vom Konverterrohr abziehen. Das Gerät danach auf die offene Bodenplatte stellen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	11

- Das Rohr, welches oben mit einer roten Blindkappe verschlossen ist, vorsichtig nach oben herausziehen, dabei den schwarzen Schlauch der zur Seite weggeht mitführen.
- Den Schlauch vom Rohr abziehen und das Rohr unter dem Abzug neu befüllen (Quarzwolle!): Die rote Blindkappe abschrauben und die Füllung herausklopfen. Die Quarzwolle und die Konverterfüllung (Molybdän) für die Entsorgung getrennt sammeln.
- Anschliessend neue Quarzwolle einfüllen und neue Konverterfüllung in das Rohr geben. Dabei das Rohr leicht klopfen.
- Das Gerät in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammenbauen.
- Achtung: Nach dem Austausch des N-Konverters muss das Gerät mit N-Standards neu eingefahren werden, d.h. dass solange Stickstoffstandards verschiedener Konzentration gemessen werden müssen bis die Peakflächen konstant sind. Erst dann kann und muss das Gerät für die Stickstoffmessung neu geeicht werden.

6.2 Reinigung und Austausch des Rotfilters und der Dichtung

- Ca. 1mal im Jahr sollte der N-Konverter und der Filter ausgetauscht werden. Dabei beachten, dass immer Filter und Dichtung gleichzeitig gewechselt werden.

6.3 Austausch des Ozonabsorbers

- An der Rückseite des N-Messgerätes befindet sich ein mit Aktivkohle gefülltes Kunststoffrohr, welches überschüssiges Ozon aus dem Messgasstrom entfernt bevor das Messgas das TNb-Modul verlässt. Die Füllung dieses Rohres muss einmal im Jahr oder nach dem Feststellen von Ozongeruch gewechselt werden, um zu verhindern, dass überschüssiges Ozon in die Laborluft gelangt.
- Hierzu den schwarzen Schlauch von dem Kunststoffrohr abziehen und das Rohr aus der Halterung nehmen.
- Das Rohr unter dem Abzug (Quarzwolle!) aufschrauben und die Füllung entnehmen.
- Mit frischer Quarzwolle und Aktivkohle befüllen. Die Quarzwolle für die Entsorgung sammeln, die Aktivkohle verwerfen.
- Das Rohr wieder in die Halterung setzen und die Schlauchverbindung wiederherstellen.

7. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleißteilen

- Die Septen in den Einspritzports sollten häufiger ausgetauscht werden, da sie durch das Einstechen der Nadel mit der Zeit undicht werden. Wurde bei der Dichtigkeitsprüfung eine Undichtigkeit gefunden, so sollte zunächst geprüft werden, ob durch den Austausch des Septums die Undichtigkeit behoben werden kann. Bilden sich Luftblasen nachdem man mit der Spritzflasche einige Tropfen Wasser auf die Einspritzports gegeben hat, so ist das Septum undicht und muss ausgetauscht werden. Dabei sollte beachtet werden, dass die teflonbeschichtete Seite des Septums nach oben zeigt. Die Standzeit eines Septums beträgt ca. 300 Einspritzungen.
- Der O-Ring im Teflonverschraubungsblock (untere Verschraubung des Reaktors) muss einmal jährlich ausgetauscht werden. Hierzu den Teflonblock dem Gerät entnehmen und den schwarzen O-Ring im Block sehr vorsichtig mit einer Nadel heraus ziehen (am Besten mit der Nadel in den Ring stechen). Dabei darauf achten das der Teflonblock durch die Nadel nicht zerkratzt wird.
- Die zwei weißen Steigleitungen die vom IC- und vom TC-Kanal wegführen einmal jährlich reinigen oder austauschen.
- Die Glaskapillaren (0.6 mm Innendurchmesser), die in die zwei schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen eingebaut sind, müssen einmal im Jahr durch neue Glasrohre ersetzt werden.
- Die schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen werden durch die Hitze brüchig. Da jedoch meist nur das Schlauchstück direkt am Reaktor porös wird kann es bei einem Reaktorwechsel gegebenenfalls gekürzt werden und muss erst wenn die Länge nicht mehr ausreicht ausgetauscht werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC3.3	12

- Kanüle (Probenehmer) alle 2 Monate im Ultraschallbad reinigen und ca. alle 2 Jahre wechseln.

8. Dichtigkeitsprüfung

Eine ausführliche Überprüfung der Dichtigkeit sollte grundsätzlich nach jedem Austausch von Komponenten wie Reaktor, Adsorber, Schläuche, Dichtungen etc. durchgeführt werden. Anzeichen für das Vorliegen einer Undichtigkeit sind Minderbefunde bei der Messung von Standards oder eine schlechte Reproduzierbarkeit bei der Messung von Proben und Standards.

TC-Kanal/IC-Kanal: beide Kanäle werden einzeln auf Dichtigkeit überprüft:

- Als Erstes sollte das Septum im TC-Einspritzport getauscht werden (ohne Loch).
- Den Vordruck des Trägergases Sauerstoff am Druckminderer am Labortisch auf 0,5 bar einstellen oder den Druck am Gerät auf 0,5 bar einstellen. Hierzu die Schraube am Einstellknopf am Gerät lösen und den Druck auf 0,5 bar einstellen.
- Den Kondensatüberlauf mit dem Stopfen des Dichtigkeitsprüfungssets verschließen. Den Schlauch von Ausgang A; K2 (vordere Klappe) für den TC-Kanal oder Ausgang A; K1 (vordere Klappe) für den IC-Kanal abziehen und diesen mit dem zweiten Stopfen des Dichtigkeitsprüfungssets verschließen. Danach muss die Kugel am Flowmeter ganz unten sein und darf sich nicht mehr bewegen. Bewegt sie sich noch liegt eine Undichtigkeit vor.
- Sinkt die Kugel nicht ab und bewegt sich immer noch, so liegt eine Undichtigkeit im Bereich des TC/IC-Reaktors oder des Halogenadsorbers vor. Es sollte dann zunächst geprüft werden, ob der Schliff des Halogenadsorbers ausreichend gefettet ist. Ist das Gerät danach immer noch nicht dicht, sollte die Verschraubung oben am Reaktor gelöst werden und die Dichtung in der Schraubkappe ausgetauscht werden.
- Ist die Undichtigkeit nach Durchführung dieser Massnahmen nicht behoben, so sollten alle Schläuche auf Bruchigkeit geprüft werden. Außerdem sollte geprüft werden, ob alle Schlauchverbindungen fest sind. Als Letztes kann noch geprüft werden ob der Reaktor im Teflonblock richtig sitzt und ob die Dichtung im Teflonblock in Ordnung ist.
- Ist die Dichtigkeit hergestellt, muss zuerst die Verschlusskappe von Ausgang A;K2 für den TC-Kanal oder Ausgang A;K1 für den IC-Kanal entfernt werden, dann der Stopfen vom Kondensatüberlauf, und danach die Schlauchverbindungen von Ausgang A; K2 bzw. K1 wiederhergestellt werden. Danach wird der Druck wieder auf seinen ursprünglichen Wert von 4 bar am Gerät und von ca. 4,5-5 bar am Druckminderer am Labortisch eingestellt.

9. Beseitigung von Verstopfungen

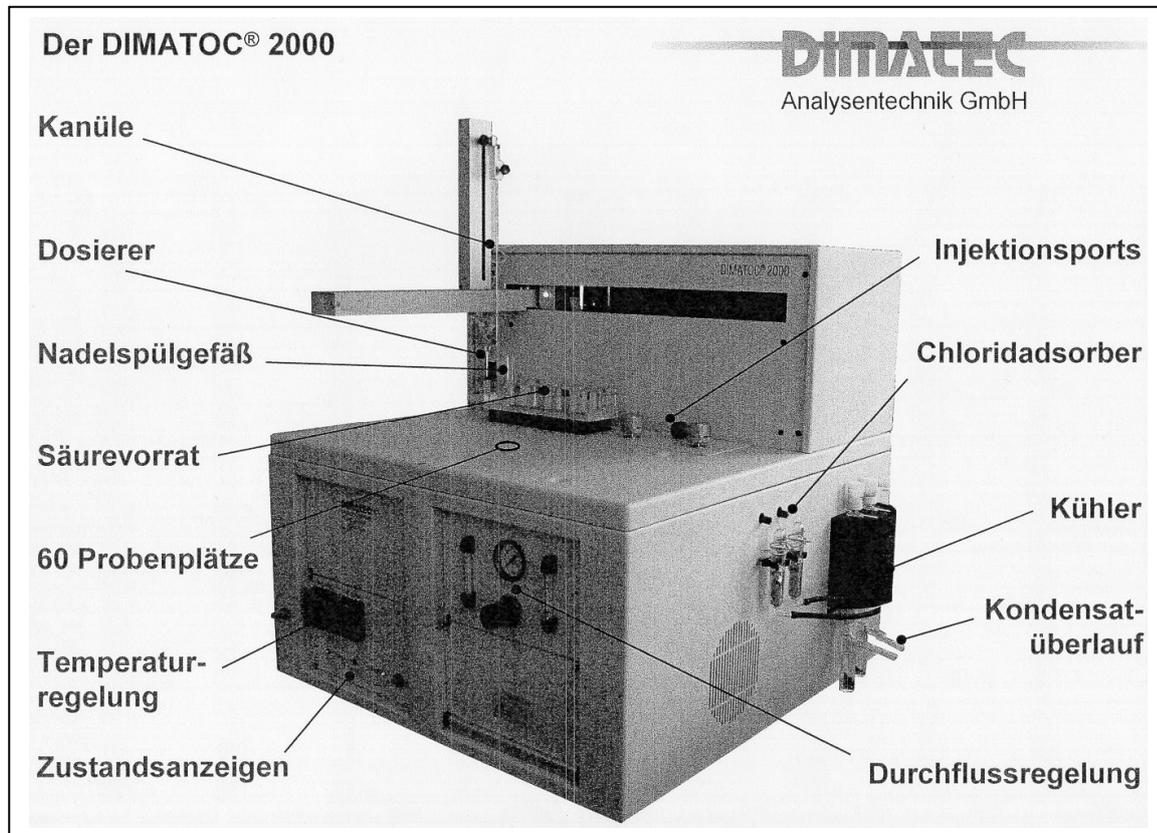
Konnte bei einer Dichtigkeitsprüfung keine Undichtigkeit des Systems festgestellt werden und treten trotzdem ungewöhnliche Peakformen oder/und schlecht reproduzierbare Messergebnisse auf, so kann auch eine Verstopfung vorliegen. Diese kann nur an folgenden Stellen vorliegen:

- Das Schlauchstück zwischen Reaktor und Kapillare kann durch Reaktormaterial verstopft sein. Dieses sollte deshalb entfernt und ausgetauscht oder gereinigt werden. Außerdem sollte das seitliche Glasrohr des Reaktors auf eine Verstopfung hin überprüft werden.
- Liegt an dieser Stelle keine Verstopfung vor, so kann nur noch die Quarzwohle am Boden des TC-Reaktors durch zerfallendes Reaktormaterial verstopft sein. Der Reaktor sollte dann ausgebaut und neu befüllt werden.

10. Überprüfung der Nadelposition

- Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Unter dem Menüpunkt *Programmverwaltung* befindet sich das Untermenü *Konfiguration*.
- Hier wählt man *Veränderung an den P-W-Koordinaten*. Danach erscheint ein Fenster in dem für die verschiedenen Positionen der Probenadel z.B. Einspritzport Kanal 1 + 2, Probengefäße, Spülgefäß die x- und y-Koordinaten und die Eintauchtiefe verändert werden können. Die Nadel fährt jeweils in die entsprechende Position wodurch überprüft werden kann ob sie stimmt, oder ob sie verändert werden muss (zunächst mit loser Nadel testen, dann mit handfester Nadel kontrollieren). Anschließend die Einstellung mit OK bestätigen um den Punkt zu beenden.

Abb. 2: Ansicht des DIMATOC 2000



Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n Analyser	TOC3.3	14

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC4.1	1

Gerätekurzanleitung:

Datum: 15.12.2007

Total Organic Carbon Analyser (DIMATOC 2000, Fa. Dimatec) mit Stickstoffdetektor und automatischem Probengeber

für:

Elementbestimmungs- methoden	CCgesTOC4.1, NNgesTOC3.1
---------------------------------	--------------------------

Inhalt:

	Seite
A. Routineablauf des Messbetriebes	2
I. Vorbereitungen für die Messung	2
II. Messung von Proben	3
X. Ausschalten des Gerätes	8
B. Eichung	8
C. Wartung und Pflege	9
1. Austausch des TC-Reaktorrohre	9
2. Austausch des Halogen-Adsorber am TC Messkanal	10
3. Austausch des N-Konverters, des Rotfilters und des Ozonabsorbers	11
4. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleißteilen	12
5. Dichtigkeitsprüfung	12
6. Beseitigung von Verstopfungen	13
7. Überprüfung der Nadelposition	13

Wichtiger Hinweis:



Die unter C. aufgelisteten Details und Besonderheiten sind unbedingt zu beachten!

Anhang:

Anhang1: Ansicht des DIMATOC 2000 Software-Überblick

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC4.1	2

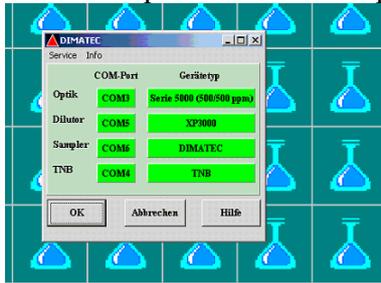
A. Routineablauf des Messbetriebs

I. Vorbereitungen für die Messung

- Die Sauerstoffflasche im Gasflaschenschrank und den Gaszugang am Druckminderer am Labortisch aufdrehen. Den Vordruck am Druckminderer am Labortisch auf 4,5-5,0 bar einstellen. Anschliessend 15-30 Min. warten, bis das ganze Gerät (Gasleitungen, Katalysator etc.) vollständig durchspült ist.
- Die Füllung der zwei Chloridadsorberrohre an der rechten Seite des Gerätes kontrollieren. Die Bronzeplättchen (Chloridadsorber *B*) dürfen sich zu nicht mehr als 2/3 grün, die Zinkplättchen (Chloridadsorber *Z*) zu nicht mehr als 2/3 weiß verfärbt haben.
- Neben dem Netzschalter, der mit *Ein/Aus* gekennzeichnet ist, befinden sich drei LEDs auf der Frontplatte. Wird das Gerät eingeschaltet, leuchtet für etwa 2 Sekunden sowohl die grüne als auch die rote LED des Kühlers auf (Funktionskontrolle der Kühlerregelung). Danach erlischt die grüne LED und die rote Alarm-LED beginnt zu blinken. Nach Erreichen der Betriebstemperatur des Kühlers (nach etwa 15 min) erlischt die rote LED und das Aufleuchten der grünen LED kennzeichnet den normalen Betriebszustand des Kühlers. Blinkt die rote LED während des Betriebs, oder erlischt sie auch nach längerer Anlaufzeit (ca. 15 min) nicht, ist der Kühler defekt. Es dürfen keine Messungen durchgeführt werden, da sonst die IR-Messzelle durch eintretendes Wasser beschädigt werden kann. Der Kühler muss dann durch den Kundendienst ausgetauscht werden.
- Kontrollieren, ob sich der Ablaufschlauch des Spülgefäßes für die Nadel im Abfluss des Labortisches befindet. Das Spülwasser täglich erneuern (demin. Wasser) und die Flasche mit Parafilm vollständig abdecken.
- Falls auch Nges gemessen werden soll: Zuerst den Hauptschalter am N-Detektor einschalten und die Temperatur des Detektors durch Drücken der Pfeiltaste▲ auf 330°C einstellen. Erst dann den Ozongenerator einschalten (Reihenfolge unbedingt beachten und den Ozongenerator niemals ohne Gasfluss einschalten!). War der Detektor vollständig ausgeschaltet, so braucht er eine Stunde bis er sich stabilisiert hat, und mit den Messungen begonnen werden kann. War nur der Ozongenerator und nicht der Hauptschalter ausgeschaltet, was bei kürzeren Messpausen (z.B. ein Wochenende) sinnvoll ist, so beträgt die Stabilisierungszeit ca. 15 Minuten.
- Die Heizung des TC-Kanals (850°C) an der Frontseite des Gerätes durch Drücken der Pfeiltaste▲ einschalten.
- Nach längerem Stillstand des Gerätes und nach dem Wechsel des Katalysators sollten einige Standards verschiedener Konzentrationen gemessen werden, um zu überprüfen ob der Katalysator in Ordnung ist. Stimmen die Standards nicht, d.h. ist die Abweichung größer als 5 %, so muss neu geeicht werden, bzw. bei starken Minderbefunden der TC-Katalysator gewechselt werden.
- Der Gasdruck des TC-Kanals liegt im Bereich von 4,0 bar \pm 0,1. Wenn der Gasdruck außerhalb dieses Bereichs liegt, sollte er eingestellt werden. Hierzu die Schraube am Reglerknopf lösen, den Druck einstellen und die Schraube wieder festziehen. Danach sollte die Unterkannte der Kugel im Durchflussröhrchen einen Fluss von 10 l/h anzeigen. (Achtung: Nur wenn das Trägergas zugeschaltet ist, bewegt sich die Kugel im Durchflussmesser.) Wird der Systemdruck verändert, verlieren alle bisherigen Kalibrierungen ihre Gültigkeit und es muss neu geeicht werden.

II. Messung von Proben

- Am Desktop das TOC-Steuerprogramm starten. Es erscheint folgendes Bild:



- Unter *Service/Einstellungen* befinden sich die Tabellenblätter für Einstellungen, LIMS, Alarmprogramm und Gerätediagnostik.
- Unter *Service / Einstellungen* das Tabellenblatt LIMS wählen. Hier wird unter *Export an LIMS* der Button  angeklickt und unter *Pfad für die zu exportierende Datei* der Dateiname angegeben. Anschließend mit Speichern bestätigen. Mit OK verlässt man dieses Menü. Das Gerät wird automatisch initialisiert, die Nadel gespült, und das Trägergas für den TC-Kanal automatisch zugeschaltet. Mit zugeschaltetem Trägergas können die Dichtigkeitsprüfungen durchgeführt werden. Hierzu die Wasserstände in den Kondensatsammelgefäßen (rechte Seite) kontrollieren. Sie sollten sich kurz unterhalb des Ablaufrohres befinden. Beim kurzzeitigen Zuhalten der Leitung zwischen Adsorbergefäßen und IR-Detektor tritt Wasser aus dem Rohr des Kondensatsammelgefäßes aus. Tritt kein Wasser aus dem Rohr des Kondensatsammelgefäßes aus, ist das Gerät undicht.
- Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Es erscheint ein Fenster mit folgenden Punkten:
 - Messablauf
 - Probenabelle bearbeiten
 - Blindwert messen
 - Alle Proben im Rack messen
 - Rack weiter abarbeiten
 - Berechnen/Druck
 - Ergebnisse neu berechnen
 - Ergebnisse ausdrucken
 - Daten an LIMS übergeben
 - Sonstiges
 - Konditionierung TC-Kanal
 - Nadel spülen
 - Trägergas abschalten
 - Trägergas zuschalten
 - Ergebnisse archivieren
 - Alle Daten archivieren
 - Aktive Kalibrierkurven
 - Letzter Fehler
 - Softwareversion
 - Injektionsvolumen testen
 - Programmverwaltung
 - Leiste zur Programmsteuerung
 - Konfiguration
 - Programm beenden

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	4

Messablauf

1.1 Probentabelle bearbeiten:

Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Messablauf ► Probentabelle bearbeiten auswählen.

Nach dem Aufrufen der Probentabelle erscheint eine Tabelle, die im Kopf 9 Icons (Bildchen) hat:

Beschreibung der Funktionen der Icons (von links nach rechts oben über der Tabelle):

Diese dienen dem schnelleren Ausfüllen der Probentabelle:

1. Zeile löschen: Es wird nach Anklicken dieses Icons mit der rechten Maustaste abgefragt welche Zeile, d.h. Probenposition gelöscht werden soll. Es wird dann der Eintrag in dieser Zeile gelöscht, was bedeutet dass diese Position bei der Abarbeitung des Racks übersprungen wird.
2. Werte vorgeben: Sind Einträge in der Probentabelle immer gleich, wie z.B. die Methode, oder sollen Probennummern weitergezählt werden, so können hier die Vorgaben für das automatische Ausfüllen der Tabelle gemacht werden.
3. Das Feld *Soll der Probenname um fortlfd. Index ergänzt werden*, sollte durch Anklicken angekreuzt werden, wenn Probennummern weitergezählt werden sollen. Unter *Index ab* wird dann die erste Probennummer eingegeben.
4. Zum Ausfüllen der Tabelle wird dann auf das Feld: *soll die Tabelle wie oben dargestellt ausgefüllt werden?* mit der linken Maustaste geklickt und bei *vom Probenplatz* die Startpositionsnummer (in der Regel 1) und bei *bis Probenplatz* die Positionsnummer der letzten Probe im Rack eingegeben.
5. An den Positionen 1,2 und 10,11.. etc., also an den ersten zwei Positionen und dann alle 10 Proben sollten Kontrollstandards (TC, Nges) eingefügt werden. Es sollten Standards verschiedener Konzentrationen im Wechsel gemessen werden. Die Bezeichnung der Standards muss wie folgt eingegeben werden z.B. TC5, TC20, N20, N7. Anders bezeichnete Standards können vom Datenweiterverarbeitungsprogramm Relaps nicht als solche erkannt und ausgewertet werden. s. Pkt. 1.2
6. Tabelle ordnen: wurden z.B. Probenpositionen (1.) gelöscht, so wird nach Anklicken dieses Icons die Probenpositionen um eine Position nach oben aufgerückt.
7. Tabelle neu anlegen: Es wird eine neue Tabelle erstellt, die vollständig neu ausgefüllt werden muss.
8. Tabelle sichern unter: Nach Anklicken dieses Icons wird abgefragt, unter welchem Dateinamen und in welchem Verzeichnis die Tabelle abgespeichert werden soll.
9. Gespeicherte Tabelle darstellen: Unter diesem Punkt kann eine gespeicherte Tabelle aufgerufen werden und falls notwendig verändert werden. Die fertige veränderte Tabelle kann gegebenenfalls unter einem anderen Namen gespeichert werden.
10. Tabelle ausdrucken: Nach dem Aufrufen dieses Punktes wird ein Ausdruck der Tabelle erstellt.
11. Tabelle mit Fehlern schließen
12. Tabelle schließen: Nach Anklicken dieses Icons wird das Fenster verlassen, es erscheint wieder die Rackdarstellung.

Anlegen einer neuen Probentabelle unter dem Icon 7. Tabelle neu anlegen:

Zunächst muss die Probentabelle editiert werden, d.h. es müssen folgende Eintragungen vorgenommen werden (Für das Editieren stehen Hilfsfunktionen zur Verfügung die weiter unten beschrieben sind (Icons)):

- Probenname: Hier werden die fortlaufende Nummer der Proben einer Serie z.B. 1, 2, 3 eingegeben. In einem Lauf mit unterschiedlichen Serien wird die erste Probe der Serie mit der **Serien-Nr./ldf.Nr.** versehen, z.B.

12W010/1

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	5

2

3

4

5

12W024/50

51

52 etc.

- Methode: Hier kann entweder eine der Nummern eingegeben werden, oder durch Klicken mit der rechten Maustaste die Definition dieser Nummern vorgenommen oder angeschaut werden. Für die TC-Messung sind die Nummern 11 (ohne Nges) und 12 (mit Nges) reserviert. Hinter diesen Nummern verbergen sich folgende Definitionen, die nach Klicken mit der linken Maustaste auf Methoden zur IC-, TC-, oder Differenzmessung angeschaut oder verändert werden können:

TC-Messung: In den Methoden 11 und 12 ist die Messung von TC definiert. Das Injektionsvolumen der Probe beträgt 200µl. Die Methode 11 ist ohne Nges-Messung. Die Methode 12 ist die Methode mit Nges-Messung

- Verdünnung: hier den Verdünnungsfaktor der Probe eingeben, d.h. die Zahl mit der der Messwert multipliziert werden soll.
- Messung: Zahl der Messungen eingeben. Es sollten mindestens 3 Einzelmessungen gemessen werden.
- Bemerkung: hier können beliebige Bemerkungen eingegeben werden.

1.2 Alle Proben im Rack messen:

- Alle Proben werden 1:2 vorverdünnt, um die Salzkonzentration herabzusetzen! Beim Verdünnungsfaktor 2 eingeben!
- Zunächst muss das Rack mit den Probengläschen die zu ca. 2/3 mit Probe oder Standard befüllt sind bestückt werden. Bei der Messung von TC und Nges werden die Gläschen mit Alufolie abgedeckt. Das Rack von links nach rechts und von oben nach unten bestücken (maximal 60 Proben). Die Standards für TC und Nges an die richtigen Positionen stellen. Nach jeweils 5 Proben muss 1 Kontrollstandard (in 0,25 M K₂SO₄ angesetzt) gemessen werden. Da sich der Katalysator, auf Grund der hohen Salzkonzentration der Proben, relativ schnell „zusetzen“ kann, was zu Mehrbefunden führen kann, muss durch das häufige Messen von Kontrollstandards geprüft werden, ob dies der Fall ist.
- Alle 5 Proben für jeden zu messenden Parameter eine Standardlösung in das Rack stellen. Dabei wechselnde Konzentrationen wählen. In die Position 60 ein Glas mit Reinstwasser aus der Reinstwasseranlage stellen, um eventuelle Verschmutzungen in den Leitungen zu entfernen.
- Nach jeder Probe aus diesem Gefäß 1 x 600 µl H₂O demin. einspritzen lassen, um Ablagerungen von K₂SO₄ auf dem Katalysator oder den Leitungen zu minimieren.
- Außerdem muss durch die Messung von Kontrollstandards die Harnstoff (7,5 und 15 mg/l N) in 0,25 M K₂SO₄ enthalten, geprüft werden ob bei komplexen N-Verbindungen Minderbefunde auftreten. Diese Prüfung sollte zu Beginn, und am Ende der Messungen durchgeführt werden.
- Nach dem Bestücken des Racks mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Messablauf ► Alle Proben im Rack messen anwählen.
- Sind seit der letzten Messung oder nach dem Starten des TOC-Programmes mehr als 30 Minuten vergangen, hat sich das Trägergas automatisch abgeschaltet. Es muss dann ca. 5 Minuten vor der Messung wieder zugeschaltet werden. Wenn man keinen neuen Dateinamen (exportierende Datei) benötigt, werden alle alten Daten überschrieben. Für eine neue Messung einen neuen Dateinamen vergeben. Hierzu das Programm beenden. Die Rackdarstellung verschwindet, man befindet sich in Desktop- Hauptmenü, weiter s. Punkt II.
- Nach dem Bestücken des Racks mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Messablauf ► Alle Proben im Rack messen anwählen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	6

- Der Probengeber spült die Nadel und beginnt mit der Messung der ersten Probe. Anschliessend werden alle Proben, so wie sie in der Probentabelle eingegeben wurden, gemessen. Es erscheint pro Messung ein Fenster in dem der/die Messpeaks (TC, Nges) dargestellt werden. Es werden mindestens 3, maximal 5 Messungen durchgeführt. Nach der dritten Messung wird der Variationskoeffizient berechnet, ist er zu hoch (>3%), wird eine vierte Messung durchgeführt. Danach wird ein Ausreissertest durchgeführt und der am Weitesten vom Mittelpunkt entfernt liegende Messwert eliminiert (in Klammern gesetzter Wert). Es wird dann wiederum die Standardabweichung berechnet und gegebenenfalls eine fünfte Messung durchgeführt. Nach der fünften Messung werden wiederum die Ausreisser eliminiert und aus den verbleibenden Messwerten der Mittelwert berechnet. Durch Klicken mit der rechten Maustaste auf das Fläschchen in der Rackdarstellung, kann dieser Mittelwert und die Einzelwerte angeschaut werden. Die eliminierten Messwerte sind in Klammern gesetzt.

1.3 Rack weiter bearbeiten:

- Die Bearbeitung der Proben kann gestoppt werden, indem man mit der rechten Maustaste in das Fenster klickt in dem die gerade ablaufende Messung dargestellt wird. Es erscheint die Auswahl *Messung abbrechen*. Man sollte erst dann die Messung abbrechen, wenn eine Messung so gut wie abgeschlossen ist, d.h. die Basislinie erreicht wurde. Es wird gefragt: Daten an Lims vergeben? man wählt ja oder nein
- Die Messung der Proben kann durch Aufrufen des Punktes **Rack weiter abarbeiten** Es wird an der Stelle weitergemessen wo aufgehört wurde. Oder: **Alle Proben im Rack messen**: alle Proben werden von Beginn an gemessen.

1.4 Probenplatz hinzufügen/ändern/löschen:

- Während einer Messung hat man die Möglichkeit die Eingabe zu ändern.
Mit der gehaltenen Shift- und Maustaste rechts kommt man zu dem Menü.
Probenplatz entfernen:
Probenplatz lesen/ändern: Eintrag ändern
Probenplatz hinzufügen: Neuen Eintrag hinzufügen
Probentabelle bearbeiten: Nach jeder Änderung mit OK bestätigen!

2. Berechnen/Druck

2.1 Ergebnisse neu berechnen:

- Nachdem alle Proben aus der Probentabelle gemessen wurden sollte man sich die einzelnen Ergebnisse anschauen.
- Klickt man mit der rechten Maustaste auf ein Fläschchen in der Rackdarstellung so öffnet sich das Fenster in dem die Ergebnisse der Messungen dargestellt werden. In diesem Fenster befindet sich ganz unten links die Schaltfläche *Messpeaks*. Nach dem Anklicken der Schaltfläche mit der linken Maustaste werden die Messpeaks aller Einzelmessungen dargestellt. Klickt man mit der rechten Maustaste in ein Peakfenster, so öffnet sich eine Auswahlliste. In dieser kann *Messpeak löschen* angeklickt werden, wodurch der Peak gelöscht wird.
- Anschließend muss durch Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung die Auswahlliste aufgerufen werden und der Punkt Ergebnisse neu berechnet angeklickt werden. Das Ergebnis der Probe bei der ein Peak gelöscht wurde wird dann neu berechnet.

2.2 Ergebnisse ausdrucken:

- Die Ergebnisse (Mittelwerte) der Messungen und der Dateiname werden auf einer Seite ausgedruckt.

2.3 Daten an das LIMS übergeben:

Die Daten werden automatisch auf J:/labor/relaqs/toc abgespeichert, und können dort mit Relaqs und LIMS weiterbearbeitet werden.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	7

3. Sonstiges

3.1 Konditionierung TC-Kanal :

Wird nicht mehr durchgeführt. Man sollte den Katalysator nach Bedarf mit verdünnter HCl (50µl 25% HCl auf 100 ml H₂O) spülen. Die HCl wird dabei wie eine Probe mit der Methode 18 1 mal gemessen, Anschließend gründlich mit demin Wasser (Methode 12) spülen

3.2 Aktive Kalibrierkurve

Hier sind alle aktiven Kalibrierkurven enthalten. Mit einem Doppelklick auf den entsprechende Kurvenamen kann man sich die Kalibrierkurve mit den Standardabweichungen und Variationskoeffizienten anschauen.

3.3 Leiste zur Programmsteuerung (siehe B)

- Kalibriermodus
- Messmodus
- Manuell
- Automatik

3.4 Konfiguration

- Grundlegende Programmeinstellungen
- Veränderungen bei den Messmethoden
- Veränderung am Druckbild
- Veränderung an den P-W Koordinaten (siehe C -> Punkt 7)
- Kalibrierkurvenauswahl einschränken (siehe B)

3.5 Programm beenden: TOC-Programm verlassen

4. Ausschalten des Gerätes

Stickstoffmessteil:

Ozon-Schalter ausschalten,

Die Temperatur herunter fahren (durch Drücken der Pfeiltaste ▼), den Drehschalter auf *Aus* drehen.

TC-Messgerät:

Die Temperatur des TC-Kanals herunter fahren (durch drücken der Pfeiltaste ▼). Das Trägergas abschalten. Sonstiges ► Trägergas abschalten (wenn es noch nicht abgeschaltet ist). Programm beenden. Dann den Vordruck am Labortisch auf 0 stellen, Gaszugang zudrehen und die Gasflasche im Gasflaschenschrank zudrehen und entlüften.

Das Gerät sollte nur bei längeren Messpausen heruntergefahren werden.

Der Netzschalter sollte nicht ausgeschaltet werden.

B. Eichung:

Die Standards für die Kalibrierung werden mit demin. Wasser und nicht mit K₂SO₄-Lösung angesetzt!

Die Kontrollstandards werden mit 0,25 M K₂SO₄-Lösung angesetzt!

Im Menü *Programmverwaltung* ► *Leiste zur Programmsteuerung* kann man zum Kalibriermodus wechseln. Es erscheinen vier Icons oben auf dem Bildschirm: *Kalibriermodus*, *Messmodus*, *Manuell*, *Automatic*. Nach Anklicken des Icons *Kalibriermodus* wechselt man in den Kalibriermodus. Nun kann man entscheiden, ob man eine oder mehrere Kalibrierkurven erstellen möchte. Achtung, will man mehrere Kalibrierkurven erstellen, darf man nicht vergessen auf die Position zu achten, z.B. die erste Kurve 1-10, und die zweite 11-20 usw. Dann wechselt die Rackdarstellung in rote Fläschchen. Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die Rackdarstellung öffnet sich ein Fenster in dem:

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> o <u>t</u> a <u>l</u> <u>O</u> r <u>g</u> a <u>n</u> i <u>c</u> <u>C</u> a <u>r</u> b <u>o</u> n <u>A</u> n <u>a</u> l <u>y</u> s <u>e</u> r	TOC4.1	8

Standards eingeben/ändern erscheint

- Hier muss Folgendes eingegeben werden:

a) Messart

Eingabe von TC, oder Nges-Messung je nachdem welche Messart geeicht werden soll.

b) Methode

aus der Klappliste dieses Feldes die Methodenummer wählen. (TC=11, Nges=12)

c) Messungen

hier eine 5 für die Zahl der Einzelmessungen eingeben

d) Grösse des Standards

Nach Klicken mit der rechten Maustaste in die weißen Felder dieser Tabelle, öffnet sich ein weiteres Fenster in dem die Konzentrationen der Standards mit einer Nachkommastelle eingegeben werden müssen.

- Mit OK bestätigen
- Jetzt befindet man sich automatisch wieder in der Rackdarstellung.
- Es kann mit der Messung begonnen werden, hierzu den Punkt *alle Proben im Rack* messen s.o. auswählen.
- Nach Abschluss der Messungen trägt man den Kurvennamen und den Verantwortlichen ein. Die Eichkurve sollte linear ausgewertet werden. Nun wechselt man in den Menüunterpunkt *Aktive Kalibrierkurven*. Dort befindet sich die erstellte Kalibrierkurve. Es kann nur die zuletzt erstellte Kalibrierkurve bearbeitet werden. Alle Einzelmessungen anschauen und eventuell Messpeaks die stark von den anderen Messungen abweichen löschen. Ganze Standards die weit von der berechneten Eichkurve (mittlere Linie) entfernt liegen, können durch das Löschen aller zugehörigen Peaks gelöscht werden. In der Regel sollten keine ganzen Standards gelöscht werden und die Eichung wiederholt werden wenn der Variationskoeffizient bei der jeweils niedrigsten Eichung größer als 3 %, bei den folgenden höheren Eichungen grösser als 1 % ist. Nach dem Löschen von Messpeaks unbedingt *gemessene Standards auswerten* aufrufen. Anschließend wird ein neuer Kurvennamen vergeben. Im Menü *Programmverwaltung, Konfiguration, Kalibrierkurvenauswahl einschränken* sieht man alle zurzeit aktiven Kalibrierkurven. Hier kann man die entsprechenden Kalibrierkurven deaktivieren, aktivieren, umbenennen und löschen. Darauf achten, dass für jede Methode nur eine Kalibrierkurve aktiv ist.

C. Wartung und Pflege

1. Austausch des TC-Reaktorrohrs:

- Als Erstes die Temperatur durch **drücken der Pfeiltaste ▼** herunter fahren. Warten bis die Temperatur soweit gefallen ist, dass das Reaktorrohr ohne Gefahr entnommen werden kann.
- Den Einspritzport herausschrauben, das Metalloberteil aufdrehen und das blaue Septum entfernen. Den Einspritzport gründlich mit Wasser reinigen.
- Das blaue Septum erneuern. Dabei darauf achten, dass die Teflonseite nach oben zeigt.
- Das Abdeckblech entfernen.
- Die zwei Schrauben der Halteplatte (oben, rechte Seite des Gerätes) lösen und das Reaktorrohr nach oben aus dem Katalyse-Ofen herausziehen.
- Den schwarzen Schlauch vom seitlichen Ausgang des Rohres abziehen und gegebenenfalls brüchige oder aufgeweitete Teile des Schlauches abschneiden.
- Die Verschraubung vom Rohr abschrauben und die Dichtung in der Verschraubung (Teflonseite zeigt zum Reaktorrohr) austauschen.
- Die klappbare Frontplatte öffnen. (Achtung: Netzstecker ziehen) Den Teflonblock von der Schraubkappe lösen und reinigen evtl. auch den O-Ring. Auf einen exakten Sitz des O-Ringes achten.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	9

1.1 Befüllen des TC-Katalysators:

Die Standzeit des Katalysators verringert sich durch die hohe Salzkonzentration der Proben. Sie beträgt ungefähr die Messung von 60 Salzlösungen.

Ist der Katalysator erschöpft, so kann das Salz mit einem Teesieb abgeseiht werden, und der Katalysator erneut verwendet werden. Insgesamt kann der Katalysator dreimal verwendet werden.

Außerdem kann der Kombikatalysator, der für die vollständige Umsetzung von N-Verbindung notwendig ist, durch den Pt-(Kugel)Katalysator ersetzt werden, wenn nur C_{ges} gemessen wird. Der Kombikatalysator setzt sich auf Grund seiner poröseren Oberfläche eher zu, und sollte deshalb nur dann verwendet werden wenn auch N_{ges} gemessen wird.

- Das Reaktorrohr unter dem Abzug entleeren. Den TC-(Kugel)-Katalysator, den Kombikatalysator und die Quarzwolle getrennt in die entsprechenden Sammelgefäße für die Entsorgung geben, das Reaktorrohr mit Wasser gründlich spülen und trocknen.
- Das Reaktorrohr unter dem Abzug neu befüllen (s.Abb. 1) Auf den Boden des Rohres ca. 2-3 mm Quarzwolle geben, dabei darauf achten, dass die Wolle nicht zu fest gestopft wird. Darüber zunächst den TC-Katalysator und dann den Kombikatalysator (oder diesen durch TC-Katalysator ersetzen s.o.) je zur Hälfte bis 5 mm unter der Aussparung für das Thermoelement einfüllen. Abschließend kommt eine flache Lage (ca. 2 mm) Quarzwolle in den Reaktor. Wird der Reaktor zu hoch mit dem Katalysatormaterial aufgefüllt, kommt es zu Messungenauigkeiten (Doppelpeaks etc.).

1.2 Einbau des TC-Katalysators

- Die Verschraubung auf das Rohr schrauben. Dabei darauf achten, dass die Halteschrauben und der Gaseinlaßstutzen des Reaktors an der Seite einen Winkel von 90° bilden. Anschließend das Rohr in das Gerät einführen und den schwarzen Schlauch auf den seitlichen Gaseinlaßstutzen stecken. Den Reaktor dann vorsichtig in den Teflonblock einführen, bis ein leichter Widerstand zu spüren ist. Achtung! keine Gewalt anwenden, der Reaktorfuß kann abbrechen. **Beim Einbau des Reaktors sollte die klappbare Frontplatte geöffnet werden, um die richtige Stellung der Schnellwechsel-Kupplung kontrollieren zu können. Die unterhalb des Katalysator-Ofens liegende weiße Schnellwechsel-Kupplung ist so zu positionieren, dass der Reaktorfuß in die Bohrung passt.**
- Danach die Halteplatte wieder festschrauben, das Abdeckblech drauflegen und den Einspritzport darauf schrauben,
- Temperatur wieder hochfahren und warten bis die Temperatur von 850 °C erreicht ist.
- Danach den TC-Kanal 2mal mit verdünnter HCl (25 %) mit Methode 18 und demin Wasser (Methode 12) gründlich spülen bis die Basislinie gerade verläuft. Ist der Messwert des Wassers unter 0.1 mg/l kann gemessen werden
- Nach dem Austausch des TC-Katalysators oder nach der Entfernung des Einspritzports muss die Nadel justiert werden (s. Pkt. 7).

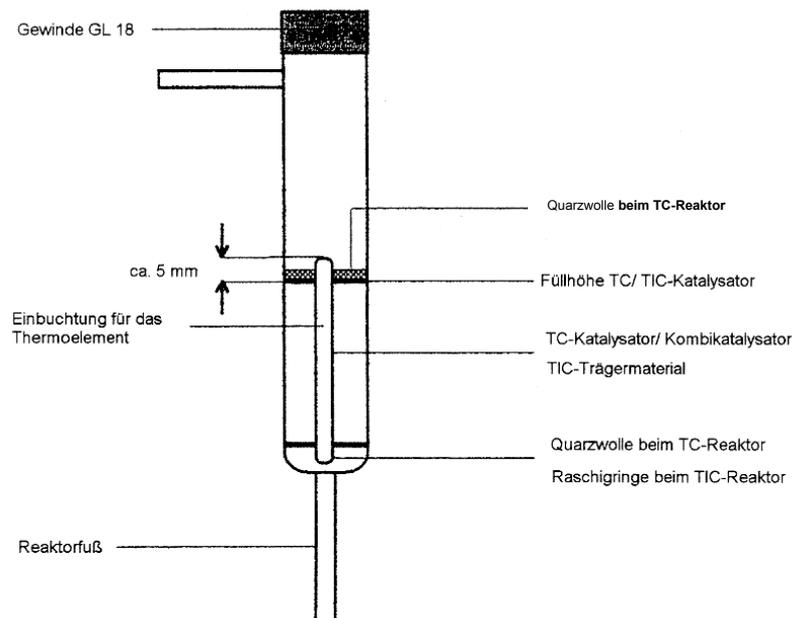


Abb. 1: Aufbau und Befüllung der Reaktoren

2. Austausch der Halogen-Adsorber am IC- und TC-Messkanal

- An der rechten Seite des Gerätes befinden sich die zwei Glasgefäße für das Halogen-Adsorbermaterial des TC- und des IC- Kanals.
- Die Adsorberfüllung muss ausgetauscht werden, wenn sich die Bronzeplättchen zu mehr als 2/3 grün verfärbt haben, oder/und sich die Zinkplättchen zu mehr als 2/3 weiss verfärbt haben.
- Die Schliffklemmen entfernen und den Schliff öffnen. Anschliessend die Gefäße aus den Halterungen nehmen und je zur Hälfte mit Adsorber B (Bronze) und Adsorber Z (Zink) befüllen. Die Reihenfolge der Füllungen ist beliebig.
- Die Gefäße in umgekehrter Reihenfolge zusammensetzen. Die Schliffe dabei leicht mit Vakuumsfett oder Vaseline einfetten. Nach leichtem Drehen der Schliffe sollte der Schliff durchsichtig sein. Dies ist wichtig damit die Verbindung vollkommen gasdicht ist. Jedoch sollte auch nicht zuviel Fett verwendet werden, da Fett kohlenstoffhaltig ist und falls es in den Gasstrom gelangt die Messergebnisse verfälschen könnte.
- Die Gefäße evtl. erneuern und gründlich spülen, wenn sie schmutzig sind.

3. Austausch des N-Konverters, des Rotfilters und des Ozonabsorbers des TNb-Moduls

3.1 Austausch des N-Konverters

Nach ca. 1. Jahr, spätestens jedoch wenn die Peakflächen der Stickstoffpeaks abnehmen, sollte die N-Konverterfüllung ausgetauscht werden, um eine vollständige Umwandlung aller Stickoxide in Stickstoffmonoxid (NO) zu gewährleisten.

- Zunächst den Hauptschalter ausstellen, die Temperatur herunterfahren und den Netzstecker ziehen.
- Dann die Bodenplatte und die Abdeckung des TNb-Moduls abschrauben. Anschließend das N-Messgerät auf die rechte Seite legen. Dabei darauf achten, dass die Schlauchverbindungen zum TOC-Messgerät nicht unterbrochen werden. Dann die Bodenplatte abnehmen.
- Die jetzt zugängliche Verschraubung am Konverterrohr (dieses sieht wie das Katalysatorrohr des TC- bzw. IC-Kanals aus) lösen. Hierzu die weiße Rändelschraube am Konverterrohr leicht lösen (nicht vollständig abdrehen) und vom Konverterrohr abziehen. Das Gerät danach auf die offene Bodenplatte stellen.

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>A</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	11

- Das Rohr, welches oben mit einer roten Blindkappe verschlossen ist, vorsichtig nach oben herausziehen, dabei den schwarzen Schlauch der zur Seite weggeht mitführen.
- Den Schlauch vom Rohr abziehen und das Rohr unter dem Abzug neu befüllen (Quarzwolle!): Die rote Blindkappe abschrauben und die Füllung herausklopfen. Die Quarzwolle und die Konverterfüllung (Molybdän) für die Entsorgung getrennt sammeln.
- Anschliessend neue Quarzwolle einfüllen und neue Konverterfüllung in das Rohr geben. Dabei das Rohr leicht klopfen.
- Das Gerät in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammenbauen.
- Achtung: Nach dem Austausch des N-Konverters muss das Gerät mit N-Standards neu eingefahren werden, d.h. das solange Stickstoffstandards verschiedener Konzentration gemessen werden müssen bis die Peakflächen konstant sind. Erst dann kann und muss das Gerät für die Stickstoffmessung neu geeicht werden.

3.2 Reinigung und Austausch des Rotfilters und der Dichtung

- Ca. 1mal im Jahr sollte beim Wechsel des N-Konverters der Filter ausgetauscht werden. Dabei beachten, dass immer Filter und Dichtung gleichzeitig gewechselt werden.

3.3 Austausch des Ozonabsorbers

- An der Rückseite des N-Messgerätes befindet sich ein mit Aktivkohle gefülltes Kunststoffrohr, welches überschüssiges Ozon aus dem Messgasstrom entfernt bevor das Messgas das N-Messgerät verlässt. Die Füllung dieses Rohres muss einmal im Jahr oder nach dem Feststellen von Ozongeruch gewechselt werden, um zu verhindern, dass überschüssiges Ozon in die Laborluft gelangt.
- Hierzu den schwarzen Schlauch von dem Kunststoffrohr abziehen und das Rohr aus der Halterung nehmen.
- Das Rohr unter dem Abzug (Quarzwolle!) aufschrauben und die Füllung entnehmen.
- Mit frischer Quarzwolle und Aktivkohle befüllen. Die Quarzwolle für die Entsorgung sammeln, die Aktivkohle verwerfen.
- Das Rohr wieder in die Halterung setzen und die Schlauchverbindung wiederherstellen.

4. Austausch von Dichtungen und anderen Verschleißteilen

- Die Septen in den Einspritzports sollten häufiger ausgetauscht werden, da sie durch das Einstecken der Nadel mit der Zeit undicht werden. Wurde bei der Dichtigkeitsprüfung eine Undichtigkeit gefunden, so sollte zunächst geprüft werden, ob durch den Austausch des Septums, die Undichtigkeit behoben werden kann. Bilden sich Luftblasen nachdem man mit der Spritzflasche einige Tropfen Wasser auf die Einspritzports gegeben hat, so ist das Septum undicht und muss ausgetauscht werden. Dabei sollte beachtet werden, dass die teflonbeschichtete Seite des Septums nach oben zeigt. Die Standzeit eines Septums beträgt ca. 300 Einspritzungen.
- Der O-Ring im Teflonverschraubungsblock (untere Verschraubung des Reaktors) muss einmal jährlich ausgetauscht werden. Hierzu den Teflonblock dem Gerät entnehmen und den schwarzen O-Ring im Block sehr vorsichtig mit einer Nadel heraus ziehen (am Besten mit der Nadel in den Ring stechen). Dabei darauf achten das der Teflonblock durch die Nadel nicht zerkratzt wird.
- Die zwei weißen Steigleitungen die vom IC- und vom TC-Kanal wegführen einmal jährlich reinigen oder austauschen.
- Die Glaskapillaren (0.6 mm Innendurchmesser), die in die zwei schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen eingebaut sind, müssen einmal im Jahr durch neue Glasrohre ersetzt werden.
- Die schwarzen Schläuche, die von den Reaktoren wegführen werden durch die Hitze brüchig. Da jedoch meist nur das Schlauchstück direkt am Reaktor porös wird kann es bei einem Reak-

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> <u>o</u> <u>t</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>O</u> <u>r</u> <u>g</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>i</u> <u>c</u> <u>C</u> <u>a</u> <u>r</u> <u>b</u> <u>o</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>n</u> <u>a</u> <u>l</u> <u>y</u> <u>s</u> <u>e</u> <u>r</u>	TOC4.1	12

torwechsel gegebenenfalls gekürzt werden und muss erst wenn die Länge nicht mehr ausreicht ausgetauscht werden.

- Kanüle alle 2 Monate im Ultraschallbad reinigen und ca. alle 2 Jahre wechseln.

5. Dichtigkeitsprüfung

Eine ausführliche Überprüfung der Dichtigkeit sollte grundsätzlich nach jedem Austausch von Komponenten wie Reaktor, Absorber, Schläuche, Dichtungen etc. durchgeführt werden. Anzeichen für das Vorliegen einer Undichtigkeit sind Minderbefunde bei der Messung von Standards oder eine schlechte Reproduzierbarkeit bei der Messung von Proben und Standards.

TC/IC-Kanal: beide Kanäle werden einzeln auf Dichtigkeit überprüft:

- Als Erstes sollte das Septum im TC-Einspritzport getauscht werden (ohne Loch).
- Den Vordruck des Trägergases Sauerstoff am Druckminderer am Labortisch auf 0,5 bar einstellen oder den Druck am Gerät auf 0,5 bar einstellen. Hierzu die Schraube am Einstellknopf am Gerät lösen und den Druck auf 0,5 bar einstellen.
- Den Kondensatüberlauf mit dem Stopfen des Dichtigkeitsprüfungsset verschließen. Den Schlauch von Ausgang A; K2 (vordere Klappe) für den TC-Kanal oder Ausgang A; K1 (vordere Klappe) für den IC-Kanal abziehen und diesen mit dem zweiten Stopfen des Dichtigkeitsprüfungsset verschließen. Danach muss die Kugel am Flowmeter ganz unten sein und darf sich nicht mehr bewegen. Bewegt sie sich noch liegt eine Undichtigkeit vor.
- Bei einer Undichtigkeit: Sinkt die Kugel nicht ab und bewegt sich immer noch, so liegt eine Undichtigkeit im Bereich des TC/IC-Reaktors oder des Halogenadsorbers vor. Es sollte dann zunächst geprüft werden, ob der Schliff des Halogenadsorbers ausreichend gefettet ist. Ist das Gerät danach immer noch nicht dicht, sollte die Verschraubung oben am Reaktor gelöst werden und die Dichtung in der Schraubkappe ausgetauscht werden.
- Ist die Undichtigkeit nach Durchführung dieser Massnahmen nicht behoben, so sollten alle Schläuche auf Brüchigkeit geprüft werden, ausserdem sollte geprüft werden, ob alle Schlauchverbindungen fest sind. Als Letztes kann noch geprüft werden ob der Reaktor im Teflonblock richtig sitzt und ob die Dichtung im Teflonblock in Ordnung ist.
- Ist die Dichtigkeit hergestellt, muss zuerst die Verschlusskappe von Ausgang A;K2 für den TC-Kanal oder Ausgang A;K1 für den IC-Kanal entfernt werden, dann der Stopfen vom Kondensatüberlauf, danach die Schlauchverbindungen von Ausgang A; K2 bzw. K1 wiederherstellen. Danach wird der Druck wieder auf seinen ursprünglichen Wert von 4 bar am Gerät und von ca. 4,5-5 bar am Druckminderer am Labortisch eingestellt.

6. Beseitigung von Verstopfungen

Konnte bei einer Dichtigkeitsprüfung keine Undichtigkeit des Systems festgestellt werden und treten trotzdem ungewöhnliche Peakformen oder/und schlecht reproduzierbare Messergebnisse auf, so kann auch eine Verstopfung vorliegen. Diese kann nur an folgenden Stellen vorliegen:

- Das Schlauchstück zwischen Reaktor und Kapillare kann durch Reaktormaterial verstopft sein. Dieses sollte deshalb entfernt und ausgetauscht oder gereinigt werden. Ausserdem sollte das seitliche Glasrohr des Reaktors auf eine Verstopfung hin überprüft werden.
- Liegt an dieser Stelle keine Verstopfung vor, so kann nur noch die Quarzwolle am Boden des TC-Reaktors durch zerfallendes Reaktormaterial verstopft sein. Der Reaktor sollte dann ausgebaut und neu befüllt werden.

7. Überprüfung der Nadelposition

- Mit der rechten Maustaste auf die Rackfläche klicken. Unter dem Menüpunkt Programmverwaltung befindet sich das Untermenü Konfiguration.
- Hier wählt man Veränderung an den P-W-Koordinaten. Danach erscheint ein Fenster in dem für die verschiedenen Positionen der Probennadel z.B. Einspritzport Kanal 1 + 2, Probengefässe,

Gerät		Anleitung-Nr.	Seite
TOC	<u>T</u> otal <u>O</u> rganic <u>C</u> arbon Analyser	TOC4.1	13

Spülgefäß die x- und y-Koordinaten und die Eintauchtiefe verändert werden können. Die Nadel fährt jeweils in die entsprechende Position wodurch überprüft werden kann ob sie stimmt, oder ob sie verändert werden muss (zunächst mit loser Nadel testen, dann mit handfester Nadel kontrollieren). **Anschließend die Einstellung mit OK bestätigen um den Punkt zu beenden.**
 Einstellung der xy-Achse:

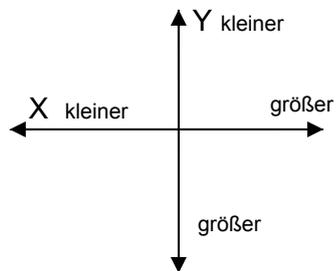


Abb. 2: Ansicht des DIMATOC 2000

