

Оглавление

Раздел 1. Общие сведения	4
1.1. Назначение программы	4
1.2. Требования к аппаратному обеспечению	4
1.3. Используемые термины и принятые обозначения	5
Раздел 2. Установка и настройка программы	7
2.1. Установка и запуск программы	7
2.2. Добавление и авторизация операторов	8
2.3. Подключение анализатора через СОМ-порт	.11
2.4. Подключение анализатора через BlueTooth Widows XP	. 13
2.4.1. Добавление в программу нового прибора	. 13
2.4.2. Выбор прибора для работы	. 15
2.4.3. Удаление из программы прибора	. 16
2.5. Подключение Анализатора через Bluetooth Widows-7	. 17
2.5.1. Добавление в программу нового прибора	. 17
2.5.2. Выбор прибора для работы	. 20
Раздел 3. Интерфейс программы	.22
3.1. Главное окно	. 22
3.2. Главное меню	. 23
3.3. Панель инструментов	. 25
3.4. Каналы отображения	. 25
Раздел 4. Разделы главного меню программы	.30
4.1. Настройка	. 30
4.2. Методика	. 31
4.3. Электроды	. 40
4.4. Регистрация	. 42
4.5. Вид	. 44
4.6. Обработка	. 44

4.7. Результаты	45
4.8. Архив	48
4.9. Каналы	49
4.10. Помощь	49
Раздел 5. Порядок работы	50
5.1. Подготовка к анализу	50
5.1.1. Настройка программы	50
5.1.2. Подготовка прибора и электродов	50
5.2. Проведение измерения	51
5.2.1. Отмывка ячеек	51
5.2.2. Регистрация серии вольтамперограмм	51
5.2.3. Просмотр вольтамперограмм	53
5.2.4. Разметка вольтамперограмм	54
Раздел 6. Обработка вольтамперограмм	60
6.1. Обработка серии вольтамперограмм	60
6.2. Процедура анализа	61
6.3. Определение концентраций по методу стандарта	62
6.4. Определение концентрации по методу добавки	62
6.5. Расчет концентраций	63
6.6. Архив результатов	65
Раздел 7. Защита данных и программного обеспечения несанкционированного изменения и удаления.	я от 66
7.1. Защита от непреднамеренного удаления и измен данных и параметров измерений	іения 66
7.2. Защита от несанкционированного измен метрологически значимой части программы	іения 67
Раздел 8. Проверка контрольной суммы метрологич значимой части	іески 69

Раздел 1.Общие сведения

1.1. Назначение программы

Программа VALab Professional (далее, программа) функционирует под управлением операционной системы MS Windows XP/Vista/win7 и предназначена для совместной работы с анализаторами вольтамперометрическми «TA» производства фирмы ООО «НПЦ Техноаналит»

Программа выполняет следующие функции

- управление режимами работы анализатора,
- обработка вольтамперограмм,
- расчет концентраций,
- метрологическая обработка измерений
- документирование и архивирование результаты измерений.

1.2. Требования к аппаратному обеспечению

Для работы программы требуется персональный компьютер со следующими характеристиками:

- дисковое пространство не менее 100 Мбайт
- оперативная память.....не менее 256 Мбайт
- процессор Pentium-4 или Atlon, не менее 2 GHz
- разрешение монитора..... не менее 1024×768 точек
- стандартный СОМ-порт, поддерживающий интерфейс RS-232 или устройство его имитирующее
- устройство Blutooth версии не ниже v2.1

• привод CD-ROM или DVD-ROM.

1.3. Используемые термины и принятые обозначения

В настоящем описании приняты следующие обозначения и термины:

- Оператор лицо осуществляющее работу с программой.
- Названия меню, подменю и команд, разделенные знаком «→», указывают на последовательность выбора. Например, запись Архив → Открыть означает, что нужно выбрать раздел главного меню Архив, а в нем пункт Открыть.
- Названия отдельных клавиш либо комбинаций клавиш, приводятся в рамке, например Esc или Ctrl + O. Комбинации, начинающаяся с Ctrl +, Shift + и Alt + предполагают, что вначале должна быть нажата соответствующая служебная клавиша, а затем клавиша, следующая за знаком «+».
- Термины, относящиеся к использованию мыши:
 - **Курсор** указатель мыши на экране. Вид курсора может меняться в зависимости от ситуации.
 - Щелкнуть (нажать) один раз нажать и отпустить кнопку мыши. Если не оговорено особо, то считается, что это левая кнопка.
 - Дважды щелкнуть быстро выполнить два щелчка. Интервал между щелчками должен быть как можно короче.
 - Выбрать переместить мышь так, чтобы курсор оказался на конкретном элементе, и далее щелкнуть кнопкой мыши.

 Перетаскивание — операция заключается в перемещении мыши с нажатой левой кнопкой. При этом выбранный объект на экране перемещается синхронно с движением мыши.

Все введенные параметры во всех диалоговых окнах программы считаются принятыми, если в конце диалога была нажата кнопка Строке заголовка, или клавишей Esc, то введенные параметры программой не принимаются. Надписи на кнопках могут меняться в зависимости от содержимого окна.

Раздел 2. Установка и настройка программы

2.1. Установка и запуск программы

Для установки программы на жесткий диск персонального компьютера (далее, ПК) вставьте диск VaLab Professional в CD-ROM компьютера. В автоматически всплывшем окне (Рисунок 1) нажмите на кнопку Установить программу VaLab Professional, далее следуйте рекомендациям программы установки.

Установка програмного обеспечения Valab Professional	×
Та техно	АНАЛИТ Установочный диск
Установить программу VaLab Professional	Диск содержит установочный пакет программы управления приборами серий: ТА-02, ТА-07, ТА-Ecolab На диске находится документация
Методические рекомендации	по работе с программой в формате Acrobat Reader.
ООО "Техноаналит", 634028, г. Томск, пр. Ленина 43а Телефоны организации: (3822) 56-41-96, 42-66-50 Адрес электронной почты: ta@mail.tomsknet.ru Web-Сайт организации: http://technoanalyt.com	и проданция и проданци

Рисунок 1 Диалоговое окно установки программы

При помощи окна автозапуска можно также открыть руководство пользователя в формате **Acrobat Reader** и установить программу **Acrobat Reader** на компьютер.

Примечание: если автозапуск в ОС Windows отключен, то для установки программы следует выполнить следующие действия: войти в папку **Мой компьютер** → войти в папку CD/DVD привода в который был вставлен диск **Valab** → запустить файл с именем **Autorun**.

Для запуска Valab выберите Пуск \rightarrow Программы \rightarrow Valab Professional в главном меню OC Windows.

Запуск программы можно производить и с помощью ярлыка на рабочем столе Windows (создается автоматически при установке программы).

2.2. Добавление и авторизация операторов

J	Іри	первом	запуске	проі	граммы	появляется	окно	авторизации	

Авторизаци	я	
Оператор	admin [A] V	🕹 Список операторов
		Просмотр архивов
📀 Войт	ги 🧭 Отмена	

Рисунок 2 Окно авторизации операторов.

Для входа в редактор операторов, необходимо нажать кнопку **операторы**.

Откроется окно редактирования операторов

Список операторов		
◎ ∠ -	0	Закрыть
Оператор	Админ	Вход
admin	•	

Рисунок 3 Окно редактирования операторов.

Для добавления нового оператора необходимо щелкнуть мышкой по кнопке и заполнить поля Фамилия, Имя, Отчество. Обратите внимание: поле Фамилия отмечено звёздочкой и обязательно к заполнению.

Редактирован	ие оператора 🛛 📧
Фамилия*	Иванова
Имя	Елена
Отчество	Ивановна
Является Заходит в саходит в саходи	администратором по умолчанию
Ок	🧭 Отмена

Рисунок 4 Окно редактирования оператора

Установка параметра «Является администратором» позволит данному оператору открывать окно редактирования операторов. В программе должен быть хотя бы один оператор с правами администратора.

После добавления всех операторов можно закрыть форму добавления операторов и в появившемся списке выбрать оператора.



Рисунок 5 Окно авторизации с выпадающим списком операторов.

Ввести пароль. Нажать кнопку Войти.

Если нажать кнопку **Просмотр архивов**, то программа позволит только просматривать существующие архивы п. 4.8 без возможности внесения изменений в разметку и сохранения.

2.3. Подключение анализатора через СОМ-порт

Перед тем, как начать работу, необходимо в программе выбрать тип прибора.

Настройки связ	зи с прибором	
Тип прибо	pa TA-	Действия с приборами
1	1M	💿 Найти
2	2M	
07	Ecolab	
 Безопасный Переподкли 	й режим очение	📀 Ок 🖉 Отмена

Рисунок 6 Окно настройки связи с прибором

Для этого, при первом запуске программы:

- откройте окно настроек связи с прибором Настройки → Связь с прибором (Рисунок);
- слева, в разделе Тип прибора выберите подключённый к ПК прибор, щёлкая мышью по области с нужным названием;
- нажмите кнопку Найти прибор. Через несколько секунд, программа отобразит результат поиска: Прибор найден либо Прибор не найден.
- После успешного поиска нажмите на кнопку Ок.

Если прибор не был найден, значит:

- прибор не включён (не горит красная лампочка на панели с кнопками управления крышкой) — включите прибор, либо проверьте исправность шнура питания;
- нет контакта в шнуре СОМ порта проверьте разъёмы шнура СОМ порта на стороне компьютера и прибора.

Если в окне присутствует сообщение об отсутствии свободных СОМ портов (Рисунок), то работа с прибором будет невозможна.



Рисунок 7. Предупреждение об отсутствии свободных СОМ портов

В этом случае, следует либо освободить занимаемые порты (если к ним подключены другие устройства), либо укомплектовать ПК платой расширения СОМ портов.

Примечание: если подряд запустить несколько программ **Valab**, то к прибору подключится та, которая была запущена первой. Все остальные программы не смогут работать с прибором и будут выдавать сообщение либо об отсутствии прибора, либо об отсутствии СОМ портов.

2.4. Подключение анализатора через BlueTooth Widows XP

2.4.1. Добавление в программу нового прибора

Перед тем, как начать работу с новым прибором, необходимо добавить его в программу. Для этого необходим установленный в компьютере модуль Bluetooth и включённый в сеть анализатор.

Прибор должен быть свободен, т.е. он не должен быть подключен к другому компьютеру. Свободный прибор должен мигать красной лампочкой на передней панели прибора.

Для добавления в программу нового прибора необходимо:

- запустить программу.
- открыть окно настроек связи с прибором Настройки → Связь с прибором (Рисунок);
- если в списке нет номера прибора к которым будет осуществляться работа, то нажмите на кнопку **Найти**.

Настройки связи с пр	ибором	X
Номер прибора		Действия с приборами
158	157	💿 Найти 🤤 Удалить
0182	0178	
		Дополнительные действия
		используите с осторожностью 🔊 Создать
👿 Безопасный режи	И	📀 Ок 🙋 Отмена

Рисунок 8 Окно связи с прибором

Во время поиска прибора откроется соответствующее окно (Рисунок).



Рисунок 9 Окно поиска прибора

Поиск может завершиться тремя вариантами.

- 1. Приборов не найдено (Рисунок 2 а). В этом случае, следует проверить подключение прибора к сети и работу модуля Bluetooth.
- 2. Один прибор найден (Рисунок 2 б). В этом случае, если найден требуемый прибор, следует нажать подтверждение установки.
- 3. Несколько приборов найдено (Рисунок 2 в). В этом случае, нужно выбрать из списка требуемый прибор, и нажать подтверждение установки.



Рисунок 2 Окна результат поиска прибора

После подтверждения установки прибора, появиться сообщение о процессе установки (Рисунок 3).



Рисунок 3 Окно процесса установки прибора

И далее, если процесс завершился удачно, сообщение об успешной установке (Рисунок 4)

Сообщение	
🗹 Прибор с номером 0150 уста	ановлен.
🕑 Дополнительная информация	ОК

Рисунок 4 Окно удачной установки прибора

После установки, прибор отобразиться в области списка Номер прибора.

2.4.2. Выбор прибора для работы

Для выбора прибора, следует:

- открыть окно настроек связи с прибором Настройки → Связь с прибором (Рисунок);
- в разделе **Номер прибора** выбрать прибор, щёлкая мышью по области с нужным номером;
- нажать на кнопку Ок. При этом, прибор должен быть подключённым к сети и свободен. После подключения, прибор должен издать звуковой сигнал.

Примечание: номер текущего прибора отображается в заголовке программы.

2.4.3. Удаление из программы прибора

Для удаления прибора из программы необходимо:

- открыть окно настроек связи с прибором Настройки → Связь с прибором (Рисунок);
- Выбрать номер удаляемого прибора в списке **Номер прибор**а и нажать кнопку **Удалить прибор**. В результате появиться окно процесса удаления (Рисунок 5).



Рисунок 5 Окно процесса удаления прибора

По окончании удаления появиться окно об удачном удалении прибоора (Рисунок 6).



Рисунок 6 Окно удачного удаления прибора

2.5. Подключение Анализатора через Bluetooth Widows-7

2.5.1. Добавление в программу нового прибора

Перед тем, как начать работу с новым прибором, необходимо добавить его в программу. Для этого необходим установленный в компьютере модуль Bluetooth и включённый в сеть анализатор.

Прибор должен быть свободен, т.е. к нему не должны быть подключены с других компьютеров. Свободный прибор должен мигать красной лампочкой на передней панели прибора.

Для добавления в программу нового прибора необходимо:

- запустить меню «Устройства Bluetooth»;
- запустить процедуру «Добавление устройства»;
- в появившемся окне выбрать нужный прибор;

\bigcirc	🚅 Добавление устройства		_
	Выберите устройство для добавления н	к компьютеру	
	ТА07_0178	оразит их в этом окне. Настольный компьютер	
	Другое	Настольный компьютер	
	<u>Что делать, если Windows не удалось обнаружить.</u>	устройство?	
		Далее Отмен	a

Рисунок 7 Окно выбора устройства Bluetooth

3	📌 Добавление устройства		×
	Введите код для подключения к устройству Это позволит проверить правильность подбора устройства для подключения. 0178 Код написан либо на самом устройстве, либо находится в сопроводительной документации.	TA07_0178	
		Далее Отме	ена

ввести код, по умолчанию это номер прибора;

Рисунок 8 Окно ввода ключа

- дождаться, когда прибор будет установлен;
- затем снова открыть меню «Устройства Bluetooth» выбрать прибор и щёлкнуть по нему правой кнопкой мыши, в появившемся меню выбрать пункт «Свойства»;
- в появившемся диалоговом окне выбрать закладку «Службы», запомнить номер com-порта;

🕛 Свойства: ТА07_0178	x
Общие Оборудование Службы Bluetooth	
Это устройство Bluetooth предоставляет следующие службы. Установите флажок для выбора соответствующей службы.	
Службы Bluetooth	
СОМ9	
	енить
	янить

Рисунок 9 Окно свойств устройства Bluetooth

- открыть окно настроек связи с прибором Настройки → Связь с прибором (Рисунок);
- нажать на кнопку Создать.

В диалоговом окне введите номер прибора, нажмите **ОК**.

Σ
0178
OK Cancel

Рисунок 10 Окно ввода номера прибора

В следующем окне введите номер СОМ порта

Диалог ввода данных			×
Введите СОМ порт прибора. Например, 41	9		
		ОК	Cancel

Рисунок 19 Окно ввода номера порта устройства bluetooth

После установки, прибор отобразиться в области списка Номер прибора.

2.5.2. Выбор прибора для работы

Для выбора прибора, следует:

- открыть окно настроек связи с прибором **Настройки** → **Связь с прибором** (Рисунок);
- в разделе **Номер прибора** выбрать прибор, щёлкая мышью по области с нужным номером;
- нажать на кнопку **Ок**. При этом прибор должен быть включенным и свободен. После подключения, прибор должен издать звуковой сигнал.

Примечание: Номер текущего прибора отображается в заголовке программы.

Раздел З.Интерфейс программы

3.1. Главное окно

После загрузки программы, появляется окно графического интерфейса (Рисунок 11).



Рисунок 11 Рабочее окно программы

Строка заголовка — содержит название программы и имя загруженного в программу архива или название текущей серии вольтамперограмм.

Стандартные кнопки управления окном программы, находящиеся в правой части строки заголовка, позволяют изменять режим отображения окна: свернуть окно, развернуть окно на полный экран или сформировать окно произвольных размеров. За строку заголовка можно перемещать окно программы в случае, когда выбран не полноэкранный режим отображения. Строка подсказок — текстовая строка, информирующая оператора о возможных действиях при совместном использовании клавиатуры и кнопок мыши. Содержание строки зависит от местоположения курсора мыши и от выполняемого программой процесса.

Область комментариев — область, позволяющая вводить многострочные комментарии к текущему эксперименту (Рисунок 12). Скрывать/открывать область следует щелчком мыши по её заголовку.



Рисунок 12 Пример раскрытой области ввода комментария к эксперименту

Остальные элементы главного окна будут рассмотрены ниже, более подробно.

3.2. Главное меню

Главное меню — это набор команд (пунктов меню, элементов меню), разбитых на тематические разделы и подразделы. Если щелкнуть по разделу/подразделу меню, то развернется список команд или откроется ещё один подраздел (Рисунок 13).

Пункты меню, кроме текстовых надписей могут содержать пиктограммы (картинки, условно изображающие смысл пункта). Если пункт меню имеет горячую клавишу, то она отобразиться справа от названия пункта. Черный цвет шрифта в списке элементов меню означает, что пункт меню доступен, серые буквы — элемент в данный момент недоступен.



Рисунок 13 Элементы главного меню

Некоторые пункты меню обозначают переключатели, опций, которые могут быть только в двух состояниях включено или выключено Включенный пункт меню подсвечивается рамкой (Рисунок 14).



Рисунок 14 Пункты главного меню

3.3. Панель инструментов

Панель инструментов — это набор кнопок с названиями и пиктограммами, дублирующих некоторые пункты главного меню (Рисунок 15). Предназначены они для более быстрого выбора нужных команд в процессе работы с программой.



Рисунок 15 Панель инструментов

Над кнопками имеется текстовая область, которая показывает, функции какой категории они выполняют. При наведении курсора на кнопку, текстовая область подсвечивается.

Каждая кнопка имеет всплывающую подсказку, которая появляется после удержания указателя мыши над кнопкой более 1 секунды.

иее 1 секунополнительимеющие

ā

Флн

Часть кнопок имеет дополнительное меню (кнопки, имеющие справа расширение в виде маленького треугольника).

Рисунок 16. Меню у кнопки панели инструментов

Эксперимент

Добавка

0c

Проба

При нажатии на левую (большую) область кнопки выполняется соответствующая команда, а при нажатии на область содержащую треугольник, открывается дополнительное меню (Рисунок 25).

Функции этого меню функционально связаны с кнопкой инструментальной панели.

3.4. Каналы отображения

Каналы отображения — это три идентичных области отображения информации, соответствующие трем измерительным каналам ана-

лизатора. Каналы отображения служат для вывода и обработки графической или текстовой информации, полученной в процессе анализа.

Каждый канал является самостоятельным окном, с которым можно выполнять все стандартные действия, характерные для окон ОС Windows (свернуть, изменить место положения и размер).



Рисунок 17 Канал отображения

Элементы окна канала (Рисунок 17) представляют из себя:

• Строка заголовка содержит имя канала и стандартные кнопки управления окном канала.

- Область графиков вольтамперограмм показывает все снятые кривые для фона, пробы, пробы с добавкой (или просто, добавка) либо стандарта, помечая каждую кривую цветом.
- Верхняя инструментальная панель, на которой расположены:
- Кнопка (1:10) для выбора масштаба оси тока. Она позволяет установить масштаб вывода вольтамперограмм в шкале токов от 1:1 до 1:100. Режим Авто выбирает масштаб так, что бы все графики были видимы.
- Кнопка необходима для разноски вольтамперограмм.
 Она позволяет смещать кривые в серии по оси тока.
- Кнопки / И отображают режим аппроксимации кривой остаточного тока: линейная либо «мягкая».
- Кнопка Позволяет отображать/скрывать кривые остаточного тока индивидуально для каждой вольтамперограммы (Рисунок 18).



Рисунок 18 Меню включения и выключения остаточного тока

Включение / отключение остаточного тока, также можно щёлчком мыши по вольтамперограмме с зажатой клавишей Alt.

- Нижняя инструментальная панель, на которой расположены:
- Кнопка 🖾 включения / выключения режима отображения панели результатов.
- Кнопки выделения кривой, для ручной разметки границ её пика (Рисунок 19 а). Подробно о разметке кривой читайте в разделе 5.2.4 «Разметка вольтамперограмм». Выделить кривую можно также щёлкнув по ней кнопкой мыши (Рисунок 19 б).



Рисунок 19 Способы выделения кривой в канале

После выделения кривой, фон окрашивается в серый цвет. В тот же цвет окрашивается и кнопка выделения кривой (Рисунок 29). Невыделенные вольтамперограммы становятся полупрозрачными.

Для выхода из режима ручной разметки щёлкните



Рисунок 29 Выделенная кривая

по активной кнопке выделения, либо по активной кривой, либо по кнопке **Обычный режим** находящейся в правом верхнем углу окна канала.

Раздел 4. Разделы главного меню программы

4.1. Настройка

Пункт меню **Настройка** содержит команды, связанные с глобальными установками программы.

Связь с прибором — позволяет установить тип используемого с программой прибора и обнаружить последовательный порт компьютера, к которому подключен прибор (см. подраздел 2.3, 2.4, 2.5)

Если во время анализа связь с прибором пропала, то программа выдаст сообщение **Нет ответа от прибора** (Рисунок 20).



Рисунок 20 Сообщение об отсутствии связи с прибором

В этом случае следует убедиться в том, что прибор включён, а так же в наличии соединения между прибором и компьютером.

Нажатие кнопки **Повтор** приведёт к попытке программы повторить последнее действие, на котором произошёл сбой. Кнопка **Отмена** прерывает эксперимент. Если сообщение появилось повторно, то следует выкл/вкл прибор и закрыть/запустить программу **VaLab Professional** повторно.

Цвета кривых — позволяет выбрать предпочтительную гамму цветов для разных типов графиков. Окно выбора цвета показано на (Рисунок 21).



Рисунок 21 Настройка цветов кривых

Область **Яркость кривых остаточного тока** определяет степень яркости остаточного тока, относительно яркости кривых исходных либо усреднённых данных.

Настройка печати — открывает диалоговое окно, настройки принтеров ОС MS Windows.

Регистрация — Регистрация лицензии.

4.2. Методика

Этот раздел меню определяет процедуру проведения анализа. Раздел состоит из следующих пунктов:

Загрузить методику F2 — загружает методику с уже установленными параметрами, посредством стандартного диалога открытия файлов OC Windows. По умолчанию программа предлагает выбрать файлы из папки **Методики.** Файл методики имеет расширение **.mtd**.

Сохранить методику F3 — сохраняет текущую методику посредством стандартного диалога сохранения файлов ОС Windows. По умолчанию программа предлагает сохранить файлы методик в папку **Методики**.

📃 Текущая методика F4 — набор параметров, в соответствии с анализатор выполняет процедуру которыми измерений. Эти определяют измерительный диапазон прибора, параметры количество повторов в сериях, процедуру предварительной приблизительные обработки вольтамперограмм, названия И электрохимические потенциалы определяемых элементов, подготовительные стадии, параметры разверток поляризующего напряжения и так далее.

Параметры методики, разбиты на три категории и расположены на трёх закладках диалогового окна (Рисунок 22). Доступ к требуемой группе можно получить, выбрав соответствующую закладку в верхней части окна.

Общие Лодгот. ст Настройка эксперимент	адии 🖄 Разверт	яемые элементы
Измерительный 2.0	20 Элемент	Потенциал (В)
циапазон, мкА	Zn	-0.850
интегрирование (мс) 20	Cd	-0.450
Повторов в серии 9	Pb Pb	-0.350
Соличество 2 электр	ода Си	0.000
Отмыека Тотенциал отмыеки, В -0.0 Зремя отмыеки, сек 120 Вибрация (1-9) 0 Подача газа Азот Озон Нет	Добаг Добаг Добаг Постобр Степень Фильтраци Диффер Сглажив Инверси	ить — Удалить аботка кривых и 01234 екцирование кание я

Рисунок 22 Окно методики эксперимента

Закладка Общие



В закладке **Общие** находятся параметры установок режимов работы прибора и предварительной обработки вольтамперограмм. Закладка разделена на три раздела (Рисунок 23).

Настройка эксперимента

Содержит параметры, влияющие на вид получаемых от прибора вольтамперограмм.

Измерительный диапазон – позволяет выбрать шкалу чувствительности измерительных преобразователей анализатора, и, соответственно, диапазон измеряемых токов.

Интегрирование — позволяет установить длительность интегрирования измеряемого тока в диапазоне от 1 до 100 мс. При этом измерительный диапазон тока корректируется в соответствии с установленным временем интегрирования.



Рисунок 23 Окно методики эксперимента, закладка Общие

Повторов в серии — указывает количество заданных вольтамперограмм. Максимальное число вольтамперограмм в серии — 9.

Потенциал отмывки — задается потенциал, подаваемый на рабочий электрод при отмывке ячейки.

Количество электродов в ячейке — выбор режима двух или трёхэлектродной ячейки

Постобработка кривых

Содержит параметры, с помощью которых выбираются способы обработки полученных от прибора кривых.

Степень фильтрации — позволяет выбрать степень фильтрации измеряемого сигнала в процессе измерения. Чем выше порядковый

номер, тем выше степень фильтрации. При значении **0** фильтрация сигнала не происходит.

Дифференцирование — включает/выключает режим получения производной от вольтамперограммы.

Сглаживание — включает/выключает режим сглаживания после регистрации вольтамперограммы. Эту процедуру рекомендуется использовать в случае применения дифференцирования.

Инверсия — включает/выключает режим зеркального отображения вольтамперограмм относительно оси потенциала.

Список элементов

Содержит названия и приблизительные электрохимические потенциалы определяемых элементов. Программа позволяет одновременно идентифицировать до шести пиков элементов.

Добавить — кнопка, предназначенная для добавления новой строки в список определяемых элементов. При нажатии на кнопку, новая строка добавляется в следующую позицию после строки, на которой установлен курсор. В новой строке нужно ввести название определяемого элемента и приблизительный потенциал его пика. Перемещение курсора по таблице элементов можно осуществлять с помощью мышки, или с помощью клавиш перемещения курсора , при и .

Удалить — кнопка, предназначенная для удаления строки с параметрами определяемого элемента. При нажатии на кнопку удаляется строка, на которой установлен курсор.

Подача газа

Задаёт параметры подачи газа в ячейку

Азот — подключение инертного газа через внешний клапан, подключаемый к прибору. Озон — подключение озонирующего устройства. Озонирование происходит на подготовительных стадиях, и на отмывке.

Закладка Подготовительные стадии



В этой группе определяются параметры подготовительных стадий, которые выполняются перед измерением, то

есть перед разверткой поляризующего напряжения. Каждой подготовительной стадии соответствует строка таблицы (Рисунок 24). Программа позволяет использовать до восьми подготовительных стадий.

Методика анализа: Тяжелые								
🚖 Общие 🆻 Подгот. стадии 🖄 Развертка								
Название	E1 [B]	E2[B]	T [c]	yφ	Вибрация	<->	Газ	
📀 Подготовка	0.000	нет	120	S	S	6		
📀 Облучение	0.000	нет	15	S	S	6		
📀 Очистка	-1.200	0.050	10	S	S	6		
📀 Растворение	0.050	нет	20		S	6		
📀 Накопление	-1.400	нет	30	S	S	6		
📀 Успокоение	-1.200	нет	5			6		
 Добавить Удалить 								
				Ок		От	мена	

Рисунок 24 Окно методики эксперимента, закладка Подготовительные стадии

Каждая подготовительная стадия характеризуется следующими параметрами:

Режим выполнения (первый столбец) — определяет, в каком из трех возможных режимов определена стадия в методике. Признак режима выполнения для каждой стадии находится в крайней левой

al	
0	Не выполнять
\sim	Выполнять всегда
\odot	Выполнить перед серией
_	

Рисунок 25 Режимы выполнения

колонке таблицы. Если стадия **не выполняется**, то признак имеет вид, *ecлu* стадия **выполняется всегда**, то *(зеленый)*, если стадия должна **выполняться перед серией**, то есть один раз перед первым измерением в серии, то признак имеет вид *(солубой)*. Выбор режима (выполнять / не выполнять) осуществляется щелчком левой кнопки мыши по признаку соответствующей стадии. Если щелкнуть по признаку правой кнопкой, то из раскрывшегося меню можно выбрать требуемый режим выполнения (Рисунок 35).

Название — имя стадии отражает физический смысл подготовительной стадии.

E1[B] и **E2[B]** — потенциалы, поочередно подаваемые на рабочий электрод с частотой 1 Гц. Если для определенной стадии требуется только один потенциал, то следует соответствующую ячейку в колонке **E2[B]** оставить пустой, программа автоматически поставит комментарий **нет**. Возможный диапазон потенциалов составляет от минус 3.0 до 3.0 Вольт, это определяется техническими возможностями анализатора.

Т[с] — длительность выполнения стадии. Для каждой стадии может быть задана в диапазоне от 1 до 999 секунд, это определяется техническими возможностями анализатора. Если задать длительность равной нулю, то стадия выполняться не будет.

УФ. Вибрация. Газ — определяет вкл/выкл. УФ лампы, электродного вибратора и клапана подачи газа соответственно с помощью наличия или отсутствия маркера ✓ в соответствующей колонке таблицы.

Кнопки **Добавить** и **Удалить** снизу таблицы, предназначены для добавления новой стадии в список, либо для удаления стадии на которой находится курсор.

Закладка Развертка



Эта группа параметров служит для задания характеристик развертки поляризующего напряжения (Рисунок 26).

Развертка потенциала поляризующего напряжения может иметь до четырёх отдельных участков, выполняемых последовательно (составная развёртка). Количество участков определяется состоянием кнопок переключения отрезков развертки. Если кнопка находится в нажатом состоянии, то в диалоговом окне будут отображаться параметры развертки выбранного участка, которые можно редактировать (область **Форма и параметры развёртки**).

Для вкл/выкл. выполнения части составной развертки нужно вначале нажать на кнопку, определяющую нужный участок развертки, а затем, следующими нажатиями мыши, изменять её признак вы-

полнения (вкл. — 🥥 либо выкл. — 🚿).

Использование составной развертки при определении нескольких элементов одновременно позволяет проводить анализ каждого отдельного элемента в оптимальных условиях измерения.

Каждый отрезок характеризуется формой развертки поляризующего напряжения с соответствующим набором параметров и паузой после развертки.

Форма и параметры развертки — фиксированный список возможных форм разверток потенциала поляризующего напряжения. Программа реализует пять форм развертки: постояннотоковую, ступенчатую, дифференциально-импульсную, квадратноволновую и хроноамперометрию. Каждая форма характеризуется набором индивидуальных параметров, которые могут меняться в определенных диапазонах.

Описание различных форм разверток поляризующего напряжения и ограничения, накладываемые на значения параметров, приведены в руководстве по эксплуатации анализатора. При задании недопустимых значений параметров программа выдаст соответствующее сообщение.



Рисунок 26 Окно методики эксперимента, закладка Развёртка

Пауза после развертки [C] — позволяет задерживать потенциал конца развертки на заданное время и снять зависимость сигнала от времени, а не от потенциала.

Обратный ход — включает/выключает режим, при котором снимаются циклические вольтамперограммы, причем при обратном ходе будет выполняться такая же составная развертка, только отрезки будут следовать в обратном порядке. **Вибрация** — включает/выключает режим вибрации рабочего электрода на стадии развёртки.

4.3. Электроды

Этот раздел меню предназначен для подготовки электродов к электрохимическому анализу

••• Отмывка ячеек Ctrl+W — производится отмывка всех ячеек с целью уменьшения влияния возможных загрязнений стаканчика и электродов на результат анализа. Отмывка ячеек начинается сразу после команды отмывки (Рисунок 27).

Отмывка ячеек	
Потенциал, В -0.050 Время, сек	Прошло времени 0:0:16
120 🏒 Вибрация	
6 🌠	🖉 Закрыть

Рисунок 27 Окно отмывки ячеек анализатора

Потенциал который подаётся на электроды задаётся в методике эксперимента (Вкладка **Общие**, пункт **Потенциал отмывки**).

В окне **Отмывка** ячеек можно задать время отмывки и уровень вибрации, при котором будет происходить отмывка.

Отменить отмывку и закрыть окно можно кнопкой **Закрыть** либо клавишей **Esc**.

Подготовка электрода [F5] — производит процедуру нанесения пленки ртути или золота на рабочий электрод в режиме заданного тока. При выборе этой команды открывается диалоговое окно для выбора параметров нанесения пленки ртути (Рисунок 28). Для установки параметров подготовки необходимо выбрать канал, в котором будет происходить накопление, задать величину тока и продолжительность процесса, а также указать, нужно или нет включать перемешивание при накоплении. Для включения перемешивания нужно поставить галочку в пункте **Вибрация**. Значения указанных параметров нужно устанавливать согласно нормативному документу, по которому выполняется анализ.



Рисунок 28 Окно подготовки рабочего электрода

Для начала процедуры необходимо установить ячейку с раствором в выбранный канал и нажать кнопку **Начать подготовку**. Информация о течении процесса будет выводиться на табло информации. По окончании процедуры нужно нажать кнопку **Прервать подготовку**.

4.4. Регистрация

Раздел, включающий пункты регистрации вольтамперограмм по заложенной методике:

- **Фон** Ctrl+1 регистрирует фоновую кривую.
- Проба <u>Ctrl+2</u> регистрирует кривую пробы с предварительным заполнением параметров (см. ниже).
- Добавка <u>Ctrl+3</u> регистрирует кривую пробы с добавкой, с предварительным заполнением параметров (см. ниже).
- **Стандарт Ctrl+4** регистрирует кривую стандарта с предварительным заполнением параметров (см. ниже).

Параметры пробы						
мг/л Размерность для расчета концентраций						
	Канал А	Канал В	Канал С			
V аликвоты (мл)	1	1	1			
V минерализата (мл)	1	1	1			
Объём пробы (мл)	1	1	1			
Ок Отмена Всё как у канала А						

Рисунок 39 Окно Параметры пробы

Параметры регистрации — содержит команды, связанные с установками параметров пробы, добавки и стандарта.

- Параметры пробы открывает диалоговое окно (Рисунок), в котором устанавливаются:
 - Размерность для расчета концентраций. Этот параметр выбирается, исходя из характера анализируемой пробы (вода, твердые продукты и так далее);
 - Кнопка Всё как для канала А позволяет скопировать в каналы В и С параметры, установленные для канала А. в

дополнительном меню кнопки есть возможность скопировать во все каналы из каналов **В** и **С**

- Кнопка К Начать регистрацию запускает измерение пробы
- о Кнопки [↓] [♠] позволяют открывать и закрывать крышку.
- Параметры добавки открывает диалоговое окно (Рисунок 29), в котором устанавливаются объем и концентрация добавки для каждого определяемого элемента и каждого канала.

Параметры	добавки				-		×
	Кана	ал А	Кана	ал В	Кан	ал С	Крышка
	V [мл]	С [мг/л]	V [мл]	С [мг/л]	V [мл]	С [мг/л]	
Zn	0.02	1	0.02	1	0.02	1	
Cd	0.02	1	0.02	1	0.02	1	
РЬ	0.02	1	0.02	1	0.02	1	Оптимум
Cu	0.02	1	0.02	1	0.02	1	
📀 Ок	0	тмена	🤹 а у всё ка	ак у канала	a A ▼		Начать регистрацию

Рисунок 29 Окно Параметры Добавки

При нажатии на кнопку **Оптимум** программа рекомендует параметры добавок, исходя из значений высот пиков пробы и времени накопления определяемого элемента.

Параметры стандарта — открывает диалоговое окно (Рисунок 30), в котором устанавливаются параметры используемого стандарта.

Параметры стандарта			1	×
	Канал А	Канал В	Канал С	Крышка
V стандарта (мл)	0.02	0.02	0.02	
Нд С[мг/л]-	1	1	1	
📀 Ок 🥥 Отмен	a 🥵 a	всё как у к	анала А 🛛 🔻	Начать регистрацию

Рисунок 30 Окно Параметры Стандарта

4.5. Вид

Включение выключение кривой остаточного тока F6, режима смещения кривых в сериях по оси тока F7, режима отображения панели результатов F8. Для всех каналов.

4.6. Обработка

Пункт меню позволяющий работать с зарегистрированными кривыми

Подразделы **ФФон**, **Проба**, **Добавка** и **Стандарт**, раздела **Обработка** имеют следующие пункты:

- Исходные в каналах отобразятся исходные кривые соответствующей серии;
- **Средняя** усредняет серию кривых, либо показывает серию исходных кривых;
- о **Скрыть** скрывает среднюю кривую либо серию кривых.

Также меню позволяет работать с группами кривых;

 Мягкая линия остаточного тока — изменяет режим аппроксимации кривой остаточного тока (линейная либо «сплайн») для всех каналов;

- Исключение автоматическое исключение с последующим усреднением и разметкой;
- Удалить данные измерения Ctrl+Q очищает каналы от зарегистрированных кривых;
- ◆ Копирование маркеров <u>Ctrl+A</u> копирует разметку пиков из канала A, в каналы B, C;
- Фон как проба F12 выставляет потенциал маркера пика фоновой кривой такой же, как у кривой пробы;
- Сформировать файл данных формирует и выкладывает в папку с архивом текстовые файлы с цифровой записью кривых;
- Копировать в буфер копирует в буфер обмена вольтамперограммы в цифровом виде;

4.7. Результаты

Этот раздел меню определяет набор действий над зарегистрированными и размеченными вольтамперограммами. Он состоит из следующих пунктов:

2 Расчёт концентрации F9 — открывает окно для расчета концентраций определяемых элементов по результатам проведенных измерений (Рисунок 31). Результаты расчётов отображаются в таблице.

 стан доба 	по / дарту вке		Рачёт по высоте пика площади под	П. Кривой 🔽	араметры расчёта] Учет фона] Расчет по ''средним	Параметры С Пробы Маравки
)бъект а	нализа	Вода М	YK 4.1.1504-03	1		• 🖔 Стандарта
(онце	нтраци Кана	и опре эл А	е деляемых Канал В	элементов Канал С	в мг/кг Предел повторяемости, мг/кг	Результат
Zn	0.01	.95	0.0256	0.0324	0.0081	0.029±0.0073
Cd	0.03	53	0.0438	0.0411	Нет	0.04
Pb	0.03	33	0.0379	0.0364	0.01	0.036±0.0089
Cu	0.05	41	0.0361	0.075	Нет	0.054±0.011
Протоко	ол Копи	() провать	() Печать			

Рисунок 31 Калькулятор концентраций

Если активен пункт **Расчёт по высоте пика**, расчеты выполняются исходя из измеренной высоты пиков. При активном пункте **Расчёт по площади под кривой** расчёт производится исходя из площади измеренных пиков.

В случае, если измерения проводились и по методу добавок, и по методу стандарта, предоставляется возможность посмотреть концентрации определяемых элементов, измеренные по методу сравнения со стандартным образцом, или по методу добавки (активен пункт Подставлять данные стандарта либо Подставлять данные добавки). Расчеты будут выполнены с учетом фона, если включен пункт **Учет фона**.

При помощи кнопок в области **Параметры** можно вызвать окна параметров, при которых были сняты кривые.

Цвет и шрифт определяют участие данного значения в формировании среднего значения концентраций и отклонений. Изменить состояние этого признака можно щелчком левой кнопкой мыши по ячейке, в которой он расположен. Таким образом, можно исключить «выпавшие» значения.

В ниспадающем списке **Объект анализа** можно выбрать нормативный документ, согласно которому проводился анализ. Программа автоматически исключит значение концентрации, не удов-

летворяющее условию повторяемости, рассчитает предел повторяемости и погрешность анализа.

В случаях, когда концентрации элемента выходят за границы диапазона, или разброс между результатами (показатель повторяемости) выше указанных в нормативном документе, программа выдает предупреждение.

Протокол F10 — команда формирует протокол анализа.



Рисунок 32 Диалоговое окно Вывод на печать

🗇 Копировать

Печать — команда производит печать результатов измерения и анализа (Рисунок 43). Выбираете масштаб 1/3, 1/4, 1/9 страницы, выбираете каналы, которые хотите напечатать. Кнопка Печать запускает процесс печати с текущими настройками.

Кнопка **Настройка** открывает стандартное окно OC Windows настройки параметров печати, где можно выбрать принтер из списка подключенных к ПК и установить его параметры в соответствии с требованием к печати.

4.8. Архив

Пункты раздела главного меню **Архив** предназначен для сохранения полученных результатов анализа и просмотра сохраненных результатов анализа.

Раздел состоит из следующих пунктов:

Открыть <u>Ctrl +O</u> — загружает имеющийся архив результатов измерения. Результат хранится в файле с расширением .dat. Команда запускает стандартный диалог открытия файлов OC Windows, в котором нужно указать местонахождение архивного файла. По умолчанию, при первом запуске, программа предлагает выбрать архивные файлы из папки **Архив**. При последующих открытиях автоматически выбирается последний указанный путь.

После загрузки с архивными данными можно работать точно так же, как и с измеренными. Текущая методика, параметры серий, маркеры каналов и т.д. будут замещены архивными данными. Название архивного файла будет выведено в заголовок программы.

Сохранить <u>Ctrl + S</u> — сохраняет текущий результат измерения. Команда запускает стандартный диалог сохранения файлов OC Windows, в котором нужно указать расположение архивного файла и его имя. По умолчанию, при первом запуске, новый архивный файл сохранится в папку **Архив**. При последующих сохранениях автоматически выбирается последний указанный путь.

Если в текущем результате измерения отсутствуют комментарии (см. подраздел 3.1. «Главное окно»), то вначале программа выдаст предупреждение об их отсутствии.

Вернуть Ctrl + R — возвращает измерения и открывает окно программы, предшествующее открытию архива. Команда не активна, если не загружен архив.

Открыть поверку — Отрывает архив поверки

4.9. Каналы

Этот раздел меню предназначен для манипуляции каналами отображения. С помощью его команд можно спрятать любой из каналов, а также выровнять ширину каналов по размерам экрана.

4.10.Помощь

О программе — Пункт меню, содержащий в себе информацию о программе: версии, дате выпуска, разработчике и способах связи с разработчиками.

О приборе — Выдаёт информацию о подключённом приборе, номер, дату выпуска, техническую информацию, срок действия лицензии.

Раздел 5. Порядок работы

5.1. Подготовка к анализу

Процедура подготовки к анализу включает в себя настройку программы и подготовку прибора и электродов.

Описания подготовки к анализу для определения концентраций конкретных элементов в конкретных объектах приведены в прописях методик КХА.

5.1.1. Настройка программы

После включения анализатора и запуска программы (см. Раздел 2. «Установка и настройка программы») необходимо убедиться, что верно установлен тип прибора и программа нашла прибор.

Далее, с помощью команды Методика → Загрузить методику F2 загрузить нужную методику, например «Тяжелые металлы в воде». Если необходимая методика отсутствует в прилагаемом с программой комплекте, её необходимо создать. Для этого нужно вызвать с помощью команды Методика → Текущая методика F2 окно с параметрами текущего метода и отредактировать их в соответствии с прописью методики КХА. Для использования в последующем вновь созданного метода его нужно сохранить с помощью команды Методика → Сохранить методику F3

Теперь программа готова к выполнению измерения.

5.1.2. Подготовка прибора и электродов

Перед началом работы необходимо убедиться, что подключение прибора к компьютеру выполнено в соответствии с требованиями «Руководства по эксплуатации» Электроды нужно обработать в соответствии с прописью методики КХА.

Если требуется нанести рабочее вещество (Hg или Au) на рабочий электрод в режиме заданного тока, нужно установить в ячейку с раствором, из которого будет осуществляться электролиз, в канал A анализатора и выполнить команду главного меню **Подготовка** электрода (см. подраздел 4.3).

В появившемся окне установить канал, в котором будет проводиться электролиз, величину тока и продолжительность процесса согласно прописи методики КХА. Запустить процесс электролиза, нажав кнопку **Начать подготовку**. Информация о течении процесса будет выводиться на табло информации. По окончании нажать кнопку **Закрыть**. Рабочий электрод сполоснуть бидистиллированной водой.

5.2. Проведение измерения

Процедура выполнения измерений состоит из последовательности операций, в результате выполнения которых определяются концентрации примесей в пробе.

5.2.1. Отмывка ячеек

Перед каждым новым измерением (с уже подготовленными электродами) рекомендуется проводить отмывку ячеек (см. подраздел 4.3.).

Рекомендуемые параметры отмывки: время отмывки — 120 с, уровень вибрации — 6.

5.2.2. Регистрация серии вольтамперограмм

Программа позволяет проводить съемку до 9-ти вольтамперограмм в любой из 4-х серий: фон, проба, проба с добавкой или стандарт. Количество кривых в сериях задается в текущей методике.

Для регистрации серии вольтамперограмм нужно выбрать команду меню **Регистрация** → **Фон** (**Проба**, **Проба** с добавкой или **Стандарт**), либо воспользоваться кнопками инструментальной панели, либо горячими клавишами (см. подраздел 4.4. **Регистрация**).

Каждой серии, за исключением фона, соответствует группа специфических параметров, которые следует ввести в появившееся окно. После ввода параметров нужно нажать кнопку **Ок** и анализатор начнет измерение в соответствии с текущим методом (см. подраздел «Регистрация», пункт **Параметры**).

С началом измерения, в правом верхнем углу экрана появится индикатор выполнения измерения (Рисунок 33)



Рисунок 33 Индикатор выполнения измерения

В нём отображается название серии, текущая позиция этапа методики и прогресс выполнения текущего этапа методики.

Параллельно ходу регистрации можно изменять уровень вибрации при помощи стрелочек в области ввода **Уровень вибрации**.

Кнопка **Пропустить** позволяет завершить выполнение текущей стадии раньше времени и перейти к следующей, а кнопка **Остано-вить** прекращает измерение. Прервать съемку можно также нажатием клавиши **Esc**.

После проведения всех подготовительных стадий, определенных в текущем методе, анализатор выполнит развертку. В процессе её выполнения в окна каналов выводятся вольтамперограммы.

Процесс регистрации повторяется столько раз, сколько задано в параметре **Повторов в серии** текущего метода, с той лишь разницей, что в первый раз выполняются все стадии, отмеченные признаками **Выполнять всегда** и **Выполнить перед серией**, а при последующих измерениях — только стадии с признаком **Выполнять всегда** (см. 4.2).

После выполнения заданного количества циклов измерений индикатор (Рисунок 33) отключится.

5.2.3. Просмотр вольтамперограмм

Для более удобного визуального контроля можно перемещать вольтамперограммы в окне отображения. Для этого нужно переместить указатель мыши в область окна отображения вольтамперограмм и, удерживая нажатой правую кнопку, передвигать курсор мыши вверх или вниз. Кривые вместе с осью тока будут перемещаться синхронно с курсором. Также, перемещение вольтамперограмм можно осуществлять с помощью вращения колесика мыши.

В случае необходимости более детального контроля отдельного участка вольтамперограмм, можно его увеличить. Для этого нужно поместить курсор мыши в точку, которая будет левым верхним углом увеличенной области и, нажав и удерживая левую кнопку мыши, перемещать указатель в правый нижний угол предполагаемой вырезки. Прямоугольная рамка, образованная перемещением курсора обозначает выбранную область увеличения. После отпускания кнопки в окне будет представлен увеличенный участок графика. Вернуть первоначальный вид графика можно, выделив подобным образом любую область окна отображения, только передвигая указатель мыши влево-вверх.

Если после регистрации в окне отображения вольтамперограммы не видны и не удается переместить их в область с помощью мыши, то найти кривые поможет команда **Авто**, которая находится в раскрывающемся списке, при нажатии кнопки 1:10 на инструментальной панели каждого канала отображения.

5.2.4. Разметка вольтамперограмм

Аналитическими сигналами в инверсионной вольтамперометрии являются пики, которые расположены на фоне остаточного тока. Потенциал максимума пика определяет природу вещества, а значения высоты и площади пика прямо пропорциональны его концентрации. Следовательно, для определения концентрации элемента, необходимо измерить высоту или площадь пика определяемого элемента.



Рисунок 34 Вольтамперограмма Zn, Cd, Pb, Cu

Высота пика в методе ИВ измеряется от линии остаточного тока до максимального значения тока пика. Например, высота пика кадмия I_{Cd} (Рисунок 34). Следовательно, для измерения высоты пика необ-ходимо провести линию остаточного тока под пиком.

Вследствие того, что разметка линии остаточного тока процесс, который на данном этапе развития техники невозможно формализовать, за оператором остаётся право принятия решения о правильности линии остаточного тока.

В программе, линия остаточного тока проводится между точками, которые обозначают границы пика. Процедура разметки вольтамперограммы сводится к выбору границ пиков определяемых компонентов, при этом автоматически проводится линия остаточного тока через выбранные точки, определяются потенциалы максимумов пиков и измеряется их высота и площадь. Выбор этих точек важен, поскольку он определяет правильность проведения линии остаточного тока и, следовательно, измерения высоты пика. Правильное определение границ пика связано с измерением высоты пика (Рисунок 35). На рисунке (а) остаточный ток под пиками пики Zn и Cu размечен правильно, (б) — неправильно.





б) правильная линия остаточного тока

Рисунок 35 Влияние определения границ пика на форму остаточного тока

Маркер состоит из заголовка — название элемента из двух стрелок, при помощи, которых можно изменять ширину маркера и таким образом устанавливать границы пиков. Ширина маркера называется *зоной пика*. Например, для Zn → .

Чтобы изменить ширину маркера, нужно переместить с помощью мыши любую из стрелок маркера в горизонтальном направлении. При этом перемещаемая стрелка будет выделена цветом и вертикальной линией к оси потенциалов. С помощью этой линии удобно контролировать границы пиков на вольтамперограммах. Местоположение маркера определяется потенциалом пика определяемого элемента. При смещении потенциала пика от заданного необходимо корректировать положение маркера. Для этого нужно установить курсор мыши на название маркера и перетащить его в горизонтальном направлении в положение, соответствующее потенциалу пика. Зона между стрелками маркера является зоной поиска пика. Добавление или удаление маркеров из верхней части окон отображения вольтамперограмм происходит автоматически при изменении таблицы определяемых элементов текущего метода измерения.

С учетом разнообразия форм вольтамперограмм в программе предусмотрены режимы автоматической и принудительной разметки.

Автоматическая разметка

При включенном режиме автоматической разметки границ пиков, программа автоматически расставит границы пиков, руководствуясь формой пиков.





Рисунок 36 Выбор зоны поиска для определения границ пика.

При обнаружении пика программа помечает его вершину точкой (цвет точки, устанавливается в окне **Цвета кривых**). Границы пика также отображаются точками, цвета кривой остаточного тока.

Критерием правильности выбора границ пиков, в данном виде разметки, является тот факт, что при дальнейшем расширении зоны поиска, границы пиков на кривых не изменяются. Поэтому важно устанавливать максимально возможную зону поиска. Обратите внимание (Рисунок 36), что на рисунке (б), зона поиска существенно шире, чем найденные автоматически, границы пиков.

Важно: зона поиска, определяемая шириной маркера, не должна захватывать вершины любых соседних пиков.

Принудительная разметка

Принудительная разметка жёстко задаёт границы пиков вольтамперограммы (Рисунок 37). Границами пиков являются точки пересечения границ маркеров и вольтамперограммы. Такой режим может оказаться эффективным, если сигнал маленький, или пик имеет невыраженную форму, например для пиков Hg и As.



Рисунок 37 Принудительная разметка пика

В режиме принудительной разметки, для каждой кривой и для каждого пика, границы можно выставлять индивидуально.

Для включения режима принудительной разметки для требуемой кривой нужно щёлкнуть либо по этой кривой, либо по вкладке с её названием (фон, проба, добавка либо стандарт) под графиком канала (см. подраздел 3.4 «Каналы отображения»). При этом контур графика окрасится в серый цвет, а все остальные графики станут полупрозрачными.

В режиме принудительной разметки, перемещение границ маркеров перемещает границы пиков выделенной кривой, но не оказывают влияния на другие кривые с включенным остаточным током. Для выхода из режима выделения следует еще раз щелкнуть по этой же кривой, либо по серой вкладке снизу графика, либо нажать кнопку **Обычный режим** на инструментальной панели канала.

Правила разметки вольтамперограмм:

- Разметка вольтамперограммы происходит автоматически, сразу после окончания процедуры её регистрации;
- Разметка средней кривой происходит автоматически после вывода её в канал отображения;

- Изменение границ маркеров приводит к изменению разметки вольтамперограмм, у которых показана линия остаточного тока. Как показывать / скрывать линию остаточного тока, указано в подразделе «Обработка»;
- Результаты измерения высот пиков заносятся в соответствующие строки панели результатов канала отображения;
- Программа автоматическая рассчитывает и проводит линию остаточного тока между пиков элементов. Однако оператор имеет возможность выбора одного из двух вариантов проведения линии остаточного тока: линейная либо «мягкая» (см. подраздел 3.4 «Каналы отображения»);

Раздел 6. Обработка вольтамперограмм

6.1. Обработка серии вольтамперограмм

После проведения регистрации необходимого количества вольтамперограмм в серии, следует исключить из рассмотрения неудовлетворительные кривые. Это необходимо сделать, если при регистрации вольтамперограмм не применялся режим автоматического исключения, либо существует необходимость скорректировать результат автоматического исключения.

Чаще всего это можно сделать по внешнему виду кривых, например, из-за значительного наклона линии остаточного тока, не характерной формы пиков и т.д. Иногда, например, при малых сигналах в одиночных пиках, удобнее пользоваться панелью результатов и принимать решение, основываясь на численных значениях высот пиков элементов.

Для исключения вольтамперограммы из дальнейшей обработки следует щелкнуть по ней правой кнопкой мыши. Кроме того, этого же результата можно добиться, щелкнув правой кнопкой мыши по соответствующей строке в панели результатов. При исключении кривая меняет свой цвет, а соответствующая ей строка изменяет свой вид (Рисунок). Вернуть кривой исходный вид можно повторным щелчком правой кнопки по ней или строке в панели результатов.

В панели результатов выводятся высоты пиков только для серии, которая была снята последней (фон, проба и т.д.). Чтобы переключить панель на работу с другой серией, следует щелкнуть левой кнопкой мыши по заголовку панели и из появившегося меню выбрать требуемую серию.



Рисунок 49 Исключение в серии вольтамперограмм

6.2. Процедура анализа

Последовательность операций при проведении анализа зависит от способа определения концентраций по методу сравнения со стандартным образцом или по методу стандартной добавки

Определение концентраций элементов в пробе методом сравнения со стандартным образцом применяется при анализе серии однотипных объектов. Этот метод не столь точен, как метод стандартной добавки, но требует меньших затрат времени и реактивов. Определение концентраций элементов в пробе методом стандартной добавки — наиболее точный, но трудоемкий метод.

Возможен следующий вариант анализа: определение концентраций по стандарту, а в случае превышения ПДК, в эту же пробу ввести стандартную добавку и пересчитать по добавке.

Прописи методик КХА содержат подробное описание процедуры проведения анализа.

Вне зависимости от выбранного варианта, первым этапом анализа должна быть процедура определения чистоты ячеек.

6.3. Определение концентраций по методу стандарта

Если определение концентраций элементов в пробе будет проводиться по стандарту, то нужно приготовить стандартную смесь с концентрациями элементов, близкими к типичным для данного объекта анализа. Установив в анализатор ячейки с этой смесью, провести регистрацию серии **Стандарт**, как описано выше. В форме **Параметры стандарта** нужно указать объем стандарта и концентрации элементов в стандартной смеси для каждого канала.

Затем, установив в анализатор ячейки с анализируемой пробой, нужно провести регистрацию серии **Проба**. В окне **Параметры пробы** надо указать действительные значения объемов аликвоты, минерализата и массы навесок для каждого канала.

6.4. Определение концентрации по методу добавки

Если определение концентрации элементов в пробе будет проводиться по добавке, после съемки вольтамперограмм пробы нажать кнопку **Проба с добавкой** на инструментально панели. В форме **Параметры добавки** появится таблица с рекомендуемыми в предыдущем измерении добавками аттестованных смесей (объем и концентрация раствора). Чтобы получить рекомендуемые добавки для текущей измеренной пробы, необходимо нажать кнопку **Оптимум**. Необходимо внести добавку с такими параметрами в ячейки с пробами и нажать кнопку **ОК**. Если требуется ввести добавки с другими параметрами, нужно ввести исправления в таблицу. После введения добавок в соответствии с занесенными в таблицу, необходимо провести регистрацию и обработку серии **Проба с добавкой**.

6.5. Расчет концентраций

Расчет концентрации определяемых элементов в пробе можно провести двумя способами: сформировать отчет о проведенном измерении и воспользоваться калькулятором концентраций.

Для вызова калькулятора концентраций следует воспользоваться командой **ГРасчёт концентрации** (см. пункт **Отчёты** того же подраздела).

Результаты вычисления концентраций выводятся в виде таблицы, в которой представлены концентрации определяемых элементов в пробе для всех каналов, средние значения и значения норматива контроля повторяемости, *r*. Если значения концентрации элемента в каком-либо канале выпадает (существенно больше, или меньше чем в остальных) можно исключать его из участия в расчетах щелчком правой кнопки мыши по ячейке, в которой он расположен. Нулевые значения концентраций автоматически исключаются из рассмотрения, вне зависимости от состояния признака.

В верхней части калькулятора расположены органы управления вычислением (Рисунок 31), при помощи которых можно провести расчет концентраций, как по высотам, так и по площадям пиков, как по сериям, так и по «средним» кривым. Если были проведены измерения и стандарта и добавки, то можно провести расчеты как по методу сравнения со стандартным образцом, так и по методу стандартной добавки.

Расчеты будут выполнены с учетом фона, если включен пункт Учет фона. Если включен пункт Расчет по «средним», расчеты концентраций выполняются исходя из полученных средних вольтамперограмм. Если пункт Расчет по «средним» не активен, то расчеты будут выполнены исходя из зарегистрированных исходных вольтамперограмм.

Для проведения оперативного контроля повторяемости результатов параллельных определений при анализе одной пробы следует выбрать соответствующий объект анализа и нормативный документ из одноименного раскрывающегося меню. Программа автоматически выбирает оптимальную пару результатов, рассчитывает значение норматива контроля повторяемости *r*, абсолютную погрешность (Рисунок 38).

	Канал А	Канал В	<u>Канал С</u>	Предел повторяемости, мг/кг	Результат
Zn	0.0215	0.018	0.0208	0.0055	0.02±0.0049

Рисунок 38 Контроль повторяемости определения Zn

Если найденные концентрации элемента не входят в диапазон определяемых концентраций (меньше минимальной, либо больше максимальной), то программа выдает об этом предупреждение, а значения параметра оперативного контроля повторяемости и абсолютной погрешности не рассчитываются (Рисунок 39)

🙀 Расчет концентрации элементов в пробе									
Расчёт по стандарту Э добавке Объект анализа Вода п		Рачёт по высоте пика площади под кривой итьевая МУК 4.1.1512-03		Параметры расчёта Учет фона Расчет по "средним"		•	Параметры Спробы Добавки Стандарта		
Концентрации определяемых элементов в мг/кг									
	Кана	л А	Канал В	Канал (C 1	Предел ювторяемости, мг/кг		Результат	
Hg	0.07	71	0.128	0.115		Нет	0.11	4	
[] Проток	ол Копи	ровать	(Д) Печать						
👃 Выход за пределы диапазона измерения для данного элемента 🖉 Закрыть									

Рисунок 39 Выход за пределы диапазона измерений

Если расхождения между параллельными определениями превышают допустимое *r*, то программа выдает сообщение о том, что не выполняется условие повторяемости, результат рассчитывается по медиане, значение параметра оперативного контроля также не рассчитывается.

Результаты измерений можно распечатать, перенести в другое приложение (например, MS Word, Excel), либо сохранить в отдельном файле текстового формата. Для этого в нижней части калькулятора имеется три кнопки. Кнопка бормирует протокол анализа. Кнопка копирует результаты в буфер обмена, для их дальнейшей вставки в другое приложение (например, MS Word, Excel). Кнопка выводит на печать результаты расчета.

6.6. Архив результатов

Результаты измерений могут быть сохранены на диске компьютера в виде файла (командой главного меню **Архив** → **Сохранить**) с расширением .dat. В общем случае все файлы архива помещаются в папку **Архивы**. Подробней смотри подраздел 4.8 «Архив»

Раздел 7.Защита данных и программного обеспечения от несанкционированного изменения и удаления.

7.1. Защита от непреднамеренного удаления и изменения данных и параметров измерений

Программой предусмотрена защита от непреднамеренного удаления вольтамперограмм.

В случае попытки переснять вольтамперограмму, программа потребует от оператора подтверждения необходимости перезаписи вольтамперограммы (Рисунок 40).



Рисунок 40 Предупреждение о перезаписи вольтамперограмм

В программе также предусмотрена защита потери данных в случаях внезапной остановки прибора или отказа программного обеспечения, например в результате отключения электропитания. В процессе измерения в файл temp.dat находящийся в папке archive, записываются последние измерения. В случае сбоя, последние измерения можно восстановить с помощью команды Архив — Открыть, загрузив файл temp.dat из папки Archive.

Если в процессе измерения оператор изменял параметры методики, то при завершении работы программа задаёт вопрос о том необходимо ли сохранить внесённые изменения.



Рисунок 41 Предупреждение об изменении параметров методики

При нажатии на кнопку «Да» программа предложит сохранить методику под новым именем, в случае если оператор оставляет прежнее имя, то программа дополнительно задаёт вопрос о том, что нужно ли вносить изменения в существующую методику



Рисунок 42 Предупреждение об изменении существующей методики

7.2. Защита от несанкционированного изменения метрологически значимой части программы

При удалении метрологически значимой части ПО программа при запуске выдаёт сообщение



Рисунок 43 Сообщение об отсутствии метрологически значимого компонента программы.

и дальнейшая работа с программой становится невозможной

В случае несанкционированного изменения метрологической части программа при запуске выдаёт сообщение



Рисунок 44 Сообщение об изменённой метрологически значимой части програм-

мы

И дальнейшая работа с программой становится невозможной.

Раздел 8. Проверка контрольной суммы метрологически значимой части

Проверка контрольной суммы метрологически значимой части ПО **VALab Professional** осуществляется методом расчёта контрольной суммы MD5 файла **ValabMet.dll**, расположенного в папке, в которую было установленного ПО **Valab Pro**.

Для расчёта контрольной суммы файла ValabMet.dll:

- Зайдите на диск с ПО VALab Professional и запустите программу проверки контрольной суммы — MD5_FileChecker.exe
- 2. Нажмите кнопку Обзор для выбора файла проверки:

Search MD5 File Checker	
Введите имя проверяемого файла:	
	O630p
MD5 сумма проверяемого файла:	
	Рассчитать
Введите контрольную MD5 сумму:	
	Проверить
Copyright © 2008, 2009 <u>Mults.SPb.Ru</u> Project Инструкция по использованию программы	Закрыть

Рисунок 45 Окно программы проверки контрольной суммы MD5_FileChecker.exe

3. Выберите файл ValabMet.dll:

Открыть						2 🛛
Папка:	🚞 Realise		*	3 🦻	P .	
Надавние документы Рабочий стол Мои документы	Temp Apxvis Merodikki Manual Valab Pr ValabMet.dli UlabMet.dli UlabMet.dli UlabMet.dli ComPortanini ChartForm.cfg ChartForm_1.cf ChartForm_2.cf	oressional 2010.pdf				
Мой компьютер	Имя файла:	ValabMet.dll			~	Открыть
S Сетевое	Тип файлов:	🗌 Только чтение			*	Отмена

Рисунок 46 Окно выбора файла для проверки контрольной суммы

4. Нажмите кнопку Рассчитать:

Введите имя проверяемого файла:	
D:\Программы\Valab 2\Realise\ValabMet.dll	
	Обзор
MD5 сумма проверяемого файла:	
AB6B46FC04E35C9E9C5DF69F8963D5C2	
Размер файла: 977.0 КБ. Время: 0.001 сек. Средняя скорость: 954.10 МБ/сек.	Рассчитать Д
Введите контрольную MD5 сумму:	
	Проверить
Converight © 2008, 2009 Mults SPh Ru Project	
Инструкция по использованию программы	Закрыть

Рисунок 59 Окно программы проверки контрольной суммы MD5_FileChecker.exe

 Введите MD5 сумму метрологически значимой части ПО VALab Professional в нижнее поле и нажмите кнопку Проверить:

🧙 MD5 File Checker	
Введите имя проверяемого файла:	
D:\Программы\Valab 2\Realise\ValabMet.dll	
	Обзор
MD5 сумма проверяемого файла:	
AB6B46FC04E35C9E9C5DF69F8963D5C2	
Размер файла: 977.0 КБ. Время: 0.001 сек. Средняя скорость: 954.10 МБ/сек.	Рассчитать
Введите контрольную MD5 сумму:	
A26B46FC04E35C9E9C5DF69F8963D5C2	
	Проверить
Copyright © 2008, 2009 <u>Mults.SPb.Ru</u> Project Инструкция по использованию программы	Закрыть

Рисунок 47 Окно программы проверки контрольной суммы MD5_FileChecker.exe

Программа сравнит контрольные суммы и выдаст сообщение об их соответствии или несоответствии.