

**PROGRAM EALab 2.1 DLA WINDOWS
XP, WINDOWS VISTA, WINDOWS 7
oraz WINDOWS 8**

SPIS TREŚCI

1. Program EALab 2.1	4
1. 1. Uwagi wstępne – wybór funkcji	4
1. 2. Uruchomienie sprzętu i programu	5
1. 3. Wyłączenie sprzętu i wyjście z programu	5
1. 4. Podstawowe zasady pracy w systemie EALab 2.1.....	6
2. Funkcje dostępne z okna głównego programu EALab	8
2. 1. FUNKCJA: Aktywuj wszystkie krzywe	8
2. 2. FUNKCJA: Usuń aktywną krzywą.....	8
2. 3. FUNKCJA: Usuń nieaktywne krzywe	8
2. 4. FUNKCJA: Usuń wszystkie krzywe	8
2. 5. FUNKCJA: Tryb myszy: Aktywuj / Powiększ / Kursor / Przeglądaj.....	9
2. 6. FUNKCJA: Kursor włącz/wyłącz.....	11
2. 7. FUNKCJA: Cała krzywa	11
3. Menu główne programu EALab.....	12
3. 1. OPIS FUNKCJI MENU ► Plik.....	12
3. 1. 1. FUNKCJA ► Plik ► Otwórz... ..	12
3. 1. 2. FUNKCJA ► Plik ► Dołącz	14
3. 1. 3. FUNKCJA ► Plik ► Zapisz jako	15
3. 1. 4. FUNKCJA ► Plik ► Czytaj parametry	16
3. 1. 5. FUNKCJA ► Plik ► Zapisz parametry.....	17
3. 1. 6. FUNKCJA ► Plik ► Kopiuj parametry	18
3. 1. 7. FUNKCJA ► Plik ► Koniec	18
3. 2. OPIS FUNKCJI MENU ► Pomiar	20
3. 2. 1. FUNKCJA ► Pomiar ► Start pomiaru	20
3. 2. 2. FUNKCJA ► Pomiar ► Parametry pomiaru - techniki impulsowe	22
3. 2. 3. FUNKCJA ► Pomiar ► Parametry pomiaru – techniki liniowe	35
3. 2. 4. FUNKCJA ► Pomiar ► Akcesoria	37
3. 2. 5. FUNKCJA ► Pomiar ► Test CGMDE	39
3. 3. OPIS FUNKCJI MENU Interpretacja	42
3. 3. 1. FUNKCJA ► Interpretacja ► Ustawienia.....	42
3. 3. 2. FUNKCJA ► Interpretacja ► Wygładzanie.....	43
3. 3. 3. FUNKCJA ► Interpretacja ► Usuwanie zaburzeń impulsowych	45
3. 3. 4. FUNKCJA ► Interpretacja ► Uśrednianie	45
3. 3. 5. FUNKCJA ► Interpretacja ► Współrzędne względne	46
3. 3. 6. FUNKCJA ► Interpretacja ► Szukanie pików	47
3. 3. 7. FUNKCJA ► Interpretacja ► Zapamiętywanie k. aktywnej jako tła ..	48

3. 3. 8.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Generacja tła	49
3. 3. 9.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Odejmowanie tła od aktywnych	51
3. 3. 10.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Odejmowanie tła od nieaktywnych	51
3. 3. 11.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Przesuwanie	52
3. 3. 12.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Analiza statystyczna piku/fali	52
3. 3. 13.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Zmiana nazwy krzywej	54
3. 3. 14.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Schowek	54
3. 3. 14.	FUNKCJA ► Interpretacja ► Potencjał/czas	54
3. 4.	OPIS FUNKCJI MENU Kalibracja	56
3. 4. 1.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Ustawienia	56
3. 4. 2.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Dane do kalibracji	57
3. 4. 3.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Wynik oznaczenia	62
3. 4. 4.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Granica oznaczalności	64
3. 4. 5.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Nowa kalibracja	64
3. 4. 6.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Czytaj kalibrację	65
3. 4. 7.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Zapisz kalibrację	65
3. 4. 8.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Pokaż kalibrację	66
3. 4. 9.	FUNKCJA ► Kalibracja ► Analiza statystyczna wyników	67
3. 5.	OPIS FUNKCJI MENU ► Raporty	70
3. 5. 1.	FUNKCJA ► Raporty ► Ustawienia	70
3. 5. 2.	FUNKCJA ► Raporty ► Krzywa i parametry pomiaru	74
3. 5. 3.	FUNKCJA ► Raporty ► Raport standardowy	74
3. 5. 4.	FUNKCJA ► Raporty ► Raport pełny	74
3. 6.	OPIS FUNKCJI MENU ► Pomoc	74
3. 6. 1.	FUNKCJA ► Pomoc ► Pomoc	74
3. 6. 2.	FUNKCJA ► Pomoc ► O EALab	75
4.	Pasek narzędzi	76

1. Program EALab 2.1

1. 1. Uwagi wstępne – wybór funkcji

Obsługa programu polega na wyborze funkcji w wyświetlanych oknach, wpisywaniu wartości liczbowych parametrów w polach aktywnych okien oraz naciskaniu przycisków (klawiszy) wirtualnych (tj. przycisków wyświetlanych na ekranie monitora). Obsługa programu, podobnie jak wszelkich aplikacji MS Windows, jest najwygodniejsza przy użyciu myszki. Przyjęto następującą konwencję:

- lewy klawisz myszki powoduje wykonanie operacji wskazywanej przez kursor
- prawy klawisz myszki odwołuje niektóre operacje (np. wyjście z operacji odczytu współrzędnych punktów).

Wiele otwieranych okien zawiera przyciski wirtualne **OK**, **Anuluj**, **Zamknij**, których funkcja jest zawsze identyczna, i tak:

OK - potwierdza wykonanie czynności lub selekcję;

Anuluj - powoduje zaniechanie czynności lub wyjście z okna bez wykonania czynności lub dokonanych zmian;

Zamknij - zamyka okno.

W dalszej części tekstu, dla uzyskania zwięzłości, klawisze te i ich działanie nie będą opisywane.

Otwarcie niektórych okien programowych lub naciśnięcie niektórych klawiszy wirtualnych może być, w pewnych warunkach, blokowane przez program, może się to odbywać przez:

- wyświetlenie okna z odpowiednią informacją, np. próba rozpoczęcia pomiaru bez załączenia zasilania analizatora
- wyszarzenie klawisza wirtualnego, np. w oknie ►**Pomiar** ►**Parametry pomiaru - techniki impulsowe**, naciśnięcie klawisza wirtualnego **CGMDE** będzie niemożliwe jeśli w oknie **Elektroda** wybrano elektrodę **DME** lub **Stała**
- zablokowanie możliwości wpisu, np. w oknie programowym ►**Pomiar** ►**Parametry pomiaru - techniki impulsowe** ►**Przerwy>>**, wpis parametrów przerw będzie niemożliwy, jeśli w oknie parametru **Przerwy** będzie wpisana wartość 0.

W oprogramowaniu przyjęto standardową długość nazw krzywych, wynoszącą 8 znaków.

UWAGA: *Przerwanie pomiaru odbywa się jedynie przez wybranie funkcji ►**Pomiar**►**Stop**. Niedozwolone jest przerwanie pomiaru w trakcie generacji kropli lub pierwszego odmierzenia czasu wyłączenia mieszadła, gdyż spowoduje to zawieszenie programu EALab. Odblokowanie systemu zrealizowane zostanie po ponownym uruchomieniu środowiska Windows.*

1. 2. Uruchomienie sprzętu i programu

Przed rozpoczęciem pracy na stanowisku pomiarowym wyposażonym w Analizator Elektrochemiczny M161 pracującym pod nadzorem programu EALab 2.1 należy wykonać następujące czynności:

- zainstalować kartę sieciową
- połączyć kablem analizator z komputerem
- dokonać konfiguracji połączenia sieciowego
- zainstalować program EALab 2.1.

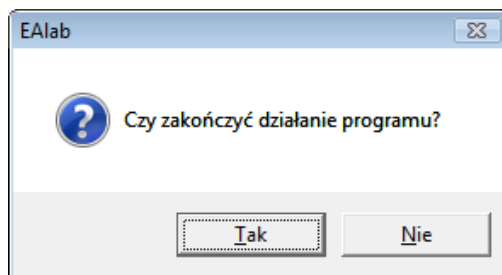
Oprogramowanie **EALab 2.1** jest typową aplikacją pracującą w środowisku WINDOWS. Aby rozpocząć pracę z EALab'em należy:

- włączyć komputer współpracujący z analizatorem włącznikiem sieciowym
- uruchomić analizator, w tym celu, należy wcisnąć włącznik sieciowy; dodatkowo można uruchomić statyw elektrodowy (np. w celu ustawienia parametrów pracy akcesoriów statywu); o załączeniu analizatora i statywu elektrodowego informują lampki kontrolne zasilania umieszczone centralnie na ich panelach przednich.
- uruchomić programu EALab
- po kilkunastu sekundach program automatycznie nawiązuje komunikację z analizatorem i umieszczonym w nim oprogramowaniem pomiarowym, o czym informuje ikona na pasku stanu systemu Windows, sygnalizująca gotowość zestawu do pomiarów.
- w przypadku, gdy wykonywane jest jedynie przetwarzanie sygnału bądź analiza wyników pomiaru analizator może pozostać odłączony od komputera.

1. 3. Wyłączenie sprzętu i wyjście z programu

Programy pracujące w środowisku WINDOWS wymagają zachowania odpowiedniej procedury poprzedzającej wyłączenie zasilania komputera. Aby w sposób prawidłowy zakończyć pracę należy:

- przerwać pracę programu EALab przez wybór funkcji ► **Plik►Koniec**, w oknie dialogowym, pytającym o potwierdzenie decyzji (Rys. 1.1) nacisnąć klawisz wirtualny **TAK**
- wyłączyć komputer zgodnie z procedurą, kierując się wskazówkami systemu
- wyłączyć analizator **M161** włącznikiem sieciowym na panelu frontowym
- wyłączyć statyw elektrodowy jego włącznikiem sieciowym na panelu tylnym.



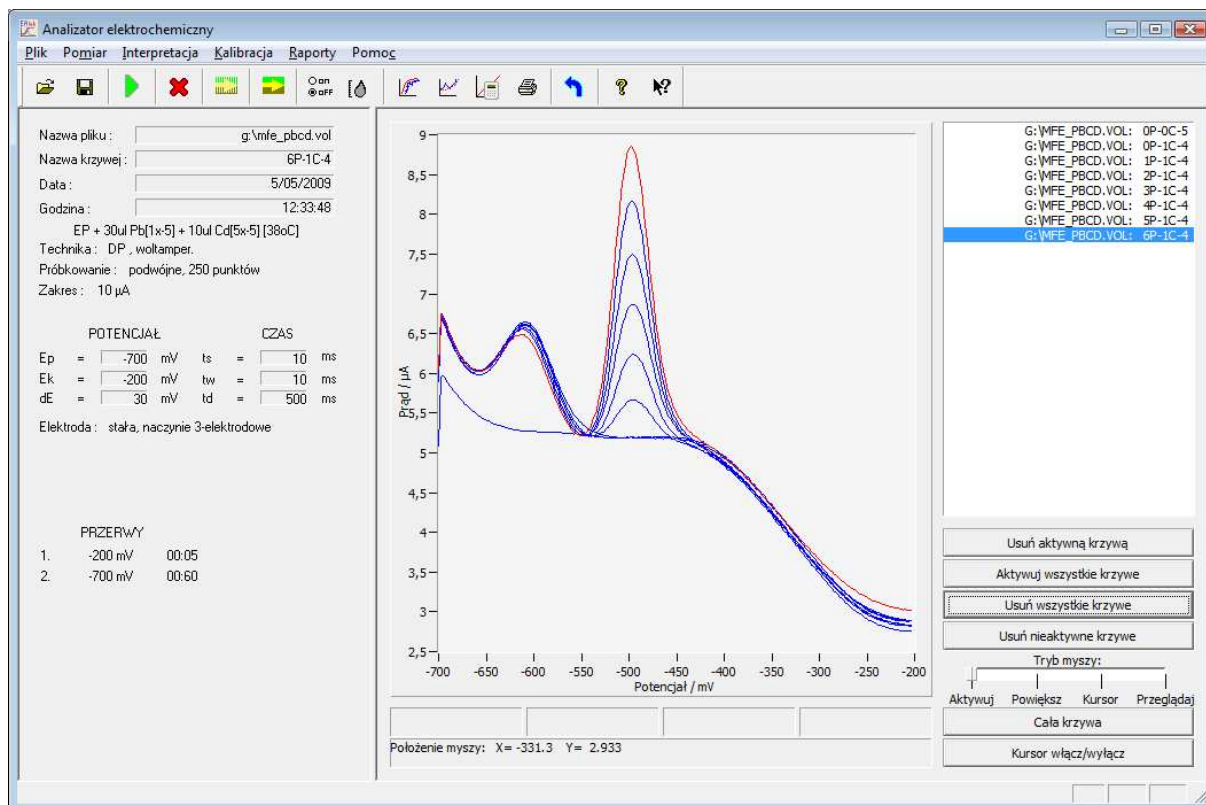
Rys. 1.1. Okno dialogowe wyświetlane podczas zamykania programu.

1. 4. Podstawowe zasady pracy w systemie EALab 2.1

Po uruchomieniu programu wyświetla się jego główne okno (Rys. 1.2). Jest ono podzielone na dwa panele, których szerokość użytkownik może zmieniać i dostosowywać do własnych potrzeb. W lewym panelu wyświetlane są parametry krzywej aktywnej (koncepcja aktywacji krzywych wyjaśniona zostanie dalej). W prawym panelu znajduje się okno umożliwiające wizualizację graficzną krzywych pomiarowych, lista przetwarzanych krzywych i podstawowe przyciski wirtualne umożliwiające sterowanie pomiarem oraz okienka, w których wyświetlane są wyniki interpretacji zarejestrowanych przebiegów.

Oprogramowanie pomiarowe większości przyrządów do analizy elektrochemicznej, w tym aparatu **M161**, pozwala na uzyskiwanie przebiegów cyklicznych i wielocyklicznych. Przebieg cykliczny składa się z dwu przebiegów (od potencjału początkowego do końcowego i powrotnego, od potencjału końcowego do początkowego). Obydwie krzywe będą po zakończeniu pomiaru zapisane w pliku pod jedną nazwą, lecz podczas wyświetlania krzywej będą traktowane oddzielnie i w trakcie ich analizy aktywna musi być właściwa krzywa składowa przebiegu cyklicznego.

Każdy przebieg wielocykliczny w technikach liniowych (LSV) zapisany jest w oddzielnym pliku, w którym program automatycznie nadaje nazwę i kolejne numery kolejnym cyklom pomiarowym. Przebieg każdego pełnego cyklu składa się z dwu krzywych, które zostaną zapisane, podobnie jak w przebiegu cyklicznym, pod wspólnym numerem. Każda krzywa składowa przebiegu wielocyklicznego będzie podczas wizualizacji traktowana oddzielnie.



Rys. 1.2. Główne okno programu EALab 2.1.

Wszystkie efekty transformacji krzywych wyświetlonych na ekranie nie zmieniają zawartości pliku (plików) źródłowego. Efekty transformacji będą bezpowrotnie stracone, jeśli nie zostanie utworzony nowy plik, zawierający przetworzone krzywe. Aby utworzyć nowy plik, zawierający wszystkie przetworzone krzywe przedstawione na ekranie, należy skorzystać z funkcji **Aktywuj wszystkie krzywe** a następnie **►Plik ►Zapisz**.

Parametry pomiaru wyświetlane są w lewym panelu okna głównego i zawierają informacje:

- parametry pomiaru, podawane przez użytkownika podczas wykonywania funkcji **►Pomiar ►Parametry pomiaru - techniki impulsowe** lub **►Pomiar ►Parametry pomiaru – techniki liniowe**
- nazwę pliku i numer krzywej w pliku oraz datę i czas pomiaru.

Funkcja **►Raporty ►Drukuj** umieszcza w raporcie identyczny zestaw parametrów, dotyczących krzywej aktywnej, drukowanego zbioru krzywych.

Zestaw parametrów pomiaru dla technik impulsowych można zachować w osobnym pliku z rozszerzeniem **.cfg**, korzystając z funkcji **►Plik ►Zapisz parametry**.

2. Funkcje dostępne z okna głównego programu EALab

Za pomocą klawiszy wirtualnych mogą być realizowane funkcje:

Aktywuj wszystkie krzywe

Usuń aktywną krzywą

Usuń nieaktywne krzywe

Usuń wszystkie krzywe

Tryb myszy: Aktywuj / Powiększ / Kursor / Przeglądaj

Kursor włącz / wyłącz

Cała krzywa

2. 1. FUNKCJA: **Aktywuj wszystkie krzywe**

Program EALab pozwala na wykonanie niektórych funkcji jednocześnie, na wszystkich krzywych prezentowanych na ekranie, np. odejmowanie tła, zapisywanie w pliku. Aby korzystać z takich funkcji należy:

- usunąć z ekranu wszystkie niepotrzebne krzywe, korzystając z funkcji **Aktywuj krzywą** i **Usuń aktywną krzywą**,
- uaktywnić wszystkie pozostałe krzywe przez wybór funkcji **Aktywuj wszystkie krzywe**.

2. 2. FUNKCJA: **Usuń aktywną krzywą**

Funkcja pozwala na selektywne usunięcie ze zbioru prezentowanego na ekranie jednej krzywej, wybranej uprzednio funkcją **Aktywuj krzywą**. Jeżeli wszystkie krzywe znajdujące się na ekranie są aktywne, to funkcja **Usuń krzywą aktywną** usunie je wszystkie z ekranu.

2. 3. FUNKCJA: **Usuń nieaktywne krzywe**

Funkcja pozwala na zachowanie jedynie krzywej aktywnej. Jeśli na ekranie wszystkie krzywe są aktywne, to obraz okna wykresów nie zmieni się.

2. 4. FUNKCJA: **Usuń wszystkie krzywe**

Funkcja umożliwia szybkie usunięcie z ekranu wszystkich krzywych.

2. 5. FUNKCJA: Tryb myszy: Aktywuj / Powiększ / Kursor / Przeglądaj

Funkcja daje możliwość wyboru trybu pracy myszy. Udostępnia cztery możliwości:

Aktywuj – przyciśnięcie lewego przycisku myszy spowoduje aktywację krzywej, którą wskazuje kursor

Powiększ – udostępnia możliwość powiększania fragmentu okna wykresów

Kursor – daje możliwość przesuwania kursora i odczytywania wyników pomiaru (współrzędnych punktów na krzywej)

Przeglądaj – umożliwia przesuwanie okna i obserwowania różnych fragmentów krzywej w powiększeniu.

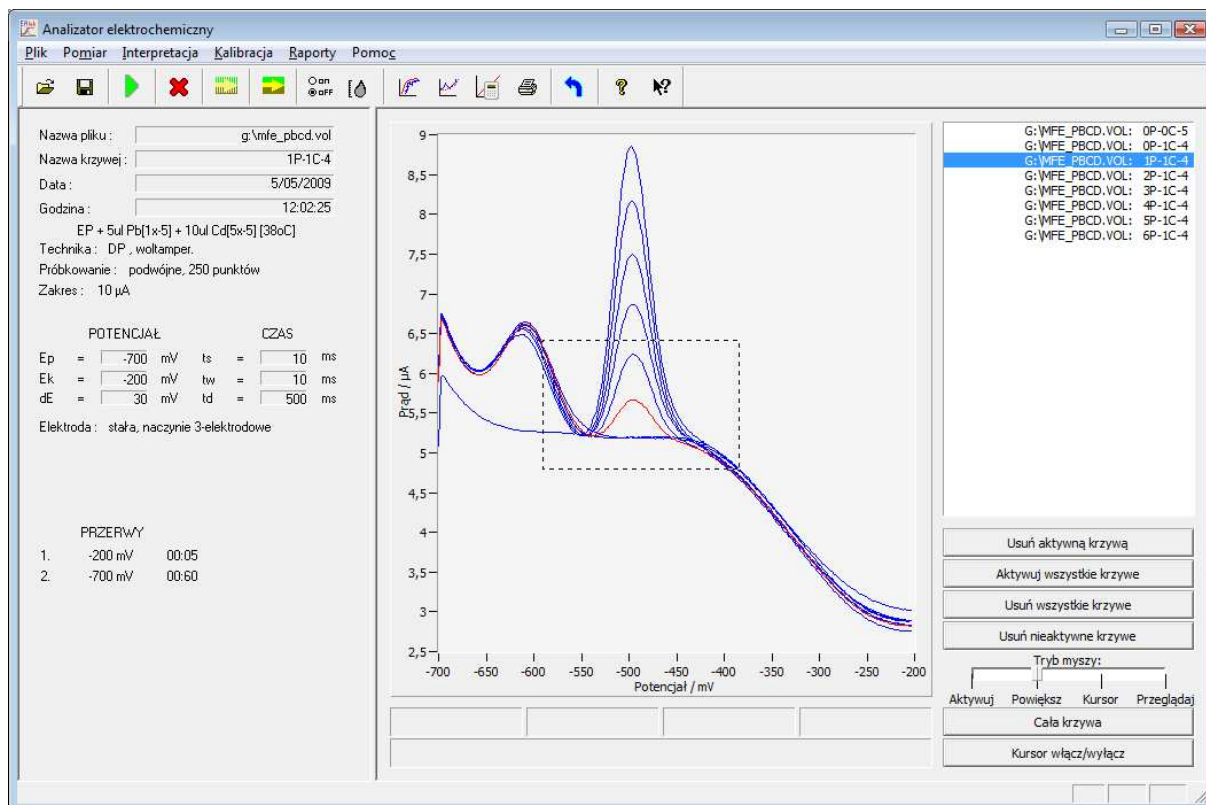
Większość funkcji realizowanych przez program EALab wykonywana jest jedynie na krzywej aktywnej, która może zostać wybrana ze zbioru krzywych, prezentowanych na ekranie. Główne okno programu pozwala na aktywację krzywej przez wybór jej nazwy z przedstawionej listy. Po podświetleniu myszką wybranej krzywej na liście i naciśnięciu klawisza (lewy przycisk myszy) - zbiór krzywych zostaje przerysowany a krzywa aktywna jest na nim przedstawiona w kolorze czerwonym. Okno pozwala wielokrotnie wybierać krzywe aktywne, co jest szczególnie przydatne, gdy należy wybrać krzywą z licznego zbioru, a jej nazwa jest nieznana. W celu wykonania aktywacji krzywych mysz powinna być ustawiona w trybie **Aktywuj**.

Funkcja **Powiększ** pozwala na powiększenie dowolnie wybranego fragmentu ekranu, zaznaczonego kursorem. Powiększone zostaną fragmenty wszystkich krzywych objętych polem kursora, aktywnych i nieaktywnych. Po wybraniu funkcji kursor należy ustawić w jednym z wierzchołków prostokąta, który ma zostać powiększony. Następnie, cały czas przyciskając lewy klawisz myszki, przemieścić go po przekątnej prostokąta. Po zwolnieniu przycisku myszki wybrane pole zostaje przerysowane tak, by zajmowało okno wykresów, a układ współrzędnych zostaje przeskalowany.

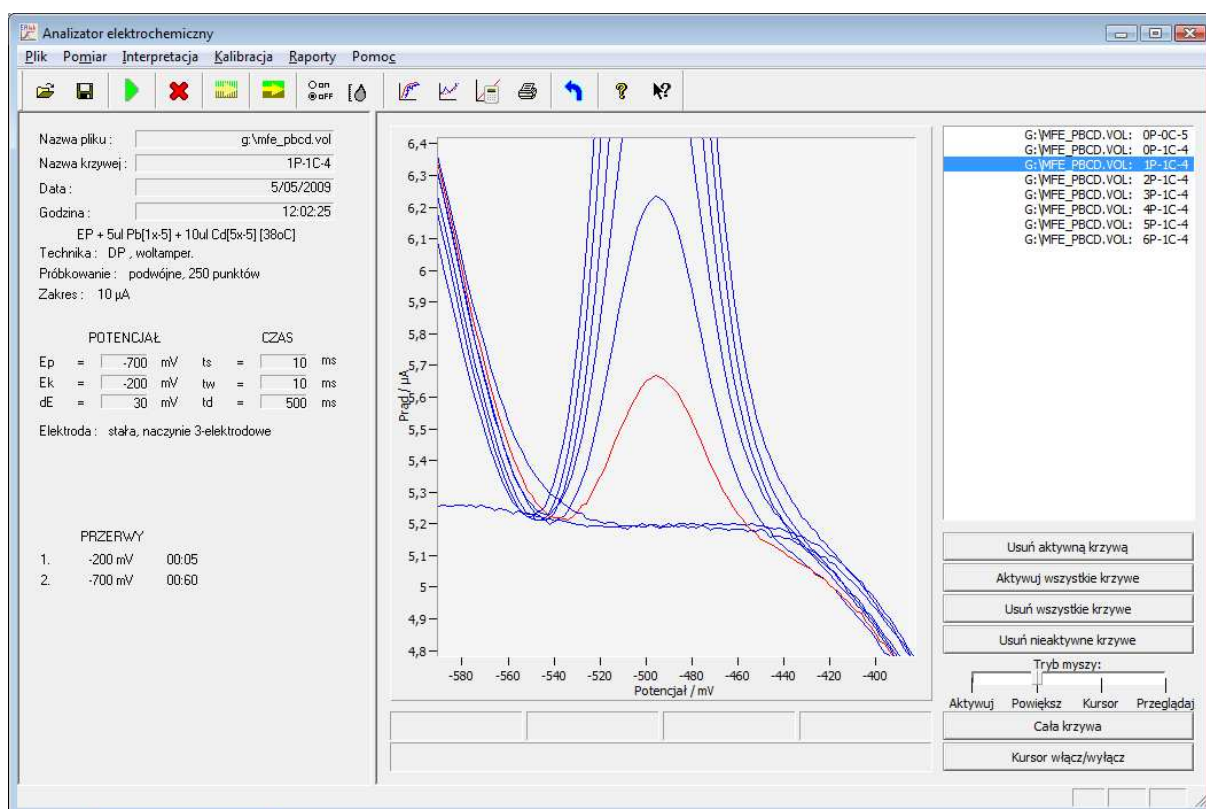
Funkcja **Przeglądaj** pozwala na przesuwanie okna i obserwowanie różnych fragmentów wykresu (wykresów) w powiększeniu.

Powiększanie można wykonywać wielokrotnie, wywołując ponownie funkcję **Powiększ** (Rys 2.1 oraz 2.2). Program zapamiętuje wybraną przez funkcję **Powiększ/Przeglądaj** konfigurację układu współrzędnych. Wszelkie dalsze operacje wykonywane przez program będą obrazowane w zmodyfikowanym układzie. Zaleca się, by każdorazowo po zastosowaniu funkcji powiększania odtworzyć pierwotny układ współrzędnych poprzez funkcję **Cała krzywa**.

Dodatkowe zastosowanie funkcji **Powiększ/Przeglądaj** umożliwia bardziej precyzyjną analizę przebiegu wykresu.



Rys. 2.1. Okno pomiarowe z zaznaczonym obszarem do powiększenia.

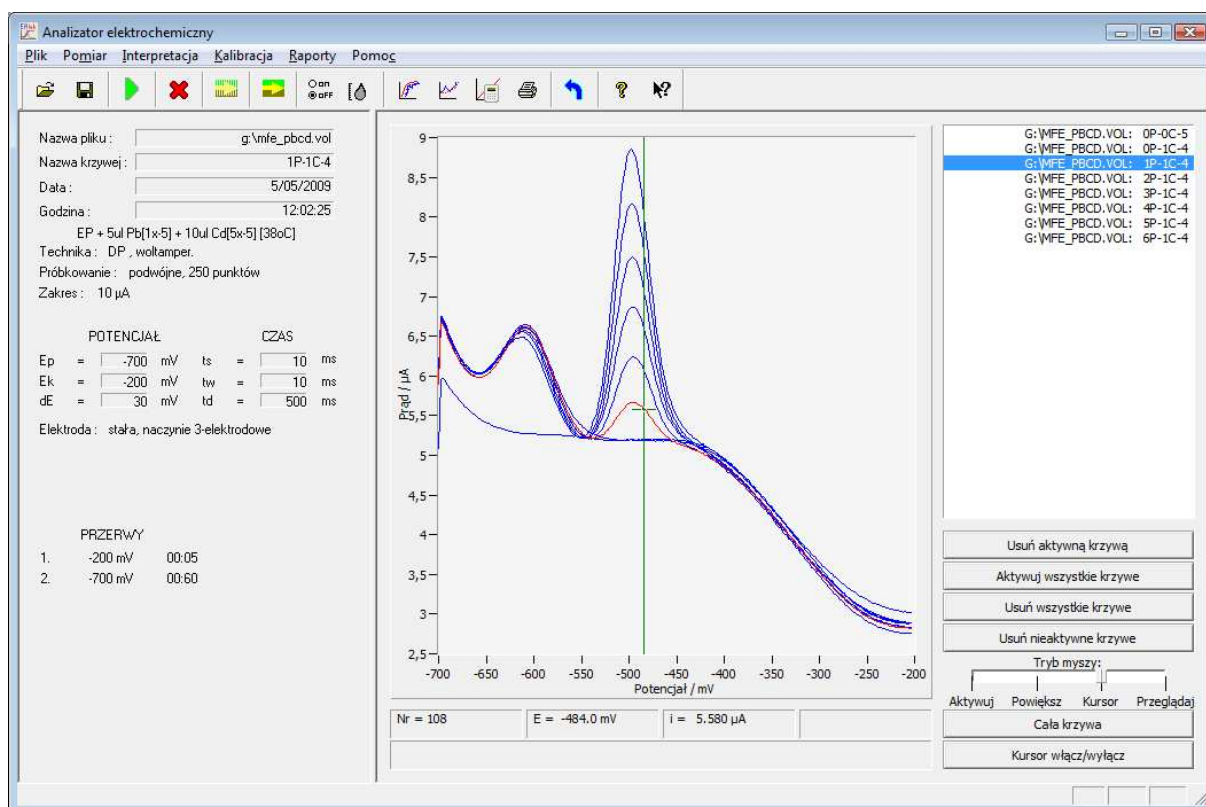


Rys. 2.2. Okno pomiarowe po wykonaniu funkcji powiększenia.

2. 6. FUNKCJA: **Kursor włącz/wyłącz**

Funkcja pozwala na prześledzenie wartości potencjału i odpowiadających im wartości prądu dla wszystkich punktów obrazowanej na ekranie krzywej aktywnej, lub jej fragmentu, jeżeli korzystano z funkcji **Powiększ**. Po wybraniu funkcji pojawia się kursor w postaci pionowej linii, pozwalającej na precyzyjną lokalizację analizowanych punktów (Rys. 2.3). W dolnej części okna wykresów są wyświetlane:

- numer wybranego punktu pomiarowego
- wartość zadanego dla tego punktu potencjału w mV (miliwoltach)
- wartość zmierzonego prądu.



Rys. 2.3. Okno programu z kursorem do odczytywania punktów na krzywej.

2. 7. FUNKCJA: **Cała krzywa**

Wybór tej funkcji wyświetla krzywe pomiarowe w formie, w jakiej były przedstawione przed realizacją funkcji powiększania, a także powraca do automatycznych ustawień. Przywracany kształt krzywych jest zgodny z ich zapisem w pliku. Modyfikacji podlegają wszystkie krzywe wyświetlane pierwotnie na ekranie.

3. Menu główne programu EALab

Menu główne programu EALab składa się z następujących punktów:

- **Plik**
- **Pomiar**
- **Interpretacja**
- **Kalibracja**
- **Raporty**
- **Pomoc**

z których każda rozwija się w osobne menu, obejmujące grupę funkcji.

- **Plik** obejmuje operacje na plikach danych pomiarowych, zawierających zbiory do kilkudziesięciu (maksymalnie pięćdziesięciu) krzywych pomiarowych.
- **Pomiar** obejmuje funkcje związane z ustaleniem techniki pomiarowej, parametrów pomiaru i przeprowadzeniem pomiaru. Umożliwia także programowanie parametrów pracy akcesoriów.
- **Interpretacja** obejmuje funkcje związane z odczytywaniem współrzędnych punktów na krzywych pomiarowych a także przetwarzaniem zarejestrowanych sygnałów.
- **Kalibracja** obejmuje funkcje związane z analizą ilościową.
- **Raporty** umożliwia wydrukowanie raportów z wykonanych pomiarów.
- **Pomoc** zawiera uwagi na temat działania analizatora **M161** i oprogramowania **EALab**.

3. 1. OPIS FUNKCJI MENU ► Plik

Rozwinięcie pozycji menu głównego **Plik** zawiera następujące funkcje:

- **Otwórz...**
- **Dołącz**
- **Zapisz jako...**
- **Czytaj parametry**
- **Zapisz parametry**
- **Kopiuj parametry**
- **Koniec**

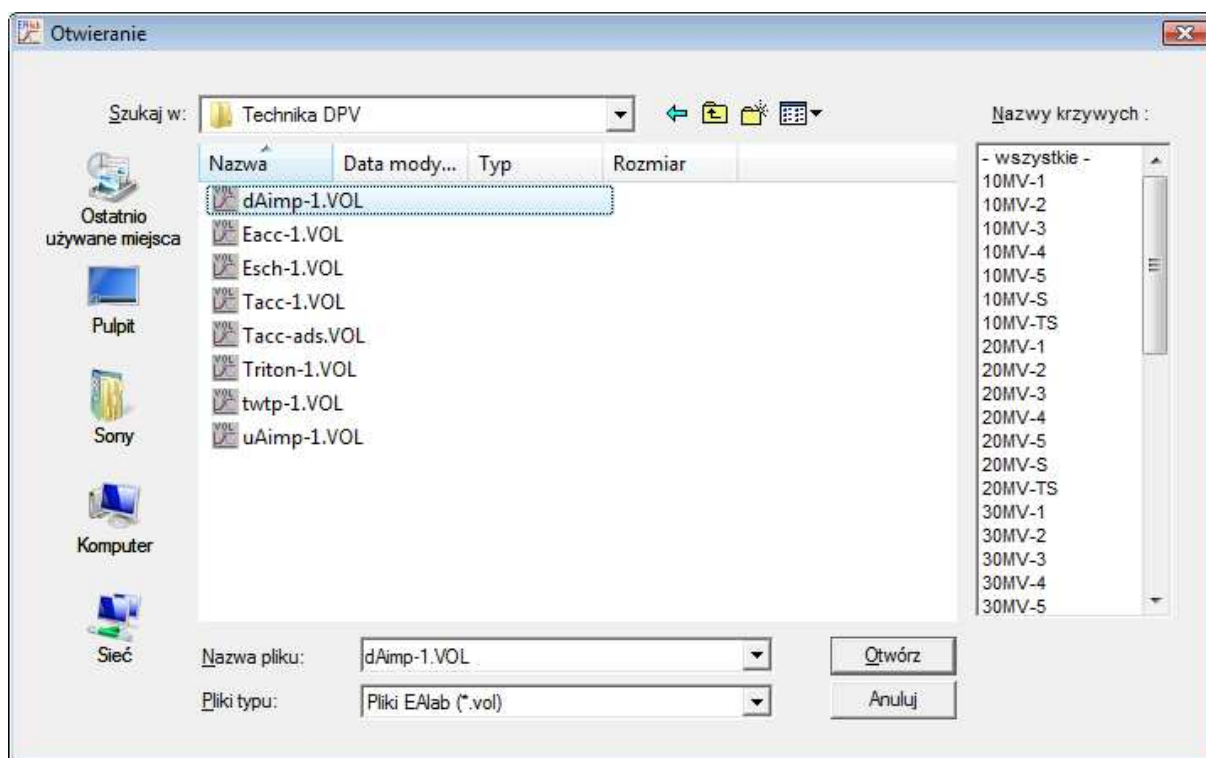
3. 1. 1. FUNKCJA ► Plik ► Otwórz...

Funkcja pozwala na wczytanie krzywych pomiarowych zapamiętanych w pliku o rozszerzeniu ***.vol**. Wybór funkcji powoduje otwarcie okna dialogowego (patrz: Rys. 3.1). Po wybraniu katalogu program automatycznie rozpoznaje pliki ***.vol** i podaje ich

listę. Po wybraniu pliku program automatycznie podaje jego zawartość w oknie **Nazwy krzywych**. Wybór katalogu i pliku odbywa się przez podwójne kliknięcie myszką. Wybór krzywej, która ma być odczytana z pliku, odbywa się przez podwójne kliknięcie myszką lub podświetlenie myszką i naciśnięcie klawisza wirtualnego **Czytaj**. Odczytana krzywa zostaje wyświetlona na ekranie. Można wybrać dowolnie wiele krzywych z pliku, aktywna będzie zawsze krzywa wybrana na końcu.

Można szybko wybrać wszystkie krzywe z pliku wybierając pozycję **-wszystkie-**. Jeśli dana krzywa zostanie wybrana wielokrotnie, program potraktuje każdą z nich jako oddzielną krzywą z tą samą nazwą. Usunięcie zbędnych krzywych możliwe jest poprzez przyciśnięcie przycisku wirtualnego **Aktywuj krzywą**, a następnie **Usuń aktywną krzywą** lub **Usuń wszystkie krzywe**.

Naciśnięcie klawisza wirtualnego **Anuluj** powoduje zamknięcie okna dialogowego. W oknie wykresów pozostają wszystkie wczytane krzywe. Jedna z nich – zaznaczona kolorem czerwonym jest krzywą aktywną. Jej parametry podawane są w lewym panelu okna głównego.



Rys. 3.1. Okno dialogowe: **Otwórz**

Jeżeli w pozycji **Pliki typu:** wybrana zostanie opcja **Pliki tekstowe (*.txt)** możliwe będzie wczytanie danych w formacie tekstowym (ASCII). Po wybraniu katalogu program automatycznie rozpoznaje pliki i podaje ich listę, po wybraniu pliku program otwiera pomocnicze okno dialogowe **Parametry**, pozwalające na wprowadzanie podstawowych parametrów pomiaru (patrz: Rys. 3.2).

W oknie **Parametry** należy podać:

- nazwę krzywej, w okienku **Nazwa krzywej** (maksymalnie 8 znaków)

- komentarz dotyczący krzywej, w okienku **Komentarz** (maksymalnie 50 znaków), dane te będą zapamiętane w pliku razem z parametrami pomiaru i można je będzie odczytać w lewym panelu okna głównego po załadowaniu krzywej
- **Parametry:**
 - wartości potencjału początkowego **Ep** i końcowego **Ek** w okienku **Zakres zmian potencjału**; dla prawidłowego odwzorowania wartość potencjałów nie musi być identyczna do użytych pierwotnie podczas pomiaru, musi być jednak dobrana tak, by wynikowy potencjał schodka **Es** był, dla ilości punktów pomiarowych zapisanych w pliku ASCII, liczbą całkowitą,
 - jednostkę, w której wyskalowana będzie oś prądowa.

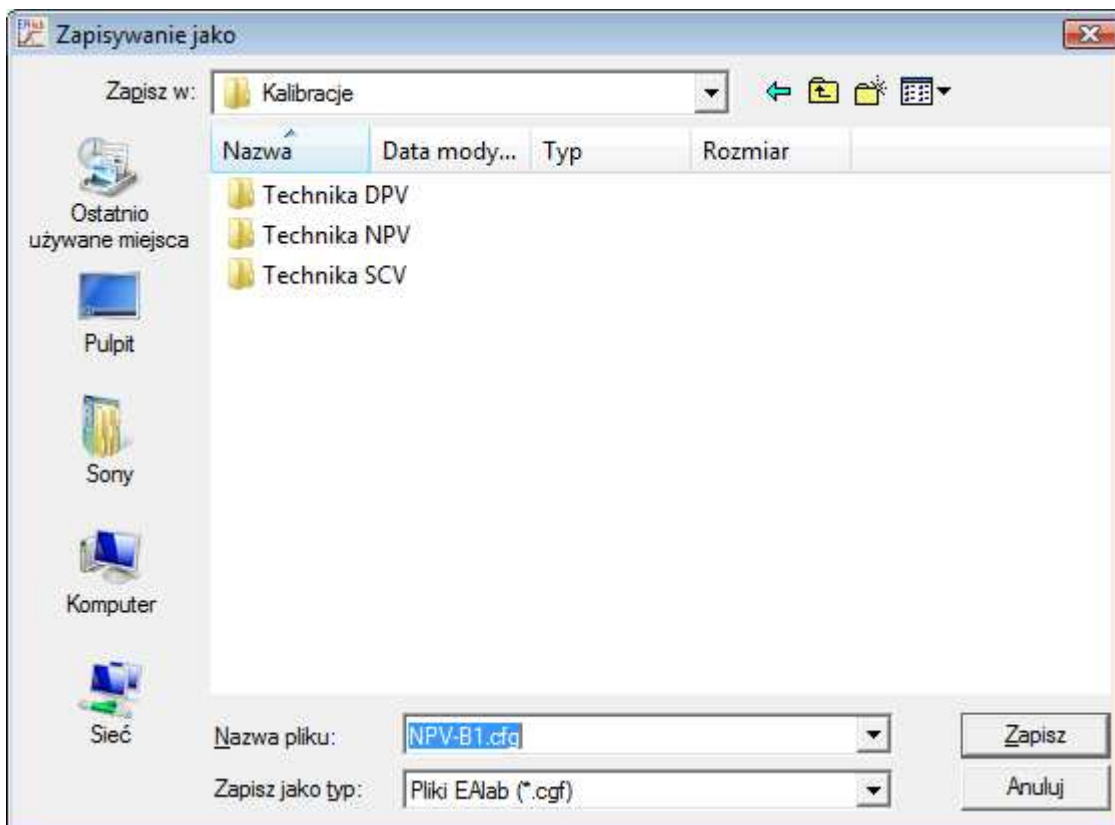
Po wprowadzeniu danych i ich potwierdzeniu - na ekranie zostaje wyrysowana krzywa, która może być dalej przechowana w pliku, wraz z wybranymi parametrami oraz przetwarzana.

Rys. 3.2. Okno: **Parametry** wyświetlane przy wczytywaniu danych ASCII.

UWAGA! Możliwe jest także wczytanie wszystkich krzywych z pliku *.vol poprzez podwójne kliknięcie jego nazwy na poziomie systemu operacyjnego Windows. Wtedy uruchamiany jest program EALab i automatycznie wczytywane są krzywe.

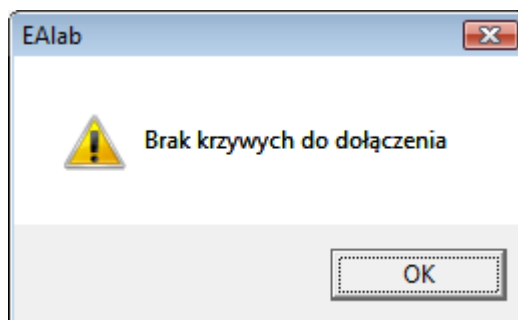
3. 1. 2. FUNKCJA ► Plik ► Dołącz

Funkcja pozwala na zapisanie w istniejącym lub nowo utworzonym pliku jedynie krzywej lub krzywych aktywnych. Sposób obsługi okna dialogowego (patrz: Rys. 3.3) jest identyczny, do podanego w funkcji ► **Plik** ► **Zapisz jako**.



Rys. 3.3. Okno: **Dołącz krzywą aktywną.**

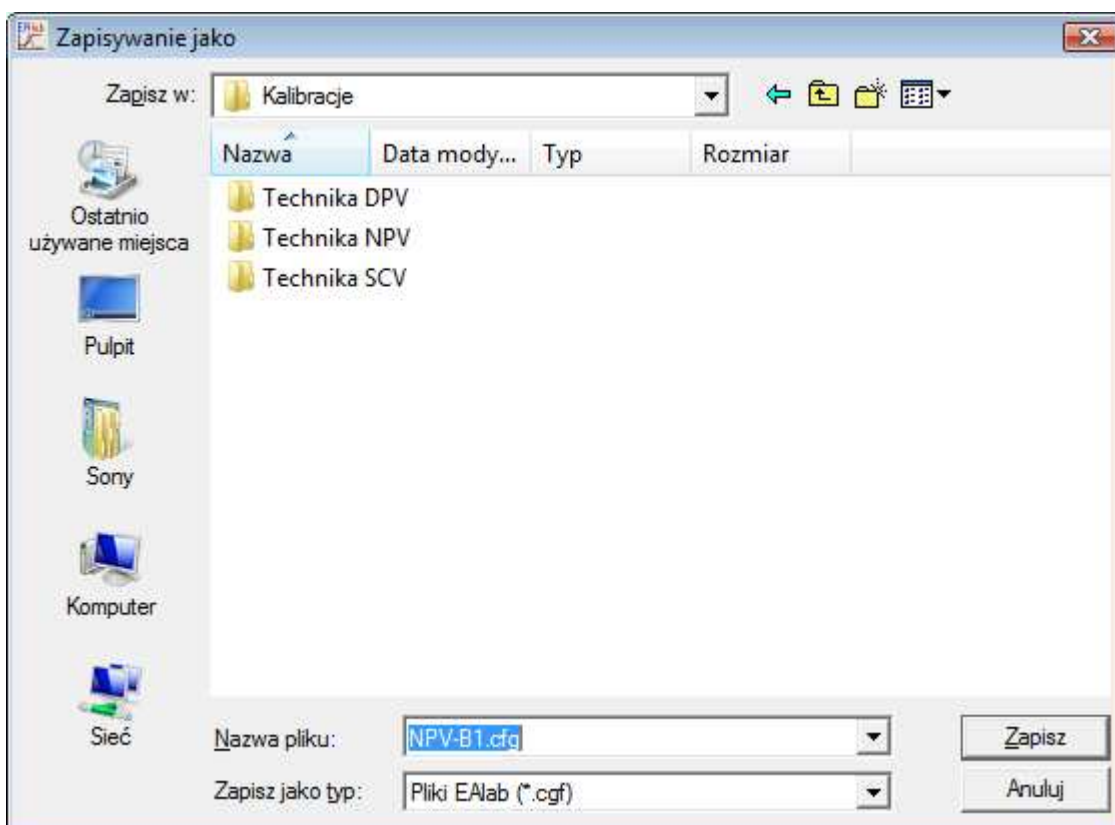
Jeżeli w oknie wykresów nie ma krzywej lub żadna z krzywych nie jest aktywna wyświetlany jest komunikat **Brak krzywych do dołączenia** pokazany na rysunku 3.4.



Rys. 3.4. Okno: **Brak krzywych do dołączenia.**

3. 1. 3. FUNKCJA ► Plik ► Zapisz jako

Funkcja pozwala na zapisanie wszystkich, aktywnych i nieaktywnych krzywych, znajdujących się na ekranie, w istniejącym już, lub nowo utworzonym pliku. W obu przypadkach wymagane jest podanie w oknie dialogowym (patrz: Rys. 3.5) katalogu, w którym program samoczynnie wyszukuje pliki z rozszerzeniem **.vol**, i przedstawia ich listę. Jeśli krzywe mają być zapisane w istniejącym pliku, to wybiera się go z listy pojedynczym kliknięciem myszki. Jeśli tworzy się nowy plik, należy po określeniu katalogu wpisać jego nazwę w okienku **Nazwa pliku** (nazwa pliku).



Rys. 3.5. Okno dialogowe: **Zapisz jako**.

Jeżeli w polu **Zapisz jako** zostanie wybrany typ pliku ***.txt**, wtedy istnieje możliwość eksportu krzywych w formacie ASCII (tekstowym). Funkcja pozwala na zapisanie pojedynczej krzywej aktywnej lub wszystkich krzywych aktywnych. W oknie dialogowym wskazuje się katalog i podaje nazwę pliku z rozszerzeniem **.txt**.

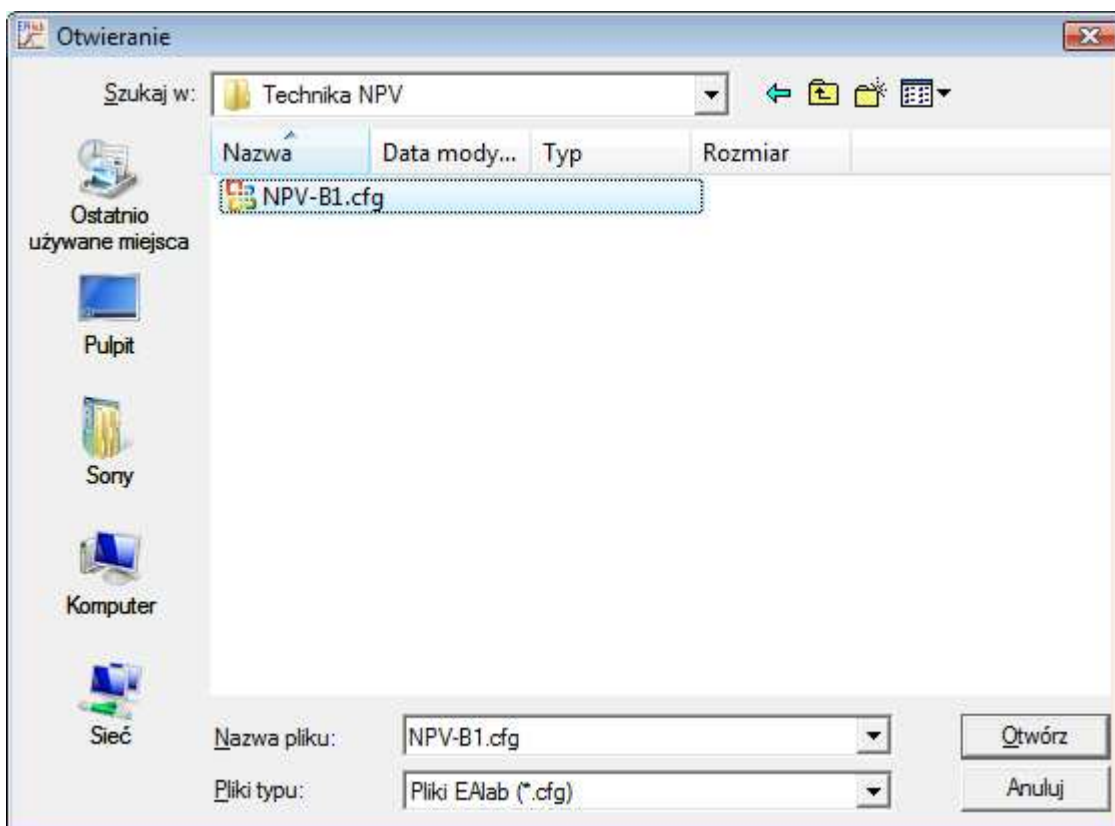
Do pliku są wpisywane wartości z obu osi współrzędnych, w postaci oddzielnych kolumn (kolejno od lewej oś X – potencjał w mV a następnie w kolejnych kolumnach wartości prądowe dla poszczególnych przebiegów – w μA). Ten sposób zapisu jest szczególnie przydatny do transferowania danych do innych programów (Excel, Origin) i tworzenia przy ich pomocy zaawansowanej graficznej prezentacji wyników pomiarów.

Uwaga! Jeżeli aktywne są wszystkie (więcej niż jedna) krzywe wyświetlone w oknie wykresów, wtedy konieczne jest, aby zakres zmienności potencjału i krok potencjału były identyczne dla całego zbioru eksportowanych wykresów.

3. 1. 4. FUNKCJA ► Plik ► Czytaj parametry

Wybór tej funkcji otwiera okno dialogowe **Czytaj parametry** (patrz: Rys. 3.6), które pozwala na wpisanie ścieżki dostępu i nazwy pliku z zapisanymi parametrami eksperymentu dla dowolnej techniki impulsowej, tej funkcji nie można stosować do ustalenia parametrów techniki LSV. Otwierany plik musi mieć rozszerzenie ***.cfg**.

Funkcja **Czytaj parametry** umożliwia szybkie odczytanie parametrów pomiaru, o ile zostały one w przeszłości zachowane przez użycie funkcji **Zapisz parametry**.



Rys. 3.6. Okno: **Czytaj parametry**.

3. 1. 5. FUNKCJA ► Plik ► Zapisz parametry

Wybór tej funkcji otwiera okno dialogowe **Zapisz Parametry** (patrz: Rys. 3.7), które pozwala na wpisanie ścieżki dostępu i nazwy pliku dla zapisania parametrów pomiaru wykonywanego w jednej z technik impulsowych, tej funkcji nie można stosować do zapisania parametrów techniki LSV. Plik musi mieć rozszerzenie **.cfg**.

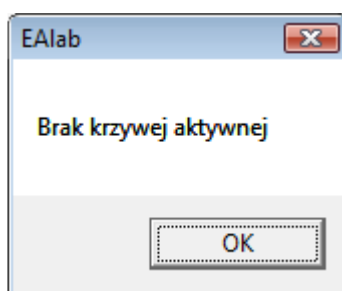
Funkcja **Zapisz parametry** umożliwia szybkie powtórne wczytanie parametrów pomiaru przez użycie funkcji **Czytaj parametry**.



Rys. 3.7. Okno: **Zapisz parametry**.

3. 1. 6. FUNKCJA ► Plik ► Kopiuj parametry

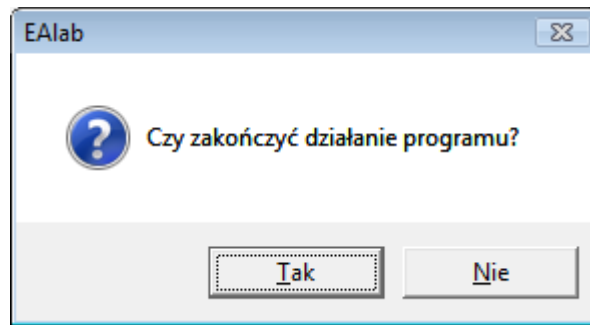
Wybór tej funkcji pozwala na skopiowanie i użycie do bieżącego pomiaru parametrów wyświetlanej na ekranie krzywej aktywnej wczytanej np. z pliku. Brak krzywej aktywnej lub obecność wielu krzywych aktywnych uniemożliwia kopiowanie parametrów i otwiera okno dialogowe, informujące o błędzie (patrz: Rys. 3.8). Tę funkcję można stosować także do parametrów techniki LSV. Skopiowane parametry można następnie zapisać w pliku z rozszerzeniem ***.cfg**, korzystając z funkcji **Zapisz parametry** - tylko dla technik impulsowych.



Rys. 3.8. Okno: **Brak krzywej aktywnej**.

3. 1. 7. FUNKCJA ► Plik ► Koniec

Wybranie polecenia **Koniec** z menu **Plik** powoduje zakończenie pracy programu **EALab**. Wszystkie krzywe, zapisane po wykonaniu pomiaru, pozostają zachowane w plikach.



Rys. 3.9. Okno wyświetlane na zakończenie pracy z programem EALab.

Dokonane modyfikacje i otrzymane w ich wyniku przetworzone krzywe muszą być zapisane w nowych plikach poprzez funkcje ► **Plik** ► **Zapisz jako** lub ► **Plik** ► **Dołącz**, w przeciwnym wypadku zostaną, po zamknięciu programu **EALab**, bezpowrotnie stracone.

Opisy funkcji **Zapisz jako** i **Dołącz** w poszczególnych rozdziałach instrukcji omawiają sposoby archiwizacji innych parametrów pomiarów i wyników ich przetwarzania.

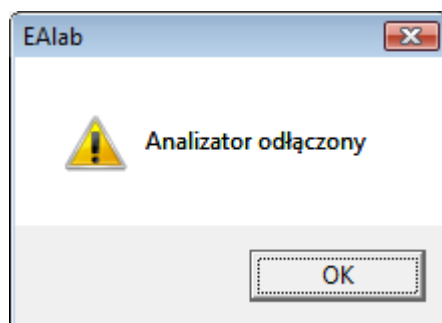
3. 2. OPIS FUNKCJI MENU ► Pomiar

Rozwinięcie pozycji menu głównego **Pomiar** zawiera następujące funkcje:

- **Start pomiaru**
- **Stop**
- **Parametry pomiaru - techniki impulsowe**
- **Parametry pomiaru – techniki liniowe**
- **Akcesoria**
- **Test CGMDE**

3. 2. 1. FUNKCJA ► Pomiar ► Start pomiaru

Funkcja ► **Pomiar** ► **Start pomiaru** inicjuje rozpoczęcie pomiaru. Uruchomienie tej funkcji wymaga uprzedniego włączenia do sieci analizatora **M161**, i ustanowienia komunikacji pomiędzy komputerem i analizatorem (*szczegółowy opis czynności niezbędnych do sprzętowej i programowej inicjalizacji został opisany we wstępie*).



Rys. 3.10. Informacja o braku komunikacji z analizatorem **M161**

Jeśli analizator nie został przyłączony do komputera i załączony lub nie działa prawidłowo to program wyświetli okno z informacją o braku prawidłowej komunikacji (patrz: Rys. 3.10).

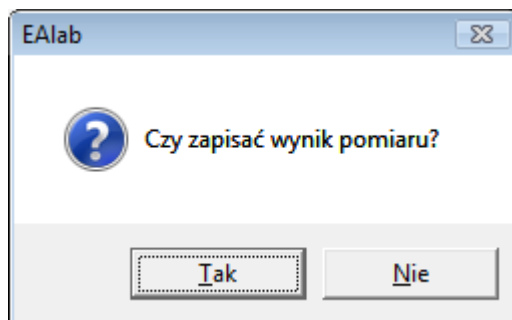
- Dobór parametrów pomiaru dokonywany jest przy wykorzystaniu funkcji **Parametry pomiaru - techniki impulsowe** lub **Parametry pomiaru - techniki liniowe**.

Możliwe jest także odczytanie parametrów z poprzednich eksperymentów poprzez użycie funkcji ► **Plik** ► **Kopiuj parametry** (przed wykonaniem tej instrukcji należy wskazać, przez uaktywnienie, krzywą, której parametry pomiarowe mają być skopiowane) lub ► **Plik** ► **Czytaj parametry** (ostatnia funkcja tylko dla technik impulsowych).

Po uruchomieniu pomiaru na ekranie monitora pojawi się okno główne programu z wykreślanym na bieżąco wraz z realizacją pomiaru przebiegiem prądowo-napięciowym. Wykreślanie zaczyna się zawsze przy największej rozdzielczości ekranu. Jeżeli rejestrowana krzywa osiągnie granicę przewidzianego na wykres okna, jest przerysowywana w czasie rzeczywistym przy zmniejszonej rozdzielczości.

Dzięki temu, w trakcie pomiaru widoczna jest na ekranie krzywa przy największej możliwej rozdzielczości. W dolnej części ekranu wypisywane są bieżące parametry punktów pomiarowych.

Po zakończeniu pomiaru, lub po jego przerwaniu, wyłącznie za pomocą funkcji ► **Pomiar** ► **Stop**, w oknie wykresów pozostaje narysowana krzywa pomiarowa i pojawia się okno dialogowe, pytające o zachowanie rezultatów (patrz: Rys. 3.11)



Rys. 3.11 Okno: **Czy chcesz zachować wynik pomiaru w pliku?**

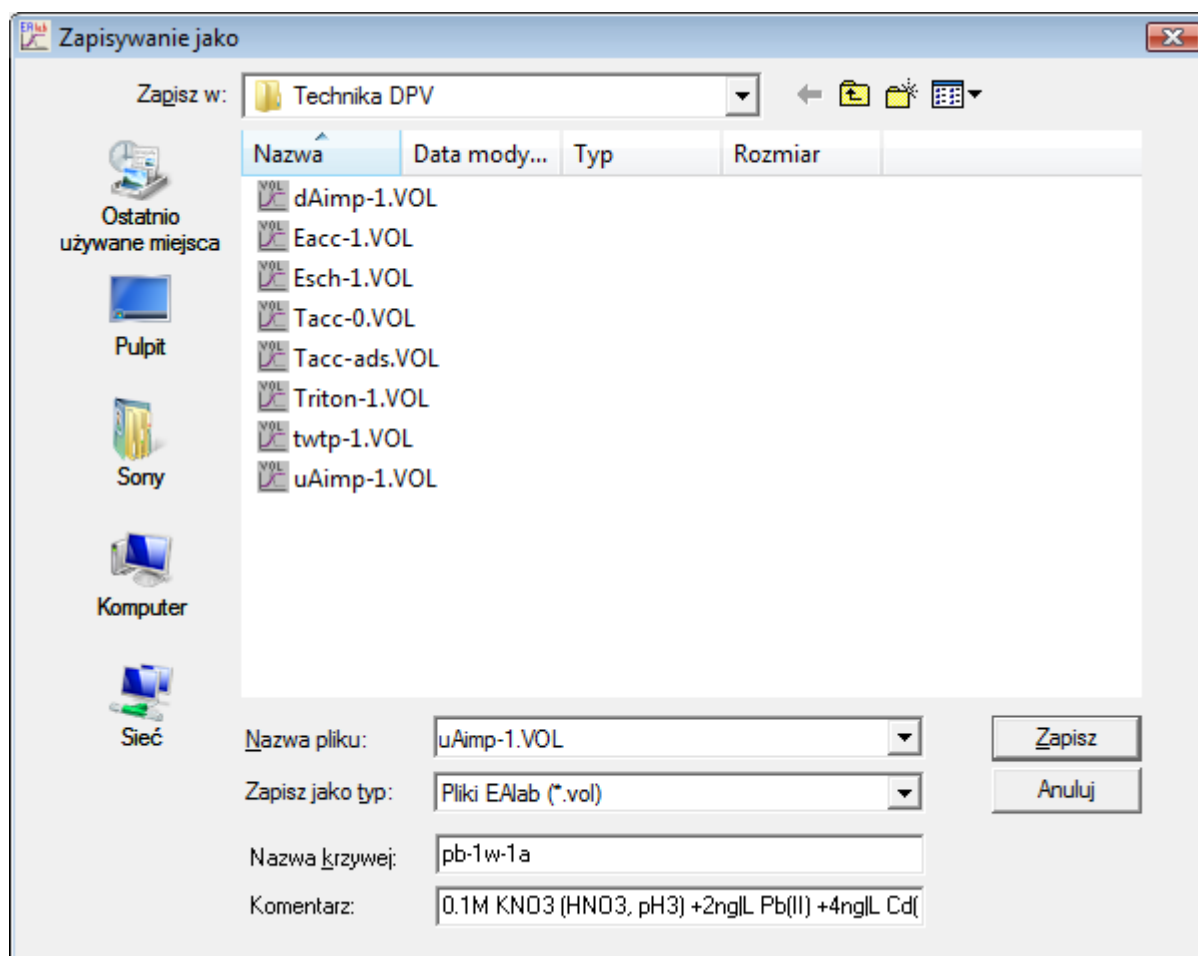
W oknie (Rys. 3.11), jeśli przyciśnięty zostanie klawisz **Nie**, dane zostaną bezpowrotnie stracone, krzywa pomiarowa usunięta z pamięci programu, a w oknie wykresów pozostanie układ współrzędnych oraz wcześniej wyświetlone krzywe.

Jeśli wybrana zostanie funkcja **Tak**, otwarte zostanie okno **Zachowaj wynik pomiaru** (patrz: Rys. 3.12), pozwalające zachować dane z wykonanego pomiaru oraz parametry pomiaru w pliku z rozszerzeniem **.vol**, którego nazwę trzeba podać w okienku **Nazwa pliku**. Nazwę nadawaną krzywej należy wpisać w okienku **Nazwa krzywej**. Jeżeli krzywej nie zostanie nadana nazwa, program nadaje jej automatycznie nazwę USER, z kolejnym numerem. Podobnie, jeżeli krzywa o identycznej nazwie istnieje już w pliku, program dodaje jej automatycznie kolejny numer.

Uwaga! Rozdzielczość obrazowania krzywej na ekranie nie jest związana z zakresem pomiarowym. Wybór zbyt mało czułego zakresu pomiarowego (np. 10 μA gdy mierzony jest prąd rzędu 100 nA) powoduje pogorszenie stosunku sygnału do szumu dla rejestrowanej krzywej. Wybór zbyt czułego zakresu może powodować przesterowanie i błędne pomiary prądów. W danym zakresie nie należy mierzyć prądów o wielkości zbliżonej do maksymalnej (dla danego zakresu). W niektórych przypadkach przesterowanie sygnału wejściowego może następować już przy prądach o wielkości 50-70% wartości maksymalnej (dla danego zakresu).

Ścieżkę dostępu i nazwę pliku określa się w oknie **Zapisywanie jako**. Jeżeli wybrana zostanie nazwa pliku już istniejącego, krzywa jest do niego dopisywana.

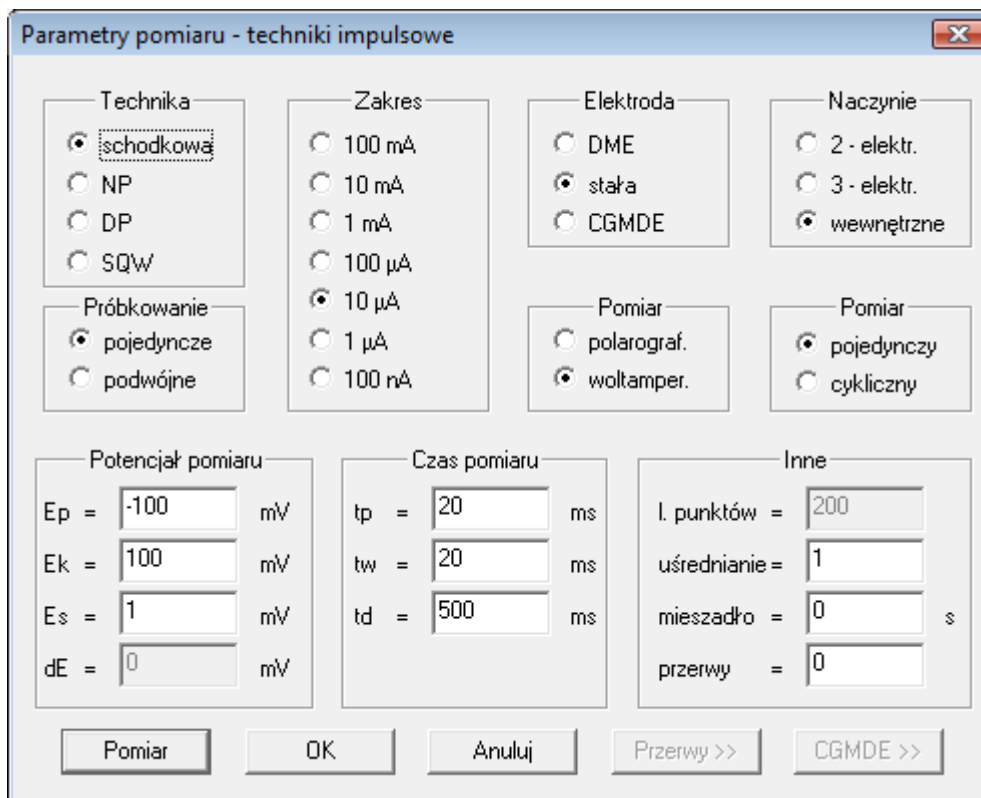
Po zachowaniu krzywej w pliku zostaje ona przeskalowana tak, by całkowicie wypełniać pole przeznaczone na wykres. Na osiach wyświetlane są opisy odpowiadające punktom E_p i E_k (potencjału początkowego i końcowego, patrz: okno **Parametry pomiaru**) oraz minimalna i maksymalna wartość prądu zmierzona w tym zakresie potencjału.



Rys. 3.12. Okno: **Zachowaj wynik pomiaru.**

3. 2. 2. FUNKCJA ► Pomiar ► Parametry pomiaru - techniki impulsowe

Wybór tej funkcji otwiera okno dialogowe, umożliwiające dobór parametrów pomiaru w wybranej technice impulsowej (patrz: Rys. 3.13). Po włączeniu, w oknie prezentowany jest zestaw parametrów najczęściej stosowanych, co pozwala przy wprowadzaniu parametrów konkretnego eksperymentu korygować tylko niektóre.



Rys. 3.13. Okno: **Parametry pomiaru**, dla technik impulsowych.

W oknie dialogowym można wyróżnić następujące elementy.

Ramka **Technika** pomiaru, w której można zaznaczyć jedną z poniższych technik.

- Technika **schodkowa**, w której przebieg napięciowy, polaryzujący elektrodę, złożony jest ze schodków napięciowych o wysokości E_s i czasie trwania t , od potencjału początkowego E_p do potencjału końcowego E_k (patrz: Rys. 3.14).

Każdy schodek ma wysokość E_s oraz czas trwania t , równy:

$t = t_k$, przy pomiarze polarograficznym

$t = 2t_w + 2t_p$, przy pomiarze woltamperometrycznym z pojedynczym i podwójnym próbkowaniem.

gdzie: t_k : czas życia kropli

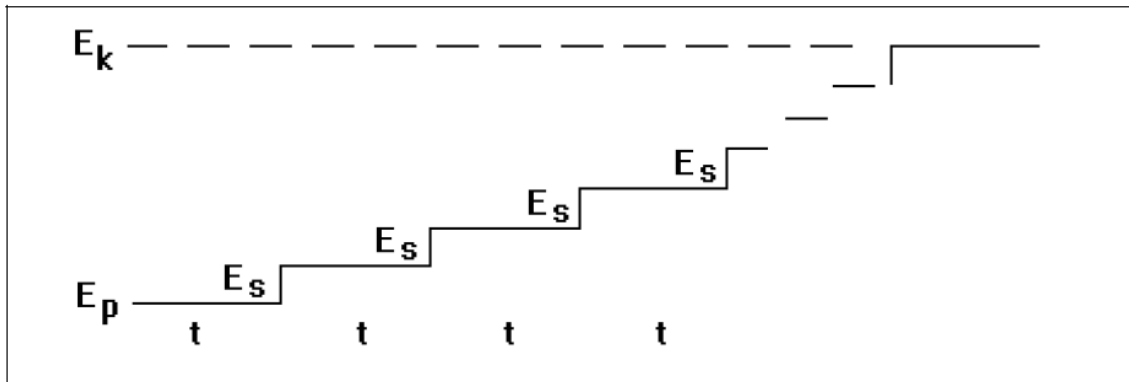
t_w : czas oczekiwania

t_p : czas próbkowania

Liczba schodków n , realizujących dany pomiar, wynika z podzielenia wartości bezwzględnej różnicy potencjałów końcowego i początkowego przez wysokość schodka:

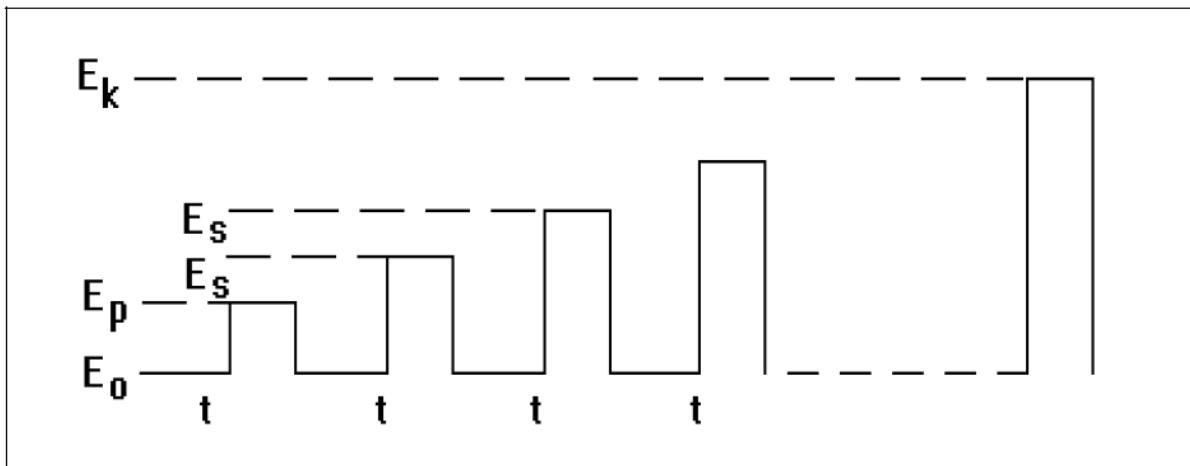
$$n = (E_k - E_p) / E_s.$$

Liczba schodków i związana z nimi liczba punktów pomiarowych nie może przekraczać 1000 (pomiar pojedynczy).



Rys. 3.14. Schemat zmian potencjału w technice schodkowej.

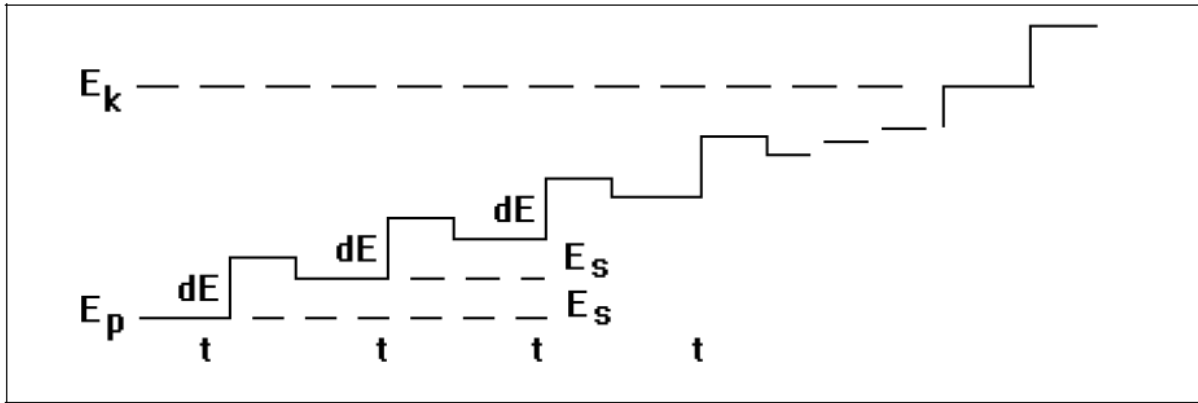
- Technika **impulsowa normalna (NP)**, w której przebieg napięciowy, polaryzujący elektrodę, złożony jest z impulsów o wzrastającej (o napięcie schodka E_s) wartości od potencjału początkowego E_p , do potencjału końcowego E_k , nałożonych na stałe napięcie odniesienia E_0 (Rys. 3.15).



Rys. 3.15. Schemat zmian potencjału w technice impulsowej normalnej.

Czas trwania impulsu jest równy sumie czasu oczekiwania i czasu próbkowania ($t_w + t_p$). Czas pomiędzy końcami kolejnych impulsów t , jest przy pomiarze polarograficznym równy czasowi t_k , natomiast przy pomiarze woltamperometrycznym jest dwukrotnie dłuższy ($2t_w + 2t_p$). Przy pomiarze polarograficznym impuls generowany jest dokładnie po czasie równym ($t_k - t_w - t_p$), a kończy się dokładnie po czasie t_k , po którym wysyłany jest do młotka elektromagnetycznego impuls obrywający kroplę i rozpoczyna się odliczanie czasu dla kolejnego punktu pomiarowego.

- Technika **impulsowa różnicowa (DP)**, w której przebieg napięciowy, polaryzujący elektrody, składa się z impulsów o stałej wysokości dE , nałożonych na narastające schodkowo napięcie (patrz: Rys. 3.16).



Rys. 3.16. Schemat zmian potencjału w technice impulsowej różniczkowej.

Czas trwania impulsu jest równy sumie czasu oczekiwania i czasu próbkowania ($t_w + t_p$). Czas pomiędzy końcami kolejnych impulsów t , jest przy pomiarze polarograficznym równy czasowi t_k , natomiast przy pomiarze woltamperometrycznym jest dwukrotnie dłuższy ($2t_w + 2t_p$). Przy pomiarze polarograficznym impuls generowany jest po czasie równym dokładnie ($t_k - t_w - t_p$) a kończy się dokładnie po czasie t_k , po którym wysyłany jest do młotka elektromagnetycznego impuls obrywający kroplę i rozpoczyna się odliczanie czasu dla kolejnego punktu pomiarowego. Impulsy skierowane są zgodnie ze znakiem napięcia dE .

Technika impulsowa różniczkowa z próbkowaniem podwójnym, realizowana jako pomiar woltamperometryczny jest równoważna woltamperometrii fali prostokątnej Ramaleya (impuls w kierunku zmian potencjału) lub Osteryoung (impuls w kierunku przeciwnym do kierunku zmian potencjału). W woltamperometrii fali prostokątnej zwyczajowo podawana jest amplituda, natomiast w technice impulsowej różniczkowej parametr dE oznacza wysokość impulsu (tj. wielkość równą podwojonej amplitudzie).

- Technika **fali prostokątnej (SQW)**, w której przebieg napięciowy, polaryzujący elektrody, składa się z serii pięciu par impulsów o stałej amplitudzie, nałożonych na narastające schodkowo napięcie (patrz: Rys.3.17). Pierwszy impuls skierowany jest zgodnie ze znakiem napięcia dE (a zatem dE w tej technice oznacza amplitudę). Czas trwania każdego impulsu jest równy sumie czasu oczekiwania i próbkowania ($t_w + t_p$). Seria impulsów inicjowana jest po czasie równym dokładnie ($t_k - 10t_w - 10t_p$) i kończy się dokładnie po czasie t_k . Jednocześnie wysyłany jest do młotka elektromagnetycznego impuls obrywający kroplę oraz rozpoczyna się odmierzenie czasu dla kolejnego punktu pomiarowego.

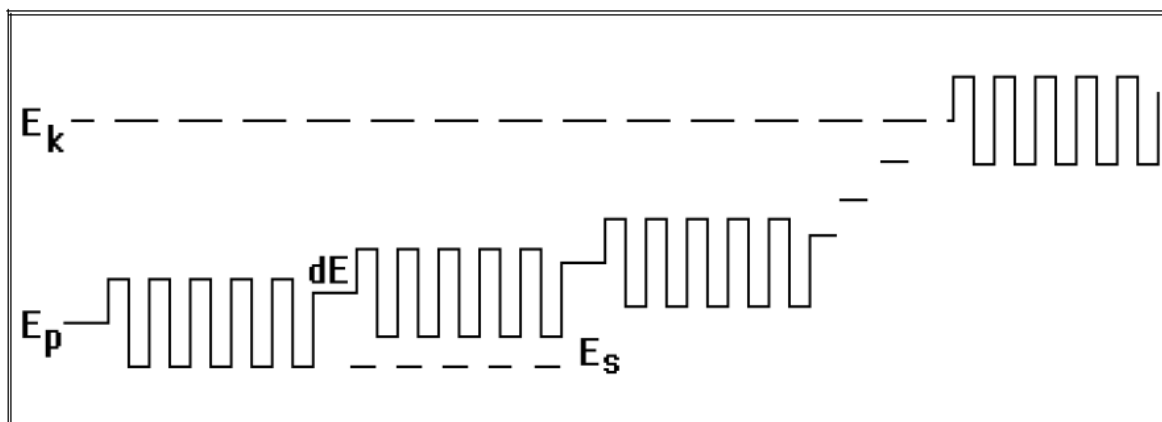
Czas t_k musi być równy lub dłuższy od ($11t_w + 11t_p$).

Przy próbkowaniu pojedynczym prąd mierzony jest jako:

$$(\Sigma i_z - \Sigma i_p)/3$$

gdzie: Σi_z - suma prądów próbkowanych dla trzech ostatnich impulsów o znaku zgodnym ze znakiem napięcia dE ; Σi_p - suma prądów próbkowanych dla trzech ostatnich impulsów o znaku przeciwnym do znaku napięcia dE .

W przypadku próbkowania podwójnego, od powyższej wartości odejmowana jest wartość prądu próbkowanego przy potencjale schodka bezpośrednio przed przyłożeniem serii impulsów.



Rys. 3.17. Schemat zmian potencjału w technice fali prostokątnej.

Ramka **Próbkowanie** obejmuje dwie możliwości.

- Próbkowanie **pojedyncze**, przy którym prąd próbkowany jest jednorazowo dla każdego punktu pomiarowego a jego wartość średnia w czasie próbkowania t_p podawana jest jako współrzędna prądowa punktu. Próbkowanie wykonywane jest na końcu schodka napięciowego lub impulsu. Jedynie w technice fali prostokątnej prąd mierzony jest jako:

$$(\Sigma i_z - \Sigma i_p)/3$$

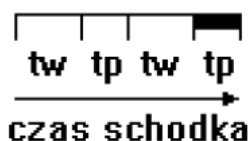
gdzie: Σi_z - suma prądów próbkowanych przy trzech ostatnich impulsach o znaku zgodnym ze znakiem napięcia dE ; Σi_p - suma prądów próbkowanych przy trzech ostatnich impulsach o znaku przeciwnym do znaku napięcia dE .

Poniżej podano diagramy czasowe punktu pomiarowego w poszczególnych technikach pomiarowych przy próbkowaniu pojedynczym. Linia pogrubioną zaznaczono przedziały czasowe, w których wykonywane jest próbkowanie.

Dla **techniki schodkowej**:

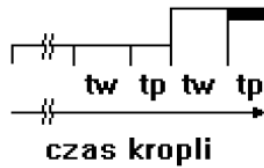


pomiar polarograficzny, czas trwania kropli t_k większy lub równy $t_w + t_p$

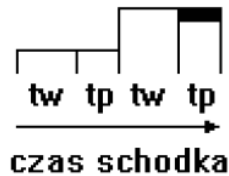


pomiar woltamperometryczny, czas trwania schodka = $2t_w + 2t_p$

Dla **techniki impulsowej normalnej i różnicowej**:

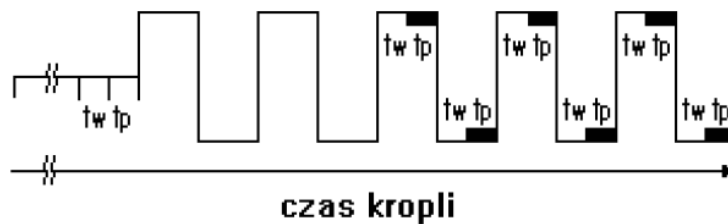


pomiar polarograficzny, czas trwania kropli t_k większy lub równy $2t_w + 2t_p$



pomiar woltamperometryczny, czas trwania schodka = $2t_w + 2t_p$

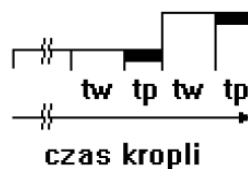
Dla **techniki fali prostokątnej**:



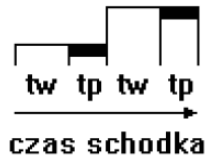
czas trwania kropli t_k większy lub równy $11t_w + 11t_p$.

- Próbkowanie **podwójne**, przy którym dla każdego punktu pomiarowego wykonywane są dwa próbkowania. Od wartości prądu, otrzymanej jak przy próbkowaniu pojedynczym, odejmowana jest wartość prądu próbkowanego bezpośrednio przed wygenerowaniem impulsu. Czasy obydwu próbkowań są równe i poprzedzone równymi czasami oczekiwania. Poniżej podano diagramy czasowe punktu pomiarowego w poszczególnych technikach przy próbkowaniu podwójnym. Na czarno zaznaczono przedziały czasowe, w których wykonywane jest próbkowanie.

Dla **techniki impulsowej normalnej i różnicowej**:

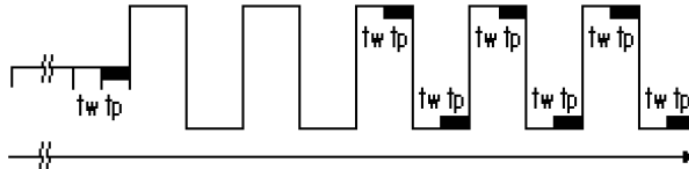


pomiar polarograficzny, czas trwania kropli t_k większy lub równy $2t_w + 2t_p$



pomiar woltamperometryczny, czas trwania schodka = $2t_w + 2t_p$

Dla **techniki fali prostokątnej**



czas trwania kropli t_k większy lub równy $11t_w + 11t_k$

Zastosowanie próbkowania podwójnego w technice fali prostokątnej, instrumentalnie dopuszczalne, ma ograniczone zastosowanie.

Programowanie zakresu zmienności potencjałów odbywa się w ramce **Potencjał pomiaru**.

- **Ep**, potencjał początkowy, może być wybrany w zakresie od -4000 mV do +4000 mV, z rozdzielczością 1 mV
- **Ek**, potencjał końcowy, może być wybrany w zakresie od -4000 mV do +4000 mV, z rozdzielczością 1 mV
- **Es**, potencjał schodka, może być wybrany w zakresie od 0 mV do +4000 mV, z rozdzielczością 1 mV, potencjał schodka musi być dobrany w taki sposób, by możliwa była realizacja co najmniej 5 punktów pomiarowych. Potencjały początkowy **Ep** i końcowy **Ek** wyznaczają zakres i kierunek zmian potencjału.

Wysokość schodka **Es** powinna być tak dobrana, by pozwalała, przy założonej liczbie punktów pomiarowych (ustalanej w okienku **liczba punktów**) osiągnięcie potencjału końcowego **Ek**.

Mając podane wartości potencjałów **Ep**, **Ek**, i **Es**, program samoczynnie oblicza liczbę realizowanych punktów pomiarowych. W tym wypadku liczba punktów wpisanych w okienku **liczba punktów**, różna od obliczonej przez program, będzie ignorowana. Liczba wpisana w okienku **liczba punktów**, (równa lub większa od 5) będzie realizowana przez program tylko w wypadku, gdy z wartości parametrów **Ep**, **Ek**, i **Es** nie można obliczyć ilości punktów pomiarowych, np przy pomiarach ze stałym potencjałem.

Przyjęcie $E_p = E_k$, i $E_s = 0$, oznacza, że realizowany jest pomiar amperometryczny, wówczas pozycja **liczba punktów** wyznacza ilość punktów pomiarowych.

- **E0**, potencjał odniesienia w technice impulsowej normalnej, może być wybrany w zakresie od -4000 mV do +4000 mV, z rozdzielczością 1 mV
- **dE**, oznaczana jako amplituda w technice fali prostokątnej lub wysokość impulsu w technice impulsowej różniczkowej, musi być dobrana w taki sposób, by dodana do wartości potencjału **Ep** lub **Ek** nie przekroczyła wartości granicznych od -4000 mV do +4000 mV. Wartość potencjału **dE** można określić z rozdzielczością 1 mV.

Ramka **Zakres**, umożliwia dobranie zakresu maksymalnego prądu pomiarowego. Możliwy jest pomiar w siedmiu zakresach pomiarowych: 100 nA, 1 μ A, 10 μ A, 100 μ A, 1 mA, 10 mA, 100 mA (podane liczby wskazują maksymalną wartość prądu, który może być zmierzony w danym zakresie). Dopuszczalny jest pomiar prądu o wartości przekraczającej o 50% wartość dowolnego zakresu, przy czym nie jest to zalecane ze względu na możliwość przesterowania sygnału wejściowego lub zafałszowania rejestrowanych sygnałów, w szczególności dla techniki impulsowej różniczkowej. Zalecany zakres prądowy, od którego należy rozpoczynać pomiary wynosi 1 μ A. Wybór zakresu o zbyt małej czułości spowoduje wzrost liczby zakłóceń oraz pogorszenie stosunku sygnału do szumu.

Dodatkowo możliwe jest rozszerzenie zakresów pomiarowych w niskich zakresach prądów przez zastosowanie przedwzmacniacza pomiarowego.

Programowanie parametrów czasowych odbywa się w ramce **Czas pomiaru**, podawanych w milisekundach. Okienka pozwalają na wpisanie wartości od 0 do 9999 ms.

- **tp**, czas próbkowania, podczas którego mierzony jest prąd.
- **tw**, czas wyczekiwania, liczony od momentu przyłożenia impulsu do rozpoczęcia pomiaru prądu (próbkowania prądu). Odliczany jest przed każdym próbkowaniem (nawet gdy nie ma impulsu a więc także przy próbkowaniu podwójnym, przed pierwszym próbkowaniem). Konstrukcja analizatora umożliwia próbkowanie bez czasu oczekiwania, możliwe jest więc wybranie czasu oczekiwania równego zero. Zwykle jednak wybiera się czas oczekiwania ok. 20 ms, aby zaburzenia prądu wprowadzone przez impuls napięciowy zanikły.
- **td**, czas opóźnienia. Czas odmierzany przed rozpoczęciem pomiaru, tylko w pierwszym cyklu pomiarowym. Podczas odmierzania czasu **td** elektroda pracująca utrzymywana jest na potencjale **Ep**. Funkcją parametru **td** jest zapewnienie czasu niezbędnego dla narośnięcia kropli (w przypadku pomiarów na kapiącej elektrodzie rtęciowej - DME), uspokojenie kropli i warstwy roztworu wokół jej powierzchni (po generacji kropli przy użyciu elektrody CGMDE) lub kondycjonowanie elektrody na potencjale początkowym. (Uwaga! jeżeli maksymalny czas **td** wynoszący 9999 ms nie jest wystarczający do osiągnięcia równowagi na elektrodzie, można do tego celu wykorzystać czas przerwy, korzystając z funkcji **Przerwy**).
- **tk**, czas kropli, występujący tylko przy pomiarze polarograficznym, musi być większy lub równy od:
tw + tp w technice schodkowej z pojedynczym próbkowaniem
2tw + 2tp w technikach impulsowych, normalnej i różniczkowej
11tw + 11tp w technice fali prostokątnej.

Ramka **Pomiar**, pozwala na wybór sposobu przeprowadzenia pomiaru i organizacji punktu pomiarowego. Nazwy pomiar polarograficzny i pomiar woltamperometryczny nawiązują do pomiarów realizowanych na kapiącej elektrodzie rtęciowej DME (pomiar woltamperometryczny na DME znany jest w środowisku elektroanalityków jako oscylopolarografia).

Zgodnie z zaleceniami IUPAC, o nazwie techniki decyduje zastosowana elektroda, nazwa polarografia dotyczy technik realizowanych na kapiącej elektrodzie rtęciowej. We wszystkich pozostałych przypadkach (włączając w to pomiar na pojedynczej kropli DME) technika nosi nazwę woltamperometrii.

- Pomiar **polarograficzny**, przy którym czas każdego punktu pomiarowego równy jest czasowi t_k (czas życia kropli w przypadku DME), który musi być równy lub dłuższy od odpowiedniej wielokrotności sumy czasów oczekiwania t_w i próbkowania t_p . Przy współpracy z elektrodą CGMDE po czasie t_k generowany jest impuls młotka elektromagnetycznego, zrywający kroplę, następuje generacja nowej kropli i rozpoczyna się realizacja kolejnego punktu pomiarowego. Ten rodzaj pomiaru jest także zalecany przy współpracy z elektrodami stałymi, ponieważ pozwala na większą swobodę w doborze parametrów czasowych punktu pomiarowego.
- Pomiar **woltamperometryczny**, przy którym cała krzywa pomiarowa uzyskiwana jest na pojedynczej kropli (w przypadku stosowania elektrod rtęciowych). Czas życia kropli t jest wyznaczany przez sumę czasu t_d oraz czasu trwania pomiaru i można go wyliczyć ze wzoru:

$$t = t_d + k[(E_k - E_p)/E_s](2t_w + 2t_p)$$

gdzie: $k = 1$ dla pomiaru pojedynczego i $k = 2$ dla pomiaru cyklicznego

$2t_w + 2t_p$ - czas realizacji pojedynczego punktu pomiarowego

$(E_k - E_p)/E_s$ - ilość punktów pomiarowych

W przypadku pracy na kapiącej elektrodzie rtęciowej (DME) czas t musi być krótszy od czasu życia kropli swobodnie kapiącej.

W ramce **Pomiar** określa się także sposób zmiany potencjału polaryzującego elektrodę.

- Przebieg **pojedynczy**, w którym realizowany przebieg napięciowy rozpoczyna się od potencjału początkowego E_p i kończy się na potencjale końcowym E_k .
- Przebieg **cykliczny**, w którym realizowany jest przebieg od potencjału E_p do E_k a następnie, od potencjału E_k do E_p ; a na ekranie monitora wyświetlane są dwie krzywe, odpowiadające przebiegowi rejestrowanemu przy zmianie potencjału w kierunku ujemnym (krzywa katodowa) i w kierunku dodatnim (krzywa anodowa).

Ramka **Elektroda**, która pozwala na wybór algorytmu pracy zespołu akcesoriów, właściwego dla obsługi danego typu elektrody pomiarowej.

- Elektroda **DME**, kropłowa elektroda rtęciowa ze swobodnym wypływem. Obsługa programowa polega na mechanicznym obrywaniu kropli młotkiem elektromagnetycznym po czasie $t_k = 5 - 10\%$ czasu życia kropli swobodnie kapiącej. Po zakończeniu pomiaru każdego punktu wysyłany jest na wyjście młotka elektromagnetycznego impuls o sile i czasie trwania ustawianych w oknie ► **Pomiar** ► **Akcesoria**.

- Elektroda **stała**, elektroda stała nie wymaga obsługi programowej.
- Elektroda **CGMDE**, kropłowa elektroda rtęciowa o kontrolowanym wzroście powierzchni. Generacja kropli rtęci w tej elektrodzie odbywa się szeregiem impulsów załączających zawór dozujący rtęć. Wielkość wygenerowanej kropli zależna jest od ilości impulsów oraz czasu ich trwania. Parametry kropli, tj. głównie powtarzalność powierzchni, zależą w znacznej mierze od właściwej regulacji zaworu elektrody oraz energii impulsu otwierającego zawór. Wszystkie parametry związane z generacją kropli ustawiane są w oknie dialogowym, otwieranym wirtualnym klawiszem **CGMDE >>**, który jest aktywny, gdy w ramce **Elektroda** wybrano opcję **CGMDE**. Obsługa programowa polega także na mechanicznym obrywaniu kropli młotkiem elektromagnetycznym po zakończeniu każdego pomiaru lub po każdym punkcie pomiarowym w przypadku pomiarów polarograficznych. Siłę i czas trwania impulsu młotka ustawia się w oknie ► **Pomiar** ► **Akcesoria**.

Ramka **Naczynie**, pozwala skonfigurować układ pomiarowy potencjostatu.

- Naczynie **2-elektrodowe** to naczynie pomiarowe z dwoma elektrodami: elektrodą pracującą **WORK** (od ang. working, w zależności od wybranego potencjału pomiarowego będzie to katoda lub anoda) i zwartych ze sobą wejść elektrod pomocniczej **AUX** (od ang. auxiliary) i odniesienia **REF** (od ang. reference). Potencjostat nie kompensuje spadku napięcia spowodowanego opornością roztworu a przez obydwie elektrody ogniwa płynie prąd. Elektroda odniesienia (**REF**) musi być w tym wypadku zdolna do przyjęcia określonego prądu bez istotnej zmiany potencjału, powinna zatem mieć niską oporność i dużą powierzchnię (znacznie większą od powierzchni elektrody pracującej).
- Naczynie **3-elektrodowe**, naczynie pomiarowe z trzema elektrodami:
 - pracującą (**WORK**),
 - pomocniczą (**AUX**), wykonaną najczęściej z drutu platynowego,
 - odniesienia (**REF**), którą może być nasycona lub normalna elektroda kalomelowa, chlorosrebrowa lub siarczanowa.

Prąd mierzony przepływa pomiędzy elektrodą pracującą (**WORK**) a pomocniczą (**AUX**), natomiast elektroda odniesienia (**REF**) wyznacza potencjał odniesienia i nie przepływa przez nią prąd. Zastosowanie elektrody odniesienia o zbyt dużej oporności (np. przeznaczonej do pomiarów potencjometrycznych) może spowodować pogorszenie wyników pomiarów. Potencjostat kompensuje spadek napięcia spowodowany opornością roztworu pomiędzy elektrodami pomocniczą i odniesienia, dlatego w pomiarach, w których oporność nie skompensowana (tzn. pomiędzy elektrodą odniesienia a pracującą) powinna być możliwie mała, elektroda odniesienia powinna być usytuowana możliwie blisko elektrody pracującej (np. kapilara Luggina).

- Naczynie **wewnętrzne**, wybór tej funkcji załącza układ testowy analizatora.

W kolejnych oknach wprowadza się pozostałe parametry.

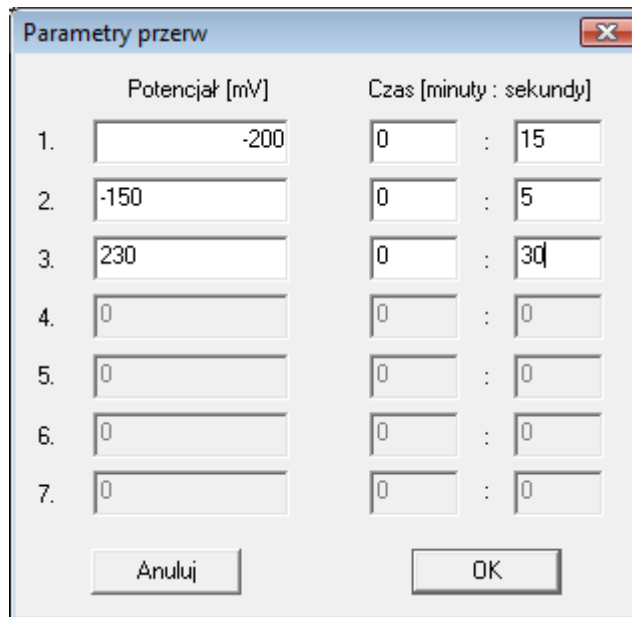
- **Liczba punktów** (pomiarowych), możliwa do ustawienia w zakresie 1 - 999. Praktycznie realizowana będzie zawsze liczba punktów pomiarowych ograniczona przez rozdzielczość monitora i karty graficznej, którą, w przybliżeniu, można obliczyć jako 90% rozdzielczości poziomej monitora.

Zazwyczaj ustawiana jest liczba punktów pomiarowych potrzebna do osiągnięcia przez układ zadanego potencjału końcowego E_k . Przy danej wysokości schodka E_s liczbę punktów pomiarowych n wylicza się ze wzoru:

$$n = (E_p - E_k) / E_s$$

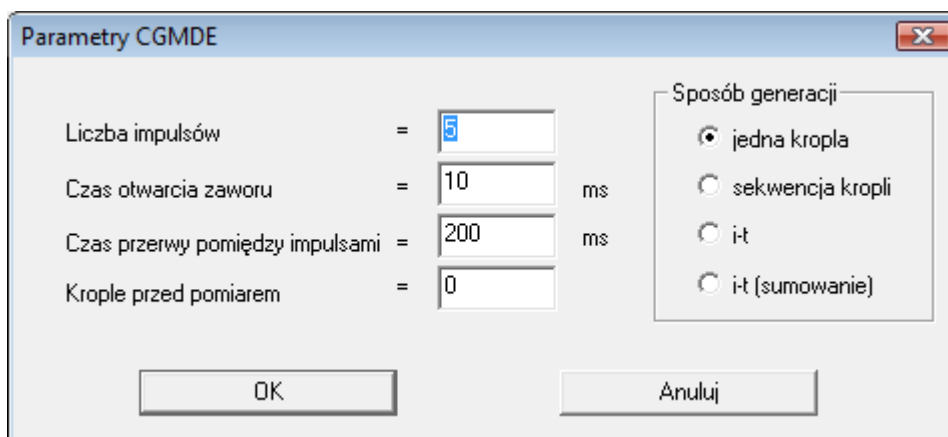
gdzie: E_p potencjał początkowy, E_k potencjał końcowy, E_s wysokość schodka

- **Uśrednianie**, z n pomiarów, maksymalnie 999, (gdzie n jest liczbą wpisaną przez użytkownika w ramce). W przypadku pomiaru pojedynczego i cyklicznego n oznacza ilość przebiegów uśrednianych. Uśrednianie odbywa się w czasie rzeczywistym a jako wynik pomiaru otrzymywana jest jedna krzywa będąca średnią z n pomiarów. Uśrednianie pozwala m. in. obniżyć poziom zakłóceń.
- **Mieszadło**, czas spoczynku, maksymalnie 99, mierzony w sekundach, od momentu wyłączenia mieszadła do chwili rozpoczęcia pomiaru. Czas ten odmierzany jest zawsze po wyłączeniu mieszadła bez względu na to czy mieszadło było włączone w czasie realizacji przerwy czy przed pomiarem. Czas spoczynku pozwala na uspokojenie roztworu po wyłączeniu mieszania i odtleniania a przed rozpoczęciem pomiaru.
- **Przerwy**, po wpisaniu ilości przerw (max. 7) uaktywnia się wirtualny klawisz **Przerwy >>**, pozwalający na otwarcie okna dialogowego obsługi przerw.
- Przycisk **Pomiar**, rozpoczynający procedurę pomiaru, działający identycznie jak funkcja ► **Pomiar** ► **Start pomiaru**.
- Przycisk **Przerwy >>**, otwiera okno dialogowe parametrów przerw (patrz: Rys. 3.18), w którym wpisywany jest **Potencjał [mV]** i **Czas [minuty: sekundy]**, przy których zostanie wykonana przerwa w pomiarze. Przerwy zaprogramowane przy potencjałach znajdujących się poza przedziałem wyznaczonym przez E_p i E_k , realizowane są przed pomiarem, w kolejności zgodnej z wpisem w oknie dialogowym, pozostałe w miarę osiągnięcia potencjału. Przy pomiarze cyklicznym przerwy realizowane są tylko przy zmianach potencjału od napięcia początkowego E_p do napięcia końcowego E_k , nie są realizowane przy powrocie potencjału. W trakcie realizacji przerwy automatycznie włączane jest mieszadło. Wyłączenie mieszadła poprzedza moment zakończenia przerwy o odcinek czasu podany w okienku **mieszadło**.



Rys. 3.18. Okno dialogowe: **Przerwy**.

- Przycisk wirtualny **CGMDE >>** otwiera okno dialogowe (patrz: Rys. 3.19) parametrów sterowania pracą elektrody i jej kalibracją, przystosowane przede wszystkim do obsługi statywu elektrodowego z elektrodą CGMDE.



Rys. 3.19. Okno pomocnicze: **CGMDE**.

W oknie dialogowym **CGMDE** umieszczone są następujące elementy.

- Okna parametrów pracy zaworu dozującego rtęć.
 - Liczba impulsów**, określa ilość impulsów otwierających zawór elektrody, dla wygenerowanie pojedynczej kropli, możliwe jest ustawienie ilości impulsów w zakresie od 1 do 999 .
 - Otwarcie zaworu**, czas trwania impulsu otwierającego zawór, możliwe jest ustawienie czasu otwarcia zaworu w zakresie od 1 do 999 ms. Najlepsza powtarzalność powierzchni kropli jest uzyskiwana przy czasach otwarcia zaworu w zakresie od 4 do 40 ms.

- **Czas przerwy pomiędzy impulsami**, czas przerwy pomiędzy kolejnymi impulsami otwierającymi zawór, możliwe jest ustawienie czasu przerwy w zakresie od 1 do 9999 ms. Zawór najlepiej pracuje przy czasach przerwy powyżej 40ms (przy krótszych czasach powtarzalność kropli może być nieco gorsza, szczególnie gdy mechaniczna regulacja zaworu nie jest optymalna).
 - **Krople przed pomiarem**, pole wskazuje ile kropli (od 1 do 20) zostanie automatycznie wygenerowanych i zerwanych przed rozpoczęciem pomiaru.
- Ramka **Sposób generacji** pozwalająca wybrać algorytm generacji kropli w trakcie pomiaru.
- generowana jest **jedna** kropla, pomiar dokonywany jest na jednej kropli rtęci, generowanej bezpośrednio przed rozpoczęciem pomiaru - pomiar woltamperometryczny;
 - generowana jest **sekwencja kropli**, kropla generowana jest przed każdym punktem pomiarowym - pomiar polarograficzny. Przy tym sposobie generacji znacznie wzrasta zużycie rtęci, zatem powinna być stosowana tylko w uzasadnionych przypadkach.
 - generowana jest **i-t** oraz **i-t (sumowanie)**, reprezentują najbardziej złożone algorytmy pomiarowe. Podczas pomiaru kropla generowana jest w sekwencji: otwarcie zaworu dozującego, t_w , t_p , t_w , t_p , otwarcie zaworu dozującego, itd. Zmierzone w czasie generacji kropli próbki prądu są sumowane. Po zakończeniu generacji pierwszej kropli następuje jej zerwanie, układ zmienia napięcie polaryzujące i rozpoczyna się generacja następnej kropli, połączona z próbkowaniem prądu po każdorazowym przyroście jej powierzchni i sumowaniem zmierzonych próbek prądu. Zastosowany sposób rejestracji polarogramu eliminuje zakłócenia znane pod nazwą "long-term noise" (pełzanie tła). Rodzaj generacji ► **i-t suma** jest podobny do opisanego powyżej, z tą różnicą, że sumowaniu nie podlegają dwie pierwsze próbki prądu mierzone na każdej generowanej kropli Hg.

Optymalna wielkość generowanej kropli zależy od składu roztworu, wyboru techniki, jak i założeń realizowanego problemu analitycznego. Zwykle stosowane są krople o wielkości 10 - 50% kropli maksymalnej (tj. obrywającej się pod własnym ciężarem). Mniejsze krople są trudniejsze do oberwania i ze względu na małą powierzchnię dają mniejszy sygnał. Większe krople zwiększają zużycie rtęci i mogą się obrywać w czasie pomiaru (szczególnie, jeżeli stosowane jest intensywne mieszanie). Zmiany ciśnienia hydrostatycznego powodowane zmniejszaniem się poziomu rtęci w zbiorniku (a także zmiany temperatury i różnice w nastawie mechanizmu elektrody) powodują, że kropla wygenerowana przy tych samych parametrach, w odstępie kilku dni, może różnić się wielkością. Natomiast wielkość kropli maksymalnej, tj. takiej, która odrywa się pod własnym ciężarem, jest dla danej kapilary praktycznie stała (zakładając, że kropla generowana jest: przy tym samym poziomie rtęci w zbiorniku elektrody, przy tym samym potencjale, w tym samym roztworze i w tych samych warunkach zewnętrznych, jak temperatura i ciśnienie).

3. 2. 3. FUNKCJA ► Pomiar ► Parametry pomiaru – techniki liniowe

Wybór tej funkcji otwiera okno dialogowe, umożliwiające dobór parametrów pomiaru w technikach liniowych (LSV, Linear Sweep Voltammetry, Linear Potential Scan Voltammetry), patrz: Rys. 3.20.

W oknie dialogowym umieszczone są pola umożliwiające zaprogramowanie parametrów procedury pomiarowej.

Ramka **dE/dt**, określająca szybkość polaryzacji w 13 ustalonych podzakresach. Jest to szybkość zmiany napięcia polaryzującego elektrody. Cyfrowy charakter sygnału wyjściowego wymusza dyskretną zmianę wartości napięcia i czasu. Niewielki krok kwantowania, wynoszący 0.125 mV dla potencjału i 1 ms dla czasu, pozwala na generację przebiegów quasi liniowych o szybkościach polaryzacji zestawionych w Tabeli 2. Ilość punktów pomiarowych na krzywej wynika z zakresu potencjału i wysokości schodka, (która jest związana z szybkością polaryzacji dE/dt - Tabela 2) i dana jest wzorem:

$$n = (E_k E_p)/h$$

gdzie: n - ilość punktów pomiarowych, h - wysokość schodka [mV], E_k - potencjał końcowy [mV], E_p - potencjał początkowy [mV].

Ramka **Zakres**, umożliwia dobranie zakresu maksymalnego prądu pomiarowego. Możliwy jest pomiar w siedmiu zakresach pomiarowych: 100 nA, 1 μ A, 10 μ A, 100 μ A, 1 mA, 10 mA, 100 mA (podane liczby wskazują maksymalną wartość prądu, który może być zmierzony w danym zakresie). Więcej szczegółów dotyczących wyboru zakresu podanych jest przy opisie funkcji **Parametry pomiaru - techniki impulsowe**.

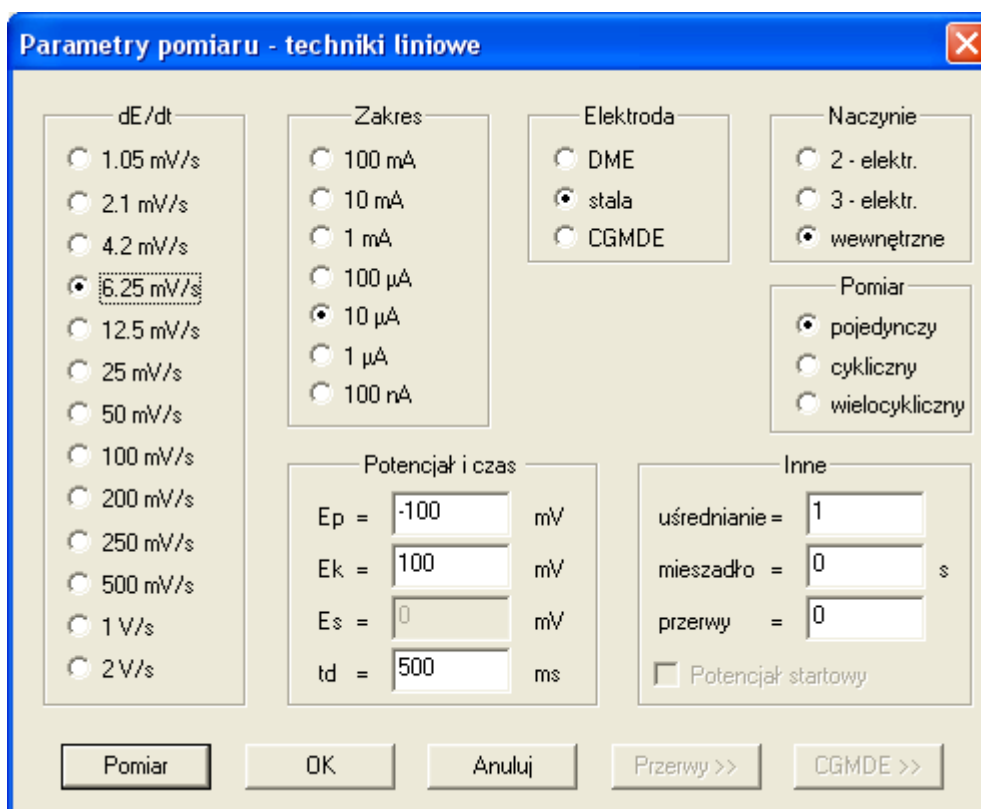
Tabela 2: Parametry generacji przebiegu napięciowego dla poszczególnych szybkości polaryzacji.

Szybkość polaryzacji dE/dt [mV/s]	Wysokość schodka h [mV]	Czas trwania schodka [ms]
1.05	0.125	120
2.1	0.25	120
4.2	0.25	60
6.25	0.125	20
12.5	0.25	20
25	0.5	20
50	0.25	5
100	0.5	5
200	1	5
250	0.25	1
500	0.5	1
1000	1	1

* czas trwania schodka jest równoważny czasowi próbkowania prądu. W technikach sterowanych z okna **Parametry pomiaru – techniki liniowe**, próbkowanie prądu trwa przez cały czas trwania schodka.

Programowanie zakresu zmienności potencjałów oraz parametrów czasowych odbywa się w ramce **Potencjał i czas**.

- **Ep**, potencjał początkowy, może być wybrany w zakresie od -4000mV do +4000mV, z rozdzielczością 1mV
- **Ek**, potencjał końcowy, może być wybrany w zakresie od -4000mV do +4000mV, z rozdzielczością 1mV
Są to skrajne potencjały zakresu napięcia zmienianego podczas pomiaru. Wyznaczają kierunek zmiany potencjału elektrody w przypadku pomiaru pojedynczego od **Ep** do **Ek** (**Pomiar ►pojedynczy**) a przypadku pomiaru cyklicznego i wielocyklicznego (**Pomiar ►cykliczny** lub **Pomiar ►wielocykliczny**) kierunek zmiany potencjału w pierwszej części cyklu pomiarowego (w drugiej części cyklu kierunek zmian potencjału jest przeciwny, od **Ek** do **Ep**).
- **Es**, potencjał startu, może być wybrany w zakresie od -4000mV do +4000mV, z rozdzielczością 1mV
Jest to potencjał, który jest uwzględniany tylko w czasie pierwszego przebiegu pomiaru wielocyklicznego. Rejestracja pierwszej krzywej rozpoczyna się od wartości potencjału Es.
- Okienko czasu opóźnienia **td** (patrz także Funkcja **Parametry pomiaru - techniki impulsowe**).



Rys. 3.20. Okno: **Parametry pomiaru dla technik liniowych**.

Ramka **Pomiar**, pozwala na wybór sposobu przeprowadzenia pomiaru.

- Pomiar **pojedynczy**, w którym realizowany przebieg napięciowy rozpoczyna się od potencjału początkowego E_p i kończy się na potencjale końcowym E_k .
- Pomiar **cykliczny**, w którym realizowany jest przebieg od potencjału E_p do E_k , a następnie od potencjału E_k do E_p a na ekranie monitora wyświetlane są dwie krzywe.
- Pomiar **wielocykliczny**, w którym potencjał elektrody zmienia się tak, jak w pomiarze cyklicznym, z tym, że pomiar powtarzany jest wielokrotnie i za każdym razem rejestrowana jest krzywa woltamperometryczna. Ilość powtórzeń zależna jest od liczby wpisanej w polu **liczba cykli**, które jest aktywne, jeżeli wybrano opcję pomiaru wielocyklicznego.

Okienko **liczba cykli**, aktywne gdy wybrano pomiar wielocykliczny pozwala na wpisanie ilości cykli pomiarowych w zakresie od 1 do 999. Wpisanie w okienku wartości 0 oznacza "pomiar bez końca", który może być przerwany przez użytkownika funkcją **Pomiar ► Stop**.

Uwaga! - podczas realizacji pomiaru wielocyklicznego możliwe jest zapamiętanie tylko 20 ostatnich przebiegów wraz z informacją o numerze kolejnym przebiegu, liczonym od początku pomiaru. Pozostałe (wcześniejsze) przebiegi są bezpowrotnie tracone. Obraz przebiegu wielocyklicznego na ekranie aktualizowany jest (do ostatnich 20 krzywych) tylko w momentach skalowania wykresu, jeśli nie zachodzi konieczność przeskalowania, to na ekranie pozostanie ślad po zadanej liczbie cykli pomiarowych.

Podczas zapisywania wyników pomiarów przebiegu wielocyklicznego okno dialogowe zapisuje dane w postaci całego pliku, którego nazwę trzeba podać w okienku **Nazwa krzywej** wraz z ewentualnym komentarzem w okienku **Komentarz**.

Plik jest programowo dzielony na poszczególne krzywe, które mogą być oddzielnie czytane w funkcji **► Plik ► Otwórz**.

Ramki: **Pomiar**, **Elektroda**, **Naczynie**, okienka: **uśrednianie**, **mieszadło** i **przerwy**, klawisze wirtualne: **Pomiar**, **Przerwy>>**, **CGMDE>>**: funkcjonują identycznie jak w przypadku technik impulsowych, patrz funkcja **Parametry pomiaru - techniki impulsowe**.

3. 2. 4. FUNKCJA ► Pomiar ► Akcesoria

Wybór tej funkcji otwiera interaktywne okno (patrz: Rys. 3.21) ustalania parametrów pracy i testowania akcesoriów statywu elektrodowego i zespołu elektrody CGMDE.

Analizator **M161** oraz statyw muszą być włączone by obserwować i stosować polecenia tego menu. Jeśli analizator nie został włączony lub nie działa prawidłowo, program otwiera okno z informacją o braku komunikacji (patrz: Rys. 3.10).

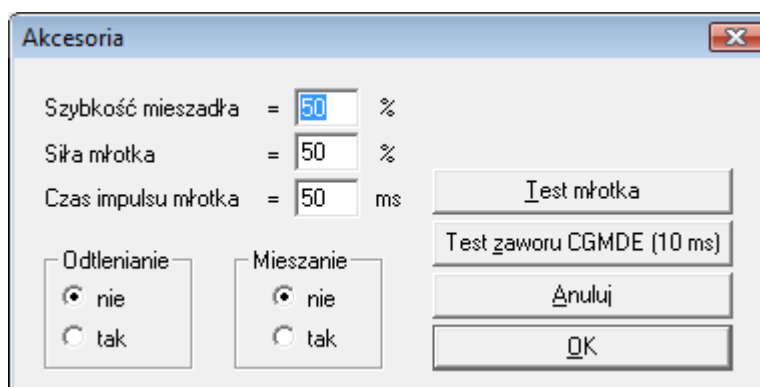
W obrębie okna można wyróżnić następujące elementy.

Okienko **Szybkość mieszadła**, pozwalające na regulację napięcia zasilającego mieszadło, wyrażonego w procentach, możliwe jest ustawienie wartości od 1 do 99%, program przy włączeniu ustawia wartość 50%, co odpowiada najczęściej używanej prędkości mieszadła zainstalowanego w statywie elektrodowym.

Nowa wartość ustawionego napięcia zasilającego, tym samym nowa prędkość obrotowa będzie realizowana od pierwszego programowego włączenia mieszadła, np. przez wybór funkcji **tak**, w ramce: **Mieszanie**. Jeśli mieszadło włączy się przyciskiem na panelu czołowym statywu elektrodowego, to nowa prędkość obrotowa będzie realizowana dopiero po zamknięciu okna dialogowego **Akcesoria**.

Okienko parametrów młotka zrywającego krople, a w nim następujące parametry.

- **Siła młotka**, pozwalające na regulację napięcia zasilającego młotek, wyrażonego w procentach, możliwe jest ustawienie wartości od 0 do 99%, program przy włączeniu ustawia wartość 50%, co odpowiada przeciętnej sile uderzenia młotka zainstalowanego w statywie elektrodowym. Nowa wartość ustawionego napięcia zasilającego, tym samym nowa siła uderzenia będzie realizowana od pierwszego programowego włączenia młotka, np. klawiszem wirtualnym **Test młotka**. Jeśli młotek włączamy przyciskiem na panelu czołowym analizatora w polu **Akcesoria**, to nowa siła uderzenia będzie realizowana dopiero po zamknięciu okna dialogowego **Akcesoria**.
- **Czas impulsu młotka**, pozwala na określenie długości impulsu załączającego elektromagnes, możliwe jest ustawienie wartości od 1 do 999 ms, program przy włączeniu ustawia wartość 50 ms, najczęściej stosowaną przy współpracy z młotkiem zamontowanym w statywie elektrodowym. Nowa długość impulsu będzie realizowana od pierwszego programowego włączenia młotka, np. klawiszem wirtualnym ► **Test młotka**.



Rys. 3.21. Okno: **Akcesoria**.

Klawisze wirtualne:

- **Test młotka**, pozwala praktycznie sprawdzić poprawność nastaw parametrów impulsu załączającego elektromagnes. Podobne działanie ma przycisk zrywacza kropli na panelu czołowym statywu elektrodowego, który działa jednak przy ustalonym czasie długości impulsu = 50 ms. Włączenie młotka sygnalizowane jest zawsze zapaleniem się lampki kontrolnej w polu włącznika ręcznego na panelu czołowym statywu elektrodowego, a czas włączenia lampki jest równy czasowi włączenia młotka.
- **Test zaworu CGMDE (10ms)**, pozwala praktycznie sprawdzić poprawność regulacji mechanicznej i wartości napięcia zasilającego elektromagnes zaworu dozującego rtęć. Podobne działanie ma przycisk ręczny zaworu dozującego rtęć na panelu czołowym statywu elektrodowego. W obu przypadkach czas załączenia zaworu jest ograniczony do 10 ms.

Do bardziej zaawansowanego testowania zaworu dozującego służy funkcja ► **Pomiar ► Test CGMDE** . Włączenie zaworu sygnalizowane jest zawsze zapaleniem się lampki kontrolnej na panelu czołowym statywu elektrodowego, a czas włączenia lampki jest równy czasowi włączenia zaworu.

- **Odtlenianie** ramka ręcznego sterowania zaworu trójdrożnego gazu obojętnego z opcjami:
 - **tak**, zawór włączony, gaz jest podawany do wyjścia odtleniania, (PURGE) umieszczonego w pobliżu dna naczynka pomiarowego.
 - **nie**, zawór wyłączony, gaz jest podawany do wyjścia osłony gazowej, (BLANKET) umieszczonego nad roztworem.

W warunkach rzeczywistego pomiaru zawór gazu jest sterowany programowo i przełączany jednocześnie z mieszadłem. Włącznik ręczny zaworu znajduje się na panelu czołowym statywu elektrodowego. Załączenie zaworu przyciskiem sterowania ręcznego, sygnalizowane zapaleniem lampki kontrolnej na panelu, jest jednoznaczne z wybraniem opcji **tak**.

- **Mieszanie** ramka włącznika mieszadła, z funkcjami:
 - **tak**, mieszadło włączone, praca mieszadła zostanie przerwana programowo jedynie w czasie pomiaru, z wyprzedzeniem czasowym, określonym w okienku **Mieszadło**, w oknie dialogowym **Parametry pomiaru**.
 - **nie**, mieszadło wyłączone, poza odcinkami czasowymi wyznaczonymi przez program Włącznik działa analogicznie do przycisku ręcznego na panelu czołowym statywu elektrodowego, włączenie mieszadła jest sygnalizowane zapaleniem lampki na panelu czołowym.

UWAGA! Jeżeli mieszadło i/lub zawór trójdrożny gazu obojętnego, zostały załączone przez operatora przyciskami na panelu czołowym statywu elektrodowego, to w prezentowanej wersji oprogramowania, nie zostaną one programowo odłączone przed rozpoczęciem pomiaru. Jeśli akcesoria zostały załączone z panelu statywu należy je tymi samymi przyciskami wyłączyć, wyjątek stanowi sytuacja, gdy z przyczyn metodycznych wskazane jest załączenie mieszadła lub zaworu w czasie trwania pomiaru.

3. 2. 5. FUNKCJA ► Pomiar ► Test CGMDE

Funkcja ta jest uzupełnieniem funkcji **Akcesoria**, otwiera ona okno dialogowe (patrz: Rys. 3.22), pozwalające zweryfikować prawidłowość ustawienia zaworu dozującego rtęć, tak pod względem mechanicznym jak i parametrów impulsów otwierających. Test powinien być przeprowadzany w warunkach maksymalnie zbliżonych do warunków pomiaru. Zasada testu polega na wyznaczeniu liczby impulsów generujących kroplę maksymalną, tj. taką, która odrywa się pod własnym ciężarem. Wielokrotne powtórzenie testu pozwala sprawdzić powtarzalność wielkości powierzchni generowanej kropli, która jest podstawowym kryterium poprawności działania elektrody CGMDE. Każdy test, po ustawieniu parametrów czasowych i potencjału, rozpoczyna się wirtualnym klawiszem **Start testu**, a kończy, naciśnięciem, natychmiast po zerwaniu się kropli, klawisza **Koniec testu**. Przebieg testu jest zapamiętywany i aktualizowany po wygenerowaniu każdej kropli w ramce **Wyniki testu**. Wirtualny klawisz **Inicjalizacja**, powoduje wyzerowanie okienek danych w ramce **Wyniki**, co pozwala na rozpoczęcie nowej serii testów.

Okno dialogowe **Test kropli elektrody CGMDE** zawiera następujące elementy.



Rys. 3.22. Okno pomocnicze: **Test CGMDE**.

- **Otwarcie zaworu**, czas trwania impulsu otwierającego zawór, możliwe jest ustawienie czasu otwarcia od 1 do 999 ms. Najlepsza powtarzalność powierzchni kropli jest uzyskiwana przy czasach otwarcia zaworu w zakresie od 5 do 40 ms.
- **Czas przerwy**, czas przerwy pomiędzy kolejnymi impulsami otwierającymi zawór elektrody, możliwe jest ustawienie czasu przerwy w zakresie od 1 do 9999 ms. Zawór najlepiej pracuje przy czasach przerwy powyżej 100 ms, przy krótszych czasach powtarzalność kropli może być nieco gorsza, szczególnie, gdy regulacja zaworu nie jest optymalna.
- Okienko **Potencjał**, ze znacznikiem załączenia (checkbox), umożliwia przeprowadzenie testu z utrzymaniem na elektrodzie potencjału, którego wartość można zadać w zakresie, od -4000mV do +4000mV. Znacznik informuje, czy funkcja załączenia potencjału jest aktywna. Przeprowadzenie testu z wymuszonym potencjałem pozwala, w niektórych wypadkach, przybliżyć warunki testu do warunków pomiaru, szczególnie wtedy, gdy procesy elektrodowe mogą zmieniać napięcie powierzchniowe rtęci a tym samym czas życia kropli.
UWAGA: Wybranie potencjału bardziej dodatniego, od anodowego rozpuszczania rtęci może spowodować trwałe zatkanie kapilary a potencjał bardziej ujemny od potencjału rozkładu elektrolitu podstawowego, wydzielanie np. gazowego wodoru na powierzchni kropli.

Klawisze wirtualne

- **Start testu**, inicjalizuje serię impulsów generujących kroplę, zgodnie z wartościami ustawionych czasów i potencjału.
- Test przerywa się naciskając klawisz **Koniec testu** w momencie oderwania się od kapilary kropli maksymalnej. Potwierdzenie zakończenia testu w oknie dialogowym (patrz: Rys. 3.23) aktualizuje dane testów w ramce **Wyniki** i pozwala na rozpoczęcie generacji następnej kropli testowej.
- **Inicjalizacja**, zeruje wyniki testów, prezentowane w ramce **Wyniki**.

W ramce **Wyniki** podawane są następujące informacje:

- **Liczba testów**, równą liczbę wygenerowanych kropeł
- **Wynik średni**, podaje średnią arytmetyczną ilości impulsów generujących kroplę maksymalną dla wszystkich wygenerowanych kropeł
- **Odchylenie standardowe**, dla wszystkich kropeł wygenerowanych w danej serii testów
- **Liczba impulsów**, w czasie trwania testu podaje liczbę impulsów, które zostały wysłane do zaworu dozującego przez układ generacyjny, po naciśnięciu klawisza **Koniec testu**, w momencie oderwania się kropli od kapilary, licznik pokazuje liczbę impulsów, potrzebnych do wygenerowania kropli maksymalnej, liczba ta jest wyświetlana rozpoczęcia nowego testu.



Rys. 3.23. Okno: **Test kropli elektrody CGMDE.**

3. 3. OPIS FUNKCJI MENU Interpretacja

Po rozwinięciu pozycji menu głównego **Interpretacja** dostępne są następujące funkcje:

- **Ustawienia**
- **Wygładzanie**
- **Usuwanie zaburzeń impulsowych**
- **Uśrednianie**
- **Współrzędne względne**
- **Szukanie pików**
- **Zapamiętywanie krzywej aktywnej jako tła**
- **Generacja tła**
- **Odejmowanie tła od aktywnych**
- **Odejmowanie tła od nieaktywnych**
- **Przesuwanie**
- **Analiza statystyczna pików/fali**
- **Zmiana nazwy krzywej**
- **Schowek**

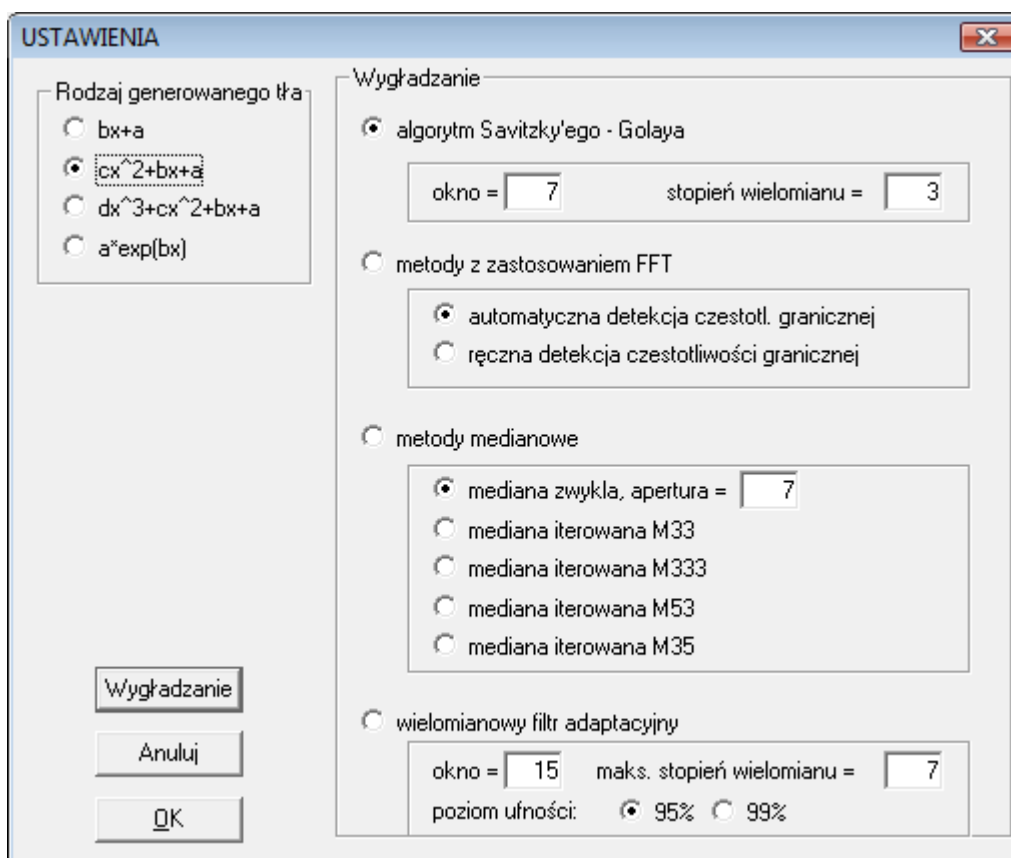
Wszystkie funkcje menu **Interpretacja** mają zastosowanie do krzywych pomiarowych uzyskanych w technikach impulsowych oraz technice LSV. Niektóre funkcje (np. **Generacja tła**, **Przesuwanie**) wykonywane są na jednej krzywej aktywnej i brak krzywej aktywnej lub obecność wielu krzywych aktywnych uniemożliwia ich prawidłowe przeprowadzenie. Dla krzywych uzyskanych w pomiarach cyklicznych i wielocyklicznych możliwe jest, w takim wypadku, wykonywanie modyfikacji jedynie przez wskazanie jednej krzywej z części katodowej lub anodowej przebiegu cyklicznego.

Efekty modyfikacji krzywych nie zmieniają zawartości plików źródłowych, ale też mogą być bezpowrotnie stracone, jeśli nie zostanie utworzony nowy plik zawierający przetworzone krzywe. Aby utworzyć nowy plik, zawierający wszystkie przetworzone krzywe przedstawione na ekranie, należy skorzystać z funkcji **Aktywuj wszystkie krzywe** a następnie ►**Plik** ►**Zapisz jako**. Wykonanie operacji modyfikujących oryginalne wyniki pomiaru jest odnotowywane w parametrach, jeżeli efekt tych operacji został zapisany w pliku.

3. 3. 1. FUNKCJA ► Interpretacja ► Ustawienia

Wybranie funkcji ►**Interpretacja** ►**Ustawienia** otwiera okno dialogowe (patrz: Rys. 3.24), w którym użytkownik określa rodzaj funkcji wykorzystywanej do generacji tła (tło aproksymowane wielomianem pierwszego, drugiego lub trzeciego stopnia lub

tło wykładowe) oraz metodę wygładzania, scharakteryzowane szczegółowo przy omawianiu funkcji ► **Interpretacja** ► **Generacja tła** oraz ► **Interpretacja** ► **Wygładzanie**.



Rys. 3.24. Okno: **Ustawienia**.

3. 3. 2. FUNKCJA ► **Interpretacja** ► **Wygładzanie**

Funkcja ma zastosowanie do obniżenia poziomu widocznych zakłóceń na krzywej pomiarowej. Do eksperymentatora należy wybór odpowiedniego algorytmu wygładzania oraz ustalenie optymalnych parametrów jego działania (np. szerokości okna, stopnia wielomianu, częstotliwości odcięcia itp.). Krok ten jest szczególnie istotny w przypadku, gdy przetwarzane krzywe stanowią podstawę do wykonania oznaczenia analitycznego. Należy wybrać taki algorytm wygładzania, aby dalsze oznaczenia ilościowe oraz istotne parametry analityczne nie zostały pogorszone w procesie numerycznego przetwarzania sygnałów.

Program pozwala na wybranie jednej z czterech metod wygładzania w oknie **Ustawienia** (otwieranym przez wybranie pozycji ► **Interpretacja** ► **Ustawienia**). Wygładzanie przeprowadzane jest na krzywej aktywnej (krzywych aktywnych) i nie modyfikuje oryginalnych punktów pomiarowych przechowywanych w pliku. Krzywą otrzymaną w wyniku wygładzania można zachować korzystając z funkcji ► **Plik** ► **Zapisz jako** lub ► **Plik** ► **Dołącz**. Poniżej opisano poszczególne metody wygładzania.

Metody wygładzania z zastosowaniem algorytmu Savitzky'ego – Golaya wymagają podania następujących parametrów:

- okno – szerokość okna w punktach (liczba nieparzysta)
- stopień wielomianu – stopień wielomianu wygładzającego.

Do obliczania skrajnych punktów przebiegu brana jest odpowiednio mniejsza liczba punktów. Efekt wygładzenia wzrasta wraz z liczbą punktów branych do uśrednienia. Procedurę wygładzania można przeprowadzać wielokrotnie. Stosowanie wysokich stopni powoduje zadowalające odtworzenie dynamicznie zmieniającej się składowej użytecznej, jednak redukcja szumu losowego jest wtedy niewielka. Natomiast wielomiany niskich stopni pozwalają polepszyć redukcję szumu ale jednocześnie mogą spowodować np. obniżenie wysokości pików. Wybór optymalnego stopnia wielomianu dla całej krzywej jest często bardzo trudny. Jeżeli zachodzi konieczność korzystania z tej funkcji programu to wygładzanie musi dotyczyć wszystkich porównywanych ze sobą krzywych.

Metody wygładzania wykorzystujące Szybką Transformację Fouriera (FFT) można stosować bez podania parametrów transformacji – są one dobierane automatycznie. Metoda jest zoptymalizowana dla typowych warunków, w których szerokość pików obejmuje 50-100 punktów pomiarowych. Jeżeli pików są węższe mogą zostać zniekształcone.

Algorytmem, który umożliwia usunięcie impulsowych zakłóceń jest wygładzanie medianowe (MM). Zasada działania algorytmu opiera się na prostej operacji zastąpienia punktu środkowego w oknie przesuwanym wzdłuż wykresu – medianą punktów należących do tego okna. Niestety ta procedura zniekształca pików i obniża rozdzielczość krzywych i w związku z tym nie znajduje zastosowania w eliminacji zaburzeń losowych. Jako parametr należy podać wielkość okna (apertura). Możliwe jest dwukrotne powtórzenie operacji poprzez wybór opcji – mediana iterowana.

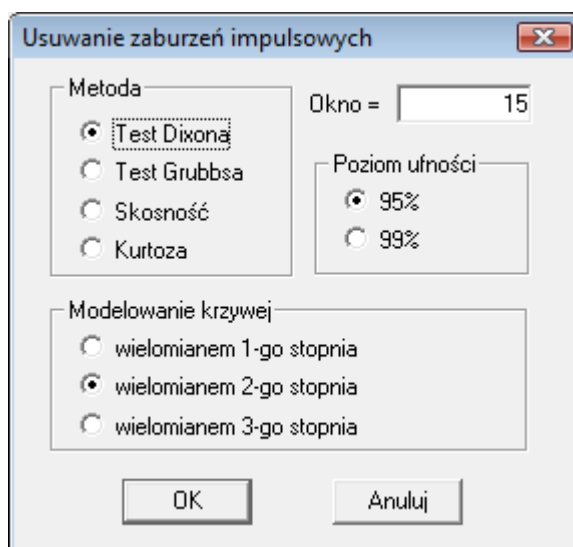
Zastępującym na uwagę narzędziem, które omija niedogodności algorytmu Savitzky'ego – Golaya jest adaptacyjny filtr wielomianowy ADPF (ang. Adaptive Degree Polynomial Filter). Zasada działania ADPF polega na aproksymacji poszczególnych fragmentów krzywej wielomianami różnego stopnia. Algorytm ten, którego stosowanie w dużej mierze bazuje na automatycznym doborze parametrów na podstawie testów statystycznych, wymaga zadania wielkości okna, maksymalnego stopnia wielomianu aproksymującego oraz poziomu ufności.

Adaptacyjny filtr wielomianowy posiada liczne zalety, dając przede wszystkim możliwość eliminacji zaburzeń, gdy krzywa eksperymentalna składa się z wielu pików o różnej szerokości. Dla krzywych voltamperometrycznych algorytm ADPF daje wyraźną poprawę kształtu krzywych i umożliwia odtworzenie jej pierwotnego przebiegu. Pozwala także na obniżenie granicy oznaczalności. Nie powoduje on pogorszenia czułości metody. W wielu przypadkach algorytm adaptacyjny daje o wiele lepszą poprawę parametrów analitycznych, w porównaniu z innymi algorytmami. Usuwanie szumów z krzywych o małej dynamice (szeroki pik, fala) daje wyniki porównywalne z innymi filtrami przy optymalnym wyborze ich parametrów działania.

3. 3. 3. FUNKCJA ► Interpretacja ► Usuwanie zaburzeń impulsowych

Funkcja (Rys. 3.25) działa na krzywej aktywnej. Usuwa punkty obciążone błędem grubym. Usuwane są te punkty, dla których przyrost jest znacząco większy od średniego przyrostu ostatnich pięciu punktów pomiarowych (a kolejny przyrost po nieprawidłowym) ma znak przeciwny. Jako kryterium uznania punktu za nieprawidłowy (tzn. obarczony błędem grubym) zastosowano do wyboru: test Deana-Dixona, test Grubbsa, analizę skośności oraz kurtozę na przyjętym poziomie ufności 95% lub 99%. Błędnie zmierzone wartości zastępowane z zastosowaniem procedury modelowania krzywej. Program dostarcza możliwości modelowania wielomianem pierwszego, drugiego oraz trzeciego stopnia. Po usunięciu wszystkich nieprawidłowych punktów wyświetlany jest zmodyfikowany przebieg. Lewym przyciskiem myszki potwierdza się wynik operacji, prawym powraca do sytuacji początkowej (wyświetlany jest przebieg pierwotny).

Funkcja nie modyfikuje pliku. Chcąc efekt jej działania zachować należy wykonać operacje ► **Plik** ► **Zapisz jako** lub ► **Plik** ► **Dołącz**. Procedura ► **Interpretacja** ► **Usuwanie zaburzeń impulsowych** uzupełnia procedury wygładzania.



Rys. 3.25. Okno dialogowe Usuwanie zaburzeń impulsowych.

3. 3. 4. FUNKCJA ► Interpretacja ► Uśrednianie

Funkcja umożliwia zastąpienie wszystkich krzywych prezentowanych na ekranie, zarówno aktywnych jak i nieaktywnych, przez krzywą będącą ich średnią arytmetyczną i polepszenie w ten sposób stosunku sygnału do szumu oraz zmniejszenie wpływu błędów przypadkowych na wysokość piku lub fali.

Każdy punkt krzywej uśrednionej jest otrzymywany jako średnia arytmetyczna odpowiednich punktów krzywych uśrednianych. Przed wykonaniem funkcji należy usunąć z ekranu wszystkie zbędne krzywe przez zastosowanie funkcji **Aktywuj krzywą** a następnie **Usuń aktywną krzywą**. Po wybraniu funkcji na ekranie obrazowana jest, w przeskalowanym układzie współrzędnych, nowa krzywa, będąca średnią arytmetyczną krzywych wejściowych. Ta metoda uśredniania jest

szczególnie przydatna przy wykonywaniu pomiarów polarograficznych, umożliwia zastąpienie operacji uśredniania podczas wykonywania pomiaru.

Główne zastosowanie funkcji to uśrednienie krzywych wykorzystywanych do konstrukcji prostej kalibracji, jeżeli pomiary dla poszczególnych roztworów kalibracyjnych był powtarzany kilkakrotnie. Nie zaleca się natomiast uśredniania przebiegów dla badanej próbki, ponieważ uniemożliwia ono analizę statystyczną wyniku (tj. wyznaczenie przedziału ufności i odchylenia standardowego).

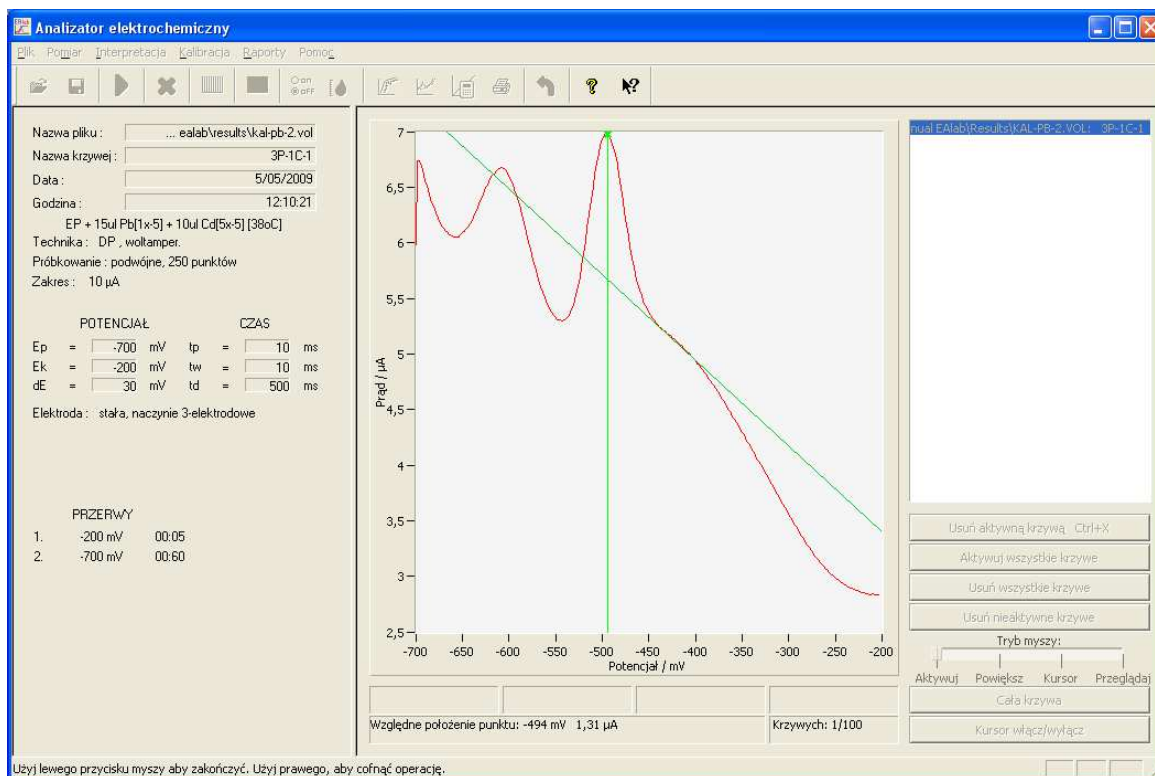
3. 3. 5. FUNKCJA ► Interpretacja ► Współrzędne względne

Opcja umożliwia odczytywanie współrzędnych punktów pomiarowych krzywej aktywnej względem prostej przechodzącej przez dwa dowolne punkty tej krzywej, wyznaczone przez użytkownika. Praktycznym zastosowaniem tej opcji jest możliwość odczytania względnej wysokości piku lub fali. W praktyce jest ona równoważna odjęciu tła prostoliniowego od krzywej aktywnej.

Po wybraniu opcji należy wskazać kursorem dowolny punkt na krzywej, wtedy na ekranie pojawia się kursor w kształcie pionowej linii. Gdy przesuwamy kursor rysowana jest prosta przechodząca przez dwa wskazane punkty. Po ponownym kliknięciu możemy przesuwać kursor wzdłuż krzywej pomiarowej a program obliczy i wyświetli na bieżąco współrzędną względną punktu na voltamperogramie. W dolnej części okna wykresów wyświetlane są:

- numer wybranego punktu pomiarowego,
- wartość zadanego dla tego punktu potencjału w mV (miliwoltach)
- wartość zmierzonego prądu w jednostkach zgodnych z opisem osi pionowej, których wartości zmieniają się wraz ze zmianą położenia kursora.
-

Kliknięcie prawym przyciskiem myszki pozwala na wycofanie operacji o jeden krok i daje ponownie możliwość ustalenia położenie pierwszego punktu, przez który będzie przebiegać prosta określająca tło. Dalszemu przemieszczaniu kursora towarzyszy teraz obraz prostej, wyrysowywanej w kolorze zielonym, która przechodzi przez pierwszy ustalony punkt i punkt aktualnego położenia kursora (patrz: rysunek 3.26). Ponowne kliknięcie lewym klawiszem myszki ustala położenie drugiego punktu prostej. Przemieszczanie kursora wzdłuż krzywej ponownie umożliwia odczytywanie wartości prądu względem wyrysowanej prostej.

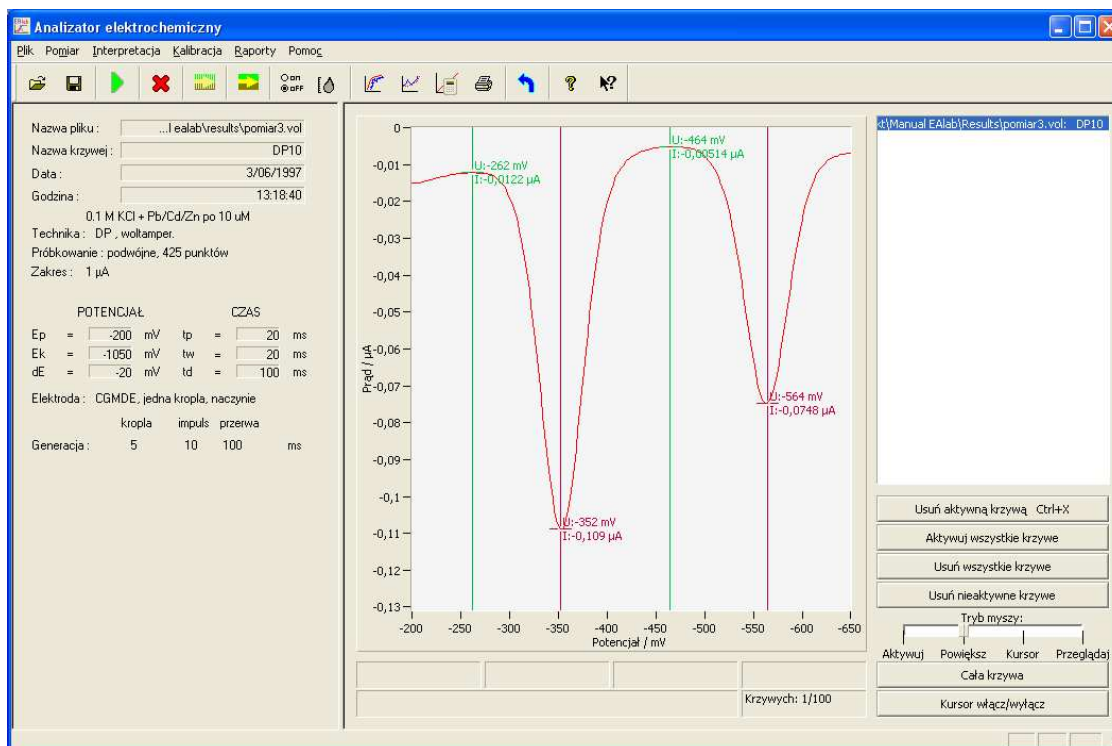


Rys. 3.26. Okno: Obliczanie współrzędnych względnych punktów.

Kliknięcie lewym klawiszem myszki umożliwia zakończenie realizacji funkcji, usuwając z ekranu obliczoną prostą. Możliwa jest teraz dalsza analiza krzywej z zastosowaniem funkcji menu **Interpretacja**.

3. 3. 6. FUNKCJA ► Interpretacja ► Szukanie pików

Opcja umożliwia automatyczną lokalizację pików na krzywej aktywnej. Po znalezieniu każdego pików jego współrzędne (potencjał oraz prąd) wyświetlane są na wykresie (rys. 3.27). Informacja o maksimach wyświetlana jest w kolorze zielonym, zaś o minimach – w kolorze czerwonym. Możliwe jest powiększenie fragmentu wykresu w celu szczegółowej analizy wskazanych przez program pików.



Rys. 3.27. Okno: Szukanie pików.

Zakończenie działania funkcji następuje poprzez kliknięcie w oknie wykresów. Wtedy pionowe linie (kursory) oraz komunikaty tekstowe są usuwane. Informacja o zlokalizowanych pikach nie jest zapamiętywana i wykorzystywana przez program. Uwaga! Podczas pracy w trybie **Powiększ** nie jest możliwe usunięcie informacji o pikach poprzez kliknięcie w oknie wykresów.

3. 3. 7. FUNKCJA ► Interpretacja ► Zapamiętywanie k. aktywnej jako tła

Wybór funkcji umożliwia zapamiętanie krzywej aktywnej. W dalszym przetwarzaniu może ona zostać wykorzystana jako linia bazowa.

Jeżeli przed wybraniem funkcji ► **Interpretacja ► Odejmovanie tła ...**, tło nie było wygenerowane, zostanie wyświetlony komunikat **Brak tła** (Rys. 3.28).

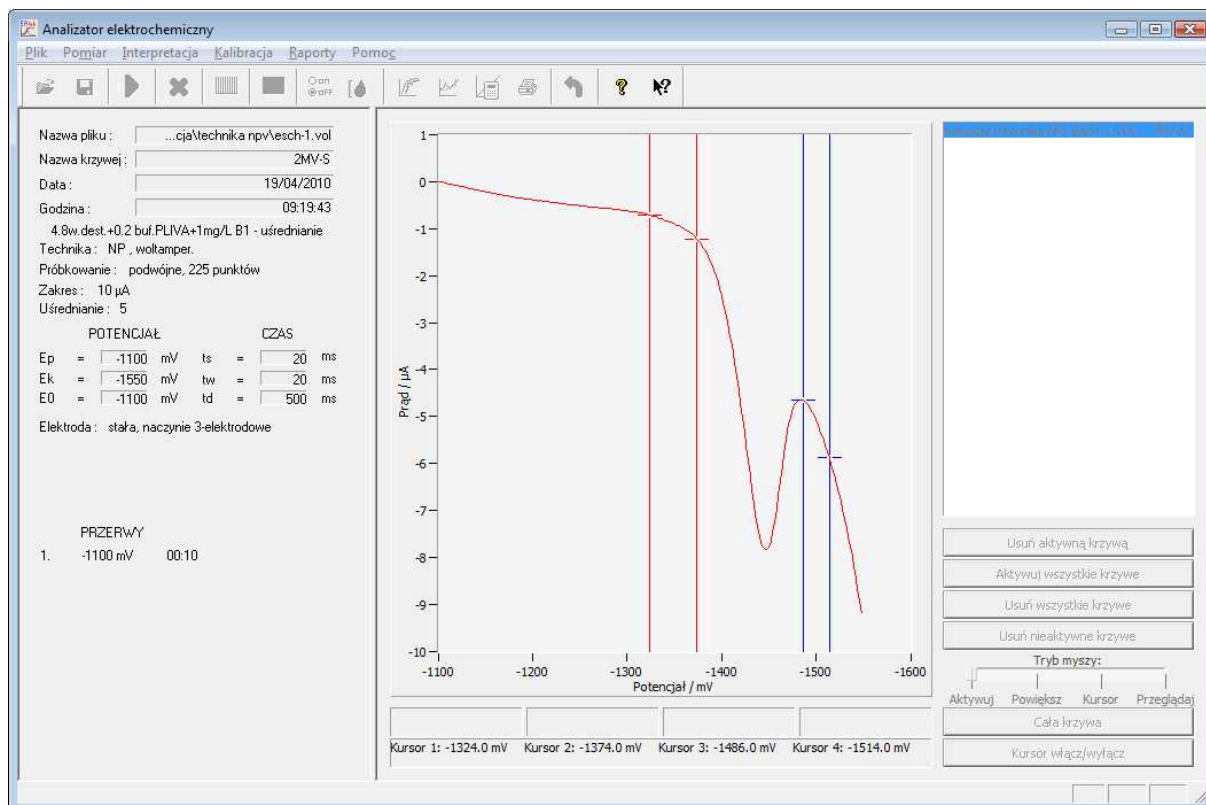


Rys. 3.28. Okno: Brak tła.

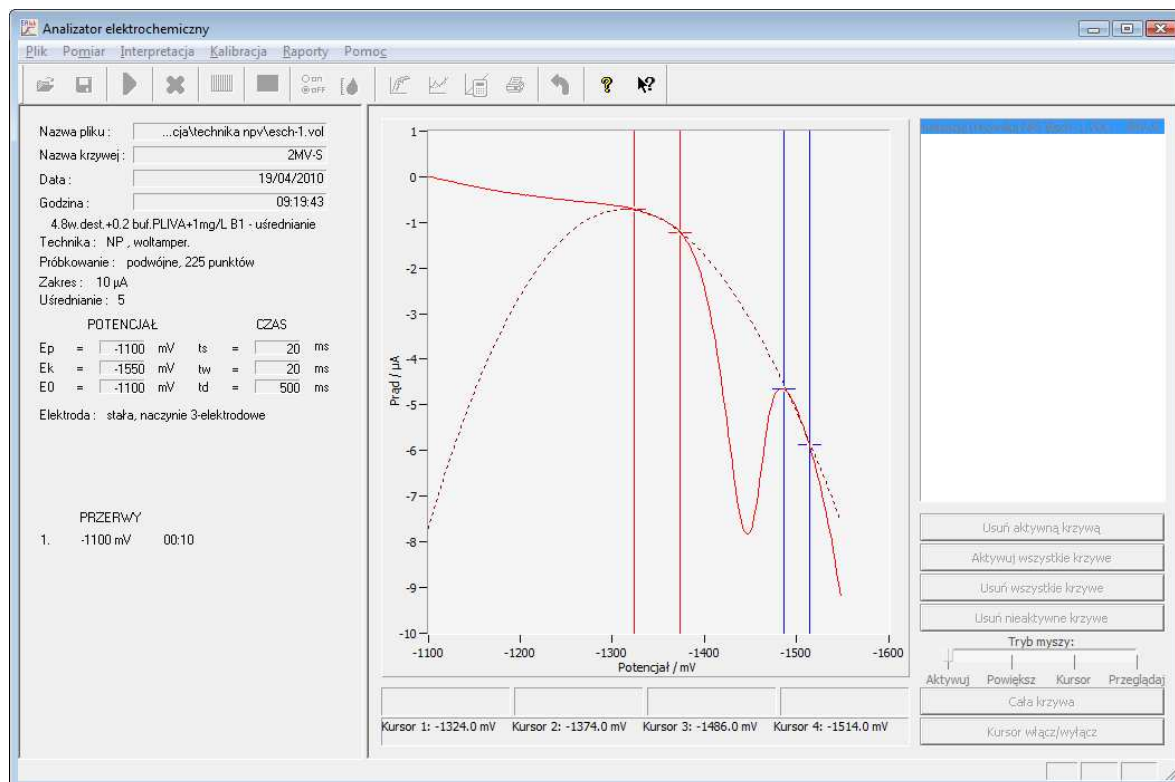
3. 3. 8. FUNKCJA ► Interpretacja ► Generacja tła

Funkcja umożliwia wygenerowanie tła, tj. krzywej, aproksymowanej funkcją wybraną w oknie **Ustawienia** (otwieranym przez wybranie funkcji ► **Interpretacja** ► **Ustawienia**). Parametry wybranej funkcji wyznaczane są metodą najmniejszych kwadratów na podstawie punktów pomiarowych znajdujących się w obrębie odcinków wskazanych przez użytkownika w procesie generacji tła. Sposób generacji tła jest następujący:

- Po wybraniu funkcji pojawia się kursor w postaci pionowej linii, którym wybiera się na krzywej aktywnej, przez kliknięcie lewym przyciskiem myszki, cztery punkty. Punkty te parami (tj. pierwszy z drugim i trzeci z czwartym), wyznaczają fragmenty krzywej, które są wykorzystywane do wyznaczenia (metodą najmniejszych kwadratów) równania krzywej aproksymującej tło.
- Po zaznaczeniu ostatniego, czwartego punktu (rys. 3.29), program automatycznie odwzoruje, w kolorze niebieskim, krzywą aproksymującą tło (rys. 3.30).
- Ponowne kliknięcie lewego przycisku myszki spowoduje odjęcie tła od krzywej aktywnej (rys. 3.31).
- Zmodyfikowana krzywa aktywna zostaje po przeskalowaniu zaprezentowana na ekranie.
- Ponowne kliknięcie lewym przyciskiem myszki powoduje wyjście z funkcji generacji tła, wynik operacji jest nieodwracalny na ekranie. Natomiast kliknięcie prawym klawiszem myszki powoduje cofnięcie przebiegu generacji tła o jeden krok. Na ekranie pojawia się ponownie krzywa aktywna z zaznaczonymi punktami i wygenerowanym przebiegiem tła. Jeśli wyrysowany przebieg tła, nie spełnia oczekiwań to można go usunąć, naciskając prawy klawisz myszki. Możliwy jest ponowny wybór jednego z punktów określających generowane tło. Niepożądany punkt można usunąć naprowadzając na niego kursor i naciskając prawy klawisz myszki. Kursorem i lewym klawiszem myszki wyznacza się ponownie czwarty, brakujący punkt. Ponownie generuje tło i odejmuje od krzywej aktywnej. Wszystkie opisane czynności można, do momentu zamknięcia funkcji, wykonywać wielokrotnie, precyzyjnie modyfikując przebieg generowanego tła.

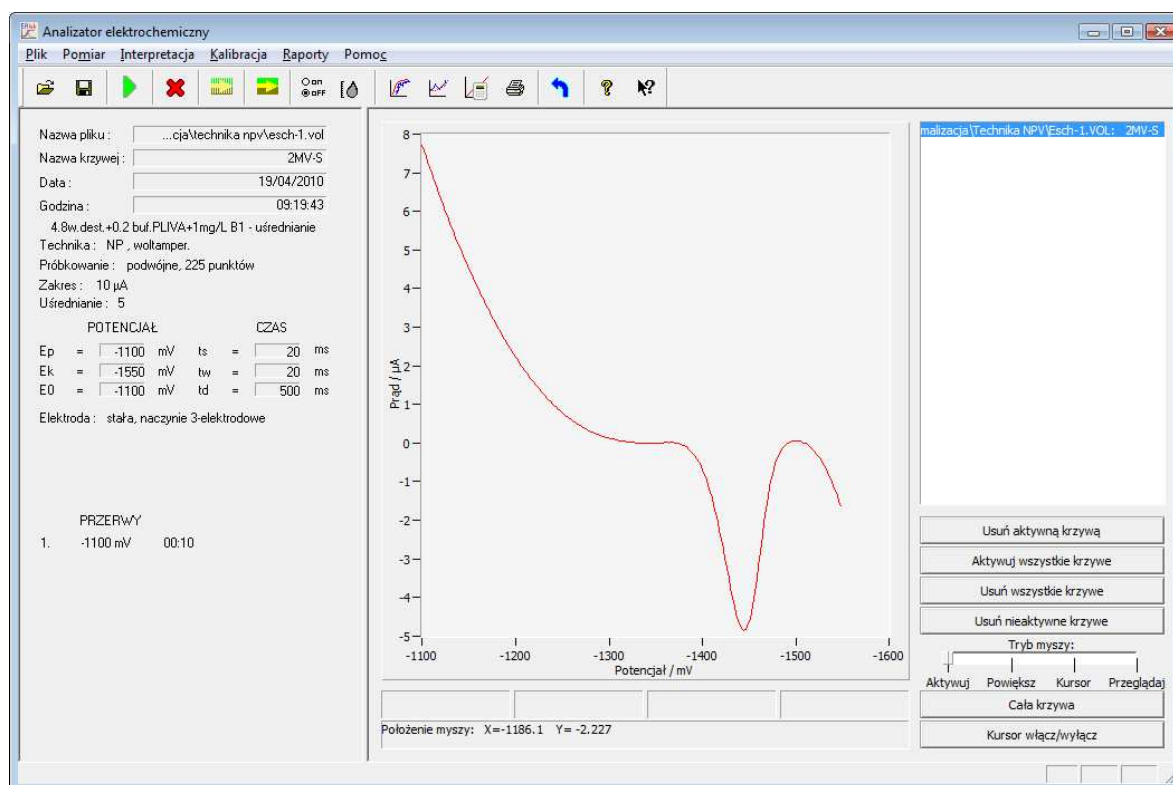


Rys. 3.29. Generacja tła – wybór przedziału do obliczeń.



Rys. 3.30. Generacja tła wielomianowego dla przykładowej krzywej pomiarowej.

Tło jest zapamiętywane i może zostać dalej wykorzystane w obliczeniach. Na rysunku 3.30 przedstawiono zaznaczone punktami fragmenty krzywej, wykorzystane do generacji tła oraz wygenerowane na ich podstawie tło wykładnicze.



Rys. 3.31. Krzywa po odjęciu wygenerowanego tła.

3. 3. 9. FUNKCJA ► Interpretacja ► Odejmowanie tła od aktywnych

Funkcja odejmuje od krzywej (lub krzywych) aktywnych zapamiętane tło, które zostało wcześniej wygenerowane lub utworzone na podstawie krzywej eksperymentalnej. Program automatycznie dokona odejmowania tła od wszystkich krzywych aktywnych, które po przerysowaniu i przeskalowaniu układu współrzędnych zostaną zaprezentowane na ekranie.

3. 3. 10. FUNKCJA ► Interpretacja ► Odejmowanie tła od nieaktywnych

Funkcja odejmuje od krzywej (lub krzywych) nieaktywnych zapamiętane tło, które zostało wcześniej wygenerowane lub utworzone na podstawie krzywej eksperymentalnej. Program automatycznie dokona odejmowania tła od wszystkich krzywych nieaktywnych, które po przerysowaniu i przeskalowaniu układu współrzędnych zostaną zaprezentowane na ekranie.

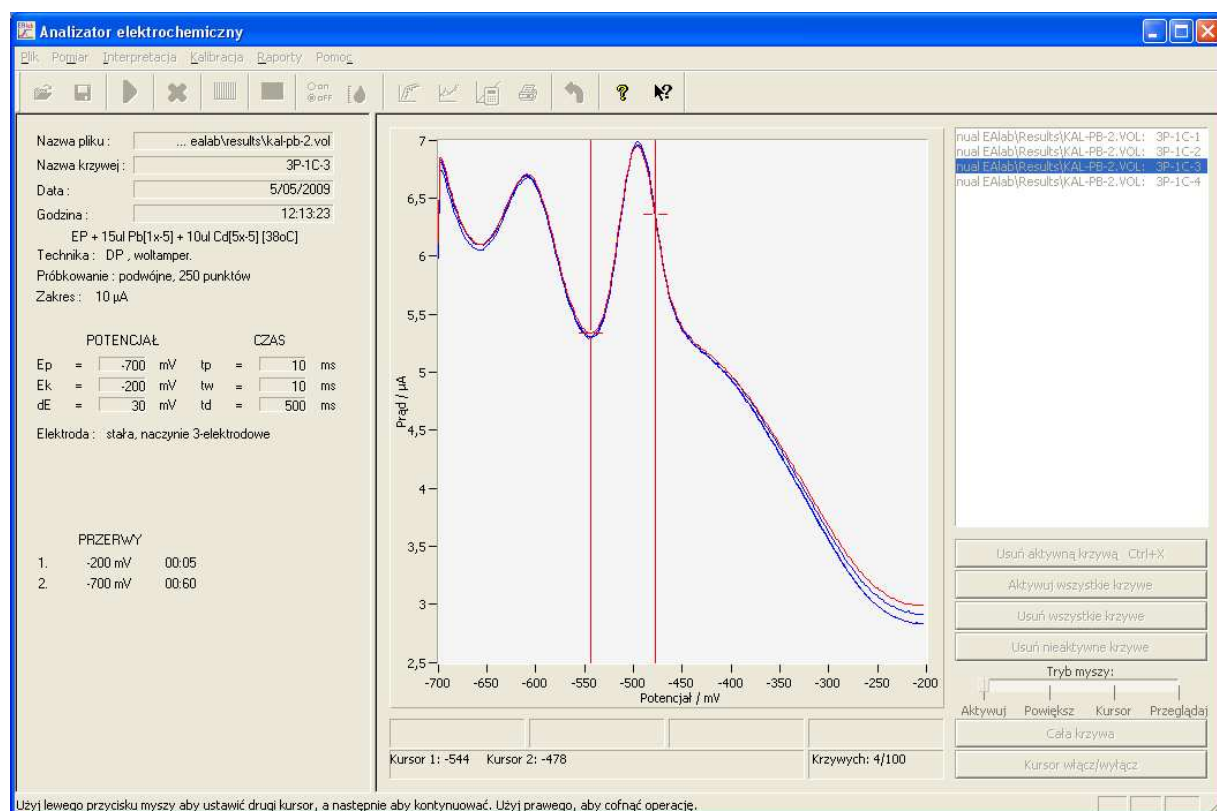
3. 3. 11. FUNKCJA ► Interpretacja ► Przesuwanie

Funkcja pozwala na przesunięcie krzywej aktywnej, w osi pionowej, o wartość określoną przez pozycję kursora myszki. Aby funkcja mogła być wykonana na ekranie musi się znajdować jedna krzywa aktywna. Krzywa jest przerysowywana a układ współrzędnych przeskalowany po osi pionowej.

Na przerysowanym wykresie kursor myszki umieszczony jest w miejscu, jakie zajmował w starym układzie współrzędnych. W przypadku, gdy na ekranie znajduje się tylko jedna krzywa o jej przesunięciu informuje zmiana wartości współrzędnych na osi pionowej. Przesunięcie można wykonywać wielokrotnie bez potrzeby wchodzenia do menu **Interpretacja**. Opcję opuszcza się kliknięciem prawego przycisku myszki lub przez wybór innej funkcji menu.

3. 3. 12. FUNKCJA ► Interpretacja ► Analiza statystyczna piku/fali

Wywołanie funkcji ► **Interpretacja ► Analiza statystyczna** wyświetla na ekranie kursor w postaci pionowej prostej (patrz: Rys. 3.32).

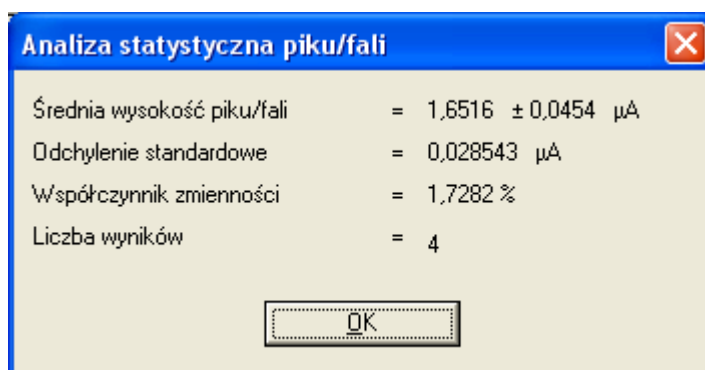


Rys. 3.32. Okno pomiarowe z kursorami do wykonania analizy statystycznej zestawu krzywych.

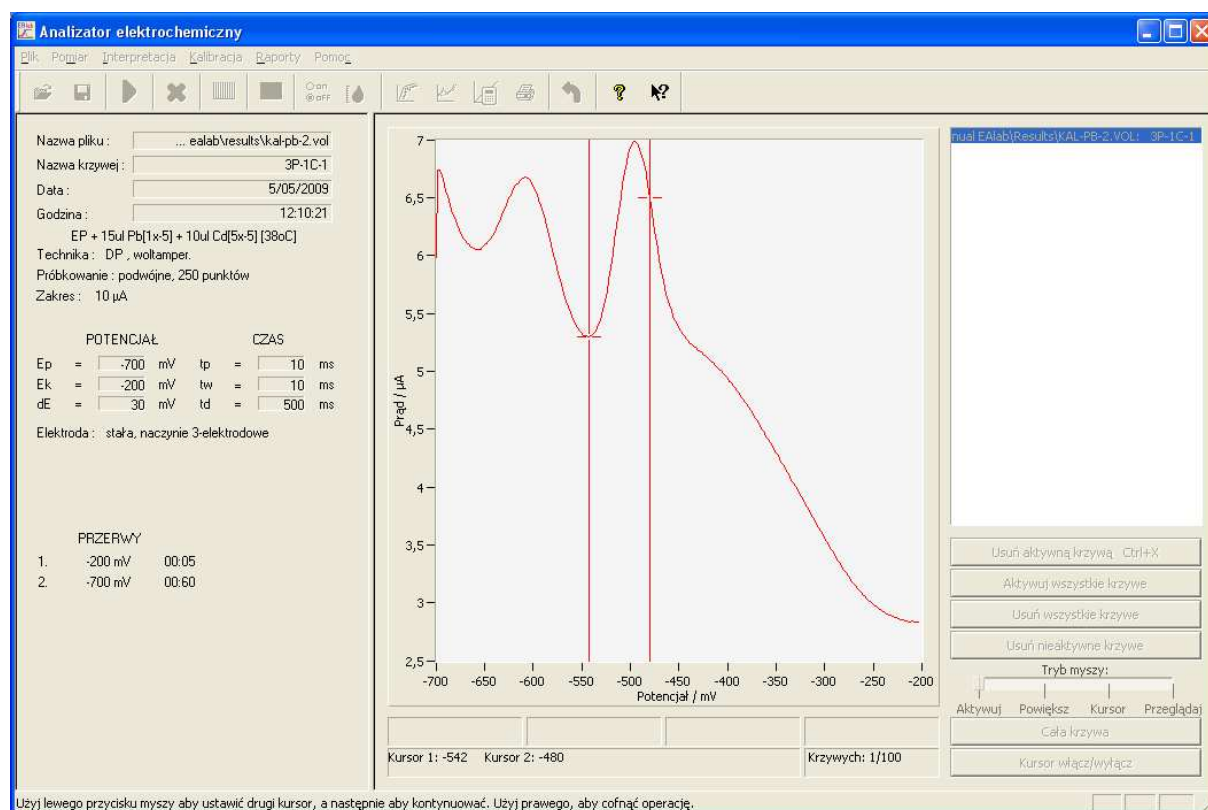
Kursor należy naprowadzić myszką na fragment krzywej, poprzedzający pik/falę depolaryzatora, które podlegają analizie. Po ustaleniu jego pozycji przez naciśnięcie lewego klawisza myszki pojawia się drugi kursor, który naprowadza się na fragment krzywej tak, aby interesujący pik/fala znajdowała się pomiędzy kursorami. Przed

ustaleniem pozycji drugiego kursora możliwe jest naprzemienne włączanie kursorów prawym klawiszem myszki. Pozycję drugiego kursora ustala się przez podwójne kliknięcie lewego klawisza myszki. Od tego momentu dalsza zmiana pozycji kursorów jest niemożliwa. Wysokość pików/fal odczytywana jest, dla wszystkich krzywych wyświetlonych na ekranie, jako różnica między maksymalną i minimalną wartością prądu we fragmencie krzywej, ograniczonym pozycją obu kursorów.

Po określeniu pozycji dwóch kursorów wyświetlone zostaje okno dialogowe, przedstawione na rysunku 3.33.



Rys. 3.33. Okno: Analiza statystyczna piku/fali.



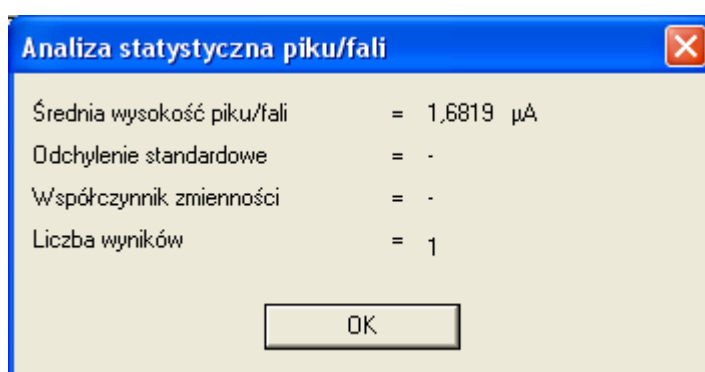
Rys. 3.34. Okno pomiarowe z kursorami do obliczenia wysokości piku/fali jednej krzywej.

W oknie prezentowane są następujące informacje:

- średnia wysokość piku/fali, wraz z przedziałem ufności (obliczonym dla poziomu ufności 0.95)
- odchylenie standardowe
- współczynnik zmienności
- liczba wyników, które zostały wykorzystane do analizy statystycznej.

W dolnej części okna dialogowego umieszczone jest przycisk wirtualny, który powoduje zamknięcie okna.

Możliwe jest także wykonanie analizy, gdy wyświetlona jest tylko jedna krzywa (rys. 3.34). Wtedy wyświetlone zostanie okno dialogowe pokazane na rys. 3.35.



Rys. 3.35. Okno: **Analiza statystyczna piku/fali**. Analiza jednej wczytanej krzywej.

3. 3. 13. FUNKCJA ► Interpretacja ► Zmiana nazwy krzywej

Funkcja ► **Interpretacja** ► **Zmiana nazwy krzywej** umożliwia wprowadzenie nowej nazwy krzywej aktywnej oraz wprowadzenie lub modyfikację komentarza powiązanego z tą krzywą. Nazwa krzywej nie może przekraczać 7 znaków, zaś komentarz 49 znaków. Uwaga! Wprowadzona zmiana nie jest wpisywana do pliku. Aby zmianę zarejestrować o odpowiednim pliku .vol, należy krzywe bądź krzywą zapisać.

3. 3. 14. FUNKCJA ► Interpretacja ► Schowek

Funkcja ► **Interpretacja** ► **Schowek** umożliwia wykonanie kopii okna wykresów do schowka. Wykresy kopiowane są wraz z opisem osi.

3. 3. 14. FUNKCJA ► Interpretacja ► Potencjał/czas

Funkcja umożliwia wyskalowanie osi poziomej okna pomiarowego w jednostkach czasu i interpretację krzywej jako zależności prądu w czasie. Skalowanie układu współrzędnych odbywa się automatycznie na podstawie wartości czasów podanych w opcjach ► **Pomiar** ► **Parametry pomiaru - techniki impulsowe** - i

► **Pomiar** ► **Parametry pomiaru – techniki liniowe**. Oś czasu będzie wyskalowana w milisekundach. Zamianę skali osi poziomej można wykonywać wielokrotnie, wybór opcji ► **Interpretacja** ► **Potencjał/czas** naprzemiennie przeskalowuje oś poziomą w jednostkach czasu i potencjału. Najbardziej oczywistym zastosowaniem tej opcji jest interpretacja krzywych zarejestrowanych w warunkach stałego potencjału lub przy rejestracji krzywych typu i-t. Nie ma możliwości wykorzystania tego wariantu prezentacji krzywych podczas pomiaru. W takim przypadku program automatycznie wybiera na osi poziomej zmienną potencjał.

3. 4. OPIS FUNKCJI MENU Kalibracja

Rozwinięcie pozycji menu głównego **Kalibracja** zawiera następujące opcje:

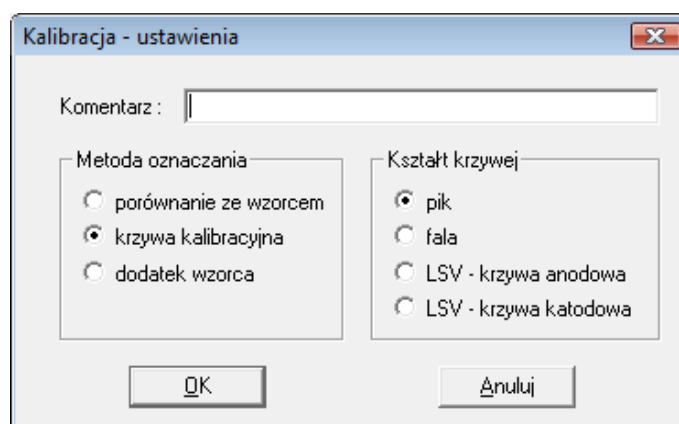
- **Ustawienia**
- **Dane do kalibracji**
- **Wynik oznaczenia**
- **Granica oznaczalności**
- **Nowa kalibracja**
- **Czytaj kalibrację**
- **Zapisz kalibrację**
- **Pokaż kalibrację**
- **Analiza statystyczna wyników**

Analizator **M161** pozwala na wyznaczenie stężenia w oparciu o liniową zależność kalibracyjną, wyznaczoną przy użyciu roztworów wzorcowych, metodą dodatku wzorca lub przez porównanie ze wzorcem.

Kalibracja może być dokonana za pomocą jednego roztworu (tzw. metoda porównania z wzorcem, która zakłada, że krzywa kalibracyjna przechodzi przez początek układu współrzędnych), dwóch roztworów (bez możliwości wyznaczenia przedziałów ufności parametrów prostej) lub większej liczby roztworów (wyznaczona będzie prosta regresji wraz z przedziałami ufności parametrów i współczynnikiem korelacji, które można obliczyć korzystając z funkcji menu **Kalibracja**).

3. 4. 1. FUNKCJA ► Kalibracja ► Ustawienia

Wybranie funkcji menu ► **Kalibracja** ► **Ustawienia** powoduje wyświetlenie okna **Kalibracja - ustawienia** pokazanego na rysunku 3.36.

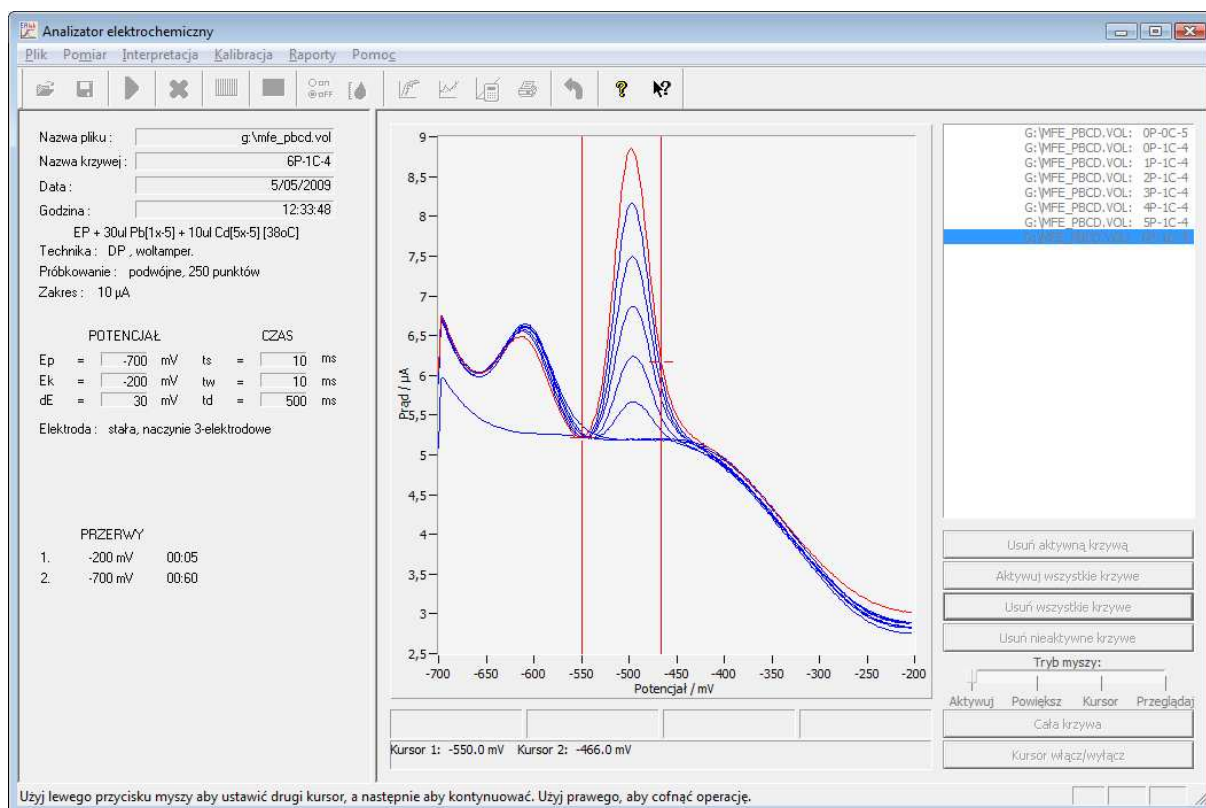


Rys. 3.36. Okno **Kalibracja - ustawienia** menu **Kalibracja**.

W oknie dokonuje się wyboru metody oznaczenia i kształtu interpretowanej krzywej. Metody oznaczenia tj. porównanie ze wzorcem, metoda krzywej kalibracji oraz metoda dodatku wzorca są opisane ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia**. Ponadto można wpisać komentarz, który zostanie wydrukowany w raporcie.

3. 4. 2. FUNKCJA ► Kalibracja ► Dane do kalibracji

Przed rozpoczęciem wyznaczania prostej kalibracji należy umieścić na ekranie wszystkie krzywe pomiarowe, maksymalnie 15, które mają zostać wykorzystane do kalibracji (mogą to być krzywe wczytane z pliku lub krzywe aktualnie zmierzone). Maksymalna liczba krzywych jest ograniczona pojemnością okna dialogowego parametrów kalibracji (Rys. 3.34). Jeżeli uprzednio wyznaczano już krzywą kalibracyjną to trzeba ją skasować poprzez wywołanie funkcji ► **Kalibracja** ► **Nowa kalibracja**. Wywołanie funkcji ► **Kalibracja** ► **Dane do kalibracji** wyświetla na ekranie kursor w postaci pionowej prostej (patrz: Rys. 3.37). Kursor należy naprowadzić myszką na fragment krzywej, poprzedzający pik depolaryzatora, dla którego wykonuje się kalibrację. Po ustaleniu jego pozycji przez naciśnięcie lewego klawisza myszki pojawia się drugi kursor, który naprowadza się na fragment krzywej tak, aby interesujący pik znajdował się pomiędzy kursorami. Przed ustaleniem pozycji drugiego kursora możliwe jest naprzemienne włączanie kursorów prawym klawiszem myszki. Pozycję drugiego kursora ustala się przez podwójne kliknięcie lewego klawisza myszki. Od tego momentu dalsza zmiana pozycji kursorów jest niemożliwa. Wysokość pików odczytywana jest, dla wszystkich krzywych obecnych na ekranie, jako różnica między maksymalną i minimalną wartością prądu we fragmencie krzywej, ograniczonym pozycją obu kursorów.



Rys. 3.37. Okno z kursorami do wyznaczania wysokości pików dla kalibracji.

Po potwierdzeniu pozycji drugiego kursora otwierane jest okno dialogowe, umożliwiające wpisanie danych do kalibracji, przedstawione na rysunku 3.38.

W oknie **Dane do kalibracji** wyświetlane są następujące informacje:

- nazwa pliku, z którego pochodzi dana krzywa
- nazwa krzywej
- obliczona przez program wysokość pików, znajdującego się pomiędzy kursorami, podana wraz z jednostką.

Nazwa pliku	Nazwa krzywej	Wysokość pików/fali	Stężenie
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	0P-1C-4	0.1882 µA	0
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	1P-1C-4	0.4539 µA	2
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	2P-1C-4	1.0384 µA	4
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	3P-1C-4	1.6402 µA	6
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	4P-1C-4	2.2828 µA	8
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	5P-1C-4	2.9518 µA	10
...al EAlab\MFE_PBCD.VOL	6P-1C-4	3.6373 µA	12

Rys. 3.38. Okno: **Dane do kalibracji**.

Uwaga! Zawartość okna **Dane do kalibracji** nie jest sortowana według wzrastających prądów, lecz jest podawana w takiej kolejności, w jakiej wpisywane były krzywe. Należy zwrócić uwagę na właściwe przyporządkowanie stężeń krzywom przy wpisywaniu ich wartości.

W górnej części okna znajduje się ramka, w której użytkownik wybiera (poprzez zaznaczenie myszką) jednostkę, w której będzie wpisywał stężenie. Po prawej stronie okna umieszczone są ramki, do których należy wpisać stężenie odpowiadające poszczególnym krzywom (jeżeli oznaczenie ma być prowadzone metodą dodatku wzorca, w ramce odpowiadającej próbce wpisać należy stężenie „0”). Stężenie może zostać wpisane bezpośrednio do ramek, lub może zostać obliczone po otwarciu pomocniczego okna **Obliczanie stężenia**, pokazanego na

rysunku 3.39. Okno to otwiera się przez naciśnięcie myszką klawisza wirtualnego ► **Obliczanie stężenia** w dolnej części okna **Dane do kalibracji**.

W oknie **Obliczanie stężenia**, podobnie jak w oknie **Dane do kalibracji** wyświetlane są następujące informacje:

- nazwa pliku, z którego pochodzi dana krzywa
- nazwa krzywej
- wyznaczona wysokość pików, znajdującego się pomiędzy kursorami, podana wraz z jednostką.

Nazwa pliku	Nazwa krzywej	Wysokość pików/fali	Dodatek wzorca / ml
G:\MFE_PBCD.VOL	0P-1C-4	0.2150 μ A	0.0000
G:\MFE_PBCD.VOL	1P-1C-4	0.4539 μ A	0.0000
G:\MFE_PBCD.VOL	2P-1C-4	1.0384 μ A	0.0000
G:\MFE_PBCD.VOL	3P-1C-4	1.6402 μ A	0.0000
G:\MFE_PBCD.VOL	4P-1C-4	2.2828 μ A	0.0000
G:\MFE_PBCD.VOL	5P-1C-4	2.9518 μ A	0.0000
G:\MFE_PBCD.VOL	6P-1C-4	3.6373 μ A	0.0000

Rys. 3.39. Okno: **Obliczanie stężenia**.

W górnej części okna znajdują się ramki, w których użytkownik wpisuje następujące informacje:

- **Objętość roztworu V0**, podaną w mililitrach objętość początkową roztworu (jeżeli poszczególne stężenia uzyskiwane były przez kolejne dodatki roztworu

wzorcowego, bezpośrednio do naczynia pomiarowego) lub objętość kolbek miarowych, w których przygotowywano roztwory do kalibracji.

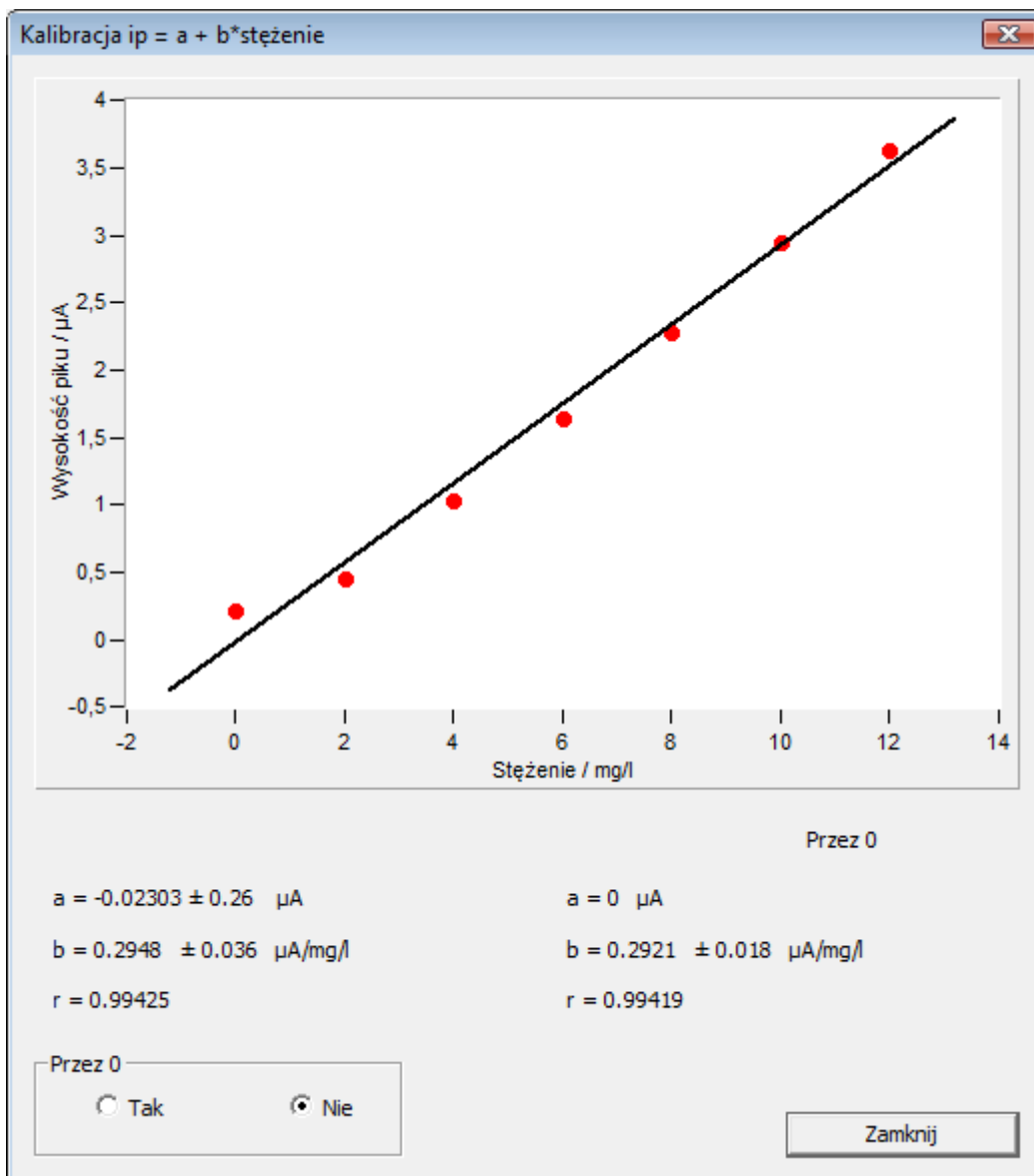
- **Stężenie wzorca CW**, stężenie roztworu wzorcowego, stosowanego do sporządzenia roztworów kalibracyjnych, w jednostkach takich samych, jakie zostały wybrane w oknie **Dane do kalibracji**.

Z prawej strony okna znajdują się ramki **dodatek wzorca [ml]**, w których użytkownik wpisuje sumaryczną objętość dodanego roztworu wzorcowego, odpowiadającą danej krzywej. Objętość roztworu wzorcowego nie będzie uwzględniona w obliczeniu stężenia jeśli znacznik **Nie uwzględniaj objętości wzorca**, w lewym, dolnym rogu okna zostanie załączony (checkbox).

Po wpisaniu wszystkich wymaganych informacji i sprawdzeniu ich prawidłowości należy przycisnąć klawisz wirtualny ► **OK** co spowoduje zamknięcie okna **Obliczanie stężenia**, obliczenie stężeń odpowiadających poszczególnym krzywym i wpisanie ich w odpowiednich ramkach okna **Dane do kalibracji**. W razie potrzeby czynność obliczania stężenia może być wielokrotnie powtarzana.

Po skompletowaniu danych w oknie **Dane do kalibracji** (Rys. 3.38) przystępuje się do wyznaczenie prostej kalibracji. W lewym, dolnym rogu okna (patrz: Rys. 3.38) znajduje się klawisz wirtualny ► **Kalibracja**, którego naciśnięcie powoduje obliczenie parametrów prostej kalibracji i wyświetlenie okna: **Kalibracja ip = a + b*stężenie**, przedstawionego na rysunku 3.40.

W oknie przedstawiona jest prosta kalibracji oraz jej parametry: wyraz wolny **a**, nachylenie **b** oraz współczynnik korelacji **r**.



Rys. 3.40. Okno: **Kalibracja ip = a + b*stężenie.**

W przypadku, gdy wyraz wolny w sensie statystycznym nie różni się istotnie od zera podawane są parametry alternatywnej prostej kalibracji przechodzącej przez początek układu współrzędnych (tzn. $a=0$). W ramce **Przez 0**, w prawym dolnym rogu okna dialogowego, użytkownik może wybrać, którą z prostych pragnie wykorzystać przy obliczaniu stężenia.

Prosta kalibracji, przechodząca przez środek układu współrzędnych, została przedstawiona na rysunku 3.36. W oknie dialogowym prezentowane są w tym wypadku parametry dwu prostych, źródłowej i zmodyfikowanej, przechodzącej przez środek układu współrzędnych.

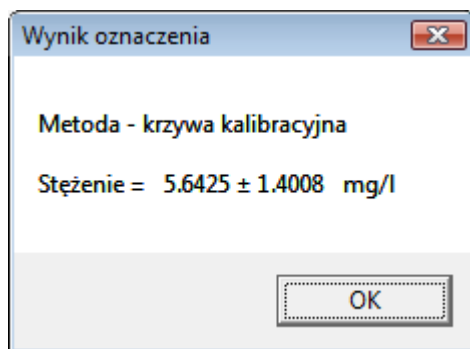
Do istniejącej kalibracji można dodać kolejne punkty, postępując w sposób opisany powyżej. W tym wypadku zachowuje się wyniki obliczeń w pamięci programu i nie wykonuje polecenia ► **Kalibracja** ► **Nowa kalibracja**.

Jeżeli kształtem krzywej jest fala, wszystkie czynności przy wprowadzaniu danych prowadzi się identycznie jak przy pikie. Jediną różnicą jest kształt krzywej.

3. 4. 3. FUNKCJA ► Kalibracja ► Wynik oznaczenia

Pozycja menu ► **Kalibracja ► Wynik oznaczenia** służy do wyznaczenia stężenia na podstawie aktualnej kalibracji. Aktualna kalibracja może być przeprowadzona zgodnie z opisem w punkcie ► **Kalibracja ► Dane do kalibracji** lub odczytana z pliku w funkcji ► **Kalibracja ► Czytaj kalibrację**.

- *Metoda krzywej kalibracji i metoda porównania z wzorcem.*
W celu wyznaczenia stężenia należy uprzednio umieścić na ekranie krzywą (krzywe) otrzymaną dla próbki o nieznanym stężeniu. Jeżeli uzyskany wynik ma być średnią dla wszystkich krzywych, należy aktywować wszystkie krzywe wykonując polecenie ► **Wykres ► Aktywuj wszystkie krzywe**. W przeciwnym wypadku wynik podawany jest tylko dla krzywej aktywnej. Jeżeli przeprowadzona była kalibracja dla dwu lub większej ilości punktów, po wywołaniu pozycji menu ► **Kalibracja ► Wynik oznaczenia** wyświetlane jest okno wynikowe, pokazane na rysunku 3.37. W oknie podana jest metoda oznaczenia (**krzywa kalibracyjna**) oraz wartość wyznaczonego stężenia wraz z jednostką.



Rys. 3.41. Okno: **Wynik oznaczenia**, przy wyznaczeniu stężenia metodą krzywej kalibracyjnej.

Jeżeli do kalibracji użyty był tylko jeden roztwór wzorca, wówczas po wywołaniu pozycji menu ► **Kalibracja ► Wynik oznaczenia** wyświetlane jest okno wynikowe, pokazane na rysunku 3.41. W oknie podana jest metoda oznaczenia (**porównanie ze wzorcem**) oraz wartość wyznaczonego stężenia wraz z jednostką.

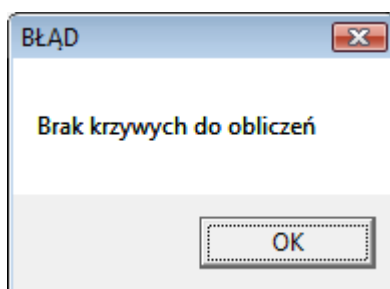
- *Metoda dodatku wzorca*
Sposób oznaczenia metodą dodatku wzorca różni się od metody prostej kalibracyjnej i porównania z wzorcem, ponieważ roztwór wzorca dodawany jest bezpośrednio do badanej próbki, a wynik oznaczenia jest zakodowany w parametrach otrzymanej prostej kalibracyjnej. W celu oznaczenia stężenia metodą dodatku wzorca należy:
 - zarejestrować krzywą voltamperometryczną dla próbki o nieznanym stężeniu (techniką pomiarową optymalną dla danego depolaryzatora i zakresu stężenia).
 - zarejestrować krzywą voltamperometryczną dla próbki o nieznanym stężeniu z dodatkiem wzorca, takim, by wysokość piku (lub fali) wzrosła wyraźnie (ze względu na dokładność oznaczenia najkorzystniejszy jest wzrost 30-100%).

Dla dokładnego wyznaczenia prostej kalibracyjnej wykonuje się zwykle 2 lub 3 dodatki wzorca.

- wywołać funkcję ► **Kalibracja** ► **Nowa kalibracja**;
- wywołać funkcję ► **Kalibracja** ► **Dane do kalibracji** i postępując w sposób opisany przy omówieniu tej funkcji ustawić kursory określające wysokość piku lub fali
- ustalić pozycję kursorów i w otworzonym oknie dialogowym wpisać lub obliczyć stężenia. Dla krzywej odpowiadającej próbce o nieznanym stężeniu należy wpisać stężenie 0. Dla pozostałych krzywych wpisać stężenia wynikające z dodatku wzorca (można je obliczyć korzystając z okna dialogowego **Obliczanie stężenia** otwartego klawiszem wirtualnym ► **Obliczanie stężenia**).
- wyznaczyć prostą kalibracji naciskając klawisz wirtualny ► **Kalibracja** w oknie **Dane do kalibracji**. Prosta kalibracji zostanie wyrysowana w oknie dialogowym przedstawionym na rysunku 3.40.
- potwierdzić wyniki obliczeń w oknie **Kalibracja** $ip = a + b \cdot \text{stężenie}$ przez naciśnięcie klawisza wirtualnego ► **OK**
- wybrać opcję ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia**. W otwartym oknie wynikowym podana zostaje wartość stężenia obliczona metodą dodatku (dodatki) wzorca.

W oknie wyświetlany jest wynik oznaczenia stężenia dla krzywej aktywnej na podstawie aktualnej kalibracji wraz z oszacowanym przedziałem ufności na podstawie błędu predykcji, wynikającego z niepewności wyznaczenia prostej kalibracji. Błąd ten może mieć znaczną wielkość (w stosunku do oznaczanego stężenia) jeżeli prosta kalibracji została wyznaczona na podstawie małej ilości roztworów wzorcowych to jej parametry są mało precyzyjnie określone (szerokie przedziały ufności parametrów prostej, niski współczynnik korelacji) a oznaczane stężenie leży w dolnej części prostej kalibracyjnej. Przedział ufności wynikający z błędu predykcji należy traktować orientacyjnie, natomiast analizę statystyczną wyniku opierać na kilkakrotnym powtórzeniu oznaczenia.

Jeżeli funkcja ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia** została wywołana bez uprzedniego wykonania kalibracji (lub odczytania jej z pliku), zostanie wyświetlone okno z komunikatem pokazanym na rysunku 3.42.

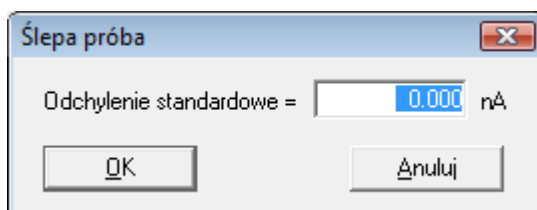


Rys. 3.42. Okno: **BŁĄD**, brak kalibracji.

3. 4. 4. FUNKCJA ► Kalibracja ► Granica oznaczalności

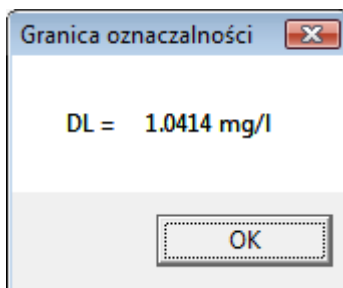
Pozycja menu ► **Kalibracja** ► **Granica oznaczalności** powoduje wyświetlenie okna dialogowego, przedstawionego na rysunku 3.43, w którym należy wpisać wielkość odchylenia standardowego ślepej próby.

Jeżeli ślepa próba nie była wykonywana dla danego oznaczenia, to można ją zastąpić odchyleniem standardowym wysokości piku (lub fali) dla najmniejszego, stosowanego do kalibracji stężenia lub odchyleniem standardowym prądu tła.



Rys. 3.43. Okno: **Ślepa próba**.

Po wpisaniu odpowiedniej liczby i potwierdzeniu operacji klawiszem wirtualnym ► **OK**, wyświetlone zostaje okno wynikowe przedstawione na rysunku 3.44, w którym podana jest granica oznaczalności dla aktualnej prostej kalibracji. Granica oznaczalności szacowana jest w oparciu o metodę propagacji błędów, uwzględniającą podane odchylenie standardowe ślepej próby oraz błędy standardowe nachylenia i wyrazu wolnego. Tak zdefiniowana granica oznaczalności [G.J. Long, J.D. Winefordner, Anal. Chem., 55 (1983) 712A] pozwala oszacować dolny zakres stosowalności aktualnej kalibracji.



Rys. 3.44. Okno: **Granica oznaczalności**.

3. 4. 5. FUNKCJA ► Kalibracja ► Nowa kalibracja

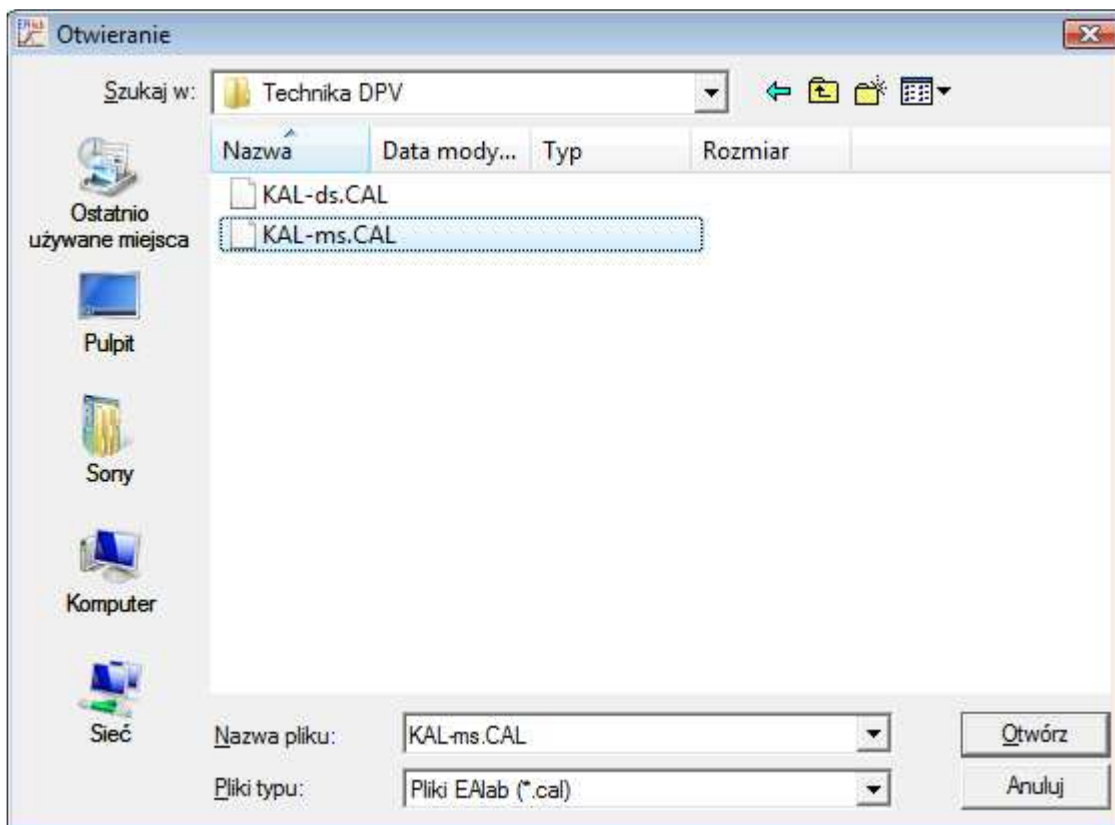
Wybranie funkcji ► **Kalibracja** ► **Nowa kalibracja** powoduje usunięcie danych dotyczących poprzednio wyznaczanych prostych kalibracyjnych a w szczególności:

- usuwana jest informacja o wprowadzonych punktach do kalibracji
- kursory ustawiane są w pozycji początkowej
- ustawiana jest domyślna jednostka stężenia: **[mM]**
- inicjalizowana jest procedura „porównanie ze wzorcem”.

Funkcja ► **Kalibracja** ► **Nowa kalibracja** nie usuwa znajdujących się na ekranie krzywych.

3. 4. 6. FUNKCJA ► Kalibracja ► Czytaj kalibrację

Wybranie funkcji ► **Kalibracja** ► **Czytaj kalibrację** powoduje wyświetlenie okna dialogowego, przedstawionego na rysunku 3.45, które umożliwia odczytanie prostej kalibracyjnej i związanych z nią danych, zapisanych uprzednio w pliku z rozszerzeniem **.cal**, poprzez opcję ► **Kalibracja** ► **Zapisz kalibrację**.



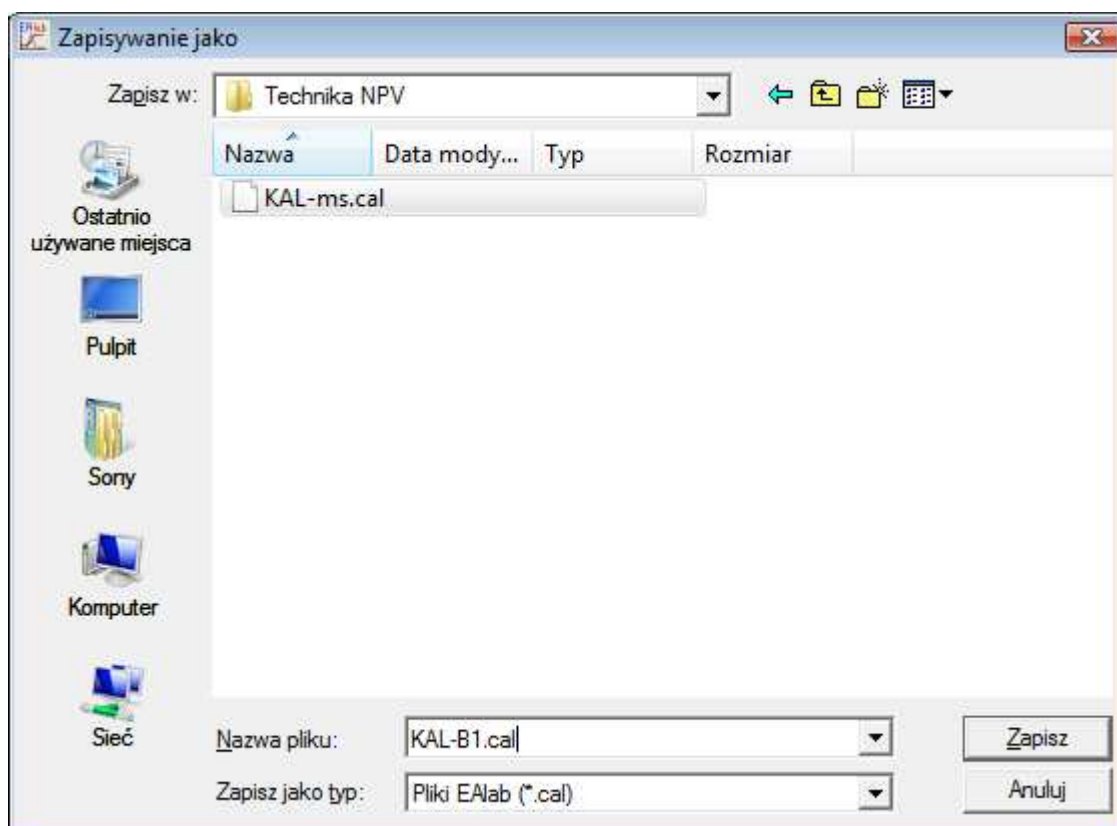
Rys. 3.45. Okno: **Czytaj kalibrację**.

Po wybraniu nazwy pliku zawierającego szukaną kalibrację i potwierdzeniu operacji przez naciśnięcie klawisza wirtualnego ► **OK**, wyświetlane jest okno **Kalibracja** $ip = a + b \cdot \text{stężenie}$.

3. 4. 7. FUNKCJA ► Kalibracja ► Zapisz kalibrację

Wybranie pozycji menu ► **Kalibracja** ► **Zapisz kalibrację** otwiera okno dialogowe, przedstawione na rysunku 3.46, umożliwiające zapisanie prostej kalibracyjnej oraz związanych z nią danych.

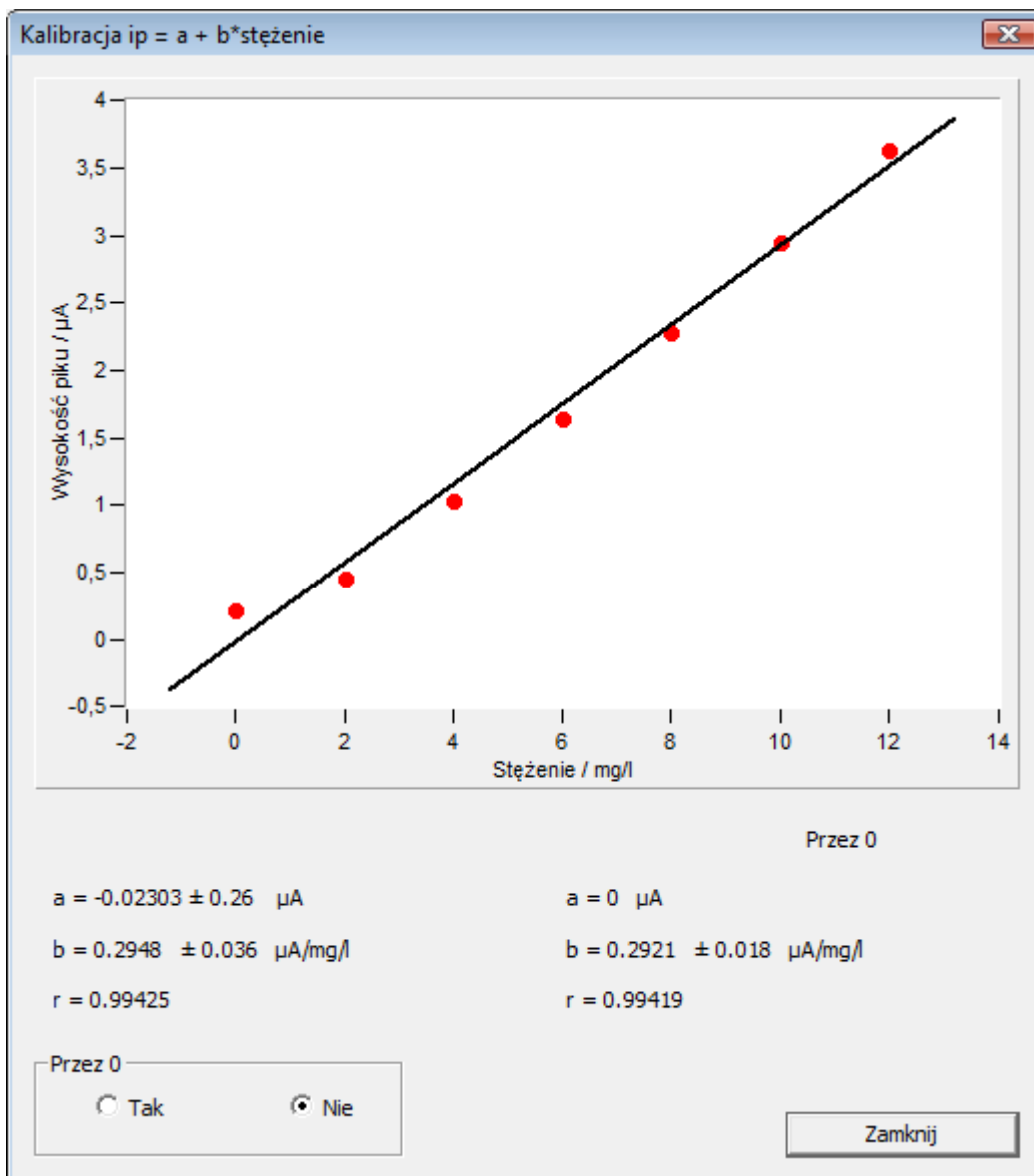
Po wybraniu katalogu, wpisaniu nazwy pliku i potwierdzeniu operacji klawiszem wirtualnym ► **OK** prosta kalibracyjna zapisywana jest w pliku z rozszerzeniem ***.cal**. Jeżeli przed wywołaniem funkcji nie została dokonana kalibracja, pojawia się okno dialogowe z komunikatem o błędzie.



Rys. 3.46. Okno: Zapisz kalibrację.

3. 4. 8. FUNKCJA ► Kalibracja ► Pokaż kalibrację

Wywołanie funkcji ► **Kalibracja** ► **Pokaż kalibrację** umożliwia prezentację danych do kalibracji w oknie przedstawionym na rysunku 3.47. Jeżeli kalibracja była dokonana w oparciu o aktualnie wczytane lub zmierzone krzywe okno **Dane do kalibracji** zawiera wyświetlone informacje o pliku i krzywych.



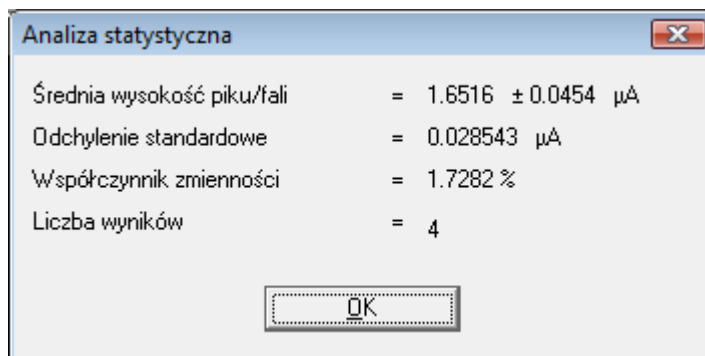
Rys. 3.47. Okno: **Dane do kalibracji** dla aktualnie dokonanej kalibracji.

W przypadku gdy kalibracja została odczytana z pliku w oknie **Dane do kalibracji** nie są wyświetlane nazwy plików i krzywych, te informacje nie są zapisywane w pliku **.cal**.

3. 4. 9. FUNKCJA ► Kalibracja ► Analiza statystyczna wyników

Pozycja menu ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia** służy do prezentowania wyniku oznaczenia na podstawie aktualnej kalibracji, wraz z podstawową analizą statystyczną. Rezultat operacji ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia** zależy jest od ilości aktywnych krzywych, znajdujących się na ekranie.

Wybranie pozycji menu ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia** powoduje wyświetlenie okna wynikowego, przedstawionego na rysunku 3.48.



Rys. 3.48. Okno: **Analiza statystyczna wyników** dla wielu krzywych aktywnych.

W oknie wyświetlone są następujące informacje:

- stężenie średnie, wyznaczone na podstawie aktualnej kalibracji i aktywnych krzywych, wraz z przedziałem ufności (obliczonym dla poziomu ufności 0.95)
- odchylenie standardowe wyniku oznaczenia
- współczynnik zmienności
- liczba wyników, które zostały wykorzystane do analizy statystycznej.

W dolnej części okna dialogowego umieszczone są dwa klawisze wirtualne, z których:

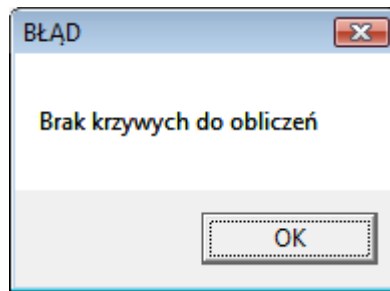
► **OK** - powoduje zamknięcie okna

► **Drukuj** - powoduje wydrukowanie krzywych będących podstawą dokonanej analizy wraz z parametrami dla krzywej aktywnej oraz wynikami obliczeń, zawartymi w oknie **Analiza statystyczna**.

- gdy na ekranie znajduje się jedna krzywa aktywna: wybranie pozycji menu ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia** powoduje wyświetlenie okna wynikowego.

W oknie wyświetlany jest wynik oznaczenia stężenia dla krzywej aktywnej na podstawie aktualnej kalibracji wraz z oszacowanym przedziałem ufności na podstawie błędu predykcji, wynikającego z niepewności wyznaczenia prostej kalibracji. Błąd ten może mieć znaczną wielkość (w stosunku do oznaczanego stężenia) jeżeli prosta kalibracji została wyznaczona na podstawie małej ilości roztworów wzorcowych to jej parametry są mało precyzyjnie określone (szerokie przedziały ufności parametrów prostej, niski współczynnik korelacji) a oznaczane stężenie leży w dolnej części prostej kalibracyjnej. Przedział ufności wynikający z błędu predykcji należy traktować orientacyjnie, natomiast analizę statystyczną wyniku opierać na kilkakrotnym powtórzeniu oznaczenia.

Jeżeli funkcja ► **Kalibracja** ► **Wynik oznaczenia** została wywołana bez uprzedniego wykonania kalibracji (lub odczytania jej z pliku), zostanie wyświetlone okno z komunikatem pokazanym na rysunku 3.49.



Rys. 3.49. Okno: **BŁĄD**, brak kalibracji.

3. 5. OPIS FUNKCJI MENU ► Raporty

Rozwinięcie pozycji menu głównego ► **Raporty** zawiera następujące opcje:

- **Ustawienia**
- **Krzywa i parametry pomiaru**
- **Raport standardowy**
- **Raport pełny**

3. 5. 1. FUNKCJA ► Raporty ► Ustawienia

Wybranie pozycji menu ► **Raporty** ► **Ustawienia** otwiera okno dialogowe pokazane na rysunku 3.50. W oknie ► **Raporty** ► **Ustawienia** użytkownik określa jaki rodzaj raportu ma zostać wydrukowany oraz może wprowadzić informację tekstową, która zostanie wydrukowana wraz z krzywymi, parametrami i wynikami pomiarów. Są to:

- **Opis**, pole przeznaczone na wprowadzenie opisu wykonywanego oznaczenia
- **Próbka**, pole przeznaczone na wprowadzenie opisu analizowanej próbki
- **Operator**, pole przeznaczone do wpisania osoby wykonującej oznaczenie
- **Walidacja**, pole przeznaczone na wpisanie informacji o walidacji analizatora.

Wpisanie powyższych informacji jest opcjonalne, a w polach może zostać wpisana inna informacja (lecz na wydruku znajdzie się ona w komórkach tabeli opatrzonych takimi samymi nagłówkami jak w oknie ► **Raporty** ► **Ustawienia**).

Raporty - ustawienia

Opis : Oznaczenie Pb(II) i Cd(II)

Próbka : 0.1M KNO3 + HNO3(pH3) + 15 nM Pb(II) +10nM

Operator : Jan Kowalski

Walidacja : 07.05.2009

Wydruk

Krzywa i parametry pomiaru

Raport standardowy

OK

Drukuj

Anuluj

Rys. 3.50. Okno: ► **Raporty** ► **Ustawienia**.

Użytkownik ma do wyboru trzy rodzaje wydruków.

Krzywa i parametry pomiaru , drukowane są krzywe znajdujące się na ekranie wraz z parametrami krzywej aktywnej (jeżeli aktywne są wszystkie krzywe wyświetlony zostanie komunikat **Brak krzywej aktywnej** a operacja drukowania nie zostanie wykonana).

Przykładowy wygląd wydruku pokazany jest na rysunku 3.51.

W górnej części wydruku (powyżej ramki) podane są następujące informacje:

- nazwa i wersja programu
- nazwa użytkownika
- data i godzina wydrukowania raportu.

Wydruk zawiera krzywą (krzywe) pomiarową wraz z parametrami krzywej aktywnej.

Raport standardowy (Rys. 3.52)

Drukowane są następujące informacje:

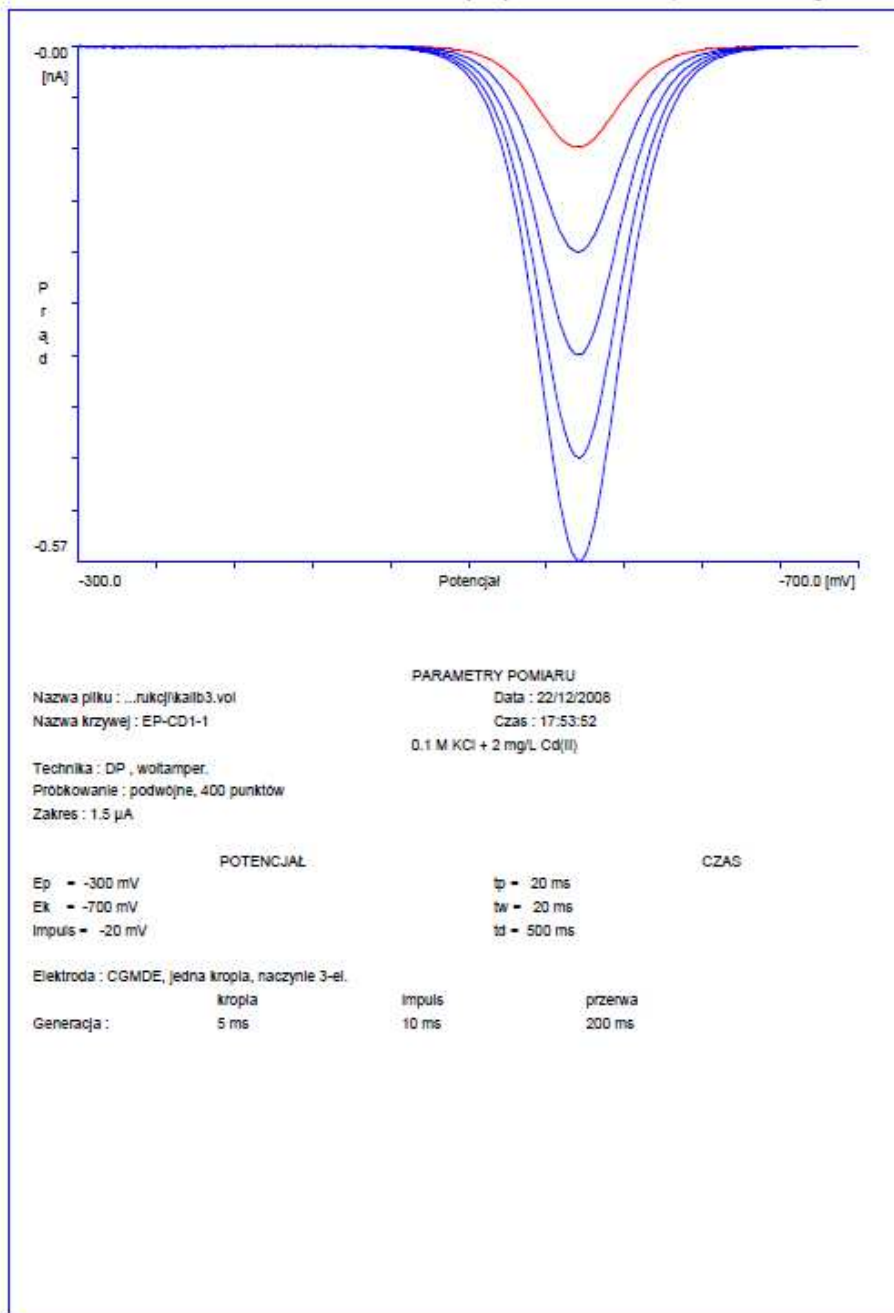
W nagłówku:

- nazwa i wersja programu,
- nazwa użytkownika,
- data i godzina wydrukowania raportu.

W ramce informacyjnej:

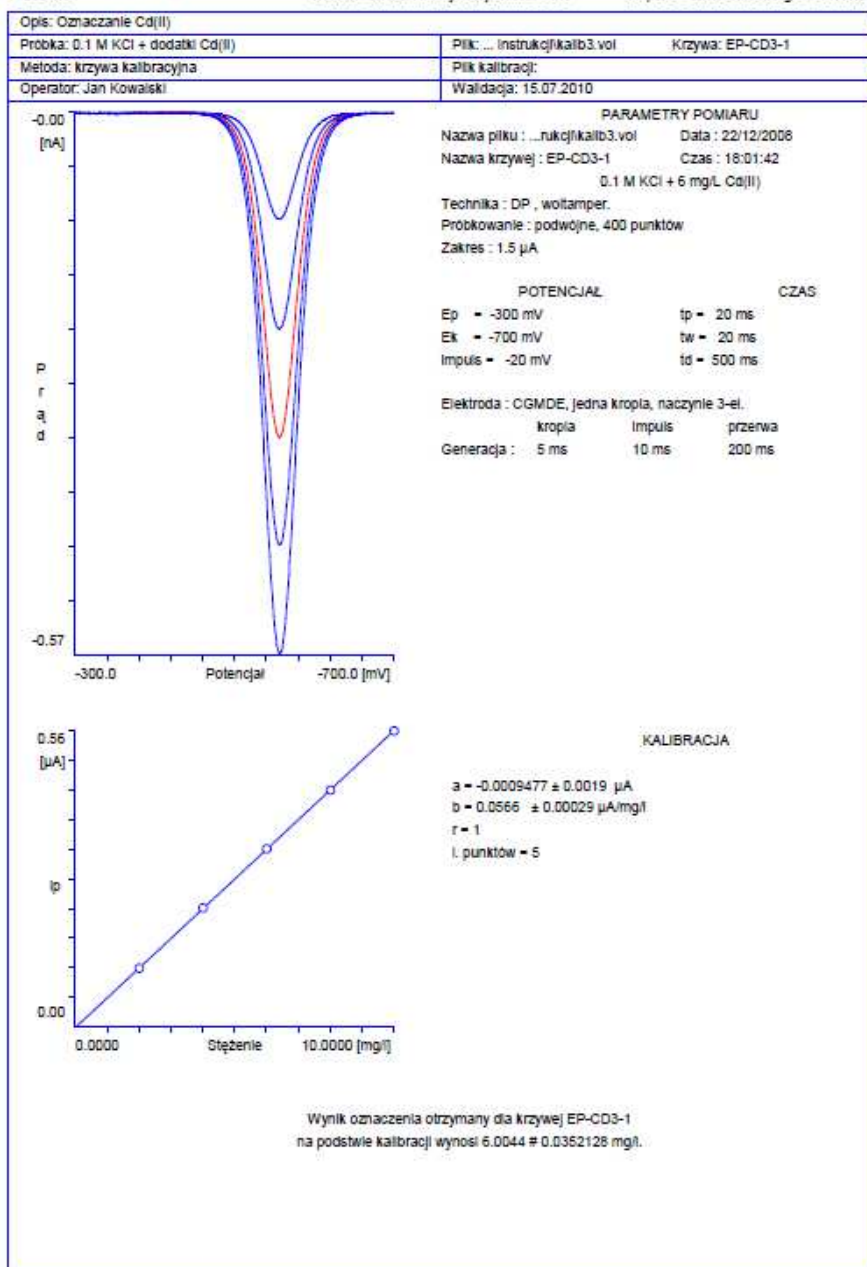
- **Opis**, opis oznaczenia,
- **Próbka**, opis próbki,
- **Metoda**, zastosowana metoda oznaczenia,
- **Operator**, analityk wykonujący oznaczenie,
- **Plik**, nazwa pliku zawierającego krzywą oznaczanego składnika,
- **Krzywa**, nazwa krzywej oznaczanego składnika,
- **Plik kalibracji**, nazwa pliku kalibracji,
- **Walidacja**, data walidacji i odpowiedzialny za walidację.

Informacja do pól: **Opis, Próbka, Operator, Walidacja** wprowadzana jest w oknie ►**Raporty** ►**Ustawienia**, do pozostałych wprowadzana jest przez program automatycznie.



Strona 1/1

Rys. 3.51. Wydruk: Krzywa i parametry pomiaru.



Rys. 3.52. Wydruk: **Raport standardowy.**

Treść **Raportu standardowego** stanowi:

- zestaw krzywych (znajdujących się na ekranie w momencie wybrania funkcji drukowania)
- parametry krzywej aktywnej
- prosta kalibracji z naniesionymi punktami, na podstawie których została wyznaczona
- parametry prostej kalibracji
- wynik oznaczenia.

Raport standardowy mieści się na jednej stronie formatu A4.

Raport pełny, zawiera informacje takie jak **Raport standardowy** uzupełnione o zestawienie danych do kalibracji, dane dla oznaczanej substancji (krzywe, prądy) oraz potencjały i prądy wszystkich punktów krzywej aktywnej.

3. 5. 2. FUNKCJA ► Raporty ► Krzywa i parametry pomiaru

Podczas wykonywania funkcji **Krzywa i parametry pomiaru**, drukowane są krzywe znajdujące się na ekranie wraz z parametrami krzywej aktywnej (jeżeli aktywne są wszystkie krzywe wyświetlony zostanie komunikat **Brak krzywej aktywnej** a operacja drukowania nie zostanie wykonana).

3. 5. 3. FUNKCJA ► Raporty ► Raport standardowy

Podczas wykonywania tej funkcji drukowany jest raport standardowy.

3. 5. 4. FUNKCJA ► Raporty ► Raport pełny

Podczas wykonywania tej funkcji drukowany jest raport pełny.

3. 6. OPIS FUNKCJI MENU ► Pomoc

Rozwinięcie pozycji menu głównego ► **Pomoc** zawiera następujące opcje:

- **Pomoc**
- **O EALab...**

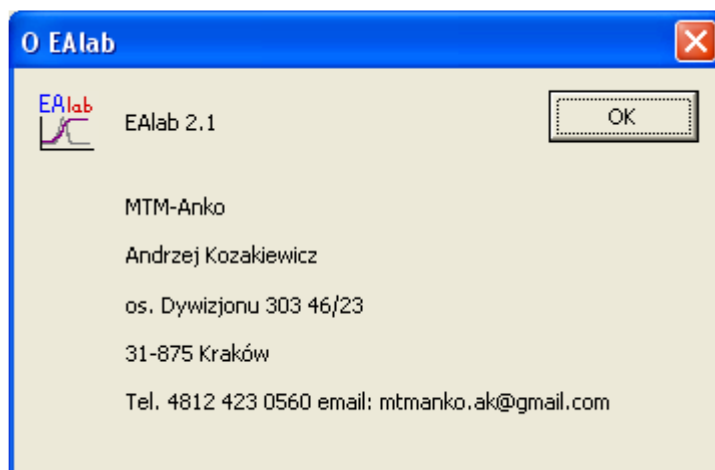
3. 6. 1. FUNKCJA ► Pomoc ► Pomoc

Wybranie funkcji ► **Pomoc** ► **Pomoc** powoduje wyświetlenie pierwszego, typowego okna pomocy w środowisku Windows. Układ treści i zawartość poszczególnych ekranów funkcji ► **Pomoc** odpowiada zawartości niniejszej instrukcji.

Korzystanie z funkcji pomocy polega na znalezieniu w spisie treści, znajdującej się na pierwszej stronie, pokazanej na rysunku, hasła odpowiadającego poszukiwanej informacji. Po naprowadzeniu kursora myszki na to hasło i naciśnięciu jej lewego klawisza wyświetlana jest w oknie pomocy treść odpowiadająca wybranemu hasłu. Hasła z przypisaną treścią pomocy wyróżnione są przez podkreślenie. Struktura odnośników może być wielopoziomowa. Wyjście z okna pomocy następuje przez wybranie odpowiedniej pozycji menu lub naciśnięcie klawiszy klawiatury **Alt + F4**.

3. 6. 2. FUNKCJA ►Pomoc ►O EALab

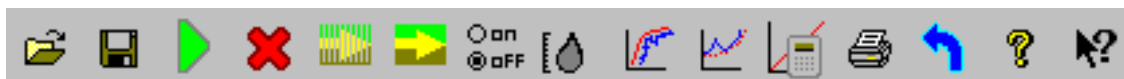
Wybranie pozycji menu ►Pomoc ►O EALab... otwiera okno z informacją o wersji programu oraz adresie producenta (patrz: Rys. 3.53).



Rys. 3.53. Okno informacyjne **EALab**.

4. Pasek narzędzi

Program EALab umożliwia wykonywanie niektórych funkcji poprzez wybranie przycisku na pasku narzędzi (Rys. 4.1).



Rys. 4.1. Pasek narzędzi programu EALab.

Ikona	Funkcja
	Otwieranie pliku
	Zapisywanie jako
	Start pomiaru z wykorzystaniem ostatnio zdefiniowanych parametrów
	Natychmiastowe zatrzymanie pomiaru bez możliwości kontynuacji tego przebiegu
	Otwarcie okna dialogowego Techniki impulsowe – parametry pomiaru
	Otwarcie okna dialogowego Techniki liniowe – parametry pomiaru
	Ustawianie i test akcesoriów
	Test elektrody CGMDE
	Wygładzanie
	Generacja tła
	Dane do kalibracji i kalibracja
	Drukowanie raportów
	Cofanie ostatnio wykonanej operacji edycji lub przetwarzania sygnałów
	Informacja o programie
	Pomoc