

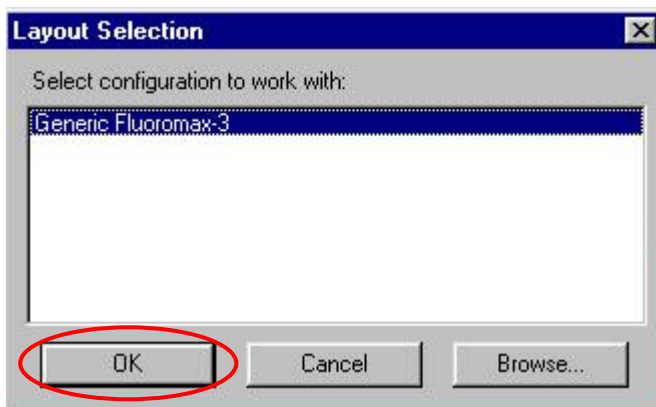
CALCIUM-MESSUNG

1. Allgemein

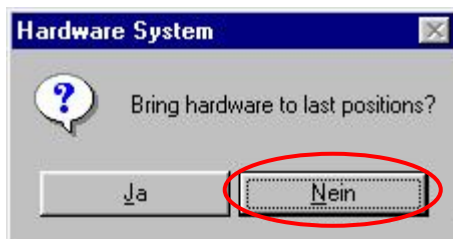
- Messgerät und Thermostat (immer auf 37°C eingestellt) min. 30 min vor Messung anschalten (Vorwärmen der UV-Lampe und des Wasserbads)
- Magnetrührer auf Stufe 7
- Deckel immer vollständig schließen
- Einweg-Acrylküvetten (UV-durchlässig) verwenden

2. Start

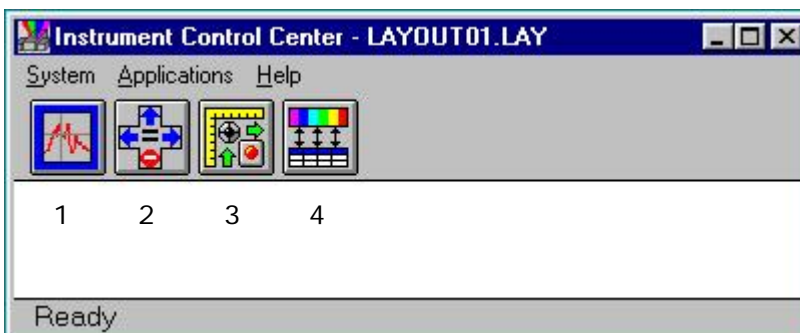
- Computer anschalten
- Software Datamax starten (erst wenn Computer am Gerät hochgefahren)



- Initialisierung des Geräts

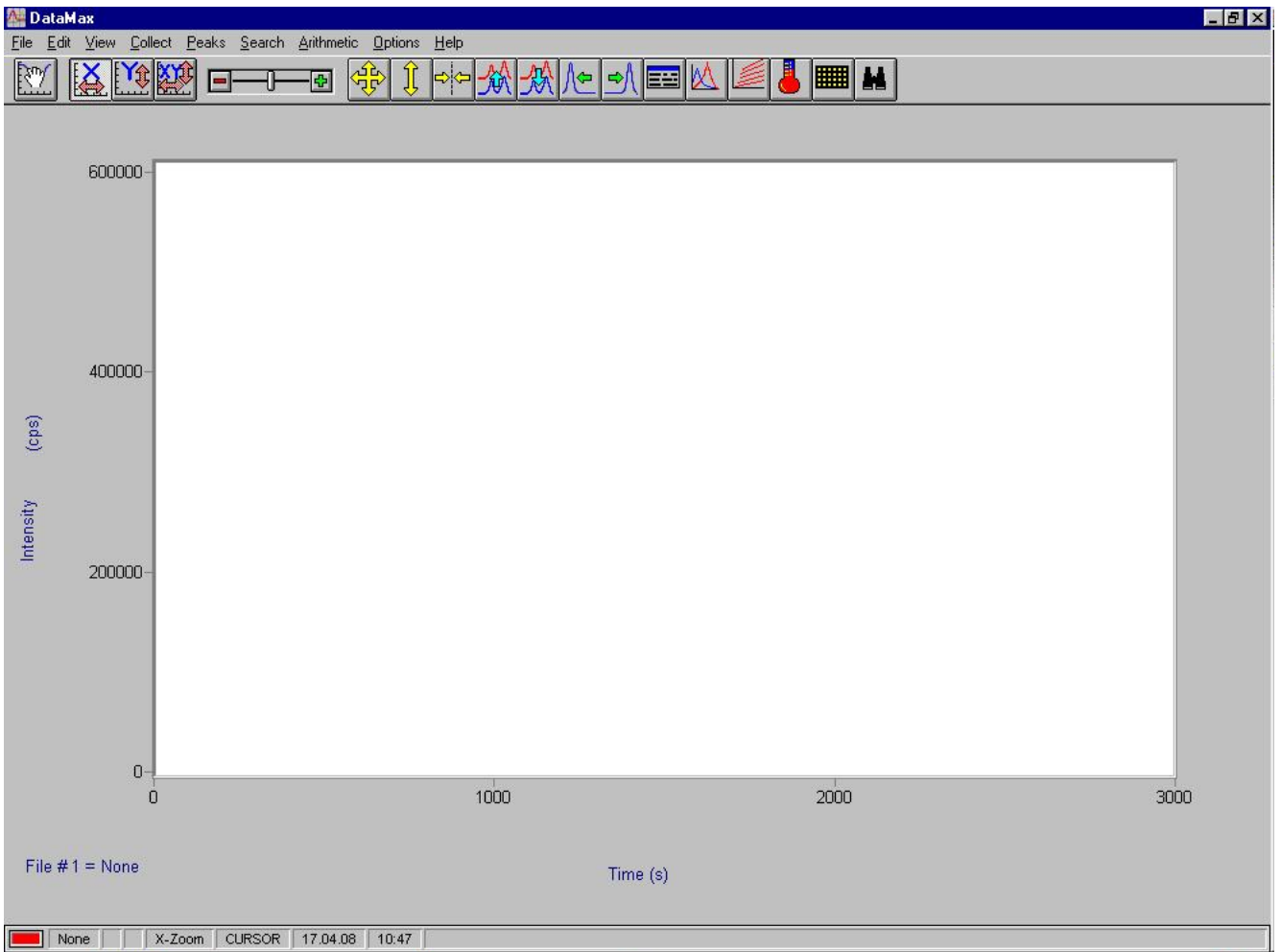


- Instrument Control Center



- 1: Experiment
- 2: Real-Time Display
- 3: Visual Instrument Setup
- 4: CWA

- Button 1 (Experiment)



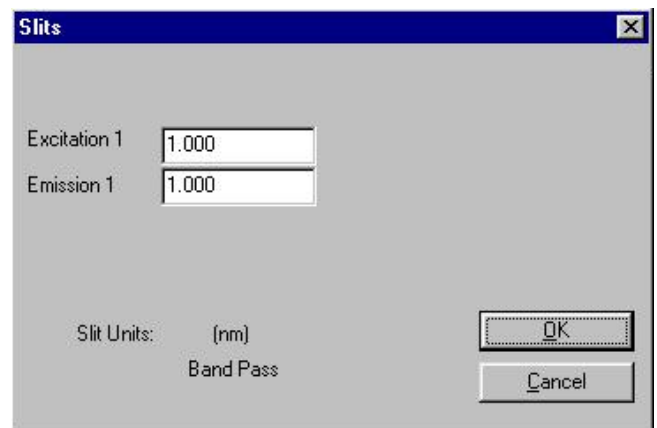
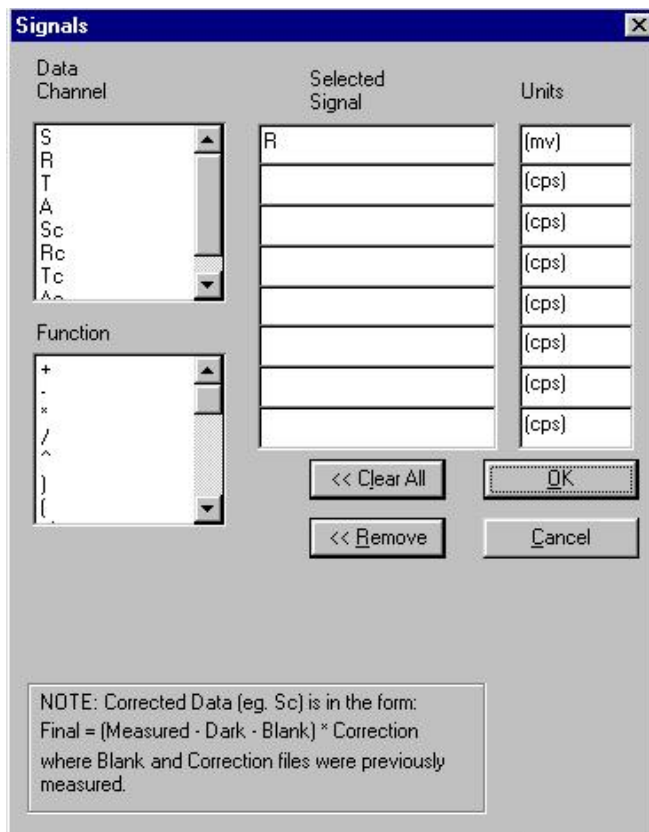
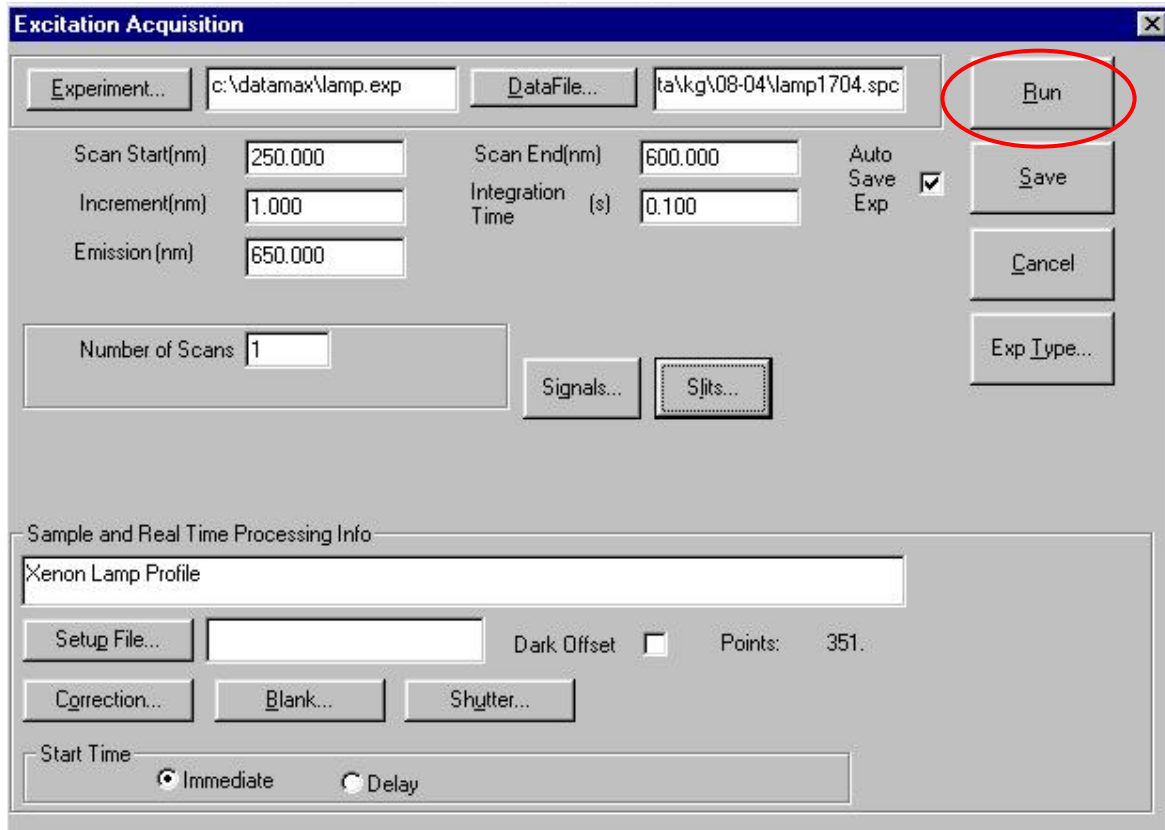
3. Aufnahme des Lampenspektrums

→ Überprüfung der Anregungsmonochromatoren

→ Messung bei Emissionswellenlänge von $\lambda_{em} = 650 \text{ nm}$

- Collect → Experiment oder Strg C oder Button 

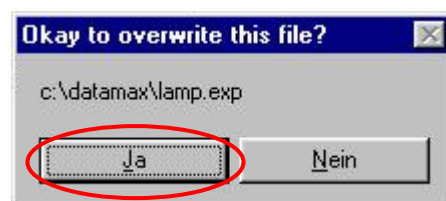
- Auswahl von „lamp.exp“ und folgenden Einstellungen:



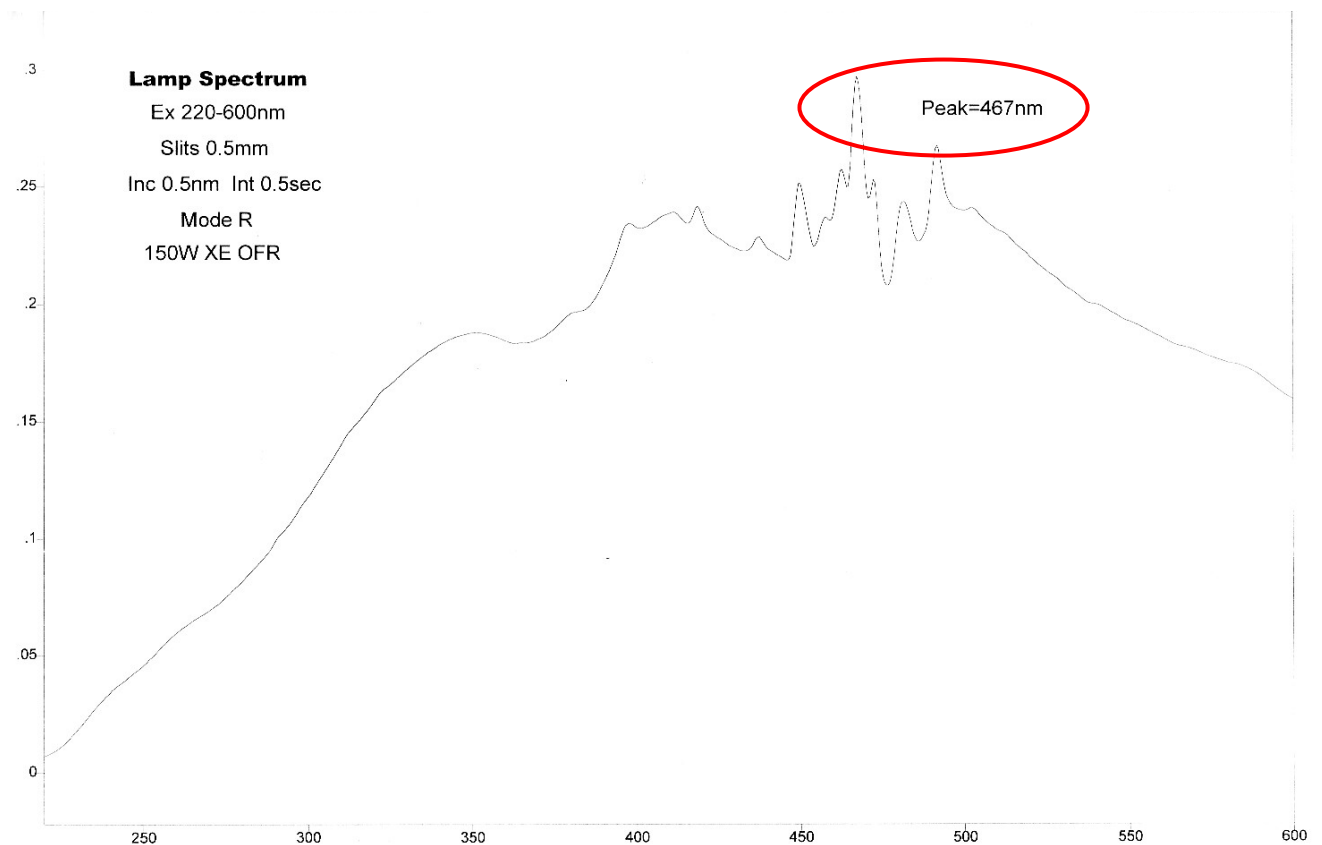
- Wahl eines entsprechenden Dateinamens

- „Autosave Exp“

→ „Run“



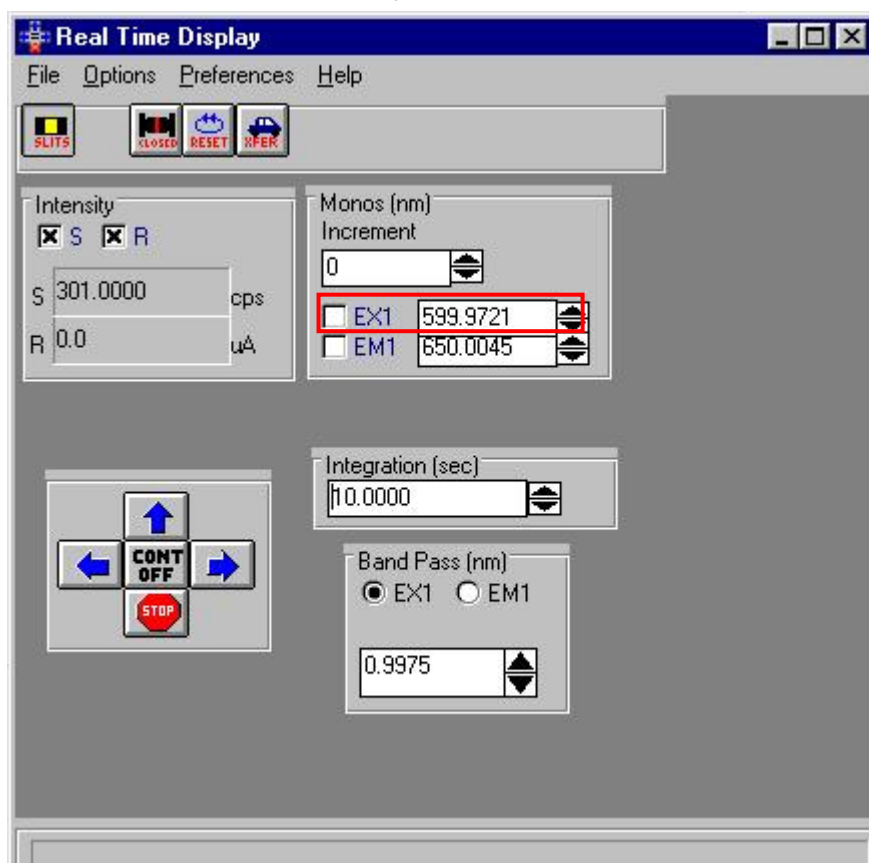
4. Lampenspektrum



- ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda = 467 \pm 0,5 \text{ nm}$ → weiter mit 6.
- ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda \neq 467 \pm 0,5 \text{ nm}$ → Kalibrierung

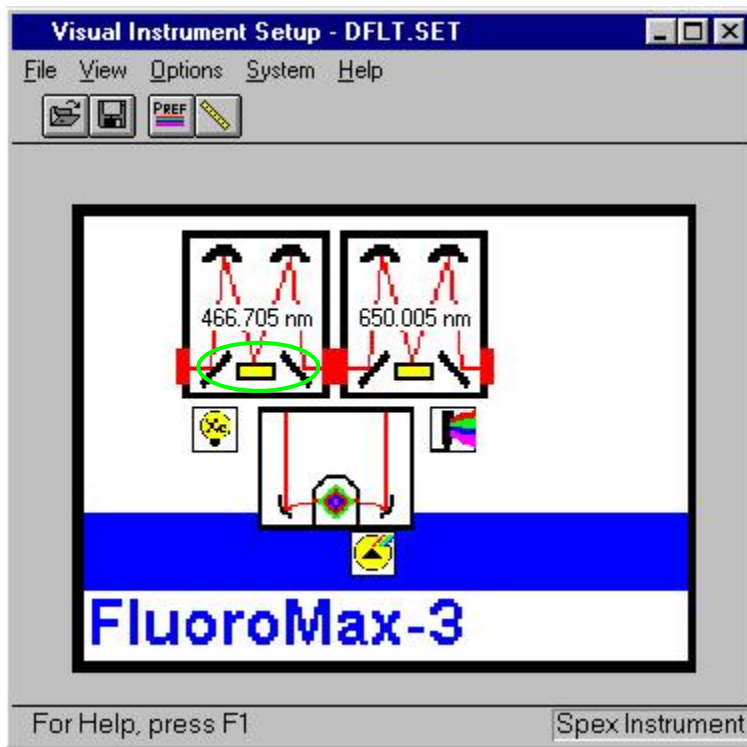
5. Kalibrierung der Anregungsmoноchromatoren

- Button 2 (Real-Time Display)

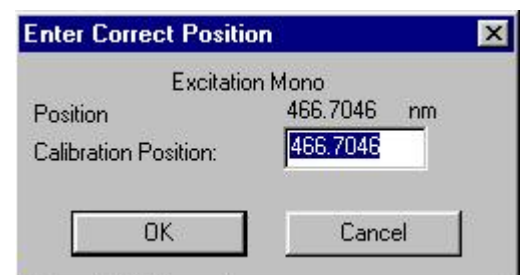
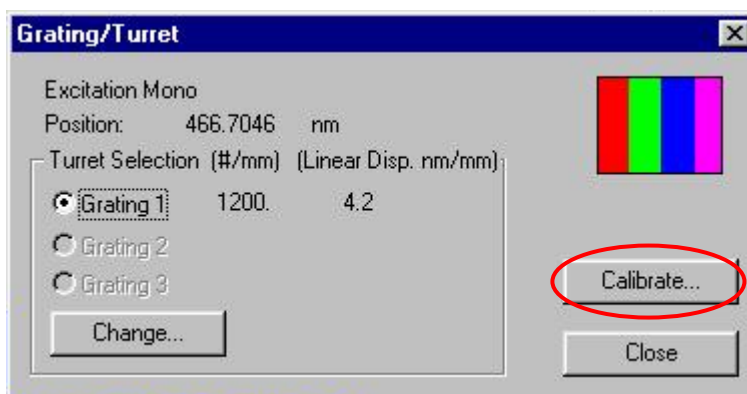


- Wert der λ (tatsächlich) eingeben
- ENTER
- Fenster schließen

- Button 3 (Visual Instrument Setup)



- Gitter des Anregungs-monochromators anklicken



- Eingabe des eigentlichen Werts der λ (467 nm)
- ENTER
- Fenster schließen
- zur Überprüfung erneut Aufnahme des Lampenspektrums (3.)

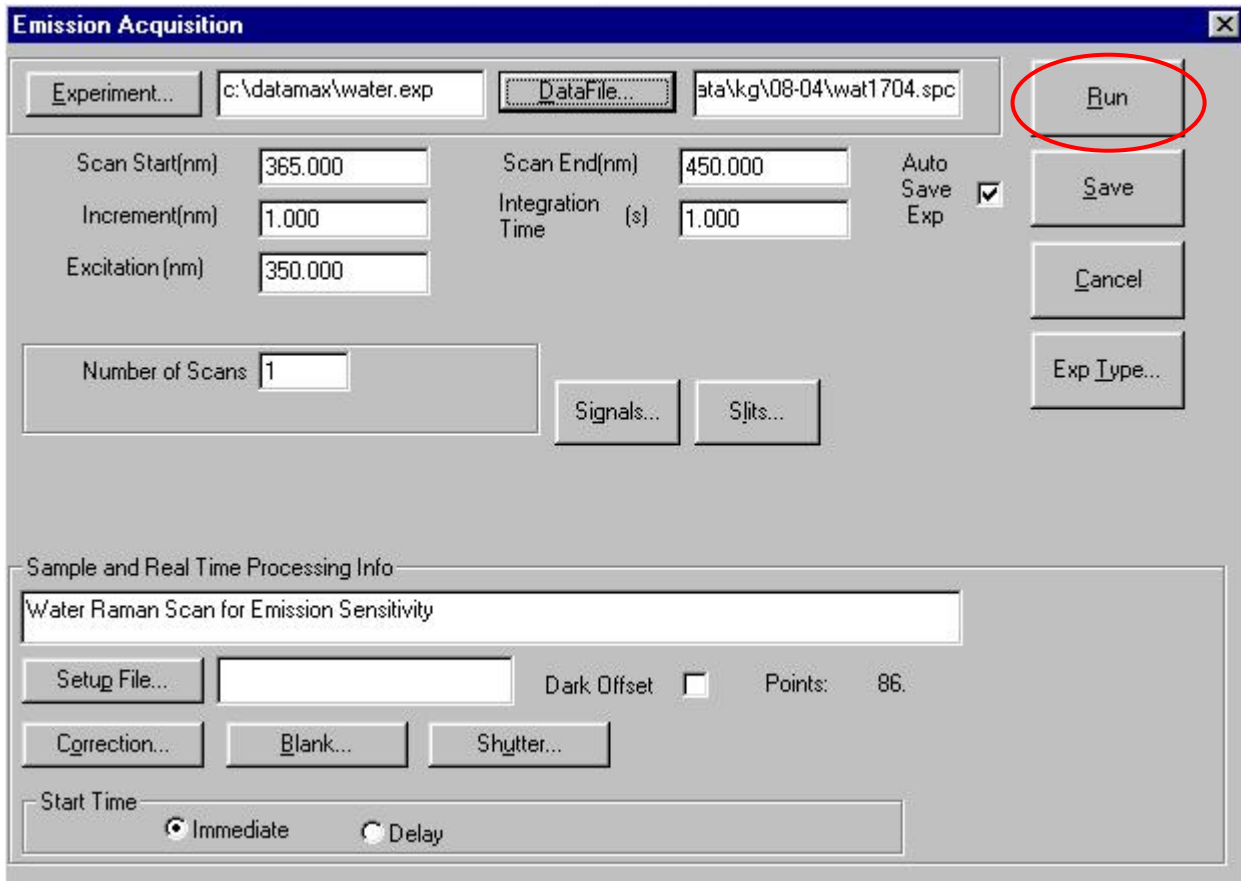
6. Aufnahme eines Wasser-Ramanspektrums

→ Überprüfung der Emissionsmonochromatoren

→ Messung bei Anregungswellenlänge von $\lambda_{em} = 350 \text{ nm}$

- Collect → Experiment oder Strg C oder Button 

- Auswahl von „water.exp“ und folgenden Einstellungen:



Emission Acquisition

Experiment... c:\datamax\water.exp DataFile... ata\kg\08-04\wat1704.spc **Run**

Scan Start(nm) 365.000 Scan End(nm) 450.000 Auto Save Exp

Increment(nm) 1.000 Integration Time (s) 1.000 Save

Excitation (nm) 350.000 Cancel

Number of Scans 1 Signals... Slits... Exp Type...

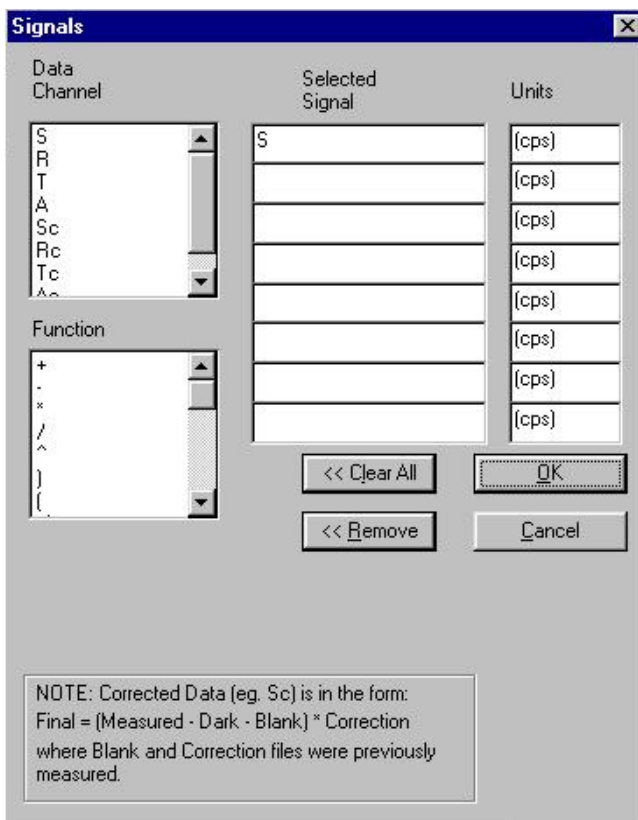
Sample and Real Time Processing Info

Water Raman Scan for Emission Sensitivity

Setup File... Dark Offset Points: 86

Correction... Blank... Shutter...

Start Time Immediate Delay



Signals

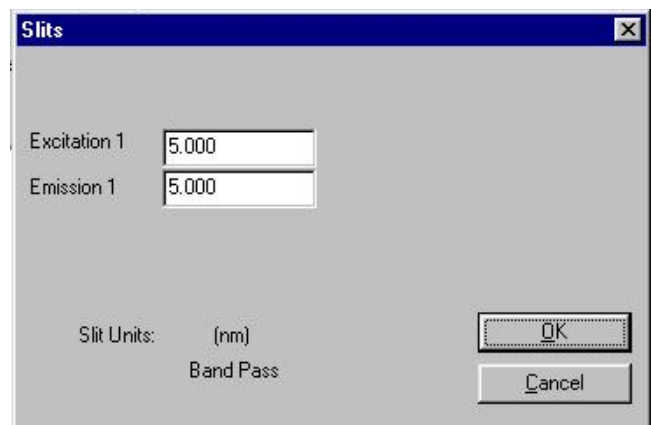
Data Channel	Selected Signal	Units
S	S	(cps)
R		(cps)
T		(cps)
A		(cps)
Sc		(cps)
Rc		(cps)
Tc		(cps)
A		(cps)

Function: +, -, *, /, ^, ()

<< Clear All **OK**

<< Remove Cancel

NOTE: Corrected Data (eg. Sc) is in the form:
Final = (Measured - Dark - Blank) * Correction
where Blank and Correction files were previously measured.



Slits

Excitation 1 5.000

Emission 1 5.000

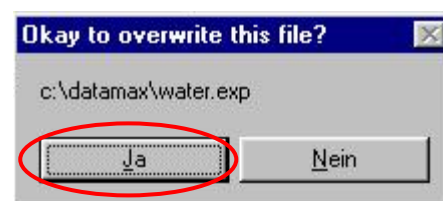
Slit Units: (nm) Band Pass **OK**

Cancel

- Wahl eines entsprechenden Dateinamens

- „Autosave Exp“

- „Run“

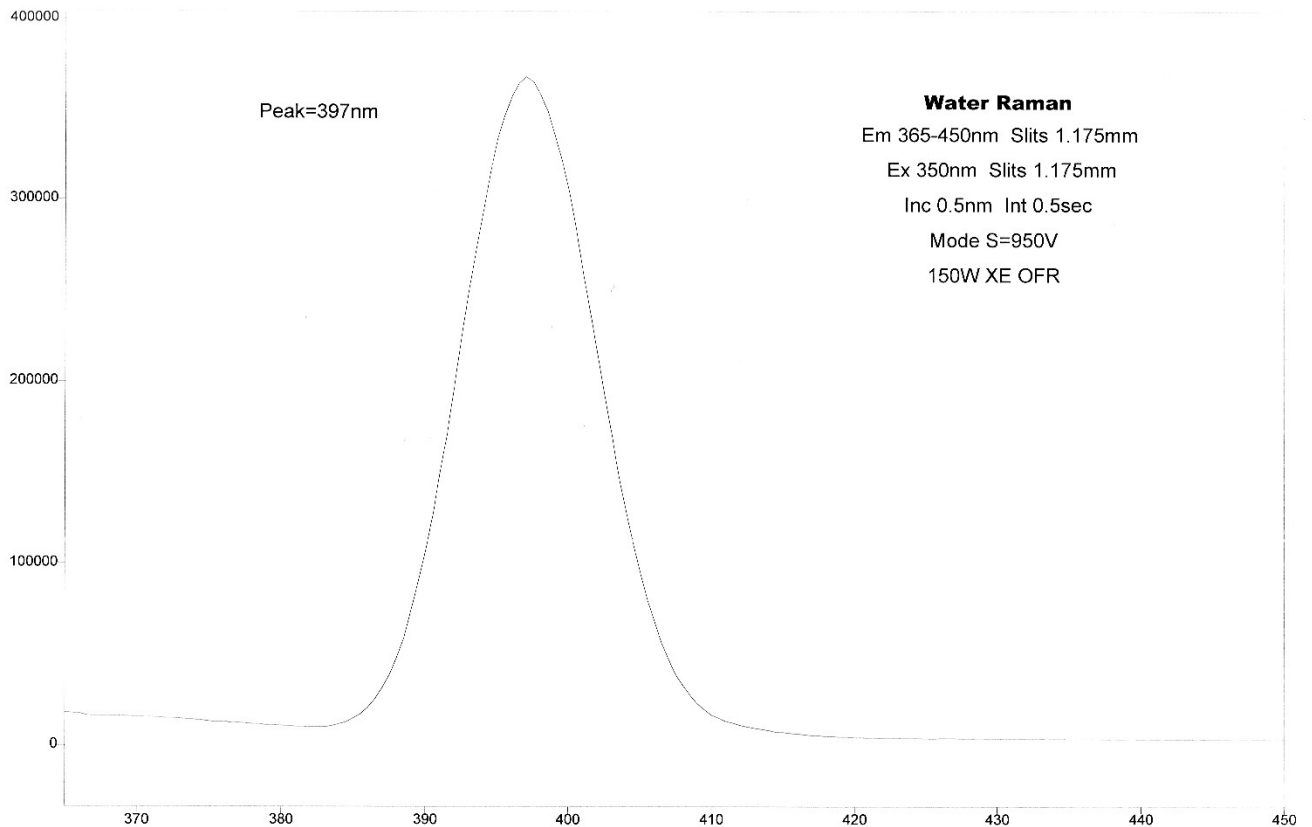


Okay to overwrite this file?

c:\datamax\water.exp

Ja Nein

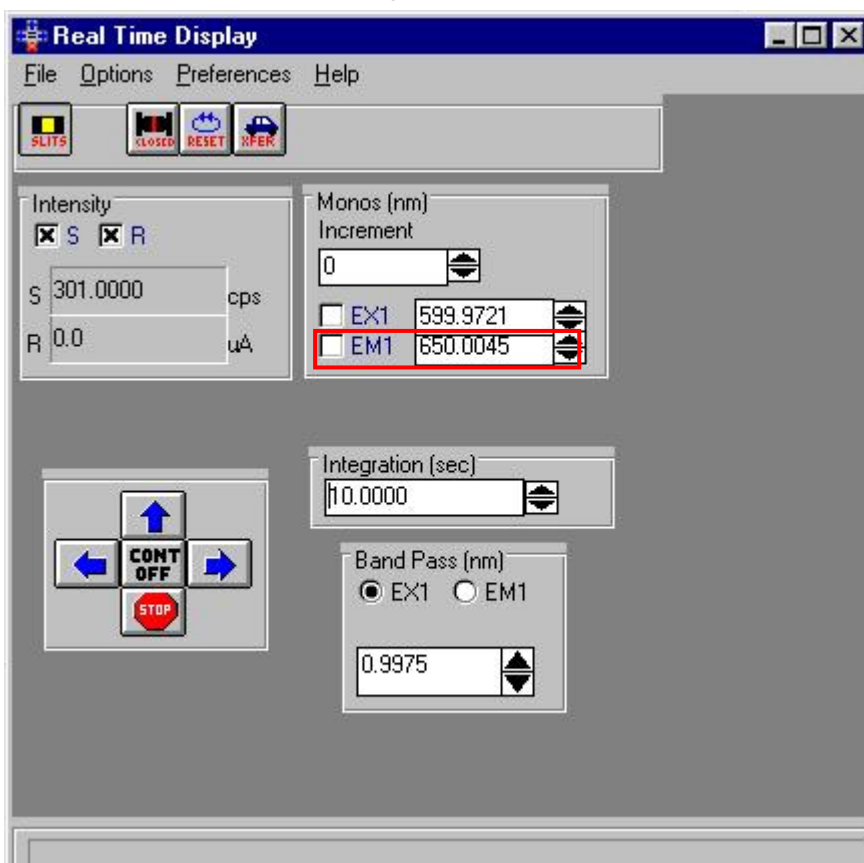
7. Wasserspektrum



- Intensität des Peaks bei $\lambda = 397$: $150.000 \text{ cps} < I < 400.000 \text{ cps}$
- ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda = 397 \pm 0,5 \text{ nm}$ → weiter mit 9.
- ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda \neq 397 \pm 0,5 \text{ nm}$ → Kalibrierung

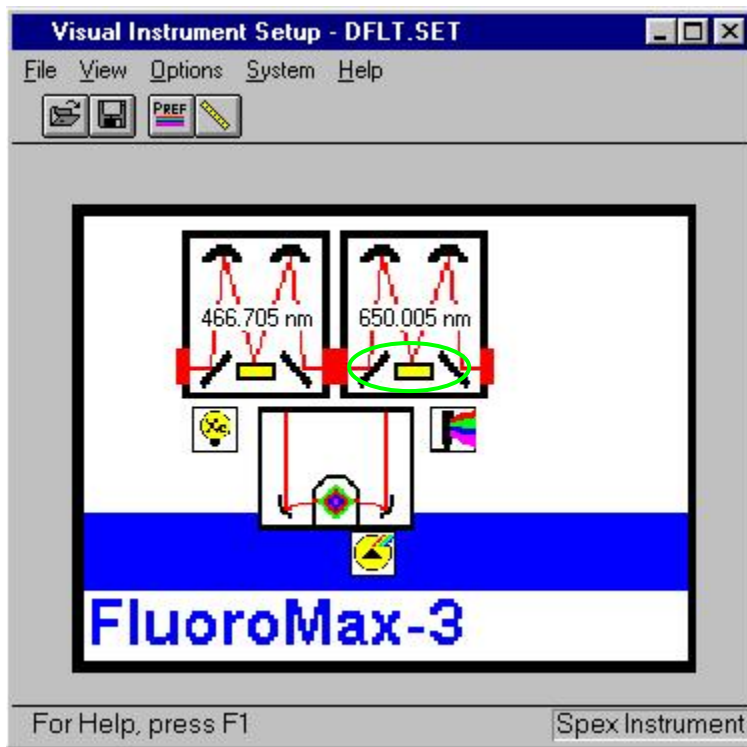
8. Kalibrierung der Emissionsmonochromatoren

- Button 2 (Real-Time Display)

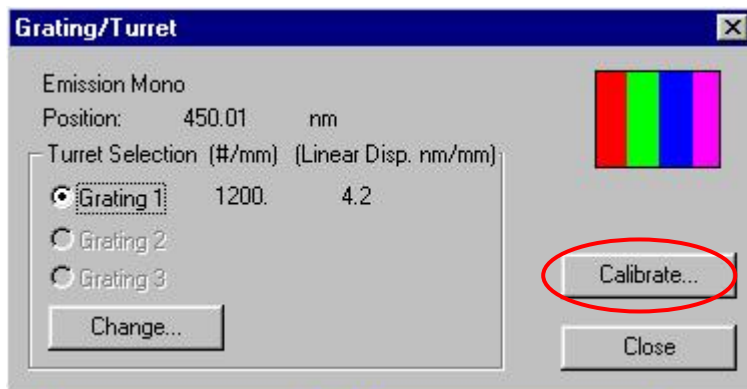


- Wert der λ (tatsächlich) eingeben
- ENTER
- Fenster schließen

- Button 3 (Visual Instrument Setup)



- Gitter des Emissions-monochromators anklicken




- Eingabe des eigentlichen Werts der λ (397 nm)

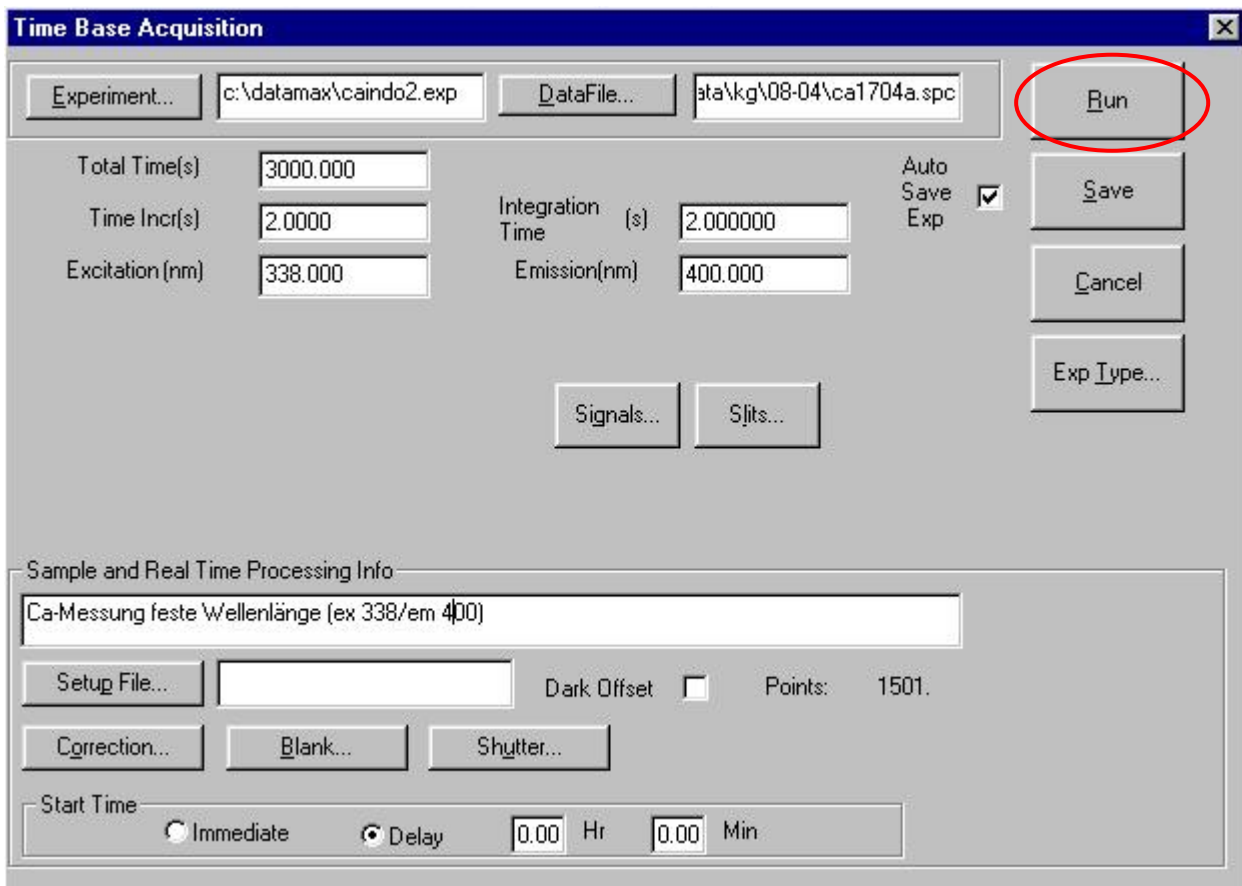
- ENTER

- Fenster schließen

- zur Überprüfung erneut Aufnahme eines Wasser-Ramanspektrums (6.)

9. Ca-Messung (1)

- Collect → Experiment oder Strg C oder Button 
- Auswahl von „caindo2.exp“ und folgenden Einstellungen:



Time Base Acquisition

Experiment... c:\datamax\caindo2.exp DataFile... ata\kg\08-04\ca1704a.spc **Run**

Total Time(s) 3000.000 Auto Save Exp

Time Incr(s) 2.0000 Integration Time (s) 2.000000

Excitation (nm) 338.000 Emission(nm) 400.000

Save Cancel Exp Type...

Signals... Slits...

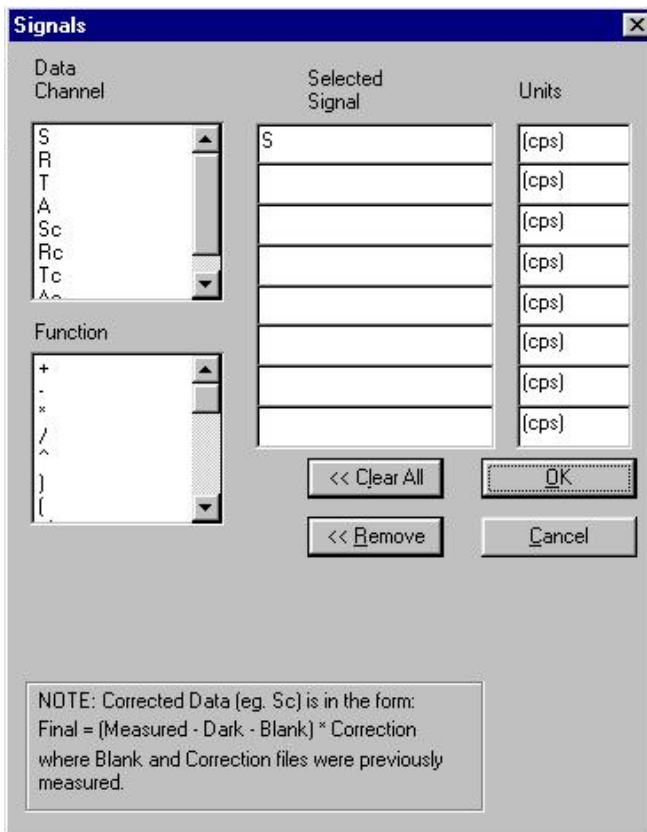
Sample and Real Time Processing Info

Ca-Messung feste Wellenlänge (ex 338/em 400)

Setup File... Dark Offset Points: 1501.

Correction... Blank... Shutter...

Start Time Immediate Delay 0.00 Hr 0.00 Min



Signals

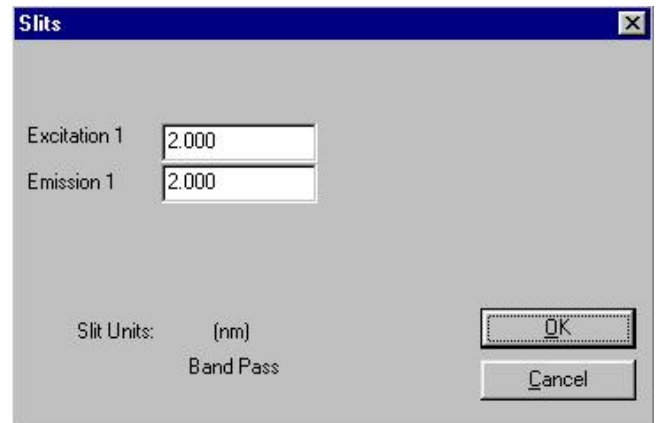
Data Channel	Selected Signal	Units
S	S	(cps)
R		(cps)
T		(cps)
A		(cps)
Sc		(cps)
Rc		(cps)
Tc		(cps)
Ac		(cps)

Function: +, -, *, /, ^,], [

<< Clear All OK

<< Remove Cancel

NOTE: Corrected Data (eg. Sc) is in the form:
Final = (Measured - Dark - Blank) * Correction
where Blank and Correction files were previously measured.



Slits

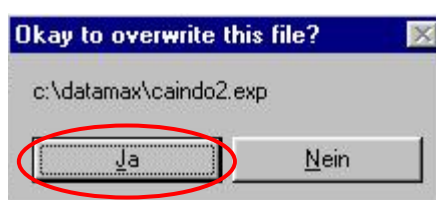
Excitation 1 2.000

Emission 1 2.000

Slit Units: (nm) Band Pass

OK Cancel

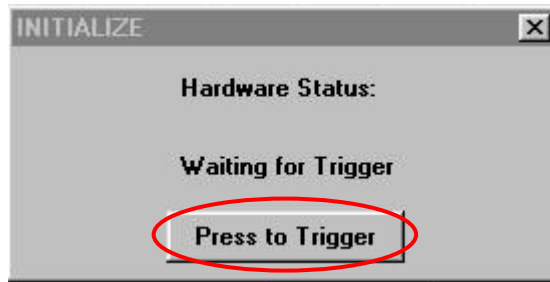
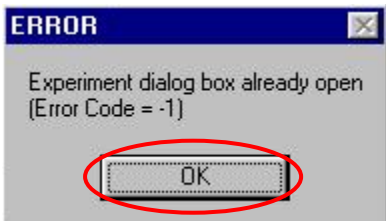
- Wahl eines entsprechenden Dateinamens
- „Autosave Exp“
- „Run“



Okay to overwrite this file?


c:\datamax\caindo2.exp

Ja Nein



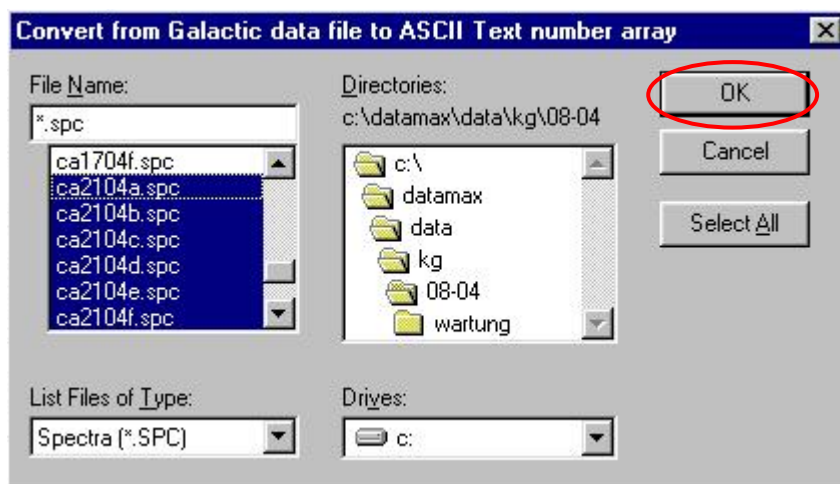
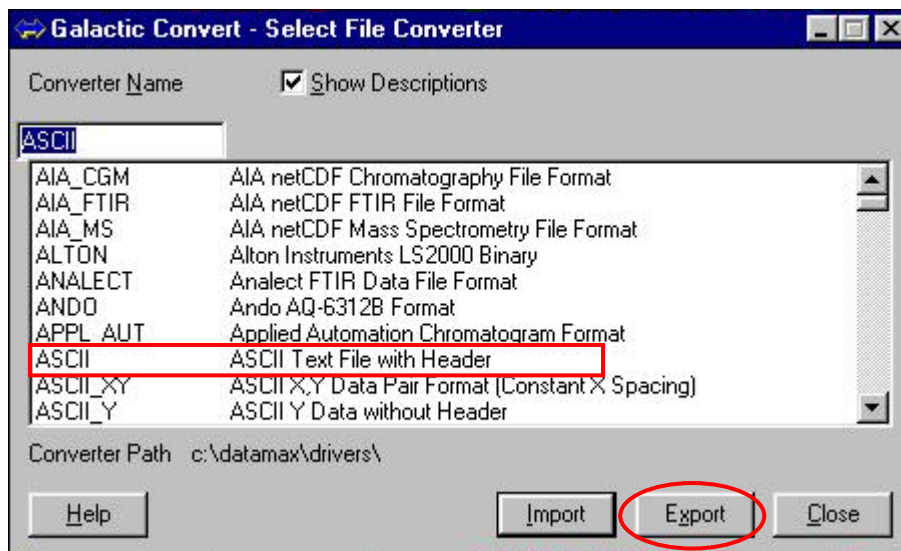
- Ende der Messung nach Ablauf der Total Time bzw. collect → halt scanning oder Esc

10. Ca-Messung (folgend)

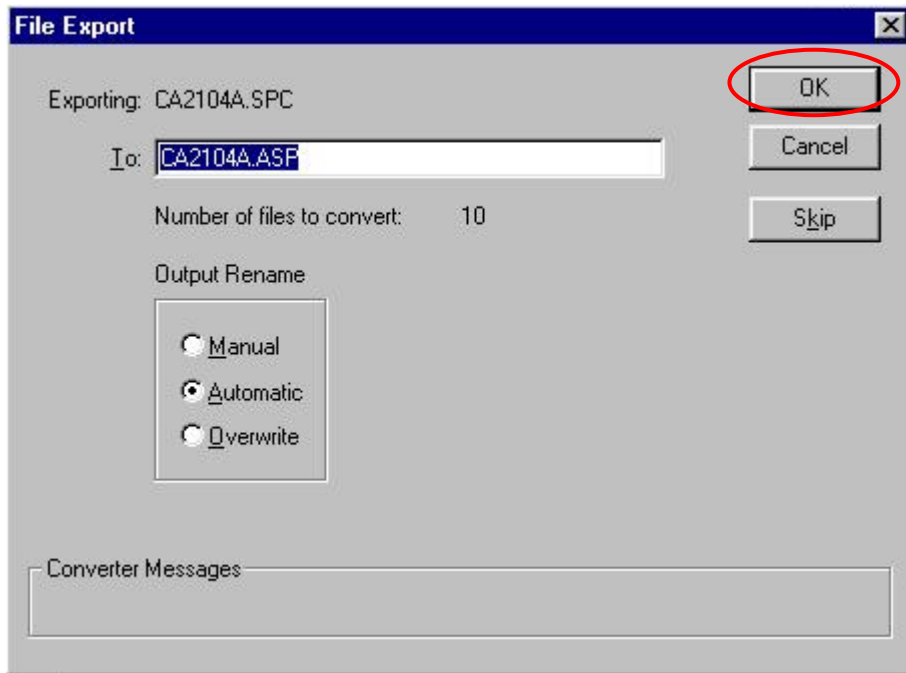
- Collect → Experiment oder Strg C oder Button 
- Dateinamen ändern (folgend B)
- „Autosave Exp“
- „Run“

11. Daten exportieren

- File → Import/Export

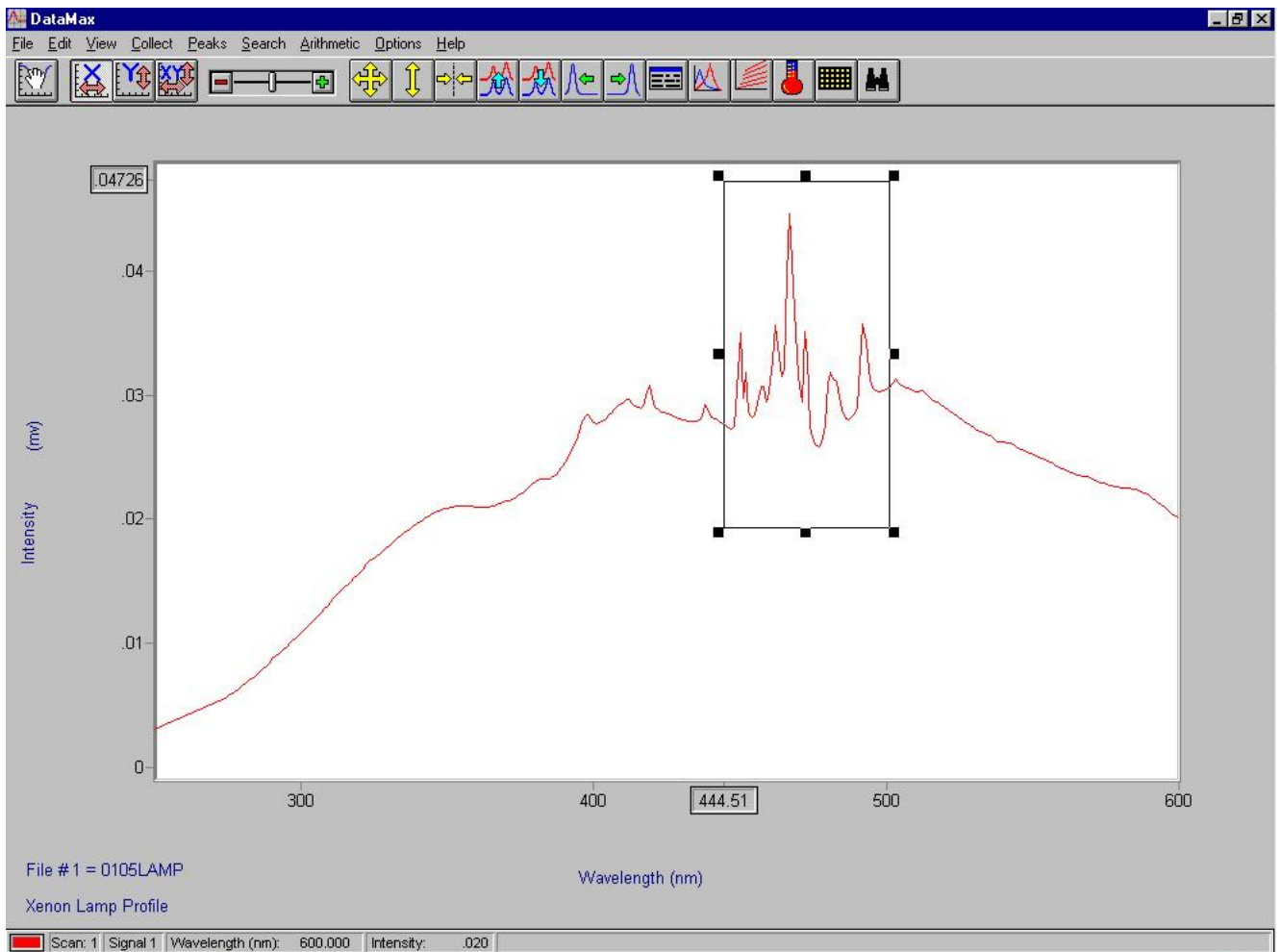


- gewünschte Dateien markieren

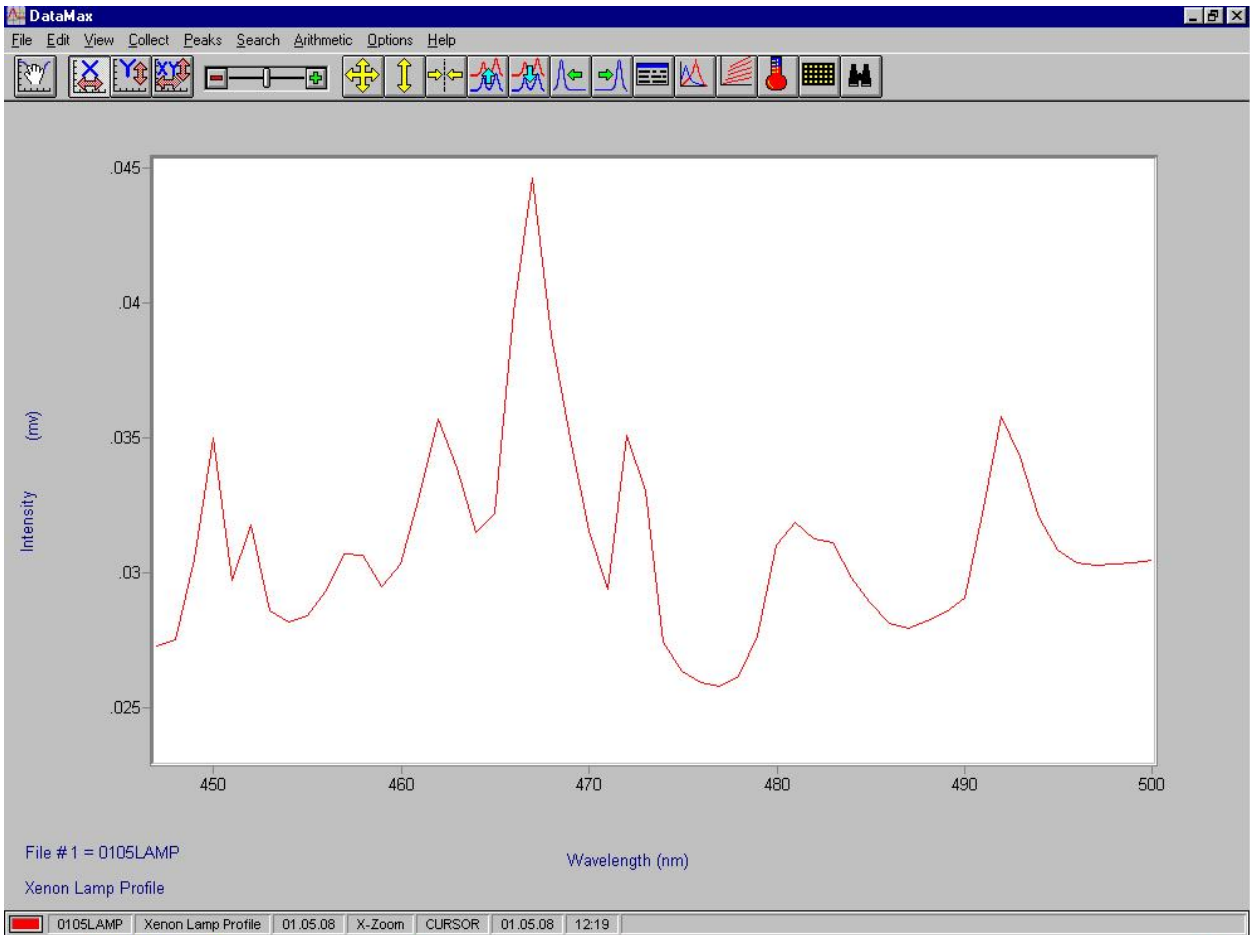


- auf Diskette oder Zip100 speichern

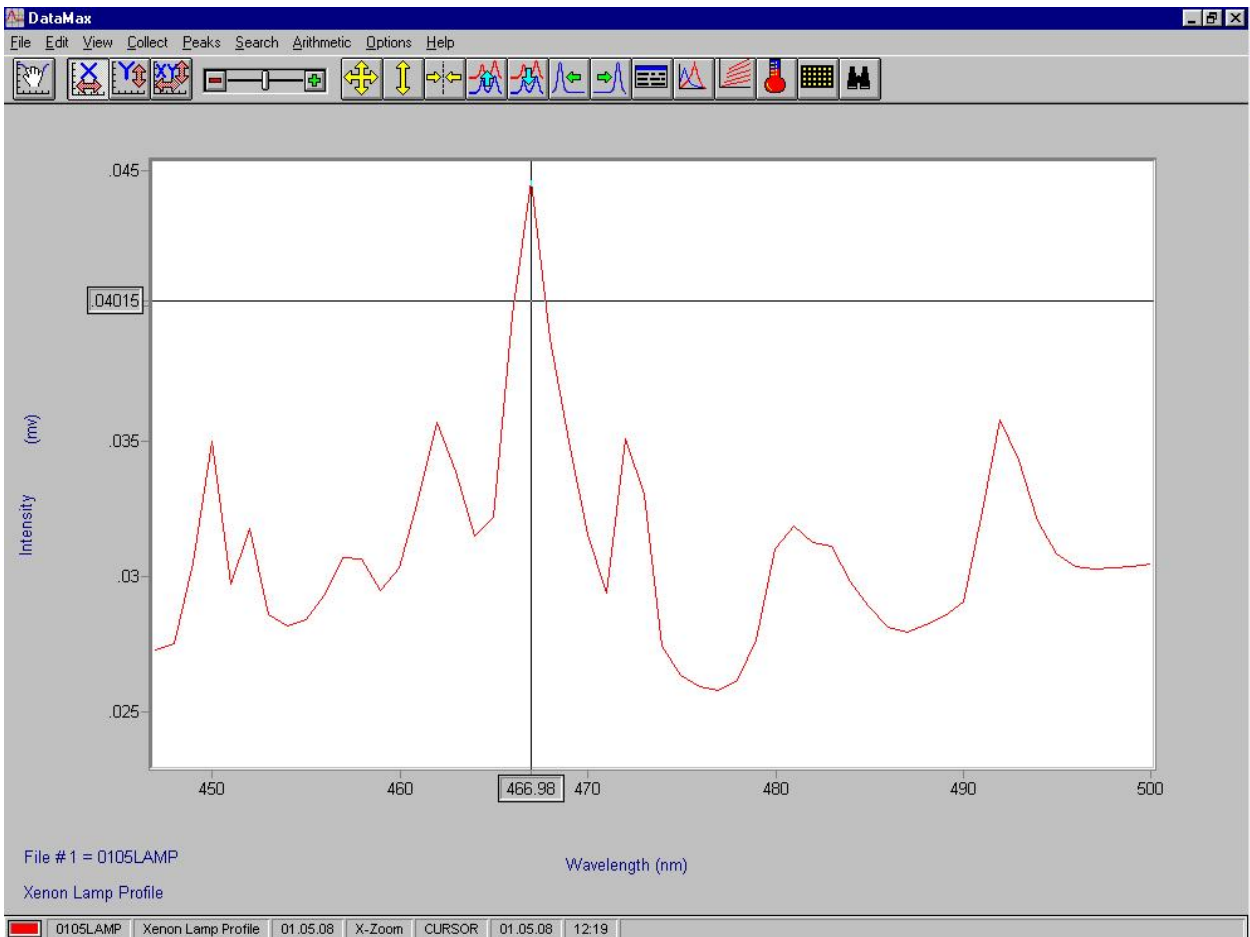
12. Vergrößerung/Werte anzeigen



- mit linker Maustaste ein Rechteck um zu vergrößernden Bereich ziehen, ins Rechteck klicken



- mit linker Maustaste gewünschten Punkt anklicken



- Lampenjustierung möglich
- danach Kalibrierung der Monochromatoren

- Ordner INI:
 - Mono1 (ex) und Mono2 (em)
 - AutoCal Offset < |100|

- falls Gitter der Monochromatoren mechanisch festgefahren
 - Ordner INI: Mono1 (ex) und Mono2 (em), AutoCal Offset = 0, dann manuell Gitter in richtige Richtung (!) zurückdrehen

- bei Emissionsspektren Korrektur notwendig, da Empfindlichkeit des Detektors und der Gitter wellenlängenabhängig
 - Korrekturfaktoren für Wellenlängen: Datei mcorrect
 - Messwerte x Korrekturfaktor
 - correction: Datei mcorrect laden
 - Detektor: Sc wählen!!!
 - linke MT, Rechteck ziehen, klicken → Vergrößerung
 - linke MT in Spektrum klicken → Anzeige der x- und y-Werte