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)



ayout	Select	ion		
Selec	t configu	ration to wo	ork with:	
Gene	ric Fluorc	max-3		

- 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
- \rightarrow Überprüfung der Anregungsmonochromatoren
- \rightarrow Messung bei Emissionswellenlänge von λ_{em} = 650 nm
- Collect \rightarrow Experiment oder Strg C oder Button
- Auswahl von "lamp.exp" und folgenden Einstellungen:

xperiment	c:\datamax\lamp.exp	DataFile ta\kg\08-04\lamp1704.spc Bu	n)
Scan Start(nm) Increment(nm)	250.000	Scan End(nm) 600.000 Auto Integration (s) 0.100 Exp Save I	/e
Emission (nm)	650.000	<u>C</u> an	cel
Number of Sca	ins 1	Exp Iy Signals	ıpe
Number of Sca	nns 1	Exp Is Signals	/pe
Number of Sca mple and Real Tir non Lamp Profile	ns 1	Exp Is Signals	/pe
Number of Sca mple and Real Tir non Lamp Profile Setug File	ns 1	Exp Is Signals Sjits Dark Offset I Points: 351.	/pe

Signals		×	Slits	×
Data Channel	Selected Signal	Units		
S A	B	(mv)	Excitation 1 1.000	
T		(cps)	Emission 1 1.000	
A Sc		(cps)		
Rc		(cps)		
1		(cps)		[
Function		(cps)	Slit Units: (nm)	<u> <u> </u></u>
.* . ▲		(cps)	Band Pass	<u>C</u> ancel
×		(cps)		
	<< Clear All	ОК	- Wahl eines entsprechen	den Dateinamens
lí. 💻		i	- "Autosave Exp"	
	<< <u>R</u> emove	<u>C</u> ancel	→ "Run"	
			Okay to overwrite this file?	×
NOTE: Corrected Dat	ta (eq. Sc) is in the form:	1	c:\datamax\lamp.exp	
Final = (Measured - D	ark - Blank) * Correction		La Nein	
where Blank and Con	rection files were previously			

4. Lampenspektrum



- ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda \neq 467 \pm 0,5$ nm
- Kalibrierung

 \rightarrow

5. Kalibrierung der Anregungsmonochromatoren



- Button 2 (Real-Time Display)

- Button 3 (Visual Instrument Setup)

Visual Instrument Setup - DFLT.SET	_ 🗆 🗙
<u>File ⊻iew Options System H</u> elp	
466.705 nm 650.005 nm 8 8 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	
FluoroMax-3	
For Help, press F1	Spex Instrument

- Gitter des Anregungsmonochromators anklicken



Excita	tion Mono
osition	466.7046 nm
Calibration Position:	466.7046
OK	Cancel
ОК	Cancel

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

- 6. Aufnahme eines Wasser-Ramanspektrums
- \rightarrow Überprüfung der Emissionsmonochromatoren
- \rightarrow Messung bei Anregungswellenlänge von λ_{em} = 350 nm
- Collect \rightarrow Experiment oder Strg C oder Button
- Auswahl von "water.exp" und folgenden Einstellungen:

mission Acquisi	tion				×
<u>E</u> xperiment	c:\datamax\water.exp	<u>D</u> ataFile] sta\kg\08-04\wat1704.spc	<u>B</u> un	
Scan Start(nn	n) 365.000	Scan End(nm)	450.000 Auto	G Save	
Increment(nn	n) 1.000	Integration (s) Time	1.000 Exp		
Excitation (nm)	350.000			<u>C</u> ance	1
Number of So	cans 1	Signals	Sjits	Ехр <u>Т</u> уре	a
ample and Real T /ater Raman Sca	ime Processing Info				
Setup File		Dark Offset	E Points: 86		
			<u>1</u> 1 000.		
Correction	<u>B</u> lank	Shutter			
Start Time	mmediate C Delau				
nals		X	Slits		
ata hannel	Selected Signal	Units			
	s	(cps)	Excitation 1 5.000	-	
2		(cps)	Emission 1 5.000		
ic ic —	_				
		(cps)			<u>.</u>
unction		(cps)	Slit Units: (nm)		<u></u> К
1			Band Pass		<u>C</u> ancel
			Wahl aines antenro		
	<< Clear All	<u>K</u>			entamens
ili at	<< <u>R</u> emove	Cancel			
			Okay to overwrite this f	ile? 🛛 🕅	
IOTE: Corrected Da	ata (eg. Sc) is in the form:		c:\datamax\water.exp		
-inal = (Measured - [where Blank and Co	Jark - Blank] * Correction rrection files were previously		Ja	Nein	
measured.			<u> </u>	<u>Tour</u>	

7. Wasserspektrum



- ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda = 397 \pm 0.5$ nm → weiter mit 9. - ist die Wellenlänge des markierten Peaks $\lambda \neq 397 \pm 0.5$ nm → Kalibrierung

8. Kalibrierung der Emissionsmonochromatoren



- Button 2 (Real-Time Display)

- Button 3 (Visual Instrument Setup)

Visual Instrument Setup - DFLT.SET File View Options System Help Image: Comparison of the system Pref	- Gitter des Emissions- monochromators anklicken
For Help, press F1 Spex Instrument	
Grating/Turret X	Enter Correct Position
Emission Mono Position: 450.01 nm Turret Selection (#/mm) (Linear Disp. nm/mm) © Grating 1 1200. 4.2 © Grating 2 © Grating 3 Change Close	Emission Mono Position 450.01 nm Calibration Position: 450.01 OK Cancel

- Eingabe des eigentlichen Werts der λ (397 nm)
- ENTER
- Fenster schließen
- zur Überprüfung erneut Aufnahme eines Wasser-Ramanspektrums (6.)

9. Ca-Messung (1)

- Collect \rightarrow Experiment oder Strg C oder Button

- Auswahl von "caindo2.exp" und folgenden Einstellungen:

e Base Acquis	ition				
Experiment	c:\datamax\caindo2.exp	<u>D</u> ataFile	ata\kg\08-04\ca	a1704a.spc	<u>R</u> un
Total Time(s) Time Incr(s) Excitation (nm)	3000.000 2.0000 338.000	Integration (s) Time Emission(nm)	2.000000	Auto Save ⊽ Exp	Save
		Signals	Sļits		Exp <u>I</u> ype
ample and Real T a-Messung feste \	ime Processing Info Vellenlänge (ex 338/em 4 00)			
Setup File	Blank	Dark Offset Shytter	Points:	1501.	
Start Time	imediate © Delay		0.00 Min		

Signals		×	Slits	×
Data Channel	Selected Signal	Units		
S 🔺	S	(cps)	Excitation 1 2.000	
T		(cps)	Emission 1 2.000	
A Sc		(cps)		
Rc —		(cps)		
		(cps)		200000000000000000000000000000000000000
Function		(cps)	Slit Units: (nm)	<u> <u> </u></u>
+	3	(cps)	Band Pass	<u>C</u> ancel
× _		(cps)	h	
n n	<< Clear All			
<u> </u>			- want eines entsprechende	n Dateinamens
	<< <u>R</u> emove	Lancel	 "Autosave Exp" 	
			- "Run"	
		1	Ukay to overwrite this file?	×
Final = (Measured - D	a (eg. 5c) is in the form: ark - Blank) * Correction		c:\datamax\caindo2.exp	
where Blank and Corr	ection files were previously			
measured.			<u>Ja</u> <u>N</u> ein	
à		10		5.4 L

ERROR	INITIALIZE	×
Experiment dialog box already open (Error Code = -1)	Hardware Status:	
OK	Waiting for Trigger	
	Press to Trigger	

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

10. Ca-Messung (folgend)

- Collect \rightarrow Experiment oder Strg C oder Button
- Dateinamen ändern (folgend B)
- "Autosave Exp"
- "Run"

11. Daten exportieren

- File \rightarrow Import/Export

Converter <u>N</u> ame	Show Descriptions	
SCII	_	
AIA_CGM	AIA netCDF Chromatography File Format	
AIA_FTIR	AIA netCDF FTIR File Format	
AIA_MS	AIA netCDF Mass Spectrometry File Format	
ALTON	Alton Instruments LS2000 Binary	
ANALECT	Analect FTIR Data File Format	
ANDO	Ando AQ-6312B Format	
APPL AUT	Applied Automation Chromatogram Format	
ASCII	ASCII Text File with Header	
ASCII XY	ASCILX,Y Data Pair Format (Constant X Spacing)	
ASCII_Y	ASCII Y Data without Header	-
onverter Path _ c	\datamay\drivers\	
onvenen aur c	, addition any cron	
1		÷

Convert from Galactic	data file to ASCII Text number array	- gewünschte Dateien
File <u>Name:</u> *.spc ca1704f.spc ca2104a.spc ca2104b.spc ca2104b.spc ca2104c.spc ca2104d.spc ca2104d.spc ca2104f.spc ca2104f.spc	Directories: c:\datamax\data\kg\08-04 Cancel datamax data kg 08-04 wartung	markieren
List Files of <u>Type:</u> Spectra (*.SPC)	Drives:	

File Export		
Exporting:	CA2104A.SPC	
Τα	CA2104A.ASP	Cancel
	Number of files to convert: 10	S <u>k</u> ip
	Output Rename	
	C <u>M</u> anual	
	C <u>D</u> verwrite	
Converter	Messages	
4		

- 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 \rightarrow Vergrößerung
- linke MT in Spektrum klicken \rightarrow Anzeige der x- und y-Werte