



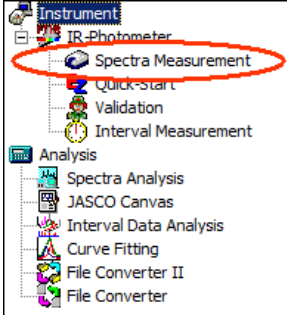
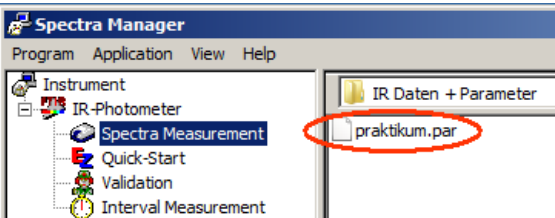
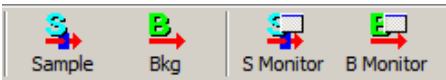
Betriebsanleitung Jasco-IR-Spektrometer

- Messen Sie keine Spektren von leicht flüchtigen Giften!
- Messen Sie keine Spektren von ätzenden Substanzen!
- Messen Sie keine Spektren von harten scharfkantigen Materialien (Sand, Glasbruch etc)! Sie zerstören damit den Diamanten!

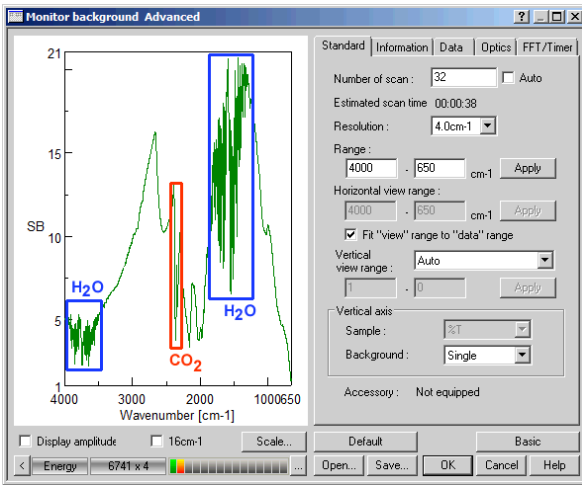
Inhalt:

Inbetriebnahme
 Background
 Probenaufnahme
 Datenbearbeitung
 Drucken und speichern
 Reinigen und abschalten

Inbetriebnahme

	<p>Schalten Sie das Spektrometer ein (Power on). Wenn Sie 3 Pieptöne hören, ist das Gerät betriebsbereit.</p>
	<p>Doppelklicken Sie auf dieses Icon, um die Software zu starten.</p>
	<p>Wenn die Anwendung gestartet ist, sehen Sie auf der linken Seite das nebenstehend abgebildete Menü. Wählen Sie:</p> <p>Spectra measurement</p>
	<p>Sie sollten die Messung mit einem Doppelklick auf die Datei „praktikum.par“ starten. Das stellt sicher, dass die in dieser Datei gespeicherten Messparameter verwendet werden. Wenn Sie stattdessen mit einem Doppelklick auf „Spectra measurement“ starten, verwendet die Software die zuletzt eingestellten Parameter, die Sie vermutlich gar nicht kennen.</p>
	<p>Die Anwendung „Spectra management“ zeigt nach dem Start 4 Menüoptionen:</p> <ul style="list-style-type: none"> • „B Monitor“: Vorschau des Backgrounds • „S Monitor“: Vorschau der Probe • „Bkg“: Aufnahme des Backgrounds • „Sample“: Aufnahme der Probe

Background



Normalerweise muss der Background nicht unbedingt in der Vorschau kontrolliert werden und es kann stattdessen gleich mit dessen Registrierung begonnen werden.

DER BACKGROUND WIRD GRUNDSÄTZLICH MIT EINEM SAUBEREN UND LEEREN DIAMANTEN GEMESSEN! PRESSEN SIE NIEMALS DEN PRESSTEMPEL AUF DEN BLANKEN DIAMANTEN!

Im Vorschauenfenster sehen Sie nicht nur links den Background sondern auch rechts die eingestellten Parameter..

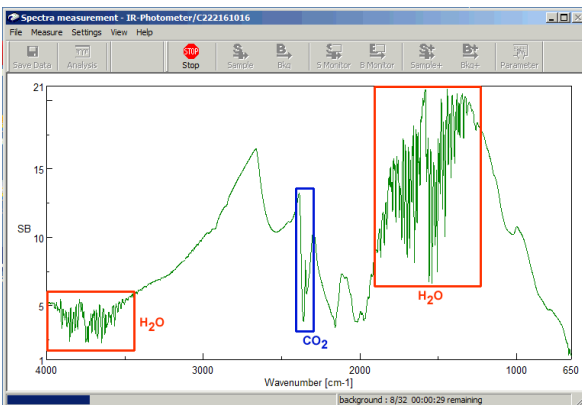
Grundpraktikanten sollten diese Werte grundsätzlich nicht verändern. Wer das sonst tun will, sollte **WISSEN**, was er tut!

SPEICHERN SIE NIEMALS IRGENDWELCHE VERSTELLTEN PARAMETER IN DER DEFAULT-KONFIGURATIONSDATEI „praktikum.par“!

Nach dem Bestätigen mit „OK“ beginnt die Messung des Backgrounds.

Sie müssen nicht unbedingt vor jedem Spektrum den Background messen. Sie sollten darauf aber nur dann verzichten, wenn **SIE SELBST** mehrere Spektren unmittelbar hintereinander messen. Vertrauen Sie weder auf „fremde“ noch auf „alte“ Backgroundmessungen! Messen Sie in allen Zweifelsfällen den Background lieber selbst, bzw. messen Sie ihn noch einmal neu!

Sobald Sie auf „Bkg“ auf der Symbolleiste oder „OK“ in der Background-Vorschau geklickt haben, werden Sie aufgefordert, das Backgroundspektrum zu kennzeichnen. Sie müssen dazu nicht alle Felder ausfüllen. Eine gute Idee ist es, unter „Sample“ die Uhrzeit der Messung zu hinterlegen.



Das Background-Spektrum wird durch folgende Faktoren beeinflusst:

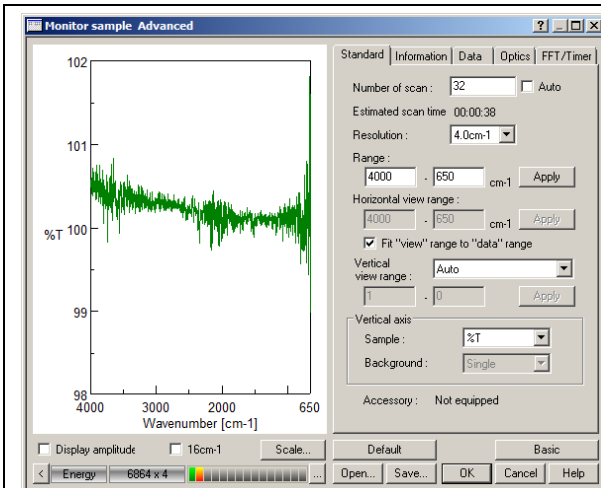
- Absorption durch atmosphärisches Kohlendioxid
- Absorption durch atmosphärischem Wasserdampf
- Absorption durch die ZnSe-Optik
- Absorption durch den Diamanten

Aufgrund der Absorptionseigenschaften des Diamanten ist es zum Beispiel Unsinn, unterhalb von 650 cm^{-1} messen zu wollen.

Merken Sie sich die Absorptionsbereiche von Wasser und CO_2 ! Falls Sie entsprechende Banden auch in Ihrer Probe finden, hat sich – meist infolge Ihrer Atemluft die Zusammensetzung der Luft während der Messung verändert. In diesem Fall ist es am besten, die Messung von vorn zu beginnen. Hilfsweise können diese Banden auch „herauskorrigiert“ werden. (s.u.)

Bei der Datenaufnahme sehen Sie einen Fortschrittsbalken. Regulär werden 32 scans akkumuliert.

Probenaufnahme



Wenn die Datenaufnahme des Backgrounds beendet ist, ist das System bereit zur Aufnahme der Probe.

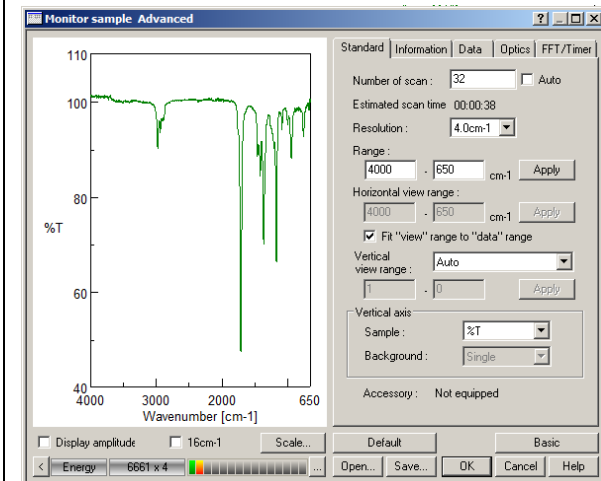
WÄHLEN SIE JETZT UNBEDINGT ZUERST DEN VORSCHAUMODUS (S-Monitor)!

Achtung:

Sie sehen im Vorschaumodus wieder rechts die eingestellten Parameter.

VERWENDEN SIE KEINE ANDEREN PARAMETER ALS DIE, DIE SIE IM BACKGROUND-SPEKTRUM VERWENDET HABEN!

So lange Sie die Substanz nicht aufgetragen haben, sehen Sie das Baseline-Spektrum nahe der 100%-Marke. Vergleichen Sie die Bereiche stärkeren Rauschens mit den Bereichen, in denen gemäß Backgroundspektrum die Energie niedrig ist!



Tragen Sie Ihre Substanz auf den Diamanten auf:

Ölige Flüssigkeiten: Geben Sie mit der Pipette einen Tropfen auf den Diamanten! Pressen Sie nicht an!

Leicht flüchtige Flüssigkeiten: Positionieren Sie den Pressstempel so, dass zwischen ihm und dem Diamanten ein möglichst dünner Spalt verbleibt und pipettieren Sie in diesen Spalt hinein.

Pulver: Tragen Sie auf den Diamanten auf. Senken Sie den Pressstempel ab, bis er leichten Kontakt mit dem Diamanten hat. Stellen Sie sicher, dass der gesamte Diamant mit Substanz bedeckt ist, bzw. beim Pressen bedeckt sein wird! Fassen Sie den Drehknopf zur Druckeinstellung mit der linken Hand und **beobachten Sie das Vorschaufenster!** Geben Sie etwas Druck auf die Probe und **beobachten Sie im Vorschaufenster**, was passiert. Warten Sie ab, bis der nächste Scan gestartet ist. Bei einem entsprechenden Druck sollten Sie ein Spektrum sehen. Erhöhen Sie in kleinen Schritten den Druck und **beobachten Sie jedes Mal im Vorschaufenster**, wie sich das Spektrum ändert! Wenn bei Druckerhöhung das Spektrum nicht mehr verstärkt wird, sondern das gesamte Spektrum nur noch "nach unten" absinkt, ist weitere Druckerhöhung sinnlos und belastet im Gegenteil nur unnötig den Diamanten.

Um die Zerstörung des Diamanten zu verhindern, hat der Drehknopf für die Druckeinstellung eine Drehkraftbegrenzung. Wenn Sie beim Drehen ein ratterndes Durchrutschen bemerken, haben Sie den maximal zulässigen Druck erreicht.

WENDEN SIE NUR DEN MINIMAL ERFORDERLICHEN DRUCK AN! VERGESSEN SIE NICHT, DASS KEINE FLÜCHTIGEN GIFTE, KEINE KORROSIVEN STOFFE UND KEINE HARTEN UND SCHARFKANTIGE STOFFE GEMESSEN WERDEN DÜRFEN!



Datenbearbeitung

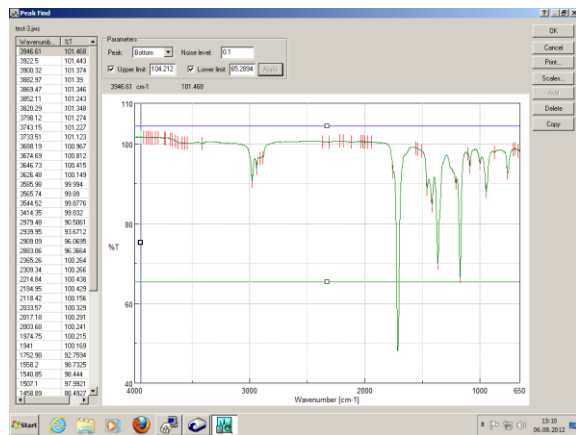


Wenn Sie im Vorschaufenster „OK“ geklickt haben, werden Sie erneut aufgefordert, dieses Mal das Probenspektrum zu kennzeichnen. Hier sollten Sie natürlich mit der Substanzbezeichnung kennzeichnen. Ansonsten ist die Aufnahme der Probe vollkommen analog zur Aufnahme des Backgrounds.

Wenn die Probenaufnahme beendet ist, werden Proben- und Backgroundspektrum automatisch in die Anwendung „spectra analysis“ kopiert. Öffnen Sie diese Anwendung durch Klicken auf das zugehörige Symbol auf der Desktop-Taskleiste. (Siehe links)



Im Fenster der „spectra analysis“-Anwendung sehen Sie zunächst wieder das soeben aufgenommene Spektrum. Der auffällige Unterschied ist der, dass es eine neue Menüleiste mit verschiedenen Optionen z.B. zur Datenkorrektur gibt (z.B. entfernen unerwünschter CO₂-Absorptionsbanden) Andere Schaltflächen dienen zum Vergleichen von Spektren. In der Regel werden Sie die Bandenlagen der Absorptionsbanden bestimmen wollen. Dazu dient die rechte, in der nebenstehenden Abbildung rot umrandete Schaltfläche, die das „peak find“-Fenster öffnet.

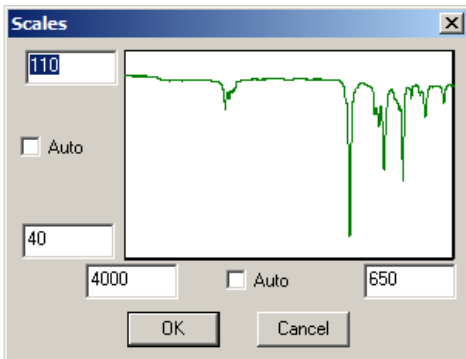


Im „peak find“-Fenster gibt es die folgenden Optionen:

Zwei horizontale Linien, die obere blau, die untere grün, begrenzen den Bereich, in dem Banden beschriftet werden. Sie können beide Linien mit der Maus greifen und verschieben. Beachten Sie, dass der Mauscursor sich in eine Pinzette verwandelt, wenn die Maus bereit zum „Greifen“ ist.

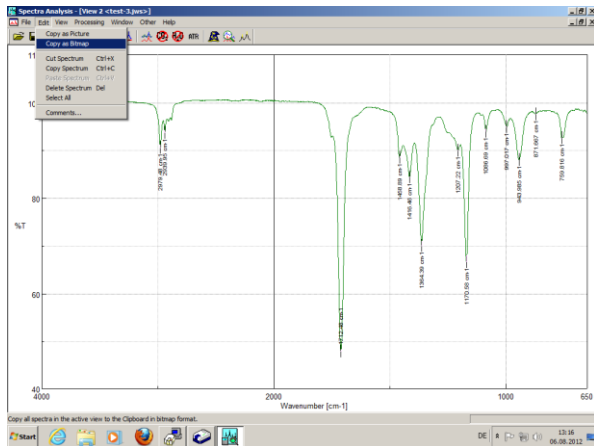
Alle Banden, die bei den aktuellen Einstellungen beschriftet werden, sind durch eine kleine senkrechte rote Linie gekennzeichnet. Sie können mit dem „noise level“ die Empfindlichkeit einstellen, mit der Banden als solche erkannt und beschriftet werden sollen. Erniedrigen Sie den „noise level“ um mehr Banden zu beschriften und umgekehrt. Beachten Sie, dass Sie einen Dezimalpunkt (kein Komma) verwenden müssen!

Weitere Feinabstimmung erfolgt per Hand: Greifen Sie mit der Maus die vertikale Linie, die im Augenblick auf der am weitesten links stehenden Beschriftung steht. Wenn Sie sie exakt über einer Beschriftung positionieren (Verwenden Sie die Pfeiltasten zur Feineinstellung) können Sie eine unerwünschte Beschriftung löschen. („Delete“-Schaltfläche auf der rechten Seite.) An allen anderen Stellen des Spektrums können Sie umgekehrt eine Beschriftung hinzufügen. („Add“-Schaltfläche“).



Um eine möglichst genaue Beschriftung zu erhalten, kann es zweckmäßig sein, die entsprechende Spektrenregion vergrößert („gespreizt“) darzustellen. Verwenden Sie dazu die „Scales...“-Schaltfläche, nehmen die gewünschten Einstellungen vor und bestätigen mit „OK“. Wählen Sie „Auto“ im „Scales...“-Fenster, um wieder das gesamte Spektrum zu erhalten.

Drucken und Speichern



Nach erfolgreichem *“Peak-picking”* sollte das Spektrum so ähnlich aussehen wie links abgebildet. Das Spektrum ist jetzt fertig und kann gespeichert oder gedruckt werden.

Achtung:

Um das Spektrum in einen Bericht zu kopieren, gibt es zwei Optionen:

Wenn Sie nur das nackte Spektrum haben wollen, kopieren Sie das Spektrum als Bitmap in die Zwischenablage, wie auf dem linken Bild zu sehen. Fügen Sie in die Grafikanwendung *„Windows Paint“* ein! Speichern Sie das Bild in einem geeigneten Format. Empfehlenswert ist *„gif“*, weil das von Textverarbeitungsprogrammen in der Regel verarbeitet werden kann und weil die Dateigrößen klein sind.

Analytisch korrekter ist eine Ausgabe zusammen mit den verwendeten Parametern. Eine solche Ausgabe erhalten Sie, wenn Sie ein pdf-Dokument erzeugen. Dazu müssen Sie in eine pdf-Datei *„drucken“*. Suchen Sie die Druckeinstellungen. Je nach Vorgehensweise ist das *„Print-Setup“* oder *„Print Preview“*. Wählen Sie einen der pdf-Druckertreiber aus. Wenn Sie das *„Drucken“* mit *„OK“* bestätigt haben, werden Sie aufgefordert, einen Namen und einen Speicherort für die zu erzeugende Datei anzugeben.

SPEICHERN SIE SPEKTREN NUR IN DEN DAFÜR VORGESEHENEN ORDNERN!

Grundpraktikanten:

Verwenden Sie den Ordner *„Praktikum“*. Der Pfad ist:

C:\Benutzer\orggp\Eigene Dateien\Dokumente\IR-Spektren\Praktikum

Erzeugen Sie in diesem Ordner einen Unterordner mit Ihrem Namen. Verwenden Sie keine Phantasienamen! Speichern Sie **IHRE** Daten nur in **IHREM** Verzeichnis!

Mitarbeiter:

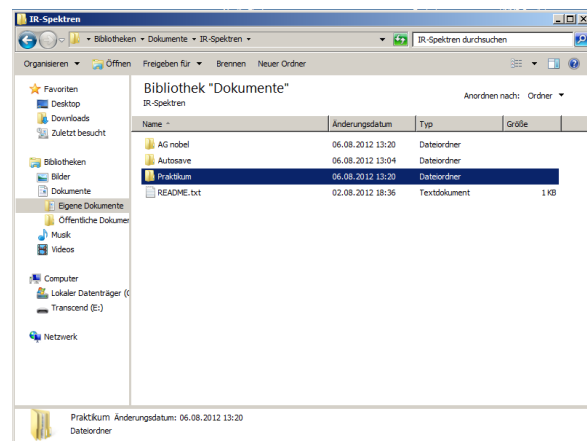
Wenn es noch keinen Ordner für Ihre Arbeitsgruppe gibt, erzeugen Sie einen Ordner *„AG+irgendwas“* im Pfad

C:\Users\orggp\Eigene Dateien\Dokumente\IR-Spektren\

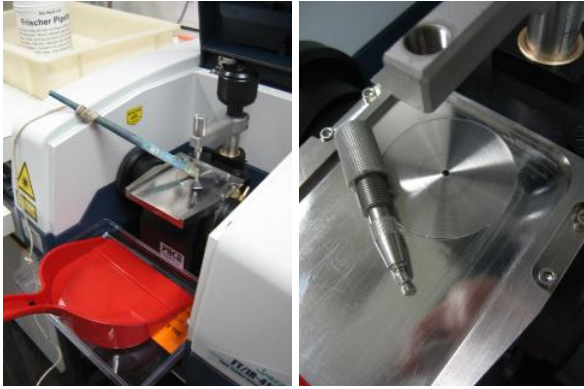
Erzeugen Sie in diesem Ordner einen Unterordner mit Ihrem Namen! Verwenden Sie keine Phantasienamen! Speichern Sie **IHRE** Daten nur in **IHREM** Verzeichnis!

JEDER IRGENWO ANDERS GESPEICHERTE DATENMÜLL WIRD OHNE RÜCKFRAGE GELÖSCHT!

DIESER COMPUTER IST KEIN MEDIUM, UM DATEN DAUERHAFT ZU SPEICHERN! DIE DATEN WERDEN GANZ IM GEGENTEIL NACH EINEM HALBEN JAHR AUTOMATISCH GELÖSCHT!



Reinigen und abschalten



REINIGEN SIE DAS SPEKTROMETER!

Feststoffe werden dazu am besten zuerst mit dem Pinsel in die Schaufel gebürstet. Dann wird mit Zellstoff, der mit etwas Aceton oder Ethanol angefeuchtet wurde, nachgereinigt. Der Pressstempel kann zur besseren Reinigung herausgeschraubt werden wie auf nebenstehender Abbildung zu sehen. Schrauben Sie den Stempel unmittelbar danach wieder ein!

ICH BEHALTE MIR VOR, ALLE VON DER NUTZUNG DES GERÄTS AUSZUSCHLIESSEN, DIE DAS GERÄT NICHT SAUBER HALTEN!



Wenn das Spektrometer nicht unmittelbar danach weiter benutzt wird, schalten Sie es bitte aus. (Power off)
Es ist beabsichtigt, dass dabei das Gerät gar nicht vollständig ausgeschaltet wird, sondern vielmehr in einen Stand-by-Modus versetzt wird. Die Kontrollleuchte „Resume“ muss also weiterhin leuchten! Durch das Ausschalten werden Verschleißteile wie zum Beispiel der Laser abgeschaltet. Das Ausschalten verringert also nicht nur den Stromverbrauch sondern schont auch das Gerät.

Trennen Sie das Gerät nicht vollständig vom Stromnetz!



Wenn Sie nach allem Anschein für den heutigen Tag der letzte Nutzer gewesen sind, tun Sie gut daran, den Schwenkarm mit dem Pressstempel in die „Parkposition“ zu bewegen (ganz nach rechts oder links drehen und dann ganz nach unten schrauben. Siehe Abbildung links!) Schließen Sie danach den Deckel.