



„Stabilisierte Datenerfassung“

QuickStep

**Spektrometrie-Software
für Analysegeräte und Spektrometer
mit Scanning-Grating-Technologie**

1. Einmessen von Substanzen für eine neue Datenbank mit dem Finder

1. QuickStep-Software starten, Gerät anschließen und einschalten.

1.1. Einstellungen (nur bei der ersten Messung nach der Installation)

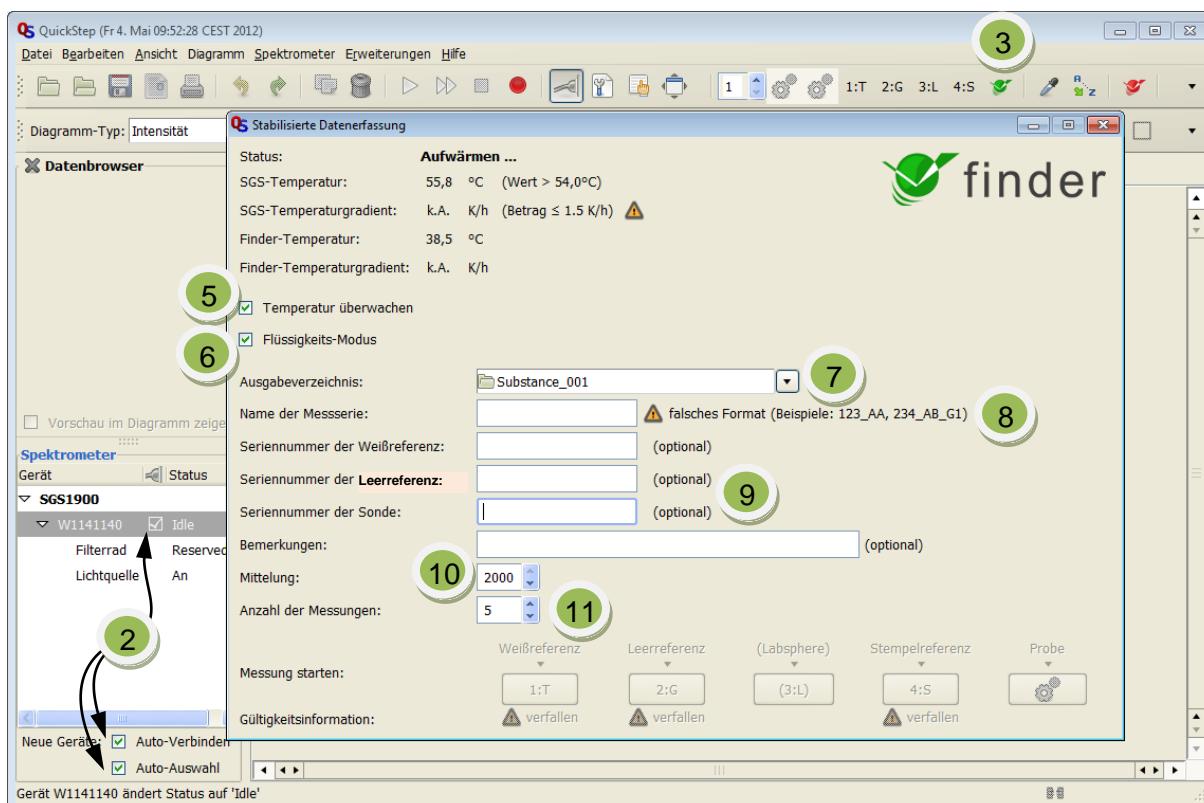
2. Bei ‚neue Geräte‘ unter der Spektrometer-Liste beide Optionen ‚Auto-Verbinden‘ und ‚Auto-Auswahl‘ mit einem Häkchen versehen. Dann verbindet sich die QuickStep-Software nach dem Start mit dem angeschlossenen Gerät. Eventuell müssen Sie das Gerät in der Liste dieses Mal noch manuell verbinden (Häkchen im Kästchen setzen).

1.2. Start der Erweiterung „Stabilisierte Datenerfassung“

3. Die Erweiterung kann wahlweise über den Menüeintrag *Erweiterungen>Datenerfassung>Stabilisierte Datenerfassung* oder über das grüne Finder-Symbol in der Werkzeugleiste gestartet werden.

1.3. Vorbereitung der Messung

4. Nach dem Start wechselt die Anwendung automatisch in den Aufwärm-Modus. Dabei wird das Gerät in einen stabilen Temperaturzustand gebracht, sodass hochgenaue Messungen ermöglicht werden. Die momentanen Gerätetemperaturen, sowie deren Änderungsraten (Gradienten) werden im oberen Bereich des Fensters angezeigt. Bis der Gradient bestimmt werden kann, muss die Temperatur zunächst einige Minuten kontinuierlich gemessen werden.
5. Die automatische Temperatur-Überwachung ist standardmäßig aktiv. Sie sorgt dafür, dass Substanzmessungen erst durchgeführt werden können wenn das Gerät eine



Stabilisierte Datenerfassung – Deutsch –

ausreichend stabile Temperatur erreicht hat. Als Kriterium dafür werden die Spektrometer-Temperatur sowie die Änderungsraten herangezogen. Deren Betrag muss einen Wert kleiner als 1.5 K/h aufweisen. Die automatische Temperatur-Überwachung sollte nur zu Testzwecken deaktiviert werden.

6. Der **Flüssigkeitsmodus** ist standardmäßig aktiv. Für die **Messung von Feststoffen** (z.B. Pulver) das Häkchen wegklicken.
7. Die Kategorie *Ausgabeverzeichnis* legt den **Speicherort für Messungen** fest. Im hier angegebenen Verzeichnis werden später die Spektren einer Messserie inklusive der durchgeführten Referenzmessungen in einer festgelegten Verzeichnishierarchie automatisch abgelegt.
8. In der Kategorie *Name der Messserie* erfolgt die **Vorgabe für die Benennung der erfassten Probenspektren** beim automatischen Speichern im Ausgabeverzeichnis. Der Name muss dabei einem festgelegtem Schema folgen:

[Ziffern]_[BUCHSTABEN]_[Glasnr.] (bei nicht nummerierten Gläsern entfällt die Glasnummer)

Die Ziffern stehen für die Probennummer (ID), die zu der bestimmten Probe weist und auf dem Probenbehälter vermerkt werden sollte. Die Großbuchstaben kennzeichnen die jeweilige Messserie. Sie sollten mit A, B, ... Z, AA, AB, ... AZ, BA, ... durchgezählt werden. Die Glasnummer muss der Aufschrift des benutzten Probengläschens entsprechen. Beispiele:

1002_A_G2 für die erste Messserie (A) für Substanz 1002 in Glas G2
1004_AB_G4 für die 28. Messserie (AB) für Substanz 1004 in Glas G4

Die Anwendung prüft den Namen automatisch auf Plausibilität. Bei einem ungültigen Namen erscheint neben dem Eingabefeld ein ⚠-Symbol sowie ein Textfeld mit einem entsprechenden Hinweis. Die Probenmessung wird erst freigegeben, wenn ein gültiger Name für die Serie vergeben wurde.

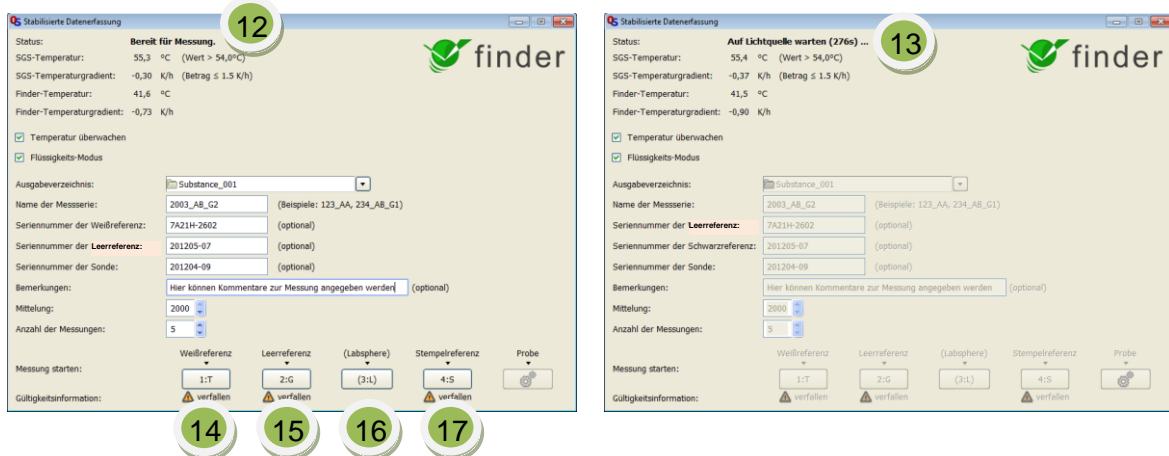
9. Wenn vorhanden sollten die Seriennummern der zum Einsatz kommenden Weißreferenz, Leerreferenz bzw. Sonde in die entsprechenden Felder eingetragen werden. Außerdem empfiehlt es sich, Anmerkungen zur oder Besonderheiten der Probe im Feld „Bemerkungen“ festzuhalten.
10. Mithilfe der *Mittelung* kann die **Genauigkeit** (auf Kosten der Dauer) einer Messserie beeinflusst werden. Der Standardwert 2000 sollte hier beibehalten werden.
11. Die *Anzahl der Messungen* legt fest, **wieviele Spektren in einer Messserie** erfasst werden sollen. Der Standardwert beträgt 5 Messungen.
12. Sobald ein ausreichend stabiler Temperaturzustand erreicht worden ist, wechselt der Status der Anwendung auf „*Bereit für Messung*.“ **Dies kann je nach Umgebungs- und Ausgangsbedingungen einige Zeit in Anspruch nehmen.**



1.4. Aufnahme der Referenzspektren

Für eine hochgenaue Erfassung der spektralen Eigenschaften der zu messenden Substanzen müssen die **Einflüsse der Probenbehälter, sowie des Geräts** erfasst werden. Auf diese Weise können sie später berücksichtigt bzw. aus den Spektren „herausgerechnet“ werden. Wichtig ist hier, dass während einer Messserie das Glas bzw. bei Flüssigkeiten ggf. der Stempel nicht gewechselt wird. **Beide müssen vor der Verwendung sorgfältig gereinigt und getrocknet werden.** Dabei ist darauf zu achten, dass der Stempel nicht unnötig mechanisch beansprucht wird (beispielsweise durch Herunterkratzen der Substanz mit dem Spachtel). Die Referenzmessungen haben eine

Stabilisierte Datenerfassung – Deutsch –



zeitlich begrenzte Gültigkeit (20min). Die Anwendung sorgt automatisch dafür, dass wenn diese verfallen eine Neumessung der Referenzen erfolgt.

13. Vor der Aufnahme des ersten Referenzspektrums (nach dem Beenden einer Aufwärmphase oder nach dem Wechsel des Ausgabeverzeichnis) wird automatisch ein Dunkelspektrum erfasst. Dazu muss die interne Lichtquelle des Geräts kurzzeitig ausgeschaltet werden. Um diese wieder in einen ausreichend stabilen Zustand zu versetzen **muss anschließend (noch vor der eigentlichen externen Messung) eine fünfminütige Pause eingehalten werden**. Die Anwendung sorgt automatisch für die Einhaltung dieses Ablaufs.

14. Zur Aufnahme der **Weißreferenz** wird der beigelegte Weiß-Standard oder gegebenenfalls das entsprechend beschriftete Gläschen auf das Gerät gestellt und die Schaltfläche 1:T betätigt (siehe auch Abschnitt 1.4.13). Messungen im Gläschen müssen mit dem schwarzen Abstandsring durchgeführt werden.

15. Zur Messung der **Leerreferenz** wird **dasselbe Gläschen das später zur Messung der Substanz genutzt wird** leer auf das Gerät gestellt und die Schaltfläche 2:G betätigt (siehe auch Abschnitt 1.4.13). Messungen im Gläschen müssen mit dem schwarzen Abstandsring durchgeführt werden.

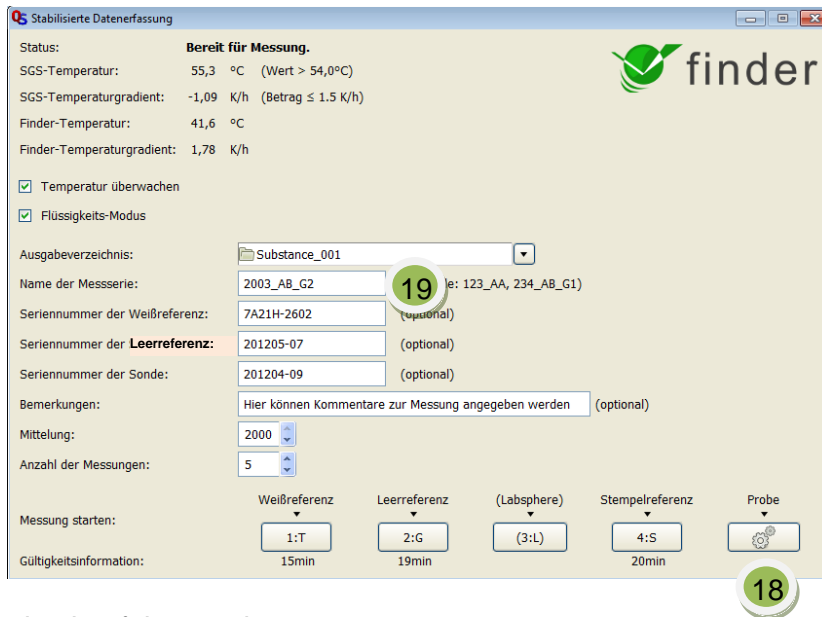
16. Optional (wenn Labsphere-Referenz verfügbar): Zur **Labsphere**-Messung wird die **Labsphere**-Referenz ohne Gläschen auf das Gerät gestellt und die Schaltfläche 3:L betätigt (siehe auch Abschnitt 1.4.13).

17. **NUR bei Flüssigkeiten/Pasten (Flüssigkeits-Modus):** Zur Messung der **Stempelreferenz** wird **dasselbe Gläschen in dem später die zu messende Substanz eingefüllt wird**, leer mit demselben Stempel mit dem später die **Messung durchgeführt** wird auf das Gerät gestellt und die Schaltfläche 4:S betätigt (siehe auch Abschnitt 1.4.13). Messungen im Gläschen müssen mit dem schwarzen Abstandsring durchgeführt werden.


1.5. Aufnahme der Probenspektren (Messserien)

Zum Einmessen muss **dasselbe Gläschen, mit dem zuvor die Leere Glas-Messung bzw. gegebenenfalls die Stempelmessung durchgeführt wurde**, so mit der Probe befüllt werden, wie dies später bei den Prüfungen erfolgen soll. Bei Pulvern soll der Boden mit 2-3 mm Substanz bedeckt sein. Bei Flüssigkeiten reicht 1 mm. Pasten werden mit einem Spachtel auf den Stempel aufgetragen, so dass sie sich beim eindrücken in das Probenglas über die Stempelfläche verteilen (von unten sichtbar). Dabei ist darauf zu achten, dass alle drei Füßchen des Stempels auf dem Boden des Gläschens fest aufliegen und sich keine Blasen an der Unterseite bilden. Messungen im Gläschen müssen mit dem schwarzen

Stabilisierte Datenerfassung – Deutsch –



Abstandsring durchgeführt werden.

18. Die Messserie beginnt nach Betätigen der -Schaltfläche. Während der Messung werden automatisch immer wieder interne Referenzstandards des Geräts gemessen. Die dadurch entstehenden Pausen (Probe nicht beleuchtet) sollten genutzt werden um das Probengläschen zu drehen, sodass eventuell vorhandene Richtungsabhängigkeiten erfasst werden können. Die vorgewählte Anzahl von Spektren wird erfasst und automatisch im Ausgabeverzeichnis fortlaufend nummeriert abgespeichert (z.B. 2003_AB_G2_0001.csv, 2003_AB_G2_0002.csv usw.) Die Messungen werden im Hintergrund in *QuickStep* dargestellt.
19. Um möglichst alle Variationen zu erfassen, die in der Substanz (bzw. aufgrund der Methodik) auftreten können, wird empfohlen diesen Vorgang mindestens viermal zu wiederholen. Dazu wird im aktuellen Ausgabeverzeichnis jeweils eine neue Messserie angelegt, indem ein neuer Name festgelegt wird (z.B. 2003_AB_G2 ändern in 2003_AC_G3). Jede Messserie wird mit einem gereinigten Glas begonnen (siehe *Abschnitt 1.4*).

1.6. Beenden einer Messserie

Sowohl die Aufwärmphase, als auch die automatischen Messungen können jederzeit abgebrochen werden. Dazu wird das Fenster der Erweiterung *Stabilisierte Datenerfassung* geschlossen. Gegebenenfalls wird der aktuelle Vorgang noch beendet. Dies wird dann am Fenstertitel sichtbar („Wird beendet...“).

Die zuletzt aufgenommenen Spektren sind in *QuickStep* unter Umständen noch geladen. Beim Beenden müssen sie nicht gespeichert werden, da diese von der Erweiterung *Stabilisierte Datenerfassung* bereits automatisch im Ausgabeverzeichnis gespeichert wurden.