



**Ergänzung zu „Stabilisierte Datenerfassung“:
Papiermessungen**

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

1. Papiermessungen zum Erstellen einer neuen Datenbank mit dem Finder

Bei diesem Dokument handelt es sich um eine Ergänzung zum Dokument „*Stabilisierte Datenerfassung*“. Es geht auf die Besonderheiten bei der Messung von Papierstücken mit einer entsprechend optimierten Sonde und Weißreferenz ein. Bitte lesen Sie die Anleitung „*Stabilisierte Datenerfassung*“ gründlich bevor Sie fortfahren.

Es soll noch angemerkt werden, dass der hier beschriebene große Aufwand ausschließlich zur Erstellung des chemometrischen Modells (Kalibration) benötigt wird. Spätere Messungen zur Anwendung der Kalibration (beispielsweise zur Produktionsüberwachung) sind voraussichtlich mit geringerem Aufwand zu handhaben.

1.1. Hardware zur Messung von Papier-Probenstücken

Für die Messung von Papierstücken kommt eine aus vier Komponenten bestehende Hardware zum Einsatz:

1. Die **Weißreferenz** ersetzt die externe Weißreferenz im Glas bzw. (wenn vorhanden) die Spektralon-Weißreferenz.
2. Die **Leerreferenz** ersetzt die Messung des leeren Glases.
3. Die **Papier-Sonde** wird benötigt um für die Messung von Papierstücken eine ebene Auflagefläche zur Verfügung zu stellen.
4. Die **Sonden-Auflage** wird benötigt um Papierstücke auf der Papier-Sonde unter reproduzierbaren Bedingungen messen zu können.

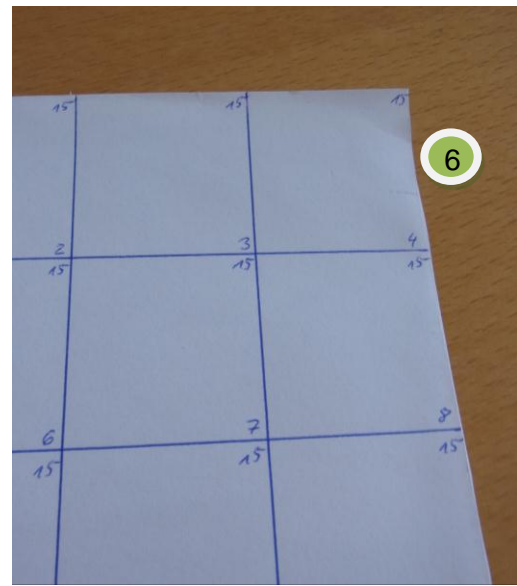
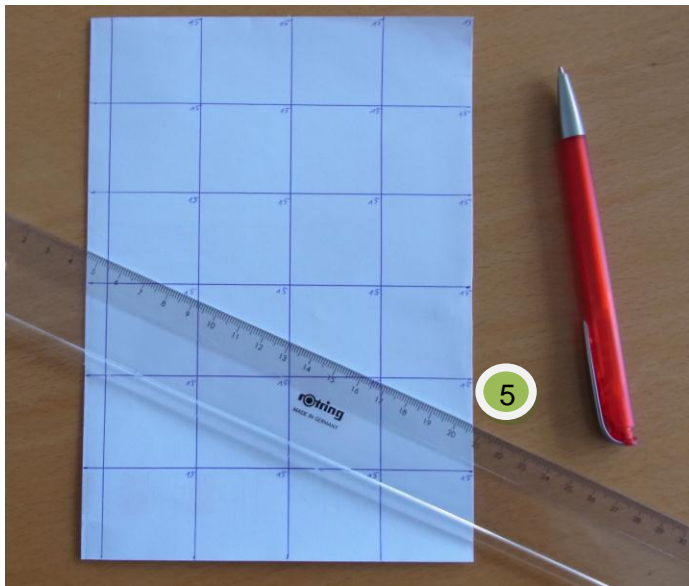


Sowohl bei der Weißreferenz als auch bei der Papier-Sonde ist zumindest innerhalb des Messflecks (beidseitige Fläche innerhalb des schwarzen Rings) auf Sauberkeit zu achten. Zur Reinigung des Glases eignet sich beispielsweise reiner Spiritus (Ethylalkohol) auf einem staubfreien Tuch.

1.2. Vorbereitung der Proben

Ausgangspunkt ist immer das zu messende Papier im Format DIN A5. Größere Blätter werden gegebenenfalls zerteilt oder zurechtgeschnitten. Aufgrund der vor allem bei manuell gefertigtem Papier erfahrungsgemäß vergleichsweise großen Inhomogenität des Latex-Gehalts über der Papierfläche ist es notwendig das gesamte Blatt mit dem Spektrometer messtechnisch zu erfassen. Dazu wird es zunächst in möglichst gleiche, quadratische Stücke mit einer Seitenlänge von 3,5 cm zerteilt.

5. Mit Lineal und Kugelschreiber wird ein entsprechendes Raster aufgezeichnet.



6. Vor dem Zerteilen mit der Schere werden die einzelnen Stücke beschriftet. In die rechte obere Ecke wird mit Kugelschreiber die Nummer (ID) der Papier-Probe eingetragen. In der rechten unteren Ecke werden die Stücken mit eins beginnend durchnummeriert.

Es ergeben sich 24 durchnummerierte, quadratische Stücke. Der verbleibende schmale Rand ist Abfall.

Bei Arbeit mit den Papierproben ist auf Sauberkeit zu achten. Es empfiehlt sich, die Proben mit puderfreien Gummihandschuhen zu handhaben.

1.3. Vorbereitung der Messung

Dient der Ergänzung von *Abschnitt 1.3* im Dokument „Stabilisierte Datenerfassung“.

7. Der **Flüssigkeitsmodus** ist standardmäßig aktiv. Für die Papiermessung **das Häkchen wegklicken**.
8. Die Kategorie *Ausgabeverzeichnis* legt den **Speicherort für Messungen** fest. Im hier angegebenen Verzeichnis werden die Spektren einer Messserie inklusive der durchgeführten Referenzmessungen in einer festgelegten Verzeichnishierarchie automatisch abgelegt. Hier muss für die Problemstellung „Papiermessung“ ein separates Verzeichnis angelegt werden, **welches später alle Papier-Messserien enthält**. Werden zwischendurch andere Proben (Substanzen) gemessen, ist darauf zu achten, dass vor Beginn der Messungen das „Papier-Verzeichnis“ wieder ausgewählt wird.
9. 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 festgelegten Schema folgen:

[Ziffern]_[BUCHSTABEN]

Die Ziffern stehen für die Probennummer (ID), die zu der zu messenden Papierprobe (z.B. mit unterschiedlichen Latex-Gehalten) verweist. Die Großbuchstaben kennzeichnen die jeweilige Messserie. Sie sollten mit A, B, ... Z, AA, AB, ... AZ, BA, ... durchgezählt werden. Beispiele:

Stabilisierte Datenerfassung – Deutsch –

- 3_A für die erste Messserie (A) der Papierprobe 3
 7_AB für die 28. Messserie (AB) der Papierprobe 7

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.

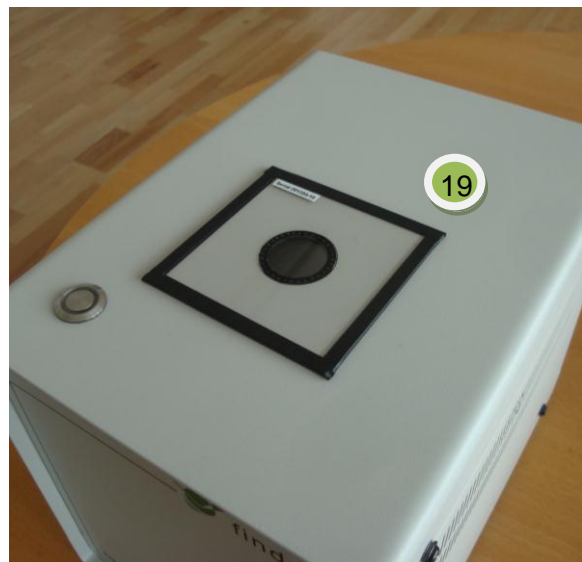
10. Die Seriennummer der Weißreferenz, Leerreferenz bzw. der Papier-Sonde wird gegebenenfalls in die entsprechenden Felder eingetragen. Außerdem empfiehlt es sich, Anmerkungen zur oder Besonderheiten der Probe im Feld *Bemerkungen* festzuhalten.
 Beispiel: „Vlies manuell vom 7.2.2012, optisch aufgehellte, 65g/m², Latexgehalt 5,3%“
11. Für die **Mittelung** wird der **Standardwert 2000** beibehalten.
12. Die **Anzahl der Messungen** innerhalb einer Serie entspricht der **Anzahl der Stücken einer Probe**. Für das zerteilte DIN A3 Blatt ergibt sich hier also 24. Dieser Wert muss jeweils nach dem Start der Software erneut festgelegt werden.
13. 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

Dient der Ergänzung von *Abschnitt 1.4* im Dokument „Stabilisierte Datenerfassung“.

14. 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.
15. Zum Erfassen der **Weißreferenz** wird diese so auf das Gerät gelegt dass der aufgeklebte schwarze Ring nach unten gerichtet ist und in die Probenaufnahme des Geräts passt. Die Glasfläche muss dabei auf der Oberseite des Geräts flach aufliegen. Anschließend wird die Schaltfläche 1:T betätigt (siehe auch Abschnitt 1.4.14).
16. Zum Erfassen der **Leerreferenz** wird die Schwarzreferenz so auf das Gerät gelegt




Stabilisierte Datenerfassung – Deutsch –

dass der aufgeklebte schwarze Ring nach unten gerichtet ist und in die Probenaufnahme des Geräts passt. Die Glasfläche muss dabei auf der Oberseite des Geräts flach aufliegen. Anschließend wird die Schaltfläche 2:G betätigt (siehe auch Abschnitt 1.4.14).



1.5. Aufnahme der Probenspektren (Messserien)

Dient der Ergänzung von *Abschnitt 1.5* im Dokument „Stabilisierte Datenerfassung“.

17. Zum Erfassen der Probe wird die **Papier-Sonde** so auf das Gerät gelegt dass der aufgeklebte schwarze Ring nach unten gerichtet ist und in die Probenaufnahme des Geräts passt. Die Glasfläche muss dabei auf der Oberseite des Geräts flach aufliegen.
18. Die zurechtgeschnittenen Stücken einer Papier-Probe werden sorgfältig in einem **Stapel entsprechend ihrer Nummerierung** (rechte untere Ecke) so übereinander gelegt, dass das Stück mit der Nummer *eins* ganz unten und das Stück mit der Nummer 24 oben auf liegt. Der Stapel wird mittig auf die Papiersonde gelegt, sodass der Messfleck vollständig bedeckt ist.
19. Die **Sonden-Auflage** wird vorsichtig auf den Stapel aufgelegt. Dabei ist zu beachten, dass sich der Stapel nicht verschiebt. Die Sonden-Auflage muss mittig und eben ausschließlich auf dem Stapel aus Proben-Stücken aufliegen.
20. Die Messserie beginnt nach Betätigen der -Schaltfläche.
21. Während der Messung werden automatisch immer wieder interne Referenzstandards des Geräts gemessen (Status wechselt auf „Internen Wellenlängenstandard erfassen...“). Die dadurch entstehenden Pausen werden genutzt um die **Reihenfolge der Proben-Stücken zu variieren**. Dazu wird die Sonden-Auflage zügig entfernt und das unten liegende Stück vorsichtig nach oben gelegt, sodass anschließend das Stück mit der nächsten Nummer im Stapel unten liegt. Anschließend wird die Sonden-Auflage wieder aufgelegt. Da die Messungen automatisch in einem festen Rhythmus hintereinanderweg erfolgen, muss diese Prozedur zügig durchgeführt werden. Es steht zwischen den einzelnen Messungen ein Zeitfenster von ca. 30 Sekunden zur Verfügung. Um Proben und Sonde möglichst nicht zu verschmutzen, sollte mit puderfreien Gummihandschuhen gearbeitet werden.
22. Um **Variationen der Proben** bzw. der Messung erfassen zu können muss eine solche Serie mit jeder Probe mindestens zweimal wiederholt werden. Dazu wird der Probenstapel horizontal um jeweils 90° gedreht. Im aktuellen Ausgabeverzeichnis



Stabilisierte Datenerfassung – Deutsch –

wird jeweils eine neue Messserie angelegt, indem ein neuer Name festgelegt wird (z.B. 15_A → 15_B → 15_C). Jede Messserie wird automatisch mit der erneuten Aufnahme von Referenzspektren (Abschnitt 1.4) begonnen.

1.6. Lagerung der Proben

Um Wiederholungsmessungen zu ermöglichen, sollten die beschrifteten Probenstücke als sortierter Stapel aufbewahrt werden. Den Stapel jedes Blatts am besten einzeln verpacken, um Verwechslungen und Verschmutzung zu vermeiden. (Dazu eignen sich beispielsweise unbenutzte Prospekthüllen.)