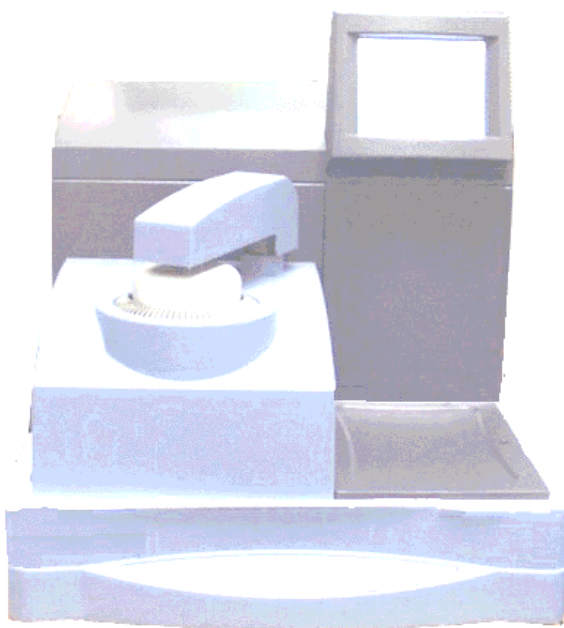


DSC

Differential Scanning Calorimeter



Q Serie™

Installationshandbuch

Hinweise

Das in diesem Handbuch enthaltene Informationsmaterial und die Online-Hilfe der Software zur Unterstützung dieses Geräts sind für den bestimmungsgemäßen Gebrauch des Geräts ausreichend. Sollten das Gerät oder die Verfahren für einen anderen als den hier beschriebenen Zweck verwendet werden, so muss von TA Instruments eine Bestätigung über die entsprechende Eignung eingeholt werden. Andernfalls übernimmt TA Instruments keine Garantie, Verpflichtung oder Haftung für die Folgeergebnisse. Mit dieser Druckschrift wird keine Lizenz oder Empfehlung für den Betrieb des Geräts im Rahmen eines bestehenden Verfahrenspatents erteilt.

TA Instruments-Betriebssoftware und -modul, Datenanalyse, Dienstprogramme und die zugehörigen Handbücher sowie die Online-Hilfe sind Eigentum und urheberrechtlich geschützt von TA Instruments, Inc. Käufer erhalten eine Lizenz zur Nutzung dieser Softwareprogramme zusammen mit dem gekauften Modul und Rechner. Diese Programme dürfen vom Käufer ohne die vorherige schriftliche Genehmigung durch TA Instruments nicht vervielfältigt werden. Lizenzierte Programme bleiben alleiniges Eigentum von TA Instruments, und mit Ausnahme der oben genannten Rechte werden dem Käufer keinerlei weitere Rechte oder Lizenzen gewährt.

Wichtiger Hinweis: TA Instruments Nachtrag zum Handbuch

Klicken Sie auf die folgenden Links, um wichtige Informationen abzurufen, die dieses Installationshandbuch ergänzen:

- [Marken von TA Instruments](#)
- [Patente von TA Instruments](#)
- [Andere Marken](#)
- [TA Instruments Lizenzvertrag für Endbenutzer](#)
- [Vertretungen von TA Instruments](#)

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	4
Sicherheits- und Warnhinweise	7
Erfüllung behördlicher Auflagen	8
Sicherheitsnormen	8
Elektromagnetische Verträglichkeit	8
Sicherheit	9
Warnsymbole am Gerät	9
Elektrische Sicherheit	10
Sicherheit (Fortsetzung)	11
Umgang mit Flüssigstickstoff	11
Thermische Sicherheit	12
Heben des Geräts	12
Kapitel 1: DSC - Einführung	13
Übersicht	13
DSC-Systemkomponenten	14
DSC-Zelle	14
Kühlzubehör	16
Lamellenkühlsystem (FACS)	16
Schnellkühlaufsatz für das Lamellenkühlsystem (FACS)	16
RCS-Kühlzubehör	17
Schnellkühlaufsatz	18
Flüssigstickstoff-Kühlsystem (LNCS)	18
Der DSC Q2000/Q200 Touchscreen	19
Die Hauptfunktionstasten	19
Die Tasten des Menüs "Control/Steuerung"	20
Die Tasten des Menüs "Anzeige"	22
Der Touchscreen des DSC	23
Die Hauptfunktionstasten	23
Die Tasten des Menüs "Control"	25
Die Tasten des Menüs „Anzeige“	26
Die Tasten des Menüs DSC Autosampler	27
Die Tastenfunktionen des DSC Auto Q20/Q20/Q10	29
Optionen und Zubehör	30
Tzero - Probenverschlusspresse	30
DSC-Autosampler (nur Q100/200 und Q1000/2000)	30
Fotokalorimeterzubehör (PCA)	30
DSC-Druckzelle	31
Technische Daten	32
DSC-Gerätedaten	32

Kapitel 2: Installieren des DSC	35
Auspacken/Neuverpacken des DSC-Geräts	35
Installation des Geräts	35
Überprüfen des Systems	35
Wahl des Gerätestandorts	36
Anschließen von Kabeln und Leitungen	37
Anschlüsse	37
Einrichtung des Ethernet-Switch	39
Anschluss des Geräts an den Switch	39
Anschließen der Steuereinheit an den Switch	39
Anschließen der Steuereinheit an ein LAN	40
Spülgasleitungen	41
Kühlgasleitung	42
Base-Purge-Leitung	42
Spannungskonfigurationseinheit (interner Transformator)	43
Netzschalter	44
Netzkabel	44
Starten des DSC	44
Abschalten des DSC	45
Installation des DSC-Kühlzubehörs	46
Installieren des Lamellenkühlsystems (FACS)	46
Installieren des Schnellkühlaufsatzes	47
Schnellkühlaufsatz für FACS	47
Schnellkühlaufsatz	48
Installation zusätzlicher Geräte	50
Installation der manuellen Zellabdeckung	50
Installieren des Autosampler-Magazins und der Staubschutzhaube	50
Kapitel 3: Betrieb, Wartung & Diagnose	51
Betrieb des DSC	51
Vorbereitungen	51
Kalibrierung des DSC-Geräts	52
Tzero™	53
Kalibrierung von Basislinienanstieg (Slope) und -versatz (Offset)	53
Enthalpie/Zellkonstantenkalibrierung	53
Temperaturkalibrierung	54
Kalibrierung der Wärmekapazität (Q2000/Q1000)	54
Kalibrierung der Wärmekapazität (MDSC®)	54
Druckkalibrierung	55
Autosampler-Justierung	55
Q2000/Q200/ Auto Q20 Autosampler Justierung	55
Q1000/Q100 Autosampler Kalibration	57

Ausführen einer DSC Messung	58
Durchführung einer DSC Messung	58
Laden der Probe	59
Starten einer Messung	59
Stoppen einer Messung	60
Wartung des Geräts	61
Reinigen des Touchscreens	61
Reinigen einer kontaminierten Zelle	61
Ausheizen einer kontaminierten Zelle bei Installation eines RCS oder LNCS	63
Ausbau der Zelle des DSC Q2000/Q1000	64
Einbau einer Zelle	64
Auswechseln der Sicherungen	65
Auswechseln der Sicherungen des DSC	65
Ersatzteile	66
Sicherungen, Leitungen und Kabel	66
DSC-Zellen, Deckel und Zubehör	66
Autosampler-Zubehör	67
Tzero Probenverschlußpresse	67
DSC-Probentiegel, Deckel und Zubehör	68
Tzero Probentiegel und Deckel	68
Standard Serien Tiegel und Deckel	68
Kalibrierung-/Referenzmaterialien	69
Index	71

Sicherheits- und Warnhinweise

In diesem Handbuch werden die Begriffe „Hinweis“, „Vorsicht“ und „Warnhinweis“ verwendet, um auf wichtige oder kritische Sicherheitsinformationen aufmerksam zu machen.

Ein HINWEIS enthält wichtige Informationen zur Geräteausrüstung oder den Betriebsverfahren.



Der Hinweis VORSICHT bezieht sich auf ein Verfahren, das zu einer Beschädigung des Geräts oder seiner Komponenten oder zum Verlust von Daten führen kann, wenn es nicht ordnungsgemäß befolgt wird.



Ein WARNHINWEIS weist auf ein Verfahren hin, das zu einer Verletzungsgefahr oder zu einem Umweltschaden führen kann, wenn es nicht ordnungsgemäß durchgeführt wird.

Erfüllung behördlicher Auflagen

Sicherheitsnormen

Für Kanada:

CAN/CSA-22.2 No. 1010.1-92 Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte, Teil 1: Allgemeine Anforderungen und Ergänzungen.

CAN/CSA-22.2 No. 1010.2.010-94 Besondere Bestimmungen für Laborgeräte zum Aufheizen von Materialien (und Ergänzungen).

Für den Europäischen Wirtschaftsraum (EWR): (Gemäß der Richtlinie des Rates 73/23/EEC vom 19. Februar 1973 über die Harmonisierung der Gesetze der Mitgliedsstaaten bezüglich elektrischer Ausrüstung für den Gebrauch innerhalb bestimmter Spannungsgrenzen).

EN61010-1: 1993 Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte, Teil 1: Allgemeine Anforderungen und Ergänzungen.

EN61010-2-010: 1994 Besondere Bestimmungen für Laborgeräte zum Aufheizen von Materialien (und Ergänzungen).

Für die Vereinigten Staaten:

UL61010A-1 Elektrische Laborgeräte, Teil 1: Allgemeine Anforderungen.

IEC 1010-2-010: 1992 Besondere Bestimmungen für Laborgeräte zum Aufheizen von Materialien (und Ergänzungen).

Elektromagnetische Verträglichkeit

Für Australien und Neuseeland:

AS/NZS 2064: 1997 Grenzen und Methoden der Messung elektronischen Störverhaltens industrieller, wissenschaftlicher und medizinischer (ISM) Hochfrequenzgeräte.

Für Kanada:

ICES-001 Ausgabe 3, 7. März 1998, Normen für störende Geräte: Industrielle, wissenschaftliche und medizinische Hochfrequenzgeneratoren.

Für den Europäischen Wirtschaftsraum (EWR): (Gemäß der Richtlinie des Rates 89/336/EEC vom 3. Mai 1989 über die Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedsstaaten bezüglich elektromagnetischer Verträglichkeit).

EN61326-1: 1997 EMV-Bestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte, Teil 1: Allgemeine Anforderungen und Ergänzungen. Emissionen: Erfüllt die Anforderungen der Klasse A (Tabelle 3).

Störsicherheit: Erfüllt die Leistungskriterien der Gruppe A für diskontinuierlichen Betrieb.

Für die Vereinigten Staaten:



CFR Titel 47 Telekommunikation Kapitel I Federal Communications Commission, Teil 15 Hochfrequenzgeräte (FCC-Vorschriften zu Hochfrequenzemissionen).

Sicherheit

VORSICHT: Die Verwendung des Geräts auf eine andere als die in diesem Handbuch erläuterte Weise kann zur Beeinträchtigung der vom Gerät bereitgestellten Sicherheitsvorrichtungen führen.

Warnsymbole am Gerät

Zu Ihrem Schutz sind die folgenden Warnsymbole am DSC-Gerät angebracht:

Symbol	Erläuterung
	Dieses Symbol weist auf eine Gefahr durch heiße Oberflächen hin. Vermeiden Sie die Berührung dieses Bereiches sowie den Kontakt dieser Flächen mit schmelz- oder brennbaren Materialien.
	<p>Dieses Symbol befindet sich an der hinteren Abdeckung und weist darauf hin, dass Sie das Gerät <i>vor</i> dem Durchführen aller Wartungs oder Reparaturarbeiten unbedingt vom Stromnetz trennen müssen. Die in diesem System vorhandenen Spannungen übersteigen 120/240 VAC.</p> <p>Sofern Sie nicht speziell in diesen Verfahren geschult und qualifiziert sind, öffnen Sie bitte keine Abdeckungen, sofern das Handbuch nicht explizit dazu auffordert! Die Wartung und Reparatur der internen Bauteile darf nur durch geschultes Fachpersonal von TA Instruments oder entsprechend qualifiziertes Servicepersonal durchgeführt werden.</p>

Bitte beachten Sie die Warnhinweise und befolgen Sie bei der Handhabung dieser Geräteteile alle erforderlichen Sicherheitsmaßnahmen. Die im *DSC-Installationshandbuch* angeführten Vorschriften und Warnhinweise müssen zu Ihrer eigenen Sicherheit befolgt werden!

Elektrische Sicherheit



VORSICHT: Die Rändelschrauben zur Befestigung der Zelle des DSC Q1000 stellen sicher, dass die Abdeckung und elektrischen Anschlüsse in der richtigen Position gehalten werden. Sie können ohne die Schrauben keine Messungen durchführen. Wenn diese Schrauben nicht vollständig angebracht sind, wird möglicherweise kein Strom an die Zelle abgegeben, und die Zelle funktioniert nicht.

Ziehen Sie bitte vor dem Durchführen aller Wartungs- oder Reparaturarbeiten den Netzstecker. Im Gerät sind Spannungen über 120/240 VAC vorhanden.



WARNHINWEIS: Das Gerät führt hohe Spannungen. Die Wartung und Reparatur der internen Bauteile darf nur durch geschultes Fachpersonal von TA Instruments oder entsprechend qualifiziertes Servicepersonal durchgeführt werden.

VORSICHT: Wenn das Gerät Feuchtigkeit ausgesetzt war, muss die DSC-Zelle evtl. getrocknet werden. Stellen Sie daher sicher, dass die Schutzleiter des Gerätes ordnungsgemäß geerdet sind.

Führen Sie das Testprogramm „Zellen-/Kühlerkonditionierung“ zum Trocknen der Zelle durch:

- 1 Mit einer Aufheizrate von 10° C/Min. auf 75° C aufheizen.
 - 2 Temperatur 120 Minuten lang halten.
-

Sicherheit (Fortsetzung)

Umgang mit Flüssigstickstoff

Die Kühlzubehörgeräte verwenden teilweise das Kryomittel (Tieftemperaturmittel) Flüssigstickstoff als Kühlmittel. Wegen seiner niedrigen Temperatur (-195°C) führt Flüssigstickstoff zu Hautverbrennungen. Befolgen Sie beim Umgang mit Flüssigstickstoff die folgenden Sicherheitsvorschriften:



Flüssigstickstoff beginnt bei Raumtemperatur brodelnd zu kochen. Achten Sie darauf, dass der Arbeitsraum gut belüftet ist, damit der Umgebungsluft nicht zuviel Sauerstoff entzogen wird.

1. Tragen Sie eine Schutzbrille oder Gesichtsmaske sowie Handschuhe, die sich leicht abstreifen lassen. Tragen Sie außerdem eine Gummischürze. Tragen Sie als zusätzlichen Schutz feste Schuhe mit hohem Schaft. Die Bekleidung (Hose) sollte stets über den Schaft der Arbeitsschuhe fallen.
2. Der Transfer des Kühlmittels zum Gerät muss langsam erfolgen, um einen Temperaturschock im Gerät zu vermeiden. Verwenden Sie Behälter, die für Tieftemperaturanwendungen geeignet sind. Achten Sie darauf, dass verschlossene Behälter mit Entlüftungsöffnungen für den Druckablass versehen sind.
3. Der Reinheitsgrad des Flüssigstickstoffs nimmt ab, sobald dieser mit Luft in Berührung kommt. Wenn Flüssigstickstoff in einem Behälter für längere Zeit offen stand, untersuchen Sie bitte die restliche Flüssigkeit, bevor Sie sie für Anwendungen einsetzen, bei denen ein hoher Sauerstoffgehalt gefährlich sein kann.



WARNHINWEIS: Erstickungsgefahr!

Flüssigstickstoff kann schnell und ohne vorherige Warnsymptome zum Erstickungstod führen!

Lagern und verwenden Sie Flüssigstickstoff nur in Räumen mit ausreichender Belüftung.

Entlüften Sie den LNCS-Behälter nicht in geschlossenen Räumen.

Betreten Sie keine geschlossenen Räume, in denen Stickstoffgas vorhanden sein könnte, wenn diese Räume nicht gut belüftet sind.

Dieser Warnhinweis bezieht sich auf die Verwendung von Flüssigstickstoff. In manchen Fällen werden in Verbindung mit Flüssigstickstoff Sauerstoffsensoren eingesetzt.

Thermische Sicherheit

Die Oberflächen der Zelle können sehr heiß werden und während der Probenmessung zu Hautverbrennungen führen. Auch beim Durchführen von Tieftemperaturmessungen mit dem DSC besteht die Gefahr von Verletzungen. Lassen Sie daher die DSC-Zelle nach jeder Art von Versuch auf Raumtemperatur abkühlen, bevor Sie die Innenflächen der Zelle berühren.

Heben des Geräts

Das dynamische Differenz-Kalorimeter ist ein relativ schweres Gerät. Um Verletzungen (bes. Rückenschäden) zu vermeiden, sollten Sie Folgendes beachten:



WARNHINWEIS: Heben oder tragen Sie das Gerät nur zu zweit. Eine sichere Handhabung des Geräts durch eine einzelne Person ist nicht möglich.

Kapitel 1

DSC - Einführung

Übersicht

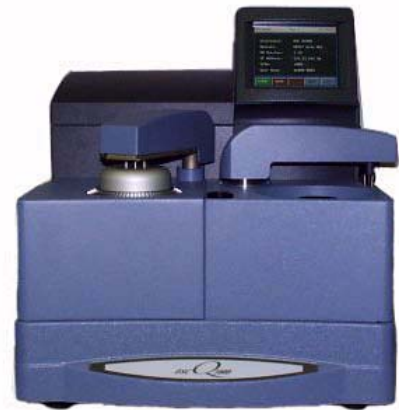
Das Dynamische Differenzkalorimeter (DSC) dient zur Bestimmung von Temperatur und Wärmestrom bei Materialübergängen (zeit- und temperaturabhängig). Außerdem liefert dieses Gerät quantitative und qualitative Daten über endotherme (wärmeaufnehmende) und exotherme (wärmeentwickelnde) Materialprozesse während physikalischer Materialübergänge, die durch Phasenänderungen, Schmelzen, Oxidation und andere wärmeabhängige Veränderungen verursacht werden. Die erhaltenen Daten helfen dem Wissenschaftler oder Ingenieur bei der Bestimmung der Verarbeitungs- und Endnutzungseigenschaften von Materialien.

Das DSC wird zusammen mit einer Steuereinheit und der zugehörigen Software betrieben und bildet so ein komplettes System zur thermischen Analyse.

Bei Ihrer Steuereinheit handelt es sich um einen Computer, der die folgenden Funktionen ausführt:

- Schnittstelle zwischen Nutzer und Analysegerät
- Einrichten von Versuchen und die Eingabe von Konstanten
- Speichern der Versuchsdaten
- Ausführen von Messdatenauswertungsprogrammen

HINWEIS: Technische Einzelheiten, theoretische Grundlagen der Funktionsweise und andere Informationen zum DSC, die in diesem Handbuch nicht enthalten sind, finden Sie in der Online-Hilfe zur Gerätesteuersoftware.



DSC Q1000 mit Autosampler und
Lamellenkühlsystem

DSC-Systemkomponenten

Ein funktionsfähiges DSC-Gerät besteht aus drei Hauptkomponenten: Dem eigentlichen Gerät mit der Systemelektronik, der Zelle zur Überwachung von Differenzialwärmestrom und Temperatur sowie dem Kühlzubehör. Welche Art von Kühlzubehör gewählt wird, hängt von dem für Ihre Versuche gewünschten Temperaturbereich ab.

DSC-Zelle

Beim „Wärmestrom-“DSC befindet sich das Probenmaterial in einem verschlossenen Tiegel sowie ein leerer Referenztiegel auf einem thermoelektrischen Sensor im Ofenraum. Wenn die Ofentemperatur geändert wird (üblicherweise durch Erwärmen mit einer linearen Aufheizrate), wird die Wärme über den thermoelektrischen Sensor an die Probe und die Referenz übertragen. Der Differenzwärmestrom zu Probe und Referenz wird nach dem Ohmschen Gesetz über Flächen-Thermoelemente mit Hilfe der allgemeinen Wärmestrom-gleichung gemessen:

$$q = \frac{\Delta T}{R}$$

Dabei gilt:

q = Probenwärmestrom

ΔT = Temperaturunterschied zwischen Probe und Referenz

R = Widerstand der thermoelektrischen Scheibe



Diese einfache Gleichung berücksichtigt jedoch nicht den Fremdwärmestrom innerhalb des Sensors oder zwischen Sensor und Proben Tiegel. DSC-Geräte der Q-Serie von TA Instruments wurden speziell für die Berücksichtigung dieser Fremdwärmeströme konzipiert.

Der Sensor der Zelle besteht aus einem Konstantan-Zylinder mit erhöhten Plattformen für Proben- und Referenztiegel. Diese Plattformen sind über dünnwandige Röhren an den Heizblock (Basis) angeschlossen, die thermischen Widerstand zwischen den Plattformen und der Basis erzeugen. Mit Hilfe von Thermoelementen an der Unterseite jeder Plattform wird die Temperatur von Probe und Referenz gemessen. Ein drittes Thermoelement misst die Temperatur an der Basis. Die Gleichung unten zeigt das „thermische Netzwerkmodell“ dieser Zellenanordnung und die sich daraus ergebende Wärmestromgleichung, die diese Zellenanordnung (die T0 [Tzero™]-Zelle genannt) beschreibt, lautet:

$$q = - \frac{\Delta T}{R_r} + \Delta T_0 \left(\frac{R_r - R_s}{R_r R_s} \right) + (C_r - C_s) \frac{dT_s}{dt} - C_r \frac{d\Delta T}{dt}$$

Dabei gilt:

ΔT = gemessene Proben temperatur (T_s) minus gemessener Referenztemperatur (T_0)

ΔT_0 = gemessene Basistemperatur des Sensors minus gemessener Proben temperatur ($T_0 - T_s$)

T_0 = Temperatur für die Steuerung

R_r = Wärmewiderstand des Referenzsensors

R_s = Wärmewiderstand des Probensensors

C_r = Wärmekapazität des Referenzsensors

C_s = Wärmekapazität des Probensensors

Term 1 in dieser Gleichung entspricht der konventionellen eingliedrigen DSC-Wärmestromgleichung. Term 2 und 3 berücksichtigen die Wärmeleit- und Blindwiderstandsabweichungen von Probe und Referenz. Diese Terme haben den größten Einfluss in den Bereichen der thermischen Kurve, in denen die Wärmekapazität der Probe der stärkste Faktor ist. Term 4 berücksichtigt den Unterschied in der Aufheizrate zwischen Probe und Referenz. Dieser Term hat den größten Einfluss während enthalpischer Vorgänge (z. B. Schmelzen). Diese Gleichung kann weiter abgewandelt werden, um Wärmestromeffekte der Tiegel zu berücksichtigen, minus gemessener Probertemperatur.

TA Instruments bietet mit der Q Serie folgende DSC Geräte an:

- Die Modelle Q20, Auto Q20 und Q10 arbeiten mit der konventionellen (1-Term-) Wärmestromgleichung (auch als "T1-Standard-Wärmestromsignal" bezeichnet).
- Die Modelle Q200 und Q100 bieten neben dem (T1-)Wärmestrom zusätzlich den 4-Term-Wärmestrom ("T4"), der den Wärmeleitwiderstand und kapazitiven Blindwiderstand der Zelle berücksichtigt.
- Die Modelle Q2000 und Q1000 liefern zusätzlich zu den T1- und T4-Wärmestromsignalen den erweiterten 4-Term-Wärmestrom (als "TP4-Wärmestrom" bezeichnet), der die Tiegeleffekte berücksichtigt.

Kühlzubehör

Das DSC arbeitet mit einem der nachstehend aufgeführten Kühlsysteme. Die Auswahl des Kühlsystems hängt vom für die Messungen gewünschten Temperaturbereich ab. Informationen zur Installation des Kühlzubehörs finden Sie in Kapitel 2. Beachten Sie bitte, dass der richtige Kühltyp über die Gerätesteuersoftware ausgewählt werden muss. Nähere Einzelheiten hierzu finden Sie in der Online-Dokumentation.

Lamellenkühlsystem (FACS)

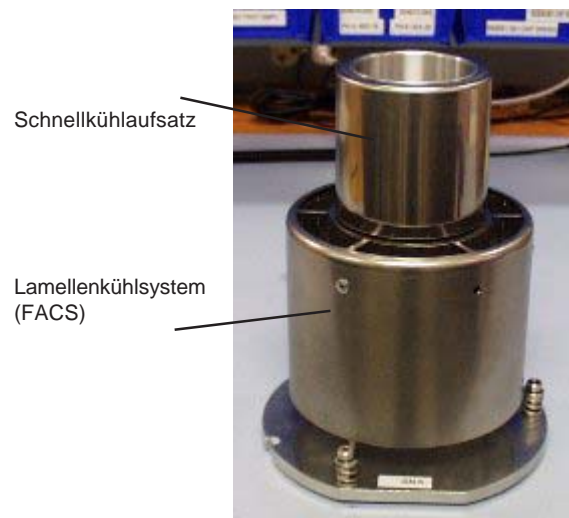
Das Lamellenkühlsystem (FACS) ermöglicht den Betrieb im Bereich zwischen Umgebungstemperatur und $+725^{\circ}\text{C}$, wobei Luft als Kühlmittel benutzt wird. Nähere Einzelheiten zur Installation finden Sie im Kapitel 2. Wenn die Zelle schneller wieder auf Raumtemperatur heruntergekühlt werden soll, können Sie den Schnellkühlaufsatz verwenden (siehe nächster Abschnitt). Dieses Zubehör ist jedoch für die Verwendung bei Temperaturen unterhalb der Umgebungstemperatur nicht geeignet, da sich in der Zelle Reif oder Eis bilden kann.



Schnellkühlaufsatz für das Lamellenkühlsystem (FACS)

Dieses Zubehör wird in das Lamellenkühlsystem eingesetzt. Es ist mit einem Behälter versehen, in den Sie Kühlmittel zur schnelleren Abkühlung der Zelle auf Raumtemperatur einfüllen können. Die Abkühlrate hängt vom verwendeten Kühlmittel ab (Eis und Wasser, Trockeneis oder Flüssigstickstoff).

HINWEIS: Wenn Sie das Lamellenkühlsystem mit Schnellkühlaufsatz verwenden, achten Sie bitte darauf, dass im Gerätesteuersprogramm als Kühlsystem das Lamellenkühlsystem und nicht der Schnellkühlaufsatz angegeben ist. Wenn das falsche Kühlsystem angegeben wird, erhalten Sie ungenaue Messergebnisse.



Schnellkühl-
aufsatz für FACS

RCS-Kühlzubehör

Das RCS-Kühlzubehör (Refrigerated Cooling System), wird zur Kühlung bei DSC-Versuchen verwendet. TA Instruments bietet Ihnen, je nach gewünschtem Temperaturbereich, zwei verschiedene Modelle – das RCS90 und das RCS40 – an. Beide Kühler arbeiten mit einem Verdampfungskühlsystem mit fest eingebautem Kühlkopf. Dieser wird auf die DSC Zelle aufgesetzt und entzieht der Zelle die Wärme über einen Kühlflansch (siehe die Abbildung auf der nächsten Seite).



VORSICHT: Die RCS-Kühlsysteme sind aufgrund ihrer benötigten Leistungsaufnahme nicht kompatibel mit den Zubehöranschlüssen an der Rückseite des Geräts!

- Das RCS 90 (siehe Abbildung rechts) besteht aus einem zweistufigen, Kaskadenkompressorkühler mit fest installiertem Kühlkopf. Das RCS90 kann für Experimente im Temperaturbereich von -90°C bis $+550^{\circ}\text{C}$ verwendet werden. Die maximale Kühlrate ist abhängig vom Temperaturbereich.
- Das RCS 40 (siehe Abbildung unten) besteht aus einem einstufigen, Kompressionsverdampfungskühler mit fest installiertem Kühlkopf. Das RCS40 kann im Temperaturbereich von -40°C bis $+400^{\circ}\text{C}$ eingesetzt werden. Die maximale Kühlrate hängt vom Temperaturbereich des Experiments ab.



RCS 90-Kühlzubehör mit DSC Q1000



VORSICHT: Das RCS-Kühlsystem ist aufgrund seiner benötigten Leistungsaufnahme nicht kompatibel mit den Zubehöranschlüssen an der Rückseite des Geräts!

Schnellkühlaufsatz



Freistehender
Schnellkühlaufsatz

Der Schnellkühlaufsatz dient zum schnellen Abkühlen der DSC-Zelle vor dem Starten programmierter Temperaturmessungen. Dieses Kühlzubehör passt über die Standard-DSC-Zelle und ist mit einem Behälter ausgestattet, in den Sie das Kühlmittel zum Kühlen der Zelle einfüllen können. Der Temperaturbereich für den Einsatz des Schnellkühlaufsatzes liegt zwischen -180°C und $+550^{\circ}\text{C}$. Der tatsächliche Temperaturbereich hängt von der Art des Kühlmittels ab (Eis und Wasser, Trockeneis oder Flüssigstickstoff).

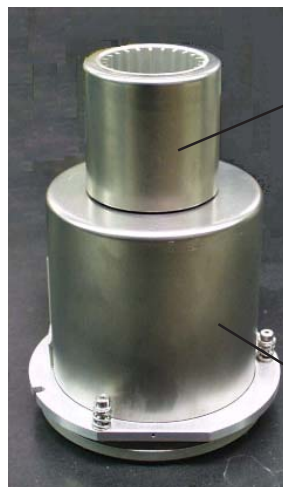
Bevor Sie Ihre Temperaturmessung beginnen, müssen Sie den Schnellkühlaufsatz entfernen und die Abdeckung wieder aufsetzen.

Wenn Sie den Schnellkühlaufsatz bei Temperaturen unter -100°C einsetzen, müssen Sie als Spülgas Helium verwenden.

HINWEIS: Bei Erreichen der oberen Temperaturgrenze des Schnellkühlaufsatzes (550°C) sind die Außenflächen des Kühlers sehr heiß (etwa $+50^{\circ}\text{C}$).

HINWEIS: Der Schnellkühlaufsatz kann nicht für die Tzero-Kalibrierung des DSC verwendet werden. Daher ist bei Einsatz dieses Kühlers nur das Wärmestromsignal T1 verfügbar.

HINWEIS: Für den Schnellkühlaufsatz sind manuelle Abdeckungen erforderlich. Er kann daher nicht zusammen mit dem Autosampler verwendet werden. Während des Betriebs des Schnellkühlaufsatzes ist die automatische Abdeckung (AutoLid) deaktiviert („geparkt“).



Q20/Q10 Freistehender
Schnellkühlaufsatz



Flüssigstickstoff-Kühlsystem (LNCS)

Das Flüssigstickstoff-Kühlsystem (Liquid Nitrogen Cooling System, LNCS) ist ein universelles Kühlzubehör für die Verwendung mit Analysegeräten von TA Instruments. Es eignet sich für den Betrieb mit allen DSC-Modellen der Q Serie.

Dieses Kühlsystem ermöglicht eine automatische kontinuierliche Temperatursteuerung im Bereich von -180°C bis $+550^{\circ}\text{C}$. Vom Druckbehälter des LNCS wird Flüssigstickstoff zum Wärmeaustauscher geleitet und so eine Kühlung der Zelle erreicht.

Das hier gezeigte LNCS-System kann in Ihrem Labor automatisch über den DSC-Touchscreen oder die Gerätesteuersoftware befüllt werden. Zu diesem Zweck benötigen Sie einen Niederdruck-Vorratsbehälter (max. 170 kPa/25 psi), der innerhalb von 1,8 Metern Entfernung aufgestellt wird. Weitere Informationen finden Sie im *LNCS-Installationshandbuch*.

Der DSC Q2000/Q200 Touchscreen

Die DSC Module Q2000 und Q200 verfügen über ein integriertes Display in Form eines Touchscreen für direkte Bedienung durch den Anwender. Die Funktionen des Bildschirms sind abhängig von dem Menü, in dem Sie sich befinden.

Dieser Abschnitt beschreibt die Grundfunktionen des Bildschirms.

Die Statuszeile am oberen Rand des Bildschirms gibt den aktuellen Status, die Versuchswahl und die Temperatur an.

Die unteren Zeile zeigt die Menüauswahl an, die Ihnen den Zugang zu den verschiedenen Funktionsebenen ermöglicht. Die unten folgende Tabelle gibt eine Beschreibung zu jeder Menüfunktion.



Q2000/Q200 Touchscreen

Die Funktionen im mittleren Bereich sind abhängig vom gewählten Menü.

Die Hauptfunktionstasten

Diese Tasten befinden sich am unteren Rand des Touchscreens und werden für die Grundfunktionen des Geräts und den Zugriff auf die beiden Hauptbildschirme benutzt. Einzelheiten finden Sie in der nachstehenden Tabelle.





Tastenbezeichnung	Erläuterung
Start	Startet die Messung. Entspricht der Funktion "Start" der Gerätesteuersoftware. Soweit erforderlich werden vor Beginn der Messung Proben- und Referenztiegel in die Zelle eingeladen und die Zelle geschlossen.
Stopp	<p>Beendet während eines laufenden Versuchs die Methode so, als wäre dieser Versuch vollständig durchgeführt worden, d. h. die Bedingungen für das Ende der Methode treten ein (method-end conditions) und die erzeugten Daten werden gespeichert. Diese Funktion entspricht der Funktion "Stopp" der Gerätesteuersoftware.</p> <p>Wenn keine Messung läuft (d. h. das Gerät befindet sich im Standby- oder Methodenend-Zustand), werden mit der Stopp-Taste alle anderen Vorgänge beendet (Luftkühlung, alle mechanischen Bewegungen, Zellheizung usw.).</p> <p>Läuft eine Sequenz mittels Autosampler, so wird diese gestoppt.</p>
(Fortsetzung der Tabelle)	



Tastenbezeichnung	Erläuterung
Kontrolle	<p>Zeigt die Funktionen des s im Menü "Steuerungsmenü". Diese werden zur Steuerung bestimmter Gerätevorgänge benutzt, wie z.B. Öffnen bzw. Schließen der Zelle, Laden bzw. Entladen der Probe ect..</p> <p>Die Auswahl wird über die das "Drop-Down"-Menü (Pfeiltaste) oder die grafische Darstellung getroffen. Siehe nächste Seite für detaillierte Informationen</p>
Anzeige	Öffnet das Anzeige-Menü. Hier können aktuelle Messsignale, Modulinformationen sowie die grafische Echtzeitdarstellung aufgetragen werden.
Kalibrieren	Zeigt die zur Verfügung stehenden Kalibrierfunktionen an. Über diese Funktion erhalten Sie Zugang zur Autosampler und Kalibrierung.

Die Tasten des Menüs "Control/Steuerung"

Zugriff auf das Menü "Kontroll-Menü" erhalten Sie durch Antippen der Taste "Kontrolle" am unteren Rand des s. Eine Kurzbeschreibung der Tastenfunktionen finden Sie in der nachstehenden Tabelle.

ACHTUNG: Viele der Funktionen stehen während eines laufenden Experiments nicht zur Verfügung.

Tastenbezeichnung	Erläuterung
Zelle Öffnen/Schließen 	Öffnen und Schließen der automatischen Abdeckung (Auto Lid) der Zelle.
Reset Autosampler 	Setzt alle Funktionen des Autosamplers zurück und bringt diesen in die Parkposition. Der Autosampler "vergisst" damit, ob sich noch Tiegel in der Zelle befinden. Diese müssen nun manuell entladen werden.
Entladen 	Entlädt den Tiegel aus der Zelle auf das Autosampler Tablett oder in den Abfallbehälter.
Laden 	Lädt den ausgewählten Tiegel vom Autosampler Tablett in die Zelle ein.
(Fortsetzung der Tabelle)	

Tastenbezeichnung	Erläuterung
Entladen Referenz	Entlädt den Referenztiegel aus der Zelle auf das Autosampler Tablett oder in den Abfallbehälter.
Gas	Schaltet zwischen Gas 1 und Gas 2 hin und her.
Druckluft 	Ein- bzw. Ausschalten der Luftkühlfunktion. Entspricht der Funktion "Luftkühlung" der Gerätesteuerungssoftware.
Park Autosampler	Bringt den Autosampler in die Parkposition auf der rechten Seite.
Gehe zur Standby Temperatur	Wird das DSC mit einem RCS oder LNCS Kühlgerät verwendet, so wird das Kühlsystem auf die in der Software ausgewählten Standby Temperatur gebracht.
LNCS	Füllt - wenn keine Messung läuft - automatisch den LNCS Behälter aus dem Vorratsgefäß auf.
RCS	Schaltet das RCS zwischen EIN und AUS hin und her, abhängig davon, in welchen Zustand das Kühlgerät bei Bedienen der Funktionstaste ist.
Parameter Reset	Setzt die Geräteparameter und das Gerät zurück.
Beenden 	Fährt das Gerät herunter.

Die Tasten des Menüs "Anzeige"

Zugriff auf das Display-Menü erhalten Sie durch Antippen der Taste "Anzeige" am unteren Rand des s. Sie sehen das nebenstehend gezeigte Menü. Eine Kurzbeschreibung der Tastenfunktionen finden Sie in der nachstehenden Tabelle.



Tastenbezeichnung		Erläuterung
Segment		Greift auf das für diese Messung verwendete Temperaturprogramm zu und markiert das aktive Segment.
Information		Zeigt Geräteinformationen, z. B. Softwareversion, Optionen und IP-Adresse (IP = Internet Protocol).
Status		Zeigt den aktuellen Status der Messung anhand der drei Hauptmesssignale.
Signale		Zeigt die Echtzeitdaten, die direkt vom Gerät empfangen werden. Die hier angezeigten Signale entspricht der Auswahl in der Gerätesteuersoftware unter Extras/Geräteeinstellungen.
Plot		Zeigt auf Zeitbasis die aufgenommenen Daten des Experiments an.
Bildschirmschoner		Ermöglicht die Auswahl eines Bildschirmschoners.
Home		Kehrt zum Anfangsbildschirm zurück.

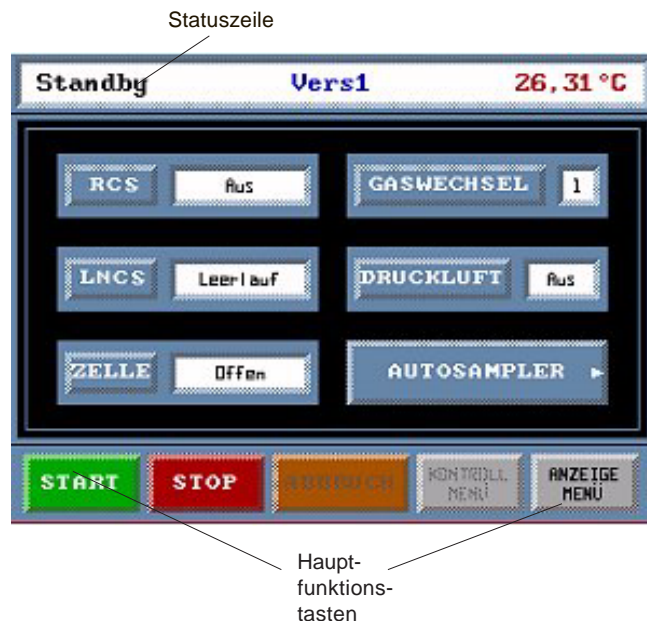
Der Touchscreen des DSC

Die Modelle DSC Q1000 und Q100 sind mit einem integrierten Display und einer Touchscreen-Tastatur für die Steuerung durch den Bediener vor Ort ausgestattet. Die auf dem Touchscreen angezeigten Funktionen wechseln je nachdem, in welchem Menü Sie sich befinden. In diesem Abschnitt gehen wir kurz auf die Funktionen der auf dem Touchscreen angezeigten Tasten ein.

Die *Statuszeile* am oberen Rand des Displays (siehe Abbildung rechts) zeigt den aktuellen Gerätestatus, die Nummer der aktuellen Messung und die Temperatur an.




Am unteren Rand des Displays befinden sich die fünf Tastenfelder für die Hauptfunktionen des Geräts. Diese Tasten bleiben unabhängig von dem jeweils gewählten Menü verfügbar. Im nächsten Abschnitt finden Sie eine Erklärung der *Hauptfunktionstasten*.

HINWEIS: Die Versuchsinformationen und Gerätekonstanten werden über die Tastatur der Steuereinheit und nicht über den Touchscreen eingegeben.



Die Hauptfunktionstasten

Diese Tasten befinden sich am unteren Rand des Touchscreens und werden für die Grundfunktionen des Geräts und den Zugriff auf die beiden Hauptbildschirme benutzt. Einzelheiten finden Sie in der nachstehenden Tabelle.







Tastenbezeichnung	Erläuterung
	Startet die Messung. Entspricht der Funktion „Start“ der Gerätesteuerungssoftware.
	Beendet während eines laufenden Versuchs die Methode so, als wäre dieser Versuch vollständig durchgeführt worden, d. h. die Bedingungen für das Ende der Methode treten ein (method-end conditions) und die erzeugten Daten werden gespeichert. Diese Funktion entspricht der Funktion „Stopp“ der Gerätesteuerungssoftware. Wenn keine Messung läuft (d. h. das Gerät befindet sich im Standby- oder Methodenende-Zustand), werden mit der Stop-Taste alle anderen Vorgänge beendet (Luftkühlung, alle mechanischen Bewegungen usw.).
	Bei einem laufenden Versuch wird mit Verwerfen die Methode beendet. Die Bedingungen für das Methodenende treten ein, als ob die Methode vollständig durchgeführt worden wäre. Allerdings werden die erzeugten Daten <i>gelöscht</i> . Diese Funktion entspricht der Funktion „Verwerfen“ in der Gerätesteuerungssoftware. (Fortsetzung nächste Seite)

Tastenbezeichnung	Erläuterung
	<p>Zeigt die Tasten des Touchscreens im Menü „Steuerungsmenü“. Diese werden zur Steuerung bestimmter Gerätefunktionen benutzt.</p>
	<p>Ermöglicht den Zugriff auf das Display-Menü; hier können die gewünschten Display-Optionen ausgewählt werden.</p>

Die Tasten des Menüs „Control“

Zugriff auf das Menü „Steuerungsmenü“ erhalten Sie durch Antippen der Taste „Steuerungsmenü“ am unteren Rand des Touchscreens. Sie sehen die nebenstehend gezeigten Tasten. Eine Kurzbeschreibung der Tastenfunktionen finden Sie in der nachstehenden Tabelle. Welche Tasten verfügbar sind, hängt vom ausgewählten Kühlsystem und vom installierten Zubehör ab.



Tastenbezeichnung	Erläuterung
	Ein- bzw. Ausschalten des RCS-Kühlsystems.
	Wechseln zwischen Spülgas Nr. 1 und Nr. 2. Nähere Einzelheiten über die mit dem DSC zu verwendenden Gase finden Sie auf Seite 35.
	Automatische Befüllung des Flüssigstickstoff-Kühlzubehörs aus dem Vorratsbehälter, wenn keine Messung läuft.
	Ein- bzw. Ausschalten der Luftkühlfunktion. Entspricht der Funktion „Luftkühlung“ der Gerätesteuersoftware.
	Öffnen und Schließen der automatischen Abdeckung (AutoLid) der Zelle.
	Diese Taste führt Sie zum Touchscreen des Autosamplers (siehe Seite 29).

Die Tasten des Menüs „Anzeige“

Zugriff auf das Display-Menü erhalten Sie durch Antippen der Taste „Anzeigemenü“ am unteren Rand des Touchscreens. Sie sehen das nebenstehend gezeigte Menü. Eine Kurzbeschreibung der Tastenfunktionen finden Sie in der nachstehenden Tabelle.







Tastenbezeichnung	Erläuterung
SEGMENT-LISTE	Greift auf das für diese Messung verwendete Temperaturprogramm zu und markiert das aktive Segment.
STATUS	Zeigt den aktuellen Status der Messung anhand der drei Hauptmesssignale.
INFORMATION	Zeigt Geräteinformationen, z. B. Softwareversion, Optionen und IP-Adresse (IP = Internet Protocol).
SIGNAL-ANZEIGE	Zeigt die Echtzeitdaten, die direkt vom Gerät empfangen werden. Die hier angezeigten Signale entsprechen der in der Gerätesteuersoftware gemachten Auswahl.
BEENDEN	Gewährleistet, dass das Gerät korrekt heruntergefahren wird, bevor der Strom ausgeschaltet wird.
SEITE	Sendet ein akustisches Signal an die mit dem Gerät verbundene Steuereinheit.
ZURÜCK	Kehrt zum Startfenster zurück.




Die Tasten des Menüs DSC Autosampler

Zugriff auf das Menü „Steuerung Autosampler“ erhalten Sie durch Antippen der Taste „Autosampler“ am unteren Rand des Steuerungsmenüs. Sie sehen die nebenstehend gezeigten Tasten. Eine Kurzbeschreibung der Tastenfunktionen finden Sie in der nachstehenden Tabelle.



Tastenbezeichnung	Erläuterung
	Lädt den gewählten Tiegel vom Autosampler in die Zelle.
	Mit den Pfeiltasten können Sie die Positionsnummer des Tiegels auswählen, um den gewünschten Tiegel zu laden oder zu entfernen.
	Lädt den gewünschten Tiegel aus der Zelle in das Autosampler-Magazin oder den Abfallbehälter.
	Stoppt vorübergehend die Bewegung des Autosamplers (die vorangehenden Befehle bleiben erhalten).
	Nimmt den Autosampler-Betrieb dort wieder auf, wo er mit der Pause-Taste gestoppt wurde.
	Bricht alle laufenden Touchscreen-Befehle für den Autosampler ab und „parkt“ das Gerät.
	Löscht alle Befehle und fährt die jeweiligen Ausgangsstellungen an. Der Autosampler fährt zurück in die Parkposition. Der Autosampler erhält den Befehl, die aktuellen Positionen von Abdeckung und Proben Tiegel zu „vergessen“.
	Diese Taste dient zur automatischen Kalibrierung der Magazinpositionen des Autosamplers und der Greifpositionen in der Zelle.
	Dient zur Kalibrierung der Magazinpositionen des Autosamplers.
	Dient zur Kalibrierung der Greifpositionen in der Zelle.

(Fortsetzung nächste Seite)

Tastenbezeichnung	Erläuterung
	<p>Über diese Taste wird die Touchscreen-Anzeige „Manuelle Autosampler-Kalibrierung“ aufgerufen, mit der Sie die Feinabstimmung der Positionen nach Verwendung der Funktion Automatische Kalibrierung vornehmen können.</p>
	<p>Dient zur Anzeige der Autosampler-Testoptionen. Nähere Einzelheiten zu diesen Tests finden Sie in der Online-Hilfe.</p>
	<p>Über diese Taste verlassen Sie das Autosampler-Menü und kehren zum Steuerungsmenü zurück.</p>




Die Tastenfunktionen des DSC Auto Q20/Q20/Q10

Die DSC Module Q20 Auto, Q20 und Q10 verfügen nicht über einen Bildschirm zur Steuerung. Die Geräte können über



Auf der hier gezeigten Tastatur befinden sich Tasten zur Steuerung der lokalen Gerätefunktionen (Starten und Stoppen der Messung). Die Eingabe der Versuchsinformationen und Geräteparameter erfolgt über die Gerätesteuersoftware.

Eine Erläuterung der Tastenfunktionen finden Sie in der folgenden Tabelle:

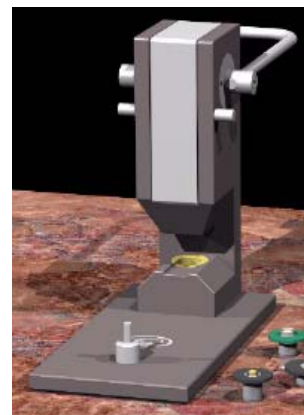
Tastenbezeichnung	Erläuterung
Start-Taste 	Startet den Versuch. Entspricht der Funktion "Start" der Gerätesteuersoftware.
Stopp-Taste 	Beendet eine laufende Messung so, als wäre sie vollständig durchgeführt worden, d. h. die Bedingungen nach dem Ende des Tests werden gültig und die erzeugten Daten werden gespeichert. Diese Funktion entspricht der Funktion "Stopp" der Gerätesteuersoftware.
Open/Close Taste 	(Nur für Auto Q20 verfügbar) Schaltet zwischen Öffnen und Schließen des Autolids.

Optionen und Zubehör

TA Instruments bietet verschiedene Zusatzgeräte für den Betrieb mit Dynamischen Differenzkalorimetern an. Nachstehend erhalten Sie eine kurze Beschreibung dieser Zusatzgeräte. Nähere Einzelheiten finden Sie in der Online-Dokumentation.

Tzero - Probenverschlusspresse

Die Tzero-Probenverschlusspresse der Q-Serie von TA Instruments dient zum Verschluss von Probenriegeln für DSC-Experimente. Die Presse wird mit Presseinsätzen für hermetische und nicht-hermetische Tiegel geliefert. In der Online-Hilfe erhalten Sie weitere Informationen zu diesem Zubehör.



DSC-Autosampler (nur Q100/200 und Q1000/2000)

Der DSC-Autosampler, auch "Auto DSC" genannt, gehört bei den DSC Modulen Q2000 und Q1000 zur Standardausstattung und kann optional für die Module DSC Q200, Q100 und Q20 geliefert werden.

Der Autosampler besteht aus einem Roboterarm mit einem dreifingrigen Greifer, der die Proben- und Referenzriegel automatisch in die DSC-Messzelle ein- bzw. auslädt. Wenn der Autosampler die Tiegel geladen hat und die Zellabdeckung (Autolid) geschlossen ist, übernimmt die Steuereinheit die Kontrolle und führt das programmierte Temperaturprogramm aus.

Nach Beendigung der Messung wird die Zelle geöffnet und der Autosampler beginnt mit dem Ausladen der Tiegel. Im unbeaufsichtigten Betrieb können bis zu 50 Messungen durchgeführt werden.



Autosampler - Magazin und Arm

Fotokalorimeterzubehör (PCA)



Das Fotokalorimeterzubehör (PCA) kann in Verbindung mit den Modellen DSC Q2000, Q1000, Q200 und Q100 von TA Instruments benutzt werden. Mit diesem Zubehör können Proben in der DSC-Zelle mit ultraviolett oder sichtbarem Licht bestrahlt werden. Wenn die Proben (gewöhnlich UV / VIS härtende Polymere) auf das Licht reagieren, wird Wärme abgegeben (d. h. eine exotherme Reaktion findet statt). Diese Wärme wird gemessen und zur Untersuchung der relativen Reaktivität und / oder der Kinetik der Reaktion benutzt. Diese untersuchten Reaktionen finden typischerweise sehr schnell statt, und Sie erhalten Ergebnisse nach weniger als 15 Minuten.

DSC-Druckzelle

Bei der DSC-Druckzelle (PDSC) handelt es sich um eine in einem Stahlzylinder eingeschlossene DSC-Zelle, die mit einem Druck von bis zu 7 MPa (1000 psig) beaufschlagt werden kann. Diese Zelle eignet sich für Hochdruck-Messungen oder Messungen unter Vakuum. Hier einige Anwendungsbeispiele:

- Messung der Auflösung überlagerter Peaks
- Bestimmung von Verdampfungswärme und Dampfdruck
- Messen der Reaktionsgeschwindigkeit bei geregelter Atmosphäre
- Studie druckempfindlicher Reaktionen

Die DSC-Druckzelle verfügt über zwei Gasregelventile, ein Dreiwege-Ventil, ein Manometer, ein Druckbegrenzungsventil und seitliche Gasdruckanschlüsse. Weiterhin befindet sich an der Zelle ein Druckwandler zum kontinuierlichen Messen und Abspeichern des Probendrucks.

Diese Zelle kann optional mit den DSC Geräten Q2000 und Q1000 verwendet werden. Die Module DSC Q20P und Q10P sind standardmäßig mit dieser Zelle ausgestattet.



Technische Daten

Die technischen Daten Ihres DSC finden Sie in den Tabellen auf den folgenden Seiten. Diese Daten gelten für alle DSC-Modelle, sofern nicht gesondert darauf hingewiesen wird, dass dies nicht zutrifft.

DSC-Gerätedaten

Abmessungen (Q2000, Q200, Q1000 & Q100)	Tiefe 56 cm Breite 46 cm Höhe 48 cm
Abmessungen (Auto Q20/Q20/Q10)	Tiefe 56 cm Breite 46 cm Höhe 41 cm
Gewicht (mit Zelle) Gewicht (mit Autosampler) Gewicht (mit Zelle) Nur Zelle Nur Autosampler Transformator	25 kg 29 kg 23 kg 1,6 kg 4,5 kg 8,6 kg
Elektrische Anschlüsse	120 VAC, 47–63 Hz, 1,44 KVA standardmäßig 230 VAC, 47–63 Hz, 1,44 KVA bei Konfiguration mit Abwärtstransformator
Zubehör-Anschlüsse	Stromversorgung: 120 V, 47–63 Hz, je 400 VA Kompatibles Zubehör: LNCS, DPC
Betriebsumgebungs- bedingungen Temperaturbereich: mit Lamellenkühlsystem mit Schnellkühlaufsatz	Temperatur: 15–30°C Relative Luftfeuchtigkeit: 5–80 % (kondensatfrei) Überspannungskategorie II Verschmutzungsgrad 2 Max. Meereshöhe: 2000 m Zimmertemperatur bis +725°C* -180°C bis 550°C**
* Bei Temperaturen über 600 °C muss eine inerte Atmosphäre verwendet werden ** Bei Temperaturen unter –100 °C muss Helium als Spülgas verwendet werden	
Temperaturbereich: mit RCS 90 mit RCS 40 mit LNCS	-90 bis 550°C -40 bis 400°C -180 bis 550°C
Probengröße	0,5 bis 100 mg (nominal)
(Fortsetzung auf der nächsten Seite)	

Probenvolumen	10 mm ³ in hermetisch versiegelten Tiegeln
Probentiegel	Diverse offene oder hermetisch versiegelte Probentiegel
Spülgase	Empfohlen: Luft, Argon, Helium, Stickstoff oder Sauerstoff
Typische Spülgasrate:	50 mL/min
Zellenvolumen	3,4 mL

Kapitel 2

Installieren des DSC

Auspacken/Neuverpacken des DSC-Geräts

Die Anleitungen zum Auspacken und Neuverpacken des Geräts finden Sie in den separaten Anleitungen zum Auspacken in der Versandkiste sowie in der Online-Dokumentation der Gerätesteuersoftware. Sie sollten alle Verpackungsmaterialien, das Sperrholz und die Kisten für das Gerät behalten für den Fall, dass Sie das Gerät erneut verpacken und versenden möchten.



WARNHINWEIS: Bitten Sie eine zweite Person, Ihnen beim Auspacken des Geräts zu helfen. Versuchen Sie bitte nicht, dies allein zu tun.

Installation des Geräts

Das DSC-Gerät wurde bereits vor der Lieferung werksseitig elektrisch und mechanisch überprüft und ist nach richtiger Installation in einwandfreiem Zustand und betriebsbereit. Die Anleitungen dieses Handbuches sind in Kurzform gehalten - daher sollten Sie alle zusätzlich benötigten Informationen aus der Online-Dokumentation beziehen. Hier eine kurze Übersicht der erforderlichen Installationsarbeiten:

- Überprüfen des Systems auf Vollständigkeit und mögliche Transportschäden
- Anschluss des DSC an die Steuereinheit von TA Instruments
- Anschluss der Kabel und Gasleitungen
- Installation eines 230-VAC-Transformators, falls notwendig

Wir empfehlen Ihnen, Ihr DSC-System durch einen geschulten Serviceingenieur von TA Instruments installieren zu lassen. Vereinbaren Sie gleich nach Erhalt des Geräts einen Termin.



VORSICHT: Um Fehler zu vermeiden, lesen Sie bitte vor Beginn der Installation dieses Kapitel ganz durch.

Überprüfen des Systems

Untersuchen Sie bitte sofort nach Erhalt Ihr DSC-Gerät und den Versandkarton sorgfältig auf Anzeichen von Transportschäden. Prüfen Sie anhand des beiliegenden Lieferscheins, ob die Lieferung vollständig ist.

- Wenn das Gerät beschädigt sein sollte, verständigen Sie bitte umgehend den zuständigen Spediteur und Ihre Vertretung von TA Instruments.
- Wenn einzelne Teile fehlen sollten, das Gerät aber sonst intakt ist, so verständigen Sie bitte Ihre Vertretung von TA Instruments.

Wahl des Gerätestandorts

Wegen der hohen Empfindlichkeit von DSC-Messungen ist es wichtig, einen geeigneten Gerätestandort nach den folgenden Kriterien auszuwählen. Das dynamische Differenzkalorimeter sollte möglichst aufgestellt werden:

In ... einer temperaturgeregelten Betriebsumgebung
... einer sauberen, vibrationsfreien Betriebsumgebung
... einem Bereich, der viel Platz zum Arbeiten und für eine ausreichende Belüftung bietet

Auf ... einer stabilen Arbeitsfläche

In der Nähe

... einer Steckdose (120 Volt Wechselspannung, 50 oder 60 Hz, 15 A, oder 240 Volt Wechselspannung, 50 oder 60 Hz, 10 A bei Konfiguration mit Abwärtstransformator).
... Ihrer TA-Steuereinheit von TA Instruments
... von Labordruckluft- und Spülgasversorgung mit geeigneten Reglern und Strömungsmessern, wenn kein elektronischer Spülgasregler (MFC) in Ihrem Gerät installiert ist.

In sicherer Entfernung

von ... staubiger Umgebung
... direkter Sonneneinstrahlung
... direktem Luftzug (Ventilatoren, Klimaanlage usw.)
... schlecht belüfteten Räumen
... Lärm oder mechanischen Schwingungen



VORSICHT: Wenn das Gerät Feuchtigkeit ausgesetzt war, muss die DSC-Zelle evtl. getrocknet werden. Stellen Sie daher sicher, dass die Schutzleiter des Gerätes ordnungsgemäß geerdet sind.

Führen Sie das Testprogramm „Zellen-/Kühlerkonditionierung“ zum Trocknen der Zelle durch:

- 1 Mit einer Aufheizrate von 10°C/Min. auf 400°C aufheizen.
 - 2 Temperatur 120 Minuten lang halten (Isotherme).
-

Anschließen von Kabeln und Leitungen

Zum Anschließen der Kabel und Gasleitungen benötigen Sie Zugang zur Geräterückseite Ihres DSC. In allen hier folgenden Anweisungen gehen wir davon aus, dass Sie vor der Rückseite des Geräts stehen.

HINWEIS: Schließen Sie alle Kabel an, bevor Sie Stromleitungen an die Steckdose anschließen. Ziehen Sie die Rändelschrauben an allen Computerkabeln fest.



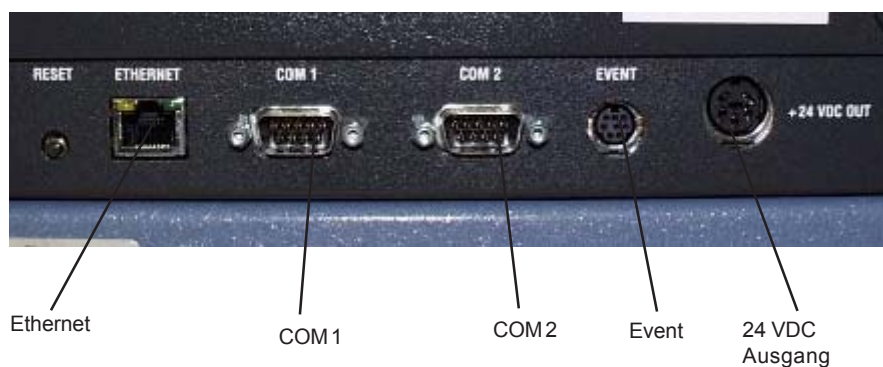
VORSICHT: Wenn Sie Stromkabel einstecken oder abnehmen, fassen Sie immer den Stecker, nicht das Kabel.



WARNHINWEIS: Kabelpfade von Strom- und Kommunikationskabeln müssen geschützt werden. Achten Sie drauf, dass die Kabel keine Zugangswege kreuzen, um Stolpergefahr zu vermeiden.

Anschlüsse

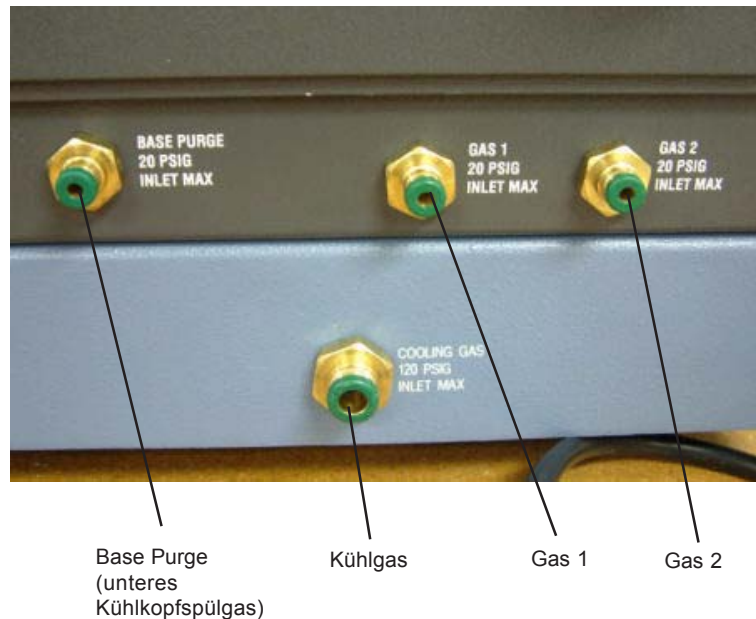
Die neun Anschlüsse des DSC befinden sich an der Geräterückseite. In der folgenden Tabelle finden Sie Erläuterungen der Funktionen aller Anschlüsse. Beziehen Sie sich beim Anschließen von Kabeln und Leitungen auf diese Liste.



Fünf Anschlüsse an der linken
Geräterückseite des DSC

Anschluss	Funktion
Ethernet	Für die Netzkommunikation.
Com 1	Standard-RS232-Schnittstellensignale.
Com 2	Zubehöranschluss. Standard-RS232-Schnittstellensignale. Dient zur Kommunikation mit dem LNCS-Stickstoffkühlzubehör.
Event	Event erfüllt die folgenden Funktionen: Schließkontakt für allgemeine Anwendungen oder Eingang 4-24 VDC für externe Synchronisation. Dieser Anschluss wird für die Steuerung des RCS-Kühlzubehörs und des Differenzial-Fotokalorimeters (DPC) verwendet. <i>(Weiter auf der nächsten Seite)</i>

Anschluss	Funktion
24 VDC Ausgang	Kann für bestimmtes Kühlzubehör benutzt werden.
Base Purge (unteres Kühlkopfspülgas)	Dient als Stickstoff-Spülgaseinlass für die Kühlsysteme LNCS, QCA und RCS.
Gas 1	Gaseinlass gesteuert vom elektronischen Spülgasregler (wenn installiert). Wird für das primäre Zellspülgas verwendet.
Gas 2	Gaseinlass. Gaseinlass für sekundäres Spülgas, falls erforderlich (bei Installation des elektronischen Spülgasreglers).
Kühlgas	Versorgt das Lamellenkühlsystem (FACS) mit Luft und das RCS-Kühlsystem mit Stickstoff.



Vier Anschlüsse an der rechten Geräterückseite des DSC

Einrichtung des Ethernet-Switch

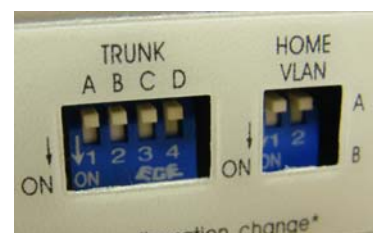
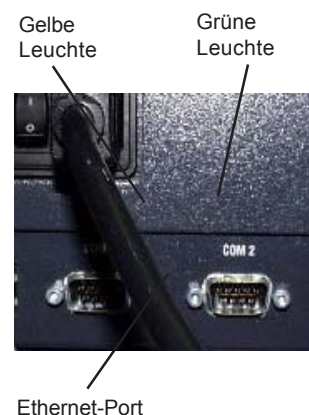
Um das Gerät an ein Netzwerk anzuschließen, sind die nachfolgend beschriebenen Kabelanschlüsse erforderlich. Das Gerät und die Steuereinheit werden an einen Ethernet Switch angeschlossen. Zusätzlich finden Sie weiter unten eine Anleitung zum Anschließen der Steuereinheit an ein LAN (local-area network).

Anschluss des Geräts an den Switch

1. Suchen Sie den Ethernet-Anschluss an der linken Geräterückseite (siehe Abbildung rechts).
2. Schließen Sie ein Ende des Ethernet-Kabels an den Ethernet-Anschluss des Geräts an.
3. Schließen Sie das andere Ende des Ethernet-Kabels an einen der Netzwerk-Ports des Ethernet-Switch an (siehe Abbildung unten).



Ethernet-Switch



4. Überprüfen Sie die Schalterstellung am rückwertigen Anschluss. Der Schalter muss in "off" Stellung sein, um die Kommunikation zwischen Gerät und Rechner herzustellen.
5. Überprüfen Sie die LED-Anzeigen für den Verbindungsstatus der Ethernet-Kommunikation. Wurde die Kommunikation zwischen Switch und Gerät erfolgreich hergestellt, sehen Sie ein grünes Dauerlicht und ein blinkendes gelbes Licht.
6. Befolgen Sie die Anleitung im nächsten Abschnitt, um die Steuereinheit an den Ethernet-Switch anzuschließen.

Anschließen der Steuereinheit an den Switch

1. Suchen Sie den Ethernet-Anschluss an der Rückseite des Computers.
2. Schließen Sie ein Ende des Ethernet-Kabels an den Ethernet-Anschluss des Computers an (siehe Abbildung rechts).
3. Schließen Sie das andere Ende des Kabels in einen der Netzwerk-Ports am Switch an.
4. Überprüfen Sie den Ethernet-Anschluss an der Rückseite des Computers. Wenn die Verbindung zwischen Computer und Switch korrekt hergestellt wurde, leuchtet die grüne Anzeigelampe am Ethernet-Anschluss; die gelbe Lampe blinkt.



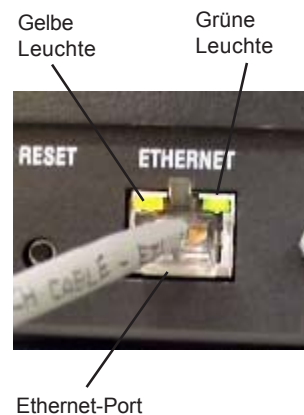
Computer-Ethernet-Port

5. Befolgen Sie die Anleitung im nächsten Abschnitt, um die Steuereinheit zum Vernetzen an ein LAN anzuschließen.

Anschließen der Steuereinheit an ein LAN

Bevor Sie die Steuereinheit an ein LAN anschließen können, müssen Sie bereits eine Netzwerkkarte im Computer installiert haben.

1. Suchen Sie den zweiten Ethernet-Anschluss an der Rückseite Ihres Computers.
2. Stecken Sie ein Ende des Ethernet-Kabels in den Ethernet-Anschluss des Computers ein.
3. Verbinden Sie das zweite Ende des Kabels mit dem LAN.
4. Überprüfen Sie den Ethernet-Anschluss an der Rückseite des Computers. Wenn die Verbindung zwischen Computer und LAN korrekt hergestellt wurde, leuchtet die grüne Anzeigelampe am Ethernet-Anschluss; die gelbe Lampe blinkt.



Spülgasleitungen

Zur Überwachung der Probenatmosphäre während Ihrer DSC-Messung ist der Anschluss von Spülgasleitungen an das System möglich. DSC-Module der Q Serie sind mit einem elektronischen Spülgasregler (MFC) zur Steuerung der Strömungsrate des Spülgases ausgerüstet. Für einen leichteren Wechsel des Spülgases ist es möglich, zwei verschiedene Gase am Gerät anzuschließen. Zum Anschließen der Spülgasleitungen gehen Sie wie folgt vor: Die Spülgasleitungen sind in der nachstehenden Abbildung dargestellt.



VORSICHT: Verwenden Sie niemals Flüssigkeiten in den Spülgasleitungen.

1. Suchen Sie den Anschluss für Gas 1. Dieser Anschluss wird für das Spülen des Zell-Probenraums verwendet.
2. Suchen Sie den Anschluss für Gas 2. Dieser dient ebenfalls zum Spülen des Probenraums; er wird für den Einsatz eines zweiten Spülgases oder beim Wechsel der Gase während einer Messung verwendet.



3. Schließen Sie die Leitung für das primäre Gas an den Anschluss für Gas 1 an. Verwenden Sie hierfür die Schlauchleitung mit dem Außendurchmesser von 1/8 Zoll. Als Schlauchleitungsmaterial wird Teflon® TFE empfohlen; eine solche Schlauchleitung ist im Versandzubehör-Kit des Geräts enthalten. Falls erforderlich, schließen Sie ein sekundäres Spülgas an den Anschluss Gas 2 an.

Bei Geräten mit elektronischen Spülgasreglern wird die Strömungsrate über die Einstellungen der Gerätesteuersoftware gesteuert.

Bei älteren DSC Q100 oder DSC Q10 Geräten ohne elektronischen Spülgasregler müssen die richtigen Strömungsraten durch Anschließen eines manuellen Strömungsmessers an beide Spülgasanschlüsse (Gas 1 und Gas 2) an der Rückseite des DSC-Geräts eingehalten werden.

4. Achten Sie bitte darauf, dass der Spülgasdruck innerhalb eines Druckbereichs von 100 - 140 kPa (15 - 20 psig) geregelt wird.
5. Wählen Sie das angeschlossene Gas auf der Seite **Geräteeinstellungen/MFC** der Gerätesteuersoftware.
6. Stellen Sie auf der Seite „Anmerkungen“ in der Experimentenansicht die Spülgasrate auf den empfohlenen Wert von 50 mL/Minute ein. Klicken Sie auf „Übernehmen“, um die Änderungen zu speichern.

HINWEIS: Wenn Sie die Laborspülgasversorgung anstelle von Spülgas aus einer Gasflasche verwenden, wird dringend empfohlen, einen externen Trockner und einen fünf-µm-Filter zu installieren.



VORSICHT: Dieses Gerät darf nicht mit korrodierenden Gasen benutzt werden.



WARNHINWEIS: Die Benutzung eines explosiven Gases als Spülgas ist gefährlich und für dieses Gerät nicht empfohlen. Eine Liste der Spülgase, die für das DSC-Gerät geeignet sind, finden Sie in Kapitel 1.

Kühlgasleitung

Der Kühlgasanschluss wird für das Lamellenkühlsystem (FACS), das RCS-Kühlsystem oder das Flüssigstickstoffkühlsystem (LNCS) verwendet. Das FACS erfordert eine Druckluftversorgung; das RCS und das LNCS benötigen eine Versorgung mit trockenem Stickstoff für die Kühlgasleitung (dient als obere Kühlkopfspülung). Schließen Sie die jeweils geeignete Kühlgasleitung wie folgt an.

1. Suchen Sie den passenden 1/4-Zoll-Druckluftanschluss oder den 1/4-Zoll-Legris-Anschluss an der rechten Rückseite des DSC. An diesem Anschluss befindet sich ein Warnschild mit der Aufschrift: 830 Kpa (120 psig).
2. Stellen Sie sicher, dass Ihre Gasversorgung auf einen Wert zwischen 170 und 830 kPa (25 und 120 psig) geregelt ist, wenn Sie die Lamellenkühlung benutzen. Angaben zu den für das RCS und das LNCS erforderlichen Drücken finden Sie im jeweiligen *Installationshandbuch*.



VORSICHT: Die Kühlgasleitung führt in ein druckgeregeltes Ventil, das auf einen Wert von 170 kPa (25 psig) eingestellt ist. Die Druckeinstellung der Gasversorgung darf diesen Wert nicht unterschreiten.

3. Schließen Sie einen Schlauch mit einem Außendurchmesser von 1/4 Zoll von der Gasversorgung (Druckluft für das FACS oder trockener Stickstoff für das RCS und das LNCS) an den Kühlgasanschluss an.

Base-Purge-Leitung

Eine Base Purge ist erforderlich, wenn der Schnellkühlaufsatz (QCA), das RCS-Kühlsystem oder das Flüssigstickstoffkühlsystem (LNCS) verwendet werden. Der Base Purge dient als untere Kühlkopfspülung.

1. Suchen Sie den Base-Purge-Anschluss.
2. Achten Sie darauf, dass der Gasdruck innerhalb eines Druckbereiches von 100-140 kPa (15-20 psig) geregelt wird. Das empfohlene Gas ist Trockenstickstoff.
3. Schließen Sie die Gasleitung an den Spülgasanschluss an. Verwenden Sie hierfür die Schlauchleitung mit dem Außendurchmesser von 1/8 Zoll. Als Schlauchleitungsmaterial wird Teflon® TFE empfohlen. Über einen Ausgang am Gerät wird die Strömungsrate automatisch geregelt (300-350 mL/Min.) und so ein einwandfreier Betrieb gewährleistet.

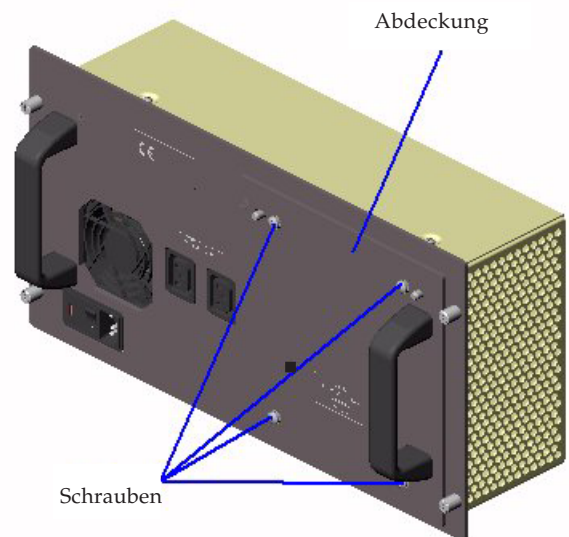
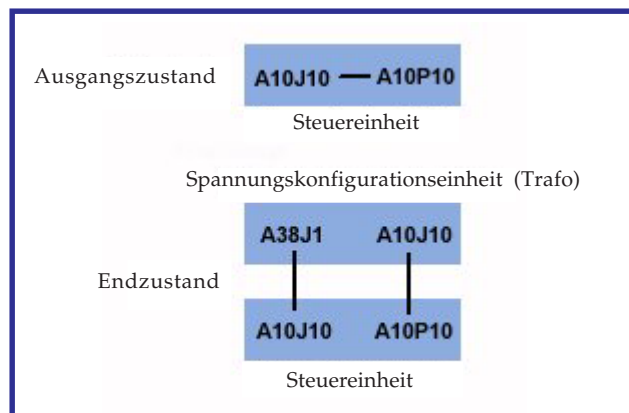
Spannungskonfigurationseinheit (interner Transformator)

Wenn Sie mit 230 VAC anstelle von 120 VAC arbeiten, benötigen Sie eine Spannungskonfigurationseinheit (Trafo). Führen Sie die folgenden Schritte zur Installation des Trafos in Ihrer Steuereinheit (Power Control Unit, PCU) aus:



WARNHINWEIS: Das Gerät führt hohe Spannungen, wie auf dem Warnschild angegeben. Sie müssen das Gerät unbedingt vom Stromnetz trennen, bevor Sie diese Anleitungen befolgen. Siehe den **WARNHINWEIS** auf Seite 13.

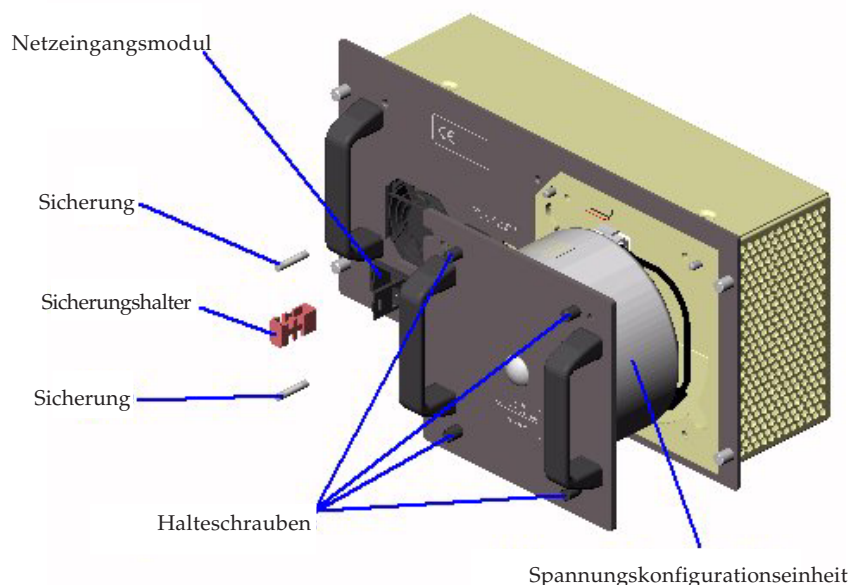
1. Nehmen Sie alle Teile aus dem Versandkarton und überprüfen Sie den Inhalt auf Vollständigkeit.
2. Entfernen Sie die rückwärtige Geräteabdeckung; hierzu lösen Sie die vier (4) Halteschrauben. Siehe Abbildung unten.



3. Trennen Sie den Anschluss A10J10 von der Buchse A10P10 in der Steuereinheit. Schließen Sie nun den Trafostecker A10J10 an die Buchse A10P10 in der Steuereinheit an. Danach schließen Sie A10J10 (in der Steuereinheit) an A38J1 der Überspannungsschutzuntereinheit an. Siehe das Diagramm rechts zur Erläuterung.

4. Bauen Sie die Untereinheit in die Steuereinheit ein und ziehen die vier (4) Halteschrauben fest.

5. Entfernen Sie den Sicherungshalter aus dem Netzeingangsmodul und ersetzen Sie die 10-Amp-Sicherungen durch 6,3-Amp-Sicherungen (diese werden als Teil des Trafo-Kits mitgeliefert). Die 10-Amp-Sicherungen werden nicht mehr benötigt. Siehe die Abbildung unten.



Netzschalter

Der Netzschalter befindet sich an der Rückwand des Geräts. Er ist Teil des sogenannten *Netzeingangsmoduls*, das auch den Netzkabelanschluss und Sicherungen enthält. Der Netzschalter dient zum Ein- und Ausschalten des Geräts.

Netzkabel

HINWEIS: Für den europäischen Wirtschaftsraum ist ein mit <HAR> markiertes (harmonisiertes) Stromkabel erforderlich, das die Normen des Installationslandes erfüllt.

Netzeingangsmodul



Das Netzkabel wird wie folgt installiert:

1. Vergewissern Sie sich, dass der Netzschalter (DSC POWER) sich in der Stellung Aus (0) befindet.
2. Stecken Sie das Netzkabel in das DSC-Netzeingangsmodul ein.



VORSICHT: Stellen Sie vor Einstecken des DSC-Stromkabels in die Steckdose sicher, dass das Gerät mit der Leitungsspannung kompatibel ist. Überprüfen Sie die Spannung mit Hilfe des Schilds an der Geräterückseite.

3. Stecken Sie das Netzkabel in die Wandsteckdose ein.

Starten des DSC

1. Überprüfen Sie alle Verbindungen zwischen dem DSC und der Steuereinheit. Achten Sie darauf, dass alle Komponenten korrekt verbunden sind.
2. Schalten Sie den Netzschalter des Geräts EIN / ON (1).

Nach dem einwandfreien Durchlaufen der Einschalt routine erscheint das Logo von TA Instruments auf dem . Bei Modulen ohne Bildschirm leuchtet die grüne Lampe an der Tastatur und meldet damit die Betriebsbereitschaft des Geräts.

Abschalten des DSC

Bitte berücksichtigen Sie Folgendes, bevor Sie Ihr Gerät abschalten:

- Alle Komponenten Ihres Thermoanalysesystems sind auf lange Betriebszeiten aus-gelegt.
- Die Elek-tronik des DSC und der Steuereinheit funktioniert zuverlässiger, wenn Stromschwankungen durch Ein- oder Ausschalten auf ein Minimum beschränkt werden.

Aus diesem Grund wird davon abgeraten, das System und die einzelnen Komponenten des Systems häufig ein- oder aus-zuschalten. Wenn Sie mit Ihrem Versuch fertig sind und das Thermoanalysesystem für weitere Aufgaben nutzen möchten, sollten Sie daher das Gerät eingeschaltet lassen.

Um ein ordnungsgemäßes Ausschalten des Geräts zu gewährleisten, wird empfohlen, dass Sie im Steuer-menü des Geräts die Option **Steuerung/Beenden** wählen oder die Taste **Beenden** auf dem des Menüs „**Anzeige**“ antippen. Es wird eine Bestätigungsmeldung angezeigt. Wählen Sie OK () oder **Beenden** (Gerätesteuerung) um fortzufahren. Die Kommunikation zum Gerät wird angehalten, während das Gerät Daten auf dem Flash-Datenträger speichert. Wenn dieser Vorgang abgeschlossen ist, zeigt das Gerät die Meldung an, dass Sie nun den Strom zum Gerät abschalten oder das Gerät zurücksetzen können.

Kippen Sie den Netzschalter des Geräts auf -AUS / OFF (0), um das Gerät abzuschalten.

Installation des DSC-Kühlzubehörs

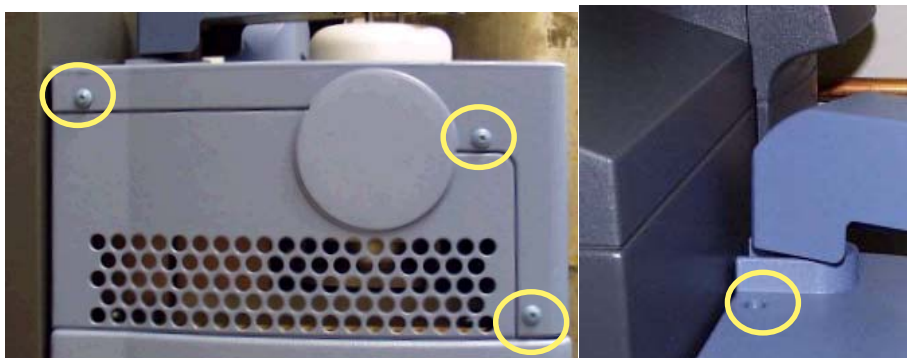
DSC-Geräte arbeiten mit unterschiedlichen Kühlsystemen. Die Auswahl des Kühlzubehörs hängt vom gewünschten Temperaturbereich für die Messungen ab. In diesem Abschnitt finden Sie die Informationen, die Sie zur Installation des FACS Zubehörs und des Schnellkühlaufsatzes (Quenchcool) benötigen. Achten Sie bitte darauf, dass über die Gerätesteuersoftware immer das richtige Kühlzubehör ausgewählt wird. Nähere Einzelheiten finden Sie in der Online-Dokumentation.

HINWEIS: Informationen zur Installation des RCS90, RCS40 oder des LNCS-Kühlsystems finden Sie im jeweiligen Handbuch oder in der Online-Hilfe.

Installieren des Lamellenkühlsystems (FACS)

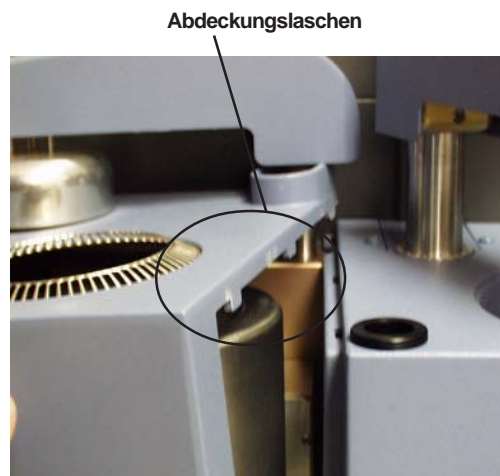
Bei dem Lamellenkühlsystem (FACS) handelt es sich um optionales Zubehör, das als Kühlzubehör zum Erzielen optimaler Leistung bei DSC-Versuchen eingesetzt werden kann. Bitte befolgen Sie bei der Installation des FACS die nachstehende Anleitung:

1. Entfernen Sie die Zell-Abdeckung(en). Dies kann entweder manuell erfolgen wenn Ihr DSC Gerät nicht über ein Autolid verfügt, oder durch Wahl des Befehls Control/Lid/Open (Steuerung/ Abdeckung/Öffnen) bei Geräten mit Autolid Ausstattung.
2. Ziehen Sie den seitlich an der Geräteabdeckung angebrachten Deckel ab. Entfernen Sie danach die Schrauben, mit denen die Zellenabdeckung an der Geräteabdeckung befestigt ist (siehe kreisförmige Markierung in der Abbildung unten). Drei Schrauben befinden sich an der Seite (Q1000/Q2000) und eine Schraube an der Oberseite. Bewahren Sie die Schrauben auf.



3. Wenn an Ihrem Gerät ein Autosampler installiert ist, heben Sie die Abdeckung hoch, um die Befestigungslaschen (siehe Abbildung) zu lösen. Ziehen Sie die dann Abdeckung nach vorn; achten Sie dabei darauf, dass die Abdeckungen der Zelle nicht beschädigt werden.

Wenn Sie nicht mit einem Autosampler arbeiten, müssen Sie zum Entfernen der Abdeckung noch weitere Schrauben lösen. Ziehen Sie die Abdeckung nach vorn und nehmen Sie sie vollständig ab.



4. Setzen Sie das Lamellenkühlsystem auf die Zelle und richten Sie die Kerbe mit dem Justagestift wie unten gezeigt aus.
5. Nehmen Sie einen langen 3/32-Zoll-Sechskantschlüssel aus dem Zubehör-Kit.
6. Halten Sie den Kühler fest und setzen den Schlüssel in eine der Halteschrauben der FACS-Montageplatte ein. (Siehe Abbildung.) Ziehen Sie die Schrauben unter leichtem Druck nach unten mit ein paar Umdrehungen fest. Ziehen Sie sie noch NICHT VOLLSTÄNDIG FEST.



Kerbe und Justagestift

7. Wiederholen Sie Schritt 6 mit den beiden restlichen Halteschrauben. Wenn Sie alle Schrauben leicht angezogen haben, drehen Sie alle drei Schrauben nacheinander fest, bis Sie fühlen, dass sie den Boden berühren. Achten Sie darauf, die Schrauben nicht zu fest anzuziehen.

8. Setzen Sie die Abdeckung wieder auf die Zelle auf und bringen Sie die Befestigungsschrauben wieder an. Stecken Sie den Stecker wieder seitlich an der Abdeckung ein.

9. Wählen Sie den richtigen Kühltyp auf der Seite **Extras/**

Geräteeinstellungen / Kühler der DSC-Gerätesteuerungssoftware.

Das Lamellenkühlsystem ist nun einsatzbereit. (Für dieses Kühlzubehör muss Druckluft an den Kühlgasanschluss angeschlossen werden.)

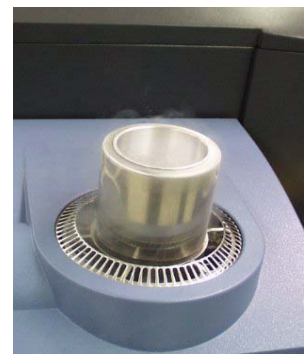
Installieren des Schnellkühlaufsatzes

Die Installation des Schnellkühlaufsatzes unterscheidet sich ein wenig je nachdem, ob Sie mit der „freistehenden“ Version oder der Kombination Schnellkühlaufsatz / Lamellenkühlsystem (FACS) arbeiten. Nachstehend erhalten Sie die Anleitungen zur Installation beider Kühltypen.

Schnellkühlaufsatz für FACS

Der FACS-Schnellkühlaufsatz dient zur beschleunigten Abkühlung der Zelle auf Raumtemperatur nach dem Ende eines Durchlaufs. (Dieses Kühlzubehör ist nicht für Versuche unterhalb der Umgebungstemperatur bestimmt.) Bei der nachstehenden Installationsanleitung gehen wir davon aus, dass das Lamellenkühlsystem (FACS) bereits installiert ist. (Wenn dies nicht der Fall sein sollte, installieren Sie das Lamellenkühlsystem gemäß der Anleitung auf Seite 46.)

1. Entfernen Sie die Zell-Abdeckung(en). Dies kann entweder manuell erfolgen wenn Ihr DSC Gerät nicht über ein Autolid verfügt, oder durch Wahl des Befehls Control/Lid/Open (Steuerung / Abdeckung / Öffnen) bei Geräten mit Autolid Ausstattung.



2. Schieben Sie den Kühler in den oberen Teil des Lamellenkühlsystems ein (benutzen Sie bitte Handschuhe, wenn Sie in den Aufsatz bereits - wie in der Abbildung gezeigt - Flüssigstickstoff eingefüllt haben).

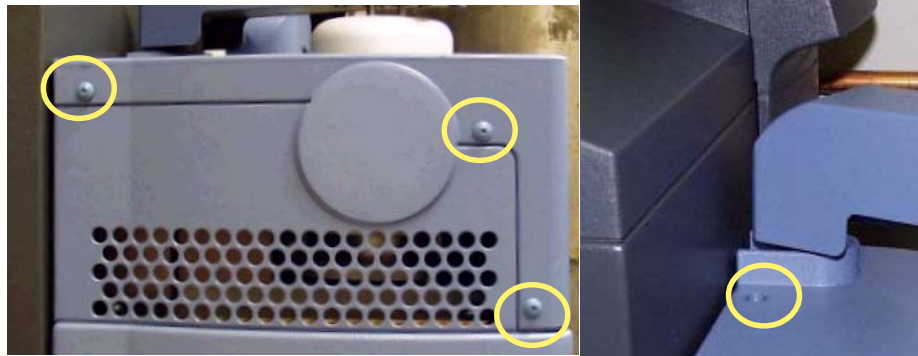
HINWEIS: Wenn Sie mit dem FACS-Schnellkühlaufsatz arbeiten, achten Sie bitte darauf, dass im Gerätesteuerungsprogramm das Lamellenkühlsystem und nicht der Schnellkühlaufsatz eingestellt ist. Wenn das falsche Kühlsystem angegeben wird, erhalten Sie ungenaue Messergebnisse.

Schnellkühlaufsatz

Für die freistehende Version des Schnellkühlaufsatzes ist ein Isoliermantel erforderlich. Gehen Sie wie folgt vor, um den Isoliermantel und den Schnellkühlaufsatz zu installieren. Achten Sie bitte darauf, dass kein Lamellenkühlsystem (FACS) installiert ist.

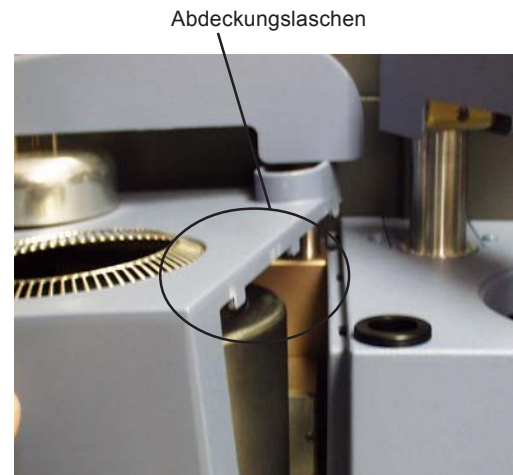
1. Entfernen Sie die Zell-Abdeckung(en). Dies kann entweder manuell erfolgen wenn Ihr DSC Gerät nicht über ein Autolid verfügt, oder durch Wahl des Befehls Control/Lid/Open (Steuerung/ Abdeckung/Öffnen) bei Geräten mit Autolid Ausstattung.

2. Ziehen Sie den seitlich an der Abdeckung angebrachten Stecker heraus. Entfernen Sie danach die Schrauben, mit denen die Zellenabdeckung an der Geräteabdeckung befestigt ist (siehe kreisförmige Markierung in der Abbildung rechts). Drei Schrauben befinden sich an der Seite (Q1000) und eine Schraube an der Oberseite. Bewahren Sie die Schrauben auf.



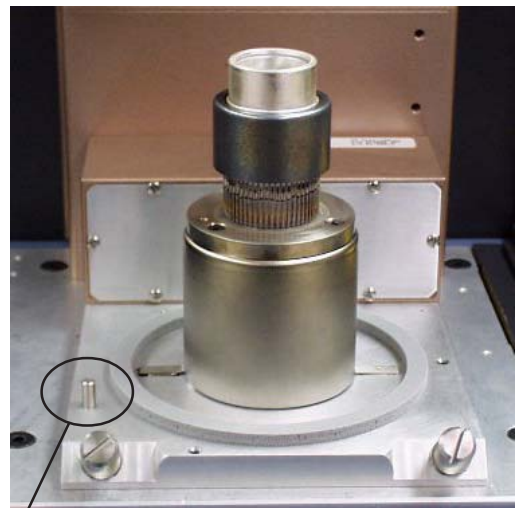
3. Wenn Sie mit einem Gerät mit Autosampler arbeiten, heben Sie die Abdeckung, um die Befestigungslaschen zu entriegeln (wie in der Abbildung rechts). Ziehen Sie die Abdeckung nach vorn und nehmen Sie sie vollständig ab.

Wenn Sie nicht mit einem Autosampler arbeiten, müssen Sie zum Entfernen der Abdeckung noch weitere Schrauben lösen. Ziehen Sie die Abdeckung anschließend nach vorn und nehmen Sie sie vollständig ab.



4. Setzen Sie den Isoliermantel auf die Zelle auf und richten die Kerbe wie rechts gezeigt mit Hilfe des Justagestiftes aus.
5. Nehmen Sie einen langen 3/32-Zoll-Sechskantschlüssel aus dem Zubehör-Kit.
6. Setzen Sie den Schlüssel in eine der drei Halteschrauben der Platte des Isoliermantels ein, während Sie die Platte festhalten. Ziehen Sie die Schrauben unter leichtem Druck um ein paar Umdrehungen fest. Ziehen Sie sie noch NICHT VOLLSTÄNDIG FEST.
7. Wiederholen Sie Schritt 6 mit den beiden restlichen Halteschrauben. Wenn Sie alle Schrauben leicht angezogen haben, drehen Sie alle drei Schrauben nacheinander fest, bis Sie fühlen, dass sie den Boden berühren. Achten Sie darauf, die Schrauben nicht zu fest anzuziehen.
8. Setzen Sie die Abdeckung wieder auf die Zelle auf und bringen Sie die Befestigungsschrauben wieder an. Stecken Sie den Stecker wieder seitlich an der Abdeckung ein.
9. Schließen Sie die Base-Purge-Leitung an. Das System ist nun bereit für das Einsetzen des Schnellkühlaufsatzes.
10. Wählen Sie den richtigen Kühltyp auf der Seite Instrument **Geräteeinstellungen / Kühler** der DSC-Gerätesteuersoftware. Wenn Sie den Schnellkühlaufsatz verwenden, werden sowohl die automatische Abdeckung als auch der Autosampler (falls vorhanden) deaktiviert.
11. Installieren Sie die beiden Innenabdeckungen über der Zelle, wenn Sie Experimente ausführen. Schieben Sie dann den Schnellkühlaufsatz in den oberen Teil des Isoliermantels. Ziehen Sie Schutzhandschuhe an, wenn Sie bereits Flüssigstickstoff eingefüllt haben.

HINWEIS: Der Schnellkühlaufsatz darf nur für die Messung der Wärmeströmung T1 benutzt werden.



Justagestift



„Freistehender“ Schnellkühlaufsatz und Kühlkopf

Installation zusätzlicher Geräte

Zusammen mit Ihrem Gerät erhalten Sie noch weiteres Zubehör. Viele dieser Komponenten werden durch die Servicetechniker von TA Instruments installiert. Trotzdem sollten Sie wissen, wie Sie diese Teile ggf. selber installieren können.

Installation der manuellen Zellabdeckung

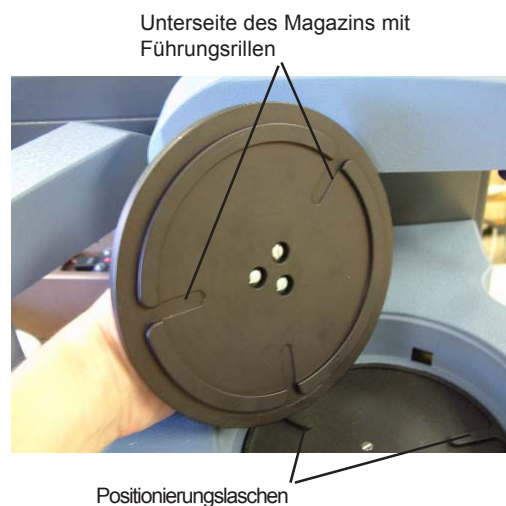
Bei Erhalt des DSC-Modells Q20 oder Q10 befinden sich die drei Deckel separat im Zubehör-Versandkarton. Wenn Sie das Gerät vollständig ausgepackt und installiert haben (vgl. die Anleitungen in diesem Kapitel), können Sie Messungen ordnungsgemäß durchführen. Die hier beschriebenen Abdeckungen müssen Sie auf die Zelle aufsetzen, nachdem Sie die Proben- und Vergleichstiegel eingesetzt haben und bevor Sie mit einem Durchlauf beginnen.

Installieren des Autosampler-Magazins und der Staubschutzhaube

Bei Lieferung eines DSC Systems mit Autosampler finden Sie das Magazin und die Staubschutzhaube separat im Zubehör-Versandkarton. Wenn Sie das Gerät vollständig ausgepackt und installiert haben (vgl. die Anleitungen in diesem Kapitel), können Sie Messungen unter Verwendung des Autosamplers ordnungsgemäß durchführen.

Halten Sie das Magazin am zentralen Griff und setzen Sie es in die Öffnung. Dabei müssen die Rillen an der Unterseite des Magazins so ausgerichtet werden, dass Sie in die entsprechenden Laschen passen. Die Abbildung rechts zeigt die Führungsrillen und -laschen.

Laden Sie die Proben in das Magazin. Nach dem Laden und der Installation des Probenmagazins decken Sie es mit der Staubschutzhaube aus transparentem Kunststoff ab. Um den ordnungsgemäßen Betrieb des Autosamplers zu gewährleisten, richten Sie das Magazin so aus, dass es in die Führungsschlitze einrastet und sich die Öffnung über dem ersten Probenriegel befindet.



Kapitel 3

Betrieb, Wartung & Diagnose

Betrieb des DSC

Alle DSC-Messungen verlaufen nach dem folgenden allgemeinen Schema. In einigen Fällen werden nicht alle Schritte ausgeführt. Die meisten Schritte werden mit Hilfe der Gerätesteuersoftware ausgeführt. Ausführliche Anleitungen sind in der Online-Hilfe des Gerätesteuersystems enthalten, so dass wir uns hier auf die folgenden Kurzbeschreibungen beschränken:

- Gerätekalibrierung
- Wahl von Tiegeltyp und -material
- Vorbereitung der Proben
- Anlegen oder Wahl des Temperaturprogramms und Eingabe von Proben- und Gerätedaten über die TA Gerätesteuersoftware
- Einstellen der Spülgasrate
- Einlegen der Probe und Schließen der Zellabdeckung
- Starten der Messung

Um genaue Messergebnisse zu erhalten, sollten Sie diese Anleitungen sorgfältig befolgen.

Vorbereitungen

Vor dem Einrichten Ihres Versuchs sollten Sie sicherstellen, dass das DSC-Gerät und die Steuereinheit ordnungsgemäß installiert sind. Bitte überprüfen Sie:

- Sind alle Kabel vom DSC zum Computer richtig angeschlossen?
- Sind alle Gasleitungen angeschlossen?
- Ist das Gerät eingeschaltet?
- Sind alle gewünschten Zubehörgeräte angeschlossen?
- Ist das Gerät an die Steuereinheit angeschlossen?
- Sind Sie vertraut mit den Funktionen der Steuereinheit?
- Ist das DSC-Gerät kalibriert (falls erforderlich)?

Kalibrierung des DSC-Geräts

Um genaue Messergebnisse zu erhalten, sollten Sie bei der erstmaligen Installation eine Kalibrierung der DSC-Zelle durchführen. Optimale Ergebnisse erhalten Sie bei regelmäßiger Kalibrierung. Das erforderliche Kalibrierverfahren hängt von Ihrem Gerätemodell und dem gewählten Wärmestromsignal ab. Die Messungen werden mit Hilfe der Gerätesteuerungssoftware durchgeführt (siehe nachstehende Tabelle der Kalibrierungsarten). Allgemeine Hinweise zu Kalibrierungsarten finden Sie in der nachstehenden Tabelle. Detaillierte Informationen darüber, wie Sie die Kalibrierung durchführen, finden Sie in der Online-Hilfe der Gerätesteuerungssoftware.

HINWEIS: Stellen Sie bitte sicher, dass Sie Ihre Versuche mit dem gleichen Spülgas durchführen, das Sie auch für die Kalibrierung des Systems verwendet haben. Wenn Sie beispielsweise mit Stickstoff kalibriert haben, führen Sie auch die Messungen mit Stickstoff durch.

Modell	Kalibrierungsart						
	Tzero*	Zell-Konstante	Temperatur	Basislinie	Druck	Wärmekapazität**	
						MDSC	Q2000/Q1000
Auto Q20/Q20/Q10		✓	✓	✓			
Q200/Q100							
Wärmestromsignal T4	✓	✓	✓			✓	
Wärmestromsignal T1		✓	✓	✓			
Q2000/Q1000 mit Standardzelle							
Wärmestromsignal T4P	✓	✓	✓			✓	✓
Wärmestromsignal T4	✓	✓	✓			✓	✓
Wärmestromsignal T1		✓	✓	✓			
DSC mit Druckzelle		✓	✓	✓	✓		

* Tzero TM beschreibt eine geschützte Technologie, entwickelt von Robert Danley, TA Instruments, Waters LLC und patentiert durch TA Instruments, Waters LCC (U.S. Patent No. 6,431,747).

** Die Kalibrierung der Wärmekapazität wird nicht im Kalibrations-Modus durchgeführt und ist nur erforderlich, wenn Absolutwerte der Wärmekapazität bestimmt werden sollen.

Führen Sie die Kalibrierung in dem Temperaturbereich durch, den Sie für Ihre Messungen verwenden möchten. Wir empfehlen Ihnen die Wahl des größtmöglichen Temperaturbereiches und eine erneute Kalibrierung, wenn Ihre anschließenden Messungen über diesen Temperaturbereich hinausgehen.

Um optimale Ergebnisse zu erzielen, ist die vollständige Durchführung der DSC Kalibrierung erforderlich, wenn Sie einen der folgenden Parameter wechseln:

- Erstmalige Verwendung einer neuen Zelle
- Wechsel des Spülgas
- Wechsel des Kühlgerätes (FACS, RCS, LNCS oder Schnelkühlaufsatz)

Zur Erzielung optimaler Ergebnisse ist eine vollständige Kalibrierung des DSC Gerätes erforderlich, wenn Sie einen dieser Parameter wechseln:

- Wechsel des Wärmestromsignals (T4P, T4, ect.)
- Druckänderung (Bei Analysen in der Druckzelle, PDSC)

Die Kalibrierung wird im Kalibrierungsmodus des Geräts vorgenommen, den Sie über die Steuerungseinheit aufrufen können. (Dies trifft nicht auf die Wärmekapazitätskalibrierung zu, die, falls zutreffend, sowohl in der Standard- als auch in der MDSC-Betriebsart durchgeführt wird.)

Die Kalibrierung besteht aus verschiedenen, von der Art der verwendeten Zelle abhängigen Verfahrensschritten, die im Folgenden kurz beschrieben werden. Nähere Einzelheiten zu den verschiedenen Kalibrierungsarten finden Sie in der Online-Dokumentation.

Tzero™

Für die DSC-Tzero-Kalibrierung sind zwei Versuche erforderlich: Das erste Experiment erfolgt mit leerer Zelle (ohne Probe oder Tiegel); im zweiten Experiment werden zwei Saphirscheiben (ohne Tiegel) auf Proben- und Referenzsensor gelegt. Für beide Messungen wird die gleiche Methode verwendet, d. h. Einstellen der Anfangstemperatur (untere Temperaturgrenze für spätere Messungen), Halten der Temperatur (Isotherm) für eine Dauer von 5 Minuten, Aufheizen mit konstanter Rate auf die Endtemperatur (obere Grenze für spätere Messungen) und Halten der Endtemperatur für eine Dauer von 5 Minuten. Die Temperaturgrenzen werden entsprechend dem späteren Temperaturbereich der Probemessungen gewählt.

Die Kalibrierung wird mit relativ hoher Heizrate (10 K/min bis 20 K/min) durchgeführt, um eine möglichst akurate Bestimmung des thermischen Widerstands und der Wärmekapazität des Sensors zu erzielen. Heizraten kleiner 10 K/min sind nicht zu empfehlen.

Diese Kalibrierung wird für die Geräte DSC Q2000 und Q1000 für das Wärmestromsignal T4P und T4 durchgeführt. Für die Systeme DSC Q200 und Q100 erfolgt diese Kalibrierung für das T4 Signal.

Kalibrierung von Basislinienanstieg (Slope) und -versatz (Offset)

Bei der Kalibrierung von Basislinienanstieg und -versatz wird eine leere Zelle über den gesamten für die anschließenden Versuche erwarteten Temperaturbereich hochgeheizt und an den Grenztemperaturen isotherm gehalten. Anhand der Kalibrierdaten werden die Anstiegs- und Versatzwerte der Basislinie und die Nulleinstellung des Wärmestromsignals errechnet. Diese Kalibrierungsart wird bei den Modellen DSC Auto Q20, Q20 und Q10 verwendet; wenn das Wärmestromsignal T1 gewählt ist, wird sie auch andere DSC-Modelle durchgeführt.

Enthalpie/Zellkonstantenkalibrierung

Diese Kalibrierung basiert auf einer Messung, bei der ein Metallstandard (z. B. Indium) über den Schmelzübergang hinaus erhitzt wird. Die berechnete Schmelzenthalpie wird mit dem theoretischen Wert verglichen. Das Verhältnis zwischen diesen beiden Werten ist die Zellkonstante. Der Onset-Slope bzw. der Wärmewiderstand spiegelt die Unterdrückung des Temperaturanstiegs wider, der in einer schmelzenden Probe im Verhältnis zum Thermoelement auftritt. Theoretisch sollte eine Standardprobe bei konstanter Temperatur schmelzen. Während des Schmelzens nimmt die Probe jedoch zusätzliche Wärme auf; zwischen der Probe und dem Thermoelement entsteht eine Temperaturdifferenz. Der Wärmewiderstand zwischen diesen beiden Werten wird als Onset-Slope des Wärmestroms im Vergleich zur Temperaturkurve vor dem Schmelzpeak errechnet. Der Onset-Wert wird bei kinetischen und Reinheitsgradberechnungen verwendet, um diesen Wärmewiderstand zu korrigieren.

Temperaturkalibrierung

Temperaturkalibrierungen sind Messungen, bei denen ein Temperaturstandard (z. B. Indium) über den Schmelzübergang hinaus aufgeheizt wird. Der gemessene Schmelzpunkt dieses Standards wird mit dem theoretischen Schmelzpunkt verglichen, und der Differenzwert für die Temperaturkalibrierung genutzt. Für diese Kalibrierung kann die gleiche Datei benutzt werden wie für die Kalibrierung der Zellkonstante.

Sie können zusätzlich bis zu vier weitere Standards zur Temperaturkalibrierung einsetzen. Wenn Sie die Temperatur-Kalibrierung mit einem Standard durchführen, verläuft die gesamte Kurve im Wesentlichen versetzt oder verschoben im Verhältnis zum tatsächlichen Schmelzpunkt. Bei Verwendung von drei oder mehr Standards erfolgt die Kurvenkorrektur über eine kubische Funktion. Mehrpunkt-Temperaturkalibrierungen sind akkurater als Einzelpunktkalibrierungen, wenn Absoluttemperaturen über einen breiten Temperaturbereich (größer 300 °C) bestimmt werden sollen.

Wenn Sie eine Mehrpunkt-Kalibrierung vornehmen, empfiehlt sich, die Temperaturpunkte über den Temperaturbereich der späteren Messungen gleichmäßig zu streuen.

Kalibrierung der Wärmekapazität (Q2000/Q1000)

Die Wärmekapazität kann mit den DSC Modulen Q2000 und Q1000 direkt in einem Experiment ermittelt werden. Eine Kalibrierung der Wärmekapazität ist erforderlich, wenn der absolute Wert der Wärmekapazität der Probe gemessen werden soll. Bei dieser Kalibrierungsart wird ein Standardmaterial (z. B. Saphir) mit bekannter Wärmekapazität bei einer bestimmten Temperatur eingesetzt. Vor dem Durchführen der Kalibrierung müssen die zuvor benutzten Kalibrierungswerte manuell auf den Standardwert von 1,0 gesetzt werden. Die Kalibrierung wird üblicherweise bei einer Aufheiz- oder Kühlungsrate von 10 bis 20 K/min vorgenommen. Diese Kalibrierung nutzt den Absolutwert des Wärmestromsignals (C_p = Wärmestromrate / Heizrate) zur Berechnung der Probenwärmekapazität. Daher muss als erstes Segment der Methode „Wärmestrom auf Null setzen“ („Zero Heat Flow“) bei der mittleren Temperatur des Versuchs gewählt werden. So ist sichergestellt, dass eine Drift der Basislinie, seit der letzten vollständigen Kalibrierung, korrigiert wird.

Am Ende der Messung wird die Wärmekapazitäts-Kalibrierkonstante errechnet. Dies geschieht durch manuelles Dividieren des theoretischen Werts der Wärmekapazität bei der gewünschten Temperatur durch den gemessenen Wert. Die berechnete Konstante wird dann manuell in die Gerätesteuerungssoftware eingegeben und automatisch für künftige Messungen verwendet. Ausführlichere Informationen finden Sie in der Online-Hilfe.

Kalibrierung der Wärmekapazität (MDSC®)

Bei der MDSC (Modulierten DSC) ist die Kalibrierung der Wärmekapazität nur erforderlich, wenn der absolute Wert der Wärmekapazität der Probe gemessen werden soll. Bei dieser Kalibrierungsart wird ein Standardmaterial (z. B. Saphir) mit bekannter Wärmekapazität bei einer bestimmten Temperatur eingesetzt. Vor dem Durchführen der Kalibrierung müssen die zuvor benutzten Kalibrierungswerte - sowohl für Wärmekapazität als auch für reversible Wärmekapazität - manuell auf den Standardwert von 1,0 gesetzt werden. Für die Kalibrierung werden die gleichen Bedingungen gewählt wie für die anschließende Probenmessung (d. h. gleicher Tiegeltyp, Amplitude und Periode). Wahlweise kann die Wärmekapazität mittels MDSC im dynamischen Experiment oder quasi-isotherm bestimmt werden.

Am Ende der Messung werden die Kalibrierungskonstanten für das Gesamtsignal und das Wärmekapazitätssignal des reversiblen Wärmestroms berechnet. Dies geschieht durch manuelles Dividieren des theoretischen Wertes der Wärmekapazität bei der gewünschten Temperatur durch den gemessenen Wert. Hierzu Öffnen Sie den Messfile in der Auswertungssoftware Universal Analysis und wählen das gewünschte

Wärmekapazitätssignal unter Diagramm/Signale aus. Die berechnete Konstante wird dann manuell in die Gerätesteuersoftware eingegeben und automatisch für künftige Messungen verwendet. Ausführlichere Informationen finden Sie in der Online-Hilfe.

Druckkalibrierung

Diese Art der Kalibrierung ist ein optionales Verfahren zur Kalibrierung der Druckzelle des DSC-Modells. Hier wird der Druckwert an zwei Punkten miteinander verglichen, d. h. Sie vergleichen den Wert des atmosphärischen Druckes und einen weiteren von Ihnen gewählten Druckwert mit dem Anzeigewert auf einem externen Druckmesser.

Autosampler-Justierung

Für den DSC-Autosampler kann eine Neujustierung erforderlich werden, um die Positionierung und Aufnahme der Tiegel zu verbessern. Die Autosampler Justierung beinhaltet die Kalibrierung von Zell- und Tablettpositionen. Diese Prozedur wurde zur einfachen Durchführung automatisiert. Sie können die Funktionen zur Kalibrierung über das Steuerprogramm oder den Gerätebildschirm auswählen.

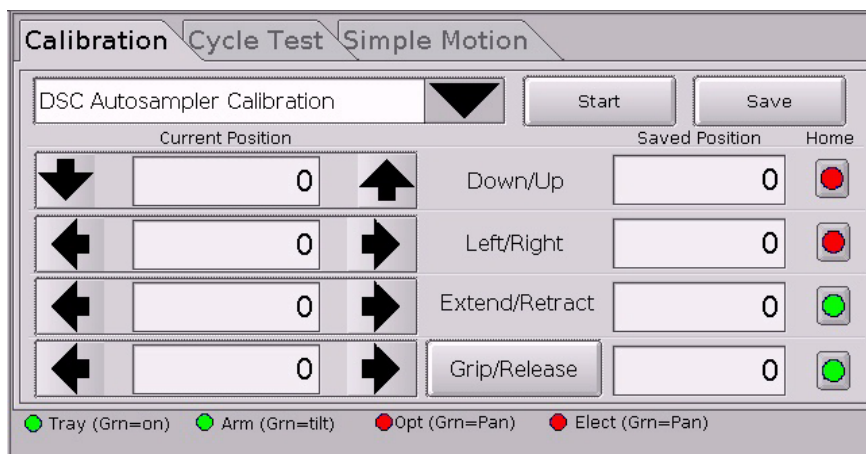
Wenn der Auto-sampler ordnungsgemäß funktioniert, müssen Sie ihn nur erneut justieren, wenn Sie die DSC-Zelle wechseln. Regelmäßige Überprüfungen sind die beste Art fest-zustellen, ob eine erneute Kalibrierung notwendig ist oder nicht. Weitere Informationen zur Kalibrierung des Autosamplers finden Sie in der Online-Hilfe.

Q2000/Q200/Auto Q20 Autosampler Justierung

Zur Justierung des Autosamplers folgen Sie folgenden Schritten:

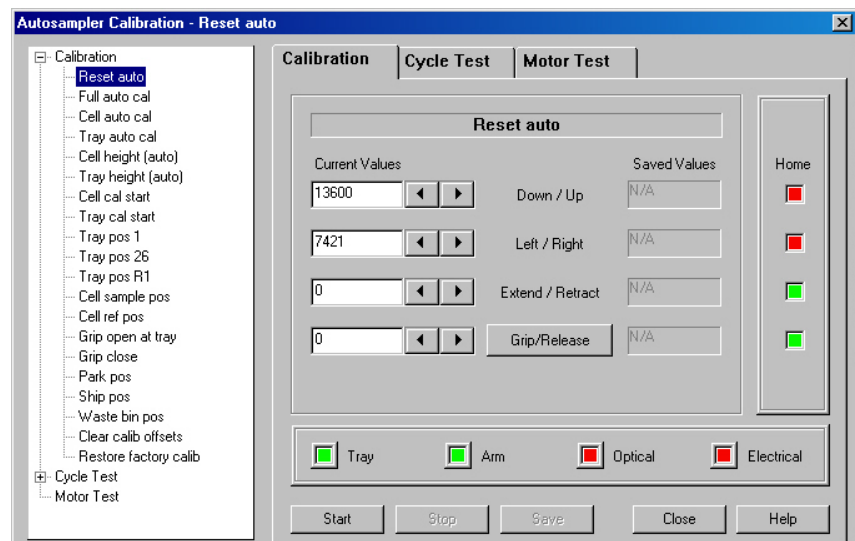
1. Zugang zu den Autosampler Kalibrierfunktionen erhalten Sie über den Touchscreen oder über den Gerätesteuersoftware (Steuerung).
 - **Autosampler Kalibration mittels Touchscreen**
 - a. Drücken Sie die Funktion **Kalibrieren** am . Das Bild auf der rechten Seite wird angezeigt
 - b. Drücken Sie die **Autosampler** Funktion.
 - c. Drücken Sie die Funktion **Kalibration**, falls diese noch nicht aktiv ist. Die Anzeige im Bild auf der nächsten Seite erscheint.





• **Autosampler Kalibration
mittels
Steuerungssoftware**

- Wählen Sie
Kalibrieren/
Autosampler** aus dem
Menü. Die Anzeige im
Bild rechts erscheint.
- Klicken Sie das Plus (+)
Zeichen an, um die
verschiedenen
Kalibriermöglichkeiten
anzuzeigen.



2. Wählen Sie die gewünschte Kalibrierfunktion aus.

- Zur Kalibrierung von Zell- und Tablettpositionen wählen Sie **Vollständige Auto Kal**
- Zur Kalibrierung des Tablett klicken Sie auf **Tablett autom. Kalibrierung**
- Um nur die Zellpositionen zu kalibrieren wählen Sie **Zelle autom. Kalibrierung**
- Wenn Sie einzelne Schritte kalibrieren wollen, wählen Sie eine der manuellen Kalibrierfunktionen aus

Für weitere Informationen verwenden Sie bitte die Online Hilfe.

3. Stellen Sie sicher, dass das Sie **Speichern** drücken, wenn die Kalibrierung abgeschlossen ist.

Nach Abschluss der Kalibrierung sollten Sie einen **Cycle Test** vornehmen, um zu überprüfen, ob die Kalibrierung erfolgreich war.

Q1000/Q100 Autosampler Kalibration

Zur Kalibrierung über den Touchscreen führen Sie folgende Schritte durch

1. Wählen Sie die **AUTOSAMPLER** Funktion im **KON-TROL MENÜ** des Touchscreen. Der Bildschirm zeigt das Bild auf der rechten Seite.
2. Wählen Sie die gewünscht Kalibrierfunktion aus dem Auswahl Menü aus.
 - Zur Kalibrierung von Tablett und Zellpositionen wählen Sie **AUTO KAL**.
 - Zur Kalibrierung des Tablett drücken Sie auf **TABLETT KAL**.
 - Zur Kalibrierung der Zellpositionen wählen Sie **ZELLE KAL**.
 - Zugang zur Kalibrierung einzelner, ausgewählter Funktionen erhalten Sie über **MANUELL KAL**.



Für weitere Informationen verwenden Sie bitte die Online Hilfe.

3. Stellen Sie sicher, dass Sie die Kalibrierung abgespeichert haben, bevor Sie das Menü verlassen.

Zur Überprüfung der Kalibrierung können Sie anschließend einen **Cycle Test** durchlaufen.

Ausführen einer DSC Messung



VORSICHT: Wenn das Gerät Feuchtigkeit ausgesetzt war, muss die DSC-Zelle evtl. getrocknet werden. Stellen Sie daher sicher, dass die Schutzleiter des Gerätes ordnungsgemäß geerdet sind.

Führen Sie das Testprogramm „Konditionierung von Kühler/Zelle“ zum Trocknen der Zelle durch:

- 1 Mit einer Aufheizrate von 10°C/Min. auf 400°C aufheizen.
 - 2 Temperatur 120 Minuten lang halten.
-

Durchführung einer DSC Messung

Für alle DSC Messungen sollten Sie die einige Grundregeln berücksichtigen. Abhängig von Ihrer Gerätekonfiguration (Kühlgerät) und den gewählten Versuchsbedingungen sind nicht alle Parameter relevant. In der Online Hilfe der Gerätesteuerungssoftware findet Sie weitere Informationen.

- Installieren Sie Zubehöre (z.B. Spülgas, Kühlgerät) wie für Ihren Versuch erforderlich. Führen Sie die Kalibrierung unter gleichen Bedingungen durch, wie später die Messung. Planen Sie Analysen im Tieftemperaturbereich mit dem LNCS, verwenden Sie Helium als Spülgas. Wenn Sie das LNCS für rasche Abkühlung oberhalb Raumtemperatur verwenden wollen (z.B. für isotherme Kristallisationen) dann arbeiten Sie mit Stickstoff als Spülgas. Für das RCS 90 und das RCS 40 wird Stickstoff als Spülgas verwendet.

HINWEIS: Stellen Sie bitte sicher, dass Sie Ihre Versuche mit dem gleichen Gas durchführen, das Sie auch für die Kalibrierung des Systems verwendet haben. Wenn Sie beispielsweise mit Stickstoff kalibriert haben, führen Sie auch die Messungen mit Stickstoff durch.

- Auswahl und Vorbereitung der Proben. Hierzu gehört die Vorbereitung einer Probe geeigneter Größe und geeigneten Gewichts, die Auswahl von Tiegeltyp und -material sowie das Verschließen der Probe im Tiegel. Nähere Einzelheiten finden Sie in der Online-Dokumentation.
- Laden des Proben Tiegels (und eines entsprechend vorbereiteten, leeren Referenz Tiegels) in die Zelle oder das Autosampler-Magazin.
- Eingabe der Versuchs- und Verfahrensdaten in die TA-Steuereinheit (hierzu gehören die Proben- und Geräteparameter).
- Starten der Messung

Laden der Probe

Sobald Sie den Probenriegel vorbereitet und die Probenparameter eingegeben haben, können Sie den Probenriegel in die DSC-Zelle laden. Wenn Sie mit dem Autosampler arbeiten, werden die Probenriegel automatisch beim Starten der Autosampler-Sequenz geladen.



WARNHINWEIS: Wenn die Zelle kurz zuvor benutzt wurde, sind die Bauteile der Zelle evtl. noch sehr heiß. Fassen Sie daher zu Ihrer eigenen Sicherheit die Zelle oder die Tiegel in der Zelle stets mit einer Pinzette an.

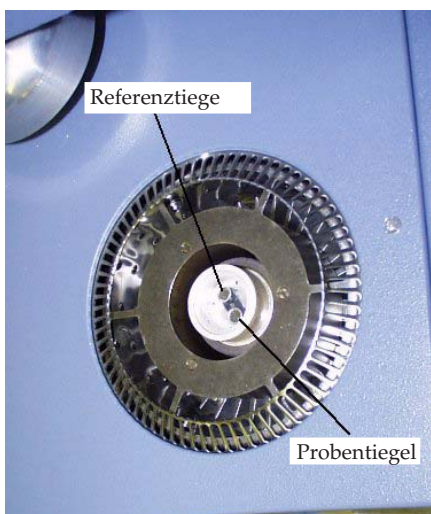
Führen Sie folgende Schritte aus, um einen Probenriegel in die Zelle zu laden:

1. Entfernen Sie die Zell-Abdeckungen. Wenn Ihr DSC mit einer AutoLid-Abdeckung versehen ist, drücken Sie die Taste **Abdeckung öffnen** im **Steuerungsmenü** des DSC-Touchscreens, um die Abdeckung von der Zelle zu heben (siehe auch Abbildung rechts).
2. Setzen Sie den Probenriegel vorsichtig auf die erhöhte Plattform vorne rechts und den Referenzriegel auf die Plattform hinten links (siehe auch linke Abbildung). Durch Zentrieren der Tiegel erhalten Sie genauere Messergebnisse.

Abdeckung



Standardzelle



3. Schließen Sie die Zelle. Drücken Sie bei einem DSC mit AutoLid-Abdeckung die Taste **Abdeckung senken** im **Steuerungsmenü** des Touchscreens, um die Zelle wieder mit der Zell-Abdeckung zu schließen.

Starten einer Messung

Vor dem Starten der Messung muss sichergestellt werden, dass Ihr DSC-Gerät mit der Steuereinheit verbunden ist und Sie alle erforderlichen Parameter über die Gerätesteuerungssoftware eingegeben haben.

HINWEIS: Wenn Sie die Messung gestartet haben, führen Sie weitere Vorgänge am besten mit Hilfe der Computertastatur aus. Das DSC-Gerät ist sehr vibrationsempfindlich und könnte durch die durch das Betätigen der Tastatur des Touchscreens entstehenden Erschütterungen beeinträchtigt werden.

Starten Sie die Messung. Hierzu wählen Sie den Befehl "Start" in der Gerätesteuerungssoftware oder drücken auf dem Touchscreen (bei Q200/Q100 oder Q2000/Q1000) oder der Tastatur (bei Q20/Q10) die START-Taste. Nach dem Starten des Geräts wird die Messung automatisch bis zum Ende durchgeführt.

Stoppen einer Messung

Wenn Sie Ihre Messung aus irgendwelchen Gründen unterbrechen müssen, können Sie sie jederzeit über den Befehl „Stopp“ der Gerätesteuersoftware oder durch Drücken der STOPP-Taste im **Steuerungsmenü** des Touchscreens (Q200/Q100 oder Q2000/Q1000) bzw. auf der Tastatur (Q20/Q10) beenden.

Eine weitere Funktion, die zum Abbruch der Messung führt, ist der Befehl **Verwerfen**. Bei Wahl dieses Befehls werden jedoch alle Messdaten gelöscht, während bei Wahl von „Stopp“ alle bis zum Zeitpunkt des Abbruchs gesammelten Daten gespeichert werden.

Wartung des Geräts

In diesem Abschnitt werden die wichtigsten Wartungsarbeiten beschrieben, für die der Kunde verantwortlich ist. Alle weiteren Wartungsarbeiten sollten nur durch Servicetechniker von TA Instruments oder qualifiziertes Fachpersonal ausgeführt werden. Nähere Einzelheiten zu diesem Thema finden Sie in der Online-Dokumentation der Gerätesteuerungssoftware.



WARNHINWEIS: Dieses Gerät führt Hochspannung. Test- oder Reparaturarbeiten an der Elektrik dürfen daher nur von geschultem Fachpersonal durchgeführt werden.

Reinigen des Touchscreens

Sie können den Touchscreen des DSC reinigen, so oft Sie wollen. Bitte verwenden Sie zur Reinigung einen Haushalts-Glasreiniger und ein weiches Tuch. Befeuchten Sie das Tuch (nicht den Bildschirm!) mit dem Glasreiniger und wischen Sie dann vorsichtig über den Touchscreen und die umgebenden Flächen.



WARNHINWEIS: Bitte verwenden Sie keine aggressiven Chemikalien, Scheuermittel, Stahlwolle oder sonstigen rauen Materialien zum Reinigen des Touchscreens, um Kratzer und damit Beschädigungen zu vermeiden.

Reinigen einer kontaminierten Zelle

Anomalien der Basislinie sind oft Anzeichen für eine kontaminierte Zelle. DSC- und PDSC-Zellen müssen für einen zufriedenstellenden Betrieb ordnungsgemäß gereinigt werden. Aufgrund der Empfindlichkeit des Zellsensors wird ein Abkratzen der Verschmutzung **nicht empfohlen**.

Wenn Anomalien der Basislinie auf eine mögliche Verschmutzung hinweisen, empfehlen wir Ihnen das folgende Reinigungsverfahren. Dieses Verfahren unterscheidet sich leicht, je nachdem, welches Kühlzubehör installiert ist.

Bevor Sie mit dem Reinigungsverfahren beginnen, nehmen Sie alle Tiegel aus der Zelle heraus.

Reinigung einer kontaminierten QDSC Standard Zelle

- Stellen Sie sicher, dass Anomalien der Basislinie durch Verschmutzungen hervorgerufen werden und nicht durch eine mangelhafte Tzero™ Kalibration. Verschmutzungen führen häufig zu scharf ausgeprägten und manchmal zu verrauschten Peaks wenn Sie eine leere Basislinie (ohne Tiegel) abfahren. Zeigt der Basislinienlauf dagegen einen großen Einschwinger zu Beginn, eine ausgeprägte Drift oder einen Versatz im Wärmestrom, so ist dies meistens auf eine mangelhafte Tzero™ Kalibration zurückzuführen und nicht auf eine Verschmutzung.
- Ist Ihnen bekannt, durch welche Art von Verschmutzungen (z.B. ausgelaufene Ölprobe) die Störungen in der Basislinie durch hervorgerufen werden, wählen Sie eine Lösungsmittel, das die Verschmutzung auflöst. Beachten Sie, dass für viele Materialien Aceton oder Methanol zur Lösung erforderlich sind. Abhängig von der Verschmutzung kann auch wasserhaltiges Lösungsmittel die Verunreinigung lösen.

- Tauchen Sie die Spitze eines Wattestäbchen in das Lösungsmittel. Dieses sollte nicht zu stark getränkt werden, um zu verhindern, das Lösungsmittel im Bereich des Tzero Thermoelements in die Elektronik hinein diffundiert.
- Reiben Sie die Verschmutzung vorsichtig mit dem Wattestäbchen ab. Beginnen Sie im Randbereich der Zelle. Reinigen Sie den Konstantankörper und den Bereich des Tzero Thermoelements mit besonderer Sorgfalt. Üben Sie keinen Druck auf das Thermoelement aus. Wiederholen Sie den Vorgang, bis keine Rückstand mehr am Wattestäbchen verbleibt.
- Entfernen Sie Restlösemittel durch Nachreiben mit einem trockenen Wattestäbchen.
- Heizen Sie die Zelle unter Stickstoff (50 mL/min) auf 200 °C auf und halten Sie diese Temperatur für 5 Minuten isotherm. Dieser Vorgang entfernt Lösungsmittelrückstände aus der Zelle.
- Überprüfen Sie das Gerät indem Sie anschließend eine Basislinie (Leere Zelle) fahren. Speichern Sie hierzu alle verfügbaren Diagnosesignale. Sind die Basislinienstörungen verschwunden, die Steigung bzw. Krümmung der Kurve jedoch inakzeptabel, so ist eine Tzero Kalibrierung erforderlich. Sind die Störungen schwächer geworden aber noch nicht vollständig beseitigt, wiederholen Sie die oberen Reinigungsschritte. Anschließend führen Sie nochmals eine Testbasislinienmessung durch.
- Reicht das Reinigungsverfahren nicht aus, um die Basislinienanomalien zu beseitigen, so ist zusätzlich ein Ausheizen der Zelle unter oxidativer Atmosphäre erforderlich. Dieser Schritt sollte – zum Schutz der Zelle - nur vorgenommen werden, wenn die zuvor beschriebene Reinigungsprozedur nicht ausreicht.
- Beginnen Sie, soweit nicht bereits vorhanden mit der Installation von Luft als Spülgas (Siehe auch: Anschluss der Spülgase) und führen Sie abhängig vom verwendeten Kühler die nächsten Schritte durch.

ACHTUNG: Das Reinigungsverfahren durch Ausheizen wird bei geöffneter Zelle durchgeführt, um zu verhindern, dass Zersetzungsprodukte im Bereich der Zellverdeckelung kondensieren und den Spülgasauslass im Silberdeckel verstopfen. Ist Ihr Gerät mit einer Automatischen Zellabdeckung (Auto Lid) ausgestattet, so deaktivieren Sie diesen über das Menü Steuerung bzw. Öffnen Sie die Zelle nach dem Start der Messung wieder.

Ausheizen einer kontaminierten Zelle bei Installation eines FACS

- Beginnen Sie den Ausheizvorgang unter Luft bis 50 °C über den üblichen Messbereich Ihrer Proben bzw. bis 600 °C (verwenden Sie die niedrigere Temperatur als Limit) mit leerer Zelle. Verwenden Sie eine Heizrate von 20 K/min. Der Test „Rampe“ kann zur Programmierung genutzt werden. Flüchtige Verschmutzungen können bei niedriger Temperatur entfernt werden, Ablagerungen von Zersetzungsprodukten müssen oberhalb 550 °C oxidiert werden.
- Nachdem die Zelle wieder auf Raumtemperatur abgekühlt ist, bürsten Sie die Zelle vorsichtig mit dem Glasfaserpinsel (aus dem DSC Zubehörkit) aus. Entfernen Sie die Rückstände mit einem Handstaubsauger oder blasen Sie diese mit trockener Druckluft aus. Beseitigen Sie Glasfaserrückstände im Umfeld mit einem feuchten Tuch.
- Fahren Sie eine Basislinie (Leere Zelle). Ist die Basislinie verbessert gegenüber dem Basislinienlauf vor dem Ausheizen aber noch nicht akzeptabel, so wiederholen Sie den Vorgang,

Ausheizen einer kontaminierten Zelle bei Installation eines RCS oder LNCS

- Beginnen Sie den Ausheizvorgang unter Luft bis 50 °C über den üblichen Messbereich Ihrer Proben bzw. bis 550 °C (verwenden Sie die niedrigere Temperatur als Limit) mit leerer Zelle bei eingeschaltetem Kühlgerät. Verwenden Sie eine Heizrate von 20 K/min. Der Test „Rampe“ kann zur Programmierung genutzt werden. Flüchtige Verschmutzungen können bei niedriger Temperatur entfernt werden, Ablagerungen von Zersetzungsprodukten müssen oberhalb 550 °C oxidiert werden. Ist ein Ausheizen oberhalb 550 °C erforderlich, so muss der Kühlkopf zuvor entfernt werden, zur Beschreibung nehmen Sie das Installationshandbuch zur Hand.



WARNHINWEIS: Wenn der RCS-Kühlkopf installiert und das RCS-Kühlsystem ausgeschaltet ist, darf eine Maximaltemperatur von 100°C nicht überschritten werden. Bei Nichtbeachten sind schwere Schäden am Gerät und/oder Verletzungen möglich!



ACHTUNG: Wir empfehlen isotherme Messungen bei installiertem RCS90 nicht über 400 °C zu machen. Hohe Temperaturen belasten das Kühlgerät und können zu Schäden führen. Das RCS40 kann nicht über 400 °C geheizt werden.

- Wenn die Zelle abgekühlt ist, bürsten Sie sie leicht mit einem Glasfaserpinsel aus (im DSC-Zubehörkit enthalten). Entfernen Sie danach die Rückstände mit sauberer Druckluft aus der Zelle.
- Führen Sie bei leerer Zelle einen Basislinientest durch. Wenn die Basislinie trotz einer deutlichen Verbesserung weiterhin nicht zufriedenstellend ist, wiederholen Sie bitte das o.g. Verfahren. Wenn Sie die Temperaturen für längere Zeit auf hohen Werten halten müssen, um die Verschmutzung zu entfernen, müssen Sie vor diesem Versuch den RCS- oder LNCS-Wärmeaustauscher entfernen. Zudem müssen Sie vorübergehend den Kühlzubehörtyp auf der Seite **Geräteeinstellungen / Kühler** auf FACS einstellen. (Vergessen Sie nicht, nach dem Versuch wieder den korrekten Kühltyp zu wählen.)

HINWEIS: Beim Entfernen des RCS/LNCS-Wärmeaustauschers von der Zelle wird empfohlen, das RCS oder das LNCS nach dem Ausschalten zuerst auf Zimmertemperatur aufwärmen zu lassen, bevor Sie den Wärmeaustauscher abnehmen. Dadurch wird die Gefahr von Feuchtigkeitskondensierung/Kontaminierung minimiert und verhindert, dass der Anschlussschlauch bewegt wird, während er kalt (und spröde) ist und leicht beschädigt werden kann.

- Ein Abnehmen des Wärmeaustauschers macht es erforderlich, dass das DSC-RCS/LNCS-System nach der erneuten Montage auf der Zelle neu konditioniert und kalibriert wird.
- Geringe Anomalien der Basislinie aufgrund von Probenrückständen, die auch nach dem Reinigen noch vorhanden sind, können mit Hilfe einer neuen Tzero-Kalibrierung korrigiert werden. Eine Kompensierung durch eine Q10-Basislinienkalibrierung ist nicht ausreichend.

Sollten Sie weiterhin Probleme mit der Basislinie haben, sind diese vermutlich nicht auf Verunreinigungen zurückzuführen, und Sie müssen evtl. die Zelle austauschen (bitte verständigen Sie in diesem Fall Ihre nächstgelegene Vertretung von TA Instruments).

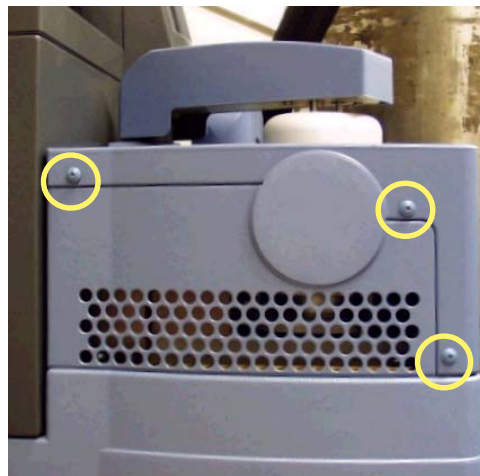
- Sobald die Basislinie zufriedenstellend ist, können Sie mit dem Routinebetrieb fortfahren.

Ausbau der Zelle des DSC Q2000/Q1000

Sollte ein Ausbau der Zelle Ihres DSC Q2000/Q1000 notwendig werden, so gehen Sie bitte nach der folgenden Anleitung vor:

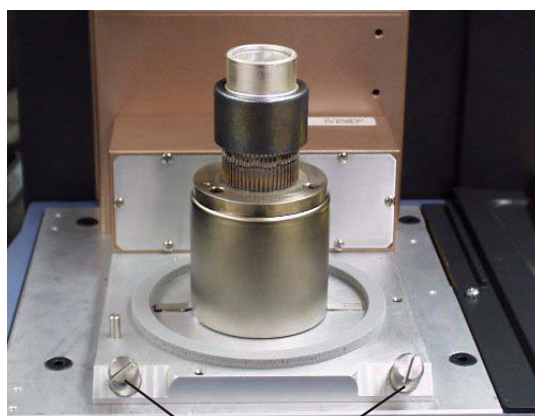
1. Wählen Sie den Befehl **Steuerung/ Abdeckung/ Öffnen**: Die AutoLid-Abdeckung wird von der Zelle des DSC Q2000/Q1000 abgehoben und zur Seite in die Ausgangsstellung bewegt.
2. Entfernen Sie die Befestigungs-schrauben, mit denen die Zellenabdeckung an der Geräteabdeckung gehalten wird (siehe kreisförmige Markierung rechts). Drei der Schrauben sind seitlich und eine oben angebracht. Bewahren Sie die Schrauben auf.

3. Wenn Sie mit einem Gerät mit Autosampler arbeiten, heben Sie die Abdeckung, um die Befestigungslaschen zu entriegeln (wie nebenstehende Abbildung). Ziehen Sie die Abdeckung nach vorn und nehmen Sie sie vollständig ab.



Wenn Sie nicht mit einem Autosampler arbeiten, müssen Sie zum Entfernen der Abdeckung noch weitere Schrauben lösen. Ziehen Sie die Abdeckung anschließend nach vorn und nehmen Sie sie vollständig ab.

4. Wenn ein Kühlzubehör installiert ist, achten Sie bitte darauf, dass es Raumtemperatur erreicht hat, bevor Sie es entfernen. Befolgen Sie das in Kapitel 2 beschriebene Verfahren in umgekehrter Reihenfolge.
5. Entfernen Sie die beiden Befestigungsschrauben an der Vorderseite der Zellenbasis (siehe Abbildung rechts).
6. Achten Sie darauf, dass die Zelle Raumtemperatur erreicht hat, und schieben Sie sie dann heraus.



Rändelschrauben

Einbau einer Zelle

Zum Installieren einer Zelle in Ihr DSC Q2000/Q1000 schieben Sie die Zelle vollständig bis zum Einrasten in das Gerät.

Ziehen Sie die Befestigungsschrauben gleichmäßig und vollständig fest – bitte nicht überdrehen.

Befolgen Sie die Anleitung im vorangehenden Abschnitt nun in umgekehrter Reihenfolge, um die Abdeckung wieder zu installieren.

Auswechseln der Sicherungen



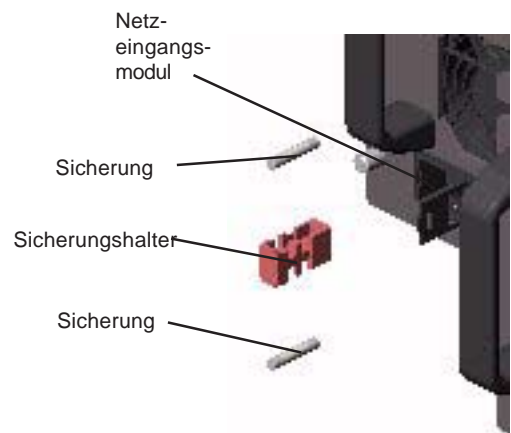
WARNHINWEIS: Ziehen Sie vor dem Prüfen oder Auswechseln von Sicherungen immer zuerst den Netzstecker des Geräts!

Auswechseln der Sicherungen des DSC

Im DSC-Gerät befinden sich interne Sicherungen, die ausschließlich von Servicepersonal von TA Instruments ausgetauscht werden dürfen. Wenn eine interne Sicherung durchbrennt, kann dies gefährlich sein. Wenden Sie sich an Ihr Servicepersonal von TA Instruments.

Die einzigen Sicherungen, die Sie selbst auswechseln können, befinden sich im Netzeingangsmodul an der Rückseite des Geräts. So überprüfen oder wechseln Sie diese Sicherungen aus:

1. Schalten Sie das Gerät ab und ziehen Sie das Netzkabel.
2. Heben Sie mit einem kleinen Schraubenzieher eine Ecke der Netzeingangsmodul-Abdeckung an und öffnen Sie sie.
3. Hebeln Sie nun ebenfalls mit Hilfe des Schraubenziehers den Sicherungshalter aus dem Gerät.
4. Nehmen Sie die alten Sicherungen heraus und ersetzen Sie sie durch neue Sicherungen. Achten Sie darauf, dass die neuen Sicherungen den auf den Leistungsschildern an der Geräterückseite angegebenen Typbezeichnungen und Werten entsprechen.
5. Setzen Sie den Sicherungshalter wieder ein und schließen Sie die Abdeckung.



HINWEIS: Informationen zum Wechseln der RCS-Sicherungen oder zur Wartung der verschiedenen Kühler finden Sie im jeweiligen Handbuch oder in der Online-Hilfe der DSC-Gerätesteuersoftware.

Ersatzteile

Ersatzteile für das DSC erhalten Sie von TA Instruments. Für Ersatzteilbestellungen verweisen wir auf die nachfolgenden Tabellen sowie auf die Übersicht der Vertretungen von TA Instruments auf Seite 93.

Sicherungen, Leitungen und Kabel

Bestellnummer	Erläuterung
205221.001	Sicherung (6,3 Ampere, 250 V)
205221.002	Sicherung (10 Ampere, 250 V)
205224.035	Sicherung (0,75 Ampere, 250V träge) für 230V / 50Hz RCS
205224.039	Sicherung (1,0 Ampere, 250V träge) für 120V / 60Hz RCS
251470.025	Ethernet-Kabel (7,7 m), abgeschirmt
253827.000	Netzkabel 120 V (Q10/Q20, Q200/Q100, Q2000/Q1000, RCS)
270469.001	Netzkabel 220 V (RCS)
920223.901	Event-Kabel

DSC-Zellen, Deckel und Zubehör

Bestellnummer	Erläuterung
910824.001	Zellenreinigungspinsel/Glasfaserpinsel
970020.901	Ausbaufähige Zelle (Q2000/Q1000)
970520.901	Q20/Q10, Q200/Q100 Ersatzzelle - Service Installation erforderlich
970045.901	Rändelschraube für ausbaufähige Zelle (Q2000/Q1000)
970132.001	Dichtung für Befestigungsplatte (Zelle)
970464.001	Upper lid (AutoLid II - Q200, Q20000)
970442.001	Inner lid (Manual - Q20, AutoLid II - Q200, Q2000)
970283.001	Manuelle Abdeckung, außen (Q10, Q20)
970284.901	Zellabdeckung, manuell (Q10, Q20)
970291.001	AutoLid, innen, (Q100, Q1000)
970292.901	Automatische Zellabdeckung (AutoLid I - Q100, Q1000, AutoLid II - Q200, Q2000)
970294.001	Befestigungsklemme (AutoLid I - Q100, Q1000)
970295.001	Befestigungsklemmenfeder (AutoLid I - Q100, Q1000)

(Fortsetzung nächste Seite)

Bestellnummer	Erläuterung
970520.901	Nicht ausbaufähige Zelle Q10/Q100 – Installation nur durch Servicepersonal.
970003.901	Aufrüstungs-Kit elektronischer Spülgasregler, Q10/Q100 - Installation vor Ort durch Servicepersonal inbegriffen
271580.001	Gekröpfte Pinzette
271244.001	Vorgespannte Feder (AutoLid I - Q100, Q1000, AutoLid II - Q200, Q2000)
970830.901	Aufrüstung AutoLid II - Q1000/Q100

Autosampler-Zubehör

Bestellnummer	Erläuterung
971126.901	Autosampler Probenablett
971012.901	Autosampler - Staubschutzhaube
971081.901	Autosampler - Befestigung für Kalibrierung der Zelle
971092.001	Autosampler - Probenabfallbehälter

Tzero Probenverschlußpresse

Bestellnummer	Erläuterung
901600.901	Kit Tzero Probenverschlußpresse (Enthält die Presse, die drei unten aufgeführten Presseinsätze und je eine Box Tzero Aluminium Tiegel (PN 901670.901) und Tzero Aluminium Deckel (PN 901671.901)
901608.901	Presswerkzeug für Standard Serien Tiegel
901608.903	Presswerkzeug für Tzero Aluminium Tiegel
901608.904	Presswerkzeug für Tzero Tiegel, hermetisch und eloxierte Tzero Tiegel, hermetisch

DSC-Probentiegel, Deckel und Zubehör

Tzero Probentiegel und Deckel

Bestellnummer	Beschreibung
901670.901	Tzero Aluminium Tiegel (100 Stück)
901671.901	Tzero Aluminium Deckel (100 Stück)
901683.901	Tzero Tiegel, hermetisch (100 Stück)
901684.901	Deckel für Tzero Tiegel, hermetisch (100 Stück)
901697.901	Tzero Tiegel, hermetisch, eloxiert (100 Stück)
901698.901	Deckel für Tzero Tiegel, hermetisch, eloxiert (100 Stück)

Standard Serien Tiegel und Deckel

Bestellnummer	Beschreibung
900578.901	Platintiegel
900786.901	Aluminiumtiegel
900779.901	Aluminiumdeckel
900793.901	Aluminiumtiegel, hermetisch
900794.901	Aluminiumdeckel, hermetisch
900860.901	Hermetische Deckel mit lasergebranntem Loch
900796.901	Eloxierte Aluminiumtiegel, hermetisch
900790.901	Eloxierte Aluminiumdeckel, hermetisch
900870.901	Aluminiumtiegel für SFI-Proben
900867.901	Kupfer Tiegel (200 Stück)
900866.901	Goldtiegel
900868.901	Golddeckel
900871.901	Goldtiegel, hermetisch
900872.901	Golddeckel, hermetisch
900874.901	Graphittiegel
900873.901	Graphitdeckel
900825.901	Großvolumentiegel-Kit (einschließlich Metallglocke & Deckel, Preßwerkzeug, Tiegel, Deckel, Dichtungen)
900824.901	Großvolumen-Preßwerkzeug
900825.902	Großvolumentiegel, Deckel und Deckeldichtung (100)

(Fortsetzung nächste Seite)

Bestellnummer	Beschreibung
900808.901	Hochdrucktiegel-Kit (einschließlich Metallglocke & Deckel, Crimpzange, Kapseln, Dichtungen)
900814.901	Hochdruckkapseldichtungen
900815.901	Hochdruckkapseln

Kalibrierung-/Referenzmaterialien

Bestellnummer	Erläuterung
915060.901	DSC / DTA Temperatur Kalibrier Kit
915061.901	Zertifiziertes Ersatz-Indium-Referenzmaterial
900902.901	Indiumkalibrierstandard
900910.901	Zinnkalibrierstandard
900907.901	Zinkkalibrierstandard
970345.901	Tzero™ Saphir-Kalibrier-Kit
970370.901	MDSC® Saphir-Kalibrier-Kit
915079.901	Saphir Wärmekapazitäts Kalibriermaterial
899096.901	Anissäure (1 g)
899097.901	Biphenyl (1 g)
900319.901	DSC Kalibrier Kit Oxidative Stabilität

A

- Ablauf der Messung 58
- Abmessungen 32
- Anschließen
 - Gasleitungen 37
 - Kabel 37
- Anschlüsse 37
 - Base Purge 38
 - Com 1 37
 - Com 2 37
 - Ethernet 37
 - Event 37
 - Gas 1 38
 - Gas 2 38
 - Kühlgas 38
- Anzeigemenü 26
- Auspacken 35
- Autosampler-Steuerungsmenü 27

B

- Base-Purge-Anschluss 38
- Base-Purge-Leitung 42

C

- Computer
 - anschießen an LAN 40

D

- Daten 32
- Differential Scanning Calorimeter (DSC). *See also* instrument
- Druckkalibrierung 55
- DSC Q2000/Q1000
 - Ausbau einer Zelle 64
 - Installieren einer Zelle 64

Dynamisches Differenz-Kalorimeter (DSC)

- Ausbau einer Zelle (DSC Q1000) 64
- grundlegende Messschritte 51
- kalibrieren 52
- Messungen 51

Dynamisches Differenzkalorimeter (DSC)

- Beschreibung 13
- Touchscreen (Q100, Q1000) 23
- Touchscreen (Q200, Q2000) 19

E

Elektromagnetische Verträglichkeit 8

Erfüllung behördlicher Auflagen 8

Ersatzteile 66

Ethernet Anschluss 37

Ethernet-Kabel

- Anschließen des Computer an ein LAN 40

Event-Port 37

F

Flüssigstickstoff-Kühlsystem (LNCS) 18

Flüssigstickstoffkühlsystem (LNCS) 42

G

Gas-1-Anschluss 38

Gas-2-Anschluss 38

Gase

- empfohlen 41

Gasleitungen

- Anschließen 37
- für Base Purge anschließen 42

Gasversorgung

- erforderlicher Druck 42

Gerät

- Anschlüsse 37
- Auspacken 35
- Auswählen eines Standorts 36
- Ersatzteile 66
- installieren 35
- Komponenten 14

- Kühlzubehör
 - LNCS 18
 - Schnellkühlaufsatz für FACS 16
- technische Daten 32
- untersuchen 35
- Wartung 61
- Wiederverpacken 35
- Gerätestandort 36
- Gewicht 32

H

- Hauptfunktionstasten 23

I

- Installation 35
 - Schnellkühlaufsatz für FACS 47
 - Spannungskonfigurationseinheit 43
- Installieren des DSC-Kühlzubehörs 46
- Installieren des Lamellenkühlsystems (FACS) 46

K

- Kabel
 - Anschließen 37
- Kalibrierung
 - Druck 55
 - Wärmefunktionskonstante 53
 - Zellkonstante 53
- Kalibrierung der Wärmekapazität (MDSC®) 54
- Kühlgasanschluss 38
- Kühlgasleitung 42
- Kühlzubehör 16

L

- Laden der Proben 59
- Lamellenkühlsystem (FACS) 16
 - Schnellkühlaufsatz 16
- LAN 40
- LNCS (Flüssigstickstoff-Kühlsystem) 18
 - Beschreibung 18

M

Messung

- starten 59
- stoppen 60
- verwerfen 60

Messungen

- grundlegende Schritte 51

Messungen ausführen 58

Modulated DSC. *See also* MDSC

N

Netzeingangsmodul 44

Netzkabel

- installieren 44

Netzschalter 44

P

Probe

- laden 59

Probengröße 32

Probentiegel 32

Probenvolumen 32

R

RCS-Kühlsystem 42

reinigen

- Touchscreen 61

Reinigen einer kontaminierten Zelle 61

remote key. *See also* system key

S

Schnellkühlaufsatz 18, 48

- installieren 48

Schnellkühlaufsatz für FACS 16, 47

- installieren 47

Sicherheitsnormen 8

Sicherungen 65

- am DSC ersetzen 65

Spannungskonfigurationseinheit
installieren 43

Spülgase
empfohlen 33
Strömungsrate 33

starten
Messung 59

Statuszeile 23

Steuereinheit
Beschreibung 13

Steuerungsmenü 25

Stoppen einer Messung 60

T

Teile 66

Temperaturbereich 32

Temperaturkalibrierung 54

Touchscreen
Anzeigemenü 26
Autosampler-Steuerungsmenü 27
Hauptfunktionstasten 23
reinigen 61
Steuerungsmenü 25

Tzero 53

W

Wartung 61

Wiederverpacken 35

Z

Zellenvolumen 33

Zellkonstantenkalibrierung 53

Zubehör
Kühlung 16
Lamellenkühlsystem (FACS) 16
Schnellkühlaufsatz 18

