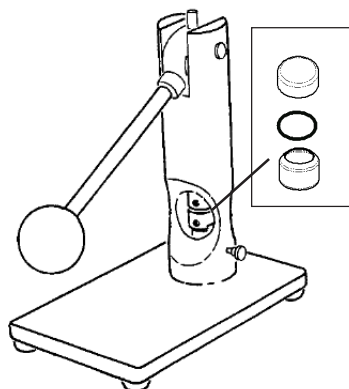


DSC

Großvolumen- tiegel-Kit



Bedienungsanleitung

PN 900826.001 Ver. A
Ausgabe August 2003



©1999, 2001, 2002, 2003 von TA Instruments—Waters LLC
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720, USA

Hinweis

Das in diesem Handbuch enthaltene Informationsmaterial ist 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.

Betriebssoftware und -modul von TA Instruments, das Programm für die Datenanalyse, die Dienstprogramme und die zugehörigen Handbücher sind Eigentum von TA Instruments, Inc. und urheberrechtlich geschützt. Käufer erhalten eine nicht ausschließliche und nicht übertragbare 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.

Warenzeichen und Patente

Die folgenden Angaben beziehen sich auf die in diesem Dokument enthaltenen Informationen:

Warenzeichen von TA Instruments

Q-Serie™ ist ein Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Advantage Integrity™ ist ein Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Modulated DSC® und MDSC® sind eingetragene Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Tzero™ ist ein Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

μTA® ist ein eingetragenes Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Smart Swap™ ist ein Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Hi-Res™ ist ein Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Mobius Drive™ ist ein Warenzeichen von TA Instruments Waters—LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720, USA.

Patente von TA Instruments

Method and Apparatus for Modulated Differential Analysis (MDSC®) (Methode und Gerät für die Modulierte Dynamische Differenz Kalorimetrie) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments Waters—LLC (U.S. Patentnummern 5,224,775; 5,248,199; 5,346,306. Zusätzliche Patentnummern CA 2,089,225; JP 2,966,691; und BE, DE, EP, GB, IT, NL 0559362).

Heat Flux Differential Scanning Calorimeter Sensor (Tzero™) (Sensor für die Dynamische Differenz Kalorimetrie (Tzero™) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 6,431,747).
(Weiterauf der nächsten Seite.)

Patente von TA Instruments (Fortsetzung)

Method and Apparatus for Modulated-Temperature Thermogravimetry (MTGA™) (Methode und Gerät für die Temperaturmodulierte Thermogravimetrie) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummern 6,336,741 und 6,113,261).

Modulated Temperatur Thermomechanical Analysis (Thermomechanische Analyse bei modulierter Temperatur) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 6,007,240).

Method and Apparatus for Parsed Dynamic Differential Analysis beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 5,474,385 und EP Patentnummer 0701122).

Method and Apparatus for AC Differential Thermal Analysis beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 5,439,291).

Method and Apparatus for High Resolution Analysis of the Composition of a Material (Methode und Gerät für die hochauflösende Thermogravimetrische Analyse zur Bestimmung der Zusammensetzung eines Materials) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 5,368,391 und 5,165,792. Zusätzliche Patentnummern CA 2,051,578 und DE, EP, FR, GB, IT 0494492).

Method and Apparatus for Thermal Conductivity Measurements (Methode und Gerät für Wärmeleitfähigkeitmessungen) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 5,335,993 und EP Patentnummer 0634649).

Dynamic and Thermal Mechanical Analyzer Having an Optical Encoder with Diffraction Grating and a Linear Permanent Magnet Motor (Dynamischer Thermoanalysator mit einem optischen Kodierer mit optischem Gitter und einem linearen Dauermagnetmotor) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 5,710,426).

Thermogravimetric Apparatus (Thermogravimetrisches Gerät) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 5,321,719).

Power Compensation Differential Scanning Calorimeter (Tzero™) (Leistungskompensierendes Dynamisches Differenz Kalorimeter) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 6,428,203).

Differential Scanning Calorimeter (Tzero) (Dynamisches Differenz Kalorimeter (Tzero)) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummer 6,488,406).

Method and Apparatus for Measuring Viscoelastic Properties of Materials (Methode und Gerät für das Messen der viskoelastischen Eigenschaften von Material) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von Rheometric Scientific, Inc. (erworben von TA Instruments—Waters LLC, Januar 2003) (U.S. Patentnummer 4,601,195).

Andere Warenzeichen

Windows® NT, 2000, XP, 98, 98SE, ME, Microsoft Excel® und Microsoft Word 97® sind eingetragene Warenzeichen der Microsoft Corporation.

Adobe® Acrobat® Reader® sind eingetragene Warenzeichen von Adobe Systems Incorporated.

Oracle® und Oracle9i™ sind Warenzeichen oder eingetragene Warenzeichen der Oracle Corporation.

TrueMetrix™ und Scanning Tip Technology™ sind eingetragene Warenzeichen von ThermoMicroscopes, Inc.

CHROMEL® und ALUMEL® sind eingetragene Warenzeichen der Hoskins Manufacturing Company.

Teflon® ist ein eingetragenes Warenzeichen von E. I. du Pont de Nemours and Company.

Loctite® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Loctite Corporation.

Swagelok® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Swagelok Company.

Inconel® ist ein eingetragenes Warenzeichen von Inco Alloys/Special Metals.

X-acto® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Hunt Corporation.

TYGON® ist ein eingetragenes Warenzeichen der NORTON Co.

Die in den Modulen der Q-Serie von TA Instruments enthaltene Betriebssoftware ist urheberrechtlich geschützt von Mentor Graphics.

SILICON SOFTWARE

©1989-97 Mentor Graphics Corporation, Microtec Division. Alle Rechte vorbehalten. Weitere nicht veröffentlichte Rechte vorbehalten im Rahmen der Urheberrechtsschutzgesetze der USA.

EINSCHRÄNKUNGSKLAUSEL

Die Mehrfachnutzung oder Offenlegung durch die US-Regierung oder Beauftragte der US-Regierung unterliegt den Einschränkungen des Lizenzvertrages, der mit der Software geliefert wird, gemäß DFARS 227.7202-3(a) bzw. Absatz (c) (1) und (2) der Commercial Computer Software-Restricted Rights Klausel unter FAR 52.227-19.

MENTOR GRAPHICS CORPORATION, MICROTEC DIVISION,
880 RIDDER PARK DRIVE, SAN JOSE, CA 95131-2440, USA

Hinweis

Bitte sorgfältig lesen:

Mit Ausnahme der in diesem Handbuch ausdrücklich aufgeführten Garantien übernimmt TA Instruments keine anderen Garantien, einschließlich und ohne Einschränkung aller implizierten Garantien der Marktgängigkeit und Eignung für einen bestimmten Zweck.

TA Instruments garantiert, dass das Produkt bei Lieferung unsere Qualitätsnormen für die Benutzung mit 2XXX und DSC-Geräten der Q-Serie von TA Instruments erfüllt. Bei Nichterfüllen der Garantie seitens TA Instruments bestehen die folgenden Möglichkeiten als ausschließliche Abhilfe: TA Instruments unternimmt angemessene geschäftliche Bemühungen, nach eigenem Ermessen entweder das Problem zu beheben oder das fehlerhafte Produkt zu ersetzen oder den Kaufpreis zurückzuerstatten und diesen Vertrag zu beenden.

Dieser Vertrag enthält die gesamte Vereinbarung und das Übereinkommen der Parteien in Bezug auf diese Transaktion und setzt alle vorherigen schriftlichen und mündlichen Verträge, Absprachen und Übereinkommen außer Kraft.



WARNHINWEIS: Diese Tiegel dürfen nicht für die Analyse thermisch instabiler oder explosiver Materialien benutzt werden. Die Großvolumentiegel sind nicht für eine Benutzung mit der DCS-Doppelprobenzelle geeignet. Sie müssen beim Umgang mit sich möglicherweise explosiv zersetzenden Materialien zu Ihrer eigenen und der Sicherheit anderer immer äußerste Vorsicht walten lassen.

Inhaltsverzeichnis

Warenzeichen und Patente	3
Warenzeichen von TA Instruments	3
Patente von TA Instruments	3
Andere Warenzeichen	5
Hinweis	6
Inhaltsverzeichnis	7
Übersicht	8
Sicherheit	8
Reinigen der Tiegel	12
Vorbereiten eines Tiegels	14
Vorbereitung der Probenpresse	15
Laden und Verschließen der Tiegel	17
Wiegen der Probe	17
Vorbereitung der 2XXX-Zelle	19
Kalibrierung des DSC-Geräts	20
DSC-Gerät der 2XXX-Serie	20
DSC Q100 oder Q1000	21
DSC Q10	22
Versuche durchführen	23
Vorbereitung der DSC-2000-Geräte	24
Ohne Wärmeaustauscher	24
Mit Wärmeaustauscher	26
Vorbereitung der Geräte der DSC Q-Serie	27
Wartung der Probenpresse	28
Technische Daten	28
Ersatzteile	28
Vertretungen von TA Instruments	29
Index	33

Übersicht

Diese Broschüre beschreibt die Verfahren, die zur Vorbereitung von Großvolumentiegeln für die Benutzung in der DSC-Zelle erforderlich sind. Die Großvolumentiegel werden mit Hilfe der Probenverschlusspresse verschlossen. Bitte lesen Sie den folgenden Abschnitt sehr sorgfältig, bevor Sie fortfahren.

Sicherheit

Die Großvolumentiegel wurden nach den Anforderungen der Europäischen Union gemäß EN61010-1/1993 + A2/1995 und EN61010-2-010/1994 bewertet und liegen unterhalb des Produkts aus Druck (200 kPa L) mal Volumen (0,285 kPa L), das zur Bestimmung der Anwendbarkeit benutzt wird.

Sicherheitsschild



Das links dargestellte Schild befindet sich an der Metallglocke, die im Lieferumfang des DSC-Großvolumentiegel-Kits enthalten ist. Dieses Schild weist auf eine Gefahr durch heiße Oberflächen hin. Vermeiden Sie die Berührung dieses Bereichs sowie den Kontakt dieser Flächen mit schmelz- oder brennbaren Materialien.

Die folgenden Hinweise und Warnhinweise sollen zur Verhütung von Unfällen und zur Gewährleistung des sicheren Laborbetriebs dienen. Bevor Sie die in diesem Kit enthaltenen Materialien benutzen, lesen Sie diesen Abschnitt äußerst sorgfältig und befolgen Sie alle Anweisungen. Tragen Sie bitte zu Ihrem Schutz jederzeit eine Schutzbrille.



WARNHINWEIS: Die DSC-Großvolumentiegel dürfen nicht in der DSC-Doppelprobenzelle benutzt werden.



WARNHINWEIS: Großvolumentiegel sind für die Analyse von Materialien *unter selbsterzeugten Atmosphären* bei Temperaturen von bis zu 250° C und Drücken von bis zu 3,8 MPa (550 psi) ausgelegt. Sie sind daher nicht als Ersatz für die DSC-Druckzelle gedacht, die zur Analyse von Materialien unter hohem, durch ein bestimmtes Spülgas (normalerweise inert oder reaktiv) erzeugtem Druck bestimmt ist. Der Zweck der Tiegel ist vielmehr hauptsächlich die Analyse von Materialien, bei denen eine Unterdrückung der Verdampfung von Wasser oder Lösungsmittel (oder Sublimation) sowie ein größeres Probenvolumen erforderlich ist, um gute Wärmestromergebnisse zu erhalten.

Bei einer 75 µL (Nennwert) wässrigen Probe* können diese Tiegel bis etwa 250° C benutzt werden, bevor der obere Druckgrenzwert überschritten wird. Da andere Proben allerdings bei Erhitzen Druck schneller aufbauen können und besonders da das endgültige Bersten (Versagen) der Tiegel an der oberen Druckgrenze zu Schäden an der DSC-Zelle führen kann, wird dringend empfohlen, bei der Entscheidung über die Analyse eines Materials in den Großvolumentiegeln vorsichtig zu sein. Hochenergetische Materialien wie beispielsweise Feuerwerksmaterialien dürfen niemals in diesen Tiegeln untersucht werden.

*Überschreiten Sie nicht die Volumenkapazität (100 µL) des Tiegels (d. h. der Tiegel darf nicht vollständig mit der Probe gefüllt werden).



WARNHINWEIS: Berühren Sie nicht die Innenseite der Zelle und lehnen Sie sich beim Einlegen oder Herausnehmen eines Tiegels nicht über die Zelle. Nehmen Sie die Tiegel am Ende einer Messung nicht heraus, bevor sie sich auf Zimmertemperatur abgekühlt haben. Auch dann sind die Tiegel vorsichtig zu handhaben. Die bei den Zerfallsreaktionen bei hohen Temperaturen erzeugten Gase kondensieren beim Abkühlen möglicherweise nicht; der Tiegel kann daher auch bei Umgebungstemperatur unter Druck bleiben.



WARNHINWEIS: Ordnungsgemäß verschlossene Tiegel können schnell Druck ablassen, wenn der interne Druck die Druckkapazität der Tiegeldichtung übersteigt. Diese Tiegel dürfen nicht für die Analyse thermisch instabiler oder explosiver Materialien benutzt werden.

DSC Q-Serie: Die Großvolumentiegel können mit den Gerätemodellen DSC Q1000, Q100 oder Q10 benutzt werden, die mit einem Lamellenkühlsystem (FACS), einem RCS oder einem LNCS ausgerüstet sind.

Während der Versuche muss die AutoLid-Abdeckung benutzt werden. Beim DSC Q10 müssen während der Versuche die manuelle Abdeckung und die Sicherheitsklemme angebracht sein.

DSC 2XXX-Serie: Bei allen Versuchen, die Sie mit diesen Großvolumentiegeln mit einem Gerät der DSC 2000-Serie vornehmen, sind unbedingt die folgenden, im Lieferumfang enthaltenen Sicherheitsvorrichtungen zu verwenden: *Für Zellen ohne*

Wärmeaustauscher: Metallglocke und Halteklammer [DSC 2010] oder Metallglocke und Halteknöpfe [DSC 2910 und 2920]. *Für alle Zellen (DSC 2010, 2910 oder 2920) mit einem RCS- oder LNCA-Wärmeaustauscher:* Sicherheitsabdeckung.

HINWEIS: Die mitgelieferte Sicherheitsabdeckung funktioniert nicht bei Wärmeaustauschern von RCS-Kühlsystemen (Refrigerated Cooling System) der 2XXX-Serie, die mit einem „Prototyp“-Wärmeübertragungsrohr modifiziert wurden. RCS-Geräte mit Seriennummern unter 1641 können mit diesem Prototyprohr ausgestattet sein. Wenden Sie sich an unsere Serviceabteilung unter der Telefonnummer +1 (302) 427-4050 oder an Ihre TA Instruments-Vertretung vor Ort, um weitere Informationen zur Modifizierung solcher RCS-Einheiten für die Benutzung mit Großvolumentiegeln zu erhalten.



WARNHINWEIS: Die DSC-Großvolumentiegel dürfen nicht mit einem mechanischem Kühlzubehör (MCA) älterer Bauart benutzt werden. Das ab 1995 nicht mehr verkaufte MCA (Bestellnr 990460.901/.902) funktioniert nicht mit der im DSC Großvolumentiegel-Kit enthaltenen Sicherheitsabdeckung.



VORSICHT: Ordnungsgemäß verschlossene Tiegel können einen internen Druck von bis zu 3,8 MPa (550 psi) und Temperaturen bis zu 250° C aushalten. Nicht ordnungsgemäß verschlossene Tiegel können bereits vor Erreichen dieser Druckwerte undicht werden.

Reinigen der Tiegel



VORSICHT: Halten Sie den Tiegeldeckel und den Tiegel, den O-Ring, die Probe sowie die zusammengebauten Tiegel mit einer Pinzette oder einem anderen geeigneten Werkzeug. Die an Ihren Händen befindlichen Öle können zu falschen Ergebnissen führen.

Wie die anderen, für eine Benutzung mit den DSC-Systemen von TA Instruments geeigneten Tiegel wurden die Großvolumentiegel unter Einhaltung strengster Qualitätsstandards hergestellt. Für die meisten Anwendungen können diese Tiegel in dem Zustand benutzt werden, in dem sie geliefert wurden. Wenn sie allerdings bei Hochempfindlichkeitsversuchen benutzt werden sollen, wird vor Gebrauch eine zusätzliche Reinigung empfohlen. Dieses Verfahren wurde Anhang A der ASTM Norm E1858 entnommen, „*Test Method for Oxidative Induction Time of Hydrocarbons by Differential Scanning Calorimeters* (Testverfahren für die oxidative Induktionszeit von Kohlenwasserstoffen mit dynamischen Differenz-Kalorimetern)

Gehen Sie wie folgt vor, um die DSC-Großvolumentiegel von TA Instruments zu reinigen:

1. Geben Sie höchstens 20 Tiegel in einen 250-mL-Erlenmeyerkolben, der mit einem Glasstopfen versehen ist.
2. Füllen Sie etwa 150 mL Wasser ein (genug, um die Tiegel zu bedecken).
3. Wirbeln Sie den Kolben mit den Tiegeln und dem Wasser etwa eine halbe bis zwei Minuten lang.
4. Lassen Sie den Kolben mindestens eine Minute lang ruhig stehen.
5. Gießen Sie das Wasser aus dem Kolben.
6. Füllen Sie etwa 150 mL als Reagens geeignetes Xylol ein (genug, um die Tiegel zu bedecken).
7. Wirbeln Sie den Kolben mit den Tiegeln und dem Xylol etwa eine halbe bis zwei Minuten lang.
8. Lassen Sie den Kolben mindestens eine Minute lang ruhig stehen.

9. Gießen Sie das Xylol aus dem Kolben.
10. Wiederholen Sie die Schritte 2 bis 5.
11. Füllen Sie nach dem zweiten Waschen mit Xylol etwa 150 mL als Reagens geeignetes Azeton ein.
12. Wirbeln Sie den Kolben mit den Tiegeln und dem Aceton etwa eine halbe bis zwei Minuten lang.
13. Lassen Sie den Kolben mindestens eine Minute lang ruhig stehen.
14. Gießen Sie das Azeton aus dem Kolben.
15. Wiederholen Sie die Schritte 11 bis 14.
16. Drehen Sie den Kolben (so dass keine Tiegel am Boden oder den Seiten des Kolbens haften), und spülen Sie Stickstoff mit einer Flussrate von 150 bis 200 mL/min über die nassen Tiegel, um Lösungsmittelrückstände abzuspielen. Dies dauert etwa 5 bis 6 Minuten.
17. Legen Sie die gereinigten Tiegel wieder in ihren Aufbewahrungsbehälter und notieren Sie das Datum der Reinigung.

Vorbereiten eines Tiegels



VORSICHT: Halten Sie den Tiegeldeckel und die Unterseite des Tiegels, den O-Ring, die Probe sowie die zusammengebauten Tiegel mit einer Pinzette oder einem anderen geeigneten Werkzeug fest. Die an Ihren Händen befindlichen Öle können zu falschen Ergebnissen führen.

Zur Vorbereitung der Probeniegel auf Versuche mit DSC-Großvolumentiegeln siehe Abbildung 1 und befolgen Sie die Anweisungen in diesem Abschnitt.

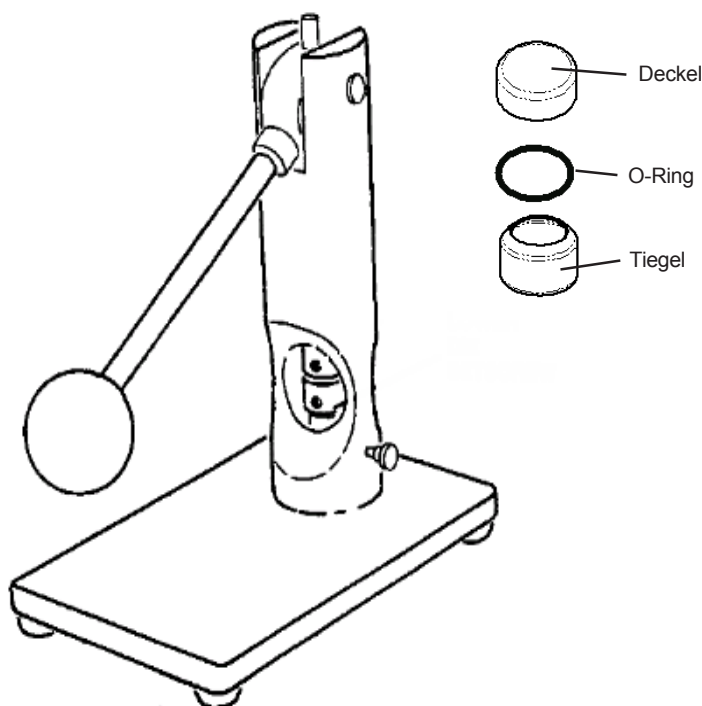


Abbildung 1
Probenverschlusspresse und
DSC-Großvolumentiegel

Vorbereitung der Probenpresse

Die DSC-Großvolumentiegel können mit Hilfe der Probenverschlusspresse verschlossen werden, die auch für andere DSC-Tiegeltypen verwendet wird.

In der Probenverschlusspresse ist bei Lieferung das Presswerkzeug für Standardtiegel installiert. Gehen Sie wie folgt vor, um die Presse für das Verschließen von Großvolumentiegeln vorzubereiten:

1. Lösen Sie die untere Madenschraube des oberen Formensatzes. Nehmen Sie den unteren Teil des oberen Presswerkzeug (der obere Teil bleibt an seinem Platz).
2. Lösen Sie die Rändelschraube an der Säule der Probenpresse (siehe Abb. 2)
3. Senken Sie die untere Halterung ab, indem Sie die Schraube am Boden der Presse gegen den Uhrzeigersinn drehen.

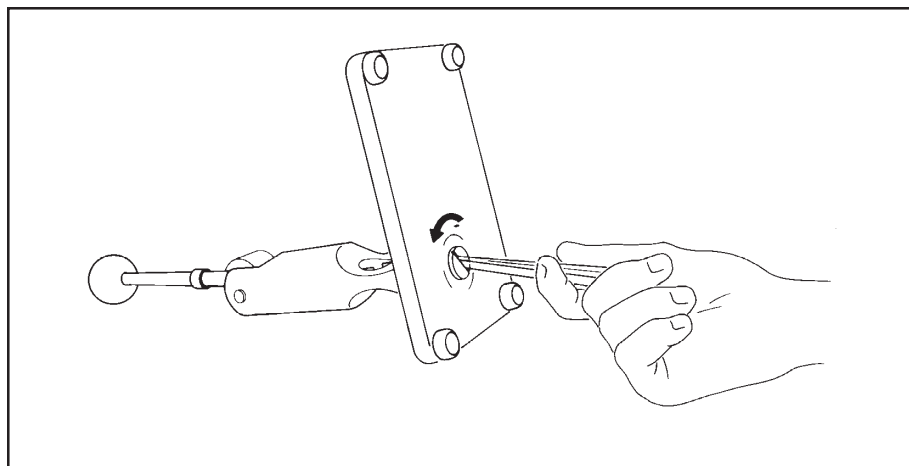


Abbildung 2
Absenken der Bodenschraube

4. Heben Sie den unteren Formzylinder an und nehmen Sie ihn aus der Halterung heraus.

5. Setzen Sie das untere Teil (untere Form) des Großvolumentiegel-Presswerkzeugs in die untere Formenhalterung.

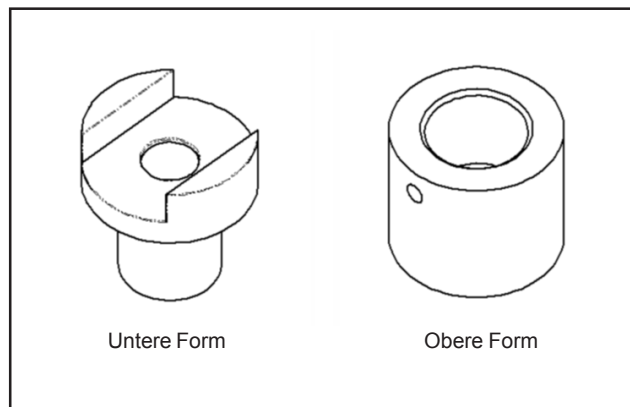


Abbildung 3
Die DSC Großvolumentiegel-Formen

6. Setzen Sie das obere Teil (obere Form) des Großvolumentiegel-Presswerkzeugs in die Presse unterhalb der bereits vorhandenen oberen Form ein (die Presse weist nun zwei obere Formen auf).
7. Ziehen Sie die Madenschraube am oberen Formteil an. Eine Einstellung ist nicht erforderlich.

Laden und Verschließen der Tiegel

Wenn die Probenverschlusspresse gemäß den vorstehenden Anleitungen mit den entsprechenden Formen eingerichtet wurde, gehen Sie zum Laden und Verschließen der Großvolumentiegel wie folgt vor.

1. Wiegen Sie den Großvolumentiegel, den Tiegeldeckel und den O-Ring, bevor Sie die Probe einfüllen, um die Gesamtmasse zu erhalten.
2. Drücken Sie den O-Ring ganz in den Tiegeldeckel.
3. Geben Sie die Probe in den Tiegel.
4. Setzen Sie den Tiegel in die Einbuchtung in der unteren Form der Probenpresse.
5. Setzen Sie den Großvolumentiegeldeckel auf den Tiegel mit der Probe.
6. Ziehen Sie den Hebel der Probenpresse herunter, bis sich die beiden Formteile berühren. Der Tiegel ist jetzt verschlossen; der O-Ring darf nicht sichtbar sein.

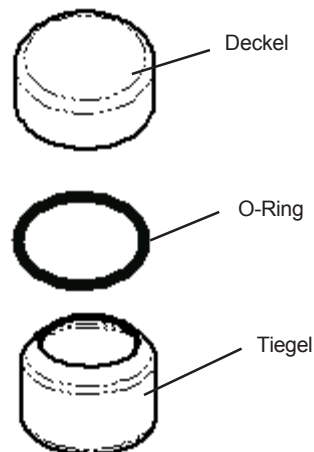


Abbildung 4
DSC-Großvolumentiegeldeckel,
Tiegel und O-Ring

Wiegen der Probe

Bevor Sie die Probenmasse in Ihre Versuchsparameterdaten eingeben können, müssen Sie die Probe wiegen.

HINWEIS: Halten Sie die Probenmasse so gering, wie es zum Erzielen brauchbarer Ergebnisse möglich ist.

Halten Sie den verschlossenen Tiegel immer waagrecht, besonders wenn Sie flüssige und viskose Proben verwenden. Die Probe bleibt so im Tiegel und haftet nicht an der Unterseite des Deckels.

Wiegen Sie den Tiegel mit der Dichtung und der Probe. Berechnen Sie die Masse der Probe, indem Sie die Masse des leeren Tiegels, des Tiegeldeckels und des O-Rings (in Schritt 1 auf der vorherigen Seite ermittelt) von der Gesamtmasse abziehen.

$$\text{Masse}_{\text{mit Probe}} - \text{Masse}_{\text{ohne Probe}} = \text{Probenmasse}$$

Der Großvolumentiegel ist nun für eine Messung in der DSC-Zelle vorbereitet. Anleitungen zur Vorbereitung der Zelle finden Sie auf Seite 19.

Vorbereitung der 2XXX-Zelle

Vor der Kalibrierung oder der Ausführung von Versuchen mit den verschlossenen Großvolumentiegeln müssen Sie einen einfachen Schritt zur Vorbereitung der DSC-Zelle ausführen.

Nehmen Sie zunächst die Glasabdeckung (DSCs der 2XXX-Serie) und die Deckel (alle DSCs) ab. Platzieren Sie dann den mitgelieferten Abstandshalter wie in der Abbildung unten gezeigt in der offenen Zelle (die Abbildung zeigt die DSC 2920-Zelle). Der Abstandshalter muss auf dem Rand im Inneren der Zelle aufliegen. Der silberne Abstandshalter muss benutzt werden um sicherzustellen, dass das Oberteil des Großvolumentiegels den Deckel nicht berührt. Wenn dieser Abstandshalter nicht benutzt wird, beeinträchtigt dies die Empfindlichkeit des Geräts sowie die Fähigkeit zur Entdeckung schwacher Übergänge. Nach der Installation des Abstandshalters können Sie mit den im nächsten Abschnitt enthaltenen Anleitungen zur Kalibrierung fortfahren.

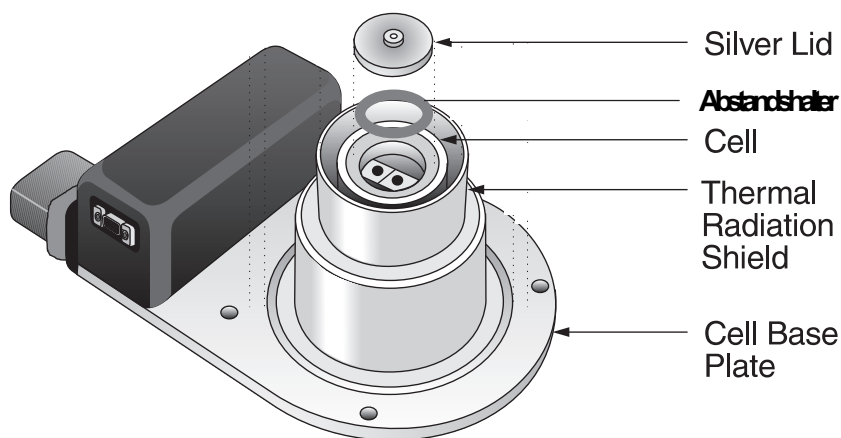


Abbildung 5
Installieren des Abstandshalters in der Zelle (hier DSC 2920).

Kalibrierung des DSC-Geräts

Um genaue Messergebnisse zu erzielen, müssen Sie eine erneute Zellkonstanten- und Temperaturkalibrierung Ihres DSC-Systems mit Hilfe der verschlossenen Großvolumentiegel durchführen. Für die Kalibrierung befolgen Sie bitte die folgenden Anleitungen. Gehen Sie zu dem für Ihr Gerät zutreffenden Abschnitt.

Geräte der DSC 2XXX-Serie

1. Benutzen Sie einen leeren, verschlossenen Tiegel als Referenz.
2. Schließen Sie eine 8-mg- bis 10-mg-Indium-Metallprobe in einen Großvolumentiegel ein.
3. Setzen Sie die Tiegel in die Zelle.
4. Führen Sie nun die folgenden Schritte aus:
 - a. *Mit Kühlzubehör und einem Wärmeaustauscher:* Installieren Sie die Sicherheitsabdeckung.
 - b. *Ohne Wärmeaustauscher:* Setzen Sie die Metallglocke über die Zelle. Installieren Sie dann die geeignete Sicherheitsvorrichtung für Ihr Gerät: die Halteklammer für das DSC 2010 (siehe Abbildung 7) oder die Halteknöpfe für das DSC 2920 (siehe Abbildung 8). Dadurch wird sichergestellt, dass die Metallglocke den gewünschten Schutz bietet.



WARNHINWEIS: Ordnungsgemäß verschlossene Tiegel können schnell Druck ablassen, wenn der interne Druck die Druckkapazität der Tiegeldichtung übersteigt. Benutzen Sie unbedingt die mitgelieferten Sicherheitsvorrichtungen (Metallglocke für Zellen ohne Wärmeaustauscher oder Sicherheitsabdeckungen für Zellen mit Wärmeaustauscher), wenn Sie mit den Großvolumentiegeln Messungen durchführen oder Kalibrierungen vornehmen. Lesen Sie unbedingt die Warnhinweise auf Seite 10, bevor Sie fortfahren, wenn Sie eine DSC-Zelle mit einem RCS-Wärmeaustauscher oder mit einer mechanischen Kühlvorrichtung verwenden.

5. Für die Systemkalibrierung sind die empfohlenen Kalibrierungsmethoden zu verwenden (Informationen finden Sie in der Online-Dokumentation für das DSC und die Gerätesteuerung). Wenn zusätzliche Temperaturkalibrierungspunkte erforderlich sind, stellen Sie sicher, dass Sie beim Erfassen von Daten den Großvolumentiegel benutzen.

6. Stellen Sie das Gerät wieder auf die Standardbetriebsart ein, bevor Sie Versuche durchführen.

DSC Q100 oder Q1000

1. Benutzen Sie einen leeren verschlossenen Tiegel als Referenz.
2. Wiegen Sie eine Indium-Probe mit einem Gewicht von 8 mg bis 10 mg.
3. Geben Sie eine dünne Schicht Aluminiumoxid (Tonerde) (etwa 20 mg) in den Probentiegel. Geben Sie dann die Indium-Probe auf die Tonerde.

HINWEIS: Normalerweise wird die Wärmestrom- und Temperaturkalibrierung für den DSC vorgenommen, indem Sie das Kalibrierungsmaterial (normalerweise Indium) unter denselben Versuchsbedingungen wie die nachfolgenden Probenmaterialien analysieren. Mit der erhöhten Auflösung des Q-DSC-T4-Wärmestroms müssen die Kalibrierungsbedingungen allerdings leicht geändert werden, um die geringe Masse der Indium-Probe im Verhältnis zur großen Masse des schwach wärmeleitenden Großvolumentiegels aus rostfreiem Stahl zu berücksichtigen. Das Hinzufügen von Tonerde hilft, diesen Unterschied auszugleichen, und bietet eine Kalibrierung, die für die Art der in diesen Tiegel analysierten Materialien besser geeignet ist.

Für die T1-Wärmestromkalibrierung ist keine Tonerde erforderlich.

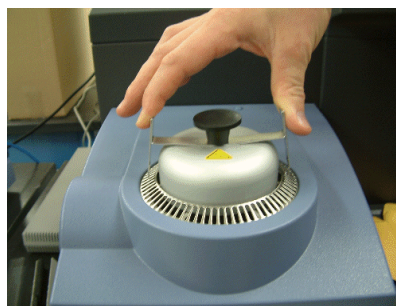
4. Verschließen Sie den Tiegel.
5. Schließen Sie die AutoLid-Abdeckung, bevor Sie fortfahren. Dieser Schritt ist aus Sicherheitsgründen sehr wichtig!
6. Für die Systemkalibrierung sind die empfohlenen Kalibrierungsmethoden zu verwenden (Informationen finden Sie in der Online-Dokumentation für das DSC und die Gerätesteuerung). Stellen Sie sicher, dass eine Kalibrierung von Tzero-Widerstand und -Wärmekapazität der Zelle vorgenommen wird.

HINWEIS: Zur einfachen Kalibrierung von DSC-Geräten der Q-Serie können Sie den Kalibrierungsassistenten benutzen.

7. Stellen Sie das Gerät wieder auf die Standardbetriebsart ein, bevor Sie Versuche durchführen.

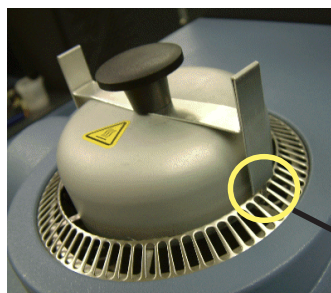
DSC-Modell Q10

1. Benutzen Sie einen leeren, verschlossenen Tiegel als Referenz. Setzen Sie ihn in die Zelle.
2. Wiegen Sie eine Indium-Probe mit einem Gewicht von 8 mg bis 10 mg.
3. Verschließen Sie den Tiegel und setzen Sie ihn in die Zelle.
4. Bringen Sie die Sicherheitsklemme wie folgt an der manuellen Abdeckung an:
 - a. Schrauben Sie den Knopf oben von der manuellen Abdeckung ab.
 - b. Setzen Sie die Öffnung in der Mitte der Sicherheitsklemme auf die freiliegende Schraube.
 - c. Schrauben Sie den Knopf wieder fest auf die manuelle Abdeckung.
5. Drücken Sie die Laschen der Sicherheitsklemme zur Mitte hin zusammen (wie in der Abbildung hier dargestellt), während Sie die manuelle Abdeckung auf die Zelle aufsetzen. **WICHTIG:** Stellen Sie sicher, dass die Haken an den beiden Enden wie dargestellt ganz in die Belüftungsöffnungen eingerastet sind. Ziehen Sie leicht an der Abdeckung, um sie auf festen Sitz zu überprüfen.



WARNHINWEIS: Versuchen Sie nicht, das DSC Q10 mit Großvolumentiegeln zu benutzen, wenn die Sicherheitsklemme nicht wie abgebildet sicher angebracht ist.

6. Kalibrieren Sie das System mit den empfohlenen Kalibrierungsverfahren. Zur einfachen Kalibrierung des DSC Q10 können Sie den Kalibrierungsassistenten benutzen. Beim Q10 können Sie nur den Wärmestrom T1 kalibrieren.



Haken
sicher
einrasten

7. Das Gerät wieder in den Standardmodus zurückschalten.

Versuche durchführen

Nachdem Sie das DSC mit dem Großvolumentiegel kalibriert und das Gerät wieder in seine Standardbetriebsart gesetzt haben, laden Sie die Probe und die Referenztiegel in die DSC-Zelle.



WARNHINWEIS: Die Temperatur DARF 250° C NICHT ÜBERSTEIGEN, wenn Sie die Großvolumentiegel benutzen.

Ordnungsgemäß verschlossene Tiegel können schnell Druck ablassen, wenn der interne Druck die Druckkapazität der Tiegeldichtung übersteigt.

DSC-Geräte der 2XXX-Serie: Benutzen Sie unbedingt die mitgelieferten Sicherheitsvorrichtungen wie in den Abbildungen 6 bis 9 auf den Seiten 25 bis 27 dargestellt, wenn Sie Messungen oder eine Kalibrierung mit Großvolumentiegeln vornehmen.

DSC Q100 und Q1000: Sie müssen die AutoLid-Abdeckung schließen, bevor Sie Messungen mit Großvolumentiegeln beginnen.

DSC-Modelle Q10: Die Sicherheitsklemme muss sicher an der manuellen Abdeckung angebracht sein, bevor Sie Messungen mit Großvolumentiegeln beginnen



WARNHINWEIS: Die Großvolumentiegel dürfen nicht mit der DSC-Doppelprobenzelle benutzt werden. Die Großvolumentiegel sind nicht für eine Benutzung mit dieser Zelle geeignet.



WARNHINWEIS: Lesen Sie unbedingt die Warnhinweise auf Seite 10, bevor Sie fortfahren, wenn Sie eine DSC-Zelle mit einem RCS-Wärmeaustauscher oder mit einer mechanischen Kühlvorrichtung verwenden.

Wenn Sie die DSC-Großvolumentiegel für die Analyse größerer Proben mit hohen Wärmekapazitäten verwenden (z. B. verdünnte wässrige Proteinlösungen), kann es von Vorteil sein, „inertes“ Material (z. B. Wasser) in den Referenztiegel zu geben. Dadurch werden die Wärmekapazitäten ausgeglichen, was zu einer flacheren Basislinie führt und es ermöglicht, schwache Übergänge von Interesse zu beobachten.



WARNHINWEIS: Berühren Sie nicht die Innenseite der Zelle und lehnen Sie sich beim Einlegen oder Herausnehmen eines Tiegels nicht über die Zelle. Nehmen Sie die Tiegel am Ende eines Versuchs nicht heraus, bevor sie sich auf Zimmertemperatur abgekühlt haben. Auch dann sind die Tiegel vorsichtig zu handhaben. Die bei den Zerfallsreaktionen bei hohen Temperaturen erzeugten Gase kondensieren beim Abkühlen möglicherweise nicht; der Tiegel kann daher auch bei Umgebungstemperatur unter Druck bleiben.

Vorbereitung der DSC 2000-Geräte

Ohne Wärmeaustauscher

Wenn Sie das DSC ohne einen Wärmeaustauscher benutzen, müssen Sie auf DSC 2920-, 2910- oder 2010-Geräten die Metallglocke wie in Abbildung 6 gezeigt installieren und sie mit einer Halterung (2010) oder Befestigungsknöpfen (2910 and 2920) sichern. Siehe Abbildungen 7 und 8.

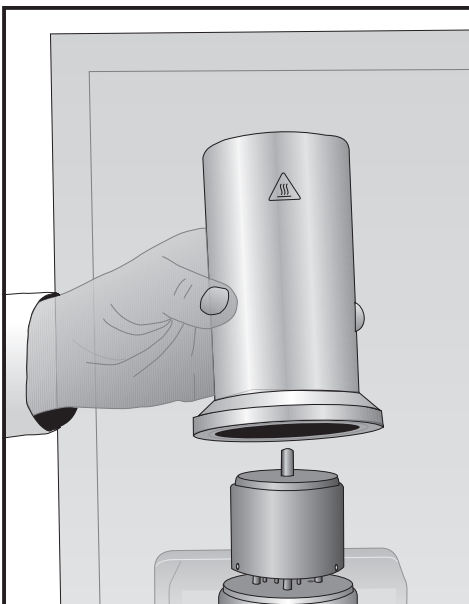


Abbildung 6
Verwenden der Metallglocke mit der
DSC-2920-, 2910- oder 2010-Zelle

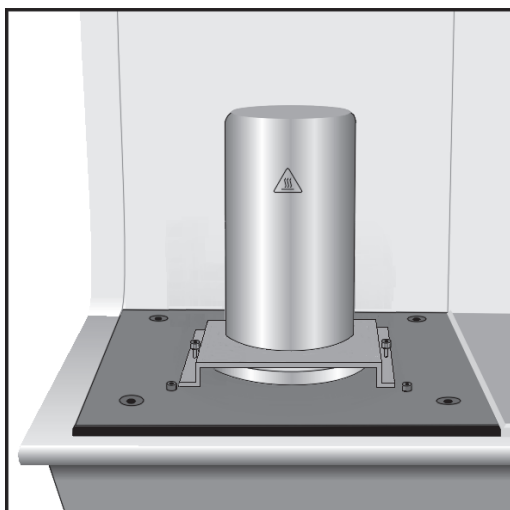


Abbildung 7
Befestigung der Metallglocke am
DSC 2010 unter Verwendung der Klammer



Abbildung 8
Befestigung der Metallglocke am DSC
2920 (oder 2910) unter Verwendung der
Befestigungsknöpfe

Mit Wärmeaustauscher

Wenn Sie das DSC mit einem RCS- oder einem LNCA-Wärmeaustauscher verwenden, müssen Sie am Wärmeaustauscher die Sicherheitsabdeckung wie in Abbildung 9 unten gezeigt installieren.

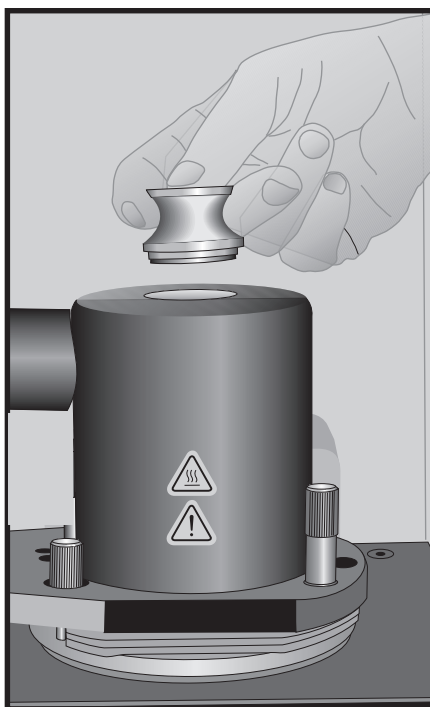


Abbildung 9
Verwenden der Sicherheitsabdeckung
mit der DSC-Zelle und dem
Wärmeaustauscher

Vorbereitung der Geräte der DSC Q-Serie

Es ist keine besondere Vorbereitung des Geräts erforderlich, wenn der DSC Q1000, Q100 oder Q10 mit einem Großvolumentiegel beladen wird. Sie **müssen** allerdings sicherstellen, dass die AutoLid- oder die manuelle Abdeckung bei Messungen mit einem geladenen Großvolumentiegel immer geschlossen sind.

Wenn das DSC Q10 mit Großvolumentiegeln beladen ist, **muss** die Sicherheitsklemme sicher an der manuellen Abdeckung angebracht sein, bevor Sie Messungen mit Großvolumentiegeln beginnen. Diesbezügliche Anleitungen finden Sie auf Seite 23

Wartung der Probenpresse

Wischen Sie bei Bedarf die Probenverschlusspresse mit einem weichen und mit einem verdünnten Laborreinigungsmittel befeuchteten Tuch ab.

Technische Daten

Tabelle 1 enthält die technischen Daten für Großvolumentiegel und Dichtungen.

Tabelle 1
Großvolumentiegel - Technische Daten

Druckkapazität	3,8 MPa (550 psig)
Temperaturgrenzwert für wässrige Lösungen	250°C
Tiegel- volumen	100 µL (max.)
Material	302 SST
O-Ring-Material	Viton

Ersatzteile

Benutzen Sie bei der Bestellung von Ersatzteilen für die Großvolumentiegel die folgenden Bestellnummern.

Tabelle 2
Liste der Ersatzteile für DSC-Großvolumentiegel

Bestellnummer	Erläuterung
900825.902	DSC-Großvolumentiegel-Kit (enthält 100 Tiegel, 100 Tiegeldeckel und 100 O-Ringe)
900824.901	Formteilsatz für DSC-Großvolumentiegel
900906.901	Aluminiumoxid (Tonerde) als Referenzmaterial

Vertretungen von TA Instruments

Nähere Informationen zu unseren neuesten Produkten und viele weitere Informationen finden Sie auf unserer Webseite unter:

www.tainst.com.

TA Instruments—Waters LLC

109 Lukens Drive

New Castle, DE 19720, USA

Tel.: +1-302-427-4000 oder

+1-302-427-4040

Fax: +1-302-427-4001

HELPLINE – USA

Bei Fragen zu Thermoanalyse-Anwendungen wenden Sie sich bitte an den Thermoanalysen-Helpdesk.

unter +1-302-427-4070.

KUNDENDIENST – USA

Service und Reparaturen:

Rufnummer +1-302-427-4050.

BELGIEN/LUXEMBURG

TA Instruments a Division of Waters N.V./S.A.

Raketstraat 60 Rue de la Fusée

1130 Brussel/Bruxelles

Belgien

Tel.: +32/2 706 00 80

Fax: +32/2 706 00 81

EUROPA

TA Instruments Ltd

Cleeve Road

Leatherhead, Surrey KT22 7UQ

Großbritannien

Tel.: +44/1372 360363

Fax: +44/1372 360135

FRANKREICH

TA Instruments Division de Waters SA

1-3, Rue Jacques Monod

78280 Guyancourt

Frankreich

Tel.: +33/1 30 48 94 60

Fax: +33/1 30 48 94 51

DSC-Großvolumentiegel-Kit

DEUTSCHLAND

TA Instruments Deutschland
Max-Planck-Str. 11
63755 ALZENAU
Deutschland
Tel.: +49/6023 96470
Fax: +49/6023 964777

ITALIEN

Waters S.p.A.
Via Achille Grandi, 27
20090 Vimodrone (Milano),
Italien
Tel.: +39/02 27421 283
Fax: +39/02 250 1827

JAPAN

TA Instruments Japan
No. 5 Koike Bldg.
1-3-12 Kitashinagawa
Shinagawa-Ku, Tokio 140
Japan
Tel.: +813 5479 8418 (Verkauf & Anwendungen)
Fax: +813 5479 7488 (Verkauf & Anwendungen)
Tel.: +813 3450 0981 (Service & Buchhaltung)
Fax: +813 3450 1322 (Service & Buchhaltung)

NIEDERLANDE

TA Instruments
A Division of Waters Chromatography bv
Postbus 379 / Florijnstraat 19
4870 AJ Etten-Leur
Niederlande
Tel.: +31/76 508 72 70
Fax: +31/76 508 72 80

SPANIEN

Waters Cromatografia S.A.
Entenza 24 Planta Baja
08015 Barcelona
Spanien
Tel.: +34/93 600 93 00
Fax: +34/93 325 98 96

SCHWEDEN/NORWEGEN

Waters Sverige AB
TA Instruments Division
PO Box 485 Turebergsvägen 3
SE-191 24 Sollentuna
Schweden
Tel.: +46/8 59 46 92 00
Fax: +46/8 59 46 92 09

AUSTRALIEN

TA Instruments
C/O Waters Australia Pty. Ltd.
Unit 3, 38-46 South Street
Rydalmere NSW 2116
Australien
Tel.: +613 9553 0813
Fax: +613 9553 0813

Index

A

Abstandshalter
installieren 19

B

Befestigungsknöpfe 27

D

Deckel
installieren 17

Druckgrenzwerte 9

Druckkapazität 28

DSC-2000-Geräte
Vorbereiten für
Großvolumentiegel 24, 26

DSC-Gerät
kalibrieren für
Großvolumentiegel 20

DSC-Geräte der Q-Serie
Vorbereiten für
Großvolumentiegel 27

DSC Q 10 Sicherheitsklemme 22

E

eingetragene Warenzeichen 3

Europäische Union
Sicherheitsanforderungen 8

F

Formen
für Großvolumentiegel 16

G

Garantiehinweis 6

Garantien 6

H

Halteklammer 20, 25

Halteknöpfe 20

Halteklammer für das DSC 2010 25
Halteklammer für den DSC
2010 20

Halteknöpfe für den DSC 2920 20

I

Installation 22

K

Kalibrieren des DSC
für Großvolumentiegel 20
DSC 2XXX-Geräte 20
DSC Q10 22
DSC Q100 oder Q1000 21

Kalibrierungsassistent 22

M

Materialien
 selbsterzeugte Atmosphäre 9
 zersetzend 6
mechanischen Kühlvorrichtung
 (MCA) 20, 23
mechanisches Kühlzubehör
 (MCA) 11
Messungen mit
 Großvolumentiegeln 23
Metallglocke 20, 24
 Sicherheitsschild 8

O

O-Ring
 installieren 17

P

Patente 3
Probe
 wiegen 18
Probenverschlusspresse 14
 reinigen 28
 vorbereiten 15
Probenvolumen 9

Q

Q10 Sicherheitsklemme 22

R

RCS (Refrigerated Cooling System)
 Sicherheitsabdeckung 10

Referenz 20, 21, 22

S

sample press. *Ver también* Sample
 Encapsulating Press
Sicherheitsklemme 22
Sicherheit 8
 CE-Erfüllung 8
 Druck-/Temperaturgrenzwerte 9
 Schild 8
Sicherheitsabdeckung
 für DSC-Zellen mit
 Wärmeaustauscher 26
Sicherheitsvorrichtungen
 Befestigungsknöpfe für das DSC
 2920 27

T

T1-Wärmestrom 22
T4 Wärmefluss 21
TA Instruments
 Vertretungen 29
Teile
 für Großvolumentiegel 28
Telefonnummern
 TA Instruments 29
Temperaturgrenzwert 23, 28
Tiegel, Großvolumen
 Druckkapazität 11
 Ersatzteile 28
 Handhabung wenn
 verschlossen 18
 interner Druck 23
 Kalibrieren des DSC 20

Material 28
reinigen
 vor Gebrauch 12
technische Daten 28
Temperaturgrenzwerte 23
verschließen 17, 18
Volumen 28
Volumen von 9
vorbereiten 14
wiegen 18

Tonerde 21

V

Versuche durchführen
 mit Großvolumentieglern 23
Vorbereiten der 2XXX-Zelle 19
Vorbereiten der DSC-Geräte der Q-Serie 27
Vorbereiten des DSC-2000-Geräts
 mit Wärmeaustauscher 26
Vorbereitung der DSC 2000-Geräte
 ohne Wärmeaustauscher 24

W

Warenzeichen 3
Wärmeaustauscher 24
 Sicherheitsabdeckung für 26
www.tainst.com 29

Z

zersetzen
 Materialien 6

