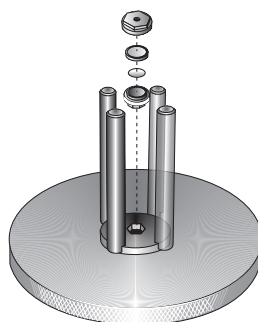


DSC *Hochdruckkapsel-* *Kit*



Bedienungsanleitung

PN 900813.001 Ver. A
Ausgabe August 2003



©1997, 1998, 2001, 2002, 2003 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.

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 Differentialanalyse) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments Waters—LLC (U.S. Patentnummern 5,224,775; 5,248,199; 5,346,306; 2,966,691. Zusätzliche Patentnummern CA 2,089,225; und BE, DE, EP, GB, IT, NL 0559362).

Heat Flux Differential Scanning Calorimeter Sensor (Tzero™) (Wärmestromdichte-Dynamisches-Differenz-Kalorimetersensor) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummern 6,431,747 und 6,428,203).

(Weiterauf der nächsten Seite.)

Patente von TA Instruments (Fortsetzung)

Method and Apparatus for Modulated-Temperature Thermogravimetry (MTGA™) (Methode und Gerät für die modulierte Temperatur-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 (Methode und Gerät für die dynamische Differentialanalyse mit Syntaxanalyse) 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 (Methode und Gerät für die AC-Differentialthermalanalyse) 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 Hochauflösungsanalyse der Zusammensetzung eines Materials) beschreibt die gesetzlich geschützte und patentierte Technologie von TA Instruments—Waters LLC (U.S. Patentnummern 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 und 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™) (Stromausgleich-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) 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.

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

DSC Hochdruckkapsel-Kit

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 DSC-Geräten 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 Kapseln dürfen nicht für die Analyse thermisch instabiler oder explosiver Materialien benutzt werden. 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
Bitte sorgfältig lesen:	6
Inhaltsverzeichnis	7
Übersicht	8
Sicherheit	8
Sicherheitsschild	8
Reinigen der Kapseln	11
Vorbereiten einer Kapsel	13
Verschließen und Wiegen der Probe	14
Öffnen der Kapsel	16
Kalibrieren des DSC-Geräts	17
DSC-Geräte der 2XXX-Serie	17
DSC Q100 oder Q1000	18
DSC Q10	19
Versuche durchführen	18
Wartung der Kapsel und des Dichtungswerkzeugs	20
Kapseln aus rostfreiem Stahl	20
Wartung des Dichtungswerkzeugs	20
Technische Daten	21
Ersatzteile	22
Vertretungen von TA Instruments	23
Index	27

Übersicht

Diese Broschüre beschreibt die Verfahren, die zur Vorbereitung von Hochdruckkapseln für die Benutzung in der DSC-Zelle erforderlich sind. Bitte lesen Sie den folgenden Abschnitt mit Sicherheitshinweisen sehr sorgfältig, bevor Sie fortfahren.

Sicherheit

Die Hochdruckkapseln wurden nach den Anforderungen der Europäischen Union gemäß EN61010-1/1993 + A2/1995 und EN61010-2-010/1994 beurteilt und liegen unterhalb des Produkts aus Druck x Volumen, das zur Bestimmung der Anwendbarkeit benutzt wird.

Sicherheitsschild



Das links dargestellte Schild befindet sich an der Metallglocke, die im Lieferumfang des DSC-Hochdruckkapsel-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 den auf der nächsten Seite beginnenden Abschnitt äußerst sorgfältig und befolgen Sie alle Anweisungen. Tragen Sie zu Ihrem Schutz jederzeit eine Schutzbrille.



WARNHINWEIS: Hochdruckkapseln sind auf die Analyse von Materialien *unter selbsterzeugten Atmosphären* mit einem Druck von bis zu 10 MPa (1450 psi) ausgerichtet. Sie sind daher *nicht* als Ersatz für die DSC-Druckzelle gedacht, die zur Analyse von Materialien mit Hilfe von unter hohem Druck stehenden Spülgas (normalerweise inert oder reaktiv) bestimmt ist. Der Zweck der Kapseln ist vielmehr die Analyse von Materialien, bei denen eine Unterdrückung der Verdampfung von Wasser oder Lösungsmittel (oder Sublimation) erforderlich ist, um gute Wärmestromergebnisse zu erhalten.



WARNHINWEIS (Fortsetzung): Bei einer 10 µL (Nennwert) wässrigen Probe* können diese Kapseln bis etwa 300°C benutzt werden, bevor der obere Grenzwert überschritten wird. Da andere Proben allerdings bei Erhitzen Druck schneller aufbauen können und besonders da das endgültige Bersten (Versagen) der Kapseln 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 Hochdruckkapseln vorsichtig zu sein. Hochenergetische Materialien wie beispielsweise Feuerwerksmaterialien dürfen niemals in diesen Kapseln untersucht werden.

*Überschreiten Sie nicht die Probenvolumenkapazität (35 µL) der Kapsel (d. h. die Kapsel darf nicht vollständig mit der Probe gefüllt werden).



WARNHINWEIS: Berühren Sie nicht die Innenseite der Zelle und lehnen Sie sich beim Einlegen oder Herausnehmen einer Kapsel nicht über die Zelle. Abgekühlte Kapseln sind mit Vorsicht zu handhaben. Die bei den Zerfallsreaktionen bei hohen Temperaturen erzeugten Gase kondensieren beim Abkühlen möglicherweise nicht; die Kapsel kann daher auch bei Umgebungstemperatur unter Druck bleiben.



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

DSC Q-Serie: Die Hochdruckkapseln können mit den Gerätemodellen DSC Q1000 oder Q100 benutzt werden, die mit einer Luftkühlung mit Kühlrippen (FACS), einem RCS-Kühlsystem oder einem Flüssigstickstoffkühlsystem (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: Benutzen Sie unbedingt die mitgelieferten Sicherheitsvorrichtungen (Metallglocke für Zellen ohne Wärmeaustauscher oder Sicherheitsabdeckung für Zellen mit Wärmeaustauscher), wenn Sie mit den Hochdruckkapseln Versuche durchführen.



WARNHINWEIS: Die mitgelieferte Sicherheitsabdeckung funktioniert nicht bei Wärmeaustauschern mit RCS-Kühlsystemen (Refrigerated Cooling System), 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 eine Benutzung mit Hochdruckkapseln einzuholen. Die Verwendung des LNCA-Wärmeaustauschers (Liquid Nitrogen Cooling Accessory – Flüssigstickstoff-Kühlzubehör) mit den DSC-Hochdruckkapseln stellt kein Problem dar.



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



VORSICHT: Ordnungsgemäß verschlossene Kapseln können einen internen Druck von bis zu 10 MPa (1450 psi) und Temperaturen bis zu 300°C aushalten. Nicht ordnungsgemäß verschlossene Kapseln können bereits vor Erreichen dieser Druckwerte undicht werden.



VORSICHT: Aufheizraten sollten wegen der hohen Wärmekapazität der Kapsel 10°C/Minute oder weniger betragen. Halten Sie die Probenmasse so gering, wie es zum Erzielen guter Ergebnisse möglich ist.

Reinigen der Kapseln



VORSICHT: Halten Sie den Deckel der Kapsel, das Unterteil, die Dichtung, die Probe sowie die zusammengebauten Kappen, Abdeckungen und Dichtungsscheiben mit Pinzetten oder einem anderen geeigneten Werkzeug. Die an Ihren Händen befindlichen Öle können zu falschen Ergebnissen führen.

Wie andere Tiegel für die Benutzung mit TA Instruments DSC-Systemen werden auch die Hochdruckkapseln unter Einhaltung strengster Qualitätsnormen gefertigt, einschließlich der Reinigung, um eventuell während des Herstellungsprozesses eingebrachte Verschmutzungen zu entfernen. 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*“ (Testmethode für die oxidative Induktionszeit von Kohlenwasserstoffen mit dynamischen Differenz-Kalorimetern).

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

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

8. Wirbeln Sie den Kolben mit den Tiegel und dem Azeton etwa eine halbe bis zwei Minuten lang.
9. Lassen Sie den Kolben mindestens eine Minute lang ruhig stehen.
10. Gießen Sie das Azeton aus dem Kolben.
11. Wiederholen Sie die Schritte 7 bis 10.
12. Drehen Sie den Kolben (so dass keine Kapseln am Boden oder den Seiten des Kolbens haften), und spülen Sie Stickstoff mit einer Flussrate von 150 bis 200 mL/min über die nassen Kapseln, um Lösungsmittelrückstände abzuspülen. Dies dauert etwa 5 bis 6 Minuten.
13. Legen Sie die gereinigten Kapseln wieder in ihren Aufbewahrungsbehälter und notieren Sie das Datum der Reinigung.

Vorbereiten einer Kapsel



VORSICHT: Halten Sie den Deckel der Kapsel, das Unterteil, die Dichtung, die Probe sowie die zusammengebauten Kappen, Abdeckungen und Dichtungsscheiben mit Pinzetten oder einem anderen geeigneten Werkzeug. Die an Ihren Händen befindlichen Öle können zu falschen Ergebnissen führen.

Zur Vorbereitung der Probenkapseln auf DSC-Hochdruckkapselmessungen siehe Abbildung 1 und befolgen Sie die Anweisungen in diesem Abschnitt.

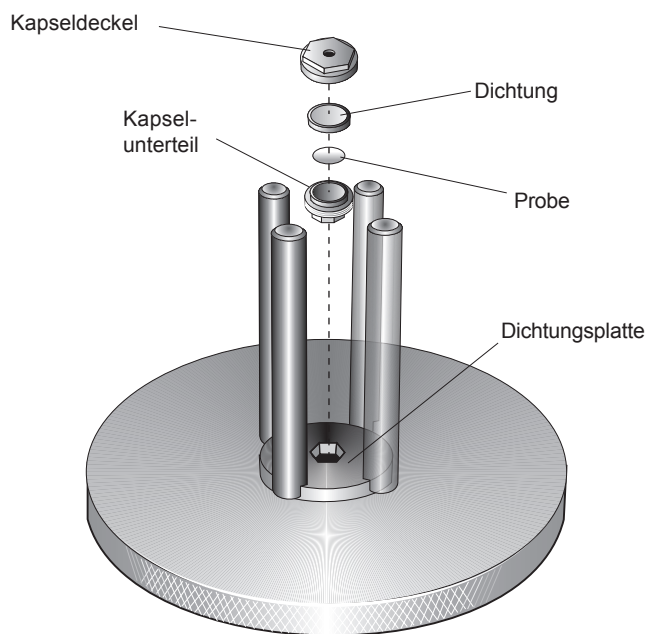


Abbildung 1
Teile der DSC-Hochdruckkapseldichtung

Verschließen und Wiegen der Probe

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

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

Befolgen Sie zum Wiegen der Proben die folgenden Anweisungen:

1. Ermitteln Sie das Gesamtgewicht des Kapselunterteils, des Kapseldeckels und der Dichtung.
2. Platzieren Sie mit einer Pinzette das Unterteil einer Kapsel in die sechseckige Öffnung der Dichtungsplatte (siehe Abbildung 1).
3. Legen Sie die Probe vorsichtig in das Unterteil der Kapsel ein; setzen Sie dann die Dichtung mit dem Becher nach unten auf die Kapsel (siehe Abbildung 1).
4. Legen Sie den Kapseldeckel mit einer Pinzette auf die Dichtung.
5. Richten Sie das Dichtungswerkzeug am sechseckigen Deckel aus, wie in Abbildung 2 dargestellt.

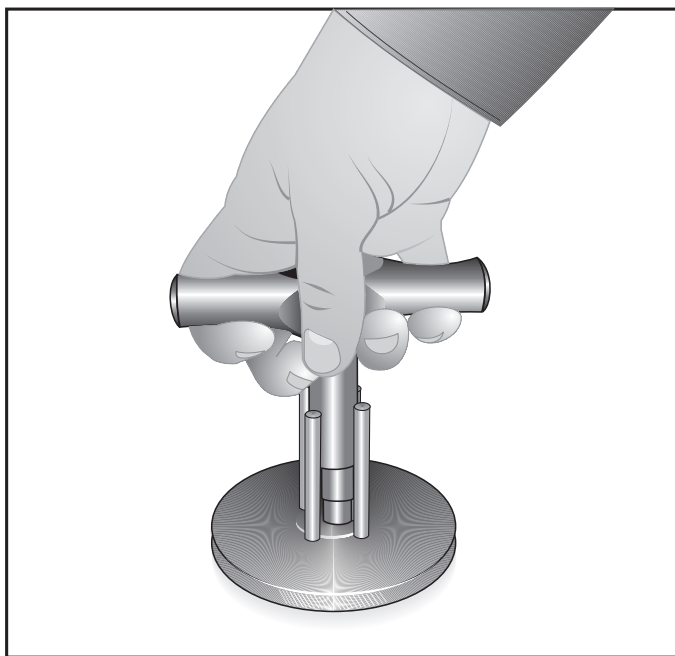


Abbildung 2
Verwenden des Dichtungswerkzeugs

6. Drehen Sie das Dichtungswerkzeug im Uhrzeigersinn und üben Sie dabei einen leichten Druck aus, bis das Dichtungswerkzeug gleitet (Sie hören ein Klickgeräusch).
7. Nehmen Sie das Dichtungswerkzeug von der Dichtungsplatte und nehmen Sie die verschlossene Kapsel heraus.

HINWEIS: Halten Sie die verschlossene Kapsel immer waagrecht, besonders wenn Sie flüssige und viskose Proben verwenden. Die Probe bleibt so im Tiegel und haftet nicht an der Unterseite des Deckels.

8. Wiegen Sie die Kapsel mit Dichtung und Probe. Berechnen Sie das Gewicht der Probe, indem Sie das Gewicht der leeren Kapsel (in Schritt 1 ermittelt) vom Gesamtgewicht abziehen.

$$\text{Gewicht}_{\text{Schritt 8}} - \text{Gewicht}_{\text{Schritt 1}} = \text{Probengewicht}$$

Die Hochdruckkapsel ist nun für eine Messung in der DSC-Zelle bereit.

Öffnen der Kapsel

Zum Öffnen der Kapsel gehen Sie in umgekehrter Reihenfolge wie oben zum Verschließen aufgeführt vor. So können Sie die Probe entnehmen und die Kapsel wiederverwenden. Dichtungen sind nach Gebrauch zu entsorgen.



WARNHINWEIS: Hochdruckkapseln können nach einer Zersetzung des Materials noch unter Druck stehen. Stellen Sie vor dem Öffnen der Kapsel sicher, dass diese Zimmertemperatur hat. Öffnen Sie die Kapsel langsam und vorsichtig, damit sich die Dichtung lösen und der Druck entweichen kann.

Kalibrieren des DSC-Geräts

Um genaue Messergebnisse zu erzielen, sollten Sie eine erneute Zellkonstanten- und Temperaturkalibrierung Ihres DSC-Systems mit Hilfe der verschlossenen Hochdruckkapseln durchführen. Für die Kalibrierung befolgen Sie bitte die folgenden Anleitungen:

DSC-Geräte der 2XXX-er Serie

1. Benutzen Sie eine leere, verschlossene Kapsel als Referenz.
2. Schließen Sie eine 8-mg- bis 10-mg-Indium-Metallprobe in eine Hochdruckkapsel ein.
3. Installieren Sie die Metallglocke für Zellen ohne Wärmeaustauscher oder die Sicherheitsabdeckung für Zellen mit Wärmeaustauscher.



WARNHINWEIS: Ordnungsgemäß verschlossene Kapseln können schnell Druck ablassen, wenn der interne Druck die Druckkapazität der Kapseldichtung übersteigt. Benutzen Sie unbedingt die mitgelieferten Sicherheitsvorrichtungen (Metallglocke für Zellen ohne Wärmeaustauscher oder Sicherheitsabdeckung für Zellen mit Wärmeaustauscher), wenn Sie mit den Hochdruckkapseln 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.

4. Kalibrieren Sie das System mit den Standard-Kalibrierungsverfahren. Wenn zusätzliche Temperaturkalibrierungspunkte erforderlich sind, stellen Sie sicher, dass Sie beim Erfassen von Daten die Hochdruckkapsel benutzen.
5. Stellen Sie das Gerät wieder auf die Standardbetriebsart ein, bevor Sie Versuche durchführen.

DSC-Geräte Q100 oder Q1000

1. Benutzen Sie eine leere, verschlossene Kapsel als Referenz. Setzen Sie sie in die Zelle.
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 die Probenkapsel. Geben Sie dann die Indium-Probe auf die Tonerde.

HINWEIS: Normalerweise wird die Wärmestrom- und Temperaturkalibrierung für das 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 der schwach wärmeleitenden Hochdruckkapsel aus rostfreiem Stahl zu berücksichtigen. Das Hinzufügen von Tonerde hilft, diesen Unterschied auszugleichen, und bietet eine Kalibrierung, die für die Art der in diesen Kapseln analysierten Materialien besser geeignet ist.

Für die T1-Wärmestromkalibrierung ist keine Tonerde erforderlich.

4. Verschließen Sie die Kapsel und setzen Sie sie in die Zelle.
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.

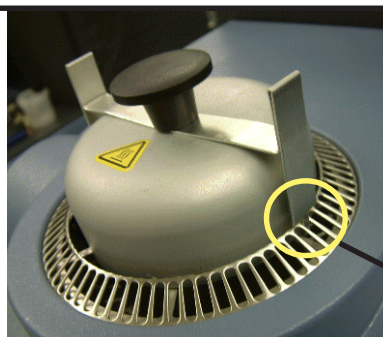
DSC-Modell Q10

1. Benutzen Sie eine leere, verschlossene Kapsel als Referenz. Setzen Sie sie in die Zelle.
2. Wiegen Sie eine Indium-Probe mit einem Gewicht von 8 mg bis 10 mg.
3. Verschließen Sie die Kapsel und setzen Sie sie 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 Hochdruckkapseln 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 T1-Wärmestrom kalibrieren.
7. Das Gerät wieder in den Standardmodus zurückschalten.



Haken
sicher
einrasten

Versuche durchführen

Nachdem Sie das DSC mit Hilfe der Hochdruckkapsel kalibriert und das Gerät wieder in seine Standardbetriebsart zurückgesetzt haben, laden Sie die Probe und die Referenzkapsel in die DSC-Zelle.



WARNHINWEIS: Ordnungsgemäß verschlossene Kapseln können schnell Druck ablassen, wenn der interne Druck die Druckkapazität der Kapseldichtung übersteigt.

DSC-Geräte der 2XXX-Serie: Benutzen Sie unbedingt die mitgelieferten Sicherheitsvorrichtungen wie in den Abbildungen 3 und 4 dargestellt, wenn Sie Messungen oder Kalibrierungen mit Hochdruckkapseln vornehmen.

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

DSC Q10: Die Sicherheitsklemme muss sicher an der manuellen Abdeckung angebracht sein, bevor Sie Messungen mit Hochdruckkapseln beginnen.



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



WARNHINWEIS: Lesen Sie die Warnungshinweise ab Seite 8, bevor Sie fortfahren

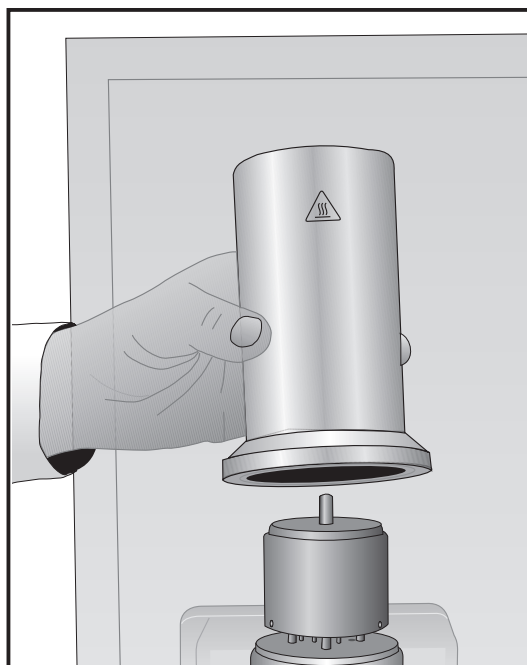


Abbildung 3
Verwenden der Metallglocke mit der DSC 2XXXer-Zelle

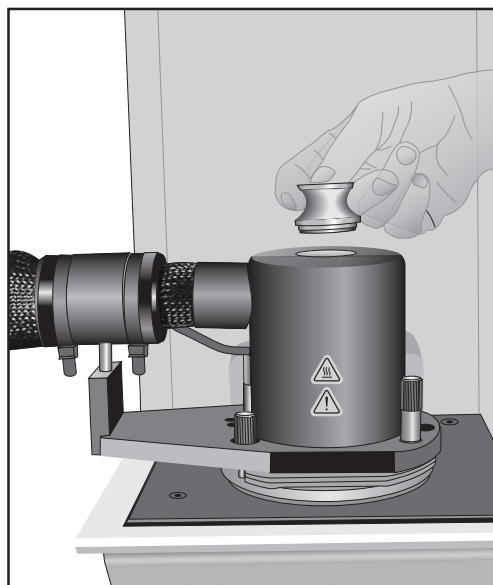


Abbildung 4
Verwenden der Sicherheitsabdeckung mit der DSC 2XXXer-Zelle und dem
Wärmeaustauscher

Wartung der Kapseln und des Dichtungswerkzeugs

Das Unterteil der Kapsel sowie der Deckel sind normalerweise wiederverwendbar, nachdem sie für eine Messung im Gerät verwendet wurden. Öffnen Sie nach jedem Gebrauch die Kapsel wie in der Anleitung beschrieben, nehmen Sie die Probe heraus und reinigen Sie die Kapsel. Die Berstscheibe muss nach jedem Gebrauch der Kapsel ersetzt werden.

Kapseln aus rostfreiem Stahl

Die Kapseln aus rostfreiem Stahl können anders als andere Kapseltypen wie nachstehend beschrieben reagieren:

- Sie können sich bei hohen Temperaturen verfärben und verformen.
- Sie können mit einem Reinigungsmittel gereinigt werden, das den Stahl nicht angreift.

Wartung des Dichtungswerkzeugs

Wischen Sie den Drehmomentschlüssel und die Fixierplatte mit einem weichen und mit einem verdünnten Laborreinigungsmittel befeuchteten Tuch ab.

Die sechseckige Öffnung in der Dichtungsplatte ist von Zeit zu Zeit auf aus den Kapseln stammende Verunreinigungen zu prüfen. Reinigen Sie die Dichtungsplatte bei Bedarf mit einem weichen Tuch.

Technische Daten

Tabelle 1 enthält die technischen Daten für Hochdruckkapseln und Dichtungen.

Tabelle 1
Technische Daten der Hochdruckkapseln

Druckkapazität	10 MPa (1450 psi)
Temperaturgrenzwert für wässrige Lösungen	300°C
Kapsel-volumen	35 µL (max.)
Material	440A SST
Berstscheibenmaterial	vergoldetes Kupfer

Ersatzteile

Tabelle 2 enthält die verfügbaren Ersatzteile für Hochdruckkapseln und Dichtungen.

Tabelle 2
Liste der DSC-Hochdruckkapsel-Ersatzteile

Bestellnummer	Erläuterung
900814.901	DSC-Hochdruckkapselberstscheiben (20)
900815.901	DSC-Hochdruckkapseln (5)

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 Hochdruckkapsel-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

Aluminiumoxid (Tonerde) 18
Aufheizratengrenzwerte 10
Ausführen von Messungen mit
Hochdruckkapseln 6

D

Dichtungen
Nachbestellung 22
Dichtungsplatte
Wartung 20
Dichtungswerkzeug
Wartung 20
Dichtungswerkzeug/Montage
Teile 13
verwenden 14
Wartung 20
Druck
in den Kapseln 18
innerer 9
Druckgrenzwerte 8
Druckkapazität 21
DSC-Gerät
kalibrieren für
Hochdruckkapseln 17
DSC-Geräte Q100 oder Q1000 18
DSC Q 10 Sicherheitsklemme 19

DSC Q100 und Q1000
Hochdruckkapseln 18

E

eingetragene Warenzeichen 3
Ersatzteile
Hochdruckkapsel 22
Europäische Union
Sicherheitsanforderungen 8

G

Garantiehinweis 6
Garantien 6
Gase 9

H

Hochdruckkapsel-Kit
Sicherheitsvorrichtungen 18

I

Installation 19

K

Kalibrieren des DSC
für Hochdruckkapseln 17
Kapsel
Kapazität 9
Kapseln
Druck ablassen 17

Ersatzteile 22
Handhabung wenn
 verschlossen 15
interner Druck 10, 18
Kalibrieren des DSC 17
Material 21
nicht ordnungsgemäß
 verschlossen 10
öffnen 16
reinigen 20
 nach Gebrauch 20
 vor Gebrauch 11
rostfreier Stahl 20
technische Daten 21, 22
Temperaturgrenzwerte 9
verschließen 14
Volumen 21
vorbereiten 13
Vorsichtsmaßnahmen bei
 Handhabung 11
Wärmekapazität 10
Wartung 20
wiederverwenden 20
wiegen 15

M

Materialien
 selbsterzeugte Atmosphäre 8
 zersetzend 6

Messungen mit
 Hochdruckkapseln 18

Metallglocke 17, 18, 19
 Sicherheitsschild 8

P

Patente 3

Probe
 Volumenkapazität 9

wiegen 14
Zersetzung 16

R

RCS (Refrigerated Cooling System)
 Sicherheitsabdeckung 10

Referenz 17

reinigen
 Dichtungsplatte 20

S

sechseckiger Deckel 14

Sicherheit 8
 Aufheizratengrenzwerte 10
 CE-Einhaltung 8
 Druck-/Temperaturgrenzwerte 8
 Schild 8

Sicherheitsabdeckung
 für DSC-Zellen mit
 Wärmeaustauscher 19

Sicherheitsklemme 19

Sicherheitsvorrichtungen 18

T

TA Instruments
 Vertretungen 23

Telefonnummern
 TA Instruments 23

Temperaturgrenzwert 21

V

Volumen

Volumenkapazität der Kapsel 9

W

Warenzeichen 3

Wärmeaustauscher

Sicherheitsabdeckung für 19

www.tainst.com 23

Z

Zerfallsreaktionen 9

zersetzen

Materialien 6

