

PDSC

Pressure Cell 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.

Die Betriebssoftware von TA Instruments sowie die Modul-, Datenanalyse- und die Hilfssoftware und die zugehörigen Handbücher und Online-Dokumentationen sind Eigentum von TA Instruments und unterliegen dem Urheberrecht. Die Käufer erhalten eine Lizenz zur Nutzung dieser Softwareprogramme für das Modul und die Steuereinheit, die sie erworben haben. 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.

Wichtig: TA Instruments Zusatzinformationen zum Handbuch

Klicken Sie bitte auf einen der nachfolgenden Links, um auf zusätzliche Informationen zu dieser Bedienungsanleitung zuzugreifen:

- [TA Instruments Warenzeichen](#)
- [TA Instruments Patente](#)
- [Andere Warenzeichen](#)
- [TA Instruments Endbenutzer-Lizenzvertrag](#)
- [TA Instruments Niederlassungen](#)

Inhaltsverzeichnis

Wichtig: TA Instruments Zusatzinformationen zum Handbuch	3
Inhaltsverzeichnis	4
Sicherheits- und Warnhinweise	6
Erfüllung behördlicher Verordnungen	7
Sicherheitsnormen	7
Elektromagnetische Verträglichkeit	7
Sicherheit	8
Warnsymbole am Gerät	8
Wichtige Sicherheitshinweise	9
Wichtige Hinweise für den Einsatz von Sauerstoff in der DSC-Druckzelle	9
Wichtige Hinweise für den Einsatz von Wasserstoff in der DSC-Druckzelle	10
Sicherheit im Umgang mit Chemikalien	10
Elektrische Sicherheit	11
Thermische Sicherheit	11
Kapitel 1: DSC-Druckzelle - Einführung	13
Übersicht	13
Technische Daten der Druckzelle	14
Kapitel 2: Einbau der Druckzelle	15
Auspacken/Verpacken der DSC-Druckzelle	15
Installieren der DSC-Druckzelle	15
Vorbereitungen vor dem Einbau der Druckzelle	15
Ausbau der Standardzelle und Entfernen	
der Abdeckungen beim Modell DSC Q2000/Q1000	15
Entfernen der Dress Cover der Zelle beim DSC Q20P/Q10P	17
Einbau der DSC-Druckzelle (Q2000/Q1000 oder Q20P/Q10P)	18
Anbringen des Dress Cover an die Druckzelle (Q2000/Q1000 oder Q20P/Q10P)	19
Kapitel 3: Einsatz und Wartung der Druckzelle	21
Vorbereitungen	21
Wichtige Hinweise für den Einsatz von Sauerstoff in der DSC-Druckzelle	21
Wichtige Sicherheitshinweise	21
Wichtige Hinweise für den Einsatz von Wasserstoff in der DSC-Druckzelle	22
Kalibrierung der Druckzelle	23
Kalibrierung von Anstieg und Versatz der Basislinie	23
Kalibrierung der Wärmefunktionskonstante (Zellkonstante)	23
Temperaturkalibrierung	23
Druckkalibrierung	23

Durchführung eines DSC-Druckversuchs	24
Durchführen eines Versuchs	24
Auswahl des Spülgases	24
Einsetzen einer Probe in die DSC-Druckzelle	26
Beaufschlagung der Zelle mit Druck	27
Beaufschlagung mit Druck durch Verdrängung	27
Beaufschlagung mit Druck durch Unterdruck	28
Regelung des Zellendrucks	29
Betrieb bei konstantem Volumen	29
Betrieb mit konstantem Druck	29
Betrieb mit dynamischem Druck	30
(feste Spülgasrate)	30
Druckentlastung der Druckzelle	31
Betrieb bei Unterdruck	31
Einsatz im modulierten Betrieb	32
Einsatz bei Tieftemperaturen	32
Wartung und Diagnose	33
Reinigung einer kontaminierten Druckzelle	33
Läppen des Silberdeckels und Rings	34
Ersatzteile	35
Index	37

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 Verordnungen

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:

UL3101-1 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

Am DSC-Gerät und/oder an der DSC-Druckzelle sind zu Ihrer Sicherheit folgende Warnsymbole angebracht:

Symbol	Erläuterung
	Dieses Symbol auf dem Druckzylinder und der oberen Platte der DSC-Druckzelle weist darauf hin, dass die so gekennzeichneten Teile, auch die Rändelschrauben, heiß sein können. Vermeiden Sie die Berührung dieser Bereiche sowie den Kontakt dieser Flächen mit schmelz- oder brennbaren Materialien.
	<p>Dieses Symbol befindet sich am hinteren Bedienfeld 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 für den Umgang mit elektrischen Geräten und 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>
	Dieses Symbol auf der rechten Seite der Zelle verweist darauf, dass „der falsche Einsatz von Sauerstoff oder Wasserstoff die Zelle beschädigen und zu Verletzungen des Nutzers führen kann“. Detailinformationen finden Sie auf der nächsten Seite unter der Überschrift WARNHINWEIS .

Bitte beachten Sie die Warnhinweise und beachten Sie im Umgang mit diesen Teilen des Gerätes alle erforderlichen Sicherheitsmaßnahmen. Das *DSC-Installationshandbuch* und dieses *Installationshandbuch für Druckzellen* enthalten Vorsichtsmaßnahmen und Warnhinweise, die Sie im Interesse Ihrer eigenen Sicherheit einhalten müssen.

Wichtige Sicherheitshinweise

Wichtige Hinweise für den Einsatz von Sauerstoff in der DSC-Druckzelle



WARNHINWEIS: Wenn große Mengen an Kohlenwasserstoffen in der DSC-Druckzelle vorhanden sind, kann es zu einer intensiven Verbrennung kommen, so dass die DSC-Druckzelle beschädigt und der Bediener möglicherweise verletzt wird. Beachten Sie die folgenden Regeln, um diese Gefahr zu vermeiden:

(1) Reinigung der Versorgungsleitungen: Die Sauerstoffversorgungsleitungen, Ventile, Manometer und Regler müssen alle frei von Kohlenwasserstoffen und für die Verwendung mit Sauerstoff zugelassen sein. Wenden Sie sich an Ihren Händler, wenn Sie nicht sicher sind, ob ein Teil für den Betrieb mit Sauerstoff zugelassen ist. Wenn das Rohr innen „öligen“ riecht oder Flüssigkeitsrückstände bzw. Rußablagerungen aufweist, sind vermutlich Kohlenwasserstoffe vorhanden. Erkundigen Sie sich beim Gaslieferanten, wie das System gereinigt werden kann.

(2) Verunreinigung der Zelle: Das Druckgehäuse ausbauen und eine Sichtprüfung der DSC-Druckzelle auf Ölreste oder andere organische Verunreinigungen vornehmen. Die gesamte Sauerstoffdruckanlage muss frei von Kohlenwasserstoffen sein. Wenn eine Verunreinigung durch Kohlenwasserstoffe (verschüttete Proben, ölige Reste, öliger Geruch, Ruß usw.) in der DSC-Druckzelle nicht auszuschließen ist, den Einsatz sofort abbrechen. Wenden Sie sich an die Service-Abteilung von TA Instruments unter der Rufnummer +1 (302) 427-4050, um eine Sicherheitsprüfung zu vereinbaren oder weitere Informationen anzufordern.

(Weiter auf der nächsten Seite.)

WARNHINWEIS: (3) Alle Versorgungsleitungen überprüfen. Alle Leitungen, welche die DSC-Druckzelle mit anderen Geräten verbinden (Sauerstoffflasche, Manometer, Ventile, Regler usw.), müssen einen Außendurchmesser von 0,125 Zoll haben. Alle Anschlüsse, Leitungen, Manometer, Ventile und Regler müssen für einen Hochdruck bis 21 MPa Skalenwert (3000 psig) zugelassen und frei von Kohlenwasserstoffen sein.

Die Warnhinweise auf der vorherigen Seite beachten, wenn Sauerstoff in der DSC-Druckzelle eingesetzt werden soll und eine der folgenden Bedingungen zutrifft.

- ☐ Neuinstallation einer DSC-Druckzelle
- ☐ Veränderungen an den Versorgungsleitungen, Ventilen oder Manometern
- ☐ Verschütten einer Probe in der DSC-Druckzelle
- ☐ DSC-Druckzelle hat „öligen“ Geruch
- ☐ Wiederinbetriebnahme der DSC-Druckzelle nach längerer Zeit

Sie können für einen sicheren Betrieb der DSC-Druckzelle sorgen, wenn Sie die wichtigen Sicherheits- und Warnhinweise in diesem Abschnitt und im gesamten Handbuch beachten.

Wichtige Hinweise für den Einsatz von Wasserstoff in der DSC-Druckzelle

KEINEN Wasserstoff und keine anderen leicht entzündlichen Gase in den **Standard**-DSC-Zellen der Q-Serie™ verwenden.



WARNHINWEIS: Wasserstoffgas darf nur mit äußerster Vorsicht verwendet werden. Es ist leicht entflammbar, wenn es Kontakt mit Flammen oder oxidierenden Stoffen hat. [Nach dem Sax Safety Handbook, *Dangerous Properties of Industrial Materials*, zu gefährlichen Eigenschaften von industriell verwendeten Stoffen liegt das untere Explosionslimit (Lower Explosion Limit, LEL) unter Umgebungsbedingungen bei 4,1 % Wasserstoff in der Luft. Achten Sie darauf, dass die Wasserstoffkonzentration unter diesem Wert bleibt.] Bei Verwendung von Wasserstoff in der DSC-Druckzelle muss die Zelle vor dem Einfüllen von Wasserstoff zunächst gründlich mit Helium gespült werden.



VORSICHT: Wird Wasserstoff oder Helium als Druckgas verwendet, liegt die maximale Temperatur bzw. maximale Aufheizrate eventuell unter den in den technischen Daten angegebenen Werten.



WARNHINWEIS: Nach Abschluss des Versuchs muss die Zelle in eine Absaughaube entlüftet und wieder mit Helium gespült werden, bevor der Druckbehälter geöffnet wird.



WARNHINWEIS: Alle Versorgungsleitungen prüfen. Alle Leitungen, welche die DSC-Druckzelle mit anderen Geräten verbinden (Wasserstoffflasche, Manometer, Regler usw.), müssen einen Außendurchmesser von 0,125 Zoll haben. Alle Anschlüsse, Leitungen, Manometer, Ventile und Regler müssen für einen Hochdruck bis 21 MPa (3000 psig) zugelassen und alle Verbindungen müssen fest und dicht sein.

Wenden Sie sich bei Fragen zur Verwendung von Wasserstoff an die Anwendungs-Hotline von TA Instruments in den USA unter +1 (320) 427-4070.

Wenn Sie Fragen zur sicheren Verwendung der DSC-Druckzellen von TA Instruments haben, wenden Sie sich an die Anwendungs-Hotline in den USA unter +1 (320) 427-4070 oder an Ihren Vertreter von TA Instruments vor Ort.

Sicherheit im Umgang mit Chemikalien

Nur die in Kapitel 1 angegebenen Spülgase verwenden; die Verwendung anderer Spülgase kann zu Schäden am Gerät oder zu Verletzungen des Bedieners führen.



VORSICHT: Die weiße Faserisolierung an der Innenseite der Zellabdeckung nicht entfernen.

Elektrische Sicherheit



VORSICHT: Die Rändelschrauben der DSC-Druckzelle garantieren den sicheren Anschluss der elektrischen Verbindungen. Ohne diese Rändelschrauben können keine Versuche durchgeführt werden. Wenn sie nicht richtig angebracht sind, kann das Gerät möglicherweise keinen Strom an die Zelle abgeben, so dass das Gerät nicht funktioniert.

Ziehen Sie vor dem Durchführen aller Wartungs- oder Reparaturarbeiten den Netzstecker. Im Gerät sind Spannungen von bis zu 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.



WARNHINWEIS: Wenn die DSC-Druckzelle Feuchtigkeit ausgesetzt war, muss sie evtl. getrocknet werden. Stellen Sie daher sicher, dass die Schutzleiter des Gerätes ordnungsgemäß geerdet sind, um einen sicheren Betrieb zu gewährleisten.

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

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

Thermische Sicherheit

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

Kapitel 1

DSC-Druckzelle - Einführung

Übersicht

Die DSC-Druckzelle (Abbildung rechts) ist in einen Stahlzylinder eingeschlossen, der mit einem Druck von bis zu 7 MPa (1000 psig) beaufschlagt werden kann. Mit Hilfe der DSC-Druckzelle können nicht nur die gleichen grundlegenden Messungen wie mit einer DSC-Standardzelle durchgeführt werden, sondern auch Messungen mit erhöhtem Druck oder bei Unterdruck. Durch die Fähigkeit, sowohl Druck als auch Temperatur zu verändern, bietet die DSC-Druckzelle die folgenden Möglichkeiten:

- Auflösung überlappender Peaks
- Bestimmung von Verdampfungswärme und Dampfdruck
- Reaktionsgeschwindigkeiten in geregelten Atmosphären
- Untersuchung druckempfindlicher Reaktionen

Die DSC-Druckzelle besitzt zwei Gasregelventile, ein 3-Wege-Ventil, ein Manometer, ein Druckentlastungsventil und seitliche Gasdruckanschlüsse. Ein Druckentlastungsventil mit einer Belastbarkeit von 8,3 MPa (1200 psig) und ein Druckwandler befinden sich in der Zellenbasis.



Die DSC-Druckzelle benutzt eine (thermoelektrische) Scheibe aus Konstantan als primäres Wärmetransferelement für den Wärmestrom T1. Ein Heizblock aus Silber mit einem belüfteten Silberdeckel umschließt die Konstantanscheibe. Die ausgewählte Probe und eine inerte Referenz werden in Tiegeln auf den erhöhten Stellen der Scheibe platziert. Die Wärme wird über die Konstantanscheibe sowohl zum Probentiegel als auch zum Referenztiegel geleitet. Der Differenz-Wärmestrom zu Probe und Referenz wird durch Thermoelemente aus CHROMEL®-Konstantan überwacht. Die Thermoelemente bilden die Kontaktstellen zwischen der Konstantanscheibe und den CHROMEL®-Plättchen, die an der Unterseite der zwei erhöhten Stellen der Scheibe angeschweißt sind. CHROMEL®- und ALUMEL®-Drähte sind am CHROMEL®-Plättchen der Probe an der Thermoelement-Kontaktstelle angeschlossen, um die Temperatur der Probe zu messen. Ein ALUMEL® -Draht ist am Referenz-Plättchen für den Wärmeausgleich angeschweißt. Das Thermoelement zur Ofensteuerung besteht aus CHROMEL®-Konstantan.



DSC Q20/Q10P

Spülgas gelangt über einen Einlass in der Basis der DSC-Druckzelle in den Heizblock und wird durch Zirkulation auf die Heizblocktemperatur vorgewärmt, bevor es über den Spülgaseingang in die Probenkammer gelangt. Das Gas verlässt die Probenkammer über die Entlüftungsöffnung im Silberdeckel.

Die DSC-Druckzelle ist für das Modell DSC Q2000/Q1000 (siehe Abbildung oben) als optionale vom Bediener austauschbare Zelle lieferbar. Sie ist außerdem als Teil

eines integrierten DSC-Q20P/Q10P-Systems erhältlich (siehe linke Abbildung).



DSC Q2000/Q1000 mit Druckzelle

Technische Daten der Druckzelle

Abmessungen (nur Zelle)	Tiefe 23,6 cm Breite 22,4 cm Höhe 33,3 cm
Gewicht (nur Zelle)	10,5 kg
Temperaturbereich	–130 bis 725°C
Atmosphäre	–100 kPa bis 7 MPa (Absolutdruck 1 Pa bis 7 MPa), konstanter Druck oder konstantes Volumen
Dynamische Gasspülung	Bis 200 ml/min (Spülgasrate des Zellspülgases)
Spülgase	Stickstoff, Luft, Sauerstoff, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid, Wasserstoff, Helium, Argon
Wärmestrom	Nur Wärmestrom T1
Kompatibilität	Verfügbar als wechselbare Zelle für DSC Q2000/Q1000. Auch als Teil eines speziellen Systems DSC Q20P/Q10P lieferbar.

Die Leistung hängt vom ausgewählten Druck und der ausgewählten Atmosphäre ab.

Kapitel 2

Einbau der Druckzelle

Auspacken/Verpacken der DSC-Druckzelle

Die Anleitungen zum Auspacken und Verpacken des Geräts finden Sie in der separaten Anleitung zum Auspacken in der Versandkiste sowie in der Online-Dokumentation der Gerätesteuerungssoftware. Sie sollten die Versandverpackung mit allem Zubehör für den Fall aufheben, dass die Druckzelle später wieder verpackt und verschickt werden muss.

Installieren der DSC-Druckzelle

Befolgen Sie beim Einbau der DSC-Druckzelle die folgenden Anweisungen und richten Sie sich nach den entsprechenden Abbildungen. Da die DSC-Druckzelle als austauschbare Zelle für das Modell DSC Q2000/Q1000 oder als separate Zelle für das Modell DSC Q20P/Q10P lieferbar ist, werden in diesem Abschnitt beide Konfigurationen erläutert.



VORSICHT: Die weiße Faserisolierung an der Innenseite der Zellabdeckung nicht entfernen.

Vorbereitungen vor dem Einbau der Druckzelle

Bevor die DSC-Druckzelle eingebaut werden kann, muss die Zellenbasis vollkommen frei liegen. Folgen Sie den für Ihr DSC-Gerät geltenden Anweisungen, um die Abdeckungen zu entfernen.

Ausbau der Standardzelle und Entfernen der Abdeckungen beim Modell DSC Q2000/Q1000

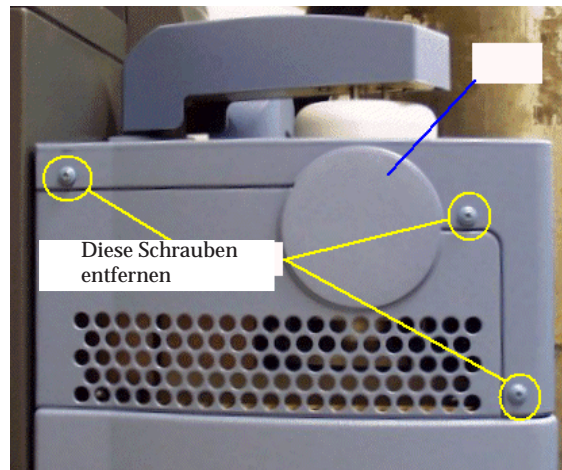
Beim Ausbau der Standardzelle des Modells DSC Q2000/Q1000 aus dem Gerät vor Einbau der DSC-Druckzelle wie folgt vorgehen:

1. Die Option **Steuerung/Deckel/Öffnen** auswählen, um die AutoLid-Abdeckung der Q2000/Q1000-Zelle anzuheben und zur Seite in die Ausgangsstellung zu bewegen. Wenn die Q2000/Q1000 mit einem Autosampler ausgerüstet ist, die Taste **Ausgangsstellung** auf dem Touchscreen des Autosamplers drücken, um ihn in die Ausgangsstellung zu bewegen.

HINWEIS: Die DSC-Druckzelle ist nicht mit der AutoLid-Abdeckung oder dem Autosampler des DSC Q2000/Q1000 kompatibel. Diese beiden Geräteteile müssen deaktiviert werden, damit sie bei Versuchen mit der Druckzelle in der Parkposition stehen. Die Software des Q2000/Q1000 erkennt automatisch, ob eine DSC-Druckzelle eingebaut ist, und deaktiviert diese beiden Optionen.

2. Den Stecker an der Seite des Gerätedeckels herausziehen. Anschließend die Kreuzschlitzschrauben herausdrehen, mit denen die Zellabdeckung an der Geräteabdeckung befestigt ist. Drei Schrauben befinden sich an der Seite und eine oben. Die Schrauben aufbewahren.
3. Wenn in das Gerät ein Autosampler eingebaut ist, die Abdeckung anheben, um die Laschen lösen, und dann die Abdeckung nach vorn ziehen und vollständig abnehmen.

Besitzt das Gerät keinen Autosampler, müssen weitere Schrauben herausgedreht werden, um die Abdeckung zu lösen. Anschließend die Abdeckung nach vorn ziehen und vollständig abnehmen.



4. Ist Kühlzubehör eingebaut, darf dieses erst ausgebaut werden, wenn es Raumtemperatur erreicht hat. Zum Ausbau des Kühlzubehörs die Anweisungen zum Einbau des Zubehörs in umgekehrter Reihenfolge ausführen; diese finden Sie im Installationshandbuch für das betreffende Zubehör.
5. Die zwei Rändelschrauben an der Vorderseite der Zellenbasis wie rechts abgebildet herausdrehen.
6. Wenn die Zelle Raumtemperatur erreicht hat, kann sie herausgeschoben werden.
7. Die DSC-Druckzelle entsprechend den Anweisungen auf Seite 20 in das Q2000/Q1000-Gerät einbauen und dann den Dress Cover entsprechend den Anweisungen auf Seite 19 anbringen.

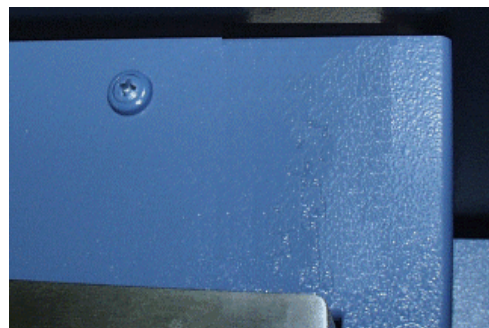


Entfernen der Dress Cover der Zelle beim DSC Q20P/Q10P

Bei dem Modell Q20P/Q10P von TA Instruments handelt es sich um ein spezielles DSC-Drucksystem. Das System ist jedoch so aufgebaut, dass der Bediener eine alte (funktionsunfähige, defekte) DSC-Druckzelle ohne Schwierigkeiten durch eine neue Druckzelle ersetzen kann, falls erforderlich. Für diesen Wechsel werden die Dress Cover der Zelle entfernt, und die alte Zelle wird entsprechend der Beschreibung in diesem Abschnitt ausgebaut. Anschließend wird eine neue Zelle wie im folgenden Abschnitt beschrieben eingebaut.

Gehen Sie dabei wie folgt vor:

1. Mit einem Schraubenzieher für Kreuzschlitzschrauben die einzelne Schraube herausdrehen, die das Oberteil des Dress Cover hinter der Zelle hält (siehe Abbildung).
2. Das Oberteil nach oben schieben und abnehmen.
3. Das Unterteil des Dress Cover der Zelle herausschieben und wie in der folgenden Abbildung gezeigt entfernen.



Schraube an der Oberseite der Zellabdeckung der DSC-Druckzelle



Entfernen der Unterseite der Zellabdeckung

4. Bei der Zelle muss zuvor ein Druckausgleich vorgenommen worden sein (d. h. der Druck muss dem Umgebungsdruck entsprechen). Alle Leitungen von den Anschlüssen IN und OUT trennen.
5. Die zwei Rändelschrauben an der Vorderseite der Zellenbasis herausdrehen (siehe Abbildung links).
6. Die Zelle muss Raumtemperatur haben. Dann die Zelle herausschieben.
7. Die neue DSC-Druckzelle wie im nächsten Abschnitt erläutert einbauen.

Einbau der DSC-Druckzelle (Q2000/Q1000 oder Q20P/Q10P)

1. Die DSC-Druckzelle halten und auf die Grundplatte schieben. Die Rückseite der Zelle muss das Steckverbindergehäuse der DSC-Basis berühren.
2. Die beiden Befestigungs-Rändelschrauben einführen und im Uhrzeigersinn drehen. Die beiden Befestigungsschrauben müssen nur handfest angezogen werden, damit die DSC-Druckzelle stabil sitzt.
3. Einen Schlauch mit 0,125 Zoll Außendurchmesser und ausreichender Länge zwischen dem Druckregler der Druckgasquelle und dem Einlassanschluss IN an der Seite der DSC-Druckzelle wie in der Abbildung unten gezeigt anschließen. Das Gas (Stickstoff, Luft, Sauerstoff, Argon usw.) muss mit einem Druckregler auf einen Wert bis zu 7 MPa (1000 psig) einstellbar sein.



Befestigungs-
Rändelschrauben



Einlassanschluss IN



WARNHINWEIS: Bei Verwendung von Wasserstoff muss die DSC-Druckzelle so gefüllt werden, dass bei höheren Temperaturen keinesfalls Sauerstoff vorhanden ist.



VORSICHT: Bei Verwendung von Sauerstoff müssen Anschlüsse, Manometer und Leitungen verwendet werden, die für Sauerstoff zugelassen sind.

Der ausgewählte Regler muss zwei Manometer besitzen: ein Manometer zur Überwachung des Anlagendrucks und ein Manometer zur Überwachung des geregelten Ausgangsdrucks. Der Regler muss für den Anlagendruck ausgelegt sein. Der Ausgang muss für den maximalen Versuchsdruck von 7 MPa Skalenwert (1000 psig) zugelassen sein.



WARNHINWEIS: Die DSC-Druckzelle NICHT direkt mit einer unter Druck stehenden Gasversorgung verbinden; es muss immer ein geeigneter Druckregler zwischengeschaltet werden.



WARNHINWEIS: Die Schlauchleitung muss für den bei den Versuchen verwendeten Druck zugelassen sein.

4. Die Zellabdeckung entsprechend den Anweisungen auf der nächsten Seite anbringen und die DSC-Druckzelle nach dem Einbau kalibrieren. Hinweise zur Kalibrierung finden Sie in Kapitel 3.

Anbringen des Dress Cover an die Druckzelle (Q2000/Q1000 oder Q20P/Q10P)

Ein spezieller Dress Cover für die Druckzelle kann an der Zelle nach dem Einbau (in diesem Kapitel beschrieben) angebracht werden. Die Dress Cover für das Q20P/Q10P unterscheiden sich geringfügig von denen für das Q2000/Q1000. Der Dress Cover für das Q2000/Q1000 wurde etwas geändert, um die möglicherweise installierten Optionen Autosampler und AutoLid beim Q2000/Q1000 zu berücksichtigen. Beide Dress Cover können jedoch wie folgt angebracht werden. (Auf den Abbildungen ist das Modell Q20P/Q10P dargestellt.)

1. Den unteren Teil des Dress Cover wie in der oberen Abbildung gezeigt auf die Zellenbasis schieben. Das Unterteil nach hinten drücken, bis es die Rückseite des Geräts berührt.
2. Das Oberteil wie in der linken Abbildung gezeigt nach unten über den Steckverbinder der Zelle schieben und die Laschen im Oberteil auf die Schlitzte im Unterteil ausrichten.
3. Mit einem Schraubenzieher für Kreuzschlitzschrauben die einzelne Schraube eindrehen, die das Oberteil des Dress Cover hält.



Anbringen der Dress-Cover-Unterseite



Anbringen der Dress-Cover-Oberseite

Kapitel 3

Einsatz und Wartung der Druckzelle

Vorbereitungen

Wichtige Hinweise für den Einsatz von Sauerstoff in der DSC-Druckzelle

Wichtige Sicherheitshinweise



WARNHINWEIS: Wenn große Mengen von Kohlenwasserstoffen in der DSC-Druckzelle vorhanden sind, kann es zu einer intensiven Verbrennungsreaktion kommen, wodurch die DSC-Druckzelle beschädigt und der Bediener möglicherweise verletzt wird. Beachten Sie die folgenden Regeln, um diese Gefahr zu vermeiden:

(1) Reinigung der Versorgungsleitungen: Die Sauerstoffversorgungsleitungen, Ventile, Manometer und Regler müssen alle frei von Kohlenwasserstoffen und für die Verwendung mit Sauerstoff zugelassen sein. Wenden Sie sich an Ihren Händler, wenn Sie nicht sicher sind, ob ein Teil für den Betrieb mit Sauerstoff zugelassen ist. Wenn das Rohr innen „ölig“ riecht oder Flüssigkeitsrückstände bzw. Rußablagerungen aufweist, sind vermutlich Kohlenwasserstoffe vorhanden. Erkundigen Sie sich beim Gaslieferanten, wie das System gereinigt werden kann.

(2) Verunreinigung der Zelle: Das Druckgehäuse ausbauen und eine Sichtprüfung der DSC-Druckzelle auf Ölreste oder andere organische Verunreinigungen vornehmen. Die gesamte Sauerstoffdruckanlage muss frei von Kohlenwasserstoffen sein. Wenn eine Verunreinigung durch Kohlenwasserstoffe (verschüttete Proben, Ölreste, öliges Geruch, Ruß usw.) in der DSC-Druckzelle nicht auszuschließen ist, den Einsatz sofort abbrechen. Wenden Sie sich an die Service-Abteilung von TA Instruments unter der Rufnummer +1 (302) 427-4050, um eine Sicherheitsprüfung zu vereinbaren oder weitere Informationen anzufordern.

WARNHINWEIS: Alle Versorgungsleitungen überprüfen. Alle Leitungen, welche die DSC-Druckzelle mit anderen Geräten verbinden (Sauerstoffflasche, Manometer, Ventile, Regler usw.), müssen einen Außendurchmesser von 0,125 Zoll haben. Alle Anschlüsse, Leitungen, Manometer, Ventile und Regler müssen für einen Hochdruck bis 21 MPa Skalenwert (3000 psig) zugelassen und frei von Kohlenwasserstoffen sein.

Die Warnhinweise auf der vorherigen Seite beachten, wenn Sauerstoff in der DSC-Druckzelle eingesetzt werden soll und eine der folgenden Bedingungen zutrifft.

- ☐ Eine DSC-Druckzelle wurde neu installiert
- ☐ Veränderungen an den Versorgungsleitungen, Ventilen oder Manometern
- ☐ Verschütten einer Probe in der DSC-Druckzelle
- ☐ „Öliger“ Geruch der DSC-Druckzelle
- ☐ Wiederinbetriebnahme der DSC-Druckzelle nach längerer Zeit

Sie können für einen sicheren Betrieb der DSC-Druckzelle sorgen, wenn Sie die wichtigen Sicherheits- und Warnhinweise in diesem Abschnitt und im gesamten Handbuch beachten.

Wichtige Hinweise für den Einsatz von Wasserstoff in der DSC-Druckzelle

KEINEN Wasserstoff und keine anderen leicht entzündlichen Gase in den **Standard**-DSC-Zellen der Geräte der Q-Serie™ verwenden.



WARNHINWEIS: Wasserstoffgas muss mit äußerster Vorsicht behandelt werden. Das Gas ist leicht entzündlich, wenn es Kontakt mit oxidierenden Substanzen oder Flammen hat. [Nach dem Sax Safety Handbook, *Dangerous Properties of Industrial Materials*, zu gefährlichen Eigenschaften von industriell verwendeten Stoffen liegt das untere Explosionslimit (Lower Explosion Limit, LEL) unter Umgebungsbedingungen bei 4,1 % Wasserstoff in der Luft. Achten Sie darauf, dass die Wasserstoffkonzentration unter diesem Wert bleibt.] Bei Verwendung von Wasserstoff in der DSC-Druckzelle muss die Zelle vor dem Einfüllen von Wasserstoff zunächst gründlich mit Helium gespült werden.

WARNHINWEIS: Nach Abschluss des Versuchs muss die Zelle in eine Absaughaube entlüftet und wieder mit Helium gespült werden, bevor der Druckbehälter geöffnet wird.

WARNHINWEIS: Alle Versorgungsleitungen prüfen. Alle Leitungen, welche die DSC-Druckzelle mit anderen Geräten verbinden (Wasserstoffflasche, Manometer, Regler usw.), müssen einen Außendurchmesser von 0,125 Zoll haben. Alle Anschlüsse, Leitungen, Ventile, Manometer und Regler müssen für einen Hochdruck bis 21 MPa Skalenwert (3000 psig) zugelassen und alle Verbindungen zwischen Teilen müssen fest und dicht sein.

Wenden Sie sich bei Fragen zur Verwendung von Wasserstoff an die Anwendungs-Hotline von TA Instruments in den USA unter +1 (320) 427-4070.

Wenn Sie Fragen zur sicheren Verwendung der DSC-Druckzellen von TA Instruments haben, wenden Sie sich an die Anwendungs-Hotline in den USA unter +1 (320) 427-4070 oder an Ihren Vertreter von TA Instruments vor Ort.

Kalibrierung der Druckzelle

Im Interesse optimaler Versuchsergebnisse muss die DSC-Druckzelle nach dem ersten Einbau und bei Änderungen von Spülgas, Aufheizrate und/oder Druck in regelmäßigen Abständen kalibriert werden. Diese Kalibrierversuche werden mithilfe der Gerätesteuersoftware durchgeführt und analysiert. Details zur Durchführung der Kalibrierungen finden Sie in der Onlinehilfe-Dokumentation, die über das Hilfenü oder durch Klicken auf die Schaltfläche „Hilfe“ der Gerätesteuersoftware aufgerufen werden kann.

Kalibrierung von Anstieg und Versatz der Basislinie

Bei dem mit der DSC-Druckzelle gemessenen Wärmestrom handelt es sich um den Wärmestrom T1. Es wird eine Kalibrierung von Anstieg und Versatz der Basislinie durchgeführt. Dabei wird eine leere Zelle über den gesamten Temperaturbereich aufgeheizt, der bei späteren Versuchen zu erwarten ist. Die Kalibrierung dient zur Berechnung von Anstiegs- und Versatzwerten, um die Basislinie zu glätten und das Signal für den Wärmestrom auf Null zu setzen.

Kalibrierung der Wärmefunktionskonstante (Zellkonstante)

Diese Kalibrierung basiert auf einer Messung, bei der ein Standardmetall (z. B. Indium) bis zum Schmelzpunkt erwärmt wird. Die berechnete Schmelzwärme wird mit dem theoretischen Wert verglichen. Die Zellkonstante ist das Verhältnis zwischen diesen beiden Werten.

Der Kurvenanstieg bzw. der Wärmewiderstand ist ein Maß für die Unterdrückung des Temperaturanstiegs, der bei einer Schmelzprobe gegenüber dem Thermoelement eintritt. Theoretisch müsste eine Standardprobe bei einer konstanten Aufheizrate schmelzen. Wenn sie schmilzt und noch mehr Wärme entzieht, tritt zwischen der Probe und dem Thermoelement für die Probe ein Temperaturunterschied auf. Der Wärmewiderstand zwischen diesen beiden Punkten wird aus dem Anstieg des Wärmestroms über der Temperaturkurve an der vorderen Flanke des Schmelz-Peaks berechnet. Der Wert des Kurvenanstiegs wird bei kinetischen und Reinheitsberechnungen zur Korrektur des Wärmewiderstands verwendet.

Temperaturkalibrierung

Für die Temperaturkalibrierung wird ein Temperaturstandard (z. B. Indium) bis zum Schmelzpunkt erwärmt. Der aufgezeichnete Schmelzpunkt dieses Standards wird mit dem theoretischen Wert verglichen und die Differenz für die Temperaturkalibrierung errechnet. Bei dieser Kalibrierung kann dieselbe Datei verwendet werden wie bei der Kalibrierung der Zellkonstante.

Außerdem können bis zu vier weitere Standards zur Temperaturkalibrierung verwendet werden. Wenn nur ein Paar bekannter und beobachteter Punkte verwendet wird, ist die gesamte Kurve im Vergleich zum tatsächlichen Schmelzpunkt versetzt (verschoben). Wenn mehrere Standards verwendet werden, wird die Temperatur mit Hilfe der Methode des kleinsten Fehlerquadrats korrigiert. Die Temperaturkalibrierung mit mehreren Punkten ist genauer als die mit einem Punkt.

Druckkalibrierung

Die Druckkalibrierung ist bei den DSC-Druckzellen nicht unbedingt erforderlich. Bei der Druckkalibrierung wird der gemessene Druck an zwei Punkten, meist 1 Atmosphäre sowie ein weiterer Druckwert nach Wahl, mit dem von einem externen Manometer angezeigten Druck verglichen. Nähere Erläuterungen dazu finden Sie in der Online-Hilfe der Gerätesteuersoftware.

Durchführung eines DSC-Druckversuchs



WARNHINWEIS: Wird das Auslassventil OUT oder das Druckentlastungsventil während des Betriebs geöffnet, kann an den externen Leitungen oder Komponenten (z. B. dem Durchflussmesser) der volle Druck anliegen, für den diese Teile möglicherweise nicht geeignet sind. Wenn an der Zelle ein Unterdruck anliegt, würde der Druck zurück auf die Zelle wirken, die eine solche abrupte Druckänderung möglicherweise nicht aushält. Dadurch kann die Zelle schwer beschädigt werden.

Die DSC-Druckzelle von entzündlichen Stoffen fern halten.

Durchführen eines Versuchs

Die DSC-Druckzelle kann für Heizrampenversuche und für isotherme Versuche verwendet werden. Druckversuche können mit konstantem Volumen, konstantem Druck, dynamischem Druck (bei fester Spülgasrate) oder mit Unterdruck durchgeführt werden (weitere Hinweise finden Sie weiter unten in diesem Kapitel). In den folgenden Abschnitten werden die Versuchsbedingungen beschrieben, die ausschließlich für die DSC-Druckzelle gelten.

1. Das Spülgas auswählen (siehe Seite 24).
2. Ggf. externes Zubehör anschließen und konfigurieren (z. B. einen Durchflussmesser).
3. Eine Probe auswählen und vorbereiten. Dazu gehört die Vorbereitung einer Probe von passender Größe und passendem Gewicht, Auswahl von Tiegeltyp und -material sowie Verschluss der Probe im Tiegel. Nähere Angaben finden Sie in der Online-Dokumentation.
4. Die DSC-Druckzelle öffnen und den Proben Tiegel (und einen in ähnlicher Weise vorbereiteten Referenz Tiegel) in die Zelle einsetzen.
5. Die Druckzelle schließen und entsprechend den Anweisungen auf Seite 27, „Beaufschlagung der Zelle mit Druck“, mit Druck beaufschlagen.
6. Die Versuchs- und Verfahrensdaten über die TA-Steuereinheit eingeben. Dazu gehören sowohl die Proben- als auch die Gerätedaten. Die Anweisungen zum Betrieb der DSC-Druckzelle in diesem Kapitel befolgen.
7. Den Versuch starten. Nach Abschluss des Versuchs erst den Druck ablassen und dann die Druckzelle öffnen (siehe Seite 31).

Auswahl des Spülgases

Die DSC-Druckzelle ist für Spülgase wie Stickstoff, Luft, Sauerstoff, Wasserstoff, Argon, Helium, trockenes Kohlendioxid, Kohlenmonoxid sowie andere Gase zugelassen, die mit den Werkstoffen kompatibel sind, aus denen die Zelle besteht (Edelstahl, Kupfer, Konstantan, Silber, CHROMEL® und ALUMEL®). Welches Gas ausgewählt wird, hängt von der betreffenden Anwendung ab. Die Auswahl eines bestimmten Spülgases wird jedoch auch von anderen Überlegungen beeinflusst. Folgendes ist zu beachten:

- **Sicherheit:** Reaktive Gase wie Sauerstoff, Wasserstoff und Kohlenmonoxid können bei unsachgemäßer Verwendung eine Gefahr für die Gesundheit sowie ein Explosionsrisiko darstellen. Beachten Sie dazu die ausführlichen Warnhinweise in diesem Handbuch.
- **Wärmeleitfähigkeit:** Die hohe Wärmeleitfähigkeit von Gasen wie Wasserstoff und Helium kann die erreichbaren Versuchstemperaturen begrenzen. Die folgende Tabelle kann als Orientierungshilfe für solche Einschränkungen dienen.

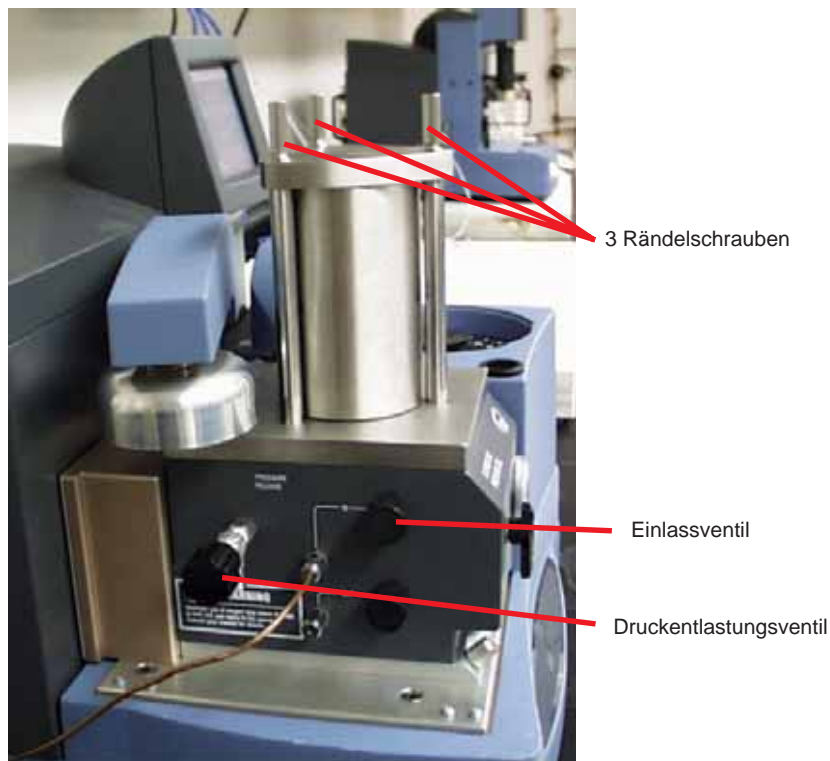
Grenzwerte für Gasdruck und -temperatur

Gas	Druck in MPa (psig)					
	°C/min	Umgebung	1.4 (200)	2.8 (400)	5.6 (800)	7,0 (1000)
Stickstoff	100	385°C	—	—	—	275°C
	50	720°C	600°C	—	—	—
	20	720°C	720°C	720°C	600°C	—
	10	720°C	720°C	720°C	—	655°C
Helium	100	255°C	—	—	—	—
	50	465°C	450°C	—	—	360°C
	20	—	570°C	535°C	—	455°C
	10	—	605°C	—	510°C	490°C
Wasserstoff	100	—	215°C	195°C	160°C	155°C
	50	—	370°C	325°C	290°C	265°C
	20	—	480°C	435°C	340°C	300°C
	10	—	540°C	495°C	425°C	300°C
HINWEIS: Striche (—) stehen für nicht ermittelte Werte.						

Einsetzen einer Probe in die DSC-Druckzelle

Sobald der Probeniegel vorbereitet ist und alle nötigen Versuchsdaten eingegeben sind, kann der Probeniegel in die DSC-Druckzelle geladen werden. Die DSC-Druckzelle muss bereits in das DSC eingebaut sein, bevor die Probe eingesetzt wird (siehe Einbauanleitung in Kapitel 2).

1. Das Einlassventil IN schließen (siehe obige Abbildung) um die Gaszufuhr zur Zelle zu unterbrechen.
2. Das Druckentlastungsventil (siehe obige Abbildung) langsam öffnen und offen lassen, damit in der Zelle Umgebungsdruck herrscht.
3. Die drei Rändelschrauben (siehe obige Abbildung) von der oberen Platte lösen. Zum Öffnen und Schließen der Zelle keine Werkzeuge verwenden.



VORSICHT: Wenn sich die Rändelschrauben nur schwer herausdrehen lassen (schwergängige Schrauben), steht die Druckzelle wahrscheinlich noch unter Druck, oder die Zellentemperatur ist zu hoch. (Hierbei handelt es sich um eine Sicherheitsvorrichtung.) Die Stellung des Ventils wie in Schritt 1 und 2 erläutert erneut überprüfen oder die Zelle auf unter 50°C abkühlen lassen (bei Temperaturen über 50°C besteht Verbrennungsgefahr).

4. Die obere Platte, die Zellabdeckung und den Silberdeckel entfernen.



VORSICHT: Wenn die Zelle kurz zuvor benutzt wurde, sind diese Teile evtl. noch sehr heiß. Aus Gründen des Arbeitsschutzes beim Umgang mit der oberen Platte Lederhandschuhe tragen und die Zellabdeckung aus Metall sowie den Silberdeckel mit einer Pinzette anfassen.

5. Die Proben- und Referenziegel so einsetzen, dass sich die Probe vorn und die Referenz hinten befindet. Die meisten Druckversuche werden mit offenen Probeniegeln durchgeführt, um einen optimalen Kontakt zwischen Probe und Spülgas sicherzustellen. Andere Tiegelkonfigurationen dienen für bestimmte Sondermessungen (z. B. Dampfdruckmessungen mit verschlossenen Tiegeln mit einem kleinen Loch). Ausführliche Angaben finden Sie in der Online-Hilfe.
6. Den Silberdeckel, die Zellabdeckung und die obere Platte wieder aufsetzen. Die obere Platte so weit wie möglich nach unten drücken; dabei darauf achten, weder den O-Ring zu beschädigen noch heftig gegen die Zelle zu stoßen, da sich sonst die Tiegel aus ihren Vertiefungen lösen könnten.

7. Die drei Rändelschrauben gleichmäßig *handfest* anziehen, die Gewinde müssen richtig greifen.
8. Die DSC-Druckzelle schließen und den Druck entsprechend den Anweisungen auf Seite 31, „Regeln des Zellendrucks“, einregeln.
9. Die Versuchs- und Verfahrensdaten über die TA-Steuereinheit eingeben. Dazu gehören sowohl die Proben- als auch die Gerätedaten.
10. Den Versuch starten. Nach Abschluss des Versuchs vorsichtig einen Druckausgleich durchführen, bevor Sie die Zelle öffnen.

Beaufschlagung der Zelle mit Druck

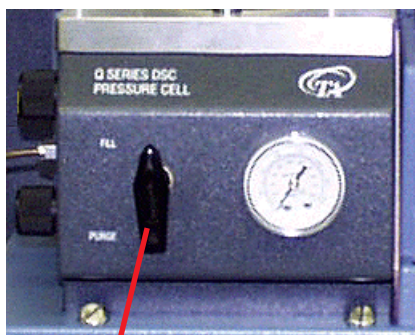
Die DSC-Druckzelle kann bei internen Drücken bis zu 7 MPa Skalenwert (1000 psig) bzw. bei Unterdrücken von bis zu 1 Pa (10^{-2} torr) betrieben werden. Die Zelle kann entweder durch Verdrängung oder durch Unterdruck mit Druck beaufschlagt werden.

HINWEIS: Bei dem Druckwandler in der QPDSC-Zelle handelt es sich um einen Druckwandler, der für den gesamten Druckskalenbereich von 7 MPa einsetzbar ist. Der Druckwandler kann Unterdruck messen und zeigt dann einen negativen Wert in kPa an, allerdings schränken der Versatz und die Auflösung dieses Druckwandlers den Einsatz unter Hochvakuumbedingungen ein. Zur exakten Messung unter Hochvakuumbedingungen muss ein externes Manometer angeschlossen werden.

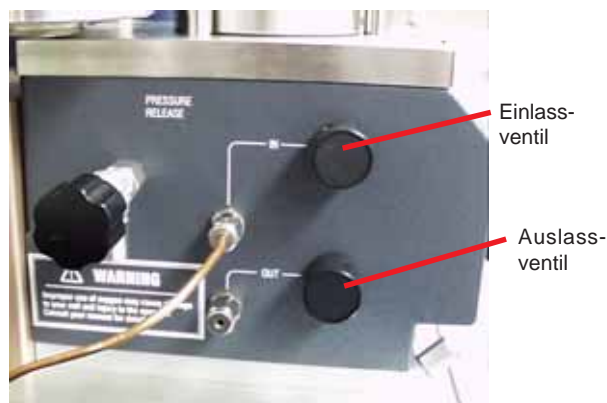
Beaufschlagung mit Druck durch Verdrängung

Die entsprechenden Ventile werden in den Abbildungen gezeigt.

1. Das Einlassventil IN schließen.
2. Das Auslassventil OUT schließen.
3. Das Ventil **Spülen/Füllen** wie in der Abbildung unten gezeigt auf **Füllen** stellen.



Ventil SPÜLEN/FÜLLEN



HINWEIS: Die Position Füllen dient zur anfänglichen Beaufschlagung der Zelle mit Druck, da das Gas direkt und nicht über die Zellenofenkammer in das Zellengehäuse strömt. Dadurch wird die Möglichkeit ausgeschlossen, dass der Probenriegel von der Sensorplattform „geblasen“ wird.

4. Den Leistungsregler des Quellgaszylinders auf den maximalen Anfangsdruck des Versuchs einstellen. Wenn

die Druckzelle mit einem konstanten Volumen betrieben werden soll, den Druck von 7 MPa Skalenwert (1000 psig) nicht überschreiten.

5. Das Einlassventil IN vorsichtig öffnen, bis das Gas die Zelle mit einem Druck von etwa 2 MPa Skalenwert (300 psig) gefüllt hat.
6. Das Einlassventil IN schließen und vorsichtig das Druckentlastungsventil öffnen, bis ein Druckausgleich mit der Umgebung erreicht ist.
7. Das Druckentlastungsventil schließen.
8. Das Einlassventil IN öffnen und den Druckaufbau bis zum gewünschten Wert abwarten.

HINWEIS: Bei Durchführung von isothermen Versuchen, bei denen es wünschenswert ist, nach dem Erreichen der Temperatur das Gas zu wechseln (z. B. bei Prüfungen der Oxidationsbeständigkeit), muss die Zelle zunächst bei Raumtemperatur mit einem inerten Gas (z. B. Stickstoff) mit einem Druck beaufschlagt werden, der leicht unter dem gewünschten Enddruck liegt. Danach sollte eine thermische Beaufschlagung mit Druck durch Verdrängung erfolgen (nur eine Sequenz ohne und mit Füllung), um das gewünschte Gas einzufüllen. Das Gas sollte mit dem gewünschten Druck eingefüllt werden, der leicht über dem Druck des inerten Gases liegt, das verdrängt wird.

9. Das Ventil **Spülen/Füllen** wieder in Position **Spülen** stellen, sobald die Zelle unter Druck steht.

Beaufschlagung mit Druck durch Unterdruck

1. Eine Vakuumpumpe und einen Unterdruckschlauch am Auslass des Druckentlastungsventils anschließen. Zur Messung des Pumpenförderdrucks ein Manometer mit einem T-Stück an dem Schlauch anschließen.
2. Alle drei Ventile der Zelle schließen: Ein- und Auslassventil (OUT/IN) und Druckentlastungsventil.
3. Das Ventil **Spülen/Füllen** auf **Füllen** stellen.

HINWEIS: Die Position FILL (Füllen) dient zur anfänglichen Beaufschlagung der Zelle mit Druck, da das Gas direkt und nicht über die Zellenofenkammer in das Zellengehäuse strömt. Dadurch wird die Möglichkeit ausgeschlossen, dass der Probeniegel von der Sensorplattform „geblasen“ wird.

4. Die Vakuumpumpe einschalten und das Druckentlastungsventil öffnen. Danach vorsichtig das Einlassventil (IN) öffnen, damit das Quellgas in die Zelle strömt. Den Förderdruck der Vakuumpumpe kontrollieren, solange Gas durch die Zelle strömt. Diesen Druck mit dem Einlassventil (IN) einstellen. Der Pumpendruck darf den vom Hersteller angegebenen Betriebsdruck für die Pumpe nicht übersteigen.
5. Das Gas mehrere Minuten durch die Zelle strömen lassen.
6. Zuerst das Druckentlastungsventil schließen, dann die Vakuumpumpe abschalten und das Einlassventil (IN) öffnen, damit sich der gewünschte Druck aufbauen kann.

HINWEIS: Bei der Arbeit mit Wasserstoff ist die Beaufschlagung mit Druck durch Unterdruck vorzuziehen, um sicherzustellen, dass vor der Füllung mit Wasserstoff der gesamte Sauerstoff aus der Zelle entfernt ist.

Regelung des Zellendrucks

Vor Beginn des Versuchs muss sichergestellt sein, dass die DSC-Druckzelle mit dem für den Versuch benötigten Druck beaufschlagt (gefüllt) ist. Richtlinien zum Betrieb mit konstantem Volumen, konstantem Druck und dynamischem Druck finden Sie hier. Die Position des Ventils **Spülen/Füllen** wird in der rechten Abbildung gezeigt. Bei der Durchführung von Versuchen wird der Druck in der Datei gespeichert.

HINWEIS: Wenn der Druckwandler während eines Versuchs einen Druck von mehr als 7,6 MPa (1100 psig) anzeigt, wird der Versuch abgebrochen.



Ventil SPÜLEN/FÜLLEN

Betrieb bei konstantem Volumen

HINWEIS: Bei Betrieb mit konstantem Volumen wird die Zelle zunächst bis zu einem Sollwert mit Druck beaufschlagt, danach werden alle Ein- und Auslassanschlüsse geschlossen. Der tatsächliche Druck in der Zelle steigt während des Versuchs mit steigender Temperatur. Der Zellendruck wird als Echtzeitsignal angezeigt und kann bei entsprechender Auswahl auch als Signal in der Datei gespeichert werden.

Nach der Druckbeaufschlagung der Zelle kontrollieren, ob alle drei Ventile der Zelle geschlossen sind und ob die Druckzelle den gewünschten Druck beinahe erreicht hat und das Ventil **Spülen/Füllen** auf **Spülen** eingestellt ist. Der auf dem Gerätedisplay angezeigte Zellendruck gibt den Innendruck der Zelle an.

Wenn der Zellendruck unter dem gewünschten Anfangssolldruck liegt, den Druck mit dem Einlassventil (IN) erhöhen. Wenn der Zellendruck zu hoch ist, den Druck mit dem Auslassventil OUT verringern. Das Ein- und das Auslassventil IN bzw. OUT jedoch vorsichtig einsetzen. Die Druckanzeige erfolgt bei allen Manometern zeitverzögert; werden die Ventile zu schnell oder zu weit geöffnet, liegt der erreichte Druck über oder unter dem gewünschten Anfangsdruck.



WARNHINWEIS: Der maximal zulässige Anfangsdruck für den Betrieb mit konstantem Volumen liegt bei Raumtemperatur bei maximal 7,0 MPa (1000 psig). Diesen Wert NICHT überschreiten.

Sobald der Enddruck erreicht ist, alle Ventile der Zelle schließen.

Betrieb mit konstantem Druck

HINWEIS: Bei Betrieb mit konstantem Druck wird die Zelle zunächst mit dem Solldruck beaufschlagt. Danach wird mit einem Durchflussmesser und dem Auslassventil (OUT) eine leichte Druckentlastung vorgenommen. Auf diese Weise lässt sich bei steigender Temperatur der Druckanstieg ausgleichen.

Für die Arbeit mit konstantem Druck ist ein Durchflussmesser am Auslassventil (OUT) erforderlich, damit überschüssiger Druck abgebaut werden kann.

Nach der ersten Druckbeaufschlagung müssen alle drei Ventile der Zelle geschlossen sein, und die Zelle muss fast den Solldruck aufweisen; das Ventil **Spülen/Füllen** muss auf **Füllen** eingestellt sein.

1. Den Regler für das Quellgas auf den gewünschten Betriebsdruck einstellen.
2. Die Anschlüsse des nicht gedrosselten Durchflussmessers am Auslassanschluss (OUT) der Zelle kontrollieren. Das Auslassventil (OUT) schließen. (Die Position des Ein- und Auslassventils (IN und OUT) finden Sie in der folgenden Abbildung).



3. Das Einlassventil (IN) der Zelle langsam öffnen. Den Zelleninnendruck auf dem Gerätedisplay ablesen und warten, bis dieser sich auf den gewünschten Betriebsdruck stabilisiert hat.
4. Das Auslassventil (OUT) vorsichtig öffnen.
5. Mit dem Auslassventil die Flussrate durch den ungedrosselten Durchflussmesser auf 1 Liter/Minute einstellen. Aus der Zelle muss Gas ausströmen. Die Stabilisierung des Zelleninnendrucks auf den gewünschten Betriebsdruck abwarten.
6. Das Ventil **Spülen/Füllen** auf **Spülen** stellen.

Betrieb mit dynamischem Druck (feste Spülgasrate)

HINWEIS: Bei Betrieb mit dynamischem Druck (konstante Flussrate) wird die Zelle zunächst mit einem Solldruck beaufschlagt. Danach erfolgt eine dynamische Spülung durch Öffnen sowohl des Ein- als auch des Auslassventils. Auf diese Weise wird eine konstante Flussrate am Auslass erreicht.

Nach der ersten Druckbeaufschlagung der Zelle müssen alle drei Ventile der Zelle geschlossen sein, die Zelle muss fast den Solldruck aufweisen, und das Ventil **Spülen/Füllen** muss auf **Füllen** eingestellt sein. Bei diesem Betriebsmodus muss am Auslassanschluss ein ungedrosselter Durchflussmesser angeschlossen werden.

1. Den Regler des Quellgaszylinders auf einen geeigneten Druck einstellen.
2. Das Einlassventil (IN) vorsichtig öffnen.
3. Das Auslassventil (OUT) vorsichtig öffnen. Die Stabilisierung der Flussrate am Durchflussmesser abwarten. Wenn eine genauere Flussrateneinstellung erwünscht ist, kann zwischen dem Auslassanschluss OUT und dem Durchflussmesser ein Stromregelventil angeschlossen werden.

4. Das Auslassventil (OUT) so einstellen, dass auf dem Durchflussmesser der gewünschte Wert (meist 50 ml/min) angezeigt wird. Wenn die Flussrate bei voll geöffnetem Auslassventil zu niedrig ist, die Stellung des Einlassventils kontrollieren. Gegebenenfalls das Einlassventil vorsichtig weiter öffnen. Wenn sich dadurch die Flussrate nicht auf den Sollwert steigern lässt, muss der Quellgasdruck geändert werden.
5. Zur Veränderung des Quellgasdrucks alle drei Ventile schließen und dann den Vorgang ab Schritt 1 wiederholen.
6. Die Stabilisierung von Druck und Flussrate auf die Sollwerte abwarten. Das Ventil **Spülen/Füllen** auf **Spülen** stellen.

Da ein Durchflussmesser in dieser Position Verbindung mit der Atmosphäre hat, die Druckdifferenz bei der Berechnung der Flussrate der Probe bei erhöhtem Druck berücksichtigen. Bei dieser Konfiguration strömt das Spülgas durch den Heizblock direkt in die Probenkammer. Auf diese Weise wird das Spülgas vorgeheizt, bevor es Kontakt mit der Probe hat, und spült außerdem flüchtige Stoffe oder durch Zersetzung gebildete Gase der Probe durch den Silberdeckel aus der Probenkammer.



WARNHINWEIS: Die Leitung hinter dem Durchflussmesser darf nicht gedrosselt sein. Eine gedrosselte Leitung bewirkt eine Druckbelastung des Durchflussmessers.

Druckentlastung der Druckzelle

Nach Abschluss des Versuchs mit der DSC-Druckzelle den Zellendruck durch Öffnung des Druckentlastungsventils vorsichtig ablassen.



WARNHINWEIS: Die Abgase, die über das Druckentlastungsventil austreten, können noch so heiß sein, dass sie Verbrennungen, Brände oder Sachbeschädigungen verursachen.



VORSICHT: Durch zu schnelle Druckentlastung kann die Zelle beschädigt werden.



WARNHINWEIS: Beim Arbeiten mit Wasserstoff als Spülgas muss die Zelle an eine Absaughaube angeschlossen und dann mit einem inerten Gas (Helium) gespült werden, bevor der Druckbehälter geöffnet wird.

Betrieb bei Unterdruck

Zum Betrieb der DSC-Druckzelle mit Unterdruck ein Unterdrucksystem an das Druckentlastungsventil anschließen und die beiden anderen Ventile geschlossen lassen.

Um die normale Empfindlichkeit und Auflösung bei Unterdruckbetrieb sicherzustellen, muss ein wärmeleitfähiges Material (vorzugsweise Wärmeleitpaste) zwischen der Konstantanscheibe und den Tiegeln aufgebracht werden. Silikonfette für Kühlkörper (Dow Corning Typ 340 o. ä.) eignen sich sehr gut. Hochvakuum-Silikonfette können ebenfalls verwendet werden. Diese dürfen bei Temperaturen über 200°C nicht verwendet werden.

Einsatz im modulierten Betrieb

Modulierte DSC®-Versuche können in der DSC-Druckzelle des Modells Q2000/Q1000 durchgeführt werden, solange die Zelle unter Druck steht. (Die MDSC®-Option wird für das Gerät Q20P/Q10P nicht angeboten.) Auf diese Weise können Dateien für MDSC® unter Druck angelegt werden.

Die Versuchsparameter (z. B. Modulationsdauer und Modulationsamplitude) werden nach den gleichen Kriterien ausgewählt, wie sie in der Online-Hilfe der Software Advantage Q-Serie™ für normale DSC-Messungen bei Umgebungsdruck beschrieben werden. Beachten Sie jedoch, dass der akzeptable Bereich für diese Parameter von der Art und dem Druck des Spülgases abhängt. Um aussagefähige Ergebnisse beim modulierten DSC-Betrieb zu erhalten, müssen die Versuche bei Temperaturen über 100°C durchgeführt werden.

Einsatz bei Tieftemperaturen

Die DSC-Druckzelle wird normalerweise für Versuche bei Umgebungstemperatur oder darüber eingesetzt; sie kann jedoch auch für Tieftemperaturen verwendet werden, wenn die folgenden Hinweise beachtet werden. Dazu muss ein Schnellkühlaufsatz (PN 900674.901) verwendet werden, ein optionales Zubehör von TA Instruments.

1. Das Einlassventil schließen, um die Gasversorgung zur Zelle zu unterbrechen.
2. Vorsichtig das Druckentlastungsventil öffnen und offen lassen, damit in der Zelle Umgebungsdruck herrscht.
3. Die drei Rändelschrauben der oberen Platte lösen. Zum Öffnen und Schließen der Zelle keine Werkzeuge verwenden.



VORSICHT: Wenn die Rändelschrauben sich nur schwer herausdrehen lassen (schwergängige Schrauben), steht die Druckzelle wahrscheinlich noch unter Druck, oder die Zelltemperatur ist zu hoch. (Hierbei handelt es sich um eine Sicherheitsvorrichtung.) Die Stellung des Ventils wie in Schritt 1 und 2 erläutert erneut überprüfen oder die Zelle auf unter 50°C abkühlen lassen (bei Temperaturen über 50°C besteht Verbrennungsgefahr).

4. Die obere Platte, die Zellabdeckung und den Silberdeckel entfernen.



VORSICHT: Wenn die Zelle kurz zuvor benutzt wurde, sind diese Teile evtl. noch sehr heiß. Aus Gründen des Arbeitsschutzes beim Umgang mit der oberen Platte Lederhandschuhe tragen und die Zellabdeckung aus Metall sowie den Silberdeckel mit einer Pinzette anfassen.

5. Die Proben- und Referenztiegel so einsetzen, dass sich die Probe vorn und die Referenz hinten befindet.
6. Den Schnellkühlaufsatz oben in der DSC-Druckzelle anbringen und flüssigen Stickstoff oder ein anderes geeignetes Kühlmittel hinzufügen (z. B. Trockeneis usw.). Die Warnungen und Sicherheitshinweise beim Umgang mit flüssigem Stickstoff beachten, die am Anfang dieses Handbuchs zu finden sind.



VORSICHT: Flüssigen Stickstoff NICHT direkt in die DSC-Druckzelle gießen, da die Zelle dadurch beschädigt werden kann.

7. Wenn die Druckzelle die gewünschte Tieftemperatur erreicht hat, den Schnellkühlaufsatz entfernen und den Silberdeckel, die Zellabdeckung und die obere Platte wieder aufsetzen. Die obere Platte so weit wie möglich nach unten drücken; dabei darauf achten, weder den O-Ring zu beschädigen noch heftig gegen die Zelle zu stoßen, da sich sonst die Tiegel aus ihren Vertiefungen lösen könnten.

HINWEIS: Die tiefste Temperatur, bei der mit stabiler Leistung der DSC-Druckzelle gerechnet werden kann, liegt bei -130°C .

8. Die drei Rändelschrauben gleichmäßig *handfest* anziehen; die Gewinde müssen richtig greifen.
9. Die Zelle mit Druck beaufschlagen und den Versuch beginnen. Nach Abschluss des Versuchs vorsichtig einen Druckausgleich durchführen, bevor Sie die Zelle öffnen (siehe Seite 31).

Wartung und Diagnose

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.



VORSICHT: Vor Durchführung von Reinigungs- oder Dekontaminierungsarbeiten, die nicht vom Hersteller empfohlen sind, sollten die Nutzer beim Hersteller anfragen, ob mit dem vorgesehenen Verfahren das Gerät beschädigt werden kann.

Reinigung einer kontaminierten Druckzelle

Eine schlechte Basislinie ist oft ein Hinweis auf eine kontaminierte Zelle. DSC-Druckzellen müssen sorgfältig gereinigt werden, um einen einwandfreien Betrieb sicherzustellen. Ein Abkratzen der Verunreinigungen von der Konstantanscheibe der Zelle wird **nicht empfohlen**, da die Konstantanscheibe sehr dünn ist (etwa 0,1 mm) und sich bei Deformationen der Konstantanscheibe die Basislinie ändern kann.

Wenn die Basislinie durch Proben verunreinigt ist, wird folgende Reinigungsmethode vorgeschlagen:

1. Nehmen Sie alle Tiegel aus der Zelle heraus.
2. Schließen Sie die Luftspülleitung an.
3. Die Zelle vorsichtig mit einem kleinen Glasfaserpinsel abbürsten (im DSC-Zubehörkit enthalten).
4. Die Scheibe mit Druckluft reinigen.

HINWEIS: Arbeitsschutzbrille oder Gesichtsschutz tragen, wenn die Druckzelle mit Druckluft gereinigt wird.

5. Die Reinigung mit dem Aufheizen der Zelle mit Luft als Spülgas auf 50°C über der maximalen Betriebstemperatur bzw. auf höchstens 600°C beginnen. Eine Aufheizrate von 20°C/min verwenden. Eine Rampe auf 600°C einstellen und dann die Temperatur 15 Minuten isotherm halten.
6. Nach dem Abkühlen der Zelle die Schritte 3 und 4 wiederholen.
7. Den Versuch wiederholen und die Basislinien vergleichen. Wenn sich eine deutliche Verbesserung ergibt, die Basislinie aber noch nicht akzeptabel ist, ist die Verunreinigung wahrscheinlich oxidiert und nur noch eine inerte Schlacke. Den Versuch erneut durchführen und auf weitere Verbesserungen kontrollieren.
8. Sobald die Basislinie zufriedenstellend ist, können Sie mit dem Routinebetrieb fortfahren.

Wenn die Konstantanscheibe sauber aussieht und weder verbogen noch gerissen ist, aber immer noch Probleme mit der Basislinie bestehen, ist die Ursache wahrscheinlich keine Verunreinigung; die Druckzelle muss dann ersetzt werden (wenden Sie sich an Ihren Ansprechpartner von TA Instruments).

Läppen des Silberdeckels und Rings

Wenn ein sinusförmiges Basislinienrauschen in der Wärmestromkurve der DSC-Druckzelle bei Druckbelastung festgestellt wird, haben sich der Silberdeckel und der Dichtungsring (die Silberkante, auf der der Deckel sitzt) etwas verzogen und müssen vor dem nächsten Versuchsdurchlauf mit dem Läppwerkzeug geglättet werden. Das Läppwerkzeug wird zusammen mit der DSC-Druckzelle geliefert.

1. Den Silberdeckel mit der Griffseite nach oben auf feinem Schmirgelpapier (Körnung 600) auf einer flachen, ebenen Fläche ablegen und den Deckel in kreisenden, 8-förmigen Bewegungen bewegen, bis die verformten Flächen geglättet sind.
2. Zum Glätten des Dichtungsringes ein Stück Schleifpapier (Körnung 400) mit dem mitgelieferten doppelseitigen Klebeband an dem Läppwerkzeug befestigen. Das Papier mit einer Schere oder einem Rasiermesser auf die Werkzeuggröße zuschneiden. Das Läppwerkzeug (PN 008837.001) auf dem Ring hin- und herdrehen und dabei leichten bis mäßigen Druck ausüben. Anschließend mit einem Glasfaserpinsel und Druckluft vorsichtig reinigen.

HINWEIS: Arbeitsschutzbrille oder Gesichtsschutz tragen, wenn die Druckzelle mit Druckluft gereinigt wird.

Ersatzteile

Die folgende Tabelle enthält die Ersatzteile für das DSC-Gerät, die bei TA Instruments bestellt werden können. Teile können bei den in der Liste weiter unten angegebenen Vertretungen bestellt werden.

Bestellnummer	Beschreibung
202813.039	O-Ring, Druckzylinderdichtung der DSC-Druckzelle
008837.001	Läppwerkzeug für den Dichtungsring
900969.001	Silberdeckel der DSC-Druckzelle
900601.901	Isolierung der DSC-Druckzelle
900674.901	DSC-Schnellkühlaufsatz
970800.901	DSC-Ersatzdruckzelle

A

ALUMEL®-Draht 13

Auflösung 31

Ausbau

DSC-Standardzelle 15

auspacken 15

B

Basislinie

Probleme 33

Basislinienrauschen

Ursache 34

Beaufschlagung mit Druck

Zelle 27

Betrieb bei konstantem Volumen 29

Betrieb bei Unterdruck 31

Betrieb mit dynamischem Druck 30

Betrieb mit fester Spülgasrate 30

Betrieb mit konstantem Druck 29

Betrieb mit konstantem Volumen 29

C

CE-Vorschriften 7

D

Diagnose 33

Differential Scanning Calorimeter (DSC). *See also* instrument

Dress Cover

anbringen 19

entfernen 17

Druck

Druckentlastung 31

Regelung 29

Druckentlastungsventil 13

Druckkalibrierung 23

Druckwandler 13

DSC-Druckzelle

Beschreibung 13

Einbau 18

installieren 15

technische Daten 14

verpacken 15

Durchflussmesser 29

E

Einhaltung von CE-Bestimmungen 7

Einsatz bei Tieftemperaturen 32

Einsatz bei Unterdruck 9

Einsetzen der Probenziegel 26, 32

Einsetzen der Referenzziegel 26, 32

elektrische Sicherheit 11

Elektromagnetische Verträglichkeit 7

Empfindlichkeit 31

Erfüllung behördlicher Verordnungen 7

Ersatzteile für die DSC-Druckzelle 35

F

Fehlerbehebung

Rändelschrauben lassen sich nur schwer herausdrehen 32

Flussrate 31

Flussrateneinstellung 30

Funktionen der DSC-Druckzelle 13

G

Gasunterdruck 28

Gasverdrängung 27

Gaswechsel in der DSC-Druckzelle 27

Gerät

auspacken 15

verpacken 15

Wartung 33

Geruch

Vorsicht bei öligem Geruch 9

Warnhinweis bei öligem Geruch 21

I

installieren

DSC-Druckzelle 15

K

Kalibrierung

Basislinienversatz 23

Druck 23

Temperatur 23

Wärmefunktionskonstante 23

Zellkonstante 23

Kalibrierung der Zellkonstante 23

Kalibrierung des Basislinienanstiegs 23

Kalibrierung des Basislinienversatzes 23

Kohlenwasserstoffe

Reinigen von Versorgungsleitungen 9

Reinigung der Versorgungsleitungen 21

Warnhinweise 9, 21

Konstantanscheibe 13

kontaminierte Zelle

Reinigung 9

L

Läppwerkzeug 34

M

modulierter Modus

Betrieb im 32

O

obere Platte 26, 33

öliger Geruch 9, 21

P

PDSC. *See also* pressure DSC cell

PDSC-Versuche bei Tieftemperaturen 32

Probe(n)
Einsetzen 26

Probentiegel
Einsetzen 26, 32

Q

Q1000
Dress Cover anbringen 19
Standardzelle und Abdeckungen entfernen 15

Q10P 19
Anbringen des Dress Cover 19
Dress Cover entfernen 17

R

Rändelschrauben
lassen sich nur schwer herausdrehen 32

Referenztiegel
Einsetzen 26, 32

Regler 18

Reinigung der Zelle 33

S

Sauerstoff
Sicherheit bei der Verwendung 9, 21
Verwendung in der Druckzelle 9, 21
Warnhinweise vor der Verwendung 21
Warnhinweise vor Verwendung 9

Schnellkühlaufsatz 32
Verwendung für Druckversuche 32

Sicherheit
Verwendung von Sauerstoff 9, 21
Verwendung von Wasserstoff 10, 22

Sicherheitsnormen 7

Spülgas
Druckregelung 18

T

technische Daten
DSC-Druckzelle 14

Teile der DSC-Druckzelle 13

Teileliste 35

Temperaturkalibrierung 23

thermische Sicherheit 11

Thermoelemente 13

U

Unterdruck

zur Beaufschlagung der Zelle mit Druck 28

V

Vakuumpumpe 28

Ventile der Zelle 30

Verdrängung

zur Beaufschlagung der Zelle mit Druck 27

verpacken 15

Versuch(e)

Druckentlastung 31

Durchführung 24

Einsetzen einer Probe 26

Wechsel des Gases 27

Versuche

Basislinienrauschen 34

Einsatz bei Tieftemperaturen 32

Läppen des Silberdeckels und Rings 34

Regelung des Zellendrucks 29

W

Warnhinweise

heiße Teile 8

sehr heiß 11

Warnsymbole

auf der Druckzelle 8

heiße Teile 8

hohe Spannung 8

Warnhinweise 8

Wartung 33

Wasserstoff

Sicherheit bei der Verwendung 22

Verwendung in der Druckzelle 10, 22

Warnhinweise vor der Verwendung 22

Warnhinweise vor Verwendung 10

Z

Zelle

- Ausbau der Standardzelle beim Modell Q1000 15
- Beaufschlagung mit Druck
 - durch Verdrängung 27
- Dress Cover entfernen 15
- Entfernen der Dress Cover der Zelle beim Q10P 17
- Kühlung 32
- Reinigung bei Verunreinigung 9, 21

Zellendruck

- Druckentlastung 31
- Regelung 29