

SDT

Simultane DSC-TGA



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.

Wichtiger Hinweis: TA Instruments Nachtrag zum Handbuch

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

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

Inhaltsverzeichnis

Wichtiger Hinweis: TA Instruments Nachtrag zum Handbuch	3
Inhaltsverzeichnis	4
Sicherheits- und Warnhinweise	6
Erfüllung behördlicher Auflagen	7
Sicherheitsnormen	7
Elektromagnetische Verträglichkeit	7
Sicherheit	8
Warnsymbole am Gerät	8
Elektrische Sicherheit	9
Sicherheit beim Umgang mit Chemikalien	9
.....	9
Thermische Sicherheit	9
Mechanische Sicherheit	10
Heben des Geräts	10
Kapitel 1: SDT - Einführung	11
Übersicht	11
Komponenten	11
Der SDT Touchscreen mit QNX/PlatinumTM Software	13
Die Hauptfunktionstasten	13
Die Tasten des Menüs „Control/Steuerung“	14
Die Tasten des Menüs „Display / Anzeige“	16
Kalibrieroptionen	17
Der SDT Q600 Touchscreen (Original, keine QNX Platinum Software)	18
Hauptfunktionstasten	18
Die Tasten des Menü „Steuerung“	19
Die Tasten des Menüs „Display“	20
Technische Gerätedaten	21
SDT-Gerätedaten	21
SDT-Probenentnahmesystem/Betriebsparameter	22
Kapitel 2: Installieren des SDT	25
Auspacken/Verpacken des SDT-Geräts	25
Installieren des Geräts	25
Überprüfen des Systems	25
Auswählen eines Standorts	26
Anschließen von Kabeln und Leitungen	27
Anschlüsse	27
Einrichtung des Ethernet-Switch	29
Anschluss des Geräts an den Switch	29

Anschließen der Steuereinheit an den Switch	29
Anschließen der Steuereinheit an ein LAN	30
Spülgasleitungen	31
Sekundärspülgasleitung	32
Kühlgasleitung	33
Spannungskonfigurationseinheit	34
Netzschalter	35
Netzkabel	35
Auspacken der Waage	36
Starten des Geräts	39
Herunterfahren des Geräts	39
Kapitel 3: Einsatz, Wartung & Diagnose	41
Betrieb des SDT	41
Vorbereitungen	41
Kalibrierung des SDT-Geräts	42
TGA-Gewichtskalibrierung	42
Kalibrierung der DTA-Basislinie	42
Temperaturkalibrierung	43
DSC-Wärmestromkalibrierung	43
Doppelproben-Kalibrierung	43
Durchführung eines SDT-Versuchs	44
Ablauf des Versuchs	44
Auswahl des SDT-Modus und der Signale	44
SDT-Proben vorbereiten	45
Tarieren und Laden der SDT-Probenbecher	46
Betrieb mit zwei Proben	48
Einrichten der Spülgase	49
Primäres Spülgas	49
Sekundäres Spülgas	49
Starten eines Versuchs	50
Stoppen eines Versuchs	50
Wartung des Geräts	51
Reinigen des Geräts	51
Reinigung des Ofens	51
Reinigung der Schutzabdeckung (Faltenstulpe)	51
Auswechseln der Sicherungen	52
Ersatzteile	53
Sicherungen, Leitungen und Kabel	53
SDT-Zubehör und Probenbecher	53
SDT-Kalibrierungs-/Referenzmaterialien	53
Index	55

Sicherheits- und Warnhinweise

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

Ein HINWEIS enthält wichtige Informationen zur Geräteausrüstung oder den Betriebsverfahren.



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



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

Erfüllung behördlicher Auflagen

Sicherheitsnormen

Für Kanada:

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

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

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

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

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

Für die Vereinigten Staaten:

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

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

Elektromagnetische Verträglichkeit

Für Australien und Neuseeland:

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

Für Kanada:

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

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

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

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

Für die Vereinigten Staaten:

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

Sicherheit



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

Warnsymbole am Gerät

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

Symbol	Erläuterung
	Dieses Symbol an der Vorderseite des SDT-Ofens warnt vor heißen Oberflächen. Vermeiden Sie die Berührung dieses Bereiches sowie den Kontakt dieser Flächen mit schmelz- oder brennbaren Materialien.
	<p>Dieses Symbol befindet sich an der hinteren Abdeckung und weist darauf hin, dass Sie das Gerät <i>vor</i> dem Durchführen aller Wartungs- oder Reparaturarbeiten unbedingt vom Stromnetz trennen müssen. Die in diesem System vorhandenen Spannungen übersteigen 120/240 VAC.</p> <p>Das Gerät führt hohe Spannungen. 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 an der Waagenseite des Ofens warnt vor der Gefahr des Einklemmens durch spitze Gegenstände. Bevor der Ofen geschlossen wird, muss dieser Bereich frei sein.

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

Elektrische Sicherheit

Ziehen Sie *vor* dem Durchführen aller Wartungs- oder Reparaturarbeiten den Netzstecker. In dem Gerät liegen Spannungen über 120 Volt an.



WARNHINWEIS: Das Gerät führt hohe Spannungen. 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.



WARNHINWEIS: Nach dem Transport oder der Lagerung in einer feuchten Umgebung erfüllt das Gerät unter Umständen nicht mehr alle Sicherheitsforderungen der hier aufgeführten Sicherheitsnormen. Im Hinweis VORSICHT auf Seite 28 finden Sie eine Beschreibung zum Trocknen des Geräts vor der Benutzung.

Sicherheit beim Umgang mit Chemikalien

Verwenden Sie nur die in Kapitel 1 aufgeführten Spülgase. Die Benutzung anderer Gase kann Schäden am Gerät oder Verletzungen des Bedieners verursachen.



WARNHINWEIS: Verwenden Sie im SDT-Ofen keinen Wasserstoff oder korrodierende oder entzündlichen Gase. Als Spülgas im SDT kann Luft eingesetzt werden. Der Ofen muss jedoch frei von flüchtigen Kohlenwasserstoffen bleiben, die verbrennen können.



WARNHINWEIS: Die SDT-Ofenbaugruppe enthält eine Schicht feuerfester Keramikfaserisolierung. Diese Isolierung ist vollständig in der Ofenbaugruppe versiegelt und darf nicht entfernt werden.



WARNHINWEIS: Wenn Sie Proben verwenden, die schädliche Gase emittieren können, ist das SDT-Gerät zwecks besserer Belüftung in der Nähe eines Abzugs aufzustellen.

Thermische Sicherheit

Nach Durchführung eines Versuchs den offenen Ofen und die Waagenarme abkühlen lassen, bevor Sie diese berühren.



WARNHINWEIS: Während einer Messung kann der Ofen so heiß sein, dass es zu Hautverbrennungen kommen kann. Vermeiden Sie daher, den Ofen während der Versuche zu berühren.

Mechanische Sicherheit



WARNHINWEIS: Halten Sie Ihre Hände und andere Gegenstände vom Ofen fern, wenn dieser sich bewegt. Die Ofendichtung ist sehr fest.

Heben des Geräts

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



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

Kapitel 1

SDT - Einführung

Übersicht

Beim SDT-Gerät (Simultane DSC-TGA Q-Serie™) (SDT Q600) handelt es sich um ein Analysegerät, das gleichzeitig eine dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC) und eine thermogravimetrische Analyse (TGA) durchführen kann.

Das SDT misst den Wärmestrom und die Masseänderungen bei Übergängen und Reaktionen in Stoffen in einem Temperaturbereich zwischen der Umgebungstemperatur und 1500°C; die ermittelten Daten unterscheiden zwischen endothermen und exothermen Ereignissen ohne damit verbundene Masseänderung (z. B. Schmelze und Kristallisation) sowie Ereignissen mit Masseänderung (z. B. Zersetzung). Da gleichzeitig DSC- und TGA-Messungen mit der gleichen Probe und mit dem gleichen Gerät durchgeführt werden, ergibt sich eine höhere Produktivität; außerdem wird die Anzahl der Versuchs- und Probenvariablen reduziert, die sich auf die Datenanalyse auswirken.

Die gleichzeitige DSC-TGA (SDT) funktioniert in Verbindung mit einer Steuereinheit und entsprechender Software, die zusammen ein System zur thermischen Analyse bilden.

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

- Er dient als Schnittstelle zwischen Nutzer und Analysegerät.
- Er ermöglicht Ihnen das Einrichten von Versuchen und die Eingabe von Konstanten.
- Er dient zum Speichern der Versuchsdaten und zum
- Ausführen von Messdatenauswertungsprogrammen.



Komponenten

Das SDT besteht aus drei Hauptkomponenten:

- Die Waagenbaugruppen für Probe und Referenz gestatten eine exakte Messung von Wärmestrom und Probeneinwaage.
- Der Ofen regelt die Proben temperatur und Probenatmosphäre.



VORSICHT: Wird der Ofen längere Zeit bei hohen Temperaturen betrieben, verkürzt sich die Lebensdauer des Ofens. Zur Reinigung der Becher den Ofen nicht auf hohe Temperaturen erhitzen, sondern die Becher außerhalb des Ofens mit einer Wärmequelle wie z. B. einem Bunsenbrenner reinigen.

- Das Gehäuse mit der Mechanik und der Systemelektronik.

HINWEIS: Detailliertere technische Daten, theoretische Grundlagen der Funktionsweise und andere Informationen zum SDT-Gerät, die in diesem Handbuch nicht enthalten sind, finden Sie in der Online-Hilfe zur Gerätesteuerungssoftware.

Der SDT Touchscreen mit QNX/Platinum™ Software

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

Dieser Abschnitt beschreibt die Grundfunktionen des Bildschirms.

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

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



Die Funktionen im mittleren Bereich sind abhängig vom gewählten Menü.

Die Hauptfunktionstasten

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

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


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






Die Tasten des Menüs „Control/Steuerung“

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

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





Tastenbezeichnung	Erläuterung
Ofen  <p>(Fortsetzung der Tabelle)</p>	<p>Schaltet zwischen geschlossenem (rechts) und offenem (links) Ofen um, je nachdem, wo sich der Ofen bei Betätigung der Taste befindet. Diese Taste kann gedrückt werden, während sich der Ofen bewegt, um den Ofen zu stoppen und die Bewegungsrichtung umzukehren.</p>

Tastenbezeichnung	Erläuterung
Druckluft 	Schaltet die Luftkühlung ein und aus.
Gas Wechsel 	Schaltet zwischen Spülgas Nr. 1 und Spülgas Nr. 2 um. Nähere Einzelheiten zur Verwendung der Gase mit dem SDT finden Sie auf Seite 23.
Tarieren 	Setzt das angezeigte Gewicht der leeren Proben- und Vergleichsbecher auf Null und speichert das Gewicht als Versatzwert.
Beenden 	Schaltet das Gerät ab und setzt es zurück.
Transport 	Schließt den Ofen, wenn die Waagenarme verriegelt sind. Auf diese Weise wird die Sicherheitsprüfung übergangen, die normalerweise das Schließen des Ofens verhindert, damit die Waagenarme nicht beschädigt werden. Diese Option wird nur beim Versand des Geräts genutzt.
Parameter zurücksetzen	Setzt die gespeicherten Geräteparameter und das Gerät zurück.

Die Tasten des Menüs „Display/Anzeige“

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




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

Kalibrieroptionen

Zugriff auf die Kalibrieroptionen erhalten Sie durch Tippen auf die Kalibriertaste am unteren Rand des Touchscreens. Sie sehen die nachstehend gezeigten Tasten. Eine Kurzbeschreibung der Tastenfunktionen finden Sie in der nachstehenden Tabelle.



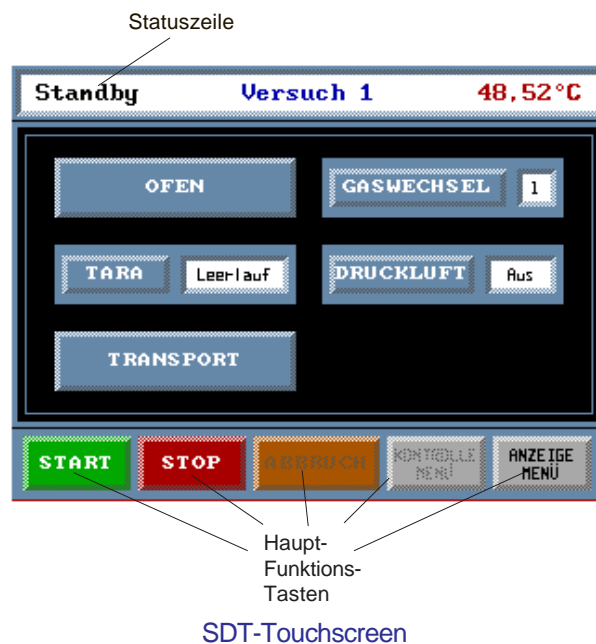
Tastenbezeichnung	Beschreibung
Touchscreen 	Ermöglicht die Kalibrierung der Touchscreen-Anzeige.

Der SDT Q600 Touchscreen (Original, keine QNX Platinum Software)

Das Gerät Q600 besitzt zur direkten Bedienung vor Ort ein integriertes Display und ein Tastenfeld in Form eines Touchscreens. Die auf dem Touchscreen angezeigten Funktionen wechseln je nachdem, in welchem Menü Sie sich befinden. In diesem Abschnitt gehen wir kurz auf die Funktionen der auf dem Touchscreen angezeigten Tasten ein.

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



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






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

Hauptfunktionstasten

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

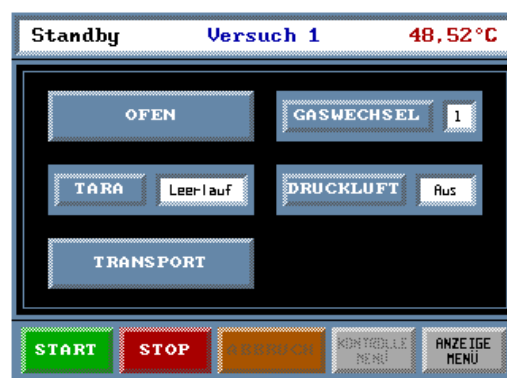
Tastenbezeichnung	Beschreibung
	<p>Startet den Versuch. Entspricht der Funktion „Start“ der Gerätesteuersoftware.</p> <p>Sie können mit der Taste „Start“ einen <i>Erzwungener Start</i> vornehmen, während „Einrichten“ in der Statuszeile angezeigt wird. Bei einem erzwungenen Start beginnt die Datenerfassung bereits während der Einrichtung des Geräts.</p>
	<p>Beendet während eines laufenden Versuchs die Methode so, als wäre dieser Versuch vollständig durchgeführt worden, d. h. die Bedingungen für das Ende der Methode treten ein und die erzeugten Daten werden gespeichert. Diese Funktion entspricht der Funktion „Stopp“ der Gerätesteuersoftware.</p> <p>Wenn kein Versuch läuft (d. h. das Gerät befindet sich im Standby- oder Methodenende-Zustand), werden mit der Stop-Taste alle anderen Vorgänge beendet (Luftkühlung, alle mechanischen Bewegungen usw.).</p>

(Fortsetzung der Tabelle)






Tastenbezeichnung	Beschreibung
	Bei einem laufenden Versuch wird mit Verwerfen die Methode beendet. Die Bedingungen für das Methodenende treten ein, als ob die Methode vollständig durchgeführt worden wäre. Allerdings werden die erzeugten Daten <i>verworfen</i> . Diese Funktion entspricht der Funktion „Verwerfen“ in der Gerätesteuersoftware.
	Zeigt die Tasten des Touchscreens im „Steuerungsmenü“. Diese werden zur Steuerung von Gerätevorgängen benutzt.
	Ermöglicht den Zugriff auf das Display-Menü; hier können die gewünschten Display-Optionen ausgewählt werden.

Die Tasten des Menü „Steuerung“

Zugriff auf das Steuerungsmenü erhalten Sie durch Antippen der Taste „Steuerungsmenü“ am unteren Rand des Touchscreens. Sie sehen die nachstehend gezeigten Tasten. Eine Kurzbeschreibung der Funktion jeder Taste finden Sie in der folgenden Tabelle.



SDT-Steuerungs-

Tastenbezeichnung	Beschreibung
	Schaltet zwischen geschlossenem (rechts) und offenem (links) Ofen um, je nachdem, wo sich der Ofen bei Betätigung der Taste befindet. Diese Taste kann gedrückt werden, während sich der Ofen bewegt, um den Ofen zu stoppen und die Bewegungsrichtung umzukehren.
	Schaltet zwischen Spülgas Nr. 1 und Spülgas Nr. 2 um. Nähere Einzelheiten zur Verwendung der Gase mit dem SDT finden Sie auf Seite 23.
	Setzt das angezeigte Gewicht der leeren Proben- und Vergleichsbecher auf Null und speichert das Gewicht als Versatzwert.
	Schaltet die Luftkühlung ein und aus.
	Schließt den Ofen, wenn die Waagenarme verriegelt sind. Auf diese Weise wird die Sicherheitsprüfung übergangen, die normalerweise das Schließen des Ofens verhindert, damit die Waagenarme nicht beschädigt werden. Diese Option wird nur beim Versand des Geräts genutzt.

Die Tasten des Menüs „Display“

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



SDT-Anzeige-Touchscreen

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

Technische Gerätedaten

Die Tabellen auf den folgenden Seiten enthalten die technischen Daten für das SDT.

SDT-Gerätedaten

Abmessungen	Tiefe 56 cm Breite 59,7 cm Höhe 48 cm
Gewicht Gewicht mit Transformator	32 kg 40 kg
Stromversorgung	120 VAC, 47/63 Hz, 1,44 kVA, Standard 230 VAC, 47/63 Hz, 1,44 kVA, bei Konfiguration mit einem Abwärtstransformator
Zubehör-Anschlüsse	120 VAC nur für von TA zugelassenes Zubehör
Betriebsumgebungsbedingungen	Temperatur: 15–30 °C Relative Luftfeuchtigkeit: 5–80 % (nicht kondensierend) Überspannungskategorie II Verschmutzungsgrad 2 Maximale Höhe über NN: 2000 m
Thermoelemente	Platin-Platin/13% Rhodium Typ R
Temperatursteuerungsbereich	Umgebungstemperatur +5°C bis 1500°C
Aufheizrate	100°C/min auf 1000°C 25°C/min bis 1500°C

SDT-Probenentnahmesystem/Betriebsparameter

Die folgende Tabelle enthält die technischen Daten für die SDT-Probenbecher, den Waagenmechanismus, den Ofen und die Spülgase.

Probenbecher	
Typen	Platin, Aluminiumoxid (Al ₂ O ₃)
Volumenkapazität	Platin: 40 µl; 110 µl (empfohlen für TGA-DTA-Untersuchungen) Aluminiumoxid: 40 µl; 90 µl (empfohlen für DSC-TGA-Untersuchungen)
Betriebsparameter	
Wärmestromrichtigkeit (DSC)	Besser als ± 2 % (auf der Basis des Metallschmelzpunkt-Standards)
Wärmestromgenauigkeit (DSC)	Besser als ± 2 % (auf der Basis des Metallschmelzpunkt-Standards)
Temperaturrichtigkeit	± 1 °C (auf der Basis des Metallschmelzpunkt-Standards)
Temperaturgenauigkeit	$\pm 0,5$ °C (auf der Basis des Metallschmelzpunkt-Standards)
ΔT -Empfindlichkeit (DTA)	0,001 °C (200 bis 1300 °C)
Gewichtsempfindlichkeit*	0,1 µg
Gewichtsrichtigkeit	± 1 %
<p>* HINWEIS: Der SDT-Waagenmechanismus reagiert empfindlich auf Änderungen der Umgebungstemperatur. Für optimale Ergebnisse muss die Umgebungstemperatur geregelt werden.</p>	
Ofenspülgase	Helium, Stickstoff, Luft, Argon.
Flussrate	20 bis 1000 ml/min (100 ml/min ist bei Versuchen üblich). Die Regelung erfolgt über den Spülgasregler mit Gasumschaltfunktion.
Sekundäres Spülgas	Sauerstoff, Luft, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid, Stickstoff, Helium, Argon.
Flussrate	10 bis 100 ml/min (20 ml/min ist bei Versuchen üblich).



WARNHINWEIS: Das sekundäre Spülgas dient zur Einführung eines „reaktiven“ Gases mit geringer Konzentration im Probenbereich. Die Sekundärspülgasleitung besteht aus Edelstahl. Die sekundäre Spülgasleitung im Ofen besteht aus Inconel®. Als sekundäres Spülgas dürfen daher nur Gase verwendet werden, die nicht mit Edelstahl, Inconel® oder Platin (oder dem Aluminiumoxid des Ofenrohrs) reagieren. (Denken Sie daran, dass Platin ein Katalysator ist, der chemische Reaktionen einleitet, die ohne Platin nicht ablaufen würden.)

Kapitel 2

Installieren des SDT

Auspacken/Verpacken des SDT-Geräts

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



WARNHINWEIS: Bitten Sie eine zweite Person, Ihnen beim Auspacken des Geräts zu helfen. Versuchen Sie nicht, das Gerät allein auszupacken.

Installieren des Geräts

Das SDT-Gerät wurde vor der Lieferung werksseitig elektrisch und mechanisch überprüft und ist nach richtiger Installation in einwandfreiem Zustand und betriebsbereit. Die Anleitungen dieses Handbuches sind in Kurzform gehalten; weitere Informationen finden Sie in der Online-Dokumentation. Hier eine kurze Übersicht der erforderlichen Installationsarbeiten:

- Überprüfen des Systems auf Transportschäden und fehlende Teile
- Anschließen des SDT an die Steuereinheit von TA Instruments
- Anschließen der Spülgasleitungen, des Zubehörs und des Netzkabels
- Auspacken der Waage

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



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

Überprüfen des Systems

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

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

Auswählen eines Standorts

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

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

Auf ... einer stabilen Arbeitsfläche

In der Nähe

... einer Steckdose (120 V Wechselspannung, 50 oder 60 Hz, 15 A oder 230 V Wechselspannung, 50 oder 60 Hz, 10 A bei Konfiguration mit einem Abwärtstransformator)
... Ihrer TA-Steuereinheit von TA Instruments
... der Laboranschlüsse für Luft und Spülgas mit den geeigneten Reglern und Durchflussmessern, falls erforderlich

In sicherer Entfernung

von ... staubigen Umgebungen
... direkter Sonneneinstrahlung
... direktem Luftzug (Ventilatoren, Klimaanlage usw.)
... schlecht belüfteten Bereichen
... Lärm oder mechanischen Schwingungen
... entflammaren Stoffen



VORSICHT: Wenn das Gerät Feuchtigkeit ausgesetzt war, muss es evtl. getrocknet werden. Stellen Sie sicher, dass die Schutzleiter des Gerätes ordnungsgemäß geerdet sind, um einen sicheren Betrieb zu gewährleisten.

Gehen Sie beim Trocknen des Geräts wie folgt vor:

1. Rampe von 10°C/Min. bis auf 400°C
 2. Temperatur 30 Minuten lang halten.
-

Anschließen von Kabeln und Leitungen

Zum Anschluss der Kabel und Gasleitungen muss die Rückseite des SDT-Geräts zugänglich sein. In allen hier folgenden Anweisungen gehen wir davon aus, dass Sie vor der Rückseite des Geräts stehen.

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



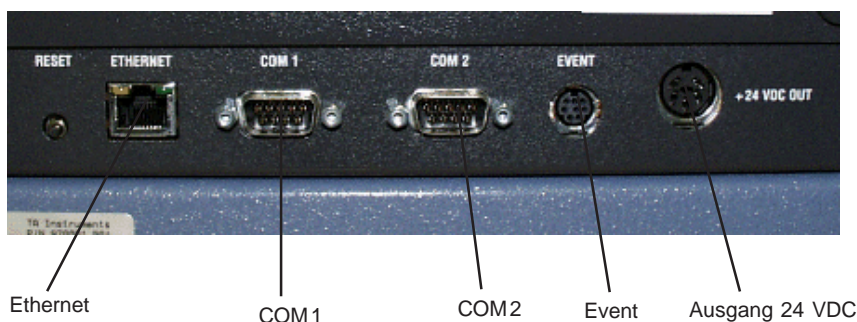
VORSICHT: Wenn Sie Stromkabel einstecken oder abnehmen, greifen Sie immer den Stecker, nicht das Kabel.



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

Anschlüsse

Das SDT besitzt Anschlüsse an der Rückseite des Geräts. Die folgende Tabelle enthält eine Beschreibung der Funktion jedes Anschlusses. Beziehen Sie sich beim Anschließen von Kabeln und Leitungen auf diese Liste.

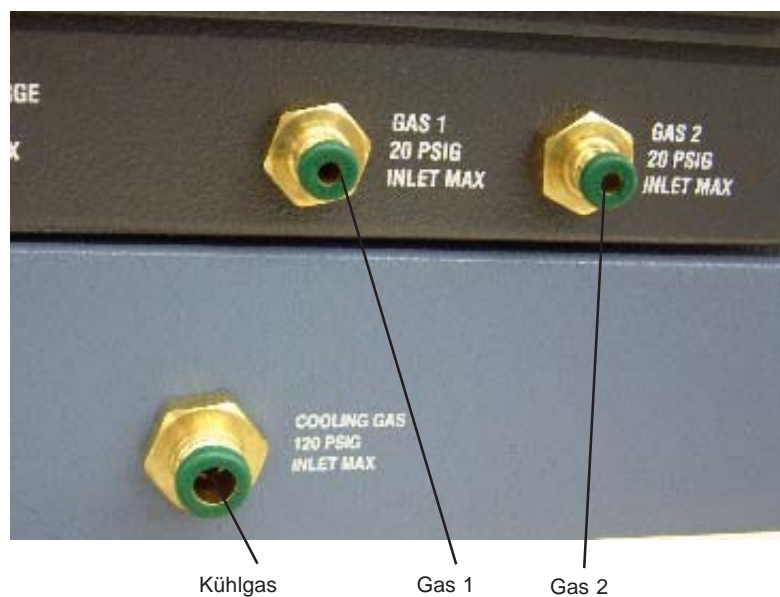


Fünf Anschlüsse an der linken Rückseite des SDT

Anschluss	Funktion
Ethernet	Für die Netzwerkkommunikation.
Com 1	Diagnoseanschluss (nur zur Verwendung im Werk)
Com 2	Wird für das SDT nicht verwendet.
Event	Eignet sich für die folgenden Funktionen: Schließkontakt für allgemeine Anwendungen, synchronisierter Eingang mit Schließkontakt für Gasumschaltung oder Eingang 4-24 VDC für externe Synchronisation.
24 VDC Ausgang	Wird für das SDT nicht verwendet.
Zellenbasisspülung (nicht abgebildet)	Wird für das SDT nicht verwendet.

(Fortsetzung nächste Seite)

Anschluss	Funktion
Gas 1/Gas 2	Einlassanschlüsse zum Anschluss an den Spülgasregler. Zum Umschalten des primären Spülgases während eines Versuchs. Höchstdruck 140 kPa (20 psig).
Kühlgas	Versorgt den Ofen mit kühlender Luft. Höchstdruck 830 kPa (120 psig).
Sekundäres Spülgas	Anschluss zur Zuführung eines zusätzlichen („reaktiven“) Spülgases in direkter Nähe zu Probe und Referenz. Eine externe Strömungsregelung wird benötigt.



Drei verwendbare Anschlüsse an der rechten Rückseite des SDT

Einrichtung des Ethernet-Switch

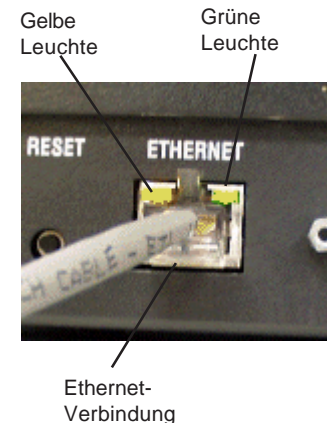
Um das Gerät an ein Netzwerk anzuschließen, sind die nachfolgend beschriebenen Kabelanschlüsse erforderlich. Gerät und Steuereinheit werden an einen Ethernet-Switch angeschlossen. Zusätzlich finden Sie weiter unten eine Anleitung zum Anschließen der Steuereinheit an ein LAN.

Anschluss des Geräts an den Switch

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



Ethernet Switch



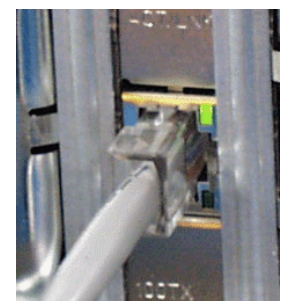
4. Überprüfen Sie die Konfiguration des Switch an der Rückseite. Die Schalter müssen zur Kommunikation zwischen Computer und Gerät in OFF / AUS Stellung sein.
5. Überprüfen Sie den Ethernet Anschluß auf der Rückseite des Geräts. Wenn die Kommunikation zwischen Gerät und Switch erfolgreich verläuft, leuchtet die grüne Lampe, die gelbe Lampe blinkt.
6. Befolgen Sie die Anleitung im nächsten Abschnitt, um die Steuereinheit an den Ethernet-Switch anzuschließen.



Konfiguration Switch

Anschließen der Steuereinheit an den Switch

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



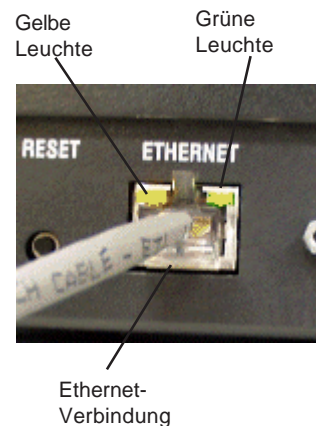
Computer
Ethernet Anschluss

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

Anschließen der Steuereinheit an ein LAN

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

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



Spülgasleitungen

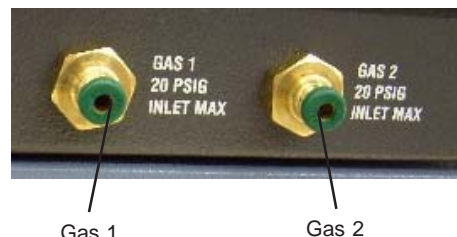
Die Probenatmosphäre während der SDT-Versuche kann durch Anschluss von Spülgasen an das System gesteuert werden. Das SDT besitzt einen elektronischen Spülgasregler (MFC) zur Steuerung der Flussrate des primären Spülgases. Für einen leichteren Wechsel des Spülgases ist es möglich, zwei verschiedene Gase am Gerät anzuschließen. Befolgen Sie die unten stehenden Anleitungen, um die Spülgasleitungen anzuschließen. Die Spülleitungen sind in der Abbildung rechts dargestellt.



VORSICHT: Verwenden Sie niemals Flüssigkeiten in den Spülgasleitungen.

Gehen Sie beim Anschluss der Spülgasleitungen wie folgt vor:

1. Suchen Sie den Anschluss für Gas 1. Dieser Anschluss wird für das Spülen des Probenraums verwendet. Als Spülgas wird Stickstoff empfohlen.
2. Suchen Sie den Anschluss für Gas 2. Dieser dient zusätzlich zum Spülen des Probenraums und wird für den Einsatz eines zweiten Spülgases oder beim Wechsel der Gase während einer Messung verwendet.
3. Schließen Sie die Leitung für das primäre Gas an den Anschluss für Gas 1 an. Verwenden Sie hierfür die Schlauchleitung mit dem Außendurchmesser von 1/8 Zoll. Als Schlauchleitungsmaterial wird Teflon® TFE empfohlen; eine solche Schlauchleitung ist im Versandzubehör-Kit des Geräts enthalten. Falls erforderlich, schließen Sie ein zweites Gas an den Anschluss Gas 2 an. Die Flussrate wird über die Einstellungen des Spülgasreglers in der Gerätsteuerungssoftware geregelt.
4. Achten Sie bitte darauf, dass der Spülgasdruck innerhalb eines Druckbereichs von 70 bis maximal 140 kPa (10 bis 20 psig) geregelt wird.
5. Wählen Sie das angeschlossene Gas auf der Seite **Geräteeeinstellungen/MFC** der Gerätsteuerungssoftware.
6. Stellen Sie auf der Seite „**Anmerkungen**“ in der **Versuchsansicht** die Spülgasrate auf den empfohlenen Wert von 100 mL/Minute ein. Klicken Sie auf **Übernehmen**, um die Änderungen zu speichern.



HINWEIS: Wenn Sie die Laborspülgasversorgung anstelle von Spülgas aus einem Gasbehälter verwenden, wird dringend empfohlen, einen externen Trockner und einen Fünf-Mikrometer-Filter vor dem Eintritt des Gases in das Gerät zu installieren.



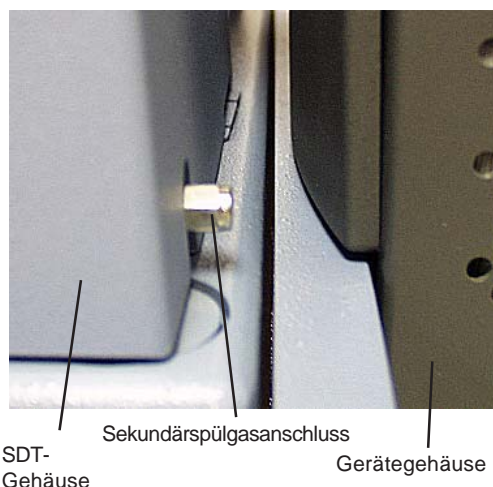
VORSICHT: Dieses Gerät darf nicht mit korrodierenden Gasen benutzt werden.



WARNHINWEIS: Die Benutzung eines explosiven Gases als Spülgas ist gefährlich und wird für dieses Gerät nicht empfohlen. Eine Liste der Spülgase, die mit dem SDT-Gerät verwendet werden können, finden Sie in Kapitel 1.

Sekundärspülgasleitung

Der Anschluss für die sekundäre Spülgasleitung (siehe Abbildung) dient zum Spülen der Probe mit einem zusätzlichen Gas, das nicht mit dem im elektronischen Spülgasregler verwendeten Spülgas identisch ist. Dieses Gas wird dem Proben-/Referenzbereich über eine zwischen den Waagenarmen montierte dünne Leitung aus Inconel® zugeführt. Durch diese Möglichkeit zur Nutzung eines Sekundärspülgases kann in unmittelbarer Nähe der Probe ein zweites Spülgas eingesetzt werden, ohne dass die Waage diesem Gas ausgesetzt wird. Gehen Sie zur Installation der Sekundärspülgasleitung wie folgt vor:

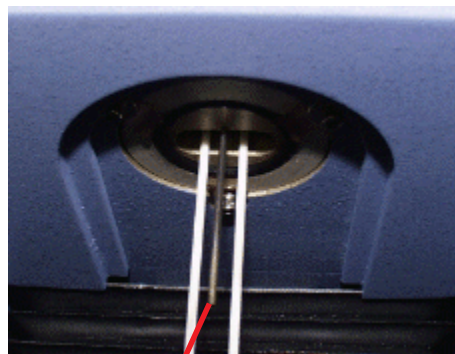


VORSICHT: Als Sekundärspülgas darf kein korrodierendes Gas verwendet werden.



WARNHINWEIS: Die Benutzung eines explosiven Gases als Spülgas ist gefährlich und wird für dieses Gerät nicht empfohlen. Eine Liste der Spülgase, die mit dem SDT-Gerät verwendet werden können, finden Sie in Kapitel 1.

1. Den Verschluss für den Anschluss des Sekundärspülgases zwischen dem SDT-Gehäuse und dem Gehäuse an der rechten Seite des Geräts entfernen.
2. Die Mutter und die Zwingе aus dem Zubehörkit montieren.
3. Das gewünschte Gas an einen externen Durchflussmesser anschließen. Die Flussrate wird über diesen Durchflussmesser und nicht über die Seite Anmerkungen in der Versuchsansicht gesteuert. Außerdem wird die Flussrate für das Sekundärspülgas nicht als Signal in den Datenanalysedateien gespeichert.
4. Das eine Ende eines Druckschlauchs mit einem Außendurchmesser von 3,175 mm (1/8 Zoll) am Durchflussmesser und das andere Ende am Anschluss für das Sekundärspülgas anschließen.
5. Die Flussrate für das Sekundärspülgas sollte auf 20 ml/min geregelt werden.



Sekundärspülgasleitung

HINWEIS: Das Primärspülgas muss immer verwendet werden (empfohlen werden 100 ml/min). Auf diese Weise wird verhindert, dass das Sekundärspülgas in die Waage diffundiert.

Kühlgasleitung

Gehen Sie zur Installation der Kühlgasleitung wie folgt vor:

1. Suchen Sie den Anschluss für das Kühlgas.
Bei dem Anschluss handelt es sich um einen 1/4 Zoll-Legris-Anschluss an der Rückseite des SDT-Gehäuses mit dem Warnschild maximal 830 kPa (120 psig). Siehe Abbildung rechts.
2. Vergewissern Sie sich, dass Ihre Laborluftversorgung auf einen Wert zwischen 170 und 830 kPa (25 bis 120 psig) eingestellt und frei von Öl und Wasserdampf ist.
3. Schließen Sie einen Schlauch mit einem Außendurchmesser von 6,3 mm (1/4 Zoll) am Kühlgasanschluss an.



Druckluft Anschluss

HINWEIS: Sie können auch Stickstoff als Kühlgas verwenden. Unabhängig von der Art des verwendeten Kühlgases muss das Kühlgas trocken und sauber sein.

HINWEIS: Die Luftkühlung funktioniert nur, wenn die Ofentemperatur unter 600°C liegt.

Spannungskonfigurationseinheit

Eine Spannungskonfigurationseinheit (Trafo) ist erforderlich, wenn Sie mit 240 V Wechselspannung anstelle von 120 V Wechselspannung arbeiten. Führen Sie die folgenden Schritte zur Installation der Einheit in Ihrer Netzsteuereinheit (Power Control Unit, PCU) aus:

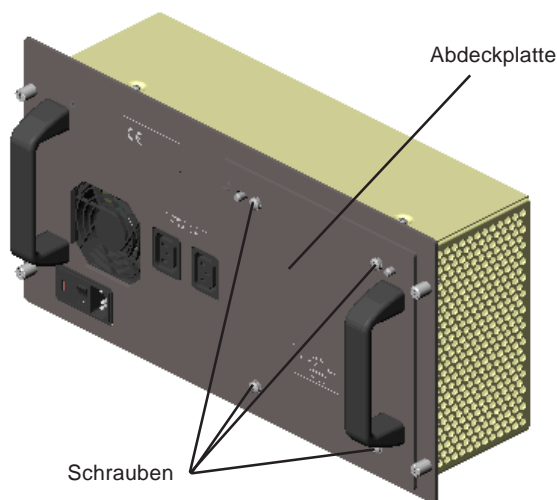


WARNHINWEIS: Das Gerät führt hohe Spannungen, wie auf dem Warnschild



angegeben. Sie müssen das Gerät unbedingt vom Stromnetz trennen, bevor Sie diese Anleitungen befolgen. Siehe dazu die Warnungen zur elektrischen Sicherheit auf Seite 9.

1. Nehmen Sie alle Teile aus dem Versandkarton und überprüfen Sie den Inhalt auf Vollständigkeit.
2. Entfernen Sie die rückwärtige Abdeckplatte; hierzu lösen Sie die vier (4) Halteschrauben. Siehe die Abbildung unten.
3. Trennen Sie den Anschluss A10J10 von der Buchse A10P10 in der Steuereinheit. Schließen Sie nun den Trafostecker A10J10 an die Buchse A10P10 in der Steuereinheit an. Danach schließen Sie A10J10 (in der Steuereinheit) an A38J1 der Überspannungsschutzuntereinheit an. Siehe das Diagramm rechts zur Erläuterung.



Original

A10J10 — A10P10

Netzsteuereinheit

Spannungskonfigurationseinheit

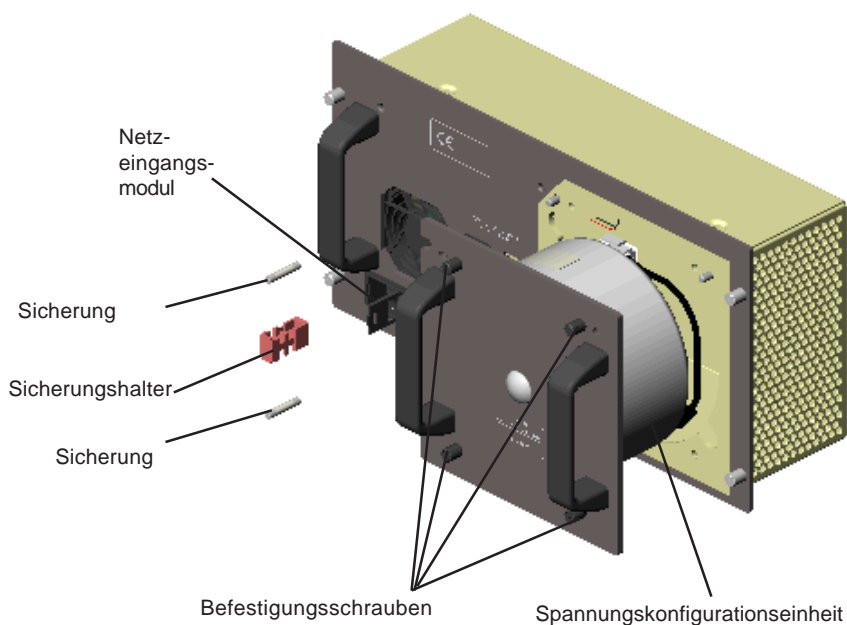
Final

A38J1 A10J10

A10J10 A10P10

Netzsteuereinheit

4. Bauen Sie die Untereinheit in die Steuereinheit ein und ziehen die vier (4) Halteschrauben fest.
5. Entfernen Sie den Sicherungshalter aus dem Netzeingangsmodul und ersetzen Sie die 10-A-Sicherungen durch 6,3-A-Sicherungen (diese werden als Teil des Trafo-Kits mitgeliefert). Die 10-A-Sicherungen werden nicht mehr benötigt. Siehe Abbildung unten.

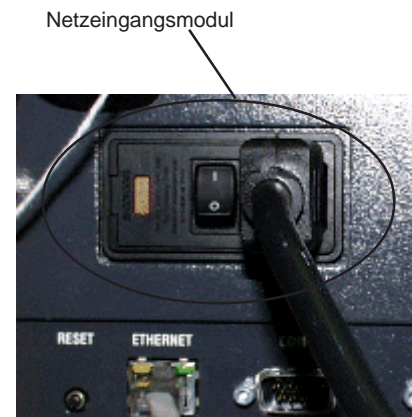


Netzschalter

Der Netzschalter befindet sich an der Rückwand des Geräts. Er ist Teil des *Netzeingangsmoduls*, an dem sich auch der Netzkabelanschluss befindet. Der Netzschalter dient zum Ein- und Ausschalten des Geräts. Wenn ein Transformator erforderlich ist, muss dieser installiert sein, bevor Sie den Strom einschalten.

Netzkabel

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



Das Netzkabel wird wie folgt installiert:

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



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

3. Stecken Sie das Netzkabel in die Wandsteckdose ein.

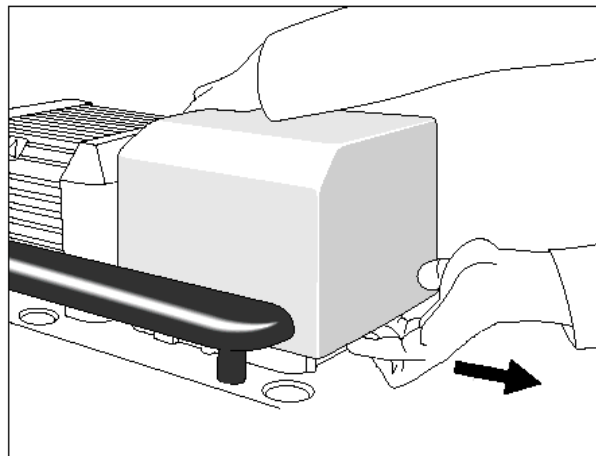
Auspacken der Waage



VORSICHT: Beim Auspacken der Waage die folgenden Schritte genau befolgen, um eine Beschädigung der beiden Waagenarme zu vermeiden.

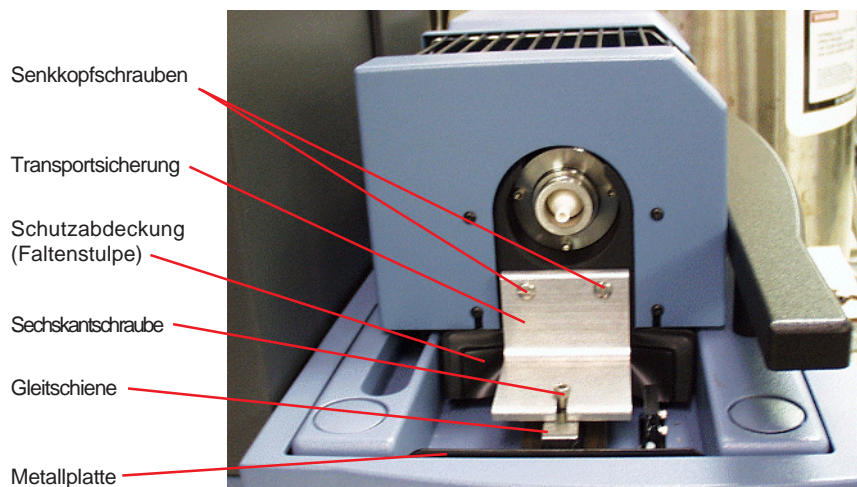
Im Lieferzustand besitzt das SDT einen Dress Cover für die Waage und ist mit Schaumstoffstücken geschützt. Außerdem sind einige mechanische Teile verriegelt, um die innere Mechanik zu schützen. Gehen Sie zum Auspacken und zur Vorbereitung des Geräts für den Einsatz wie folgt vor:

1. Fassen Sie den Dress Cover der Waage mit beiden Händen und bewegen Sie ihn ein wenig nach vorne und zurück, während Sie ihn nach oben ziehen. Sobald genug Platz vorhanden ist, greifen Sie mit den Fingern wie auf der rechten Abbildung gezeigt unter den Dress Cover. Ziehen Sie anschließend an der rechten unteren Kante des Dress Cover, um den Dress Cover nach oben wegzunehmen und den Gehäusedeckel der Waage freizulegen.



Entfernen des Dress Cover der Waage

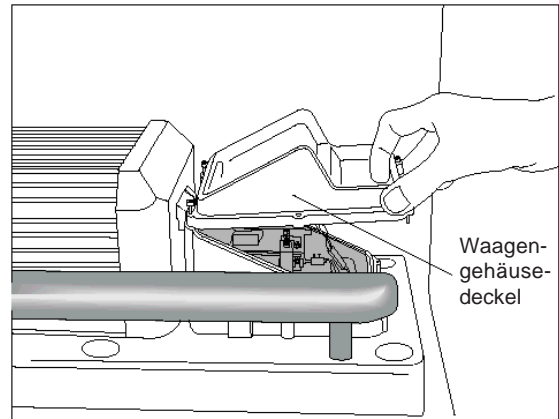
2. Suchen Sie die drei Schrauben der Transportsicherung an der linken Seite des Ofens (siehe Abbildung auf der nächsten Seite). Diese Transportsicherung fixiert den Ofen während des Transports.
3. Entfernen Sie zwei (2) Schrauben und ihre Unterlegscheiben mit einem Senkkopfschraubenzieher und die Sechskantschraube mit einem 10/32-Sechskantschlüssel. Entfernen Sie anschließend die Transportsicherung; werfen Sie sie jedoch nicht weg. Die Transportsicherung muss wieder angebracht werden, wenn das SDT transportiert werden soll.



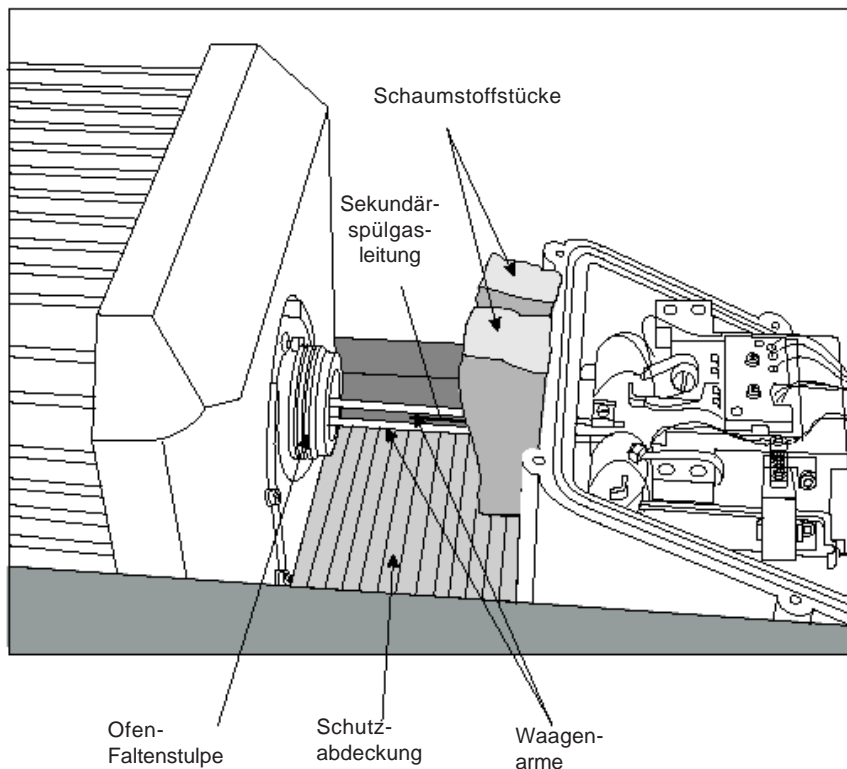
Position der Transportsicherung

4. Schrauben Sie die beiden Schrauben und die Unterlegscheiben wieder in die gleichen Öffnungen an der linken Seite des Ofens. Schrauben Sie die Sechskantschraube wieder in die Gleitschiene (dort befindet sich bereits eine Sicherungsscheibe).

5. Ziehen Sie die Schutzabdeckung aus Gummi (Faltenstulpe) heraus und nach links. Haken Sie das Ende der Schutzabdeckung über der schwarzen Metallplatte ein.
6. Lösen Sie mit einem 3/32-Zoll-Sechskantschlüssel die sechs (6) Befestigungsschrauben, die den Gehäusedeckel der Waage halten.
7. Legen Sie eine Hand an jede Seite des Gehäusedeckels der Waage und heben Sie die rechte Seite des Deckels *vorsichti* gan, wie in der Abbildung gezeigt.
8. Drehen Sie die rechte Seite des Gehäusedeckels zuerst nach oben, um die innere Mechanik der Waage freizulegen. Heben Sie dann die linke Seite des Deckels an und nehmen Sie den Deckel vollständig ab.
9. Kontrollieren Sie die Waage auf sichtbare Beschädigungen. Verständigen Sie Ihren Ansprechpartner bei TA Instruments, bevor Sie fortfahren, falls Sie Beschädigungen feststellen.
10. Schalten Sie den Netzschalter (POWER) des SDT ein.
11. Drücken Sie die Taste Ofen auf dem Touchscreen des Geräts, um den Ofen in Bewegung zu setzen. Stoppen Sie den Ofen durch erneutes Drücken der Taste Ofen (oder der Taste STOPP), wenn der Ofen sich um 5 bis 8 cm geöffnet hat. Auf diese Weise ist genug Platz, um die Schaumstoffstücke bei den Waagenarmen zu erreichen, wie in der folgenden Abbildung gezeigt.

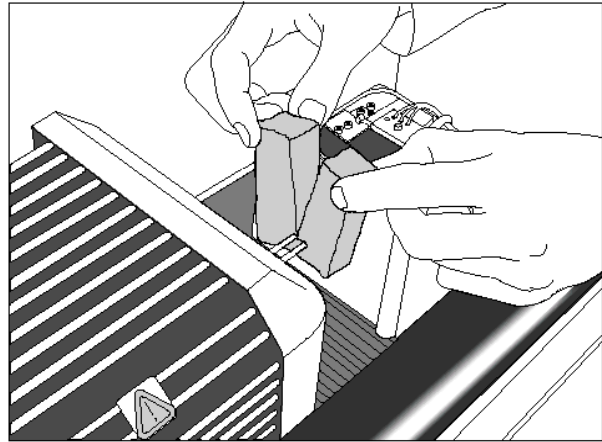


Entfernen des Deckels des Waagengehäuses

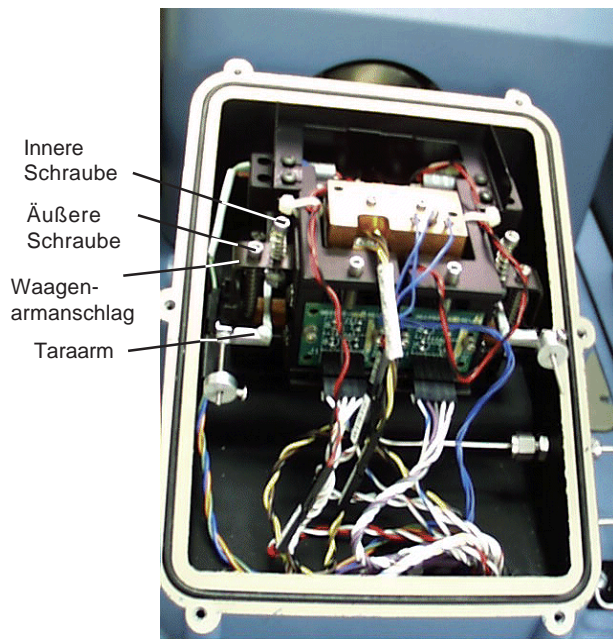


Anordnung der Schaumstoffstücke

12. Fassen Sie die Oberseite der Schaumstoffstücke vorsichtig mit beiden Händen (s. Abbildung rechts) und trennen Sie die beiden Oberteile des Y-förmigen Stücks.
13. Drücken Sie den hinteren Teil des Formstücks sanft unter die Waagenarme und entfernen Sie das Formstück *sehr vorsichtig*, damit die Waagenarme für Probe und Referenz nicht brechen.
14. Suchen Sie die beiden Schrauben an der Vorderseite des Waagen-armanschlags, die den Taraarm in der Transport position sichern. Siehe dazu die rechte Abbildung.



Entfernen der Schaumstoffstücke



Zwei Schrauben zur Sicherung der Waagenarme

15. Drehen Sie die innere Schraube mit einem 3/32-Zoll-Sechskantschlüssel einige Umdrehungen gegen den Uhrzeigersinn, bis sie den Taraarm freigibt.
16. Drehen Sie die äußere Schraube gegen den Uhrzeigersinn, um den Waagenarmansschlag zu lockern. Diese Schraube sollte soweit gelockert werden, dass der Taraarm sich in beide Richtungen frei bewegen kann.
17. Drehen Sie die innere Schraube vorsichtig wieder fest (im Uhrzeigersinn), bis sie sich in unmittelbarer Nähe des Taraarms befindet, diesen aber *nicht berührt*. Wiederholen Sie die gleichen Schritte für die äußere Schraube, so dass die Halterung sich jetzt in unmittelbarer Nähe des Taraarms befindet, diesen aber *nicht berührt*. Diese Nachstellung des Waagenarmanschlages gewährleistet, dass sich der Taraarm nicht zu weit bewegen kann.

18. Wiederholen Sie die Schritte 14 bis 17 für den hinteren Waagenarmansschlag (für die Referenzprobe).
19. Setzen Sie den Deckel für das Waagengehäuse wieder auf und befestigen Sie ihn mit den sechs (6) Schrauben.
20. Bringen Sie den Dress Cover der Waage wieder an.

HINWEIS: Vor Inbetriebnahme muss das Gerät unbedingt kalibriert werden.

Falls das SDT für den Versand wieder verpackt werden muss, finden Sie Anleitungen dazu in der Online-Hilfe.

Starten des Geräts

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

Nach dem einwandfreien Durchlaufen der Einschaltoutine wird das Logo von TA Instruments auf dem Touchscreen angezeigt. Damit ist das Gerät betriebsbereit.

HINWEIS: Das SDT sollte eine Aufwärmphase von mindestens 30 Minuten durchlaufen, bevor Sie einen Versuch durchführen.



VORSICHT: Wenn das Gerät Feuchtigkeit ausgesetzt war, muss es evtl. getrocknet werden. Stellen Sie sicher, dass die Schutzleiter des Gerätes ordnungsgemäß geerdet sind, um einen sicheren Betrieb zu gewährleisten.

Gehen Sie beim Trocknen des Geräts wie folgt vor:

1. Rampe von 10°C/Min. bis auf 400°C
2. Temperatur 30 Minuten lang halten.

Herunterfahren des Geräts

Bitte berücksichtigen Sie Folgendes, bevor Sie Ihr Gerät abschalten:

- Alle Komponenten Ihres Thermoanalyzesystems sind auf lange Betriebszeiten ausgelegt.
- Die Elektronik des SDT und der Steuereinheit funktioniert zuverlässiger, wenn Stromschwankungen durch Ein- oder Ausschalten auf ein Minimum beschränkt werden.

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

Um sicherzustellen, dass das Gerät ordnungsgemäß heruntergefahren wird, ist es erforderlich, die Funktion SHUTDOWN INSTRUMENT / BEENDEN zu wählen, bevor Sie das Gerät zurücksetzen oder abschalten. Diese Funktion steht über den Touchscreen und über die Steuerungssoftware zur Verfügung.

Setzen Sie den Netzschalter des Geräts auf AUS (0), um das Gerät abzuschalten.

Kapitel 3

Einsatz, Wartung & Diagnose

Betrieb des SDT

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

- Gerätekalibrierung
- Auswahl des Betriebsmodus und der zu speichernden Signale
- Auswahl des Bechertyps und -materials
- Einstellung der Flussraten für primäres und sekundäres Spülgas
- Anlegen oder Wahl des Testverfahrens und Eingabe von Informationen zum Versuch über die TA Gerätesteuersoftware
- Auswahl und Tarierung von zwei leeren Probenbechern für den Probenwaagenarm und den Referenzwaagenarm
- Laden der Probe
- Schließen des Ofens
- Starten des Versuchs
- Entladen der Probe nach Abschluss des Versuchs

Um genaue Messergebnisse zu erhalten, sollten Sie diese Anleitungen sorgfältig befolgen und regelmäßig die Kalibrierung überprüfen (mindestens einmal im Monat).

Vorbereitungen

Vor dem Einrichten eines Versuchs müssen Sie sicherstellen, dass das SDT-Gerät und die Steuereinheit ordnungsgemäß installiert sind. Bitte prüfen Sie:

- Sind alle Kabelverbindungen zwischen SDT und Steuereinheit richtig angeschlossen?
- Sind alle Gasleitungen angeschlossen?
- Sind alle Geräte eingeschaltet?
- Ist das Gerät an die Steuereinheit angeschlossen?
- Sind Sie vertraut mit den Funktionen der Steuereinheit?
- Ist das SDT-Gerät kalibriert (falls erforderlich)?

Kalibrierung des SDT-Geräts

Im Interesse möglichst genauer Versuchsergebnisse muss das SDT-Gerät nach der erstmaligen Installation und danach in regelmäßigen Abständen kalibriert werden. Das SDT muss in jedem Fall neu kalibriert werden, wenn die Waagenarme, die Versuchsaufheizrate oder das Spülgas gewechselt werden.

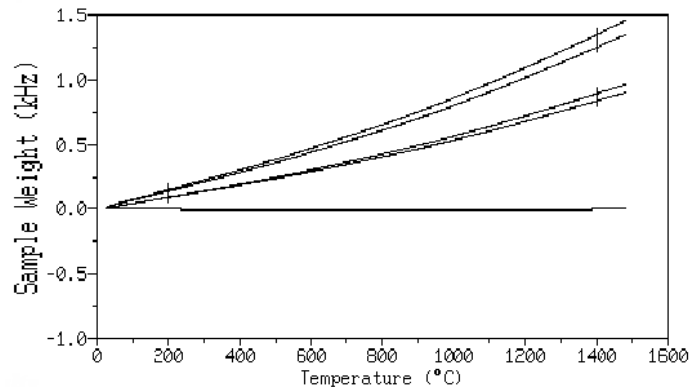
Zur SDT-Kalibrierung gehören folgende Schritte:

- TGA-Gewichtskalibrierung: Kalibrierung des TGA-Massesignals
- DTA-Basislinienkalibrierung: Kalibrierung des Delta-T-Signals
- Temperaturkalibrierung: Kalibrierung des Temperatursignals
- DSC-Wärmestromkalibrierung: Kalibrierung des Wärmestromsignals
- Doppelproben-Kalibrierung: Kalibrierung der beiden Probeneinwaagesignale

Diese Kalibrierungen werden alle im Kalibriermodus ausgeführt und müssen in der angegebenen Reihenfolge durchgeführt werden. (Wählen Sie im Gerätesteuermenu die Option **Kalibrieren**). Detaillierte Informationen über die Durchführung jedes Versuchs finden Sie in der Online-Hilfe des SDT.

TGA-Gewichtskalibrierung

Die TGA-Gewichtskalibrierung erfolgt mit Hilfe von 2 Messungen: Einmal mit Kalibriergewichten und einmal ohne Kalibriergewichte (mit leeren Waagenarmen). Die TGA-Daten der beiden Messungen werden analysiert und die Korrekturfaktoren für Gewicht und Waagenarm kalibriert.



Ergebnisse der TGA-Gewichtskalibrierung

Kalibrierung der DTA-Basislinie

Die DTA-Basislinienkalibrierung beruht auf der Analyse der Delta-T-Daten, die bei einer Basislinienmessung über den gesamten voraussichtlichen Temperaturbereich der späteren Versuche gesammelt wurden. (Bei diesem Versuch wird in der Regel die gleiche Basislinienmessung verwendet wie bei der TGA-Gewichtskalibrierung.)

Die DTA-Basislinie wird mit Hilfe einer linearen Funktion (Anstieg und Versatz) der Probentemperatur korrigiert. Dadurch kommt es zu einer Verschiebung und Drehung der Basislinie, so dass der kalibrierte Teil nahe 0°C liegt.

HINWEIS: Die Kalibrierung der DTA-Basislinie ist nicht erforderlich, wenn das SDT als DSC-TGA genutzt wird (d. h. wenn das Delta-T-Signal nicht gespeichert wird.) Dies liegt daran, dass bei der DSC-Wärmestromkalibrierung ebenfalls eine Subtraktion der Basislinie durchgeführt wird. Anhand der DTA-Basislinie lässt sich jedoch schnell überprüfen, ob die SDT-Waagenarme richtig ausgerichtet sind und ob die DSC-Wärmestromkalibrierung erfolgreich abgeschlossen werden kann.

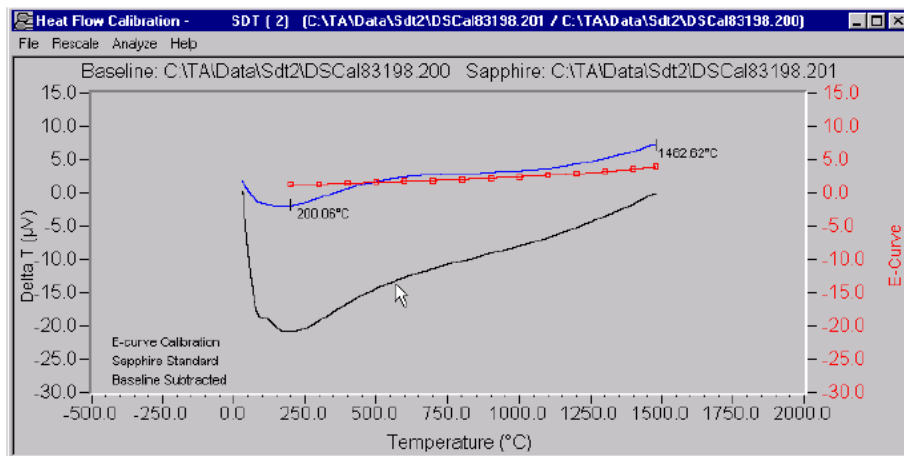
Temperaturkalibrierung

Die Temperaturkalibrierung beruht auf der Auswertung der Schmelzpunkte hochreiner Metallstandards. Der aufgezeichnete Schmelzpunkt des Metallstandards wird mit dem theoretischen Wert verglichen und die Differenz zur Berechnung der Temperaturkalibrierung genutzt. Es können bis zu fünf Standards verwendet werden. Zink (419°C) wird im SDT-Zubehörkit mitgeliefert. Andere geeignete Standards sind Zinn (232°C), Aluminium (661°C), Silber (961°C), Gold (1064°C) und Nickel (1455°C). Wenn Sie einen bekannten Standard und die beobachteten Schmelzpunkte verwenden, ist die gesamte Kurve zum tatsächlichen Schmelzpunkt hin versetzt (verschoben). Wenn mehrere Standards verwendet werden, wird die Temperatur mit Hilfe der Methode des kleinsten Fehlerquadrats korrigiert. Die Mehrpunkttemperaturkalibrierung ist genauer als eine Einpunkttemperaturkalibrierung.

DSC-Wärmestromkalibrierung

Die SDT-Wärmestromkalibrierung beruht auf der Analyse der Wärmekapazitätskurve für Saphir im Bereich von 200°C bis 1500°C (siehe folgende Abbildung) und der Schmelzwärme von hochreinem Zink. Es sind drei Messungen erforderlich: eine mit einer leeren Aluminiumoxidschale (90 µl) für Referenz und Probe (Basislinienmessung) und eine mit einem Saphirstandard als Probe (wird im SDT-Zubehörkit mitgeliefert). Die gemessene Wärmekapazität für Saphir wird mit dem theoretischen Wert bei mehreren Temperaturen im gesamten Temperaturbereich verglichen; auf der Basis dieses Vergleichs wird eine Wärmestromkalibrierkurve berechnet.

Diese Kalibrierkurve kann noch durch einen dritten Versuch optimiert werden, bei dem die Schmelzwärme von hochreinem Zinkdraht (wird im Zubehör-Kit mitgeliefert) gemessen wird. Die Schmelzwärme wird gemessen und dann die Zellkonstante mit Hilfe des bekannten Werts der Schmelzwärme von Zink (108,7 J/g) und der Gleichung „Zellkonstante = Bekannter Wert/Messwert“ bestimmt. Der berechnete Wert der Zellkonstante wird dann in die Software eingegeben.



DSC-Wärmestromkalibrierung

Doppelproben-Kalibrierung

Die Doppelproben-Kalibrierung ist ein alternatives Verfahren zur Bestimmung von Referenzdaten, so dass beide Tiegel mit Proben verwendet werden können. Bei der Doppelprobenkalibrierung wird eine Basislinienmessung mit tarierten leeren Tiegeln auf beiden Seiten durchgeführt. Die auf jeder Seite gemessenen Gewichts- und Temperaturprofile werden als Funktionen der Temperatur, berechnet nach der Methode des kleinsten Fehlerquadrats, gespeichert. Diese gespeicherten Profile dienen als Referenzdaten für spätere Messungen mit zwei Proben. Um optimale Ergebnisse zu erhalten, sollten bei späteren Versuchen mit zwei Proben die gleichen Becher verwendet werden.

Durchführung eines SDT-Versuchs

Ablauf des Versuchs

Alle SDT-Versuche verlaufen nach dem folgenden allgemeinen Schema. In einigen Fällen werden nicht alle Schritte ausgeführt. Weitere Informationen, die in dieser Anleitung nicht enthalten sind, finden Sie in der Online-Hilfe der Gerätesteuersoftware.

- Anschluss und Einstellung des Spülgases
- Auswahl der gewünschten Betriebsart und der zu speichernden Signale (Wärmestrom, Gewicht und/oder Delta T)
- Auswahl, Laden und Trieren des Probenbechers (und eines Referenzbechers) auf der Waage
- Auswahl und Vorbereitung der Proben. Dazu gehört die Vorbereitung einer Probe geeigneter Größe und die Platzierung der Probe im Becher.
- Eingabe der Versuchs- und Verfahrensdaten in die TA-Steuereinheit (hierzu gehören die Proben- und Geräteparameter)
- Schließen des Ofens
- Starten des Versuchs

Auswahl des SDT-Modus und der Signale

Es gibt vier verfügbare Modi, die bei Versuchen mit dem SDT-Gerät genutzt werden können: Standard, Kalibrierung, zwei Proben und Doppelproben-Kalibrierung.

- Vor der Durchführung von Standardversuchen muss der *Kalibriermodus* aufgerufen werden. In diesem Modus werden Gewicht, DTA-Basislinie, Temperatur und/oder Wärmestrom kalibriert. Die verfügbaren Signale, die in diesem Modus verwendet werden, können nicht geändert werden.
- Der *Standardmodus* dient zur Durchführung aller anderen Versuche, die nicht zur Kalibrierung dienen. In diesem Modus können die zu speichernden Signale für jeden Versuch einzeln ausgewählt werden. Verfügbare Signale sind unter anderem Gewicht, Wärmestrom, Delta T (°C) und Delta T (µV).
- Der *Modus für zwei Proben* dient zur Durchführung aller normalen Versuche mit zwei Proben (sofern es keine Kalibrierversuche sind). Zu den in diesem Modus verfügbaren Signalen zählen Temperaturdifferenz (°C), Temperaturdifferenz (°C/mg), Gewicht (mg) und prozentuales Gewicht (%) sowohl für Seite A (Probenwaagenarm) als auch für Seite B (Referenzwaagenarm). Dieser Modus dient nur zur Durchführung von Versuchen mit Temperaturrampen unter gleichen Bedingungen (d. h. gleicher Aufheizrate, gleichem Spülgas usw.) wie bei der Doppelproben-Kalibrierung. Um optimale Ergebnisse zu erhalten, sollten die gleichen SDT-Becher wie bei der Doppelproben-Kalibrierung verwendet werden.
- Der *Doppelproben-Kalibriermodus* wird vor der Durchführung von SDT-Versuchen mit zwei Proben verwendet. Dieser Modus kalibriert die Gewichte A und B auf den beiden Waagenarmen. Die in diesem Modus verfügbaren Signale können nicht geändert werden.

Mit dem SDT können je nach Wunsch gleichzeitig TGA- und DSC- (am häufigsten) oder TGA- und DTA-Messungen durchgeführt werden. In diesem Handbuch und der Online-Hilfe wird von *DSC-TGA-Versuchen* bzw. *TGA-DTA-Versuchen* gesprochen. Dies bezieht sich auf Versuche, bei denen der Wärmestrom und das Gewicht bzw. das Gewicht und der Wert für Delta T (µV und/oder °C) gespeichert werden.

SDT-Proben vorbereiten

Für das SDT werden zwei spezielle Arten von Probenbechern angeboten. Diese Becher sind außerdem in verschiedenen Größen verfügbar. Die Kriterien für die Auswahl eines Probenbechers sind einfach:

- Für DSC-TGA-Versuche müssen 90- μ l-Keramik-Probenbecher (Aluminiumoxid) verwendet werden. Diese Becher sind mit den meisten Hochtemperatur-Materialien kompatibel (d. h. sie verfälschen nicht die Ergebnisse). Der Saphir-Standard für die DSC-Wärmestromkalibrierung wurde zudem an die Größe der 90- μ l-Becher angepasst.
- Für TGA-DTA-Versuche sind Probenbecher aus Keramik (40 μ l oder 90 μ l) oder Platin (40 μ l oder 110 μ l) akzeptable Alternativen. Bei TGA-DTA-Versuchen ist Platin im Allgemeinen vorzuziehen, da Platin sich leicht reinigen lässt und mit den meisten organischen Stoffen und Polymeren nicht reagiert. Bei anorganischen oder korrodierenden Stoffen ist Keramik die bessere Wahl.

Alle Becherarten sind wiederverwendbar. Brennen Sie mit einem Bunsen- oder Propanbrenner etwaige Materialreste aus, um einen Becher zwischen Versuchen zu reinigen.



VORSICHT: Zur Reinigung der Becher den Ofen nicht auf hohe Temperaturen erhitzen, sondern die Becher außerhalb des Ofens wie oben beschrieben reinigen. Wird der Ofen längere Zeit bei hohen Temperaturen betrieben, verkürzt sich die Lebensdauer des Ofens.



WARNHINWEIS: Wenn Platinbecher bei hohen Temperaturen verwendet werden (d. h. über 1300°C), können sie am Platinsensor der Proben- und Referenzplattform kleben bleiben, so dass der Sensor bei Entfernung des Bechers beschädigt wird. Dadurch kann ein Wechsel des Proben- und Referenzwaagenarmes erforderlich werden.

Um dies zu vermeiden, kann entweder (1) eine Keramikschale verwendet werden, oder (2) feinkörniges Aluminiumoxidpulver wird zwischen den Platinbecher und dem Sensor aufgetragen, bevor ein TGA-DTA-Versuch gestartet wird.

HINWEIS: Aluminiumoxid nimmt Feuchtigkeit auf. Vor der Verwendung muss Aluminiumoxid getrocknet werden. Bewahren Sie das Aluminiumoxidpulver in einem Exsikkator auf.

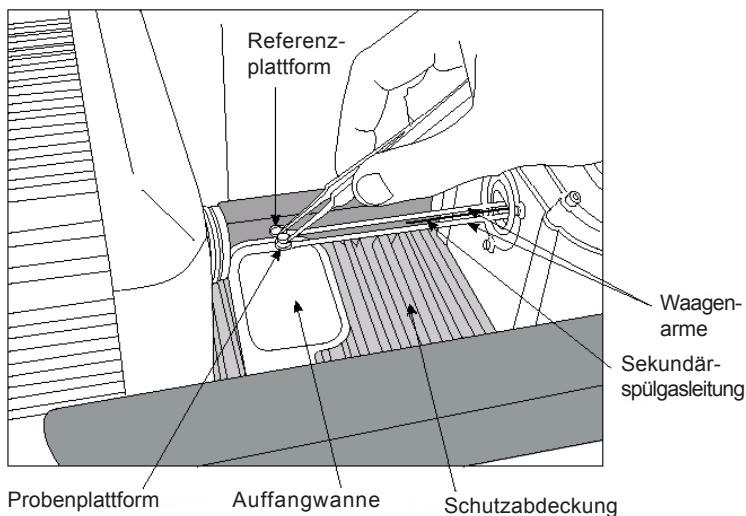
Tarieren und Laden der SDT-Probenbecher

Die Tarierung der SDT-Probenbecher garantiert, dass die von der Waage gemessenen Gewichte ausschließlich das Gewicht der Probe wiedergeben. Die SDT-Becher müssen vor jedem Versuch bei geschlossenem Ofen tariert werden, selbst wenn derselbe Becher bei mehreren aufeinander folgenden Versuchen verwendet wird.

Beim Trieren eines Bechers liest das SDT das Gewicht des leeren Bechers und speichert das Gewicht dann als Versatzwert, der von den späteren Gewichtsmessungen abgezogen wird. Um korrekte Ergebnisse zu erhalten, muss die Gewichtsanzeige sich stabilisiert haben, bevor der Versatzwert bestimmt wird. Bei Verwendung der automatischen Trierung bestimmt das SDT, ob sich die Gewichtsanzeige ausreichend stabilisiert hat. Da das SDT zwei Waagenbaugruppen enthält, wird die Trierung sowohl für den Probenbecher als auch für den Referenzbecher durchgeführt.

HINWEIS: Fassen Sie die SDT-Probenbecher immer nur mit einer Pinzette an.

1. Drücken Sie die Taste **Ofen** auf dem Touchscreen des Geräts, um den Ofen zu öffnen.
2. Stellen Sie einen leeren SDT-Probenbecher auf die Plattform der vorderen Probenwaage und kontrollieren Sie, ob der Becher richtig sitzt (siehe folgende Abbildung).



Laden des SDT-Probenbechers

3. Setzen Sie einen leeren SDT-Probenbecher auf die Plattform der hinteren Referenzwaage und kontrollieren Sie, ob der Becher richtig sitzt.
4. Drücken Sie die Taste **Ofen**, um den Ofen zu schließen und die Becher vor Luftströmungen zu schützen.
5. Drücken Sie die Taste **Trieren** auf dem Touchscreen des Geräts. Das SDT wiegt die Probenschalen automatisch und speichert das Gewicht als Versatzwert.

HINWEIS: Das Gerät führt keine Trierung durch, wenn der Ofen geöffnet ist, wenn sich die Temperatur zu schnell ändert (d. h. wenn die Temperatur innerhalb von 10 Sekunden zu Gewichtsänderungen von mehr als 3,0 µg führt), oder wenn sich das Gerät im Kalibriermodus befindet.

6. Drücken Sie die Taste Ofen, um den Ofen zu öffnen.

Nach der Tarierung der SDT-Becher kann die Referenzprobe eingelegt werden (z. B. Aluminiumoxid). Führen Sie anschließend die Schritte 7 bis 11 aus. Wenn keine Referenzprobe verwendet werden soll, weiter mit Schritt 12.

HINWEIS: Bei TGA-DTA-Versuchen wird ein Referenzmaterial (z. B. Aluminiumoxid) empfohlen, um den Unterschied in der Wärmekapazität zwischen den Referenz- und Probenbechern zu minimieren und so die Basislinie zu optimieren. Referenzproben sollten nicht für DSC-TGA-Versuche verwendet werden. Stattdessen sollten Kalibrierungen und spätere Messungen mit einem leeren Aluminiumoxidbecher als Referenz durchgeführt werden.



VORSICHT: Wird Probenmaterial auf der Plattform verschüttet, kann dies zu einer dauerhaften Kontaminierung der Plattform führen. In diesem Fall müssen die beiden Waagenarme ausgetauscht werden. Entfernen Sie daher die Becher von den Waagenarmen, wenn Sie Proben in die Becher laden.

7. Drehen Sie die Auffangwanne an ihre Position unter den Waagenarmen.
8. Entfernen Sie den Referenzbecher von der hinteren (Referenz-)Plattform.
9. Füllen Sie den Referenzbecher mit der gleichen Menge an Referenzmaterial, die auch für die Probe verwendet werden soll.

HINWEIS: Bei DSC-TGA-Versuchen wird keine Referenzprobe verwendet.

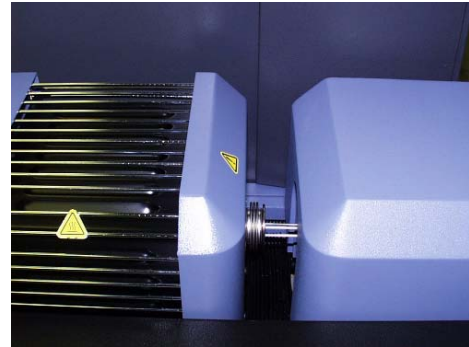
10. Setzen Sie den gefüllten Becher wieder auf die Referenzplattform.
11. Drücken Sie die Taste Display-Menü auf dem Touchscreen des Geräts und anschließend die Taste Signalanzeige. Lesen Sie das Referenzgewicht ab. Wenn das Referenzgewicht akzeptabel ist, weiter mit Schritt 12. Ist die Anzeige nicht akzeptabel, wiederholen Sie ggf. die Schritte 8 bis 11.
12. Entfernen Sie den Probenbecher von der vorderen (Proben-)Plattform.
13. Das Probenmaterial in den Probenbecher legen. Wenn eine Referenzprobe verwendet wird, nehmen Sie etwa die gleiche Menge an Probenmaterial wie bei der Referenzprobe.
14. Stellen Sie den Becher auf die Probenplattform; vergewissern Sie sich, dass der Probenbecher richtig auf der Plattform platziert ist.

HINWEIS: Eine reproduzierbare Position der Proben- und Referenzbecher auf der Proben- und Referenzplattform (Waagenarmsensoren) ist entscheidend für eine optimale SDT-Leistung, besonders bei DSC-TGA-Kalibrierung und -Versuchen. Da eine „Zentrierung“ des Bechers auf der Plattform sich nur schwer erreichen lässt, sollten die Becher so angeordnet sein, dass sie immer ganz an einer Kante der Plattform stehen. Außerdem sollte die Ausrichtung der Becher immer im gleichen Winkel erfolgen. Bringen Sie dafür am besten eine kleine Markierung am Becher an und achten Sie darauf, dass diese Markierung auf der Plattform immer in die gleiche Richtung zeigt.

15. Drücken Sie die Taste Display-Menü auf dem Touchscreen des Geräts und danach die Taste Signalanzeige. Lesen Sie die Probeneinwaage ab. Wenn die Einwaage akzeptabel ist, weiter mit Schritt 16. Ist dies nicht der Fall, die Schritte 12 bis 15 gegebenenfalls wiederholen.
16. Drehen Sie die Auffangwanne wieder in ihre Position unter der Waagenarmablage.

17. Drücken Sie die Taste Ofen auf dem Touchscreen des Geräts, um den Ofen um das Probenmaterial zu schließen.

HINWEIS: Wenn das Gewicht außerhalb des Bereichs liegt (<Bereich oder >Bereich, schließt der Ofen nicht. Diese Funktion verhindert eine Beschädigung der Waagenarme.



Schließen des Ofens

Betrieb mit zwei Proben

Beim SDT Q600 steht ein Modus für den Betrieb mit zwei Proben zur Verfügung. Mit diesem Modus lassen sich vergleichende TGA-DTA-Daten für zwei Proben gleichzeitig bestimmen. Bei Durchführung von Versuchen mit zwei Proben werden die Versuchssignale in einer einzigen Datei für Seite A (Probe) und Seite B (Referenz) gespeichert.

HINWEIS: Bei den gespeicherten Signalen wird davon ausgegangen, dass Gewicht A sich auf die Probenplattform (vordere Plattform) und Gewicht B sich auf die Referenzplattform (hintere Plattform) bezieht.

Beachten Sie bei der Durchführung von Versuchen mit zwei Proben die folgenden Empfehlungen:

- Führen Sie die Doppelproben-Kalibrierung durch, nachdem alle Standardkalibrierungen abgeschlossen sind.
- Wählen Sie die Option **Ansicht/Versuchsansicht** und anschließend den Modus mit zwei Proben (SDT) aus der angezeigten Liste der Betriebsarten. Geben Sie die Bezeichnungen der beiden Proben in das Feld „Probenname“ ein (z. B. Probe 1/Probe 2). Es können bis zu 32 Zeichen eingegeben werden.
- Setzen Sie die beiden sauberen SDT-Tiegel auf die Waagenarme für Probe und Referenz. Drücken Sie anschließend die Taste **Tarieren**. (Um optimale Ergebnisse zu erhalten, sollten die bei der Doppelproben-Kalibrierung benutzten Probentiegel verwendet werden.)
- Wenn der Modus mit zwei Proben ausgewählt ist, können in der Datei andere Signale gespeichert werden. Dazu gehören Temperaturdifferenz (°C), Temperaturdifferenz (°C/mg), Gewicht (mg) und Gewicht in % (%) sowohl für Seite A (Probenwaagenarm) als auch für Seite B (Referenzwaagenarm). Es müssen die normierten Signale (°C/mg und %) ausgewählt werden, wenn diese Signale zur Anzeige und Analyse im Analyseprogramm Universal Analysis verwendet werden sollen.
- Wählen Sie **Extras/Geräteeinstellungen/LCD-Signale** im Gerätesteuerungsprogramm, um Gewichtsänderungen in der SDT-Signalanzeige auf dem Touchscreen zu beobachten. Wählen Sie anschließend **Gewicht** und **Gewicht %**.

HINWEIS: Es können immer nur sechs Signale zur Anzeige auf dem Touchscreen des Geräts ausgewählt werden. Damit die Signale für zwei Proben ausgewählt werden können, müssen daher zwei der Standardsignale ausgeblendet werden.

- Die absolute Genauigkeit von Gewichts- und Temperaturänderungen ist beim Betrieb mit zwei Proben nicht so gut wie beim Betrieb mit einer Probe. Um optimale Ergebnisse zu erhalten, wird daher der Betrieb mit einer Probe empfohlen. Außerdem sollte der Betrieb mit zwei Proben nur bei Rampenversuchen benutzt werden.
- Die Daten der beiden Proben (A und B) werden in einer einzigen Datei gespeichert. Die Daten können durch Auswahl der entsprechenden Signalgruppe (A oder B) im Analyseprogramm Universal Analysis getrennt werden.

Einrichten der Spülgase

Das SDT ist so konfiguriert, dass sowohl ein primäres als auch ein sekundäres Spülgas verwendet werden kann. In diesen Abschnitten wird die Verwendung und Einrichtung dieser Spülgase erläutert.

Primäres Spülgas

Das primäre Spülgas strömt über die Anschlüsse Gas 1/2 an der Rückseite des SDT (finden Sie in Kapitel 2) in das Gerät. Es strömt durch die Waagenkammer und durch das Messsystem für Probe und Referenz und verlässt dann den Ofen am Ende des Ofenzylinders. Da dieses Spülgas die Waagenkammer durchströmt, darf als primäres Spülgas nur normales, vorzugsweise inertes Gas wie z. B. Stickstoff verwendet werden. Als primäres Spülgas kann auch Luft verwendet werden.

Das primäre Spülgas wird durch einen internen elektronischen Spülgasregler (MFC) und eine Gasumschaltseinheit geregelt. Der MFC überwacht und regelt laufend die Gasflussrate, die ggf. in den Dateien gespeichert werden kann, und die Gasumschaltseinheit gestattet einen Wechsel des primären Spülgases während eines Versuchs.

Das primäre Spülgas wird bei allen SDT-Versuchen verwendet. Typische Flussraten sind 100 ml/min.

Sekundäres Spülgas

Das sekundäre Spülgas gestattet eine flexiblere Versuchsdurchführung, weil ein reaktionsfreudigeres Gas verwendet werden kann, ohne dass die empfindliche Waage diesem Spülgas ausgesetzt ist. Das sekundäre Spülgas strömt über einen speziellen Anschluss am SDT-Gehäuse in das SDT (finden Sie in Kapitel 2). Dieses Spülgas strömt über eine Leitung mit geringem Durchmesser zwischen den Proben- und Referenzwaagenarmen in den Ofen.

Die Flussrate des sekundären Spülgases ist in der Regel geringer als die des primären Spülgases (meist 20 ml/min). Auf diese Weise verhindert das primäre Spülgas eine Rückdiffusion des sekundären Spülgases in die Waagenkammer und schiebt das sekundäre Spülgas über Probe und Referenz, bevor es am Ende des Ofenzylinders das Gerät verlässt.

Die Flussrate für das sekundäre Spülgas wird mit einem externen optionalen Durchflussmesser geregelt und nicht als Signal gespeichert. Das sekundäre Spülgas wird bei den meisten SDT-Versuchen nicht verwendet.

Starten eines Versuchs

Vergewissern Sie sich vor Beginn des Versuchs, dass das SDT mit der Steuereinheit verbunden ist und alle benötigten Informationen über die Gerätesteuerungssoftware eingegeben wurden.

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

Schließen Sie den Ofen und starten Sie den Versuch mit der Taste START auf dem Touchscreen des Geräts oder durch Auswahl von **Start** in der Gerätesteuerungssoftware.

Stoppen eines Versuchs

Wenn aus irgend einem Grund der Versuch abgebrochen werden muss, können Sie dies zu einem beliebigen Zeitpunkt tun, indem Sie die Taste STOPP auf dem Touchscreen drücken oder die Option **STOPP** der Gerätesteuerungssoftware aufrufen. Eine weitere Funktion, die den Versuch stoppt, ist **Verwerfen**. Bei Wahl dieses Befehls werden jedoch alle Messdaten gelöscht, während bei Wahl von "Stopp" alle bis zum Zeitpunkt des Abbruchs gesammelten Daten gespeichert werden.

Wartung des Geräts

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



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

Reinigen des Geräts

Der SDT-Touchscreen kann beliebig oft gereinigt werden. Der Touchscreen sollte mit einem handelsüblichen Haushaltsglasreiniger und einem weichen Tuch gereinigt werden. Befeuchten Sie das Tuch (nicht den Bildschirm!) mit dem Glasreiniger und wischen Sie dann vorsichtig über den Touchscreen und die umgebenden Flächen.



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

Reinigung des Ofens

Zur Beseitigung von Verunreinigungen, die sich im Inneren des Ofens abgelagert haben, muss der Ofen nach jeweils 10 Versuchen durch Aufheizung auf ca. 1000°C in Luftatmosphäre mit einem Rampenanstieg von 20°C/min gereinigt werden. Die für diese Reinigung verwendete Zeit ist auf das Minimum zu beschränken. Wird der Ofen längere Zeit bei hohen Temperaturen betrieben, verkürzt sich die Lebensdauer des Ofens.

Reinigung der Schutzabdeckung (Faltenstulpe)



VORSICHT: Die Schutzabdeckung KEINESFALLS ENTFERNEN.

Blasen Sie in den Falten abgelagerten Staub mit Druckluft heraus. Wischen Sie die Abdeckung vorsichtig mit einem weichen Tuch oder einem Papiertuch ab, das mit einer milden Seifenlösung getränkt ist, um auf die Abdeckung verschüttete Flüssigkeiten zu beseitigen.

Auswechseln der Sicherungen

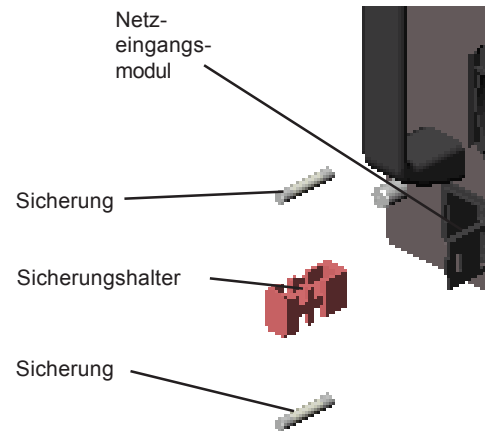


WARNHINWEIS: Ziehen Sie vor dem Prüfen oder Auswechseln von Sicherungen immer zuerst den Netzstecker des Geräts!

Das SDT enthält interne Sicherungen, die vom Benutzer nicht ausgewechselt werden können. Wenn eine interne Sicherung durchbrennt, kann dies gefährlich sein. Wenden Sie sich in Ihr Servicepersonal von TA Instruments.

Die einzigen Sicherungen, die der Benutzer selbst ersetzen kann, sind die Sicherungen im Netzeingangsmodul an der Rückseite des Geräts. So überprüfen oder wechseln Sie diese Sicherungen aus:

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



Ersatzteile

In diesem Abschnitt sind die Ersatzteile für das SDT-Gerät aufgeführt, die bei TA Instruments bestellt werden können. Einige Teile müssen durch einen Servicetechniker ausgetauscht werden. In der folgenden Tabelle finden Sie die Artikelnummer zur Ersatzteil- und Verbrauchsmaterialbestellung.

Sicherungen, Leitungen und Kabel

Bestellnummer	Beschreibung
205221.001	Sicherung (6,3 A, 250 V)
205221.002	Sicherung (10 A, 250 V)
251470.025	Ethernet-Kabel (6 m, abgeschirmt)
253827.000	Netzkabel
920223.901	Event-Kabel

SDT-Zubehör und Probenbecher

Bestellnummer	Beschreibung
920063.901	Netzsteuereinheit
961020.901	Ofenbaugruppe (mit Keramikzylinder)
259508.000	Messingpinzette
259509.000	Spatel, gebogen, 165 mm lang
270226.022	O-Ring, Ofenzylinder
960017.901	SDT-Kit für 2 Waagenarme
960148.901	Platin-Probenbecher; 40 µl, Packung zu 3 Stk. (für TGA-DTA-Untersuchungen)
960149.901	Platin-Probenbecher; 110 µl, Packung zu 3 Stk. (für TGA-DTA-Untersuchungen)
960072.901	Aluminiumoxid-Probenbecher; 40 µl, Packung zu 3 Stk. (für TGA-DTA-Untersuchungen)
960070.901	Aluminiumoxid-Probenbecher; 90 µl, Packung zu 3 Stk. (für DSC-TGA-Untersuchungen)
960239.901	Aluminiumoxid-Probenbecher; Packung zu 3 Stk. (für DSC-TGA-Untersuchungen)

SDT-Kalibrierungs-/Referenzmaterialien

Bestellnummer	Beschreibung
915079.903	Saphir-Standard für die DSC-Wärmestromkalibrierung
900905.901	Kalziumoxalat
952183.901	Aluminiumdraht-Röhrchen zur Temperaturkalibrierung
960014.901	Kalibrierungsgewichtssatz
960034.901	Aluminiumoxid als Referenzmaterial für TGA-DTA-Untersuchungen

A

- Anschluss 27
- Anzeigemenü 20
 - Tasten des Touchscreens 20
- Auffangwanne 47

B

- Betrieb
 - mit zwei Proben 48
- Betrieb mit zwei Proben
 - Durchführung von Versuchen 48
 - gespeicherte Signale 48
 - Richtlinien 48

C

- Computer
 - Anschließen an den Ethernet-Hub 29
 - anschießen an ein LAN 30

D

- Dress Cover 36
- DSC-Funktionen 11
 - Messungen 11
- DSC-TGA-Versuche
 - Probenbecher 45
- Durchflussmesser 32
- Durchführung von Versuchen 44
- Dynamisches Differenzkalorimeter (DSC)
 - Touchscreen (Q200, Q2000) 13

E

- Elektrische Sicherheit 9
- Elektromagnetische Verträglichkeit 7
- elektronischer Spülgasregler (MFC) 31, 49
- Erfüllung behördlicher Auflagen 7

Ethernet-Hub 29
Anschließen an das Gerät 29
Anschließen an die Steuereinheit 29
Ethernet-Kabel
Anschließen des Computers an ein LAN 30

F

Faltenstulpe
Schutzabdeckung reinigen 51

G

Gase
empfohlene 31
Gasspülleitung
Primäre 31
Gasumschalteinheit 49
Gasversorgung
Druck 31
Gehäuse 11
Mechanik 11
Systemelektronik 11
Gerät
Anschließen an den Ethernet-Hub 29
Gewicht
außerhalb des Bereichs 48
Gewichtsempfindlichkeit 22
Gewichtsrichtigkeit 22

H

Hauptfunktionstasten 18

I

Installation
Primärspülgasleitungen 31
sekundäres Spülgas 32
Spannungskonfigurationseinheit 34

instrument. *See* SDT; TGA

K

Kabel 27
Ethernet 29
Netz- 35

- Kalibrierung
 - Doppelprobenkalibrierung 43
 - DSC-Wärmestrom 43
 - Kalibrierung der DTA-Basislinie 42
 - Temperatur 43
 - TGA-Gewichtskalibrierung 42

- Kalibrierung der DTA-Basislinie 42

- Keramikschale 45

- Komponenten 11

- Kühlgasleitung
 - installieren 33

L

- LAN
 - Anschließen an Computer 30

- Leitungen
 - Anschluss 27

M

- Metallstandard 43

- Modus
 - mit zwei Proben 48

N

- Netzeingangsmodul 34, 52

- Netzschalter 35

O

- Ofen 11
 - Reinigung 51

- Ofenspülgase 22

P

- Platinbecher 45

- primäres Spülgas
 - Beschreibung 49
 - Flussrate 49
 - Flussrate einstellen 31
 - Leitung anschließen 31
 - Verwendung 49
 - Weg durch das SDT 49

- Probenbecher
 - Arten 45
 - Auswahl 45
 - Größen 45
 - Kapazität 22
 - maximales Gewicht 22
 - Positionierung 47
 - Tarieren 46
 - Vorbereitung 45
- Probentiegel 22

R

- Referenzbecher
 - Positionierung 47
- Referenzmaterial 47
- Reinigung 51
 - Gerät 51
 - Ofen 51
- Rota-Durchflussmesser 49

S

- Saphirstandard 43
- Schmelzwärme 43
- SDT
 - anhalten 39
 - installieren 25
 - Kabel
 - Netz- 35
 - Kalibrierung 42
 - Leitungen
 - Gasspülung 31
 - Kühlgas 33
 - Standort 26
 - Starten 39
 - untersuchen 25
- SDT-Komponenten 11
- Sekundäres Spülgas 22
- sekundäres Spülgas
 - Anschlussleitung 32
 - Beschreibung 49
 - Flussrate 49
 - Verwendung 49
 - Weg durch das SDT 49

- Sekundärspülgas
 - Flussrate einstellen 32
- Sicherheit
 - elektrische 9
 - Mechanische 10
 - thermische 9
 - Umgang mit Chemikalien 9
- Sicherheitsnormen 7
- Sicherungen
 - Austausch am SDT 52
- Sicherungshalter 34
- Signale
 - Auswahl 44
- Spannungskonfigurationseinheit
 - Installation 34
- Spülgase 22
- Spülgasleitung
 - sekundäre 32
- Spülrate 22
- Statuszeile 18
- Steuereinheit
 - Beschreibung 11
- Steuerungsmenü 19
- Stoppen eines Versuchs 50

T

- Taraarm
 - lockern 38
- Tarierung 46
- Taste FURNACE UP 19
- Taste STOP 18
- Technische Daten 21
- Teile 53
- Temperatur
 - Genauigkeit 22
 - Richtigkeit 22
- Temperaturkalibrierung 43
- TGA-DTA-Versuche
 - Probenbecher 45

TGA-DTA-Versuchen
mit zwei Proben 48

TGA-Gewichtskalibrierung 42

Touchscreen
Hauptfunktionstasten 18

V

Vernetzen 30

Versatz 46

Versuch
beenden 50
Starten 50
Verfahren 44
Verwerfen 50

Versuche
Probenvorbereitung 45

W

Waagenarmanschlag
lockern 38

Waagenbaugruppen
Probe 11
Referenz 11

Waagengehäuse
Entfernen des Deckels 37
Wiedereinsetzen des Deckels 38

Wärmeaustauscher
Kabel 27
Leitungen 27

Wärmestrom
Genauigkeit 22
Richtigkeit 22

Wärmestromkalibrierung 43

Wartung
SDT 51