

PCA

Photocalorimeter Accessory



Q SerieTM

Installationshandbuch

PN 935040.001 Rev. A
Ausgabe August 2003



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

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.

Warenzeichen und Patente

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

Warenzeichen von TA Instruments

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

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

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

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

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

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

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

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

Patente von TA Instruments

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

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

Patente von TA Instruments (Fortsetzung)

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Andere Warenzeichen

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

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

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

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

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

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

Loctite® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Loctite Corporation.

Swagelok® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Swagelok Company.

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

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

TYGON® ist ein eingetragenes Warenzeichen der NORTON Co.

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

SILICON SOFTWARE

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

EINSCHRÄNKUNGSKLAUSEL

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

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

Inhaltsverzeichnis

Warenzeichen und Patente	3
Warenzeichen von TA Instruments	3
Patente von TA Instruments	3
Andere Warenzeichen	5
Inhaltsverzeichnis	6
Sicherheits- und Warnhinweise	8
Sicherheit	9
Elektrische Sicherheit	9
Gefährdung durch Strahlung	9
Zusätzliche Sicherheitshinweise	10
Hinweise zur Gewährleistung	10
Kapitel 1: PCA - Einführung	11
Übersicht	11
Produktbeschreibung	11
Überlegungen vor Beginn des Versuchs	12
Wellenlängenbereich	12
Lichtstärke	12
Basislinienrauschen	13
Belichtungszeit	13
Temperatur	14
Kapitel 2: Einrichten des PCA	15
Installation des PCA-Geräts	16
Kapitel 3: Bedienung des PCA	21
Vorbereiten des Systems	21
Bedienung des PCA	25
Weitere Überlegungen vor Beginn des Versuchs	30
Betrieb mit zwei Proben	35
Typische Versuchsergebnisse	37

Wartung des PCA	40
Ersatzteile	41
Vertretungen von TA Instruments	43
Index	47

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 Gerätes 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.

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.

Bei Verwendung des Fotokalorimeter-Zubehörs (PCA) müssen verschiedene Aspekte des Arbeitsschutzes berücksichtigt werden. Detaillierte Informationen zur Arbeitssicherheit finden Sie in der *Bedienungsanleitung von Novacure®*.

Elektrische Sicherheit

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



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

Gefährdung durch Strahlung



WARNHINWEIS: NIEMALS direkt in den Lichtstrahl des Lichtleiters oder in den reflektierten Lichtstrahl schauen. Die intensive ultraviolette Strahlung kann die Netzhaut des Auges dauerhaft schädigen und zur Erblindung führen.



WARNHINWEIS: Die Haut NIEMALS den UV-Strahlen aussetzen. Wenn die Hautoberfläche UV-Strahlen ausgesetzt ist, führt dies zu schweren Verbrennungen. IMMER LATEXHANDSCHUHE tragen, wenn mit UV-Strahlen gearbeitet wird.

Zusätzliche Sicherheitshinweise



WARNHINWEIS: Detaillierte Informationen zur Arbeitssicherheit finden Sie in der *Bedienungsanleitung von Novacure®*.

Hinweise zur Gewährleistung



WARNHINWEIS: Das PCA muss vor falscher oder zweckentfremdeter Anwendung geschützt werden. TA Instruments bietet nach der Erstinstallation keine Gewährleistung auf das Fotokalorimeter-Zubehör, den Doppellichtleiter und die 100-W-Quecksilberlampe.



WARNHINWEIS: Die Nutzungsdauer des flüssigkeitsgefüllten Standard-Doppellichtleiters mit vergrößertem Bereich verkürzt sich drastisch, wenn er längere Zeit Temperaturen über 35°C ausgesetzt sind. Die empfohlene (standardmäßig vorgegebene) höchste Temperatur für PCA-Versuche liegt bei 80°C. Dieser obere Grenzwert berücksichtigt, dass das Ende des Lichtleiters im Adapter über der Zelle einen „stationären Zustand“ bei 35°C annimmt, wenn die Zelle selbst isotherm bei 80°C gehalten wird.

Für Arbeiten bei höheren Temperaturen (bis 250 °C) sind Lichtleiter aus Quarzglas lieferbar. Wenden Sie sich an Ihren Ansprechpartner von TA Instruments.

Kapitel 1

PCA - Einführung

Übersicht

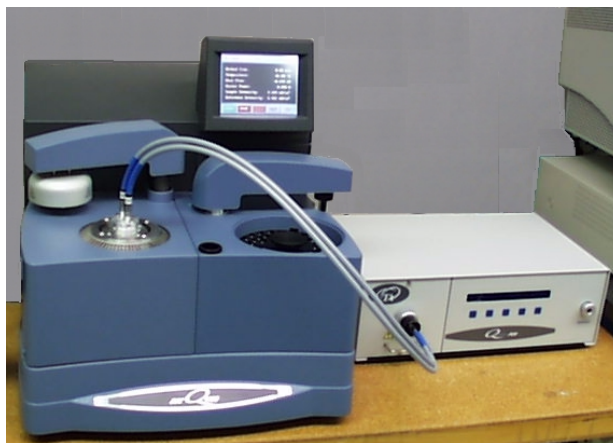
Das Fotokalorimeter-Zubehör (PCA-Zubehör) wird zusammen mit den dynamischen Differenz-Kalorimetern DSC Q100 und Q1000 von TA Instruments verwendet. Mit diesem Zubehör können Proben in der DSC-Zelle mit ultraviolettem oder sichtbarem Licht bestrahlt werden. Wenn die Proben (gewöhnlich Fotopolymere) auf das Licht reagieren, wird Wärme abgegeben (d. h. eine exotherme Reaktion findet statt). Diese Wärme wird gemessen und zur Untersuchung der relativen Reaktivität und/oder der Kinetik der Reaktion benutzt. Diese untersuchten Reaktionen finden typischerweise sehr schnell statt, und Sie erhalten Ergebnisse nach weniger als 15 Minuten.

Produktbeschreibung

Das PCA-Zubehör von TA Instruments besteht aus einem Filter-Lichtmessgerät (Novacure® 2100) mit einer Hochdruck-Quecksilberlampe, die Licht im

Spektralbereich zwischen 250 und 650 Nanometer (nm) liefert. Ein Breitbandfilter (320 bis 500 nm) wird standardmäßig mit dem Gerät mitgeliefert. Das Licht wird vom Gerät zur DSC-Zelle über einen flüssigkeitsgefüllten Doppellichtleiter mit vergrößertem Bereich (250 bis 700 nm) von 1 m Länge und 3 mm Durchmesser

übertragen. Der Lichtleiter wird mit Hilfe eines Spezialadapters an der Messzelle angeschlossen. Die Abbildung zeigt diese Systemkomponenten.



Novacure® ist ein eingetragenes Warenzeichen von EXFO Photonic Solutions, Inc., 2260 Argentia Road, Mississauga, Ontario, Kanada L5N 6H7.

Überlegungen vor Beginn des Versuchs

Es gibt mehrere grundlegende Geräteeigenschaften, welche die Qualität der PCA- Ergebnisse beeinflussen. Es handelt sich um folgende Eigenschaften: Wellenlängenbereich, Lichtstärke an Proben- und Referenzposition in der DSC-Zelle, Basislinienrauschen, Belichtungszeit und Temperatur. In den folgenden Abschnitten werden die jeweiligen Aspekte für diese Parameter beschrieben, die bei der Planung eines Versuchs mit dem PCA-Zubehör zu berücksichtigen sind.

HINWEIS: Das zum Patent angemeldete Tzero™-Konzept der DSC-Zellen Q100 und Q1000 hat wesentliche Vorteile für PCA-Versuche, da z. B. die Lichtstärken an der Probe und der Referenz in der Zelle direkt gemessen und abgeglichen werden können und auch Versuche mit zwei Proben möglich sind. Diese Vorteile können nur dann genutzt werden, wenn als Betriebsart der Wärmestrom T4 genutzt wird. Daher muss bei PCA-Versuchen als Betriebsart der Wärmestrom T4 ausgewählt werden.

Wellenlängenbereich

Novacure® ist ein Filter-Lichtmessgerät (Fotometer). Ein Breitbandfilter, der mit dem Gerät geliefert wird, deckt den Bereich zwischen 320 und 500 nm ab und eignet sich für die meisten PCA-Untersuchungen mit UV-Licht und sichtbarem Licht. Als Zusatzoption ist ein Breitbandfilter für den UV-Bereich zwischen 250 und 450 nm lieferbar. Außerdem sind als Option auch Durchlassfilter mit Cut-offs bei 390 und 490 nm lieferbar. Diese Filter werden an der DSC-Seite des Lichtleiters montiert.

Lichtstärke

Die PCA-Messungen benutzen eine Hochdruck-Quecksilberlampe mit hoher Lichtstärke, die eine Gesamt-Lichtstärke von 20.000 mW/cm² liefern kann. Diese Lichtstärke ist wesentlich höher als die bei den meisten fotokalorimetrischen Versuchen benötigte Lichtstärke. (Die meisten Versuche werden mit Lichtstärken zwischen 20 und 100 mW/cm² an der Probe durchgeführt). Die Lichtstärke, welche die DSC-Zelle erreicht, wird mit Hilfe der Blendenöffnung des PCA-Geräts und mit Hilfe von Neutralfiltern und/oder Cutoff-Filtern am Ende des Lichtleiters eingestellt.

Es ist nicht alleine ausreichend, die Lichtstärken am Ende jedes „Armes“ des Doppellichtleiters auf den richtigen Wert einzustellen; sie müssen auch abgeglichen werden, um einen minimalen Basislinienversatz zu erreichen. Die DSC-Geräte der Q-Serie™ von TA Instruments besitzen eine spezielle, zum Patent angemeldete Konstruktion, die eine unabhängige Messung der Wärmeströme bei der Proben- und Referenzplattform in der DSC-Zelle ermöglicht. Wenn kein Proben- oder Referenzmaterial und keine Tiegel vorhanden sind (d. h. bei einer leeren Zelle), verhalten sich die gemessenen Wärmeströme direkt proportional zu den Lichtstärken der betreffenden Plattformen. Auf diese Weise kann die tatsächliche Lichtstärke bestimmt werden, der die Probe ausgesetzt ist. Außerdem können die Lichtstärken an den Plattformen für Probe und Referenz durch eine einfache Einstellung des Zellenlichtleiteradapters abgeglichen werden.

Basislinienrauschen

Im Idealfall sollte die an der DSC-Zelle anliegende Lichtstärke des Lichtleiters konstant sein. Die bei dem PCA-Zubehör verwendete Hochdruck-Quecksilberlampe weist jedoch einige Schwankungen der Ausgangsleistung auf. Die DSC-Zelle ist so empfindlich, dass sie solche geringfügigen Schwankungen der Lichtstärke als Rauschen der Wärmestrom-Basislinie erkennt. Es gibt keine Systemeinstellung, mit der dieses Rauschen beseitigt werden kann. Glücklicherweise liegt das Rauschen in der Regel bei weniger als $+100 \mu\text{W}/\text{cm}^2$, so dass es sich nicht auf die Wärmeströme auswirkt, die mit den zu untersuchenden und durch Licht ausgelösten Ereignissen zusammenhängen, da diese Wärmeströme um mehrere Größenordnungen höher sind.

Belichtungszeit

Durch Licht ausgelöste Aushärtungsreaktionen sind schnell ablaufende thermische Ereignisse. Die vollständige Aushärtung kann mehrere Sekunden bis mehrere Minuten dauern. Auf diese Weise kann das Härungsverhalten ähnlicher Materialien nur schwer aufgelöst werden, selbst wenn nur geringe Lichtstärken verwendet werden. Die Möglichkeit, die Belichtungszeit zu verändern, bietet daher einen zusätzlichen Versuchsparameter, mit dem sich das Verhalten besser auflösen lässt und/oder sich die realen Bedingungen in der Praxis besser simulieren lassen (z. B. bei der fotochemischen Härtung einer Filmschicht, wenn der Film schnell an einer Lichtquelle vorbeigeführt wird). Das PCA-Zubehör wird an die DSC-Zelle über ein Event-Kabel angeschlossen, das eine Blende an der Lichtquelle öffnet und schließt. Bei der Konfiguration einer PCA-Methode kann die Belichtungszeit bis auf 0,6 Sekunden reduziert werden.

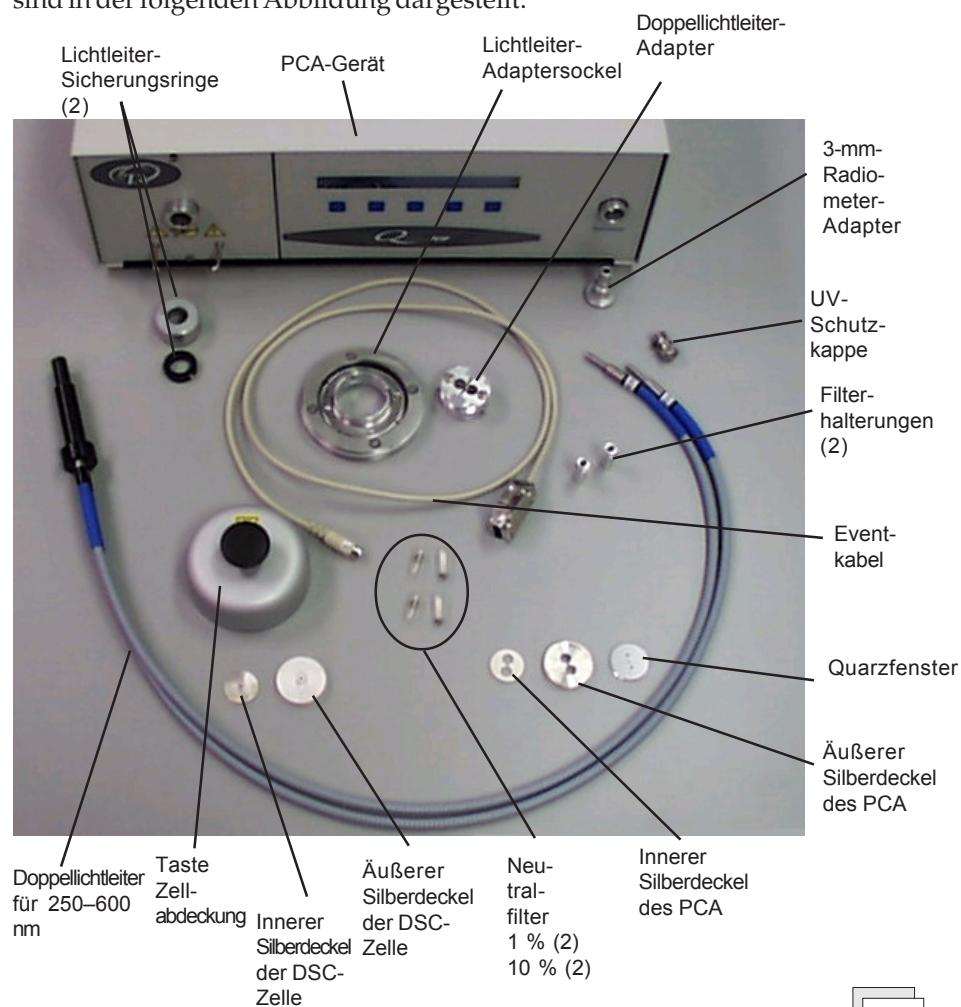
Temperatur

Die meisten PCA-Versuche werden isotherm durchgeführt. Das PCA-Zubehör ist mit FACS- und RCS-Kühlern kompatibel. Die PCA-Versuche können im Temperaturbereich zwischen -50 und 80°C durchgeführt werden; sobald ein PCA-Versuch abgeschlossen ist, kann außerdem ein Standard-DSC-Versuch mit der vollständig oder teilweise ausgehärteten Probe in einem größeren Temperaturbereich entsprechend dem ausgewählten Kühler durchgeführt werden, wobei nur geringfügige Änderungen am System erforderlich sind.

Kapitel 2

Einrichten des PCA

In diesem Abschnitt wird kurz die Konfiguration des Fotokalorimeter-Zubehörs (PCA) für die Q-Serie™ beschrieben. Weitere Details finden Sie im *DSC Q-Serie™ Installationshandbuch*, in der *Onlinehilfe* und in der *Bedienungsanleitung des Filterlichtmessers von Novacure®*. Zusammen mit dem PCA-Zubehör werden viele Komponenten geliefert. Der entsprechende Zubehörsatz wird für die Einrichtung des Geräts benötigt. Diese Komponenten sind in der folgenden Abbildung dargestellt.



Installation des PCA-Geräts

1. Die Hochdruck-Quecksilberlampe und den Filter für 320 bis 500 nm am PCA-Gerät anschließen. (Genaue Hinweise finden Sie in der *Bedienungsanleitung von Novacure®*).
2. Das entsprechende Kühlzubehör und den Wärmeaustauscher am DSC-Gerät anschließen. Das PCA-Gerät kann im Temperaturbereich von -50°C bis 80°C eingesetzt werden und ist mit dem Lamellenkühlsystem (FACS) und dem RCS-Kühlzubehör kompatibel.

HINWEIS: Versuchstemperaturen über 80°C können während der Konfiguration eines PCA-Versuchs in der Software eingegeben werden. Versuche mit Temperaturen über 80°C dürfen jedoch nur ausgeführt werden, wenn anstelle der Standard-Flüssigkeitslichtleiter des PCA-Geräts Quarzlichtleiter verwendet werden.

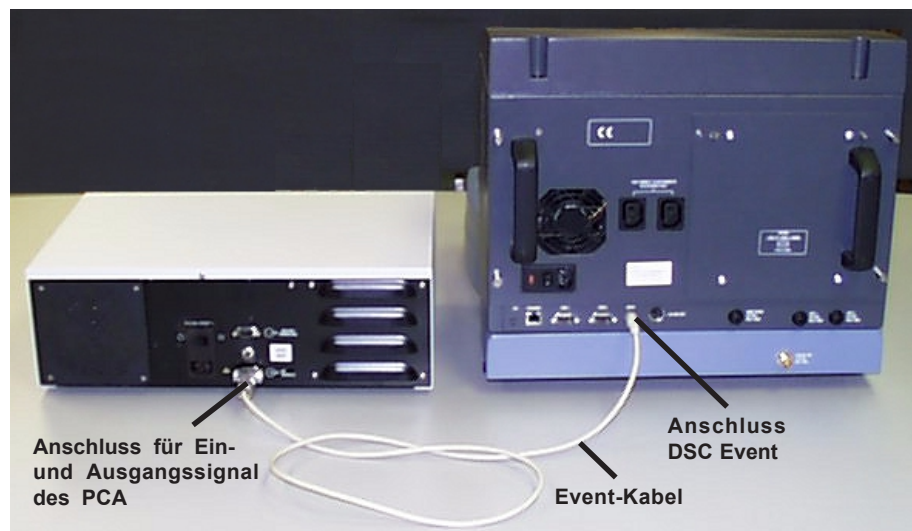
3. Den Dress Cover des Kühlers nach Einbau des Wärmeaustauschers wieder anbringen. Der PCA-Lichtleiteradaptersockel wird an diesem Dress Cover befestigt.
4. Über das Menü für die Gerätesteuerung **Geräte/Geräteeinstellungen/DSC** auswählen. Anschließend die Option PCA-Betrieb aktivieren. Dies ist für den ordnungsgemäßen Betrieb des Geräts sehr wichtig. Das PCA-Gerät ist mit den Modellen Q100 und Q1000 kompatibel, kann jedoch nicht mit dem Autosampler oder der AutoLid-Abdeckung verwendet werden. Bei Auswahl von PCA-Betrieb als Voreinstellung für das Gerät kann die AutoLid-Abdeckung geöffnet, aber nicht geschlossen werden, und der Autosampler wird deaktiviert. Auf diese Weise wird ein ungewolltes Schließen und eine Beschädigung der AutoLid-Abdeckung verhindert, wenn das PCA-Gerät eingesetzt wird.

HINWEIS: Sobald AutoLid und Autosampler (sofern vorhanden) deaktiviert sind, weil PCA-Versuche begonnen werden, bleiben diese deaktiviert, auch wenn die Option PCA-Betrieb wieder deaktiviert wird. Auf diese Weise können PCA- und DSC-Versuche abwechselnd mit minimalen Änderungen durchgeführt werden. Zur Reaktivierung des Steuerung/AutoLid/Aktivieren auswählen. Zur Reaktivierung des Autosamplers Steuerung/Autosampler/Aktivieren auswählen.

5. Das PCA-Gerät auf dem Labortisch rechts neben dem DSC aufstellen. Da die RCS-Kühlmittleitung links am DSC-Wärmeaustauscher angeschlossen wird, kann bei der Aufstellung des PCA auf der rechten Seite der Lichtleiter zwischen dem PCA-Gerät und der Zelle montiert werden, ohne dass der Lichtleiter mechanisch belastet wird.
6. Das PCA-Netzkabel anschließen. Mit dem Event-Kabel den Anschluss DSC-Event und den Anschluss für die Ein- und Ausgabesignale des PCA-Geräts verbinden Siehe die Abbildung unten. Mit diesem Kabel kann die Blende für die PCA-Lichtquelle mit Hilfe des Segments „Event“ in der Gerätesteuersoftware geöffnet und geschlossen werden.

HINWEIS: Die Betriebsart des PCA-Geräts muss auf EXTIM eingestellt werden, damit diese Funktion genutzt werden kann.

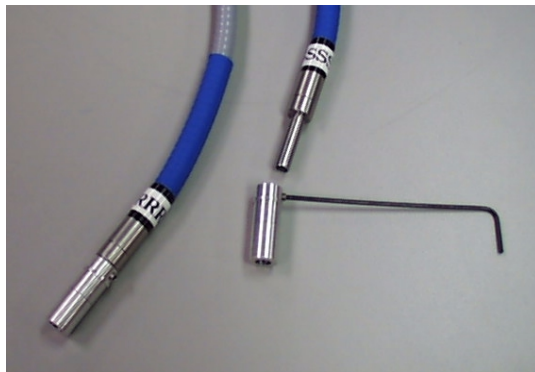
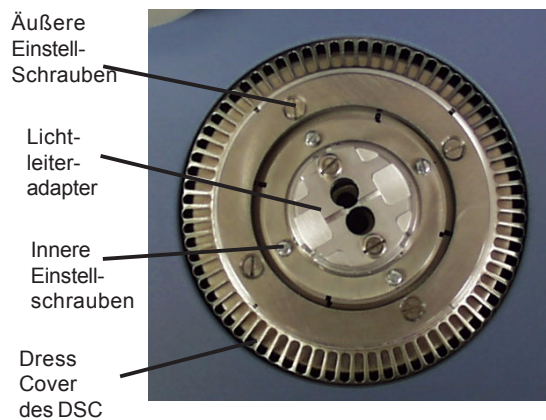
HINWEIS: Wenn das PCA-Gerät zusammen mit dem RCS-Kühlsystem verwendet wird, muss das RCS-Kühlsystem an der Vorderseite des RCS-Geräts auf MANUAL (und nicht auf EVENT) eingestellt werden. Das RCS-Gerät muss manuell ein- und ausgeschaltet werden, da an der DSC-Zelle nur ein Anschluss für das Event-Kabel vorhanden ist und dieser jetzt für das PCA benötigt wird.



7. Den Adaptersockel für den Lichtleiter in dem Metallgitter des Dress Covers des DSC platzieren, so dass er auf dem Kühler sitzt (FACS- oder RCS-Kühlsystem). Vor dem Festziehen die Position des Adapters so einstellen, dass die beiden Bohrungen im Lichtleiteradapter über den Plattformen für die Probe und das Referenzmaterial der

DSC-Zelle zentriert sind. Die vier äußeren Schrauben gleichmäßig anziehen, so dass sie gut sitzen (siehe Abbildung oben). Achten Sie darauf, die Schrauben nicht zu fest anzuziehen.

Die vier Schrauben im inneren Ring können später bei Bedarf für kleinere Positionsanpassungen des Lichtleiteradapters verwendet werden.



8. Den Lichtleiter in den Lichtleiteranschluss an der linken Seite des PCA einführen, bis er hörbar einrastet.

9. Die Filterhalterungen an den Enden der Lichtleiterarme entsprechend der rechten Abbildung montieren.

10. Die Lichtleiterarme in die beiden Bohrungen des Lichtleiteradapters an der Zelle einführen. Die Position des PCA ggf. korrigieren, so dass die Lichtleiter zwischen dem PCA und der Zelle nicht mechanisch belastet, verdreht oder geknickt sind. Siehe die Abbildung unten.

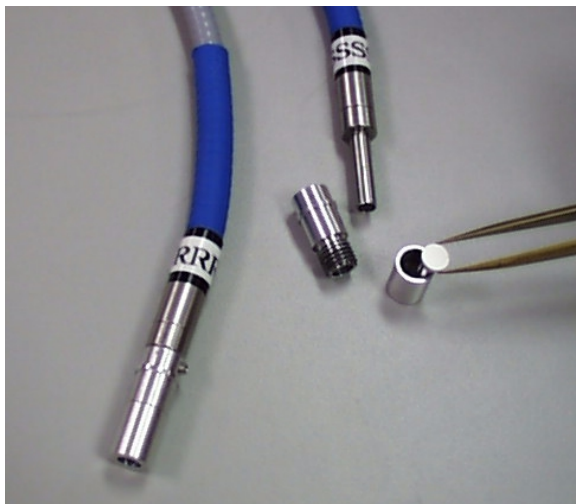


11. Die gewünschten Filter entsprechend den folgenden Angaben auswählen und einbauen: Die in dem PCA-Gerät verwendete Hochdruck-Quecksilberlampe strahlt Licht mit einem Wellenlängenbereich zwischen 250 und 650 nm ab. Der Wellenlängenbereich für die Probe in der DSC-Zelle wird durch Breitband- oder Cut-off-Filter festgelegt, die entweder vor der Lichtquelle oder in den Filterhalterungen am Ende der Lichtleiterarme angebracht werden. Das PCA wird standardmäßig mit einem Breitbandfilter für 320 bis 500 nm geliefert, der vor der Lichtquelle angebracht ist. Dieser Filter sollte für die meisten PCA-Untersuchungen verwendet werden. Wenn die zu untersuchenden Materialien bei sichtbarem Licht aushärten, diesen Filter ausbauen und Cut-off-Filter für sichtbares Licht (390 nm oder 490 nm) in die Filterhalterungen des Lichtleiters einsetzen.

HINWEIS: Cut-off-Filter für sichtbares Licht werden als Option für das PCA-Gerät angeboten. Informationen zu den Bestellnummern finden Sie in Kapitel 3.

12. Die Lichtstärke für die Probe in der DSC-Zelle mit Hilfe der Blendensteuerung des PCA und mit den Neutralfiltern anpassen.

Neutralfilter, die 10 bzw. 1 Prozent des verfügbaren Lichts durchlassen, sind im Zubehör-Kit enthalten. Die gewünschten Filter in den Filterhalterungen des Lichtleiters montieren (siehe nebenstehende Abbildung). **Die Filter müssen flach in der Halterung sitzen.**



HINWEIS: Die Filterhalterungen für den Lichtleiter können einen Neutralfilter und gleichzeitig einen Cut-off-Filter aufnehmen, wenn dies zur Einstellung des gewünschten Wellenlängenbereichs und der gewünschten Lichtstärke bei der Probe erforderlich ist.



VORSICHT: Diese Filter sind auf einer oder auf beiden Oberflächen halbhart beschichtet. Da diese Beschichtungen weicher als Glas sind, können sie leicht zerkratzen. BELICHTETE BESCHICHTETE FILTER DÜRFEN NUR AN DEN KANTEN ANGEFASST WERDEN.

Wenn eine Reinigung erforderlich ist, muss diese sehr vorsichtig erfolgen. Zunächst eventuelle Fremdkörper möglichst mit trockener Luft entfernen. Durch vorsichtiges Abwischen mit einem weichen fusselfreien Tuch restliche Partikel entfernen. Mit einigen Tropfen wasserfreiem Alkohol oder Azeton auf einem sauberen Labortuch kann der Filter abschließend gereinigt werden, ohne ihn zu beschädigen.

Kapitel 3

Bedienung des PCA

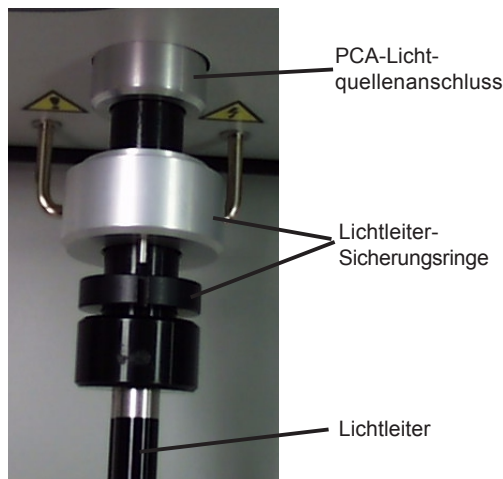
In diesem Abschnitt wird kurz die Bedienung des Fotokalorimeter-Zubehörs (PCA) beschrieben. Weitere Details finden Sie im *DSC Q-Serie™ Installationshandbuch*, in der Online-Hilfe und in der *Bedienungsanleitung von Novacure®*.

Vorbereiten des Systems

Das PCA-Zubehör ist für die DSC-Geräte Q100 und Q1000 vorgesehen. Um einwandfreie Ergebnisse zu erhalten, muss als Wärmestrom für die DSC-Zelle T4 eingestellt werden (diese Auswahl erfolgt auf der Seite **EXTRAS / GERÄTEEINSTELLUNGEN / DSC** im Gerätesteuerungsmenü). Daher muss vor Verwendung des PCA-Zubehörs das DSC-Gerät mit Hilfe des Kalibrierungsassistenten im Gerätesteuerungsprogramm kalibriert werden. Weitere Hinweise finden Sie in der Online-Hilfe des Softwareprogramms.

Bei Durchführung der Schritte zur Tzero-Kalibrierung müssen die Standard-Silberdeckel (innen und außen) und der manuelle Dress Cover des DSC montiert sein. Während des PCA-Betriebs wird eine andere Anordnung der Deckel verwendet, die in diesem Kapitel noch beschrieben wird. Wenn jedoch bei teilweise oder vollständig ausgehärteten Materialien nach PCA-Untersuchungen konventionelle DSC-Versuche durchgeführt werden, sollten die manuell abnehmbaren Deckel und Abdeckungen verwendet werden.

Nach der Kalibrierung des DSC führen Sie die folgenden Schritte aus, um das PCA-Zubehör am DSC-Gerät anzuschließen.



1. Montieren Sie den Doppellichtleiter mit vergrößertem Bereich im Sicherungsring und verbinden Sie diesen direkt vor der Lichtquelle wie in der rechten Abbildung gezeigt mit dem Anschluss.
2. Bestimmen Sie die maximal verfügbare Lichtstärke mit Hilfe der in Abschnitt 5 der *Bedienungsanleitung von Novacure®* beschriebenen Schritte. Die typischen Werte liegen zwischen 15.000 und 20.000 mW/cm².

HINWEIS: Die maximal verfügbare Lichtstärke sinkt mit zunehmender Alterung der Lichtquelle.

3. Konfigurieren Sie das Register Start entsprechend der gewünschten Lichtquellenstärke am PCA. (Die ausgewählte Lichtstärke muss zwischen 500 mW/cm² und dem Wert der in Schritt 2 bestimmten maximalen Lichtstärke liegen.) In den meisten Fällen werden Lichtquellenstärken zwischen 2000 und 7000 mW/cm² verwendet, da bei der Benutzung von Neutral- oder Cut-off-Filtern an der DSC-Zelle Werte zwischen 20 und 100 mW/cm² gemessen werden können.
4. Es ist zu beachten, dass die beiden Arme des Lichtleiters die Bezeichnung „S“ (Probe) und „R“ (Referenz) tragen, um bei der Durchführung mehrerer Versuche eine einheitliche Positionierung zu gewährleisten.
5. Lockern Sie die Stellschrauben und bauen Sie die Filterhalterungen an den Enden der Lichtleiterarme aus.
6. Messen Sie die Lichtstärken an den Enden der Lichtleiterarme mit dem internen Radiometer des PCA entsprechend Abschnitt 6 der *Bedienungsanleitung von Novacure®*. Die Option METHODE / QUELLE für die Radiometermessungen sollte auf AKTUELLE eingestellt sein.



WARNHINWEIS: Das interne Radiometer kann immer nur für einen Arm des Lichtleiters verwendet werden. Der andere, „freie“ Arm sollte während des Abgleichs und der Kalibrierung mit einer Kappe verschlossen werden, damit das Licht nicht versehentlich in die Augen des Bedieners gelangt und Augenschäden hervorruft. Die Abdeckkappe für den Lichtleiter ist im Zubehör-Kit enthalten.

7. Stellen Sie den Durchmesser des Lichtleiters am Gerät für jeden Arm des Lichtleiters auf 3 mm ein (siehe Abschnitt 5 der *Bedienungsanleitung von Novacure®*). Der Radiometeradapter muss so ausgerichtet sein, dass der Arm des Lichtleiters richtig im Anschluss des Radiometers sitzt.

8. Nach Messung der Lichtstärken der beiden Lichtleiterarme vergleichen Sie die Ergebnisse. Die beiden Lichtstärken dürfen sich maximal um 5 % unterscheiden. Ist dies nicht der Fall, die Position des Lichtleiters an der Lichtquelle durch Drehen des Sicherungsrings korrigieren. Die Lichtstärken erneut wie in Schritt 5 beschrieben messen und ggf. korrigieren, bis sie maximal 5 Prozent voneinander abweichen.
9. Fixieren Sie den Lichtleiter in dieser Position durch Anziehen der Stellschraube am Sicherungsring, wie in der rechten Abbildung gezeigt.

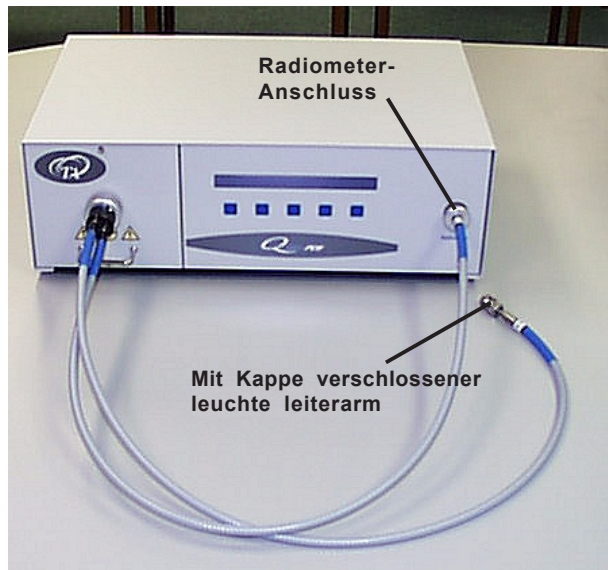
HINWEIS: Die digitale Auflösung des Radiometers von Novacure® verringert sich mit abnehmender Lichtstärke. Bei niedrigeren Lichtstärken kann dies dazu führen, dass die Lichtstärken anscheinend um mehr als 5 % voneinander abweichen. Es ist nicht erforderlich, die Lichtstärken nochmals genauer aufeinander abzugleichen, da der endgültige Abgleich in der DSC-Zelle erfolgt.



10. Die Lichtstärken an den Enden der Lichtleiterarme werden mit Hilfe des Probenarms kalibriert. Zur Kalibrierung wird der Lichtleiter mit dem Anschluss des Radiometers verbunden und zur Messung das interne Radiometer verwendet (siehe Abbildung rechts).

Der freie Lichtleiterarm muss mit einer Kappe

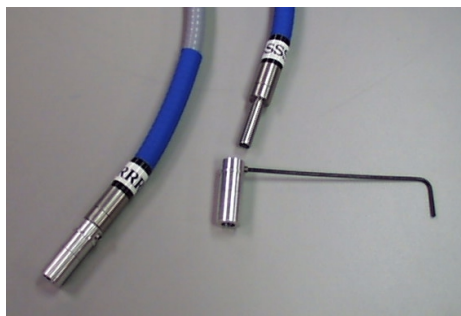
verschlossen werden, siehe dazu den Warnhinweis auf Seite 22. Weitere Details zur Kalibrierung finden Sie in Abschnitt 7 der *Bedienungsanleitung von Novacure®*. Der kalibrierte Wert muss möglichst genau dem im Register Start ausgewählten Wert entsprechen.



Bedienung des PCA

Nach Kalibrierung des PCA entsprechend der Beschreibung auf den vorhergehenden Seiten kann das DSC angeschlossen und das System wie folgt justiert werden:

1. Bringen Sie die Filterhalterungen an den Enden der beiden Lichtleiterarme an. Die Stellschrauben anziehen, die zur Fixierung dienen (siehe rechte Abbildung).



HINWEIS: Die Größe der Öffnungen im Lichtleiteradapter ist so ausgelegt, dass sie die Lichtleiterarme aufnehmen können, wenn die Filterhalterungen montiert sind. Aus diesem Grund müssen die Filterhalterungen selbst dann montiert sein, wenn keine Filter benötigt werden.

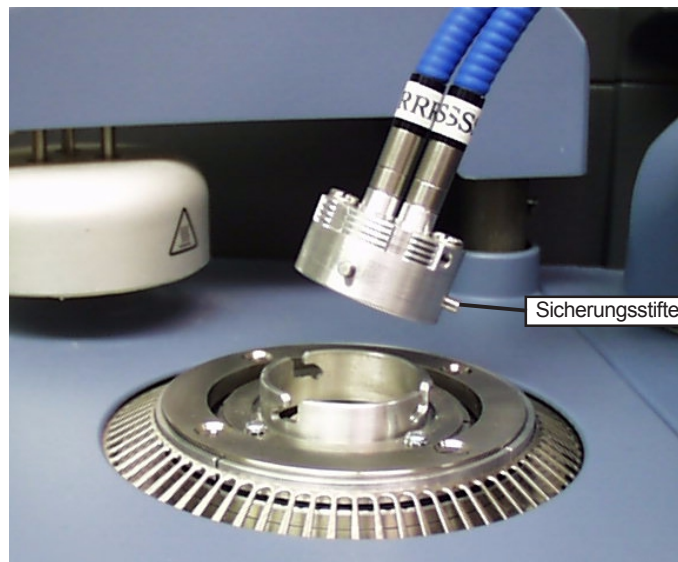
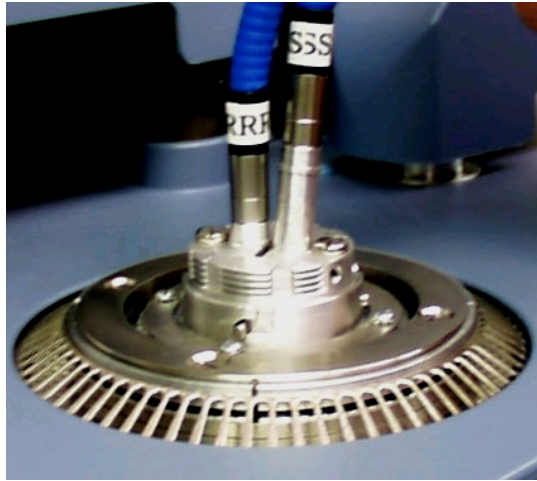
2. Die Abdeckkappe abschrauben und die gewünschten Filter einsetzen. Die Filter müssen flach in der Halterung liegen; erst dann darf die Abdeckkappe aufgeschraubt werden.



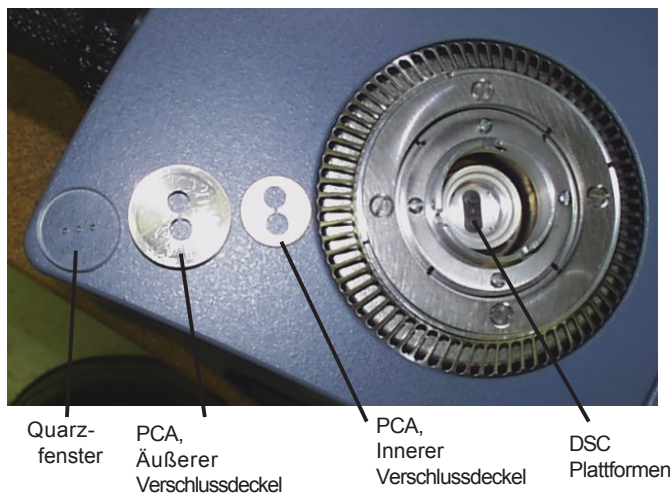
VORSICHT: Diese Filter sind auf einer oder auf beiden Oberflächen halbhart beschichtet. Da diese Beschichtungen weicher als Glas sind, können sie leicht zerkratzen. **BELICHTETE BESCHICHTETE FILTER DÜRFEN NUR AN DEN KANTEN ANGEFASST WERDEN.**

Wenn eine Reinigung erforderlich ist, muss diese sehr vorsichtig erfolgen. Zunächst eventuelle Fremdkörper möglichst mit trockener Luft entfernen. Durch vorsichtiges Abwischen mit einem weichen fusselfreien Tuch restliche Partikel entfernen. Mit einigen Tropfen wasserfreiem Alkohol oder Azeton auf einem sauberen Labortuch kann der Filter abschließend gereinigt werden, ohne ihn zu beschädigen.

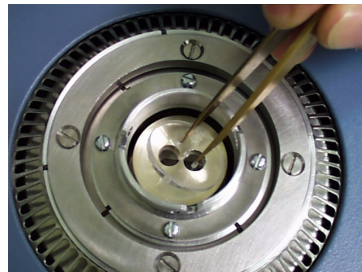
3. Setzen Sie die Arme der Lichtleiter in die Öffnung für die Referenz (R) und die Probe (S) des Lichtleiteradapters ein, bis sie wie in der rechten Abbildung dargestellt unten anstoßen. Die Stellschrauben festziehen, um die Lichtleiterarme zu fixieren. Der Adapter und die Lichtleiterarme können jetzt von der DSC-Zelle als eine Baugruppe entfernt werden; dazu den Adapter drehen, bis sich die Fixierstifte aus den Schlitten im Befestigungsring lösen Siehe die Abbildung unten. (Diese Baugruppe kann jetzt immer in der benötigten exakten Position eingesetzt werden, wenn sie zum Einlegen der Probe entfernt wurde, da die Schlitten eine feste Position haben. Die Filter müssen jedoch immer flach in den Filterhalterungen liegen, wenn die Baugruppe entfernt und wieder eingesetzt wird.)



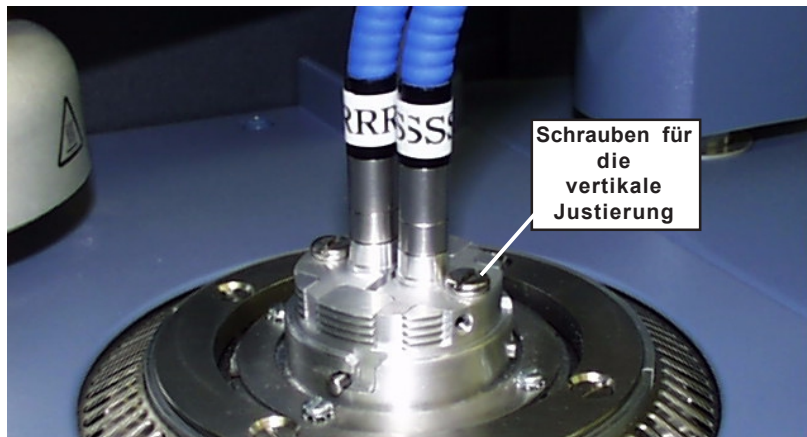
4. Die Zelle mit dem modifizierten inneren und äußeren Silberdeckel abdecken, so dass die beiden Bohrungen direkt über der Proben- bzw. Referenzplattform in der Zelle platziert sind. Die flache Seite des inneren Deckels muss nach oben zeigen (siehe die Abbildung auf der nächsten Seite).



5. Platzieren Sie das Quarzfenster mit Hilfe einer Pinzette über dem äußeren Silberdeckel. Das Quarzfenster so drehen, dass die Öffnungen nicht über der Proben- oder Referenzplattform liegen, damit sie während eines PCA-Versuchs den Lichteinfall in die Zelle nicht behindern.



6. Suchen Sie die Schrauben zur vertikalen Justierung auf dem Adapter des Lichtleiters (siehe untere Abbildung). Sie dienen zur Einstellung des Abstands zwischen dem Ende des Lichtleiterarmes und der Proben- bzw. Referenzplattform, so dass ein Abgleich der Lichtstärke zwischen den beiden Plattformen in der Zelle möglich ist. Drehen Sie zunächst die Justierschrauben im Uhrzeigersinn, bis sie fest sitzen, um den Abstand zwischen dem Arm des Lichtleiters und der Plattform so gering wie möglich einzustellen.



7. Programmieren Sie eine DSC--Methode mit folgenden Schritten:

Temperatur equilibrieren: Temperatur prüfen

Datenspeicherung: Ein

Datensammelrate: 0,1 s/Punkt

Isotherm: 0,5 min

Event: EIN

Isotherm: 3 min

Event: AUS

8. Führen Sie den Lichtstärkenabgleich durch und kontrollieren Sie dabei die Signalanzeige auf dem LCD-Display des DSC-Moduls bzw. in der Steuereinheit durch Anzeigen der Lichtstärkesignale im Echtzeitdiagramm.

- Bei der Überwachung mit Hilfe der Steuereinheit die Signale für die Lichtstärke aus dem Dropdown-Menü auswählen.
- Zur Überwachung von PCA-Signalen auf der LCD-Signalanzeige über das Gerätsteuerungsprogramm **EXTRAS / GERÄTEE-INSTELLUNGEN / LCD-SIGNALE** auswählen. Anschließend **PROBENINTENSITÄT** und **REFERENZINTENSITÄT** auswählen.

HINWEIS: Es können maximal sechs Signale gleichzeitig zur Anzeige ausgewählt werden. Damit die Signale für die Lichtstärke des PCA ausgewählt werden können, müssen daher zwei der Standardsignale ausgeblendet werden.

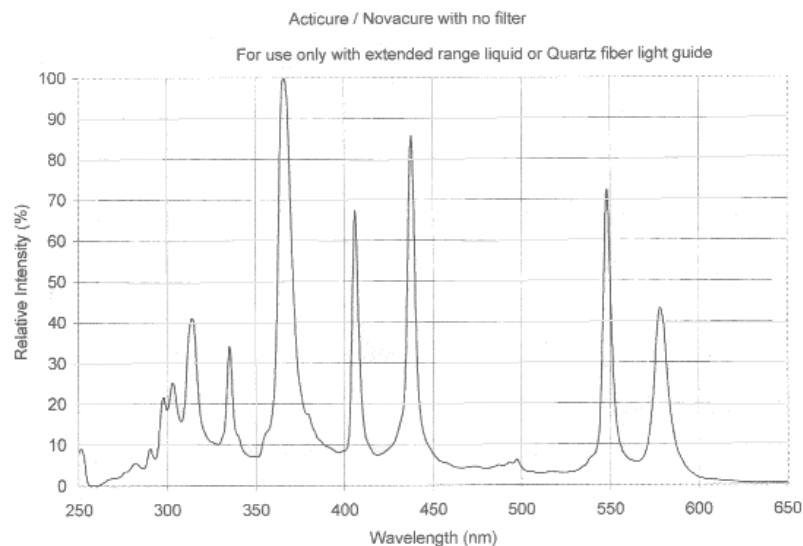
9. Den Versuch beginnen. Wenn die Ereignissteuerung aktiviert wird und Licht in die leere Zelle einfällt, steigen die Lichtstärken für Probe und Referenz, und erreichen anschließend ein Gleichgewicht. Wenn alle Variablen des Systems perfekt aufeinander abgestimmt sind, sind die beiden Lichtstärken identisch. In der Regel sind die Lichtstärken jedoch nicht identisch, sondern nur ähnlich.
10. Die Lichtstärken werden durch Veränderung der Höhe des Lichtleiterarmes verändert, der zunächst auf die **höchste** Lichtstärke eingestellt ist. Die Justierschraube gegen den Uhrzeigersinn drehen und dabei die gewählte Anzeige beobachten, bis die beiden Lichtstärken maximal +2% voneinander abweichen.
11. Notieren Sie die endgültig eingestellte Lichtstärke. Dies ist die tatsächliche Lichtstärke, mit der in den späteren Versuchen die Proben belichtet werden. Da die Lichtstärke eine der wichtigsten Versuchsvariablen ist, welche die fotokalorimetrischen Ergebnisse beeinflusst, bei ähnlichen Probenlichtstärken immer Vergleichsuntersuchungen durchführen.

HINWEIS: Die Lichtstärken für Probe und Referenzmaterial sind „Diagnosesignale“, die zur Konfiguration des PCA verwendet werden. Es handelt sich nicht um Signale, die normalerweise in Versuchsdateien abgelegt werden. Siehe dazu auch den HINWEIS auf der nächsten Seite.

HINWEIS: Wenn die in die DSC-Zelle einfallenden Lichtstärken kleiner als 10 mW/cm^2 sind, können die Lichtstärken für Referenzmaterial und Probe nicht mit Hilfe dieser Zellensignale gemessen und abgeglichen werden. Stattdessen müssen die Lichtstärken mit einem externen Radiometer bestimmt werden. Dazu wird eine spezielle Halterung zur Fixierung der Lichtleiter benötigt. Durch diese Halterung wird sichergestellt, dass der Abstand zwischen Lichtleiter und Radiometer dem Abstand zwischen den Enden der Lichtleiter und den Zellenplattformen (= 2,05 cm (0,81 Zoll)) entspricht, wenn die Lichtleiter an der Zelle angeschlossen sind.

Weitere Überlegungen vor Beginn des Versuchs

- Die Bestimmung der spezifischen Lichtstärke bei der Probe erfolgt durch Probieren. Die folgenden Richtlinien erleichtern diese Einstellungen.
 - Das Register Start des PCA kann so konfiguriert werden, dass eine Lichtstärke am Ende des Lichtleiters zwischen 500 mW/cm^2 und der maximal verfügbaren Lichtstärke der Lampe (bis 20.000 mW/cm^2 je nach Alter der Lampe) einstellbar ist.
 - Die Lichtstärke an der Plattform der DSC-Zelle beträgt ungefähr $1/10$ der am Ende des Lichtleiters gemessenen Stärke. (Diese Verringerung der Lichtstärke ist auf die Diffusion in dem 20 mm breiten Luftspalt zwischen dem Lichtleiter und der Plattform zurückzuführen.) Diese Lichtstärke kann mit Hilfe der mitgelieferten Neutralfilter auf 10% oder 1% reduziert werden.
 - Die Lichtstärken der DSC-Zellenplattform im sichtbaren Bereich liegen bei etwa 50% (bei einem 390-nm -Filter) und 25% (bei einem 490-nm -Filter) der Lichtstärken, die bei einem Breitbandfilter für 320 bis 500 nm unter vergleichbaren Bedingungen vorhanden wären. (Diese relativen Lichtstärken hängen davon ab, wie viele Wellenlängen mit hoher Intensität in dem verwendeten Spektralbereich vorliegen. Siehe auch die Grafik unten zur Hochdruck-Quecksilberlampe.)



- Ein Basislinienversatz tritt bei den meisten Versuchen ein, wenn die Zelle Licht ausgesetzt wird. Dieser Versatzwert hängt mit der unterschiedlichen Wärmekapazität der Probe und des Probenriegels und des leeren Referenzriegels zusammen. Dieser Versatzwert ist minimal im Vergleich zu den exothermen Vorgängen, die gemessen werden sollen. Außerdem kann sein Einfluss während der Peak-Integration relativ einfach durch Rückextrapolation der Basislinie nach Abschluss der Aushärtung eliminiert werden.
- Ein Anstieg der Temperatur tritt ein, wenn die Zelle Licht ausgesetzt ist. Dieser Anstieg lässt sich am deutlichsten bei hohen Lichtstärken (über 100 mW/cm^2) feststellen und hängt in gewissem Umfang auch vom verwendeten Kühlzubehör ab. Aufgrund der Schnelligkeit der meisten Aushärtungsreaktionen und der geringfügigen Temperaturänderung ($< 1^\circ\text{C}$ bei 100 mW/cm^2 Lichtstärke) dürfte die Reaktionskinetik nicht beeinträchtigt werden.
- Verschiedene Variablen können die PCA-V Versuchsergebnisse beeinflussen, z. B. Wellenlängenbereich, Lichtstärke, Temperatur und Belichtungszeit. Die Belichtungszeit hängt von der Länge des isothermen Segments in der Versuchsmethode ab, und zwar zwischen dem Punkt, an dem erstmals Licht in die Zelle fällt (d. h. wenn EVENT auf EIN gesetzt wird), und dem Punkt, an dem kein Licht mehr in die Zelle fällt (d. h. wenn EVENT auf AUS gesetzt wird). Die Belichtungszeit kann bis auf 0,6 s verkürzt werden.
- Die DSC-Geräte der Q-Serie™ sind für „aktive“ Kühlung im gesamten Temperaturbereich vorgesehen. Bei Auswahl des Kühlzubehörs für PCA-Versuche sind verschiedene Aspekte zu berücksichtigen.
 - Die meisten PCA-Versuche werden isotherm bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und 80°C durchgeführt. Die Nutzungsdauer der mit Flüssigkeit gefüllten Lichtleiter beträgt bei Temperaturen bis 35°C mehrere Jahre, verkürzt sich jedoch bei 50°C auf wenige Tage. Bei Versuchen mit 80°C und dem FACS-Kühlsystem beträgt die Temperatur an den Enden der Lichtleiterarme im Adapter nach 30 Minuten lediglich 35°C . Da PCA-Versuche in der Regel maximal 5 Minuten dauern, ist der Einfluss der Temperatur auf die Nutzungsdauer des Lichtleiters unwesentlich. Trotzdem wird nicht empfohlen, die DSC-Zelle längere Zeit isotherm bei 80°C zu betreiben, wenn der Lichtleiter angeschlossen ist.

HINWEIS: Versuchstemperaturen über 80°C können während der Konfiguration eines PCA-Versuchs in der Software eingegeben werden. Versuche mit Temperaturen über 80°C dürfen jedoch nur ausgeführt werden, wenn anstelle der Standard-Flüssigkeitslichtleiter des PCA-Geräts Quarzlichtleiter verwendet werden.

- Das Lamellenkühlsystem (FACS) ist nicht für eine Tzero-Kalibrierung im Bereich von 5 °C um die Raumtemperatur vorgesehen. Es sollte vorwiegend für PCA-Versuche im Bereich zwischen 30 und 80 °C verwendet werden.
- Das RCS-Kühlzubehör gestattet PCA-Messungen im Bereich von -50 bis 80 °C. Da Teile der DSC-Zelle während des RCS-Betriebes Temperaturen unterhalb der Raumtemperatur annehmen, muss die Versuchsdurchführung sorgfältig geplant werden, damit keine Feuchtigkeit (aus der Atmosphäre) an den Außenflächen des Systems kondensieren kann. Die DSC-Zelle besitzt ein zusätzliches Spülgas, das automatisch nach dem Ende des PCA-Versuchs aktiviert wird und die Gefahr einer Kondensation minimiert. (Diese Gasspülung wird automatisch abgeschaltet, wenn der nächste Versuch beginnt). Beim Einlegen und Herausnehmen der Proben muss die Zelle immer mindestens die Raumtemperatur angenommen haben.

HINWEIS: Der Parameter Temperaturbereich Entladen (Auswahl im Fenster Nachtestparameter bei Konfiguration des Versuchs) sollte auf 35°C bis 40°C eingestellt sein. Bei längeren PCA-Versuchen mit -50°C erreicht die Außenseite des Quarzfensters an der Oberseite der DSC-Zelle eine Temperatur von ca. 17°C. Am Ende des Versuchs erwärmt sich jedoch das äußere Quarzfenster in den wenigen Minuten, in denen die Zelle auf die empfohlene Entnahmetemperatur von 35°C bis 40°C gebracht wird, wieder auf 24°C bis 26°C.

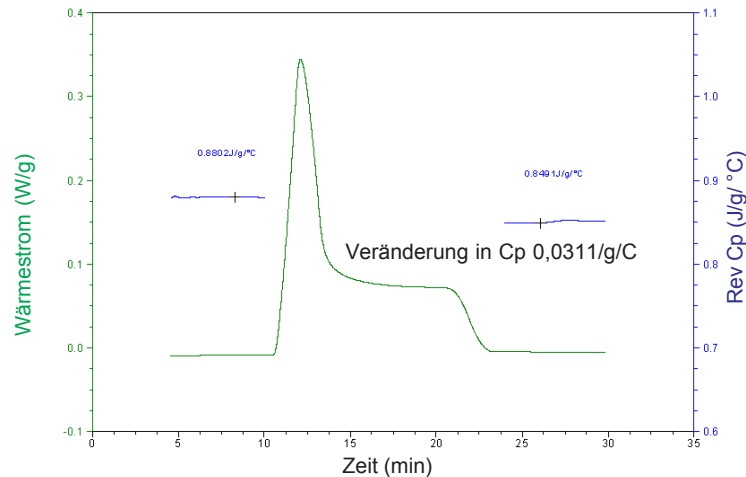
- In manchen Situationen kann es sinnvoll sein, einen isothermen PCA-Versuch und unmittelbar darauf einen DSC-Versuch mit einer Heizrampenfunktion durchzuführen. Dadurch kann entweder der Aushärtungsprozess bei Materialien abgeschlossen werden, deren Aushärtung durch Belichtung begonnen, aber durch Erwärmung abgeschlossen wird. Es können aber auch die Phasenumwandlung oder andere thermische Eigenschaften geprüft werden, nachdem eine teilweise

oder vollständige Aushärtung erfolgt ist. Das PCA von TA Instruments wurde so konzipiert, dass ein schneller Wechsel zwischen PCA-Versuchen und normalen DSC-Versuchen möglich ist. Dazu sind lediglich folgende Schritte auszuführen:

- Den Adapter des Doppellichtleiters mit den montierten Lichtleitern entfernen. [Es ist nicht erforderlich, den Adaptersockel für die Lichtleiter zu entfernen. Wie bereits erwähnt, sobald AutoLid und AutoSampler (sofern vorhanden) deaktiviert wurden, müssen diese Funktionen bei der Rückkehr zum Standard-DSC-Betrieb vom Bediener wieder manuell aktiviert werden.] Dieses Konzept wurde gewählt, weil auf diese Weise die in diesem Abschnitt beschriebenen Versuchsarten durchgeführt werden können, ohne dass der Adaptersockel für die Lichtleiter entfernt werden muss. Dadurch ist sichergestellt, dass die Ausrichtung des Lichtleiters auf die Zellenplattformen nicht verändert wird.
- Den inneren und den äußeren Silberdeckel des PCA und das Quarzfenster durch den normalen inneren und äußeren Silberdeckel für DSC-Versuche sowie die manuell abnehmbare Zellabdeckung ersetzen.
- Die Option PCA OPERATION auf der Seite **EXTRAS / GERÄTEEINSTELLUNGEN / DSC** im Gerätesteuermenu deaktivieren.
- Die gewünschte DSC-Methode konfigurieren und den Versuch beginnen.
- Eine weiterer großer Vorteil des DSC / PCA-Systems der Q-Serie™ besteht darin, dass vor und nach der fotochemischen Härtung der Werkstoffe quasi-isotherme modulierte DSC®-Messungen durchgeführt werden können. Modulierte DSC-Messungen dürfen nicht durchgeführt werden, wenn die Probe Licht ausgesetzt ist, da die durch das Licht erzeugte Temperaturänderung sowie der exotherme Härtungsprozess die Modulation unterbrechen. Es ist jedoch möglich, eine Versuchsmethode zu erstellen, wie sie auf der nächsten Seite erläutert wird; dabei wird ein quasi-isothermes MDSC®-Segment vor und nach dem PCA-Belichtungssegment ausgeführt. Bei den meisten Materialien sinkt die Wärmekapazität mit fortschreitender Aushärtung, da die interne Struktur

steifer wird und die Molekülbewegungen eingeschränkt werden.

HINWEIS: Da das Signal für die Wärmekapazität während einer PCA-Belichtung keine gültigen Informationen liefert, kann es bei der grafischen Darstellung von Ergebnissen wünschenswert sein, nur die Wärmekapazität vor und nach der Belichtung wie in der folgenden Abbildung darzustellen. Dies kann durch Verwendung der Funktion Daten ausschließen im Softwaremodul I Inverse Analysis erreicht werden



Das invertierte MDSC-Wärmestromsignal hängt direkt von der Wärmekapazität ab. Daher kann auch das Verhalten ähnlicher Materialien durch Messung der Änderung des invertierten MDSC-Wärmestroms infolge bestimmter PCA-Belichtungsbedingungen aufgelöst werden.

Bei -35 °C equilibrieren
 Datenspeicherung: EIN
 Datenerfassung: 0,1 Sekunden pro Datenpunkt
 Isotherm für 0,5 Minuten
 + 0,2 °C in Intervallen von 40 Sekunden modulieren
 Isotherm für 1 Minute
 + 0 °C in Intervallen von 40 Sekunden modulieren
 Isotherm für 0,5 Minuten
 EVENT: EIN
 Isotherm für 2 Minuten
 EVENT: AUS
 Isotherm für 1 Minute
 + 0,2 °C in Intervallen von 40 Sekunden modulieren
 Isotherm für 5 Minuten

Betrieb mit zwei Proben

Die spezielle Konstruktion der Geräte der DSC Q-Serie™ gestattet eine unabhängige Messung der Wärmeströme an den Proben- und Referenzplattformen. Damit können die Lichtstärken an den Zellenplattformen gemessen und abgeglichen werden (siehe Seite 12 und 28). Durch diese Möglichkeit zur unabhängigen Messung der Wärmeströme eignet sich das PCA auch für den Betrieb mit zwei Proben. Beim Betrieb mit zwei Proben erfolgt vor allem ein Vergleich ähnlicher Materialien unter spezifischen Versuchsbedingungen (Wellenlängenbereich, Lichtstärke, Temperatur und Belichtungszeit), um die Auswirkungen verschiedener Arten oder Konzentrationen von Photoinitiatoren zu prüfen. Die Ergebnisse werden in einer Datei in Form von zwei verschiedenen Wärmestromsignalen [HeatFlow A and HeatFlow B] erfasst.

HINWEIS: Dabei wird davon ausgegangen, dass sich HeatFlow A (Wärmestrom A) auf die (vordere) Probenplattform und HeatFlow B (Wärmestrom B) auf die (hintere) Referenzplattform bezieht.

Weitere Anmerkungen zur Durchführung von Versuchen mit zwei Proben sind im Folgenden zusammengefasst:

- Den Betrieb mit zwei Proben durch Auswahl von **Extras/Geräteeinstellungen/DSC** im Gerätesteuerungsmenü auswählen und dann die Optionen **PCA-Betrieb** und **Doppelprobenbetrieb** markieren.
- Die Option **Ansicht/Versuchsansicht** auswählen. Die Bezeichnungen der beiden Proben im Feld SAMPLE NAME eingeben (z. B. Foto 1032 (A)/Foto 1042 (B)). Es können bis zu 32 Zeichen eingegeben werden.
- Die Probenmasse im Feld **PROBENMASSE** eingeben. HINWEIS: Es kann nur eine Probenmasse eingegeben werden, obwohl zwei Proben untersucht werden. Die eingegebene Masse dient zur Bestimmung der normalisierten Wärmeströme der beiden Proben. Die Verwendung der gleichen Masse dürfte kein Problem sein. Da sich die Probenmasse unter bestimmten Versuchsbedingungen auf Schnelligkeit und Intensität der Aushärtung auswirken kann, hat es sich bewährt, Probenmassen vorzubereiten und zu verwenden, die maximal 5 % voneinander abweichen.

- Bei Auswahl des PCA-Betriebs mit zwei Proben werden die beiden neuen Signale automatisch in der Datei gespeichert. Diese Signale sind Heat Flow A und Heat Flow B, die von den jeweiligen Proben auf der Proben- und der Referenzplattform der Zelle stammen.

Zur Überwachung dieser Wärmeströme auf der Signalanzeige des DSC-Touchscreens im Gerätsteuerungsprogramm **EXTRAS / GERÄTEEINSTELLUNGEN / LCD-SIGNALE** auswählen. Dann **Wärmestrom A** und **Wärmestrom B** auswählen.

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

Um diese Wärmeströme im **Signalanzeige-Teilfenster** der Steuereinheit zu überwachen, mit der rechten Maustaste das Kontextmenü öffnen und auf **SIGNALANZEIGE ANPASSEN** klicken und anschließend die Wärmestromsignale aus dem Dropdown-Menü auswählen.

- Die Wärmestromkalibrierung beim Betrieb mit zwei Proben erfolgt mit Hilfe des normalen Assistenten für die Tzero-Kalibrierung in der Gerätesteuerungssoftware. Da die Reaktions- und Temperaturprofile der beiden Zellenplattformen sehr ähnlich sind, wird die Kalibrierung von Wärmestrom und Temperatur mit Indium nur für die Probenplattform ausgeführt. Die gleiche Zellkonstante wird sowohl zur Bestimmung der Ergebnisse von Wärmestrom A als auch von Wärmestrom B verwendet.
- Die absolute Genauigkeit von Wärmestromergebnissen ist beim Betrieb mit zwei Proben nicht so gut wie beim Betrieb mit einer Probe. Zur optimalen Bestimmung der Reaktionswärme und der Reaktionskinetik sollte daher immer ein Versuch mit einer Probe durchgeführt werden.

HINWEIS: Der Betrieb mit zwei Proben kann auch zusammen mit quasi-isothermen modulierten DSC®-Messungen eingesetzt werden, die auf Seite 33 im vorhergehenden Abschnitt beschrieben wurden.

Typische Versuchsergebnisse

Die folgenden Abbildungen zeigen typische Ergebnisse von PCA-Versuchen. Abbildung 1 zeigt einen Klebstoff, der bei sichtbarem Licht aushärtet. Die Belichtungszeit reichte aus, um das Material vollständig auszuhärten.

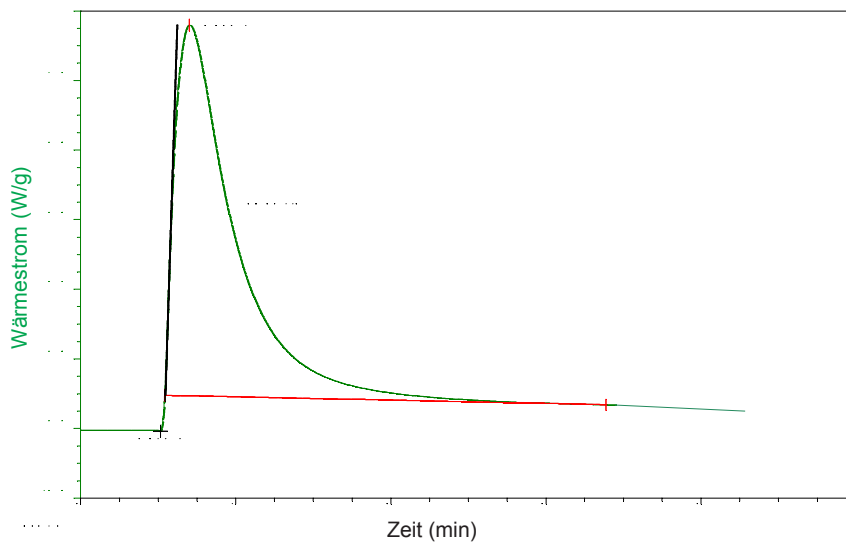


Abbildung 1
Bei sichtbarem Licht
aushärtender Klebstoff

Abbildung 2 und 3 auf der nächsten Seite zeigen die Ergebnisse von Versuchen mit mehreren Lichtblitzen bei zwei ähnlichen Klebstoffen, die jeweils mit einer Reihe kurzer (Länge 0,6 s) „Lichtblitzen“ im Breitbandspektrum von 320 bis 500 nm belichtet wurden. Der Grad der Aushärtung bei jedem Lichtblitz ist verschieden. Die Aushärtung, die während des ersten Lichtblitzes stattfindet, zeigt, dass Klebstoff A schneller aushärtet.

Die Bestimmung der Reaktionskinetik beim Aushärten auf Grundlage einer Reihe von Versuchen zum photochemischen Härten bei verschiedenen isothermen Temperaturen ist mit der Software DSC Isothermal Kinetics von TA Instruments möglich.

HINWEIS: Die Software Universal Analysis stellt die Versuchsdaten aus einer Methode, die ein EVENT-Segment enthält, automatisch grafisch dar; wenn das EVENT aktiviert wird, wird das Diagramm unterbrochen. Diese „Standardeinstellung“ muss geändert werden, wenn PCA-Versuchsergebnisse analysiert werden, da die Unterbrechung der Daten im Diagramm eine erfolgreiche Integration von Peaks verhindert. Zur Änderung dieser Einstellung eine PCA-Datei öffnen. (Beachten Sie die Unterbrechung im Diagramm). Die Option **DATEI / OPTIONEN** im Menü auswählen und auf **DATENSEITE** klicken. Den Eintrag DATENUNTERBRECHUNG BEI GASUMSCHALTER ODER EVENT-MARKIERUNG deaktivieren, anschließend auf **SPEICHERN** und auf **OK** klicken. Diese geänderte Einstellung wird jetzt die Standardeinstellung für alle späteren Arbeiten mit Universal Analysis, bis sie wieder geändert wird.

Wärmestrom (W/g)

68% Aushärtung nach einer Blitzbelichtung
99% Aushärtung nach zwei Blitzbelichtungen

Zeit (min)

Abbildung 2
Aushärtung von Klebstoff A
mit Lichtblitzen

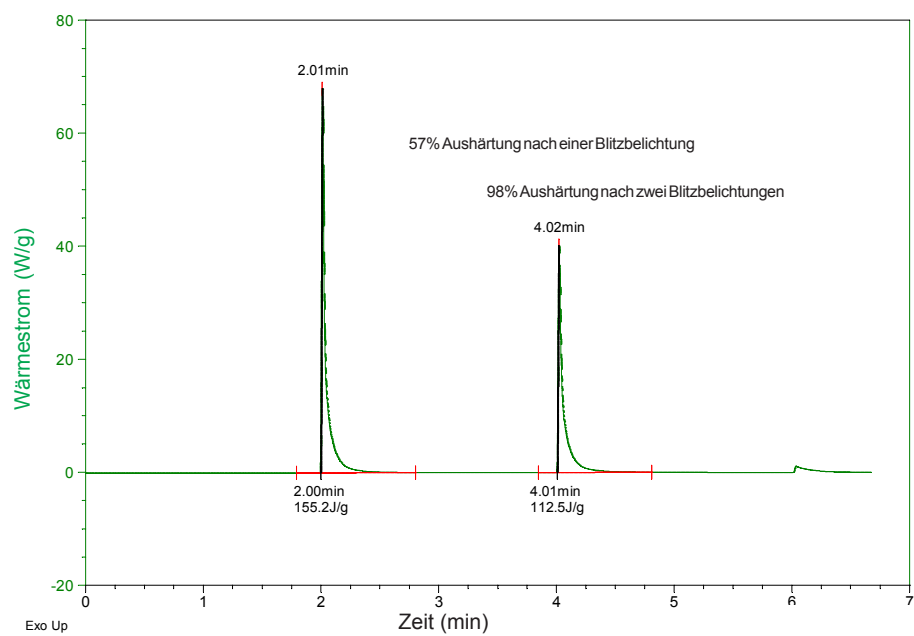


Abbildung 3
Aushärtung von Klebstoff B mit
Lichtblitzen

Wartung des PCA

Die Wartung des Fotokalorimeter-Zubehörs beschränkt sich im Wesentlichen auf die Reinigung und den Austausch des Luftfilters an der Rückseite des Gebläses sowie weitere Routinearbeiten. Weitere Hinweise dazu finden Sie in Abschnitt 11 der *Bedienungsanleitung von Novacure®*.

Ersatzteile

Die folgenden Ersatzteile für das PCA können bei TA Instruments bestellt werden. Für Ersatzteilbestellungen verweisen wir auf die nachfolgenden Tabellen sowie auf die Übersicht der Vertretungen von TA Instruments auf Seite 41.

Bestellnummer	Beschreibung
935002.902	PCA-Zubehör-Kit einschließlich:
200177.001	Adapter, Radiometer, 3 mm, PCA
203947.026	Sechskantschlüssel 1/16"
205087.109	Stellschraube, #4-40 x 0,12", Kegelkuppe
265981.001	Sechskantschlüssel 0,050"
269920.026	Sechskantschlüssel 7/64"
271400.001	Stellschraube, #6-32 x 0,12", Nylonspitze
271635.001	Sicherung, 4 A, 250 V, flink, 5 x 20 mm
271636.001	Präzisionsschmiermittel, 14-g-Tube, PCA
935003.001	Innerer Silberdeckel, PCA
935004.001	Äußerer Silberdeckel, PCA
935005.901	Event-Kabel, PCA
935006.001	Filter, Innen, 320-500 nm, PCA
935007.901	Quarzfenster, PCA
935008.901	UV-Schutzkappe, PCA
935010.901	Adaptersockel, PCA
935011.901	Adapter für Doppellichtleiter, PCA
935012.001	Doppellichtleiter, 250-600 nm
	GARANTIEAUSSCHLUSS*
935015.901	Neutralfilter, 1 %, je 2 St.
935016.901	Neutralfilter, 10 %, je 2 St.
935021.001	100-W-Quecksilberlampe, PCA
	GARANTIEAUSSCHLUSS*
935022.901	Filterhalterung für den Doppellichtleiter
935034.901	Manuell abnehmbare Zellabdeckung, PCA
970282.001	Oberer Silberdeckel, DSC
970283.001	Innerer manuell abnehmbarer Silberdeckel, DSC
	<i>(Fortsetzung nächste Seite)</i>
* GARANTIEAUSSCHLUSS: TA Instruments bietet nach der Erstinstallation keine Gewährleistung auf die Doppellichtleiter und die 100-W-Quecksilberlampe.	

Bestellnummer	Beschreibung
Zusätzliche Ersatzteile:	
271626.001	O-Ring, 3,239" ID x 0,070" W, PCA (Originalbauteil des Adaptersockels PN 935010.901)
935006.002	Filter, Innen, 250-400 nm, PCA
935013.001	Luftfilter-Satz, Pckg. zu 10 St., PCA
935014.001	Radiometer, 250-600 nm, PCA
935018.901	Durchlassfilter, 390 nm, je 2 St.
935019.901	Durchlassfilter, 490 nm, je 2 St.

Vertretungen von TA Instruments

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

www.tainst.com.

TA Instruments, Inc.
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720, USA
Tel.: +1-302-427-4000 oder
+1-302-427-4040
Fax: +1-302-427-4001

HELPLINE – USA

Bei Fragen zu Thermoanalyse-Anwendungen wenden Sie sich bitte an den Thermoanalysen-Helpdesk unter +1-302-427-4070.

KUNDENDIENST – USA

Service und Reparaturen:
+1-302-427-4050.

BELGIEN/LUXEMBURG

TA Instruments a Division of Waters N.V./S.A.
Raketstraat 60 Rue de la Fusée
1130 Brussel/Bruxelles
Belgien
Tel.: +32/2 706 00 80
Fax: +32/2 706 00 81

EUROPA

TA Instruments Ltd
Cleeve Road
Leatherhead, Surrey KT22 7UQ
Großbritannien
Tel.: +44/1372 360363
Fax: +44/1372 360135

FRANKREICH

TA Instruments France SARL
1-3, Rue Jacques Monod
78280 Guyancourt
Frankreich
Tel.: +33/1 30 48 94 60
Fax: +33/1 30 48 94 51

PCA Installationshandbuch

DEUTSCHLAND

TA Instruments Deutschland
Max-Planck-Strasse 11
D-63755 Alzenau
Deutschland
Tel.:+49/6023 96470
Fax:+49/6023 964777

ITALIEN

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

JAPAN

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

NIEDERLANDE

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

SPANIEN

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

SCHWEDEN/NORWEGEN

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

AUSTRALIEN

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

A

- Abgleich
 - Lichtstärke 27
- Assistent für die Tzero-Kalibrierung 36
- Aufstellen des PCA-Geräts und der DSC-Zelle 17

B

- Basislinienoffset 31
- Basislinienrauschen 13
- Bedienung 25
- Belichtungszeit 13, 31
- Betrieb mit zwei Proben 35
- Betriebsart 17
- Breitbandfilter 12

D

- Differential Scanning Calorimeter (DSC). *Ver también* instrument
- Dress Cover der DSC-Zelle 16
- DSC
 - Kalibrierung 21
 - Vorbereitung zur Verwendung mit dem PCA-Zubehör 21
- DSC-Zelle
 - Abbauen der Lichtleiterarme 26
 - Abdeckung 26
 - Einstellung der Lichtstärke 12
 - Lichtstärke an der Plattform 30
 - Temperatur auf der Plattform 31
- Durch Licht ausgelöste Aushärtungsreaktionen 13

E

eingetragene Warenzeichen 3

Ergebnisse

 Beeinflussende Variablen 31

 Qualität der 12

Ersatzteile 41

Event-Kabel

 Anschließen 17

exotherme Reaktion 11

Exotherme Vorgänge 31

F

Filter 22

 Auswahl 19

 Einbau 18, 25

G

Gerät

 Ersatzteile 41

Gewährleistung 10, 41

H

HeatFlow A 36

HeatFlow B 36

Hochdruck-Quecksilberlampe 13

I

Installation 16

intensity. *Ver también* light intensity

K

Kabel

Event- 17

Kinetik der Reaktion 11

L

Lamellenkühlsystem (FACS) 32

Lichtleiter 11

Adapter 18

Justierung 27

Arme 22

Anbau der Filterhalterungen 25

Einbau der Filter 18, 25

Positionieren 18

Auswirkung von bestimmten Temperaturen 31

Befestigungsring 18

Durchmesser 22

Filterhalterungen 20

Fixierung 23

Halterung 18

Installation 22

Lichtstärke 12

Abgleich 28

Bestimmung des Maximums 22

Einstellung 20, 30

Kalibrierung 24

Lichtquelle 22

Messung an den Enden der Lichtleiterarme 22

Überwachung 28

Vergleich 23

M

Manuell abnehmbare Deckel 21

Methode

Einstellung 28

Modifizierte Deckel 27

P

Patente 3

PCA-Belichtungssegment 33

PCA-Gerät

 Betrieb als Gerät für zwei Proben 35

PCA-Signale 28

Peak-Integration 31

photochemische Härtung 13

Photometer 12

Probe

 Belichtung 13

Probenmasse 35

Q

Quarzfenster 27

Quasi-isotherme modulierte DSC-Versuche 33

Quecksilberlampe 11, 19

R

Radiometer

 Digitale Auflösung 23

 Interner 22

Rauschen

 Wärmestrom-Basislinie 13

RCS

 Einstellung für die Verwendung mit PCA 17

Register Start 22, 24

Richtlinien zur Durchführung von PCA-Versuchen 30

S

- Schrauben
 - Vertikale Justierung 27
- sichtbares Licht 11
- Signale 28, 36
- Spektralbereich 11
- System
 - Einstellung 25

T

- TA Instruments
 - Vertretungen 43
- Teile 41
- Telefonnummern
 - TA Instruments 43
- Temperatur
 - durch Belichtung 31
- Temperaturbereich 14

U

- Überlegungen vor Beginn des Versuchs 30
- ultraviolettes Licht 11

V

- Versuche
 - Dauer 31
 - Temperaturbereich 31
 - Typische Ergebnisse von PCA-Versuchen 37

W

- Warenzeichen 3

Wärmestrom-Basislinie
Rauschen 13

Wärmeströme 35

Wartung 40

Wellenlängenbereich 19, 31

www.tainst.com 43