



Fachbereich II Mathematik - Physik – Chemie

Kurzarbeitsanweisung für die DSC 7 von Perkin Elmer

Laborbetreuung: Prof. Dr. Hungerbühler (Laborleiter), M. Sc. Enrico Leo

Erstellt: Berlin, den

Inhaltsverzeichnis

1	Dynamische Leistungskompensations-Differenzkalorimetrie (DLDK)	1
2	Probenvorbereitung	2
2.1	Material	2
2.2	Durchführung	2
3	Aufbau der DSC 7	3
4	Inbetriebnahme der DSC 7	4
5	Starten der Software	5
6	Erstellen einer Basislinie	5
7	Kalibrierung der DSC 7	8
8	Messung einer Probe	11
9	Auswertung einer Probe	14

1 Dynamische Leistungskompensations-Differenzkalorimetrie (DLDK)

Bei der DLDK befinden sich die Probe und die Referenz in getrennten Mikroöfen, die identisch aufgebaut sind. Ein schematischer Aufbau ist der Abb. 1 zu entnehmen.

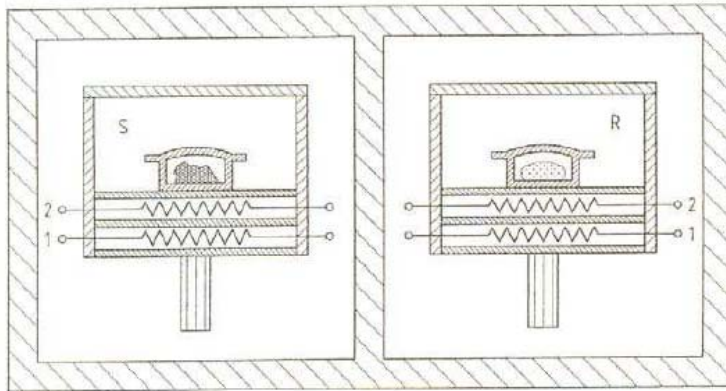


Abb. 1 Schematischer Aufbau eines Differenz Leistungskompensations-Kalorimeters (DLDK)^[2]

Die Mikroöfen bestehen aus Platin-Iridium-Legierungen. Jede Kammer beinhaltet einen Temperatursensor (Platin-Widerstands-Thermometer) und einem Heizwiderstand (Platin-draht). Die Mikroöfen besitzen einen Durchmesser von ca. 9 mm und eine Höhe von ca. 6 mm und wiegen ca. 2 g. Die Mikroöfen befinden sich wiederum in einem Aluminiumblock, der auf eine konstante Temperatur gehalten wird. Die Messungen können in einem Temperaturbereich von -175 (Kühlung mit flüssigem Stickstoff) bis 725 °C durchgeführt werden. Die Zeitkonstanten sind kleiner als 2 s. Die maximale Heizleistung liegt bei ca. 14 W bei einer maximalen Heizrate von ca. 500 K min⁻¹.

Während des Aufheizens erfahren zunächst beide Proben (Referenz und Probe) die gleiche Heizleistung. Wobei bei thermaler Symmetrie die Temperaturdifferenz gleich Null sein muss. Wenn es dann zu einer Asymmetrie der Temperaturen und somit zu einer Temperaturdifferenz kommt, z. B. verursacht durch eine Reaktion in der Probe, dann wird versucht, diese Temperaturdifferenz durch Steuerung/Kompensation der Heizleistung der Referenz auszugleichen. Diese kann entweder erhöht, aber auch erniedrigt werden. Dabei wird davon ausgegangen, dass die kompensierte elektrische Heizleistung ΔP (mW) vollständig in Wärme aufgenommen bzw. abgegeben wird. Das Integral über die Zeit der kompensierten Heizleistung ist nun proportional der von der Proben freiwerdenden bzw. aufgenommenen Wärmemenge. Die von dem Gerät ausgehende Heizflussrate Φ_M ergibt sich über das reale Messsignal ΔT der Temperaturdifferenz mit den Faktoren k_1 und k_2 über:

$$\Delta P = -k_1 \cdot \Delta T \quad \Phi_M = -k_2 \cdot \Delta T \quad (1)$$

Der Faktor k_1 ist von dem Proportionalkontroller vorgegeben und kann nicht verändert werden. Der Faktor k_2 kann mithilfe der Software und einer Kalibriermessung bestimmt werden^[2].

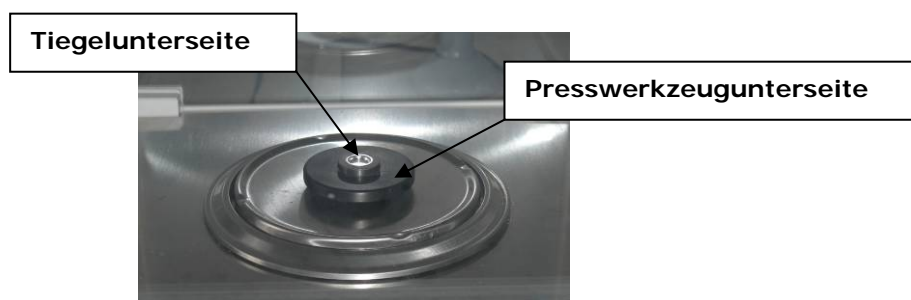
2 Probenvorbereitung

2.1 Material

- Analysenwaage
- Presswerkzeug
- Pinzette
- Tiegel-Greifer
- Tiegel (unter und Oberseite; bei flüssigen Proben oder Proben die sublimieren könnten werden Tiegel mit Löschern benötigt)

2.2 Durchführung

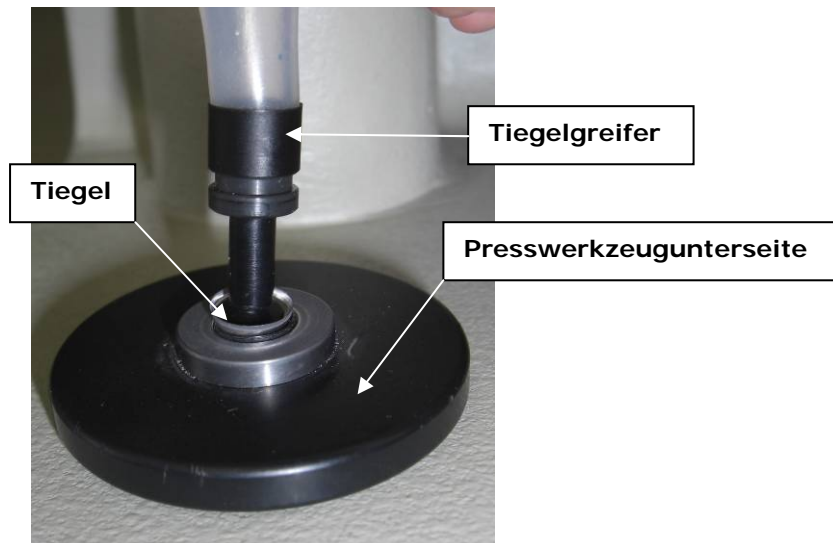
- Alle Arbeiten werden mit einer **Pinzette** oder einem **Tiegelgreifer** durchgeführt, um Leitfähigkeitsunterschiede durch Verschmutzungen zu vermeiden!!!
- **Tiegelunterseite** wird in die **Presswerkzeugunterseite** gesteckt und auf die Analysenwaage gelegt (Tara wird gedrückt)



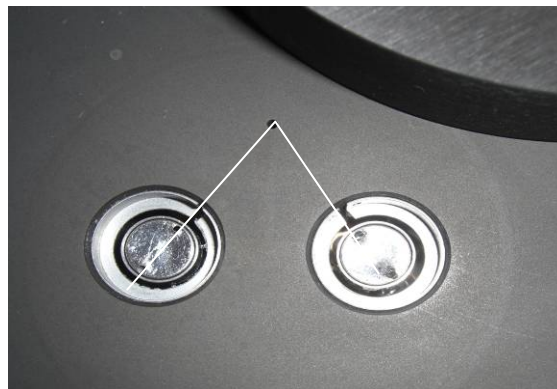
- Ca. 3 – 5 mg Probe werden eingewogen und die Masse notiert
- **Tiegeloberseite** wird bündig auf die **Tiegelunterseite** gelegt und das Ganze in das **Presswerkzeug** überführt
- Hebel wird ein Mal heruntergezogen

Vorsicht beim Zurücklassen des Hebels, kann ruckartig erfolgen!!

- **Presswerkzeugunterseite** samt **Tiegel** werden entnommen und auf den **Dorn**, zum Lösen des Tiegels gesteckt



- **Tiegel** wird mit **Tiegelgreifer** in die **DSC** überführt
- Dabei ist darauf zu achten, dass die Deckel wie folgt angeordnet werden



3 Aufbau der DSC 7

- Thermostat
- DSC7 Perkin Elmer
 - Scanraten: 0,1 - 500 K/min
 - Temperaturbereich: -60°C bis 725°C
- Controller
- Rechner

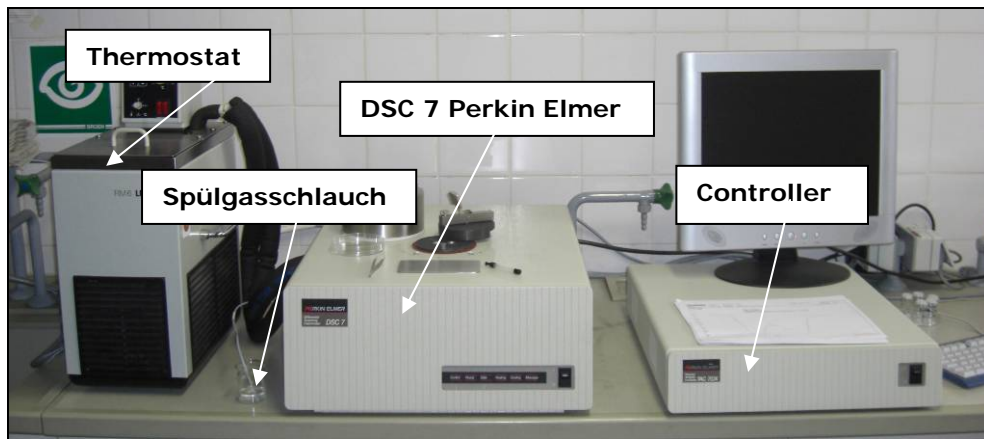


Abb. 2 Aufbau der DSC 7 Perkin Elmer

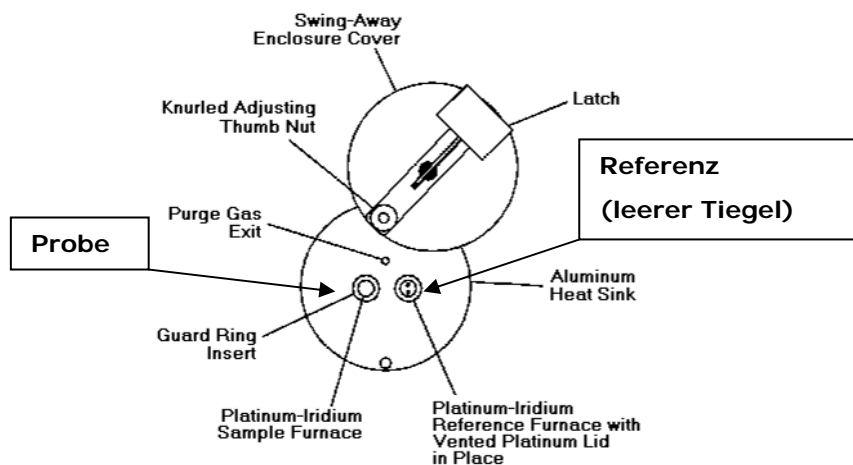


Abb. 3 Schematischer Aufbau des Probenofens

4 Inbetriebnahme der DSC 7

- Einschalten der Geräte in der Reihenfolge
 - **Thermostat** (sollte ca. 20 Minuten laufen vor der ersten Messung)
 - **Öffnung des Haupthahns sowie des Feinventils der Gasflasche**
 - Bei **geschlossenem** Ofen müssen ca. 2 Gasblasen pro Sekunde aus dem Spülgasschlauch kommen
 - **DSC 7**
 - **Controller (TAC7/DX)**
 - **Rechner**

!!! Sollte es zu Verbindungsproblemen kommen bzw. **Message** and er DSC blinkt, müssen Controller, Rechner und DSC 7 noch einmal ausgeschaltet und wie beschrieben eingeschaltet werden.

5 Starten der Software

- Starten des Pyris Managers



- Die DSC online bringen durch Klicken (ein Mal) auf DDSC, dann warten bis Manager sich öffnet



6 Erstellen einer Basislinie

- In Referenz- sowie Probenofen befinden sich zwei **leere** Tiegel
- Aufrufen des Methodeneditors
 - Sollte dieser nicht erscheinen, kann er über **Window** → **Method Editor (Haken)** wieder aktiviert werden
- Folgende Angaben werden unter **Sample Info** getätigt:

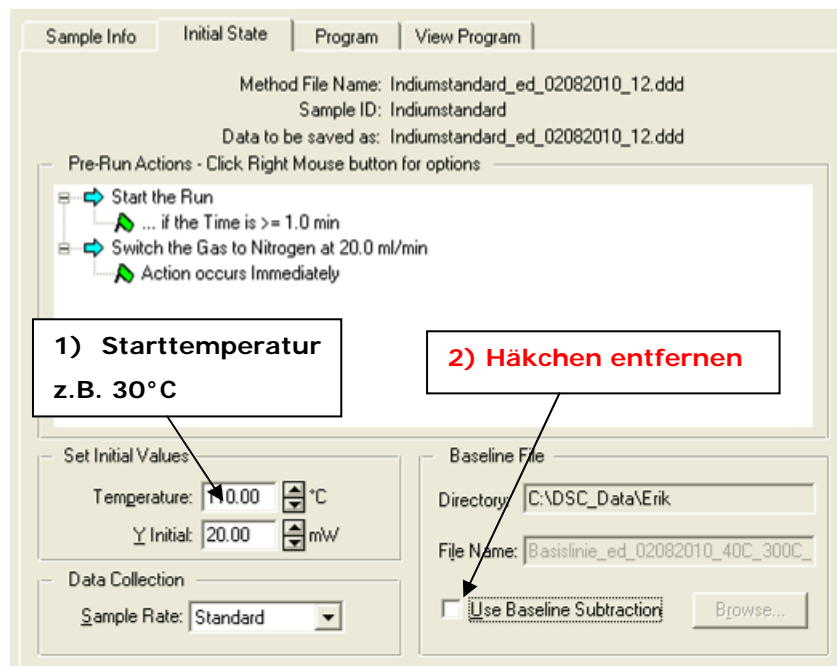
1) „Basislinie“ schreiben

2) Kürzel

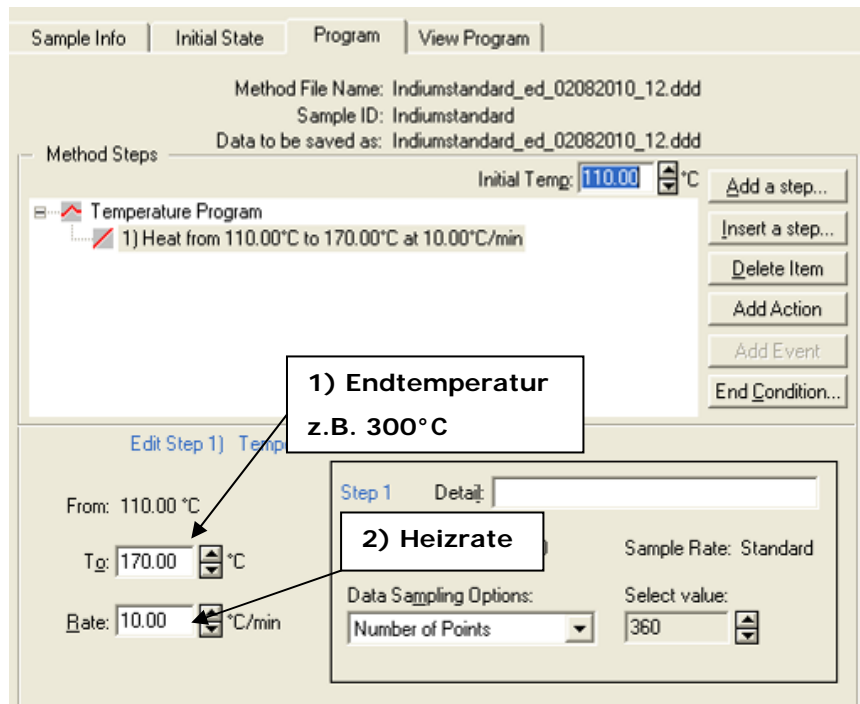
3) 0,0 mg eintragen

4) Auswahl des Speicherortes
C:\DSC_Data\Basislinie
Speichern unter:
Basislinie_Datum_Temp.Bereich_Heizrate
Bsp.:
basislinie_02082010_30bis300_10Kmin

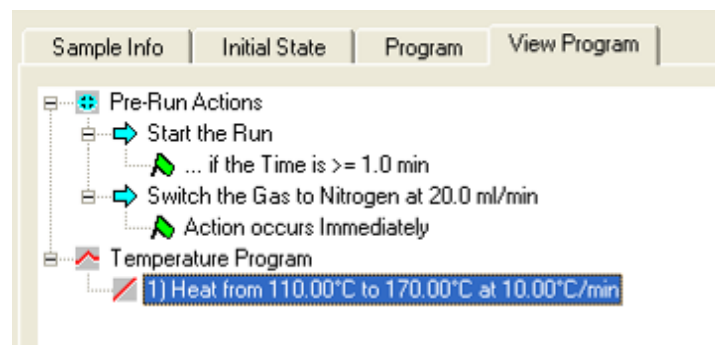
- Folgende Angaben werden unter **Initial State** getätigt:





- Bei der Auswahl des Temperaturbereichs der Basislinie ist darauf zu achten, dass dieser alle Messungen des Tages abdecken sollte. Ferner sollte die Heizrate mit den Heizraten der Proben übereinstimmen.
- Es können im Folgenden keine Proben vermessen werden, deren Temperaturbereich den Temperaturbereich der Basislinie überschreitet
- Folgende Angaben werden unter **Program** getätigt:



- Unter **View Program** kann dann der gesamte Verlauf der Messung betrachtet werden



- Die Messung wird mit  gestartet und kann dann mit  vorzeitig gestoppt werden

7 Kalibrierung der DSC 7

- Für die Kalibrierung der DSC 7 muss zunächst ein geeigneter Kalibrierstandard ausgewählt werden

Tab. 1 Kalibrierstandards für die DSC

Standard	Schmelztemperatur (°C)	Schmelzenthalpie (J/g)	Molmasse (g/mol)
Indium	156,60	28,45	114,82
Zinn	231,88	60,46	118,71
Blei	327,47	23,01	207,20
Zink	419,47	108,37	65,41

- Ca. 3 – 5 mg (**Masse notieren!!!**) des Standards werden in einen Aluminiumtiegel eingewogen, verschlossen und in die DSC überführt (auf **Probenseite**) als Referenzprobe dient ein **leerer Tiegel**
- Folgende Angaben werden unter **Sample Info** getätigt:

Method Editor - Indiumstandard_ed_02082010_12.ddd

Sample Info | Initial State | Program | View Program

Method File Name: Indiumstandard_ed_02082010_12.ddd

Enter Sample Info

Sample ID: **1) Bezeichnung des Standards**

Operator ID: **2) Kürzel**

Comment:

Directory: C:\DSC_Data\Erik

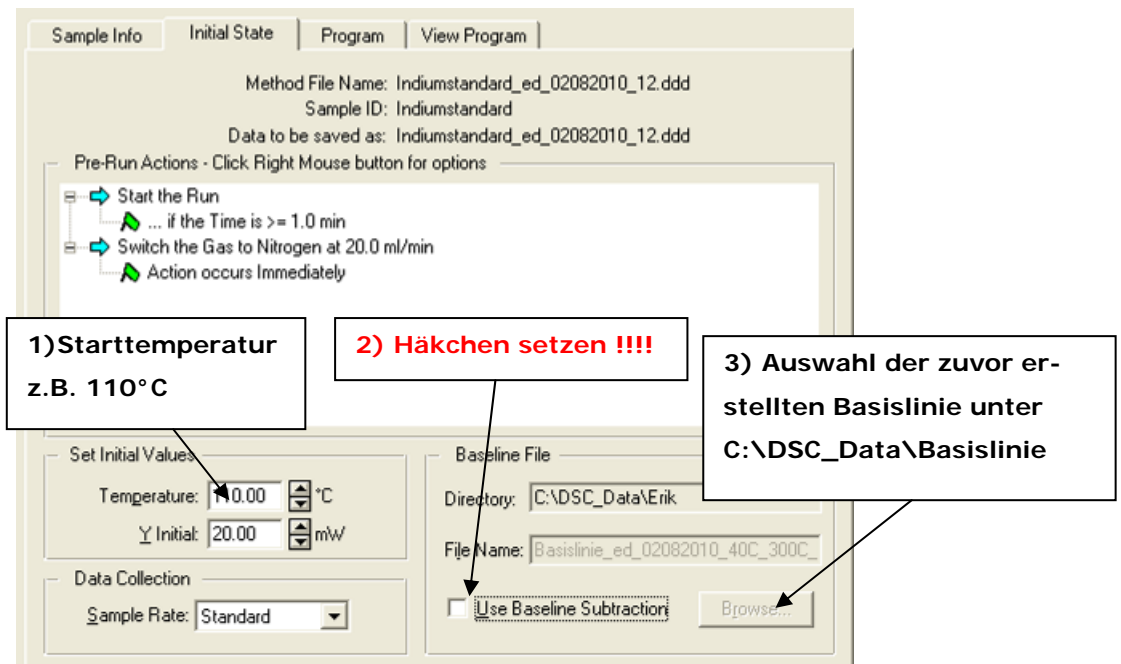
File Name: Indiumstandard_ed_02082

Enter Sample Weight

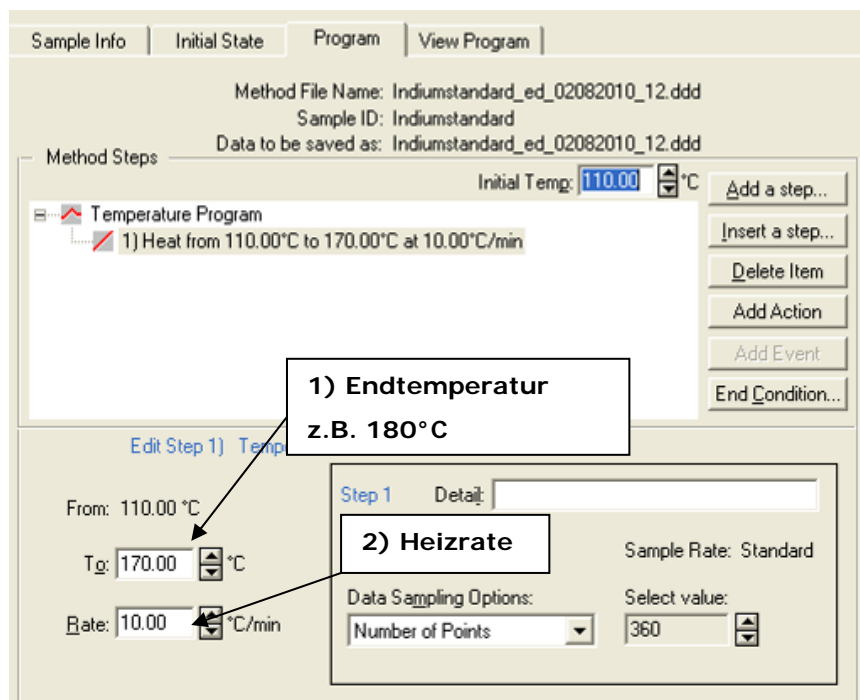
Weight: mg **3) Einwaage des Standards !!! Punkt kein Komma**

4) Auswahl des Speicherortes
 C:\DSC_Data\Kalibrierstandards
 Speichern unter:
 Standard_Datum_Heizrate_Nummer
 Bsp.:
 indium_02082010_10Kmin_01

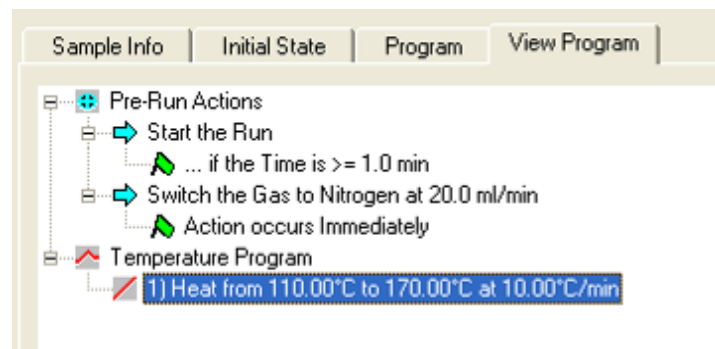
- Folgende Angaben werden unter **Initial State** getätigt:





- Die **Start- und Endtemperaturen** sollten mind. **30 °C** unter bzw. über der Schmelztemperatur des Standards liegen
- Folgende Angaben werden unter **Program** getätigt:



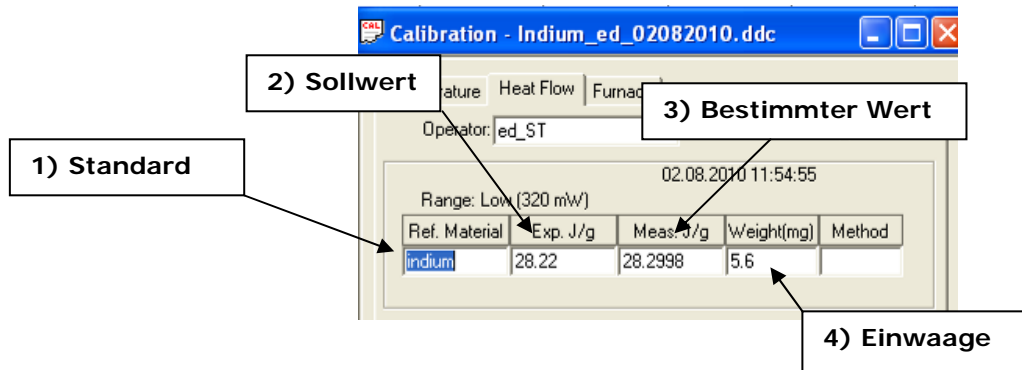
- Unter **View Program** kann dann der gesamte Verlauf der Messung betrachtet werden



- Die Messung wird mit  gestartet und kann dann mit  vorzeitig gestoppt werden
- Ausgewertet werden die Fläche (**Schmelzenthalpie**) sowie die **Onset-Temperatur** siehe **Auswertung einer Probe**
- Die Abweichungen der Schmelztemperatur (**Onset**) sowie der Schmelzenthalpie sollten nicht größer als 1% betragen.
- Ist die Abweichung kleiner muss nichts weiter eingestellt werden, ansonsten weiter wie folgt
- Aufrufen der Kalibriereinstellungen unter **View** → **Calibrate** (Es darf keine Auswertefenster markiert sein)
- Eingabe der Schmelztemperatur unter **Temperature**:

	Ref. Material	Exp. Onset(°C)	Meas. Onset(°C)	Method	Use
1	Tin	231.88	235.33		<input type="checkbox"/>
2	Zinc	419.47	419.47		<input type="checkbox"/>
3	Zinc	419.47	423.15		<input type="checkbox"/>
4	Indium	156.6	153.58		<input type="checkbox"/>
5	Indium	156.6	157.0		<input checked="" type="checkbox"/>
6		0	0		<input type="checkbox"/>
7		0	0		<input type="checkbox"/>
8		0	0		<input type="checkbox"/>
9		0	0		<input type="checkbox"/>
10		0	0		<input type="checkbox"/>

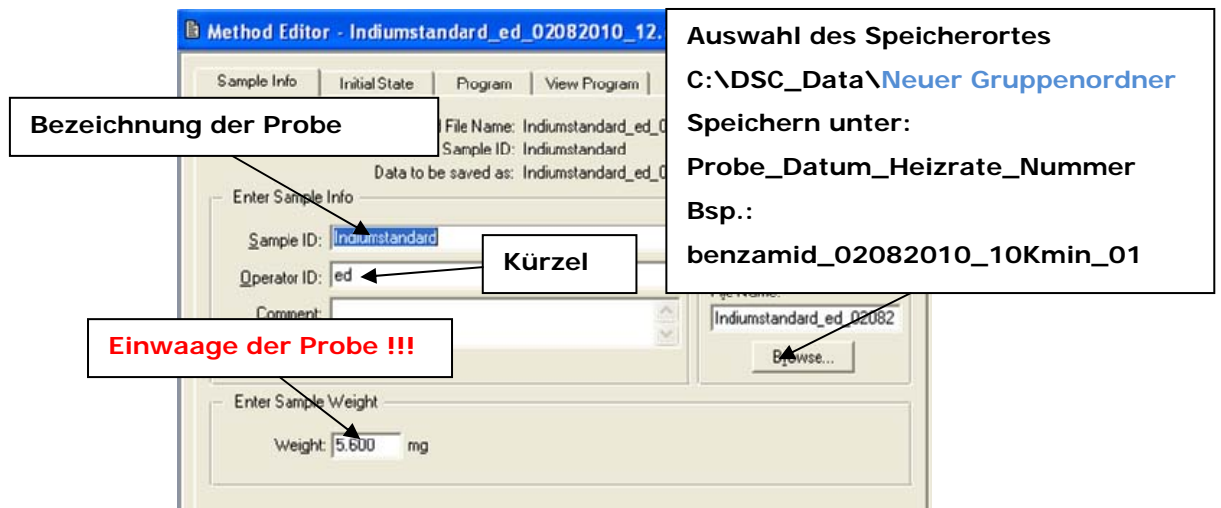
- Es können mehrere Kalibrierungen für verschiedene Temperaturbereiche aktiviert werden
- Mit **Save an Apply** wird die Kalibrierung gespeichert unter: Cal_Standard_Datum
- Eingabe der Schmelzenthalpie unter **Heat Flow**:



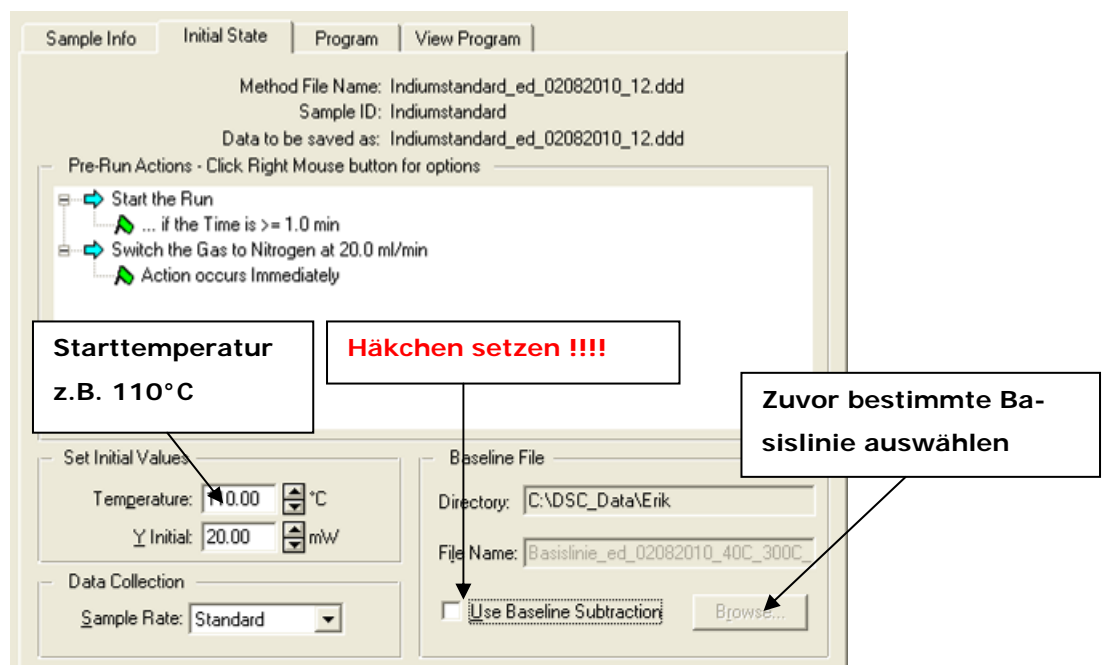
- Mit **Save and Apply** wird die Angabe bestätigt und unter dem selben Datenfile wie zuvor gespeichert
- Anschließend sollte noch einmal der Standard mit dem selben Programm gemessen werden, um die Wirksamkeit der Änderungen zu bestätigen

8 Messung einer Probe

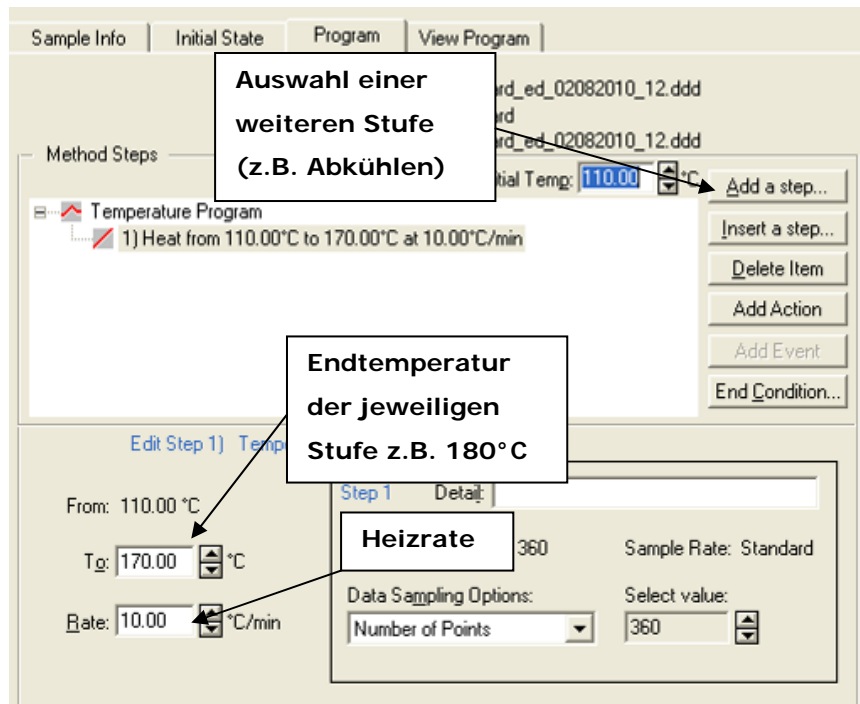
- Ca. 3 – 5 mg (**Masse notieren!!!**) der Probe werden in einen Aluminiumtiegel eingewogen, verschlossen und in die DSC überführt (auf **Probenseite**) als Referenzprobe dient ein **leerer Tiegel**
- **Method Editor** wird aufgerufen (falls er nicht erscheint kann er unter **Window** → **Method Editor** aktiviert werden)
- Folgende Angaben werden unter **Sample Info** getätigt:



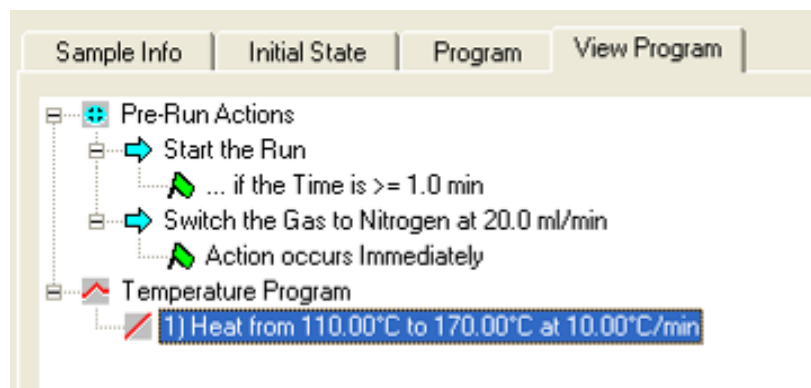
- Folgende Angaben werden unter **Initial State** getätigt:


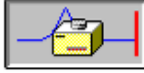


- Folgende Angaben werden unter **Program** getätigt:




- Unter **View Program** kann dann der gesamte Verlauf der Messung betrachtet werden

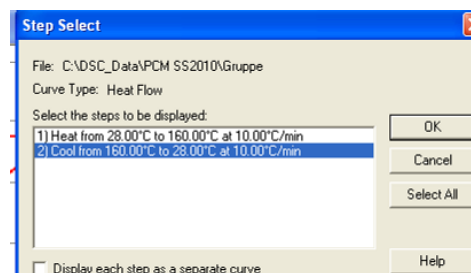


- Die Messung wird mit  gestartet und kann dann mit  vorzeitig gestoppt werden

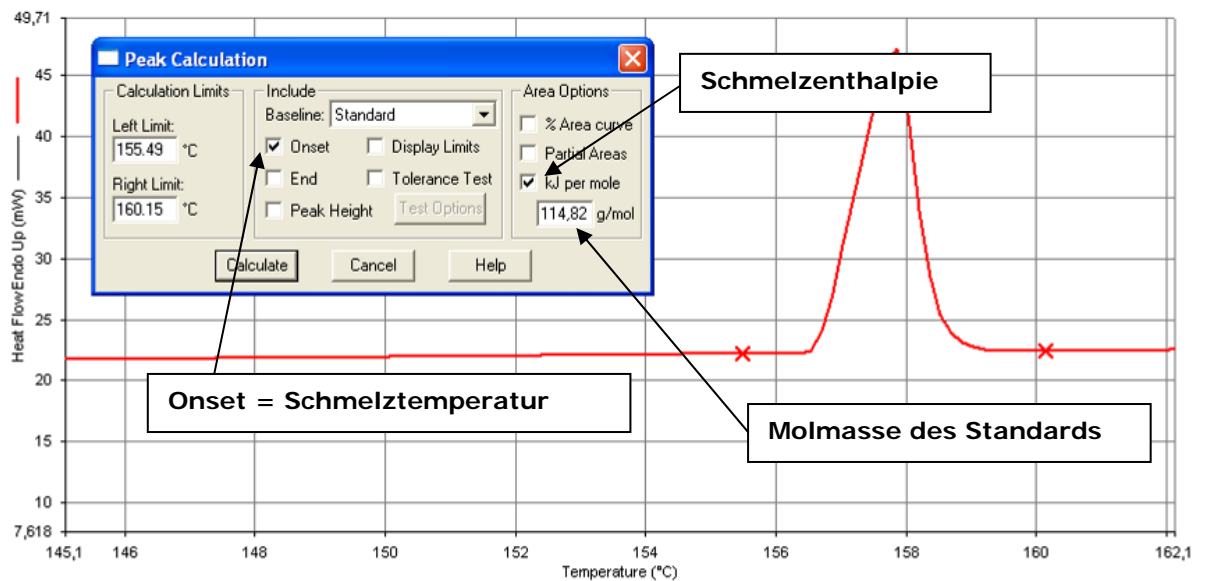
9 Auswertung einer Probe



- Der Datenfile der Probe wird über  in der Taskleiste aufgerufen
- Sollten mehrere Stufen in der Messung vorhanden sein (z.B. Aufheizen, Abkühlen, Aufheizen etc.) so muss zunächst die Stufe ausgewählt werden, die bearbeitet werden soll unter: **Curves → Heat Flow**
- Auswahl der Stufe
- Es darf nur die Stufe mit Blau hinterlegt sein, die bearbeitet werden soll



- Mit **OK** wird die Stufe ausgewählt
- Es folgt die Auswertung des Peaks unter: **Calc → Peak Area** in der Taskleiste
- Durch Drücken der linken Maustaste und **halten** können die zwei Integrationspunkte vor und hinter dem Peak gesetzt werden:



- Durch **Calculate** wird der Peak ausgewertet