

Betriebsanleitung für Electrothermal-Schmelzpunktbestimmungsapparat

Das Gerät dient zur Bestimmung der Schmelzpunkte von festen Substanzen bis zu einer empfohlenen Höchsttemperatur von 350°C. Es ist möglich, das Gerät bis zu einem Schmelzpunkt von 450°C zu benutzen, hierbei verschlechtert sich jedoch die Genauigkeit. Eine theoretische Genauigkeit von $\pm 0,1^\circ\text{C}$ bis 350°C ist möglich, sie liegt in der Praxis jedoch bei $\pm 1^\circ\text{C}$.

Mit dem Hauptschalter links am Gerät schalten Sie das Gerät ein. Das Display zeigt dann die Temperatur im Heizblock.

Der "Coarse" Regler schaltet bei 0 die Probenbeleuchtung und ab 1 den Heizblock ein. Die Skala ist willkürlich von 0 - 10 geteilt. Die ungefähre Temperatur jeder Regler-Position können Sie auf dem Diagramm ablesen, welches sich unter dem Gerät befindet. Ist die Heizung in Betrieb, blinkt die "Heater"-Leuchte proportional zur Heizleistung.

Kennen Sie den ungefähren Schmelzpunkt Ihrer Probe, können Sie Zeit sparen, indem Sie "BOOST" drücken. Sie erhöhen hiermit die Heizleistung um 35 %.

Haben Sie die mit dem "Coarse" Regler eingestellte Temperatur erreicht, können Sie den präzisen Schmelzpunkt mit Hilfe des "Fine" Reglers finden. Mit diesem Regler können Sie die Temperatur nochmals um max. 10 % erhöhen. Hierbei haben Sie noch mehr Kontrolle über die Temperatur.

Ist der Schmelzpunkt erreicht, brauchen Sie nur "Display hold" zu drücken. Das Display zeigt dann die Schmelzpunkt-Temperatur an. In der Zeit leuchtet die "Display hold" Leuchte. Dies ist ein Hinweis für den Benutzer, daß das Display nicht die momentane Temperatur im Heizblock anzeigt.

Zur schnellen Abkühlung des Heizblocks empfiehlt sich der 'Kühlfinger', den Sie als Zubehör bekommen können. Der 'Kühlfinger' wird anstatt der Kapillarführung in den Heizblock gesteckt und nimmt so die Wärme schnell auf.

Bedienungsanleitung

Digitales Schmelzpunktbestimmungsgerät

- 1.) Installation: Netzspannung mit der auf dem Gerät angegebenen Spannung vergleichen. Bei 220 V muß sich eine 250 mA. Sicherung in der Halterung neben dem EIN/AUS-Schalter befinden.
- 2.) Beschreibung: Schmelzpunktbestimmungen bis max. 350° bzw. bis 450° bei verringerter Genauigkeit.
- 2.1.) Anzeige: LCD-Anzeige mit einer Auflösung von 0,1°.
- 2.2.) Genauigkeit: Mindestgenauigkeit $\pm 1^{\circ}\text{C}$ bei 350°.
- 2.3.) Heizblock: Bis zu 3 Kapillarröhrchen können gleichzeitig in den Heizblock gestellt werden. Messung über K' Thermokoppler und Spezialschaltkreis.
- 2.4.) Schalter: Hauptschalter "in der Stellung on" ist der Schalter beleuchtet und die Anzeige zeigt die Probentemperatur. Ausnahme: Grobeinstellung steht auf "Standby" - keine Stromversorgung des Ofens. Grobeinstellung: Willkürliche Einteilung von 0-10. Der Schalter wird im Uhrzeigersinn von (=Standby) auf die gewünschte Stufe gestellt. Die Schalterbeleuchtung setzt schon zwischen 0 und 1 ein, die Heizung jedoch erst ab Stufe 1. Dann beginnt auch die Aufheizkontrollleuchte zu blinken, und zwar im Ausmaß der gewählten Schalterstellung. Welche Schalterstellung für welche gewünschte Temperatur gewählt werden soll ist in Figur 2 bzw. auf der Temperaturkurve auf dem Kärtchen, das sich unter dem Gerät befindet, angegeben. z.B.: Für eine gewünschte Temperatur von 175° ist die Grobeinstellung auf 3 zu stellen. Die Aufheizgeschwindigkeit liegt bei 1°C/min.
Anmerkung: Die Grobeinstellung 0 bedeutet keine Spannung am Heizblock. Die Beleuchtung des Gerätes verursacht jedoch eine geringe Aufheizung. Deshalb sollte bei Nichtbenutzung der Schalter immer auf "Standby" stehen.
Feineinstellung: Wenn die ungefähre Schmelztemperatur erreicht ist, kann die präzise Schmelztemperatur durch Nachregulierung mit der

Feineinstellung bestimmt werden. Mit diesem Schalter kann die Temperatur um 10 % über die mit der Grobeinstellung erreichten Temperatur gesteigert werden.

Schnellheizkopf: Ignoriert Grob- und Feineinstellung und bewirkt maximale Aufheizung (35 % mehr Leistung als Grob- und Feineinstellung ganz aufgedreht). Die Taste muß aus Sicherheitsgründen festgehalten werden und rastet nicht ein. Die Taste kann zeitsparend eingesetzt werden, wenn der ungefähre Schmelzpunkt bekannt ist. Der Einsatz ist nicht zu empfehlen, wenn Substanzen neu bestimmt werden sollen.

Anzeigestopp: Da es schwierig ist den Schmelzvorgang und die Temperaturanzeige gleichzeitig im Auge zu behalten, kann man sich auf die Schmelze konzentrieren und mit dieser Taste die Temperaturanzeige eines bestimmten Augenblicks festhalten. (1x drücken). Eine LED zeigt den Druck der Taste an (d.h. die angezeigte Temperatur entspricht nicht mehr unbedingt die der des Heizblocks). Ein nochmaliges Drücken der Taste versetzt die Anzeige wieder in den Normalmodus zur Anzeige der wirklichen Temperatur.

2.5.) Verstellbare Lupe: Vergrößerung 5x

2.6.) Kapillarröhrchenhalter: 2 Halter für neue und gebrauchte Kapillaren an der rechten Seite des Gerätes.

3.) Schmelzpunktbestimmungen: Vor jeglichen Bestimmungen Abschnitt über die Interpretationen der Ergebnisse (s.u.) lesen. Falls nur eine Probe bestimmt wird, müssen die beiden anderen Halter mit leeren Kapillaren versehen werden, um Konvektionsströmungen im Heizblock zu vermeiden. Die Möglichkeit der Dreifachbestimmung erleichtert die Messung "gemischter" Schmelzpunkte.

Wenn der ungefähre Schmelzpunkt bekannt ist, sollte der Apparat schnell bis auf ca. 40°C vom erwarteten Schmelzpunkt aufgeheizt werden. Dann wird die Aufheizrate mit der Feineinstellung auf 1-2° pro Minute eingestellt. (Höhere Geschwindigkeit führt zu falschen überhöhten Meßwerten) Die Kapillaren sollten 5° vor dem erwarteten Schmelzpunkt eingelegt werden. Bei unbekanntem Schmelzpunkt sollte eine Vorprobe ausgeführt werden.

Falls eine Schmelzpunktserie ausgeführt wird, sollte sie mit aufsteigender Temperatur gemacht werden. Der Aufbau des Gerätes soll ein möglichst schnelles Abkühlen begünstigen. Wenn es noch schneller gehen soll, kann dazu ein mäßiger Strom sauberer, trockener, kalter Luft verwandt werden (Zubehör "Kalter Finger" wird angeboten). Andere Kühlmethoden sind unzulässig.

- 3.1.) Zustandsänderungen:
- a) Erste Anzeichen der Veränderung.
(Bräunung, Schrumpfung etc.)
Verursacht durch Lösungsmittelverlust und Kristallisierung.
 - b) Erste Zeichen der Flüssigkeitsbildung
 - c) Ausbildung eines Meniskus
 - d) Ausbildung einer vollkommen klaren Flüssigkeit.

Nicht alle Verbindungen (insbesondere hochreine Verb.) werden genau diesem Schema folgen. Einige sublimieren oder zerfallen direkt. Die mit dem Zerfall einhergehende Gasbildung kann evtl. mit etwas Indikatorpapier am offenen Ende der Kapillare nachgewiesen werden. (Kleines Stück Indikatorpapier in das offene Ende schieben). Reine Verbindungen durchlaufen die Stadien b-d innerhalb eines Bereichs von 1°C.

- 3.2.) Interpretation der Ergebnisse: Die Bildung eines Meniskus sollte bei der Schmelzpunktbestimmung als ausschlaggebend angesehen werden. Wenn ein Temperaturbereich angegeben wird, sollten die Stadien b und d eingeschlossen werden. (Ca. 1°C Differenz bei reinen Verbindungen, 3-4°C. (Bei unreinen Verbindungen). Bei Mehrfachbestimmungen sollten die Meniskustemperaturen gemittelt werden. Unterschiede kommen durch unterschiedliche Probengrößen und nicht durch einen Temperaturgradienten im Gerät zustande.

- 4.) Eichung: volle Eichung wird durch Electrothermal oder einen Vertragshändler durchgeführt. Mit Standardchemikalien ist eine begrenzte Nach-eichung durch den Nutzer möglich. (Resistor zur Einstellung der Temperaturanzeige ist durch Abziehen des Knopfes zur Grobeinstellung zugänglich.)

- 5.) Reparaturen und Kundendienst: Austausch der Lampe

- 1) Gerätstecker aus der Steckdose ziehen.
- 2) An der Rückseite des Probenträgers befindet sich eine versenkte Kreuzschraube. Diese ist zu lösen.
- 3) Das Ofengehäuse von der Basis her abziehen. Dabei ist darauf zu achten, daß die Kapillarenführung nicht verloren wird.
- 4) Entfernen Sie die zwei Schrauben, die die Ofenklammer-Spange an der Grundplatte befestigen, wobei die Schrauben nicht in den Hals des Gerätes fallen sollten.
- 5) Entfernen Sie die Klammer und ziehen Sie die Lampenhalterung von Ihren Träger ab.
- 6) Ersetzen Sie die Birne (12 Volt, 2,2 MES.)
- 7) Bauen Sie das Gerät in umgekehrter Reihenfolge wieder zusammen. Achten Sie besonders darauf, daß der Ofen (bzw. Heizblock) wieder korrekt befestigt wird, so daß der Kapillareinschub mit den Kapillarschienen im Heizblock deckungsgleich zu liegen kommt.

5.2) Sicherung:

Die Sicherung kann an der linken Seite des Geräts ausgewechselt werden.

5.3) Lupenreinigung:

Die Lupe kann aus dem Gehäuse geschraubt werden und mit einem weichen Tuch gereinigt werden.

5.4.)

Größere Reparaturen durch "Electrotherm" oder einen Vertragshändler.

Ausführung der Eichung:

- 1.) Proben der Standardchemikalien vorbereiten z.B. Anthrachinon 284,5°C, Benzil 94,9°C und in den Apparat legen.
- 2.) Knopf zur Grobeinstellung durch Ziehen von der Achse entfernen. Es kommt ein regelbarer Resistor zum Vorschein, der dicht unterhalb der Konsolenabdeckung montiert ist.
- 3.) Stellen Sie die Knöpfe so ein, daß sich eine Aufheizrate von 1-2°C/min im Bereich des Schmelzpunktes ergibt.
- 4.) Nach einer Vorprobe führen Sie eine zweite Bestimmung mit neuen Standards aus. Das wird bis auf 5°C unterhalb des zu erwartenden Schmelzpunktes aufgeheizt und die Proben eingelegt. (Aufheizrate 1-2°C/min)
- 5.) Stellen Sie mit einem kleinen Schraubenzieher den variablen Resistor (bzw. das Pontometer) so ein, daß im Augenblick des Schmelzens die Solltemperatur angezeigt

wird.

- 6.) Wiederholen Sie die Punkte 4.) und 5.) falls nötig.
- 7.) Setzen Sie den Knopf für die Grobeinstellung wieder auf.