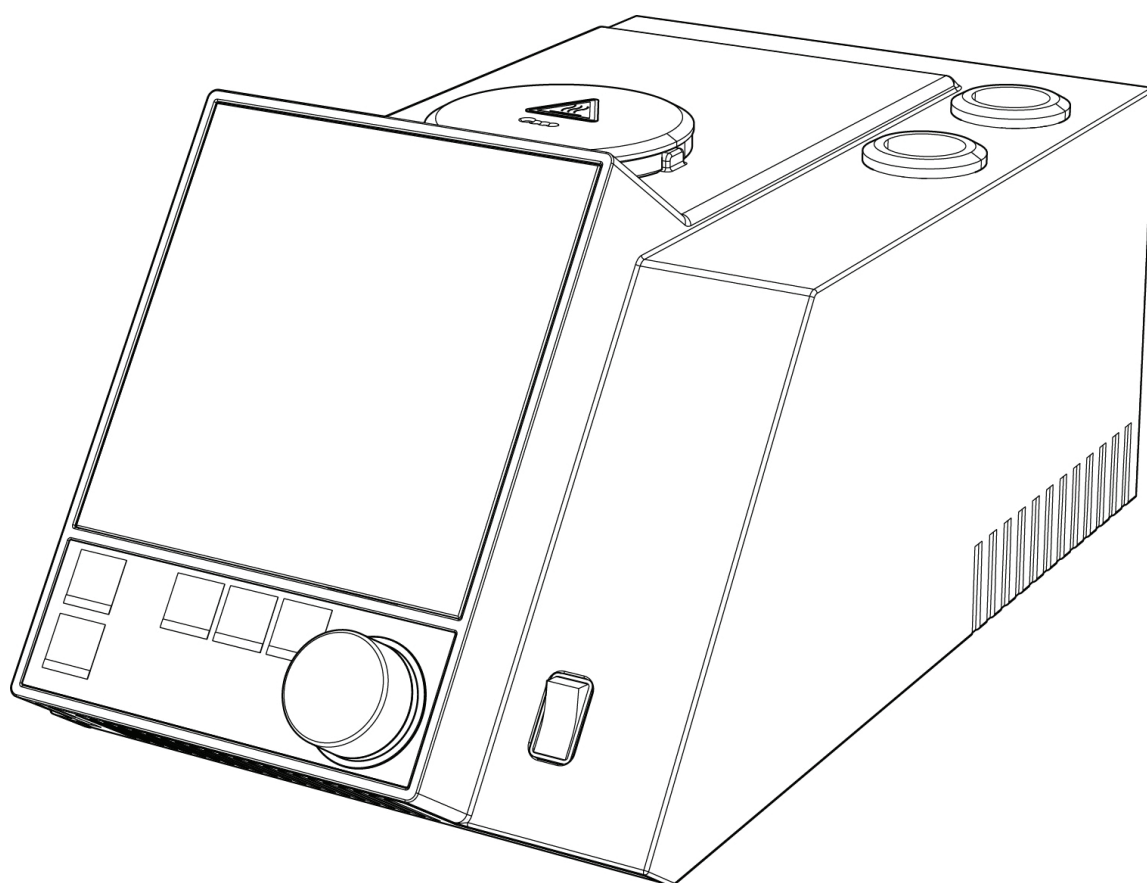




Schmelzpunkt M-565

Bedienungsanleitung



093257I de

Imprint

Product Identification:
Operation Manual (Original), Schmelzpunkt M-565

093257 de

Publication date:
10.2019, Version I

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
Postfach
CH-9230 Flawil 1

E-Mail: quality@buchi.com

BUCHI reserves the right to make changes to the manual as deemed necessary in the light of experience; especially in respect to structure, illustrations and technical detail.

This manual is copyright. Information from it may not be reproduced, distributed, or used for competitive purposes, nor made available to third parties. The manufacture of any component with the aid of this manual without prior written agreement is also prohibited.

Inhaltsverzeichnis

1	Über diese Bedienungsanleitung.	5
1.1	Referenzdokumente	5
1.2	Abkürzungen	5
2	Sicherheit.	6
2.1	Anforderungen an den Benutzer.	6
2.2	Bestimmungsgemässe Verwendung	6
2.3	Nicht bestimmungsgemässe Verwendung	6
2.4	Verwendete Warnhinweise	7
2.5	Produktsicherheit	7
2.5.1	Gerätebezogene Gefährdungen	7
2.5.2	Sonstige Gefährdungen	7
2.5.3	Sicherheitsmassnahmen.	8
2.5.4	Sicherheitselemente	8
2.6	Allgemeine Sicherheitsvorschriften.	8
3	Technische Daten.	9
3.1	Lieferumfang	9
3.1.1	Standardzubehör	9
3.1.2	Optionales Zubehör.	11
3.2	Technische Daten im Überblick	14
3.3	Verwendete Materialien	15
4	Funktionsbeschreibung.	16
4.1	Funktionsprinzip.	16
4.1.1	Pharmakopöe und thermodynamische Schmelzpunkte.	17
4.1.2	Siedepunkte.	18
4.2	Bedienungs- und Anzeigeelemente sowie Anschlüsse.	19
5	Inbetriebnahme.	20
5.1	Aufstellungsort.	20
5.2	Inbetriebnahme	20
5.2.1	Auspacken und Aufstellen des Geräts	20
5.2.2	Verbinden eines PCs mit der MeltingPoint Monitor Software.	22
5.2.3	Netzanschluss	22
5.2.4	Kalibrierung.	22

Lesen Sie diese Betriebsanleitung sorgfältig, bevor Sie Ihr System in Betrieb nehmen. Berücksichtigen Sie insbesondere die Sicherheitshinweise in Kapitel 2. Bewahren Sie diese Betriebsanleitung unmittelbar am Gerät auf, damit sie jederzeit zu Rate gezogen werden kann.

Ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Büchi dürfen keine technischen Veränderungen am Gerät vorgenommen werden. Nicht genehmigte Veränderungen können die Sicherheit des Systems beeinträchtigen und Unfälle verursachen. Diese Betriebsanleitung ist urheberrechtlich geschützt.

Informationen daraus dürfen nicht reproduziert, verbreitet, zum Zweck der Wettbewerbsverzerrung genutzt oder Dritten zugänglich gemacht werden. Auch die Herstellung von Komponenten anhand dieser Betriebsanleitung ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Büchi ist unzulässig.

Das Original dieser Betriebsanleitung ist in englischer Sprache abgefasst und dient als Grundlage für alle Übersetzungen. Sämtliche Sprachfassungen können über die Homepage von Büchi unter www.buchi.com heruntergeladen werden.

6	Bedienung	23
6.1	Bediengrundlagen	23
6.1.1	Hauptmenü	23
6.1.2	Anzeige während eines Prozesses und in den Menüs	24
6.1.3	Eingabe von Text	25
6.1.4	Verwendung einer externen Tastatur	26
6.2	Schmelzpunktbestimmung	26
6.2.1	Probenvorbereitung	26
6.2.2	Bestimmung ohne vordefinierte Schmelzpunktmethode	27
6.2.3	Erstellen einer Methode	30
6.2.4	Auswählen und Verwalten von Methoden	30
6.2.5	Ändern von Parametern während einer Bestimmung	31
6.2.6	Ausdruck	31
6.2.7	Schmelzresultat	32
6.3	Siedepunkt	38
6.3.1	Probenvorbereitung	38
6.3.2	Bestimmung ohne vordefinierte Siedepunktmethode	38
6.3.3	Erstellen einer Methode	40
6.3.4	Ändern von Parametern während einer Bestimmung	40
6.3.5	Ausdruck	41
6.4	Kalibrierung	42
6.4.1	Kalibrierprinzip	42
6.4.2	Kalibriervorgang	43
6.4.3	Ausdruck	45
6.4.4	Verifikation	46
6.5	Einstellungen, SysInfo, Test	46
6.5.1	Testprotokoll	49
6.5.2	SysInfoprotokoll	50
6.6	Benutzer Verwaltung	52
6.7	Export von XML-Daten an PC	52
7	Wartung	53
7.1	Gehäuse	53
7.2	Glasfenster	53
7.3	Unterhalt	53
7.4	Reinigung des Heizblocks	54
8	Fehlerbehebung	55
8.1	Funktionsstörungen und ihre Behebung	55
8.1.1	Einstellen der Baudrate des Druckers	57
8.2	Kundendienst	57
9	Ausserbetriebnahme, Lagerung, Transport und Entsorgung	58
9.1	Lagerung und Transport	58
9.2	Entsorgung	58
10	Ersatzteile	59
11	Erklärungen	60
11.1	FCC Zulassungsbedingungen (für USA und Kanada)	60

1 Über diese Bedienungsanleitung

Diese Bedienungsanleitung enthält eine detaillierte Beschreibung des Schmelzpunkt M-565 und alle Informationen, die zur sicheren Bedienung und zur Erhaltung des Geräts in funktionstüchtigem Zustand erforderlich sind.

Sie wendet sich insbesondere an Laborpersonal und Betreiber.

HINWEIS

Die Sicherheitssymbole (WARNUNG und ACHTUNG) sind in Kapitel 2 beschrieben.

1.1 Referenzdokumente

Weitere Informationen entnehmen Sie bitte den nachstehenden Dokumenten:

- The Laboratory Assistant, Bestell-Nummer 94187
- Schmelzpunkt M-560, Bedienungsanleitung Nummer 93251 – 93255
- Schmelzpunkt M-565, Bedienungsanleitung Nummer 93256 – 93260

1.2 Abkürzungen

Chemikalien:

PTFE	Polytetrafluorethylen
PP	Polypropylen
PE	Polyethylen
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
POM	Polyoxymethylen
PUR	Polyurethan

Sonstiges:

mp	Schmelzpunkt
bp	Siedepunkt
Pharm.	Pharmakopöe
therm.	thermodynamisch
L	Links
M	Mitte
R	Rechts

2 Sicherheit

Dieses Kapitel behandelt das Sicherheitskonzept des Schmelzpunkt M-565, des Sample Loader M-569 sowie der MeltingPoint Monitor Software und enthält allgemeine Verhaltensregeln und Warnungen vor potenziellen Gefahren bei der Verwendung des Produkts.

Die Sicherheit von Benutzern und Personal ist nur dann gewährleistet, wenn diese Sicherheitshinweise und die jeweiligen Warnungen in den einzelnen Abschnitten genau beachtet werden. Deshalb muss die vorliegende Betriebsanleitung allen Benutzern jederzeit zur Verfügung stehen.

2.1 Anforderungen an den Benutzer

Das Gerät darf nur von Laborpersonal oder Personen benutzt werden, die aufgrund ihrer Ausbildung oder Berufspraxis die möglichen Gefahren, die beim Betrieb des Geräts entstehen können, überblicken. Personal ohne diese Ausbildung oder Personen, die sich in Ausbildung befinden, bedürfen sorgfältiger Überwachung. Die vorliegende Betriebsanleitung dient als Grundlage hierzu.

2.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Dieses Gerät ist ausschliesslich für den Einsatz im Labor konzipiert und gebaut. Es dient zur Bestimmung von Schmelz- und Siedepunkten sowie Schmelzbereichen bei Temperaturen von bis zu 400 °C.

2.3 Nicht bestimmungsgemäße Verwendung

Jede andere als die erwähnten Verwendungen sowie jede Anwendung, die nicht den technischen Daten entspricht, gilt als nicht bestimmungsgemäße Verwendung. Für allfällige Schäden, die auf eine solche Verwendung zurückzuführen sind, trägt der Benutzer das alleinige Risiko.

Insbesondere folgende Anwendungen sind ausdrücklich verboten:

- Einsatz des Geräts in Räumen, die ex-geschützte Apparaturen erfordern.
- Extraktion von Proben, die durch Schlag, Reibung, Wärme oder Funkenbildung explodieren oder sich entzünden können (z.B. Sprengstoffe usw.).

2.4 Verwendete Warnhinweise



WARNUNG

Dieses dreieckige Warnsymbol zeigt an, dass im Falle der Nichtbeachtung der Anweisungen Personenschäden mit Todesfolge auftreten können.



WARNUNG

Heisse Oberfläche.



WARNUNG

Elektrische Gefährdung.



WARNUNG

Biologische Gefährdung.



ACHTUNG

Das Wort ACHTUNG in Kombination mit dem Lese-Symbol zeigt an, dass im Falle der Nichtbeachtung der Anweisungen Beschädigungen der Geräte, Funktionsstörungen oder fehlerhafte Ergebnisse auftreten können.

HINWEIS

Nützliche Tipps für den optimalen Einsatz des Geräts.

2.5 Produktsicherheit

Das Schmelzpunkt M-565 Gerät, der Sample Loader M-569 und die MeltingPoint Monitor Software wurden auf der Grundlage neuester technischer Erkenntnisse entwickelt und gefertigt. Dennoch können Personen-, Sach- oder Umweltschäden auftreten, wenn das Gerät mit mangelnder Sorgfalt oder unsachgemäß verwendet wird.

Der Hersteller hat die vom Gerät ausgehenden Restgefahren ermittelt,

- wenn das Gerät von unzureichend ausgebildeten Personen bedient wird.
- wenn das Gerät nicht ordnungsgemäss betrieben wird.

Entsprechende Warnungen weisen den Benutzer in der vorliegenden Betriebsanleitung auf diese Restgefahren hin.

2.5.1 Gerätebezogene Gefährdungen

Berücksichtigen Sie folgende Sicherheitshinweise:



WARNUNG

Möglicherweise heisse Oberflächen während des Betriebs, insbesondere am Heizofen (bis zu 400 °C).

- Verbrennungsgefahr!

2.5.2 Sonstige Gefährdungen



WARNUNG

Bestimmte Lösungsmittel im Schmelzpunkt M-565 oder in seiner Umgebung können Peroxide bilden bzw. hoch entflammbar sein.

- Vorsicht bei der Arbeit mit gefährlichen Stoffen oder Substanzen unbekannter Zusammensetzung – Explosionsgefahr!
- Gerät nur in einem entsprechend belüfteten Arbeitsbereich verwenden.

2.5.3 Sicherheitsmassnahmen



Bei der Arbeit mit dem Gerät immer persönliche Schutzausrüstung (Schutzbrille, Schutzkleidung und Schutzhandschuhe) tragen.



2.5.4 Sicherheitselemente

Erdbebenfixierung

- Das Gerät verfügt an der Unterseite über eine Erdbebenfixierung, an der es für den Fall eines Erdbebens festgemacht werden kann.

2.6 Allgemeine Sicherheitsvorschriften

Verantwortung des Betreibers

Der Laborleiter ist für die Instruktion seines Personals verantwortlich.

Der Betreiber informiert den Hersteller umgehend über alle sicherheitsrelevanten Vorkommnisse, die sich bei der Verwendung des Geräts ereignen. Auf das Gerät anwendbare Rechtsvorschriften und Gesetze sind zu beachten.

Verpflichtung zur Wartung und Pflege des Geräts

Der Betreiber sorgt dafür, dass das Gerät nur in ordnungsgemäsem Zustand verwendet wird und dass Wartungs-, Instandsetzungs- und Reparaturarbeiten sorgfältig, zeitgerecht und ausschliesslich von entsprechend autorisiertem Personal durchgeführt werden.

Zu verwendende Ersatzteile

Um das langfristig optimale und zuverlässige Funktionieren des Systems zu gewährleisten, dürfen nur empfohlenes Verbrauchsmaterial und Ersatzteile verwendet werden. Ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch den Hersteller dürfen keinerlei Modifikationen an den verwendeten Ersatzteilen vorgenommen werden.

Modifikationen

Ohne vorherige Rücksprache mit dem Hersteller und schriftliche Genehmigung dürfen keinerlei Modifikationen am Gerät vorgenommen werden. Modifikationen und Upgrades dürfen nur von autorisierten BÜCHI-Servicetechnikern durchgeführt werden. Der Hersteller behält sich das Recht vor, Schadenersatzansprüche abzulehnen, die auf nicht genehmigten Modifikationen basieren.

3 Technische Daten

Dieses Kapitel stellt das Melting Point M-565 Gerät und seine Hauptbestandteile vor. Es enthält technische Daten, Anforderungen und Leistungsdaten.

3.1 Lieferumfang

Überprüfen Sie den Lieferumfang gemäss Bestell-Nummer.

HINWEIS

Weitere Informationen über die angeführten Produkte erhalten Sie von Ihrem Händler oder im Internet unter www.buchi.com.

3.1.1 Standardzubehör

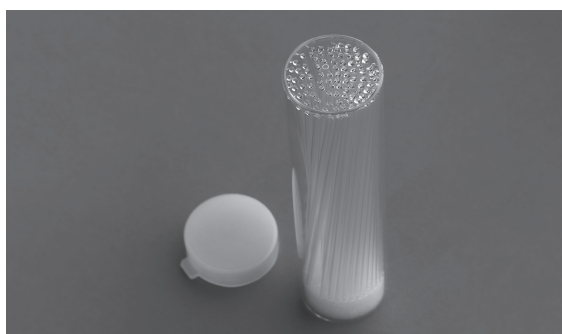
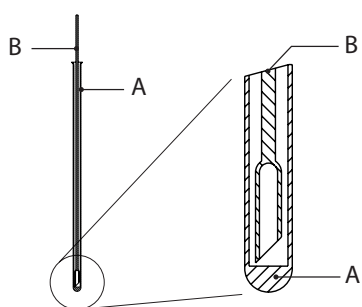


Tabelle 3-1: Standardzubehör

Produkt	Bestell-Nr.
Schmelzpunkt M-565	11058004

Kalibrierset M-560 / M-565 (4 Substanzen: 4-Nitrotoluol, Diphenylelessigsäure, Koffein, Kaliumnitrat)	11055018
---	----------

Schmelzpunkt-Kapillaren, 100 Stück	017808
------------------------------------	--------

**Tabelle 3-1: Standardzubehör (Fortsetzung)**

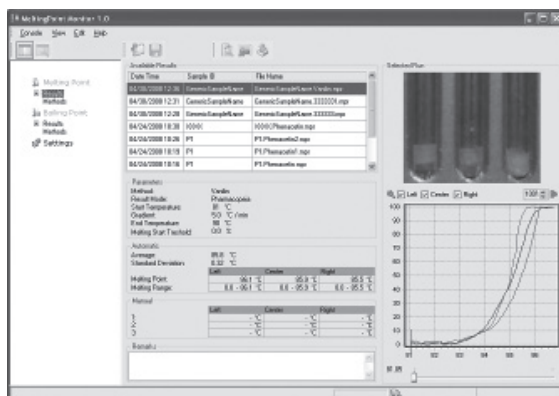
Produkt	Bestell-Nr.
Probenhalter	11055014

Reinigungswerkzeug	051978
--------------------	--------

A) Siedepunkt-Röhrchen, 10 Stück	019697
----------------------------------	--------

B) Siedepunkt-Kapillaren, 10 Stück	051850
------------------------------------	--------

3.1.2 Optionales Zubehör

**Tabelle 3-2: Optionales Zubehör**

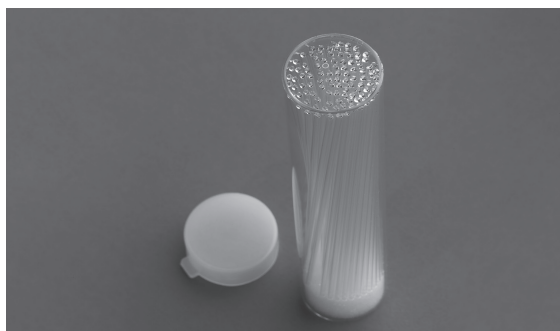
Produkt	Bestell-Nr.
MeltingPointMonitorSoftwaremitLizenz	11055332



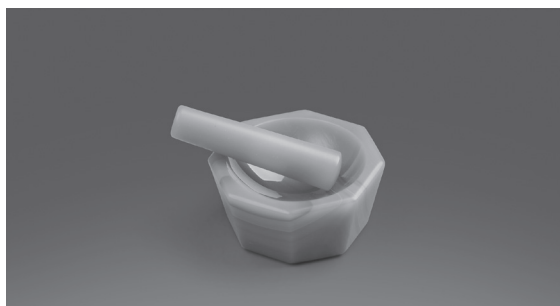
Sample Loader M-569	051997
---------------------	--------



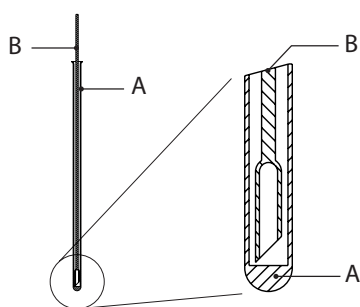
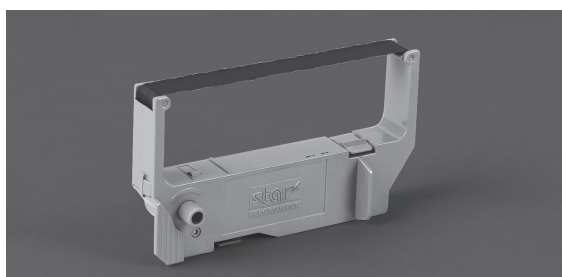
Verifikationsset M-560 / M-565 (3 Substanzen: Benzil, p-Anissäure, Phenolphthalein)	11055019
---	----------



Schmelzpunkt-Kapillaren, 1000 Stück	001759
-------------------------------------	--------



Mörser und Stößel, Achat	041867
--------------------------	--------

**Tabelle 3-2: Optionales Zubehör (Fortsetzung)**

Produkt	Bestell-Nr.
Kompakttastatur Deutsch (CH)	029509
Kompakttastatur Englisch (USA)	029508
Punktmatrixdrucker (mit Farbband, Papierrolle und Kabeln)	11055438
Farbband für Drucker (SP512)	044306
Farbband für Drucker (SP712)	11069767
Papierrolle für Drucker	038684
A) Siedepunkt-Röhrchen, 100 Stück	019007
B) Siedepunkt-Kapillaren, 100 Stück	051890
Aktivierungscode Benutzerverwaltung	11066387
Schutzabdeckung	051935
Stopfdraht	036721
Demo-CD MeltingPoint Monitor	051983
USB Kabel, 2,0 m	11055310
Bedienungsanleitung:	
Englisch	93256
Deutsch	93257

**Tabelle 3-2: Optionales Zubehör (Fortsetzung)**

Produkt	Bestell-Nr.
IQ/OQ: Nach der Installation OQ: Zur mehrfachen Verwendung Für weitere Informationen kontaktieren Sie bitte eine BÜCHI-Niederlassung oder einen unserer Vertriebspartner.	
IQ/OQ M-565 Englisch	11055 004
OQ M-565 Englisch	11055 009

3.2 Technische Daten im Überblick

Tabelle 3-3: Technische Daten des Schmelzpunkt M-565

Schmelzpunkt M-565	
Manuelle Schmelzpunktbestimmung	✓
Manuelle Siedepunktbestimmung	✓
Automatische Schmelzpunktbestimmung	✓
Automatische Siedepunktbestimmung	✓
Homogene Probenverdichtung	–
Positionen für Schmelzpunkt-Kapillaren	3
Positionen für Siedepunkt-Kapillaren	1
Präzisionslupe	✓
Vergrößerung durch Lupe	2,5 x
Digitale Kamera	✓
Videoaufzeichnung	✓
Vergrößerung, Display	6 x
Display	farbig, TFT, 320 x 240, 3,5"
Temperaturbereich für Bestimmung	10 °C über Raumtemperatur bis 400 °C
Temperaturaufösung	0,1 °C
Messgenauigkeit Schmelzpunkt bei 0.5 °C/min	±0,2 °C
Reproduzierbarkeit Schmelzpunkt bei 0.5 °C/min	± 0.1 °C
Messgenauigkeit Siedepunkt bei 1.0 °C/min bis 400 °C	± 0,5 °C
Reproduzierbarkeit Siedepunkt bei 1.0 °C/min	± 0.3 °C
Temperaturgradienten, °C/min	0.1, 0.2, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 5, 10, 20
Aufheizzeit (50 °C – 350 °C) bei 25 °C	~ 4 min
Abkühlzeit (350 °C – 50 °C)	~ 13 min
Netzspannung	100 – 240 V (±10%), 50 – 60 Hz
Leistungsaufnahme	150 W
Anschlussart	L, N, PE
Laufzeit Video	350 min bei 1 °C/min, 700 min bei 0.5 °C/min
Zulassung	CE, CSA, UL
Abmessung (B x H x T), mm	190 x 200 x 370
Gewicht, kg	4,5
Umgebungsbedingungen	Verwendung nur in Innenräumen
Temperatur	5 – 40 °C
Höhe	Einsatzhöhe bis max. 2000 m ü. M.
Luftfeuchtigkeit	maximale relative Luftfeuchtigkeit 80 % für Temperaturen bis 31 °C, danach linear absteigend bis 50 % bei 40 °C
Überspannungskategorie	II
Schutzklasse	IP20
Verschmutzungsgrad	2
Speicherbare Methoden für Schmelzpunkt	50
Speicherbare Methoden für Siedepunkt	50

Tabelle 3-3: Technische Daten des Schmelzpunkt M-565 (Fortsetzung.)

	Melting Point M-565
Erfüllung der Pharmakopöe-Vorschriften	PH. EUR., USP and JP

HINWEIS

Temperaturmessgenauigkeit gilt für Pharmakopöe-Schmelzpunkt.

3.3 Verwendete Materialien

Tabelle 3-4: Verwendete Materialien

Komponente	Material
Platinenhalter	PA
Heizblock	Aluminium
Linsen	Glas
Axiallüfter	Aluminium
Gehäuse	PU, Edelstahl, Glas
Abdeckung	POM, Keramik, Aluminium, Edelstahl

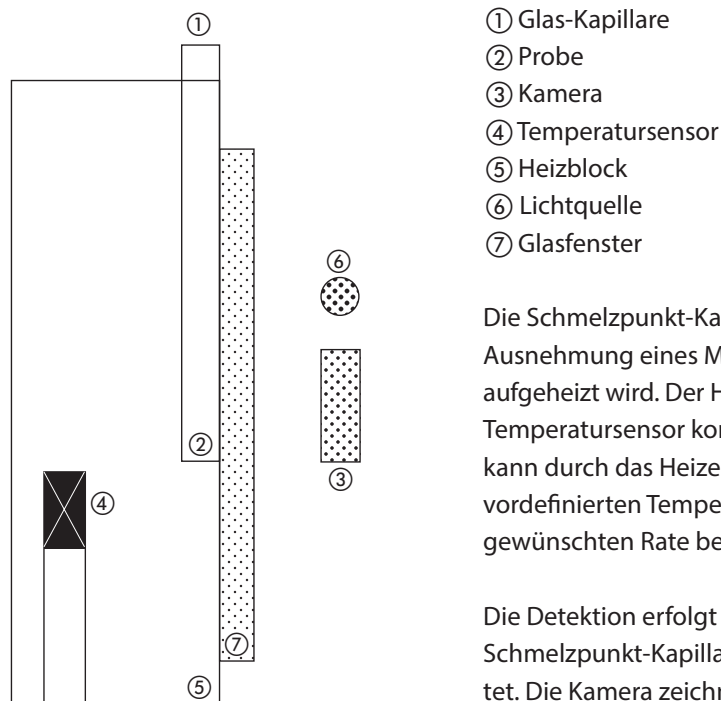
4 Funktionsbeschreibung

Dieses Kapitel beschreibt das Funktionsprinzip des Melting Point M-565 und seiner Bestandteile.

4.1 Funktionsprinzip

Das Schmelzpunkt M-565 ist ein Gerät für die automatische und visuelle (manuelle) Bestimmung von Schmelzpunkt, Schmelzbereich und Siedepunkt bei Temperaturen von +10 °C über Raumtemperatur bis 400 °C. Mit dem Gerät lässt sich der Schmelzpunkt dreier Proben gleichzeitig bestimmen. Der Siedepunkt kann für eine Probe bestimmt werden. Die Proben können durch die Linse oder am Farbdisplay beobachtet werden.

Detektionsprinzip des Melting Point M-565



Die Schmelzpunkt-Kapillare befindet sich in der Ausnehmung eines Metallblocks, der elektrisch aufgeheizt wird. Der Heizvorgang wird über einen Temperatursensor kontrolliert. Der Heizblock kann durch das Heizelement präzise auf einer vordefinierten Temperatur gehalten und mit der gewünschten Rate beheizt werden.

Die Detektion erfolgt folgendermassen: Die Schmelzpunkt-Kapillare wird von vorne beleuchtet. Die Kamera zeichnet das Bild auf. Schmelz- und Siedepunkte werden mittels Bildverarbeitung erkannt.

Abb. 4.1: Reflexionsmodus gemäss Ph. Eur. 6.1 2.2.60.

4.1.1 Pharmakopöe und thermodynamische Schmelzpunkte

Der Schmelzvorgang einer Substanz erfolgt nicht sofort, sondern erfordert eine begrenzte Zeitdauer. Der Schmelzvorgang beginnt in dem Moment, in dem sich die ersten Partikel der Substanz verflüssigen (thermodynamischer Schmelzpunkt). Das Ende der Schmelze ist erreicht, wenn die letzten Festpartikel in die flüssige Phase übergegangen sind (Pharmakopöe-Schmelzpunkt).

Innerhalb des gesamten Schmelzvorgangs einer reinen Verbindung bleibt die Temperatur der reinen Substanz konstant, während ständig Wärme vom Heizblock an die Probe abgegeben wird.

Bei reinen Substanzen kann eine Annäherung an den thermodynamischen Schmelzpunkt erzielt werden, indem der thermodynamische Korrekturfaktor mit der Quadratwurzel des Gradienten multipliziert und das Ergebnis vom Pharmakopöe-Schmelzpunkt subtrahiert wird.

$$mp_{[thermodyn.]} = mp_{[pharma.]} - (k \times \sqrt{\text{Gradient}})$$

k = thermodynamischer Faktor

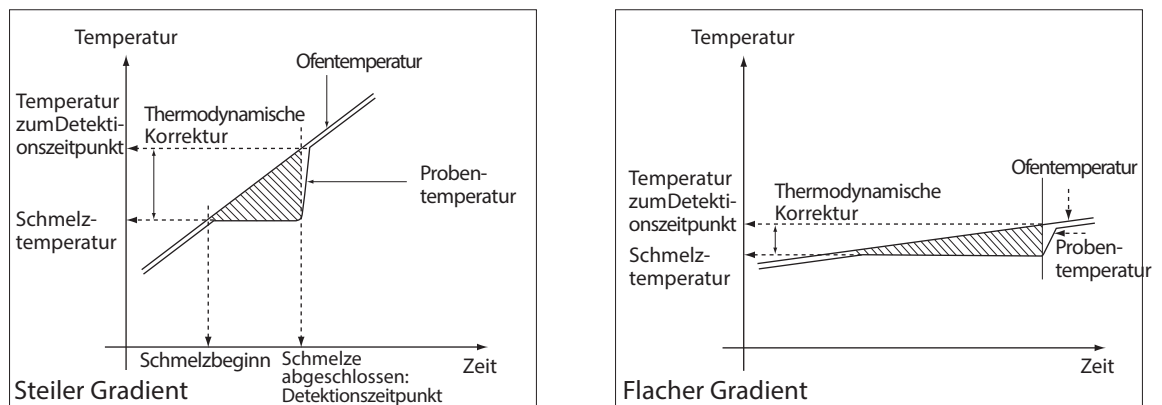


Abb. 4.2: Der thermodynamische Korrekturwert hängt vom gewählten Gradienten ab: Je kleiner der Gradient, desto geringer die erforderliche Korrektur.

4.1.2 Siedepunkte

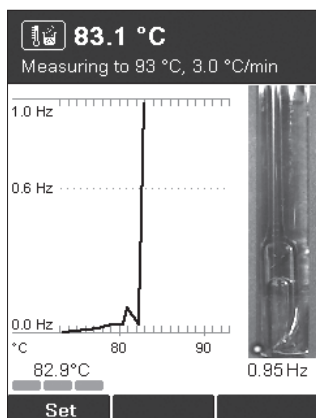


Abb. 4.3: Siedepunkt

Der Siedepunkt wird anhand des «Siwoloboff»-Verfahrens bestimmt.

Das Schmelzpunkt M-565 kann zur Bestimmung des Siedepunkts einer geringen Flüssigkeitsmenge eingesetzt werden. Der Heizblock verfügt über eine Ausnehmung für Siedepunkt-Röhrchen (ausser links). Der Siedepunkt wird automatisch oder visuell bestimmt.

Die Detektion erfolgt folgendermassen:

Das Siedepunkt-Röhrchen wird von vorne beleuchtet. Die Kamera zeichnet das Bild auf.

Das Verfahren zur Siedepunktbestimmung funktioniert analog zur Schmelzpunktbestimmung:

- Die Starttemperatur wird auf 5 bis 10 °C unterhalb des zu erwartenden Siedepunkts eingestellt.
- Sobald die Starttemperatur erreicht ist, wird die Probe in den Heizblock eingeführt.
- Eine Verzögerungszeit sorgt für ein Gleichgewicht zwischen der Temperatur des Probenofens und der Probe. Während dieser Verzögerungszeit treten einige Luftblasen aus der Siedepunkt-Kapillare aus.
- Ausgehend von der Starttemperatur wird die Probe mit einem Temperaturgradienten von 1 °C/min aufgeheizt.
- Bei ansteigender Temperatur treten am unteren Ende der Siedepunkt-Kapillare langsam und regelmässig Gasblasen aus.
- Der Siedepunkt der Flüssigkeit ist erreicht, wenn die Dampfblasen mit einer Frequenz von 0,6 Hz [Hertz] austreten.

Das Gerät zeichnet die Kurve auf und zeigt das Resultat an. Um korrekte Resultate zu erzielen, muss bei Beginn der Messung der aktuelle Druck eingegeben werden. Das System erkennt die Siedetemperatur. Der Siedepunkt wird berechnet und anhand des aktuellen Drucks korrigiert.

4.2 Bedienungs- und Anzeigeelemente sowie Anschlüsse



Abb. 4.4: Frontansicht

- ① Netzschalter zum Ein- und Ausschalten des Geräts
- ② Start-Taste zum Einleiten des Prozesses
- ③ Stop-Taste zum Anhalten des Prozesses, Ein- und Ausschalten der Belüftung und Zurückkehren zum Hauptmenü
- ④ 3 Auswahl- und Einstelltasten
- ⑤ Drehknopf zur Navigation im Menü und Auswahl von Zeichen
- ⑥ Display

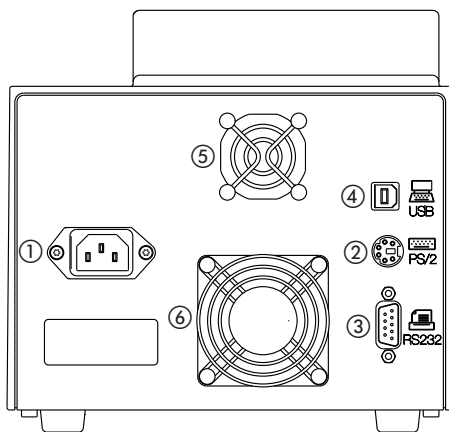


Abb. 4.5: Rückansicht

- ① Netzanschluss
- ② PS/2-Anschluss für Tastatur
- ③ RS-232-Anschluss für seriellen Drucker
- ④ USB-Anschluss für den PC, wenn die MeltingPoint Monitor Software verwendet wird, sowie für Servicezwecke
- ⑤ Gehäuselüfter
- ⑥ Kühlgebläse Heizblock

5 Inbetriebnahme

Dieses Kapitel beschreibt die Aufstellung und Inbetriebnahme des Schmelzpunkt M-565.

HINWEIS

Gerät beim Auspacken auf Beschädigungen prüfen. Beschädigungen gegebenenfalls sofort an Post, Bahn oder Spedition melden. Originalverpackung für eventuelle weitere Transporte aufbewahren.

5.1 Aufstellungsort

Gerät auf eine stabile, horizontale Oberfläche mit für die maximalen Gerätedimensionen angemessener Grösse stellen. Da das Gerät zur Arbeit mit chemischen Substanzen eingesetzt wird, empfiehlt sich die Platzierung unter einem Abzug. Gerät aus Sicherheitsgründen und um eine ausreichende Kühlung der Elektronik zu gewährleisten, in mindestens 30 cm Entfernung von der Wand oder anderen Gegenständen aufstellen. Keine Behälter, Chemikalien oder anderen Instrumente hinter das Gerät stellen.

HINWEIS

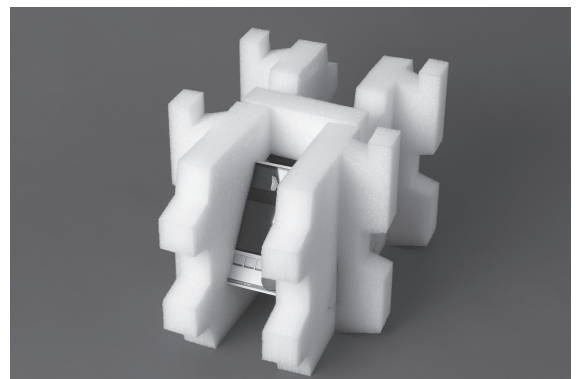
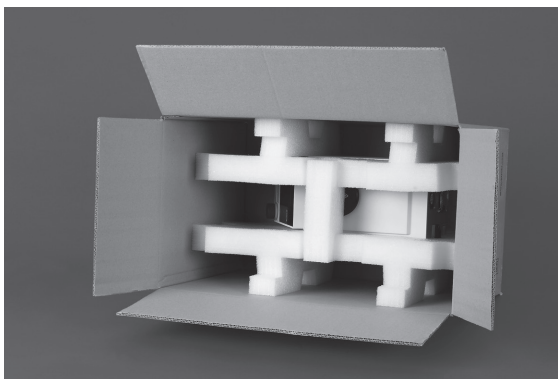
Gerät nicht unmittelbarer Sonneneinstrahlung oder sehr starker Beleuchtung aussetzen. Dies könnte sich auf den automatischen Detektionsvorgang auswirken.

Allgemeine Gefahren im Zusammenhang mit dem Gerät können von folgenden Auslösern ausgehen:

- Gemische unbekannter Zusammensetzung oder Verunreinigungen
- Brennbare Gase oder Lösungsmitteldämpfe in unmittelbarer Umgebung des Geräts
- Beschädigte Glasteile
- Zu geringe Entfernung zwischen Geräterückseite und Wand
- Verbrennungen an heissen Komponenten des Heizelements

5.2 Inbetriebnahme

5.2.1 Auspacken und Aufstellen des Geräts



- Gerät aus der Schachtel nehmen und auf einen Tisch stellen. Schutzverpackung entfernen und folgende Komponenten anbringen:



- Glasfenster



- Glasfenster mit Glashalter

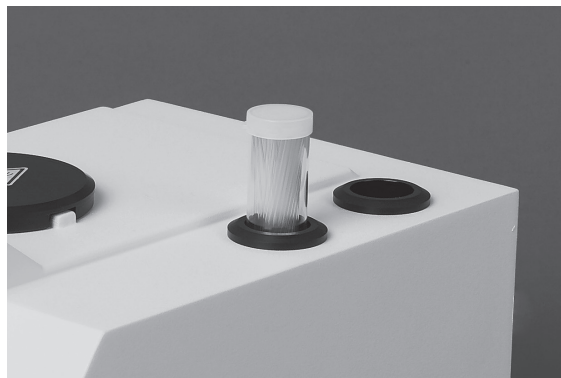


- Glasfenster mit Glashalter an der Vorderseite des Heizblocks anbringen.
- Glashalter nach unten drücken.



- Abdeckung anbringen.

Zubehör



- Schmelzpunkt-Kapillaren in die Gehäuseöffnung stecken. Die zweite Öffnung dient zur Aufnahme gebrauchter Kapillaren.

5.2.2 Verbinden eines PCs mit der MeltingPoint Monitor Software



Das Schmelzpunkt M-565 Gerät kann in Kombination mit der MeltingPoint Monitor Software betrieben werden. Zu diesem Zweck Gerät mittels USB-Kabel mit einem PC oder Notebook verbinden. Weitere Informationen entnehmen Sie bitte der Installationsanleitung auf der Software-CD.

- ① Schmelzpunkt M-565
- ② Notebook oder PC mit MeltingPoint Monitor Software

Abb. 5.1: Verbinden eines Schmelzpunkt M-565 mit der MeltingPoint Monitor Software

HINWEIS FÜR DIE BENUTZERVERWALTUNG

Die Software ist nicht für den Einsatz in der Benutzerebene der optionalen Benutzerverwaltung vorgesehen (11066387). Das Schmelzpunktgerät blockiert die Verbindung zur Software. Im Administratormodus ist die Verbindung möglich.

5.2.3 Netzanschluss



ACHTUNG

Sicherstellen, dass die Spannung der Steckdose mit der auf dem Typenschild angegebenen Spannung übereinstimmt. Sicherstellen, dass das Gerät geerdet ist. Externe Kupplungen und Verlängerungskabel müssen einen Schutzleiter führen (3-polige Kupplungen, Kabel oder Steckvorrichtungen), da das Netzkabel einen Formstecker besitzt. Risiken aufgrund eines internen Defekts werden so vermieden. Sicherstellen, dass sich im Gerät und in seiner Umgebung keine Funken bilden, da diese das Gerät beschädigen können. Sicherstellen, dass der Netzanschluss jederzeit frei zugänglich ist.

5.2.4 Kalibrierung

HINWEIS

Es empfiehlt sich, das Gerät vor Gebrauch zu kalibrieren. Hierzu wird die Verwendung der im Lieferumfang enthaltenen Kalibrationssubstanzen empfohlen.

Der Kalibriervorgang wird in Abschnitt 6.4 der vorliegenden Betriebsanleitung beschrieben.

6 Bedienung

Dieses Kapitel beschreibt die Bedienelemente und die möglichen Betriebsmodi des Geräts. Es enthält Informationen zur ordnungsgemässen und sicheren Bedienung des Schmelzpunkt M-565.



ACHTUNG

Eine Kalibrierung des Geräts vor dem Einsatz wird empfohlen. Zu diesem Zweck nur Kalibriersubstanzen von Büchi verwenden. Der Kalibriervorgang wird in Abschnitt 6.4 Kalibrierung beschrieben.

6.1 Bediengrundlagen

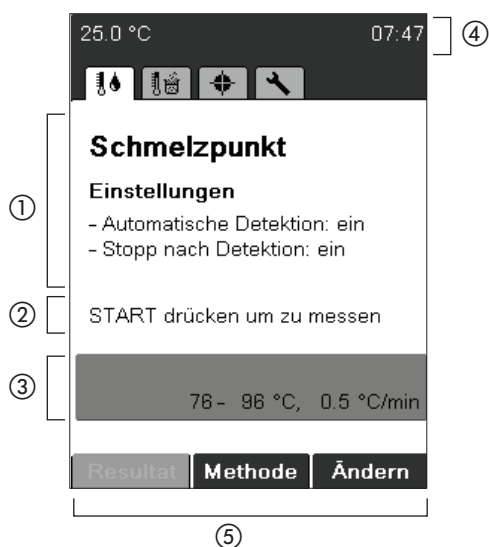


WARNUNG

Der Heizofen kann bis zu 400 °C heiss werden.

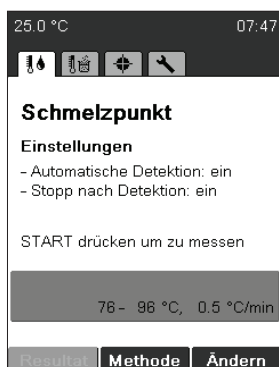
6.1.1 Hauptmenü

Nach dem Einschalten wird das Schmelzpunktmenü angezeigt.

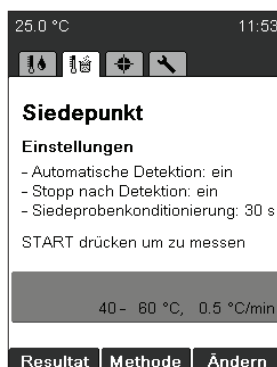


- ① Funktionskategorie mit den wichtigsten Einstellungsparametern
- ② Hinweis
- ③ Nach dem Drücken von START zu verwendende Parameter
- ④ Zeigt die aktuelle Temperatur des Heizblocks und die Uhrzeit an
- ⑤ Über die unterhalb angeordneten Softkeys wählbare Funktionen

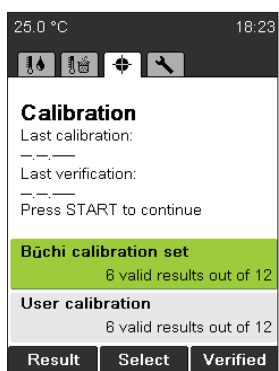
Mit Hilfe des Drehknopfs kann auf unterschiedliche Menüs zugegriffen werden. Jedem Menü ist ein Symbol zugeordnet. Diese Hauptmenüs bilden den Ausgangspunkt für alle Vorgänge. Das entsprechende Symbol wird während sämtlicher Prozesse angezeigt.



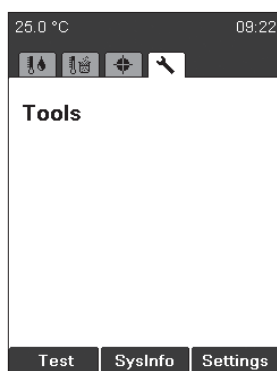
Schmelzpunkt



Siedepunkt

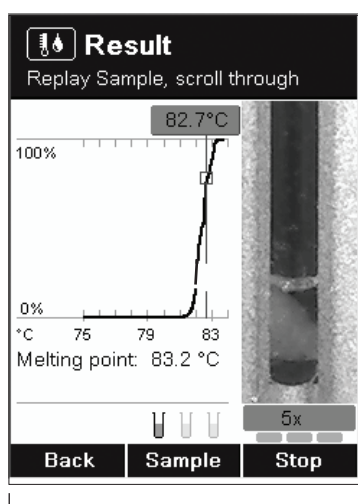


Kalibrierung



Extras

6.1.2 Anzeige während eines Prozesses und in den Menüs

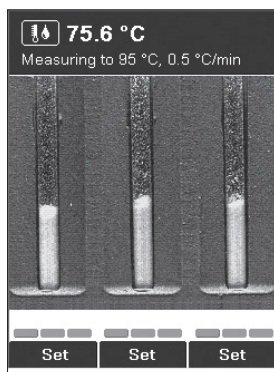


③

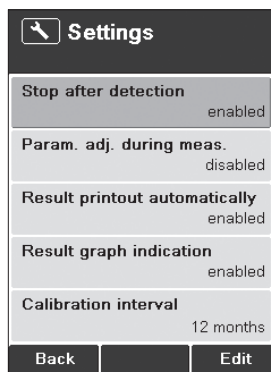
①

②

- ① Zeigt an, in welchem Menü Sie sich befinden, und gibt Hinweise und Anweisungen zur Bedienung
- ② Im Arbeitsbereich werden angezeigt:
 - Elemente zur Auswahl
 - Proben während der Messung
 - Spezielle Informationen im Zusammenhang mit dem aktuellen Menü
- ③ Über die unterhalb angeordneten Softkeys wählbare Funktionen



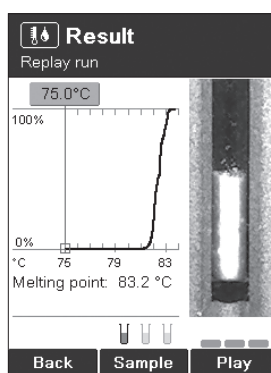
Anzeige während einer
Schmelzpunktbestimmung



Anzeige im Menü
Einstellungen



Anzeige des Resultats
(numerisches Resultat)

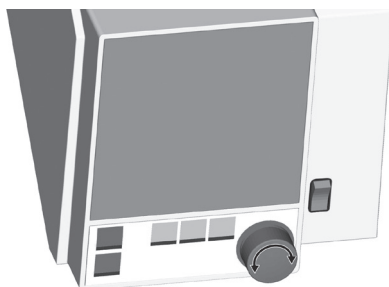


Anzeige des Resultats
(Aufzeichnung)

6.1.3 Eingabe von Text



Text kann über den Drehknopf oder eine externe Tastatur eingegeben werden.



Drehknopf:

- Drehknopf zum Auswählen eines Zeichens drehen und Eingabe drücken. Nach Eingabe aller Zeichen Speichern drücken.

6.1.4 Verwendung einer externen Tastatur

HINWEIS

Das Gerät kann lässt sich über eine externe Tastatur bedienen.

Folgende Tasten an der externen Tastatur entsprechen den Softkeys am Gerät:

- Eingabetaste = rechter Softkey
- Alt-Taste = mittlerer Softkey
- Esc-Taste = linker Softkey
- Im Menü Methode lässt sich ein Methodenname durch Drücken seines ersten Buchstabens bequem auswählen.

6.2 Schmelzpunktbestimmung

HINWEIS

Zur exakten Schmelzpunktbestimmung nur Original-Kapillaren der BÜCHI Labortechnik AG verwenden. Die Verwendung anderer Kapillaren kann zu fehlerhaften Resultaten führen. Folgende Artikel werden empfohlen:

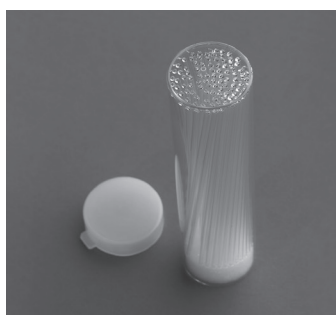


Abb. 6.1: Schmelzpunkt-Kapillaren

Produkt	Bestell-Nummer
Schmelzpunkt-Kapillaren, 100 Stück	017808
Schmelzpunkt-Kapillaren, 1000 Stück	001759

6.2.1 Probenvorbereitung

HINWEIS

Nur Kapillaren der BÜCHI Labortechnik AG verwenden. Sie liefern exakte Ergebnisse und sind für die Anwendung optimal geeignet. Andere Kapillaren verfügen über unterschiedliche Abmessungen und Wandstärken. Infolgedessen kann ihre Verwendung zu fehlerhaften Resultaten führen.

Jede Probe muss vorbereitet werden.

Zur Verdichtung der Proben werden die nachstehenden Methoden empfohlen:

- Verwendung des Sample Loader M-569
- Kapillaren auf eine harte Oberfläche klopfen

HINWEIS

Von der Probenvorbereitung durch Fallenlassen der Probe durch ein Rohr wird abgeraten, da dies zu Kreuzkontaminationen führen kann.

Vorbereitung der Proben:

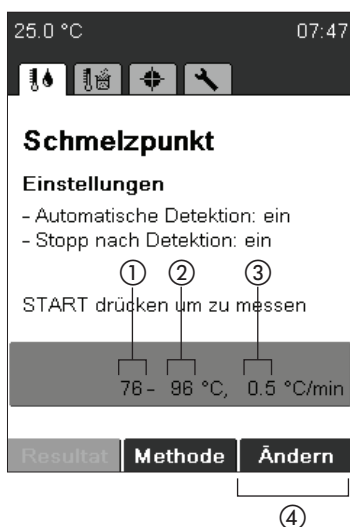
- Die zu untersuchenden Proben müssen absolut trocken, homogen und pulverförmig sein. Feuchte Proben sind zuerst zu trocknen (gemäss Pharmakopöen in einem Vakuum für 24 Stunden über Kieselgel R). Grobe kristalline Proben und nicht-homogene Proben werden in einem Mörser fein zerkleinert.
- Zum Befüllen der Kapillaren mit der Probe offenes Ende in die Substanz stecken. Die Substanz wird durch wiederholtes Klopfen der Kapillaren gegen eine harte Oberfläche nach unten geschüttelt.
- Die Glaskapillaren müssen mit einer kompakten Substanzmenge von 4 bis 6 mm Höhe gefüllt werden. (Für Präzisionsmessungen wird eine Höhe von 4 bis 5 mm empfohlen.) Um vergleichbare Resultate zu gewährleisten, müssen alle drei Kapillaren gleich hoch gefüllt und die Substanz mit dem Sample Loader M-569 gründlich verdichtet werden.

6.2.2 Bestimmung ohne vordefinierte Schmelzpunktmethode

- Menü für die Schmelzpunktbestimmung auswählen.
- Sicherstellen, dass sich keine Proben im Gerät befinden.
- START drücken, um den Bestimmungsvorgang sofort mit den zuletzt verwendeten Parametern zu starten.

HINWEIS

Zum Ändern der Parameter Ändern drücken und Starttemperatur, Endtemperatur und Temperaturgradient einstellen.

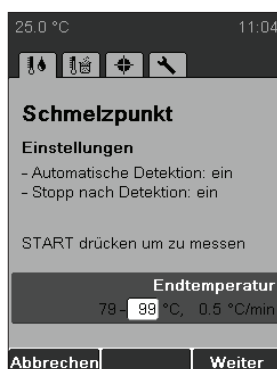


- ① Starttemperatur
- ② Endtemperatur
- ③ Temperaturgradient
- ④ Ändern

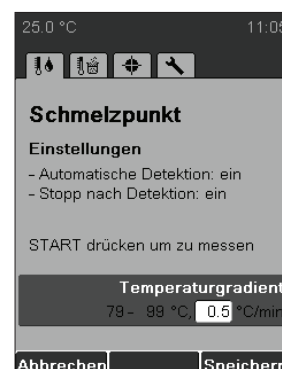
- Zum Anpassen der Schmelzparameter Ändern drücken.



- Mit dem Drehknopf Starttemperatur auswählen und Weiter drücken.



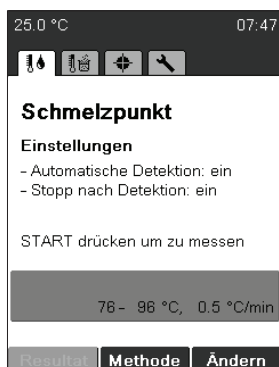
- Mit dem Drehknopf Endtemperatur auswählen und Weiter drücken.



- Mit dem Drehknopf Temperaturgradient auswählen und Speichern drücken.

HINWEIS

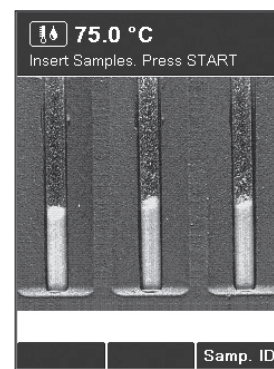
Proben erst einführen, wenn die Starttemperatur erreicht ist (bei Aufforderung).



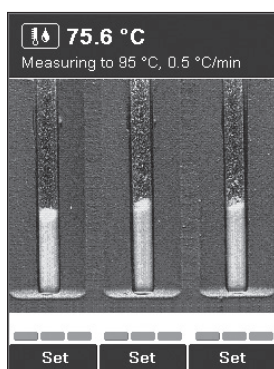
- START drücken, um mit der Bestimmung zu beginnen, und den im Display angezeigten Anweisungen folgen.



Das Gerät fordert während des Vorheizens zur Eingabe einer Proben-ID auf (zur Eingabe von Text siehe Abschnitt 6.1.3). Diese Aufforderung kann durch Ändern der Einstellung «Eingabeaufford. Proben-ID» (siehe Abschnitt 6.5) deaktiviert werden.



- Proben einführen und START drücken, um mit der Bestimmung zu beginnen.



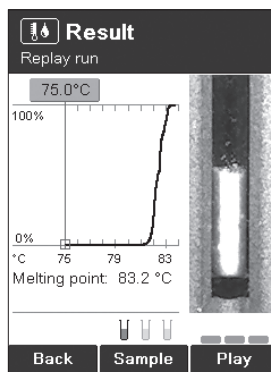
- Zum Speichern zusätzlicher Temperaturstempel für die gewünschte Probe manuell Merken drücken. Jede Taste kann dreimal gedrückt werden. Gespeicherte Temperaturstempel werden grün angezeigt.

HINWEIS

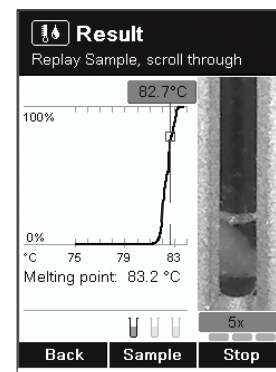
Das Resultat wird automatisch angezeigt, sobald der Schmelzpunkt jeder Probe erkannt wird.



- Zum Anzeigen der Resultate mit dem Drehknopf auf und ab navigieren.
- Wiederg. drücken, um den aufgezeichneten Schmelzvorgang abzuspielen.
- Ende oder STOP drücken, um zum Hauptmenü zurückzukehren.
- START drücken, um eine neue Messung mit identischen Parametern vorzunehmen.
- Das Resultat wird automatisch ausgedruckt, wenn ein Drucker mit dem Gerät verbunden ist.



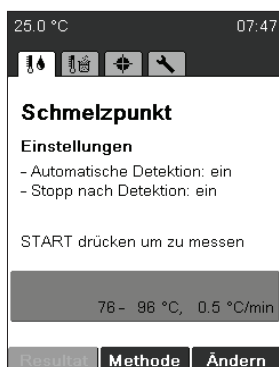
- Zurück drücken, um zum Menü Resultat zurückzukehren.
- Probe drücken, um zwischen der linken, mittleren und rechten Probe zu wechseln.
- Start drücken, um das aufgezeichnete Video automatisch abzuspielen.
- Temperaturwert und die entsprechende Probenabbildung mit dem Drehknopf ändern.



- Wiedergabegeschwindigkeit der Aufzeichnung mit dem Drehknopf ändern.
- Stopp: Beendet den Wiedergabemodus.

HINWEIS

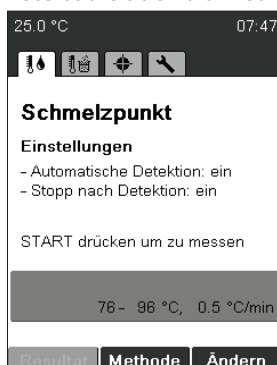
Das letzte Resultat wird im Gerät gespeichert, bis eine neue Messung vorgenommen oder das Gerät abgeschaltet wird.



- Nach der Rückkehr ins Hauptmenü kann das letzte Resultat durch Drücken von Resultat noch einmal angezeigt werden.

6.2.3 Erstellen einer Methode

Anstatt Parameter unmittelbar über das Hauptmenü einzugeben und zu verwenden, können Parametersätze auch als Methoden gespeichert werden.



- Zum Öffnen des Menüs Methode Methode drücken.



- Zum Erstellen einer neuen Methode Optionen → Neu und anschl. OK drücken.



- Methodennamen eingeben. Mit Speichern bestätigen.

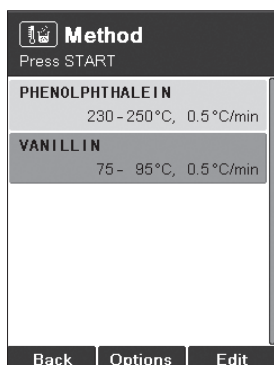


- Parameter ändern und Weiter drücken. Anschließend Speichern drücken.

HINWEIS ZUR BENUTZERVERWALTUNG

Das Erstellen einer Methode ist nicht möglich, wenn das Gerät in der Benutzerebene betrieben wird.

6.2.4 Auswählen und Verwalten von Methoden



- Methode über den Drehknopf auswählen.
- START drücken, um mit der Bestimmung zu beginnen.
- Ändern drücken, um die Parameter der Methode anzupassen.
- Optionen drücken, um zu weiteren Funktionen zu gelangen:
- Neu drücken, um eine neue Methode zu erstellen.
- Löschen drücken, um die Methode zu löschen.
- Umbenennen drücken, um den Methodennamen zu ändern.

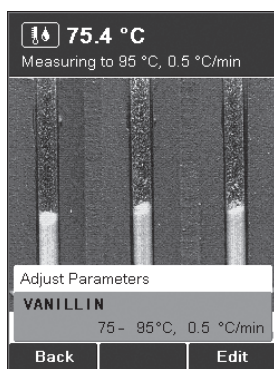
HINWEIS ZUR BENUTZERVERWALTUNG

Methoden können nur in der Benutzerebene gestartet werden. Alle anderen Aktionen sind nicht möglich.

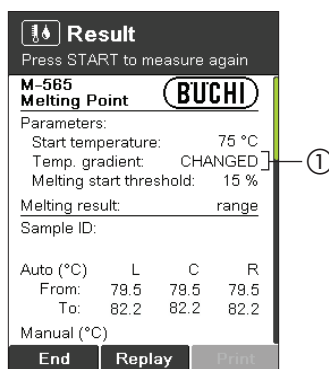
6.2.5 Ändern von Parametern während einer Bestimmung

HINWEIS

Messparameter lassen sich sowohl während des Vorheizens als auch während einer Bestimmung ändern. Zu diesem Zweck muss jedoch die Funktion «Param. änd. während Mess.» (siehe Abschnitt 6.5) aktiviert sein.



- Drehknopf bewegen, um den aktuellen Parametersatz anzuzeigen.
- Parameter durch Drücken von Ändern anpassen. Eine Änderung der Parameter wirkt sich nicht auf die gespeicherte Methode aus.



Wird während einer Messung der Temperaturgradient geändert, wird im Resultat unter Temperaturgradient GEÄNDERT (①) angezeigt.

6.2.6 Ausdruck

HINWEIS

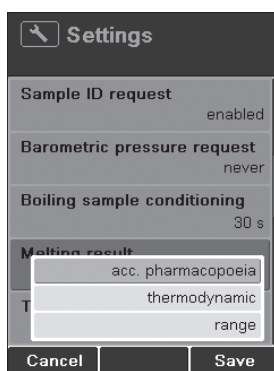
Das Resultat wird automatisch ausgedruckt, wenn ein Drucker mit dem Gerät verbunden und im Menü Einstellungen die Funktion «Resultat autom. Drucken» ausgewählt ist.

6.2.7 Schmelzresultat

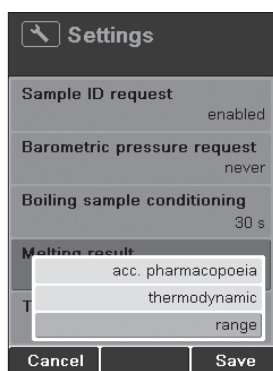
HINWEIS

Eine Änderung des Bestimmungsmodus' wirkt sich nicht auf das Messprinzip aus, nimmt jedoch Einfluss auf die Interpretation und die Darstellung der Resultate. Der Modus lässt sich im Menü Einstellungen ändern.

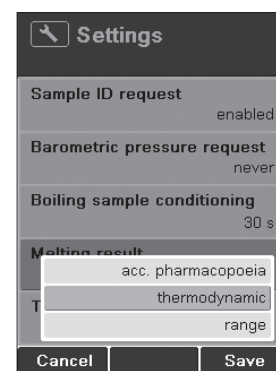
Der Standard- und am häufigsten verwendete Modus ist der Pharmakopöe-Schmelzpunkt. Der Schmelzbereich ist für Substanzen mit einem grossen Schmelzbereich praktisch. Der thermodynamische Schmelzpunkt sollte nur für spezielle Anwendungen eingesetzt werden. Für genauere Informationen siehe Abschnitt 4.1.1.



- Für Schmelzresultat in den Einstellungen nach Pharmakopöe auswählen und Speichern drücken.

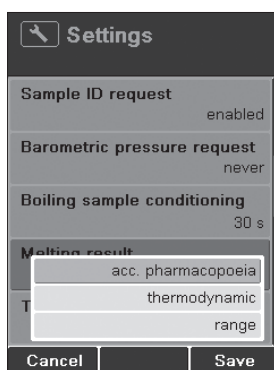


- Für Schmelzresultat in den Einstellungen Bereich auswählen und Speichern drücken.



- Für Schmelzresultat in den Einstellungen thermodynamisch auswählen und Speichern drücken.

6.2.7.1 Schmelzpunkt nach Pharmakopöe



- Für Schmelzresultat in den Einstellungen nach Pharmakopöe auswählen und Speichern drücken.

① **M-565 Schmelzpunkt** **BUCHI**

Methode: VANILLIN

② Start Temperatur: 75 °C
Temp.-Gradient: 0.5 °C/min
Schmelzresultat: n. Pharmakopöe
Proben-ID: 14.56

③

Auto (°C)	L	M	R
	82.2	82.2	82.2
Mittelwert:	82.2 °C		
Standardabweichung:	0.03 °C		

Man. (°C)

④

1:	_____	_____	_____
2:	_____	_____	_____
3:	_____	_____	_____

Probe Links: 82.2 °C

⑤

Probe Mitte: 82.2 °C

⑥

Probe Rechts: 82.2 °C

⑦

⑧

Datum: 02.02.2009
Zeit: 14:05
Letzte Kalibrierung: —.—.—
Letzte Verifikation: 02.02.2009

⑨ **Datum, Unterschrift:**

SN: V 00.61

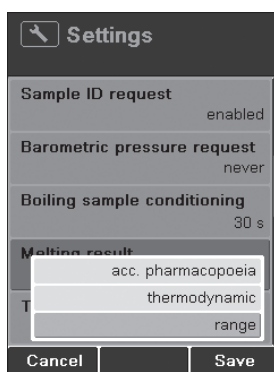
Ausdruck

- ① Gerät
- ② Bestimmungsparameter
- ③ Automatisch erkannte Resultate
- ④ Manuelle Resultate
- ⑤ Kurve Probe links
- ⑥ Kurve Probe Mitte
- ⑦ Kurve Probe rechts
- ⑧ Allgemeine Informationen
- ⑨ Unterschrift der Person, die die Bestimmung durchgeführt hat

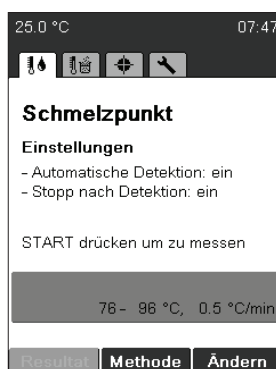
HINWEIS

Der Mittelwert wird anhand der Temperaturwerte mit zwei Nachkommastellen berechnet. Daher kann der angegebene Mittelwert von dem Wert abweichen, den Sie anhand der Temperaturwerte auf dem Ausdruck errechnen, da dort nur eine Nachkommastelle angegeben ist.

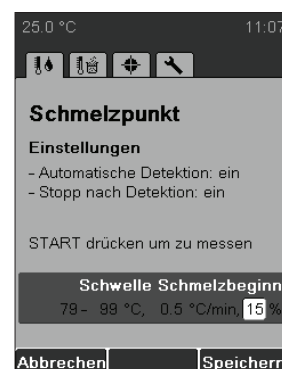
6.2.7.2 Schmelzbereich



- Für Schmelzresultat in den Einstellungen Bereich auswählen und Speichern drücken.

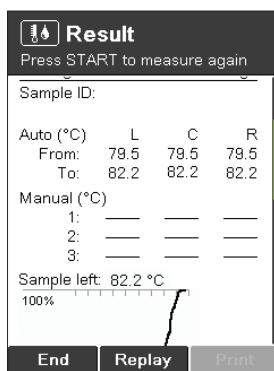


Ein zusätzlicher Parameter wird angezeigt. Der Standardwert beträgt 15 %. Dieser Wert ist für die meisten Substanzen geeignet.

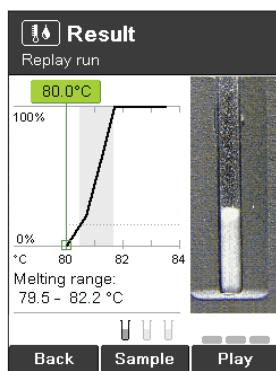


Schwelle: Dieser Wert wird nur für die Bestimmung des Schmelzbereichs benötigt. Der Standardwert beträgt 15 %. Dieser Wert ist für etwa 80 % der Substanzen geeignet.

- Wenn der Beginn des Schmelzbereichs vom beobachteten abweicht, diesen Wert erhöhen oder vermindern.



Im Resultatmodus wird für jede Probe ein Bereich angezeigt:
XX.X – XX.X °C



Im Wiedergabemodus wird der Schmelzbereich grau hinterlegt angezeigt.

① **M-565 Melting Point** **BUCHI**

Method: VANILLIN

② Start temperature: 75 °C
Temp. gradient: 0.5 °C/min
Melting start threshold: 15 %

Melting result: Range

Sample ID: 14.56

③

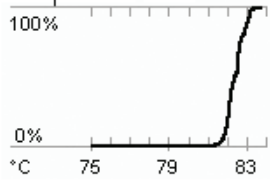
Auto (°C)	L	C	R
From:	79.5	79.5	79.5
To:	82.2	82.2	82.2

Manual (°C)

④ 1: _____
2: _____
3: _____

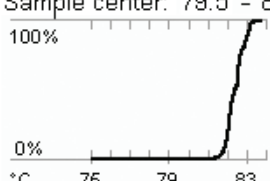
Sample left: 79.5 - 82.2 °C

⑤



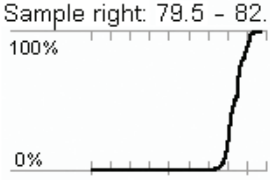
Sample center: 79.5 - 82.2 °C

⑥



Sample right: 79.5 - 82.2 °C

⑦



⑧ Date: 09.10.2008
Time: 11:23
Last calibration: 08.10.2008
Last verification: 08.10.2008

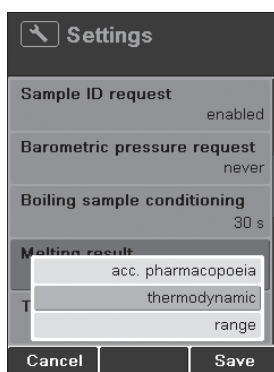
⑨ **Date, Signature:**

SN: V 00.22

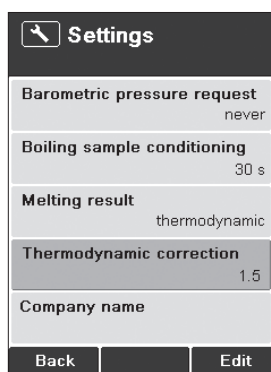
Ausdruck

- ① Gerät
- ② Bestimmungsparameter
- ③ Automatisch erkannte Resultate
- ④ Manuelle Resultate
- ⑤ Kurve Probe links
- ⑥ Kurve Probe Mitte
- ⑦ Kurve Probe rechts
- ⑧ Allgemeine Informationen
- ⑨ Unterschrift der Person, die die Bestimmung durchgeführt hat

6.2.7.3 Thermodynamischer Schmelzpunkt



- Für Schmelzresultat in den Einstellungen thermodynamisch auswählen und Speichern drücken.



Experimentelle Messungen haben gezeigt, dass mit einem Wert von ~1,5 in den meisten Fällen eine gute Annäherung an den thermodynamischen Korrekturfaktor des BÜCHI Melting Point M-565 erzielt werden kann.

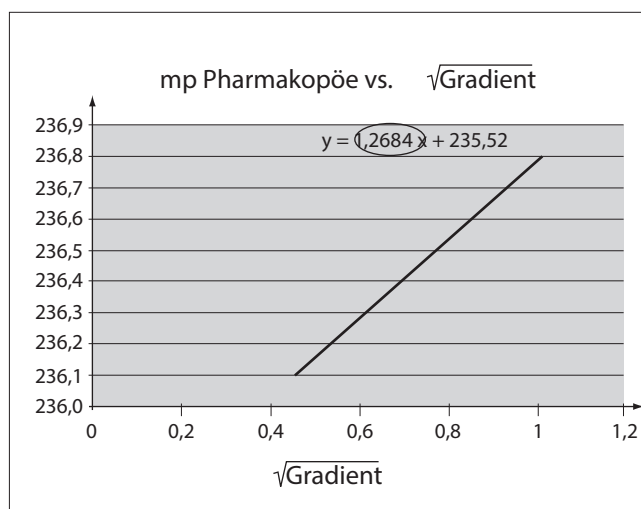
Wenn für spezielle Substanzen präzisere Resultate benötigt werden, wird eine empirische Berechnung der thermodynamischen Korrektur empfohlen.

Folgendermassen vorgehen, um ein Resultat für den thermodynamischen Schmelzpunkt innerhalb der Gerätegenauigkeit zu erzielen:

- Nehmen Sie komplette automatische Schmelzpunktbestimmungen nach Pharmakopöe mit drei verschiedenen Temperaturrampen (0,2, 0,5, 1,0 °C/min) an Ihrer Probe vor.
- Tragen Sie die daraus resultierenden Schmelzpunkte über der Quadratwurzel ihrer jeweiligen Temperaturrampe (mp Pharmakopöe vs. $\sqrt{\text{Gradient}}$ auf). Dabei sollte sich eine lineare Abhängigkeit ergeben.
- Bei der Neigung handelt es sich um den thermodynamischen Korrekturfaktor. Geben Sie diesen Wert in der Einstellung 6.6 «Thermodynamische Korrektur» ein.

Nachstehend ein Beispiel für den beschriebenen Berechnungsvorgang:

Gradient, r [°C/min]	Schmelzpunkt [°C]
0,2	236,1
0,5	236,5
1,0	236,9



«Schmelzpunkt-Temperatur vs. $\sqrt{\text{Gradient}}$ » für eine bei 0,2, 0,5 und 1,0 °C/min geschmolzene Koffeinprobe. Die Neigung der geraden Linie, der Faktor für die thermodynamische Korrektur = 1,3, wird für diese Verbindung in der Geräteeinstellung programmiert.

Abb. 6.2: «Schmelzpunkt-Temperatur vs. $\sqrt{\text{Gradient}}$ »

① **M-565 Melting Point** **BUCHI**

② Method: VANILLIN

Start temperature: 75 °C

Temp. gradient: 0.5 °C/min

④ Melting result: Thermodynamic

Thermodynamic correction: 1.5

Sample ID: 14.56

③

Auto (°C)	L	C	R
82.2	82.2	82.2	82.2

Average thermodyn.: 82.2 °C

Standard deviation: 0.03 °C

④ Manual (°C)

1:	_____	_____	_____
2:	_____	_____	_____
3:	_____	_____	_____

⑤ Sample left: 82.2 °C

⑥ Sample center: 82.2 °C

⑦ Sample right: 82.2 °C

⑧ Date: 09.10.2008

Time: 11:25

Last calibration: 08.10.2008

Last verification: 08.10.2008

⑨ **Date, Signature:**

SN: V 00.22

Ausdruck

- ① Gerät
- ② Bestimmungsparameter
- ③ Korrekturfaktor für die thermodynamische Bestimmung
- ④ Automatisch erkannte Resultate
- ⑤ Manuelle Resultate
- ⑥ Kurve Probe links
- ⑦ Kurve Probe Mitte
- ⑧ Kurve Probe rechts
- ⑨ Allgemeine Informationen
- ⑩ Unterschrift der Person, die die Bestimmung durchgeführt hat

HINWEIS

Der Mittelwert wird anhand der Temperaturwerte mit zwei Nachkommastellen berechnet. Daher kann der angegebene Mittelwert von dem Wert abweichen, den Sie anhand der Temperaturwerte auf dem Ausdruck errechnen, da dort nur eine Nachkommastelle angegeben ist.

6.3 Siedepunkt

HINWEIS

Zur exakten Siedepunktbestimmung nur Siedepunkt-Röhrchen und -Kapillaren der BÜCHI Labortechnik AG verwenden. Die Verwendung anderer Glasteile kann zu fehlerhaften Resultaten führen oder ergebnislos enden. Folgende Artikel werden empfohlen:

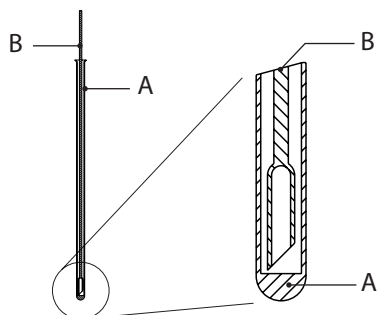


Abb. 6.3: Siedepunkt-Röhrchen und -Kapillare

Produkt	Bestell-Nummer
A) Siedepunkt-Röhrchen, 10 Stück	019697
A) Siedepunkt-Röhrchen, 100 Stück	019007
B) Siedepunkt-Kapillaren, 10 Stück	051850
B) Siedepunkt-Kapillaren, 100 Stück	051890

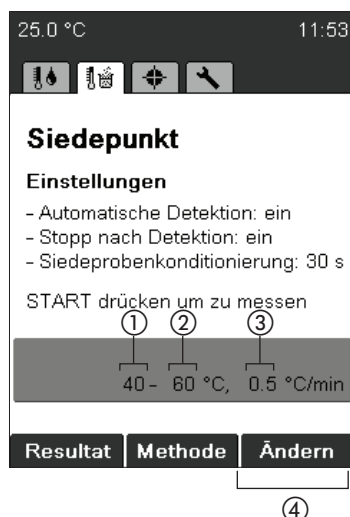
6.3.1 Probenvorbereitung

Die Siedepunkt-Röhrchen werden vorbereitend mit 5 bis 10 mm Probenflüssigkeit gefüllt. Die Füllung kann bequem unter Verwendung einer Spritze vorgenommen werden. Siedepunkt-Kapillare mit dem offenen/breiten Ende nach unten in das Siedepunkt-Röhrchen einführen. Probe sofort in den Heizblock geben.

6.3.2 Bestimmung ohne vordefinierte Siedepunktmethode

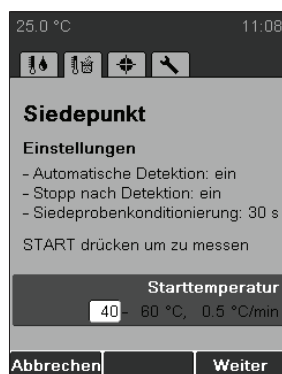
- Menü für die Siedepunktbestimmung auswählen.
- Sicherstellen, dass sich keine Proben im Gerät befinden.
- START drücken, um den Bestimmungsvorgang sofort mit den zuletzt verwendeten Parametern zu starten. Sie bleiben immer im Gerät gespeichert und werden in dem grünen Bereich im unteren Teil des Displays angezeigt.

Zum Ändern der Parameter Ändern drücken und Starttemperatur, Endtemperatur und Temperaturgradient einstellen.

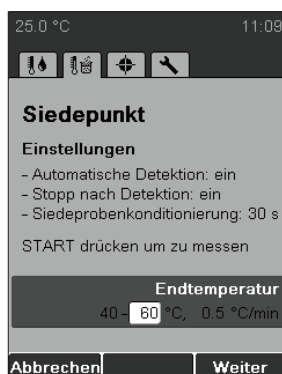


- ① Starttemperatur
- ② Endtemperatur
- ③ Temperaturgradient
- ④ Ändern

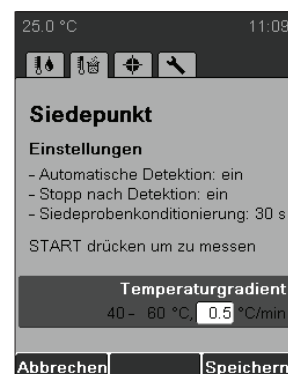
- Zum Anpassen der Siedeparameter Ändern drücken.



- Starttemperatur mit dem Drehknopf auswählen und Weiter drücken.



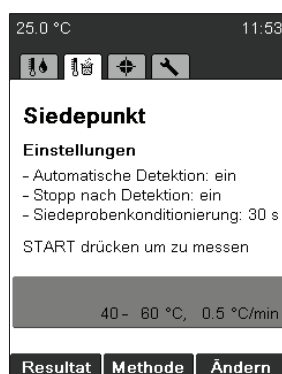
- Endtemperatur mit dem Drehknopf auswählen und Weiter drücken.



- Temperaturgradient mit dem Drehknopf auswählen und Speichern drücken.

HINWEIS

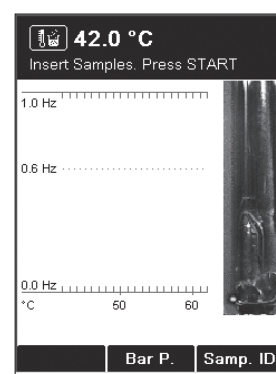
Probe erst einführen, wenn das Gerät die Starttemperatur erreicht hat.



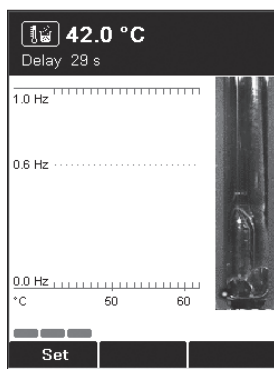
- START drücken, um mit der Bestimmung zu beginnen, und den im Display angezeigten Anweisungen folgen.



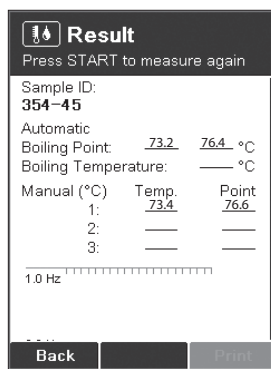
Das Gerät fordert während des Vorheizens zur Eingabe einer Proben-ID auf (zur Eingabe von Text siehe Abschnitt 6.1.3). Diese Aufforderung kann durch Ändern der Einstellung «Eingabeaufford. Proben-ID» (siehe Abschnitt 6.5) deaktiviert werden.



- Druck: Aktuellen Luftdruck eingeben.
- Diese Aufforderung kann durch Ändern der Einstellung «Eingabeaufford. Druck» (siehe Abschnitt 6.5) deaktiviert werden.
- Probe einführen und START drücken, um mit der Bestimmung zu beginnen.



Die Verzögerungszeit sorgt für ein Gleichgewicht zwischen der Temperatur des Ofens und der Probe. Während dieser Verzögerungszeit treten einige Luftblasen aus der Siedepunkt-Kapillare aus. Diese Aufforderung kann in der Einstellung «Siedeprobekonditionierung» (siehe Abschnitt 6.5) geändert werden.



- Zum Anzeigen der Resultate mit dem Drehknopf auf und ab navigieren. Von der Siedepunktbestimmung kann keine Aufzeichnung wiedergegeben werden.

- Ende oder STOP drücken, um zum Hauptmenü zurückzukehren.
- START drücken, um eine neue Messung mit identischen Parametern vorzunehmen.

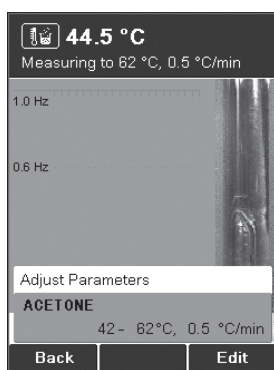
6.3.3 Erstellen einer Methode

HINWEIS

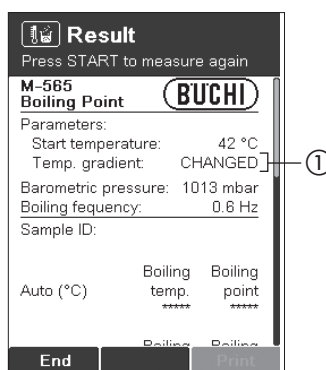
Die Vorgangsweise zum Erstellen einer Siedepunktmethode entspricht jener zum Erstellen einer Schmelzpunktmethode (siehe Abschnitt 6.2.3).

6.3.4 Ändern von Parametern während einer Bestimmung

Messparameter lassen sich sowohl während des Vorheizens als auch während einer Bestimmung ändern. Zu diesem Zweck muss jedoch die Funktion «Param. änd. während Mess.» (siehe Abschnitt 6.5) aktiviert sein.



- Drehknopf bewegen, um den aktuellen Parametersatz anzuzeigen.
- Parameter durch Drücken von Ändern anpassen. Eine Änderung der Parameter wirkt sich nicht auf die gespeicherte Methode aus.



Wird während einer Messung der Temperaturgradient geändert, wird im Resultat unter Temperaturgradient GEÄNDERT (①) angezeigt.

Wenn eine Messung abgeschlossen ist, werden die zuletzt verwendeten Methodenparameter immer im Gerät gespeichert. Zum erneuten Starten derselben Methode einfach START drücken.

HINWEIS

Resultate werden im Gerät gespeichert, bis eine neue Messung gestartet oder das Gerät abgeschaltet wird.

6.3.5 Ausdruck

① **M-565 Siedepunkt** **BUCHI**

② Parameter:
 Start Temperatur: 75 °C
 Temp.-Gradient: 1.0 °C/min
 Umgebungsdruck: 950 mbar
 Siedefrequenz: 0.6 Hz
 Proben-ID:

③

Auto (°C)	Siede-temp.	Siede-punkt
	80.2	80.2

Man. (°C)	Siede-temp.	Siede-punkt
1:	—	—
2:	—	—
3:	—	—

④

Datum: 22.02.2010
 Zeit: 14:05
 Letzte Kalibrierung: —.—.—
 Letzte Verifikation: —.—.—

⑤ **Datum, Unterschrift:**

⑥ SN: V 01.05

Ausdruck

- ① Gerät
- ② Bestimmungsparameter
- ③ Automatisch erkannte Resultate
- ④ Manuelle Resultate
- ⑤ Allgemeine Informationen
- ⑥ Unterschrift der Person, die die Bestimmung durchgeführt hat

Siedetemp. = Temperatur, bei der die Probe zu sieden begann.

Siedepunkt = Unter Verwendung des eingegebenen Luftdrucks korrigierte Siedetemperatur.

Wenn ein Luftdruck von 1013 mbar eingegeben ist, sind die Resultate für Siedetemperatur und Siedepunkt identisch.

6.4 Kalibrierung

HINWEIS

BÜCHI empfiehlt, jedes Neugerät nach der Installation zu kalibrieren. Ausserdem empfiehlt es sich, das Gerät jedes Jahr neu zu kalibrieren.

Zwei Kalibrationsmodi sind verfügbar: mit BÜCHI-Substanzen und mit benutzerdefinierten Substanzen.

6.4.1 Kalibrierprinzip

HINWEIS

Das Gerät wird mit Schmelzpunktnormalen kalibriert. Die Kalibration ist auch für Siedepunkte gültig.

Es empfiehlt sich, das Kalibrationsverfahren mit den BÜCHI-Kalibrationssubstanzen im Modus für das BÜCHI-Kalibrationsset durchzuführen.

Kalibrierset (11055018) verwenden. Dieses Kalibrierset enthält die nachstehend angeführten Schmelzpunkt-Kalibrierstandards. Im Lieferumfang jedes Standards sind ein Analysezertifikat und ein Sicherheitsdatenblatt enthalten.

Das Kalibrierset besteht aus folgenden Substanzen:

- | | | |
|------------------|-----|--------|
| • 4-Nitrotoluol: | ca. | 52 °C |
| • Diphenylsäure: | ca. | 148 °C |
| • Koffein: | ca. | 237 °C |
| • Kaliumnitrat: | ca. | 335 °C |

Von jeder Substanz müssen mindestens 6 Proben eine Standardabweichung von weniger als $\pm 0,2^\circ\text{C}$ aufweisen. Andernfalls geht das Gerät nicht zur nächsten Substanz über. Die maximale Anzahl von Proben jeder Substanz, mit denen die Abweichung von $\pm 0,2^\circ\text{C}$ erzielt werden muss, ist auf 12 begrenzt. Das Gerät wählt aus den durchgeführten Bestimmungen automatisch die 6 besten Resultate. Nach erfolgreichem Abschluss einer Kalibrierung kann diese mit Hilfe des Verifikationssets (11055019) überprüft werden. Jeder Standard des Sets enthält ein Analysezertifikat und ein Sicherheitsdatenblatt.

Das Verifikationsset besteht aus folgenden Substanzen:

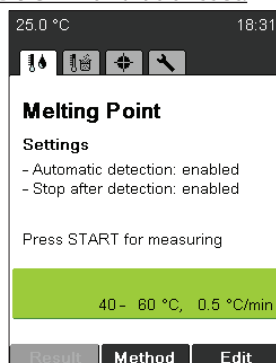
- | | | |
|--------------------|-----|--------|
| • Benzil: | ca. | 94 °C |
| • p-Anissäure: | ca. | 182 °C |
| • Phenolphthalein: | ca. | 261 °C |

HINWEIS ZUR BENUTZERVERWALTUNG

Das Kalibrationsverfahren kann nur in der Administratorebene durchgeführt werden.

6.4.2 Kalibriervorgang

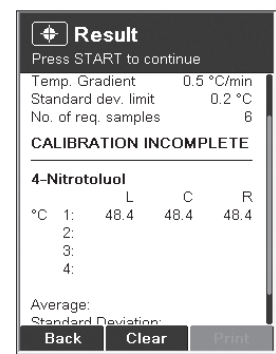
Drehen Sie zum Starten der Kalibration den Drehknopf auf „Calibration“. Mit der Wahl taste kann das Kalibrationsprinzip gewählt werden. Drücken Sie auf START und folgen Sie den Anweisungen im Display.

BÜCHI-Kalibrationsset:

Das Gerät heizt automatisch auf die Starttemperatur der ersten Substanz auf. Bereiten Sie in der Zwischenzeit mindestens 6 Proben der entsprechenden Substanz vor. Zur Probenvorbereitung siehe Abschnitt 6.2.1.

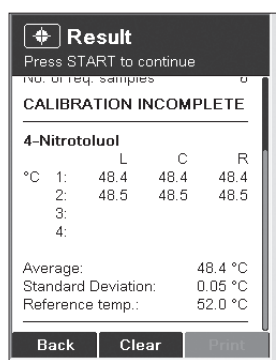


- Korrekten Schmelzpunktwert nach Pharmakopöe mit Hilfe des Drehknopfs einstellen. Der Schmelzpunkt gemäss Pharmakopöe ist im Analysezertifikat angeführt. Speichern drücken.

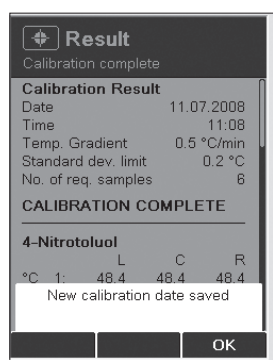


Den am Display angezeigten Anweisungen folgen. Nach jedem Durchgang wird das aktuelle Resultat angezeigt.

- START drücken, um die nächste Messung vorzunehmen.

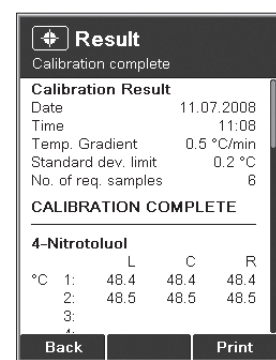


Nachdem 6 Resultate innerhalb einer Standardabweichung von $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ ermittelt wurden, wird der Prozess mit der nächsten Substanz fortgesetzt. Die Vorgangsweise für die anderen Substanzen ist identisch.

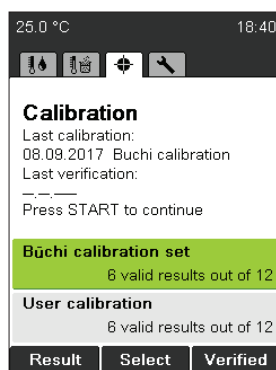


Sobald eine komplette Kalibrierung abgeschlossen ist, wird das neue Kalibrierdatum automatisch gespeichert.

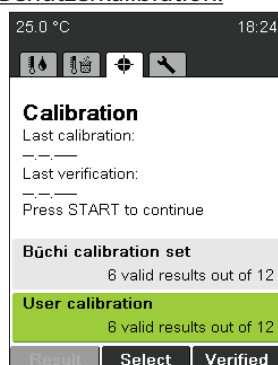
- OK drücken. Alle ermittelten Resultate werden angezeigt.



- Mit Hilfe des Drehknopfs können alle Resultate der Kalibrierung angezeigt werden.
- Drucken drücken, um die Daten auszudrucken.
- Menü durch Drücken von Zurück verlassen.



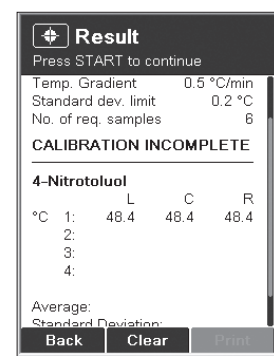
Das Kalibrierdatum wird nun gespeichert und im Hauptmenü angezeigt.

Benutzerkalibration:

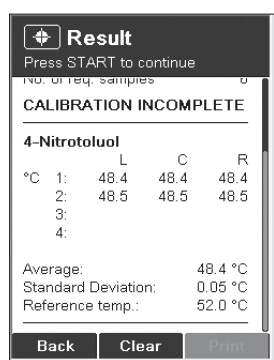
Bei Auswahl der Benutzerkalibration können vier frei wählbare Substanzen für die Kalibration verwendet werden.



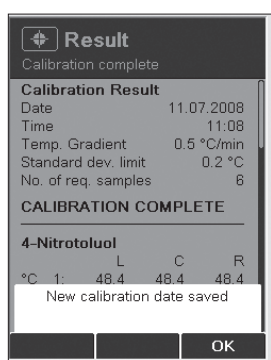
Wählen Sie mit dem Drehknopf den Gradienten für die Kalibration.



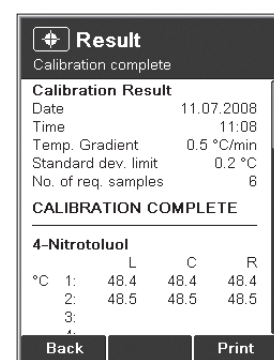
Geben Sie zu Beginn den Namen der Substanz mit dem niedrigsten für die Kalibration verwendeten Schmelzpunkt ein.



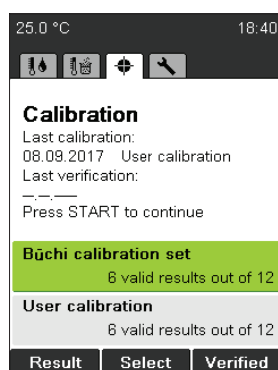
Stellen Sie mit dem Drehknopf den Schmelzpunktwert für die Substanz ein.



Geben Sie die Chargennummer für die verwendete Substanz ein.



Geben Sie die korrekte Referenztemperatur für die Substanz gemäss Datenblatt ein. Dieser Wert wird für die aktuelle Kalibration verwendet. Messung wie für BÜCHI-Kalibration beschrieben.



Das Datum der Kalibration wird jetzt gespeichert und auf dem Leerlaufbildschirm angezeigt.

6.4.3 Ausdruck

① **M-565**
Calibration **BUCHI**

② Temp. gradient 0.5 °C/min
 Standard deviation limit 0.2 °C
 No. of required samples 6

CALIBRATION COMPLETE

③ **4-Nitrotoluene**

Auto (°C)	L	C	R
1:	52.0	52.1	52.1
2:	52.1	52.0	52.0
3:			
4:			

Average: 52.1 °C
 Standard deviation: 0.05 °C
 Reference temperature: 52.0 °C

④ **Diphenylacetic Acid**

Auto (°C)	L	C	R
1:	147.5	147.5	147.5
2:	147.7	147.6	147.5
3:			
4:			

Average: 147.6 °C
 Standard deviation: 0.08 °C
 Reference temperature: 147.6 °C

⑤ **Caffeine**

Auto (°C)	L	C	R
1:	236.8	236.9	236.7
2:	236.8	236.8	236.7
3:			
4:			

Average: 236.8 °C
 Standard deviation: 0.08 °C
 Reference temperature: 236.8 °C

⑥ **Potassium Nitrate**

Auto (°C)	L	C	R
1:	334.5	334.6	334.6
2:	334.6	334.4	334.7
3:			
4:			

Average: 334.6 °C
 Standard deviation: 0.10 °C
 Reference temperature: 334.5 °C

⑦ Date: 09.10.2008
 Time: 11:16

⑧ **Date, Signature:**

SN: V 00.22

Ausdruck

- ① Gerät
- ② Allgemeine Informationen über die Kalibrierung
- ③ Resultate 4-Nitrotoluol
- ④ Resultate Diphenyllessigsäure
- ⑤ Resultate Koffein
- ⑥ Resultate Kaliumnitrat
- ⑦ Allgemeine Informationen
- ⑧ Unterschrift der Person, die die Kalibrierung durchgeführt hat

HINWEIS

Der Mittelwert wird anhand der Temperaturwerte mit zwei Nachkommastellen berechnet. Daher kann der angegebene Mittelwert von dem Wert abweichen, den Sie anhand der Temperaturwerte auf dem Ausdruck errechnen, da dort nur eine Nachkommastelle angegeben ist.

6.4.4 Verifikation

Um die Kalibration zu verifizieren, gehen Sie folgendermassen vor:

- Alle Standards messen (Büchi empfiehlt die Verwendung des Verifikationssets (11055019), aber Sie können auch Ihre eigenen internen Standards verwenden).

HINWEIS

Die Verifikation ist kein geführter Prozess.

- Wenn alle Messergebnisse innerhalb der Toleranzgrenzen liegen, klicken Sie Verifiziert. Der folgende Dialog erscheint:

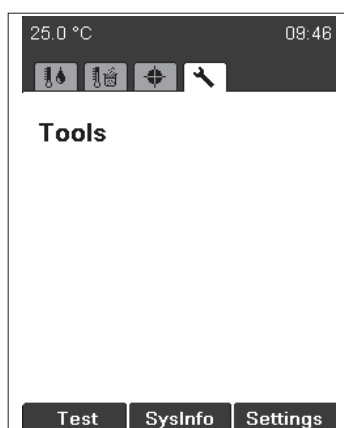


- Geben sie das folgende Passwort ein: VER. Unter "Letzte Verifikation" wird jetzt das aktuelle Datum angezeigt.

HINWEIS ZUR BENUTZERVERWALTUNG

Der Zugriff ist nur in der Administratorebene möglich.

6.5 Einstellungen, SysInfo, Test



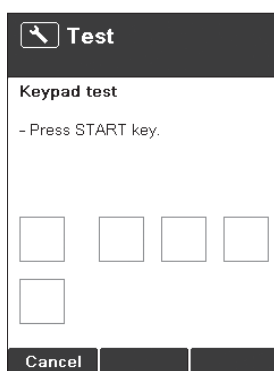
Test: Funktionsprüfung des Geräts. Zum Testen verschiedener Gerätefunktionen den Anweisungen in der Anzeige sorgfältig folgen. Wenn bei dem Test Fehler festgestellt werden, bitte Kundendienst kontaktieren. Das Testprotokoll wird in Abschnitt 6.5.1 beschrieben.

SysInfo: Das Gerät zeigt Informationen über Einstellungen und angeschlossene Instrumente an. Das SysInfoprotokoll wird in Abschnitt 6.5.2 beschrieben.

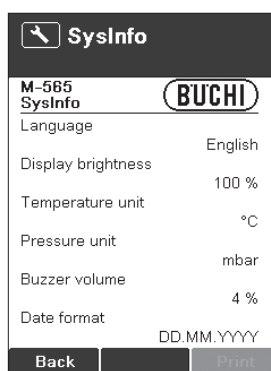
Einstellungen: In diesem Menü können Parameter geändert werden.

HINWEIS ZUR BENUTZERVERWALTUNG

Der Zugriff ist nur in der Administratorebene möglich.

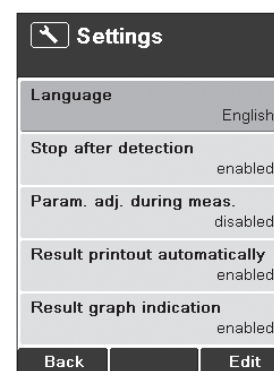


- Test drücken, um eine Funktionsprüfung durchzuführen. Den Anweisungen in der Anzeige folgen.



- SysInfo drücken, um das Systeminformationsmenü zu öffnen.

Wenn ein Drucker angeschlossen ist, können die Systeminformationen ausgedruckt werden.



- Einstellungen drücken, um das Menü Einstellungen zu öffnen.

Tabelle 6-1: Einstellungsparameter

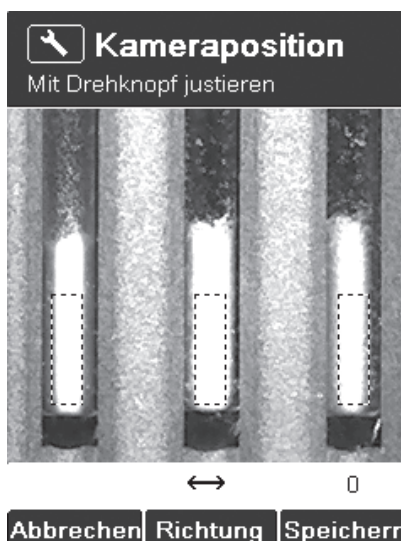
Sprache	Englisch, Deutsch, Französisch, Italienisch, Spanisch, Japanisch, Chinesisch
Stopp nach Detektion	aus, ein: Wenn das Gerät für jede erkannte Probe einen Schmelzpunkt oder Siedepunkt ermittelt hat, stoppt die Messung automatisch.
Param. änd. während Mess.	aus, ein: Auswahl, ob während einer Bestimmung Parameter geändert werden können oder nicht (Starttemperatur, Endtemperatur und Temperaturgradient).
Resultat autom. Drucken	aus, ein: Nach Abschluss einer Messung werden die Ergebnisse automatisch ausgedruckt.
Messkurve in Resultat anz.	aus, ein: Jedes Resultat wird mit einer Grafik dargestellt.
Kalibrierintervall	0 – 36 Monate: Standardeinstellung: 12 Monate. Die BÜCHI Labortechnik AG empfiehlt die Durchführung einer Kalibrierung bzw. Verifizierung mit Hilfe von Kalibrierset und Verifikationsset nach 12 Betriebsmonaten.
Eingabeaufford. Proben-ID	ein: Nach dem Beginn einer Bestimmung wird das Proben-ID-Fenster angezeigt. aus: Das Proben-ID-Fenster wird nicht automatisch angezeigt. Bei Verwendung des Geräts in Kombination mit der MeltingPoint Monitor Software empfiehlt sich die Deaktivierung dieser Funktion.
Eingabeaufford. Druck	Wirkt sich nur auf die Siedepunktbestimmung aus. nie: Es wird keine Eingabeaufforderung angezeigt. täglich: Der aktuelle Luftdruck muss einmal täglich eingegeben werden. immer: Der aktuelle Luftdruck muss bei jedem Aufheizen des Geräts auf die Starttemperatur zur Siedepunktbestimmung eingegeben werden.
Siedeprobenkonditionierung	0 – 600s: Der Standardwert beträgt 60 Sekunden. Diese Zeit wird benötigt, um ein Temperaturgleichgewicht zwischen dem Heizblock und der Flüssigkeit im Siedepunkt-Röhrchen herzustellen. Ist dieser Wert zu niedrig eingestellt, kann das Resultat fehlerhaft sein oder der Siedepunkt wird nicht automatisch erkannt.

Tabelle 6-1: Einstellungsparameter (Fortsetzung)

Schmelzresultat	nach Pharmakopöe thermodynamisch Bereich
Thermodynamische Korrektur	0,0 – 3,0; Standardwert: 1,1
Firmenname	Der Name eines Unternehmens kann eingegeben werden.
Datum (DD.MM.YYYY)	XX.XX.XXXX
Zeit (24 h)	XX:XX
Datumsformat	DD.MM.YYY, MM/DD/YYYY, YYYY-MM-DD
Zeitformat	24 h, AM/PM
Temperatureinheit	°C, °F, K

Tabelle 6-1: Einstellungsparameter

Signallautstärke	0, 1, 2, 3, 4
Externe Tastatur	CH, USA
Bildschirm-Helligkeit	0 – 100 %
Automatische Detektion	Automatische Detektion aktivieren oder deaktivieren. Wenn deaktiviert, ist die Endtemperatur der Methode das Ende der Bestimmung.
Statistik	Statistik aktivieren oder deaktivieren. Wenn deaktiviert, wird der Mittelwert und die Standardabweichung nicht in den Ergebnissen angezeigt.
Kameraposition	Drehknopf zur Positionierung der strichlierten Rechtecke im unteren Bereich der Substanz, wie im Beispiel dargestellt, verwenden. Richtung drücken, um zwischen vertikaler und horizontaler Bewegung zu wechseln.



Benutzerverwaltung	Der Aktivierungscode schaltet die Benutzerverwaltung frei. Anschließend kann ein Administratorpasswort definiert werden. Startendes Geräts im Administratormodus ist nur möglich, wenn das korrekte Passwort eingegeben wird.
--------------------	--

6.5.1 Testprotokoll

M-565		BUCHI
Test Resultat		
①	Tastenfeld	OK
	Drehknopf	OK
	24V-Eingangssp.	OK
	24V nach Sicherung	OK
	5V	OK
	Heizung erkannt	OK
	Kühlgebläse erkannt	OK
	Innenr. Lüfter erkannt	OK
	Temp.-Sensor erkannt	OK
	Temp.-Sensorfunktion	OK
	Externe Tastatur	OK
	Innenr. Temp.-Sensor	OK
	Heizfunktion	OK
	Kühlgebläse	OK
	Innenraum Lüfter	OK
	Probenbeleuchtung	OK
	Kameraposition	OK
	Kamerahelligkeit	OK
	Interne Uhr	OK
	Display	OK
②	Kam.-Wert o. Probe L	14
	Kam.-Wert o. Probe M	15
	Kam.-Wert o. Probe R	18
	Kam.-Wert m. Probe L	108
	Kam.-Wert m. Probe M	114
	Kam.-Wert m. Probe R	112
③	Datum, Unterschrift:	
	SN:	V 01.05

① Netzspannung

② Helligkeitswerte für Probe

③ Unterschrift der Person, die den Test durchgeführt hat

Service	
Serial number	1000005820
Firmware version	01.05.11
Version CPLD	00.15
Operating hours	576392.8 h
No. of melting point meas.	97
No. of boiling point meas.	22
Number of calibrations	14
Calibration date	20.03.2009
Verification date	16.02.2009
Factory adj. value at 20°C	-0.26 °C
Calibration value at 52°C	-0.04 °C
Calibration value at 148°C	-0.54 °C
Calibration value at 237°C	1.46 °C
Calibration value at 335 °C	2.62 °C
Factory adj. value at 400°C	3.27 °C
Sample illumin. brightness	100 %
Camera position horizontally	30
Camera position vertically	-5
Color gain green for meltingp.	140
Color gain blue for meltingp.	205
Color gain red for meltingp.	110
Color gain green for boilingp.	75
Color gain blue for boilingp.	110
Color gain red for boilingp.	60
Board test date	—.—.—
End test date	—.—.—
Board temperature	42 °C
Heating present	OK
Cooling fan present	OK
Housing fan present	OK
Temp. sensor present	OK
Temp. sensor function	OK
24V before fuse present	OK
24V after fuse present	OK
5V present	OK
Date, Signature:	
SN:	V 01.05

② Korrekturwerte für Kalibration

③ Kamerapositionswerte

④ Farbwerte (Standardeinstellungen ab Werk)

⑤ Datum der Fabriktests

⑥ Unterschrift der Person, die den Test durchgeführt hat

6.6 Benutzer Verwaltung

Um die Einhaltung gesetzlicher Bestimmungen zu gewährleisten, ist eine optionale Benutzerverwaltung (11066387) verfügbar. Im Einstellungsmenü muss ein seriennummernabhängiger Aktivierungscode eingegeben werden. Nachdem der Aktivierungscode eingegeben wurde, kann ein Passwort für die Administratorebene definiert werden.

Bei freigeschalteter Benutzerverwaltung wird beim Einschalten des Geräts ein Passwort abgefragt.

- Nach erfolgreicher Eingabe des Passworts kann der Benutzer auf die Administratorebene zugreifen.
- Ohne Passworтеingabe oder bei Eingabe des falschen Passworts hat der Benutzer nur begrenzten Zugriff auf die Gerätefunktionen.

Administratorebene

1. Voller Zugriff auf die Gerätefunktionen
2. Zugriff auf das Servicemenü
3. Möglichkeit zum Ändern des Passworts
4. Möglichkeit zur Verbindung mit Software MeltingPoint Monitor

Benutzerebene

1. Möglichkeit zur Wahl zwischen Schmelzpunkt und Siedepunkt
2. Zugriff auf folgende Parameter: Starttemperatur, Heizgeschwindigkeit und Endtemperatur
3. Auswahl von Methoden, aber kein Editieren und Löschen
4. Kein Zugriff auf: Änderung von Datum und Uhrzeit, Kalibrationsdaten und Kalibrationsmenü.
5. Keine Verbindung mit: Software MeltingPoint Monitor

Die Einstellung für den Passwortschutz kann in der Benutzerverwaltung durch Löschen des Passworts im Administratormodus und Leerlassen des Felds rückgängig gemacht werden. Die Einstellung für die Benutzerverwaltung kann mit dem Aktivierungscode reaktiviert werden.

Der Aktivierungscode ist nur im Jahr des Kaufs gültig.

Zur späteren Aktivierung wenden Sie sich bitte an: registration@buchi.com

6.7 Export von XML-Daten an PC

Wenn am Schmelzpunktgerät kein Drucker angeschlossen ist, können Daten durch Drücken der Taste "XML2PC" an einen PC gesendet werden. Die Rohdaten werden über die serielle Schnittstelle gesendet und können mit den folgenden Einstellungen von einem PC empfangen werden:

Tabelle 6-7: Einstellungen am PC	
Baudrate:	19200
Parity:	Nein
Datenbit	8
Stopbit	1

PC-Software zum Empfangen der XML-Daten ist nicht im Lieferumfang enthalten. Das Aufzeichnen der Daten liegt in der Verantwortung des Kunden.

7 Wartung

Dieses Kapitel behandelt die Wartungsarbeiten, die durchzuführen sind, um das ordnungsgemässe Funktionieren des Geräts sicherzustellen.



WARNUNG

Sämtliche Wartungs- und Reparaturarbeiten, die ein Öffnen oder Entfernen des Gerätegehäuses erfordern, dürfen nur von geschulten Servicetechnikern unter Verwendung der zur Verfügung gestellten Werkzeuge durchgeführt werden.



WARNUNG

Elektrische Gefährdung:

- Stromversorgung vor der Durchführung von Wartungsarbeiten unterbrechen.



ACHTUNG

Um das ordnungsgemässe und zuverlässige Funktionieren des Systems zu gewährleisten, dürfen nur Original-Verbrauchsmaterial und -Ersatzteile von BÜCHI verwendet werden. Ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch den Hersteller dürfen keinerlei Modifikationen an den verwendeten Ersatzteilen vorgenommen werden.

7.1 Gehäuse

Gehäuse auf Defekte (Bedienungs- und Anzeigeelemente, Stecker) überprüfen. Das farbbeschichtete Gehäuse nur mit einem in Seifenlösung angefeuchteten Lappen reinigen. Glasfenster regelmässig aus dem Heizblock nehmen und mit Alkohol oder Aceton säubern. Fenster durch ein neues ersetzen, wenn es sich nicht sauber reinigen lässt.



ACHTUNG

Niemals halogenierte Lösungsmittel, Aceton oder ähnliche Chemikalien verwenden, da derartige Reinigungsmittel das Gerät beschädigen können.

7.2 Glasfenster

Glasfenster regelmässig aus dem Heizblock nehmen und mit Alkohol oder Aceton säubern. Fenster durch ein neues ersetzen, wenn es sich nicht sauber reinigen lässt.

7.3 Unterhalt

Der Unterhalt des Geräts besteht vor allem aus der:

- Regelmässigen Kalibrierung der Temperatur.

7.4 Reinigung des Heizblocks

Beschädigte Kapillaren aus dem Heizblock entfernen.



ACHTUNG

- Heizblock vor dem Berühren abkühlen lassen!
- Abdeckung abnehmen.
- Nachstehende Anweisungen zur Verwendung des Reinigungswerkzeugs 051978 beachten.



- Wenn eine Schmelzpunkt-Kapillare beschädigt ist und im Heizblock feststeckt, kann sie mit dem Reinigungswerkzeug (Bestell-Nummer: 051978) entfernt werden.



- Abdeckung, Glashalter und Glasfenster entfernen.



- Wenn Glasteile einer Schmelzpunkt-Kapillare in der Ausnehmung des Metall-Heizblocks feststecken, Reinigungswerkzeug wie in der Abbildung dargestellt einsetzen.

8 Fehlerbehebung

Dieses Kapitel beschreibt die Wiederaufnahme des Betriebs nach kleinen Störungen und listet mögliche Fehler, deren wahrscheinlichste Ursache und Behebung auf. Die unten stehende Tabelle zur Fehlerbehebung enthält eventuell auftretende Funktionsstörungen und Gerätefehler und versetzt den Bediener in die Lage, verschiedene Probleme selbstständig zu beheben. Zu diesem Zweck enthält die Spalte «Behebung» entsprechende Anweisungen.

Schwerwiegendere Störungen und Fehler werden üblicherweise von einem BÜCHI-Servicetechniker behoben, dem die offiziellen Servicehandbücher vorliegen. Bitte wenden Sie sich in diesem Fall an den BÜCHI-Kundendienst.

8.1 Funktionsstörungen und ihre Behebung

Tabelle 8-1: Allgemeine Funktionsstörungen und ihre Behebung

Funktionsstörung	Mögliche Ursache	Behebung
Gerät läuft nicht	Hauptschalter aus	Hauptschalter einschalten
	Gerät nicht an die Stromversorgung angeschlossen	Netzanschluss überprüfen
Kein oder unleserlicher Ausdruck	In den Einstellungen nicht aktiviert	Automatischen Ausdruck in den Einstellungen aktivieren
	Fehlerhafte Kabelverbindung	Kabelverbindung überprüfen
	Drucker ausgeschaltet	Drucker einschalten
	Kein Papier	Papierrolle austauschen
	Fehlerhafte Einstellung der Baudrate am Drucker	Siehe Abschnitt 8.1.1
Keine Anzeige der Schmelzkurve	In den Einstellungen nicht aktiviert	Anzeige in den Einstellungen aktivieren
	Keine automatische Detektion der Proben	Schmelzpunkt/Siedepunkt manuell registrieren
	Messung wird vor der Detektion eines Resultats für alle Proben abgeschlossen	In den Einstellungen «Stopp nach Detektion» deaktivieren und Endtemperatur überprüfen.
Bei der automatischen Schmelzpunktbestimmung werden kein Wert und keine Schmelzkurve ermittelt	Probe instabil, zersetzt sich, verfärbt sich braun oder schmilzt uneinheitlich	z.B. höheres Maximum eingeben
	Temperaturparameter falsch eingegeben, sodass die Probe überhaupt nicht schmilzt	
	Automatische Detektion ist deaktiviert	Automatische Detektion in den Einstellungen aktivieren
Manchmal kein bzw. nur 1 oder 2 statt 3 Resultate	Vor dem Einführen aller Probenkapillaren wurde die Taste START gedrückt	Erst alle Probenkapillaren in den Ofen geben, anschliessend START drücken. Probenkapillaren danach nicht mehr bewegen.
Unerwartete Resultate	Probenspezifische Vorbereitungen:	
	Probe ist nicht trocken oder durch Fremdschubstanz verunreinigt	Probe vor der Bestimmung trocknen
	Probe zersetzt sich während des Schmelzvorgangs (Probe bildet Blasen oder verfärbt sich braun usw.)	

Tabelle 8-1: Allgemeine Funktionsstörungen und ihre Behebung (Fortsetzung)

Funktionsstörung	Mögliche Ursache	Behebung
	Geräteparameter: Gerät ist nicht oder mangelhaft kalibriert Schmelzpunktbestimmung «nach Pharmakopöe» oder «thermodynamisch» nicht richtig ausgewählt	Gerät regelmässig mit Büchi-Kalibriersubstanzen kalibrieren Entsprechende Parameter ändern
Keine Resultate	Starttemperatur zu nahe am Schmelzpunkt	Starttemperatur 5 – 10°C unterhalb des Schmelzpunkts einstellen
Keine Statistik	Der Einstellungsparameter Statistik ist deaktiviert	Statistik in den Einstellungen aktivieren
Gerät heizt nicht	Heizung defekt	BÜCHI-Kundendienst kontaktieren.

Tabelle 8-2: Funktionsstörungen im Zusammenhang mit der MeltingPoint Monitor Software

Funktionsstörung	Mögliche Ursache	Behebung
Keine USB-Verbindung	USB-Kabel nicht verbunden oder defekt.	USB-Verbindung überprüfen, gegebenenfalls Kabel austauschen.
Treiber nicht gefunden	Gerät zum ersten Mal angeschlossen.	Empfohlenen Treiber installieren.

Tabelle 8-3: Warnmeldungen

Warnungsnummer	Mögliche Ursache	Behebung
Warnung 01	Kalibrierung abgelaufen.	Gerät kalibrieren oder verifizieren.
Warnung 02	Geräte Innentemperatur zu hoch.	Gerät abkühlen lassen. Lüfter und Geräteöffnungen kontrollieren. Umgebungstemperatur kontrollieren.
Warnung 03	Gerät nicht kalibriert.	Gerät kalibrieren.

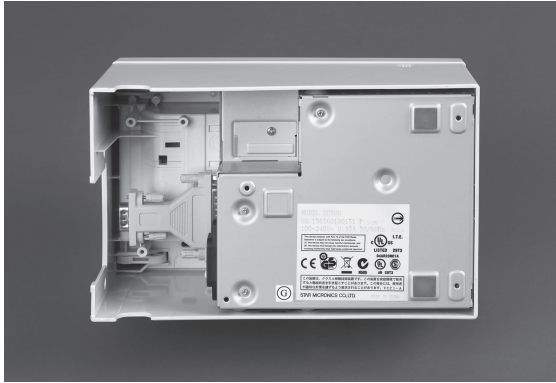
Tabelle 8-4: Fehlermeldungen

Fehlernummer	Mögliche Ursache	Behebung
Fehler 01	Speicher-Datenverlust, alle Daten werden zurückgesetzt.	Gerät kalibrieren. Im Wiederholungsfall Kundendienst kontaktieren.
Fehler 02	Automatischer Gerätestart, Firmwareproblem möglich.	Im Wiederholungsfall Kundendienst kontaktieren.
Fehler 03	Innenraum-Temperatursensor defekt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 04	Temperatursensor defekt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 05	Heizung defekt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 06	Kühlgebläse defekt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 07	Gehäuse-Lüfter defekt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 08	Kamera defekt, Kommunikationsverlust.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 09	24V Sicherung defekt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 10	24V Eingangsspannung fehlt.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 11	Interne Uhr, Spannungsunterbruch.	Kundendienst kontaktieren.
Fehler 13	5V Eingangsspannung fehlt.	Kundendienst kontaktieren.

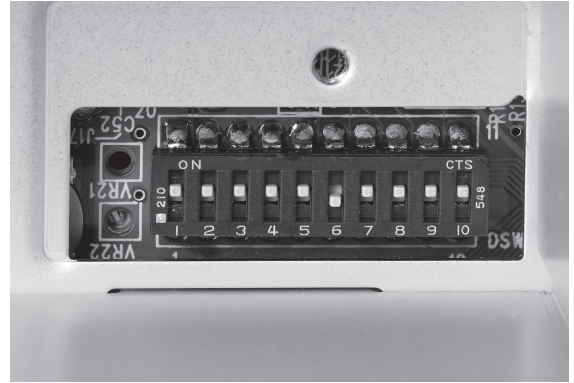
HINWEIS

Liegen mehrere Fehler gleichzeitig vor, wird jener mit der höchsten Priorität angezeigt.

8.1.1 Einstellen der Baudrate des Druckers



- Fach an der Unterseite des Druckers öffnen.



- Folgende Einstellungen vornehmen:
1,2,3,4,5,7,8,9,10 = ON
6 = OFF

8.2 Kundendienst

Reparaturen am Gerät dürfen nur durch autorisiertes Servicepersonal erfolgen. Das sind Personen mit einer fundierten technischen Berufsausbildung und Kenntnissen über die Gefahren, welche sich aus der Arbeit mit dem Gerät ergeben können.

Die Kontaktdaten der offiziellen Büchi-Kundendienststellen finden Sie auf der BÜCHI-Webseite unter: www.buchi.com. Bei Funktionsstörungen Ihres Geräts, technischen Fragen oder Anwendungsproblemen wenden Sie sich bitte an eine dieser Stellen.

Der BÜCHI-Kundendienst bietet folgende Dienstleistungen:

- Ersatzteillieferungen
- Reparaturen
- Technische Beratung

9 Ausserbetriebnahme, Lagerung, Transport und Entsorgung

Dieses Kapitel enthält Informationen über die Ausserbetriebnahme des Geräts, das Verpacken sowie die Lagerung, den Transport und die Entsorgung des Geräts.

9.1 Lagerung und Transport



WARNUNG

Biologische Gefährdung:

- Alle gefährlichen Substanzen aus dem Gerät entfernen. Gerät gründlich reinigen.
- Gerät in der Originalverpackung lagern und transportieren.



WARNUNG

Elektrische Gefährdung:

- Immer sofort Netzkabel aus der Steckdose ziehen, damit sich keine stromführenden Kabel im Labor befinden.

9.2 Entsorgung

Zur umweltgerechten Entsorgung des Geräts befindet sich in Abschnitt 3.3 eine Auflistung der verwendeten Materialien. Bitte stellen Sie sicher, dass die Teile ordnungsgemäss getrennt und der Wiederverwertung zugeführt werden. Bei der Entsorgung bitte anwendbare Gesetze und Vorschriften beachten.

10 Ersatzteile

Dieses Kapitel enthält eine Liste von Ersatzteilen, Zubehör und Optionen einschliesslich aller für die Bestellung bei BÜCHI erforderlichen Informationen. Zu diesem Zweck immer Produktbezeichnung und Bestell-Nummer angeben.

Um das ordnungsgemässe und zuverlässige Funktionieren des Systems zu gewährleisten, dürfen nur Original-Verbrauchsmaterial und -Ersatzteile von BÜCHI verwendet werden. Ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch den Hersteller dürfen keinerlei Modifikationen an den verwendeten Ersatzteilen vorgenommen werden.

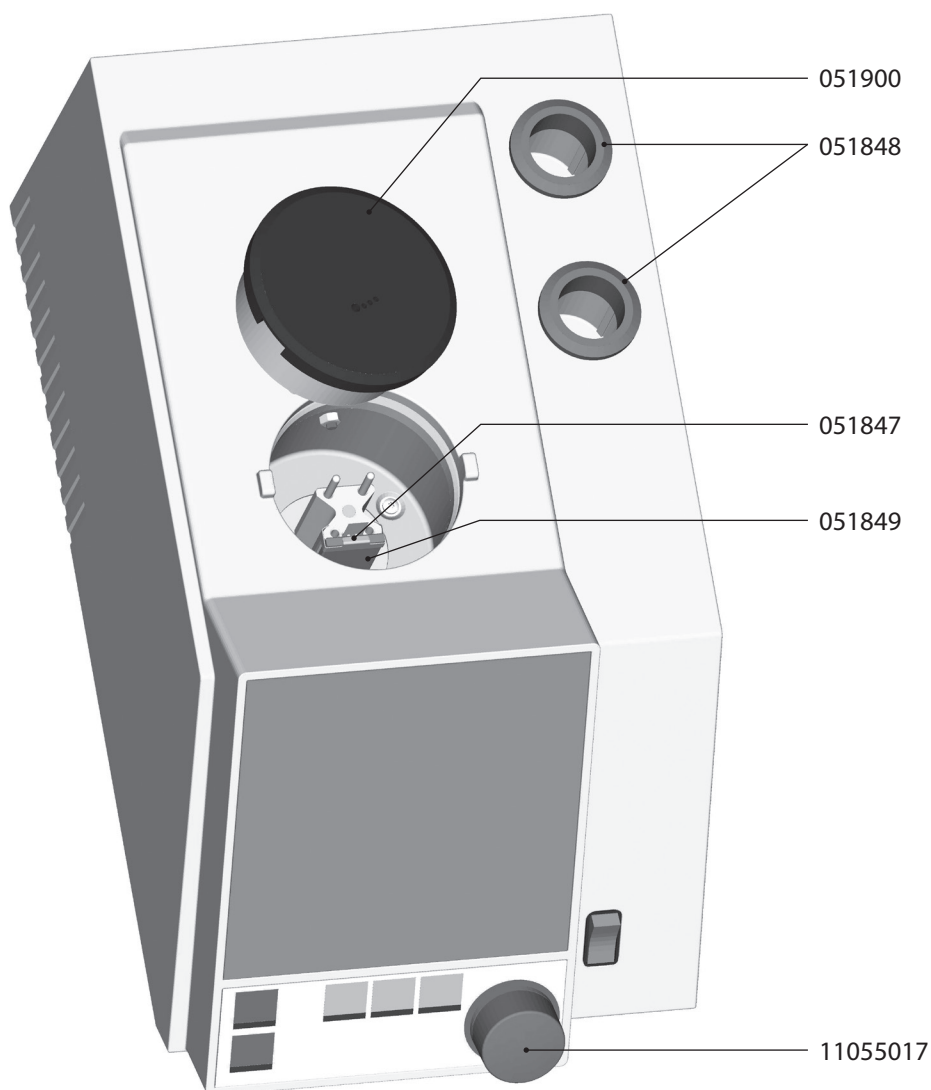


Abb. 10.1: Ersatzteile

Tabelle 10-1: Ersatzteile

Produkt	Bestell-Nr.	Produkt	Bestell-Nr.
Abdeckung	051900	Ring	051848
Glashalter	051847	Drehknopf	11055017
Glasfenster	051849		

11 Erklärungen

11.1 FCC Zulassungsbedingungen (für USA und Kanada)

English:

This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to both Part 15 of the FCC Rules and the radio interference regulations of the Canadian Department of Communications. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment.

This equipment generates, uses, and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference, in which case users will be required to correct the interference at their own expense.

Français:

Cet appareil a été testé et s'est avéré conforme aux limites prévues pour les appareils numériques de classe A et à la partie 15 des réglementations FCC ainsi qu'à la réglementation des interférences radio du Canadian Department of Communications. Ces limites sont destinées à fournir une protection adéquate contre les interférences néfastes lorsque l'appareil est utilisé dans un environnement commercial.

Cet appareil génère, utilise et peut irradier une énergie à fréquence radioélectrique, il est en outre susceptible d'engendrer des interférences avec les communications radio, s'il n'est pas installé et utilisé conformément aux instructions du mode d'emploi. L'utilisation de cet appareil dans les zones résidentielles peut causer des interférences néfastes, auquel cas l'exploitant sera amené à prendre les dispositions utiles pour palier aux interférences à ses propres frais.

BÜCHI Tochtergesellschaften:

Europa

Schweiz/Österreich BÜCHI Labortechnik AG CH – 9230 Flawil T +41 71 394 63 63 F +41 71 394 64 64 buchi@buchi.com www.buchi.com	Benelux BÜCHI Labortechnik GmbH Branch Office Benelux NL – 3342 GT Hendrik-Ido-Ambacht T +31 78 684 94 29 F +31 78 684 94 30 benelux@buchi.com www.buchi.com /bx-en	Frankreich BUCHI Sarl FR – 94656 Rungis Cedex T +33 1 56 70 62 50 F +33 1 46 86 00 31 france@buchi.com www.buchi.com/fr-fr	Deutschland BÜCHI Labortechnik GmbH DE – 45127 Essen T +800 414 0 414 0 T +49 201 747 490 F +49 201 747 492 0 deutschland@buchi.com www.buchi.com/de-de
Italien BUCHI Italia s.r.l. IT – 20010 Cornaredo (MI) T +39 02 824 50 11 F +39 02 57 51 28 55 italia@buchi.com www.buchi.com/it-it	Russland BUCHI Russia/CIS Russia 127287 Moscow T +7 495 36 36 495 russia@buchi.com www.buchi.com/ru-ru	Grossbritannien BUCHI UK Ltd. GB – Oldham OL9 9QL T +44 161 633 1000 F +44 161 633 1007 uk@buchi.com www.buchi.com/gb-en	Deutschland BÜCHI NIR-Online DE – 69190 Walldorf T +49 6227 73 26 60 F +49 6227 73 26 70 nir-online@buchi.com www.nir-online.de

Amerika

Brasilien BUCHI Brasil Ltda. BR – Valinhos SP 13271-570 T +55 19 3849 1201 F +55 19 3849 2907 brasil@buchi.com www.buchi.com/br-pt	USA/Kanada BUCHI Corporation US – New Castle, DE 19720 T +1 877 692 8244 (Toll Free) T +1 302 652 3000 F +1 302 652 8777 us-sales@buchi.com www.buchi.com/us-en
--	--

Asien

China BUCHI China CN – 200233 Shanghai T +86 21 6280 3366 F +86 21 5230 8821 china@buchi.com www.buchi.com/cn-zh	Indien BUCHI India Private Ltd. IN – Mumbai 400 055 T +91 22 667 75400 F +91 22 667 18986 india@buchi.com www.buchi.com/in-en	Indonesien PT. BUCHI Indonesia ID – Tangerang 15321 T +62 21 537 62 16 F +62 21 537 62 17 indonesia@buchi.com www.buchi.com/id-in	Japan Nihon BUCHI K.K. JP – Tokyo 110-0008 T +81 3 3821 4777 F +81 3 3821 4555 nihon@buchi.com www.buchi.com/jp-ja
Korea BUCHI Korea Inc. KR – Seoul 153-782 T +82 2 6718 7500 F +82 2 6718 7599 korea@buchi.com www.buchi.com/kr-ko	Malaysia BUCHI Malaysia Sdn. Bhd. MY – 47301 Petaling Jaya, Selangor T +60 3 7832 0310 F +60 3 7832 0309 malaysia@buchi.com www.buchi.com/my-en	Singapur BUCHI Singapore Pte. Ltd. SG – Singapore 609919 T +65 6565 1175 F +65 6566 7047 singapore@buchi.com www.buchi.com/sg-en	Thailand BUCHI (Thailand) Ltd. TH – Bangkok 10600 T +66 2 862 08 51 F +66 2 862 08 54 thailand@buchi.com www.buchi.com/th-th

BÜCHI Support-Center:

Südostasien BUCHI (Thailand) Ltd. TH-Bangkok 10600 T +66 2 862 08 51 F +66 2 862 08 54 bacc@buchi.com www.buchi.com/th-th	Naher Osten BÜCHI Labortechnik AG UAE – Dubai T +971 4 313 2860 F +971 4 313 2861 middleeast@buchi.com www.buchi.com	Lateinamerika BUCHI Latinoamérica S. de R.L. de C.V. MX – Mexico City T +52 55 9001 5386 latinoamerica@buchi.com www.buchi.com/es-es
---	--	---

Wir werden weltweit von mehr als 100 Vertriebspartnern vertreten.
 Ihren Händler vor Ort finden Sie unter: www.buchi.com