

Cryostat (bis 77 K) – OptistatDN Oxfordinstruments

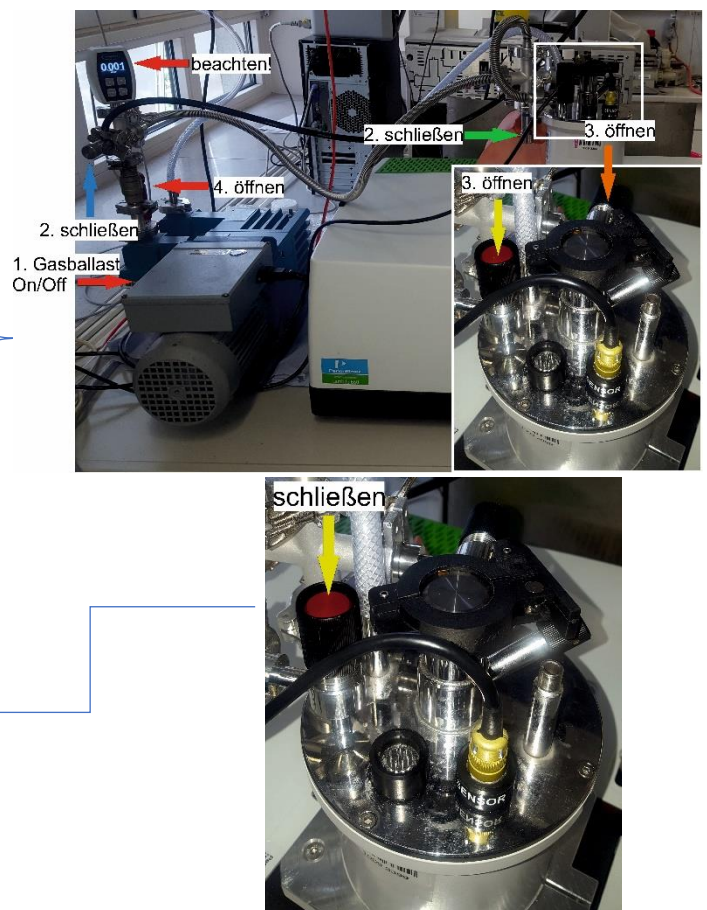
Das Gerät darf erst nach Einweisung durch den Geräteverantwortlichen verwendet werden!

Kurzeinführung Funktionsweise: Der Cryostat OptistatDN erlaubt es UV-Vis-Spektren von festen und flüssigen Proben bei Temperaturen zwischen 77 bis 500 K zu messen. Der Aufbau besteht aus dem Cryostaten (grauer Zylinder) mit Halter (Aluminium), der Doppeldrehschieberpumpe (erreicht 0.001 mbar), kombiniertes Vakuum-Stickstoff-System und der Temperiereinheit (MercuryITC). **Diese Komponenten dürfen nicht bewegt werden und müssen auch für die Verwendung des zweiten Strahlengangs des UV-Vis-Spektrometers nicht bewegt werden!** Der Cryostat besteht aus drei Kammern: Isolationskammer, Probenkammer und (flüssig) Stickstofftank. Die Isolationskammer wird soweit wie möglich evakuiert (min. 0.001 mbar) und isoliert den Tank sowie die Probenkammer von der Umgebung. Der Tank wird mit flüssigem Stickstoff befüllt und darf nicht verschlossen werden. Die Probenkammer wird vor der Messung evakuiert, anschließend mit Stickstoffgas geflutet und anschließend nur im Gegenstrom geöffnet. Die Probe wird in einer Standard-UV -Küvette (z.B. Hellma QS-110) im Probenhalter fixiert und im Strahlengang positioniert. Durch eine Kapillare kühlt der flüssige Stickstoff aus dem Tank den Wärmetauscher im Probenraum um die Probe abzukühlen. Gleichzeitig wird von der Temperiereinheit die Temperatur des Probenraums (!) gemessen und durch eine elektrische Widerstandsheizung gegen die Kühlung bei der gewünschten Temperatur stabilisiert.

Beachte auch den „Quickstart guide“ des Herstellers (auf dem UV-PC und beim Geräteverantwortlichen zu finden).

Vorbereitung der Messung

1. Die Pumpe muss unter Gasballast für mindestens 1h, besser über Nacht aufwärmen. (**Hebelventil** geschlossen)
2. Cryostaten evakuieren:
 - Gasballast abschalten.
 - **Ausgleichsballonventil** (grün) und **Stickstoffzufuhr** (blau) schließen (silberne Nadelventile).
 - **Probenkammerventil** (orange) und **Isolierkammerventil** (gelb) öffnen (schwarze Nadelventile mit roter Kappe).
 - System durch öffnen des **Hebelventils** (roter Hebel) an der Pumpe evakuieren.Evakuieren bis der Minimaldruck (0.001 mbar) stabil erreicht wurde.
3. **Isolierkammerventil** bei 0.001 mbar schließen.

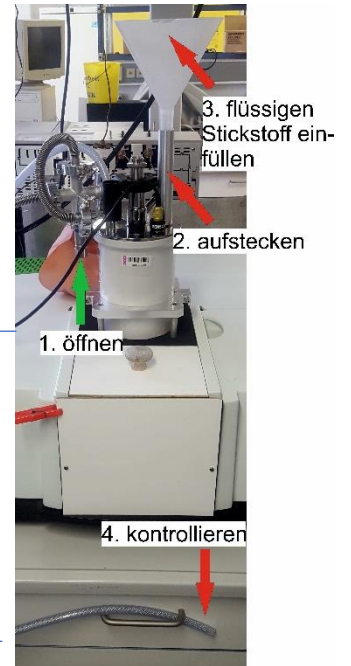


4. **Hebelventil** schließen, Klemme an der Probenöffnung lösen, Stickstoffzufuhr starten und das **Gegenstromventil (silbernes Nadelventil, blau)** öffnen.
5. Nachdem Normaldruck erreicht wurde das **Ausgleichsballonventil** öffnen.
6. Flüssigstickstoff Tank füllen:

- **Kühlflussventil (violett)** vollständig schließen.
- PE-Trichter mit Metallstutzen auf den Einfüllstutzen setzen.
- Stickstoff vorsichtig in den Trichter gießen.
- Austretenden Stickstoff (PE-Schlauch) kontrollieren.

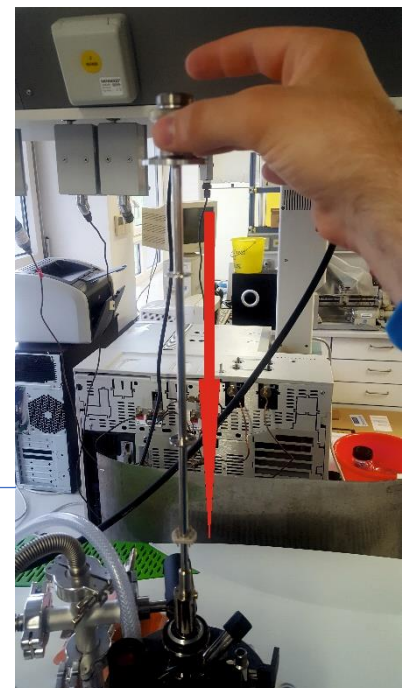
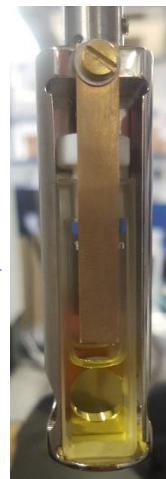
Der Tank ist voll wenn Tropfen von flüssigem Stickstoff unten aus dem Schlauch kommen!

7. PE-Trichter entfernen und Temperiereinheit einschalten.



UV-Messung starten

1. Pumpe abschalten. (Vibration stört die Messung des UV-Vis-Spektrometers)
2. Bedienungsanleitung des UV-Vis-Spektrometers beachten (Spektrometer einschalten etc.).
3. Küvette mit Lösungsmittel befüllen, in den Probenhalter einsetzen und sichern.



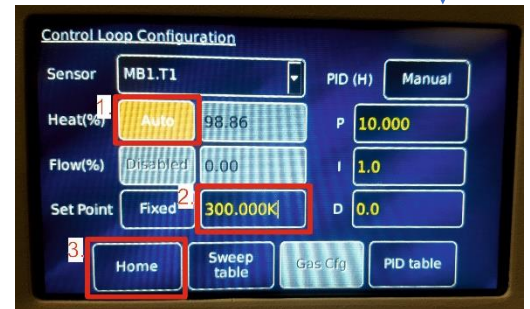
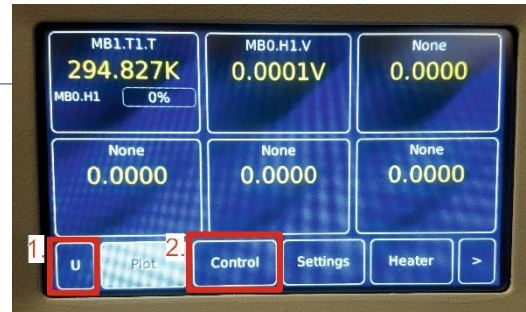
Probenkammer öffnen: Achtung! Die Öffnung direkt mit der Blindkappe abdecken. Auflegen ohne Klemme reicht, sonst entsteht Überdruck im System!

4. Probenhalter vorsichtig in die Probenkammeröffnung einsetzen. **Dichtungsring zwischen Öffnung und Kappe/Probenhalter beachten!**
5. Probenhalter durch vorsichtiges Drehen ausrichten (Absorption in der Spektrometersoftware minimieren).
6. Leerspektrum: T/100%-Referenz messen.
7. Probenhalter im Gegenstrom herausnehmen, Probe in die Küvette geben, Probenhalter in die Probenkammer einführen und erneut ausrichten (Markierungen beachten) und mit Klemme sichern.
8. Spektren messen.



Probe abkühlen

1. Gewünschte Temperatur an der Temperiereinheit auswählen (niedrigste gewünschte Temperatur zuerst).
2. **Kühlflussventil (violett)** 3 bis 4 Umdrehungen öffnen (schnelles Abkühlen) bis die Zieltemperatur erreicht wurde.
3. **Kühlflussventil** vollständig schließen und mit ¼-Drehung öffnen.
4. Abwarten bis sich die gewünschte Temperatur stabilisiert hat. (Schnelles Abkühlen: ca. 10 bis 15 min)
5. Messung starten.
Bei Bedarf Stickstoff nachfüllen.
ACHTUNG! Temperatur kann durch das befüllen schwanken.

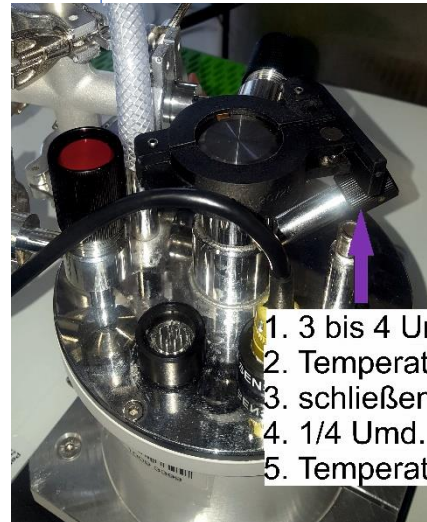


Probe aufwärmen/wechseln

1. Temperiereinheit auf 300 K stellen, **Kühlflussventil (violett)** schließen.
2. Probe aufwärmen und Temperatur für 15 min stabilisieren lassen.
3. Probenhalter entnehmen und mit Öffnung mit Blindkappe abdecken.

Cryostaten abschlaten

1. Stickstoff verbleibt im Tank, **Kühlflussventil (violett)** vollständig schließen.
2. Temperiereinheit abschalten.
3. Stickstoffstrom (Gegenstrom) stoppen und Blindkappe mit Klemme sichern.



1. 3 bis 4 Umd. öffnen
2. Temperatur erreicht
3. schließen
4. 1/4 Umd. öffnen
5. Temperatur stabilisieren