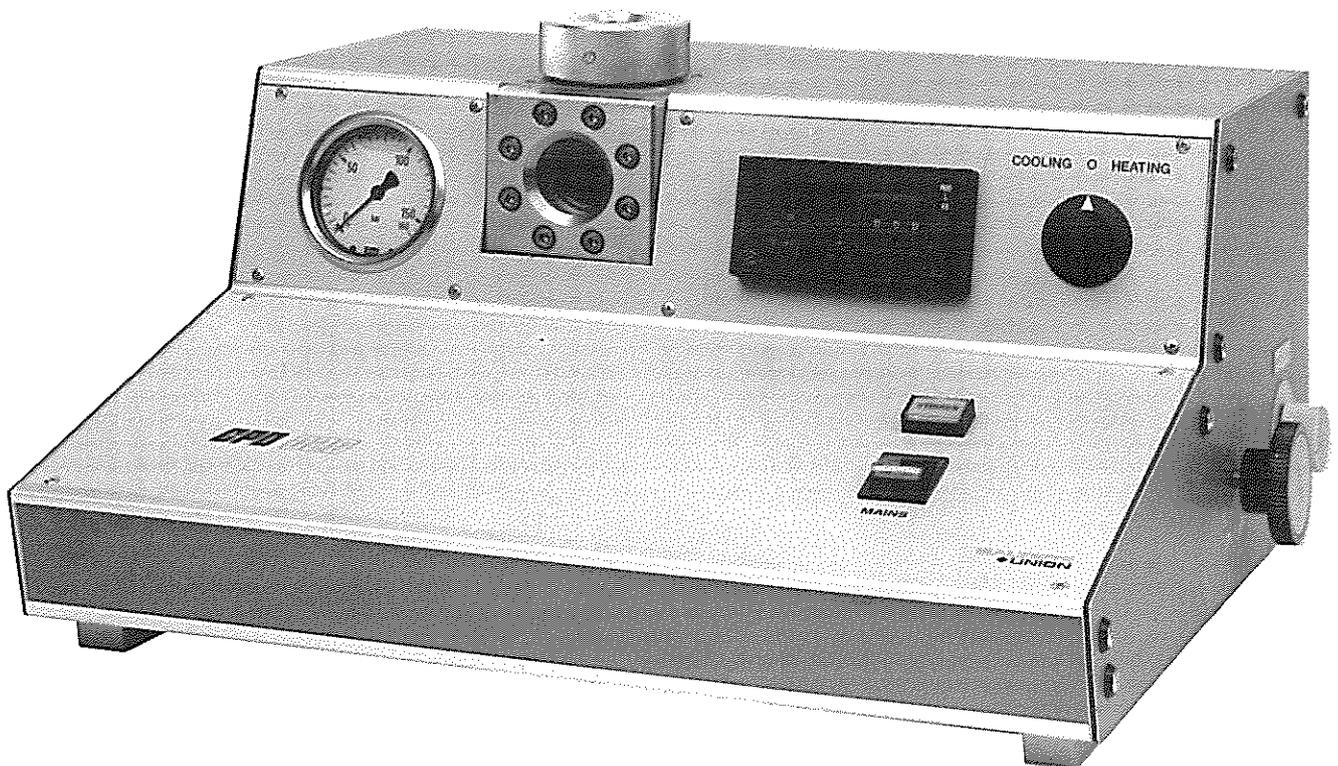


BETRIEBS- ANWEISUNG

Kritisch-Punkt-Apparat

CPD 020



INHALTSVERZEICHNIS:

	Seite
1. ANWENDUNG	3
2. FUNKTIONSBESCHREIBUNG	3
3. BESCHREIBUNG DES GERÄTES	3
3.1. Lieferumfang	3
3.2. Geräte-Frontansicht	4
3.3. Proben-Druckkammer	4
3.4. Temperatur-Regler	4
3.5. Geräte-Rückansicht	4
4. TECHNISCHE DATEN	5
5. INSTALLATION	5
5.1. Aufstellung des Gerätes	5
5.2. Anschluss der Kühlflüssigkeit	5
5.3. Anschluss der Übergangsflüssigkeit	5
5.4. Stromanschluss	5
5.5. Magnetrührer	5
5.6. Einsatz-Lochscheiben	5
6. INBETRIEBNAHME	6
6.1. Vorbereitung des Gerätes	6
6.2. Kühlung der Proben-Druckkammer	6
6.3. Simulierung eines Trocknungsprozesses	6
6.4. Magnetrührer	6
7. DURCHFÜHRUNG EINER KRITISCH-PUNKT-TROCKNUNG	7
7.1. Vorbereitung der Präparate	7
7.2. Einsetzen der Präparate in die Proben-Druckkammer	7
7.3. Überführung in die Übergangsflüssigkeit	7
7.4. Trocknung der Präparate	7
8. WARTUNG	8
9. STÖRUNGEN UND DEREN BEHEBUNG	8
9.1. Platzen der Berstmembran	8
9.2. Kein Druck in der Probenkammer	8
9.3. Keine Übergangsflüssigkeit in der Probenkammer	9
9.4. Kein Medien-Austausch möglich	9
10. ZUBEHÖR	10
11. ERSATZTEILE	11
12. ELEKTROSCHEMA	16

1. ANWENDUNG

Voraussetzung für die Möglichkeit einer Strukturuntersuchung wasserhaltiger biologischer Präparate in einem Raster-Elektronenmikroskop ist unter anderem deren Trocknung, sofern im Mikroskop kein Kühltisch vorhanden ist, der es ermöglicht, tiefgekühlte Proben direkt abzubilden. Eine Lufttrocknung kommt dafür aber in der Regel nicht in Frage, da durch die dabei auftretenden Oberflächenspannungen enorme Kräfte auf das Präparat einwirken, die zwangsläufig zu artifiziellen Objektveränderungen führen. Als brauchbare Methode zur Trocknung von Präparaten ohne Struktur-schädigung bietet sich neben der Gefriertrocknung die Kritisch-Punkt-Trocknung an, die mit Hilfe des Gerätes CPD 020 durchgeführt werden kann.

2. FUNKTIONSBESCHREIBUNG

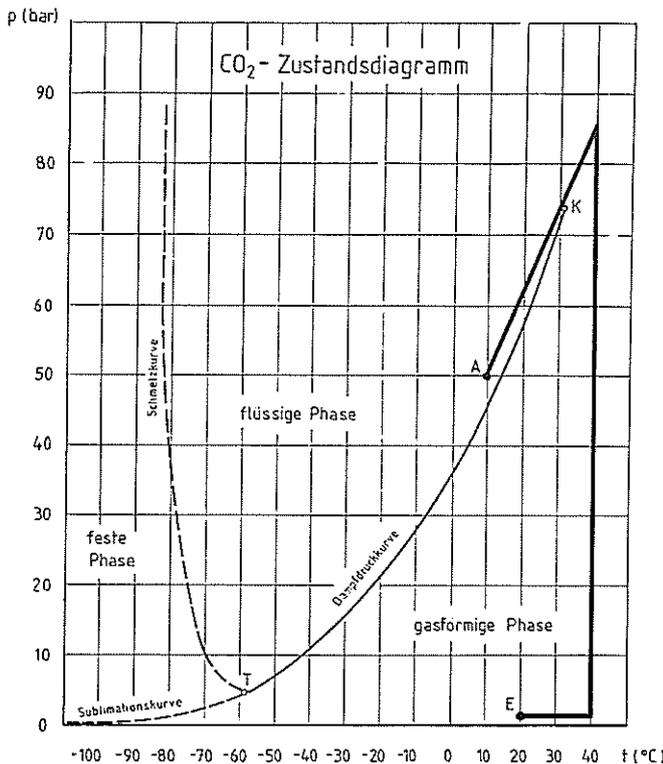


Fig. 1 Kritisch- Punkt- Trocknung

K kritischer Punkt $t = 31 \text{ }^\circ\text{C}$, $p = 73,8 \text{ bar}$
 A Ausgangspunkt des Trocknungsprozesses
 E Endpunkt der Trocknung

Für die Durchführung einer Kritisch-Punkt-Trocknung muss die Probe zuerst entsprechend vorbereitet werden. Sie wird auf übliche Weise chemisch fixiert, entwässert und dann gegebenenfalls über ein Intermedium in eine geeignete Übergangsflüssigkeit übergeführt. Als Übergangsflüssigkeit kommen Medien in Frage, deren kritische Werte für Temperatur und Druck, im Hinblick auf Vermeidung von Objektschädigungen bei der Trocknung, nicht zu hoch liegen. Dafür geeignet sind CO_2 , Freon 13 und N_2O .

Für die Trocknung wird das vorbereitete Präparat in die Proben-Druckkammer eingesetzt und das Entwässerungs- bzw. das Intermedium gegen die Übergangsflüssigkeit ausgetauscht. Um zu verhindern, dass die Übergangsflüssigkeit

beim Einströmen in die Druckkammer verdampft, muss die Temperatur der Kammer vorher entsprechend reduziert werden. Diese hängt vom Druck, unter dem die Übergangsflüssigkeit in der Vorratsflasche steht, ab und sollte für CO_2 bei einem Druck von z.B. 50 bar ca. $10 \text{ }^\circ\text{C}$, bei einem Druck von 40 bar ca. $0 \text{ }^\circ\text{C}$ sein, damit die Übergangsflüssigkeit (CO_2) durch Überschreiten der Dampfdruckkurve nicht in die gasförmige Phase übergeht (siehe CO_2 -Zustandsdiagramm Fig. 1).

Für die Trocknung der Probe wird die Druckkammer bzw. die Übergangsflüssigkeit erwärmt, was gleichzeitig in der Kammer zu einem Druckanstieg führt. Dabei wird der kritische Punkt der Übergangsflüssigkeit (für CO_2 $t = 31 \text{ }^\circ\text{C}$, $p = 73,8 \text{ bar}$) überschritten. Das flüssige Medium geht ohne Phasengrenze direkt von der flüssigen in die gasförmige Phase über, d.h. die Probe trocknet unter Vermeidung von objektschädigenden Oberflächenspannungen, wie sie bei der Lufttrocknung auftreten.

3. BESCHREIBUNG DES GERÄTES

3.1. Lieferumfang

Zum Lieferumfang des CPD 020 gehören:

- Gerätegehäuse mit eingebauter Proben- Druckkammer, Sicherheits-Berstmembran, Magnetventil für automatische Vorkühlung der Druckkammer, elektronisch stufenlos regelbare Heizung, getrennte Ein- und Ausgänge für Kühl- und Übergangsmedium, manuell bedienbare Absperrventile für Ein- und Auslass der Übergangsflüssigkeit, Feinregulierventil für dosierten Gasauslass, Magnetrührer, Manometer für Druckanzeige und Digital-Anzeige für die Temperatur der Proben-Druckkammer.

— Zubehörsatz

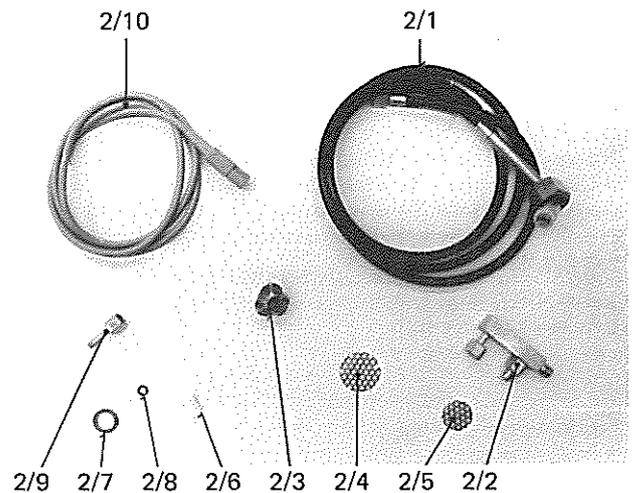


Fig. 2 Zubehörsatz

- 2/1 Anschluss-Schlauch für Gas-Druckflasche
- 2/2 Verteilerstück
- 2/3 Übergangsstück für Anschluss an Freonflasche
- 2/4 Einsatz-Lochscheibe $\phi 40 \text{ mm}$
- 2/5 Einsatz-Lochscheibe $\phi 30 \text{ mm}$
- 2/6 Magnetrührstäbchen
- 2/7 Flachdichtung für Übergangsstück Pos. 2/3
- 2/8 Flachdichtung für CO_2 -Anschluss
- 2/9 Schlauchtülle mit Anschlussmutter
- 2/10 Netzkabel

- Ersatzteilsatz mit Berstmembran, 2 Rundschnurringe für Druckkammer-Verschluss, 2 Feinsicherungen 1,25 AT
 2 Tastenlämpchen.

3.2. Geräte-Frontansicht

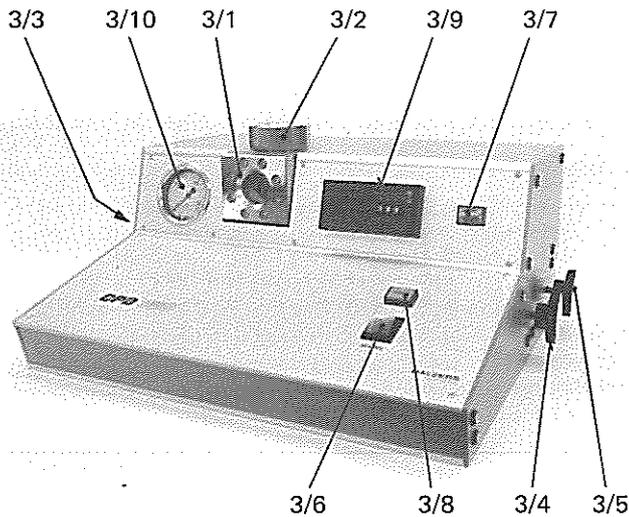


Fig. 3 CPD 020 Frontansicht

- 3/1 Proben-Druckkammer
- 3/2 Schraubverschluss für Druckkammer-Öffnung
- 3/3 Einlassventil für Übergangsflüssigkeit GAS IN
- 3/4 Auslassventil für Übergangsflüssigkeit GAS OUT
- 3/5 Regelventil für Gasauslass METERING VALVE
- 3/6 Hauptschalter MAINS
- 3/7 Drucktaste TEMP für Temperaturmess- und -regelung
- 3/8 Drucktaste STIRRER für Magnetrührer
- 3/9 Temperatur-Regler mit Istwert-Anzeige
- 3/10 Manometer für Druckanzeige

3.3. Proben-Druckkammer

Die Proben-Druckkammer dient zur Aufnahme der mit Präparaten beschickten Probenkörben bzw. Probenhaltern. Sie ist versehen mit einer mittels Schraubdeckel verschliessbaren Öffnung zum Einführen der Proben sowie einem Schauglas zur Kontrolle des Flüssigkeits-Niveaus. Die Probenkammer ist mit einer Kühlschlange und zwei Heizpatronen zur Einstellung einer gewünschten Temperatur ausgerüstet. Für die Messung der Temperatur ist ein Temperaturfühler eingebaut. Zur Durchmischung der Flüssigkeit in der Probenkammer für den Medien-Austausch ist ein Magnet-Rührsystem an die Probenkammer angebaut. Eine Berstmembran schützt die Probenkammer vor Überschreitung des zulässigen Druckes von ca. 150 bar.

3.4. Temperatur-Regler

Der Temperatur-Regler dient zur Einstellung und Regelung der gewünschten Prozess-Temperaturen. Die Wahl der Temperatur erfolgt mit den SET-Tasten Pos. 4/2, 4/3 und 4/4, die Anzeige der jeweiligen Ist-Temperatur digital am Display Pos. 4/1.

Das Potmeter Pos. 4/7 dient zur Justierung des Temperatur-Sollwertes. Es ist so eingestellt, dass die Heizung der Proben-Druckkammer ca. 5 °C vor Erreichen des Soll-Wertes abschaltet und sich der Regler durch Heizimpulse an die vorgewählte Temperatur herantastet. Damit wird ein Überschwingen der Soll-Temperatur weitgehend vermieden. Sollte es dennoch zu einem Überschwingen von mehr als 1 °C kommen, kann das Potmeter Pos. 4/7 vorsichtig im Uhrzeigersinn nachjustiert werden.

Mit dem Potmeter Pos. 4/8 wird die Küschwelle, d.h. die Einschaltung der Kühl-Impulse eingestellt. Diese Einstellung wurde im Werk vorgenommen und sollte nicht verändert werden. Deshalb wurde das Potmeter nach der Justierung versiegelt.

Das Aufleuchten der LED-Anzeige Pos. 4/5 zeigt die Kühl-Phase, das der LED-Anzeige Pos. 4/6 die Heiz-Phase des Reglers an.

Für die Entnahme des Temperatur-Reglers aus dem Kritisch-Punkt-Trocknungsgerätes dient der Montagegriff Pos. 4/9. Nach Lösen der Befestigungsschraube kann der Regler mit Hilfe dieses Montagegriffes aus dem Gerät herausgezogen werden.

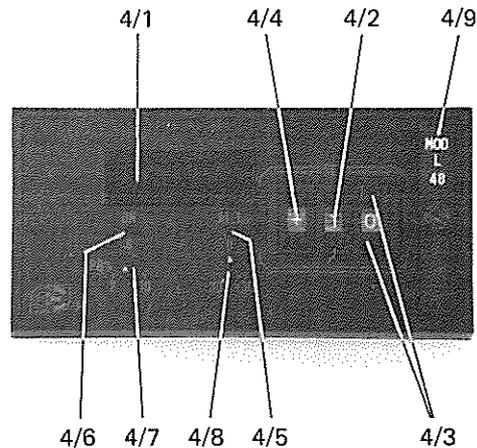


Fig. 4 Ansicht des Temperatur-Reglers

- 4/1 Ist-Wert Temperaturanzeige
- 4/2 Soll-Wert Temperaturanzeige
- 4/3 Temperatur-Wähltasten
- 4/4 Wähltaste für "+" und "-" Temperatur
- 4/5 LED-Anzeige für "Kühlen"
- 4/6 LED-Anzeige für "Heizen"
- 4/7 Potmeter für Sollwert-Justierung
- 4/8 Potmeter für Küschwelle-Einstellung
- 4/9 Montagegriff für Regler-Entnahme

3.5. Geräte-Rückansicht

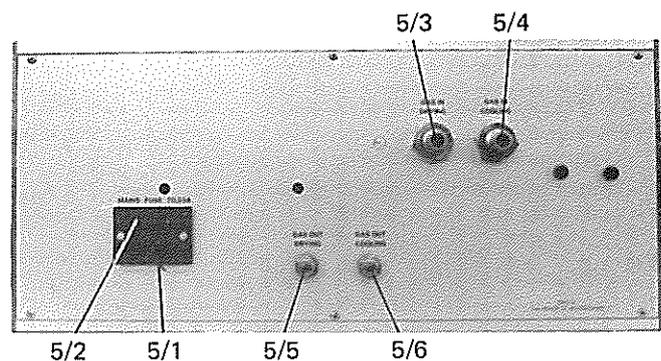


Fig. 5 CDP 020 Rückansicht

- 5/1 Geräte-Netzstecker
- 5/2 Hauptsicherungen 1,25 AT
- 5/3 Eingang für Übergangsflüssigkeit GAS IN DRYING
- 5/4 Eingang für Kühlmedium GAS IN COOLING
- 5/5 Ausgang für Übergangsflüssigkeit GAS OUT DRYING
- 5/6 Ausgang für Kühlmedium GAS OUT COOLING

4. TECHNISCHE DATEN

Abmessungen

Gerät:

Breite	465 mm
Tiefe	420 mm
Höhe	235 mm

Probenkammer:

Nutzraum mit Magnetrührer	ca. 52 cm ³
ohne Magnetrührer	ca. 57 cm ³
Abmessungen mit Magnetrührer	φ 40 mm
	Tiefe 36 mm
	φ 30 mm
	Tiefe 10 mm
ohne Magnetrührer zusätzlich	φ 26 mm
	Tiefe 10 mm

Gewicht 11kg

Anschlüsse

Elektrischer Anschluss:

Spannung (P + 0 + E)	220 V
Frequenz	50 Hz
Leistungsaufnahme	300 VA
Hauptsicherung	1,25 AT

Gas-Einlass:

Kühlmedium	M 12 x 1,5
Übergangsflüssigkeit	M 12 x 1,5
gemeinsamer Anschluss	M 12 x 1,5
Kühlwasser-Anschluss (Alternative)	φ 6 mm

Gas-Auslass:

Kühlmedium, Schlauchtülle	φ 6 mm
Übergangsmedium, Schlauchtülle	φ 6 mm

Zulässiger Druck

Sicherheits-Berstmembran	ca. 150 bar
--------------------------	-------------

5. INSTALLATION

5.1. Aufstellung des Gerätes

Der Kritisch-Punkt-Trockner CPD 020 kann ohne besondere Befestigung auf einem Labortisch aufgestellt werden. Es ist lediglich ein entsprechender Netzanschluss sowie ein Anschluss an die Gas-Druckflasche der Kühl- und der Übergangsflüssigkeit für den Trocknungsprozess vorzusehen.

Achtung: Die Gas-Druckflasche der Kühl- bzw. der Übergangsflüssigkeit ist zur Verhütung von Unfällen unbedingt gegen Umfallen zu sichern.

5.2. Anschluss der Kühlflüssigkeit

Bei Verwendung des gleichen Mediums für Kühlung und Trocknung (Übergangsflüssigkeit) ist das Verteilerstück Pos. 2/2 an die beiden Gas-Eingangsstutzen Pos. 5/3 und Pos. 5/4 auf der Geräte-Rückseite anzuschließen und dieses mit Hilfe des Anschluss-Schlauches Pos. 2/1 mit der Gas-Druckflasche zu verbinden. Bei Verwendung von Freon ist zusätzlich das Übergangsstück Pos. 2/3 zwischen Anschluss-Schlauch und Druckflasche einzusetzen.

Bei Verwendung von unterschiedlichen Medien für Kühlung und Trocknung ist der Gas-Eingangsstutzen GAS IN COOLING mit der Druckflasche des Kühlmediums (z.B. CO₂) und

der Gas-Eingangsstutzen GAS IN DRYING mit der Druckflasche des Trocknungsmediums (z.B. Freon 13) direkt zu verbinden. In diesem Falle kann der zusätzlich benötigt Anschluss-Schlauch unter der Bestell-Nr. BU 011 471 nachbestellt werden.

Falls die Temperatur des zur Verfügung stehenden Kühlwassers genügend tief ist, oder ein Umlauf-Kühlaggregat vorhanden ist, kann die Proben-Druckkammer auch mit Wasser gekühlt werden. Die dabei mindest notwendige Temperatur hängt von der Art des Trocknungsmediums bzw. dessen Druck in der Gas-Druckflasche ab. Für CO₂ wäre die notwendige Temperatur bei z.B. 50 bar ca. 10 °C (siehe Abschnitt 2 bzw. Zustandsdiagramm Fig. 1). Für den Anschluss des Kühlwasser-Schlauches ist die im Zubehörsatz befindliche Schlauchtülle Pos. 2/9 zu verwenden. Der benötigte Wasser-Druckschlauch (Innen-φ 6 mm) wird mit dem Gerät nicht mitgeliefert.

5.3. Anschluss der Übergangsflüssigkeit

Der Anschluss der Übergangsflüssigkeit erfolgt, wie vorstehend beschrieben, am Verteilerstück, sofern für Trocknung und Kühlung das gleiche Medium verwendet wird.

Bei Verwendung von unterschiedlichen Medien ist für die Übergangsflüssigkeit der Gas-Eingangsstutzen GAS IN DRYING mit der Druckflasche des Trocknungsmediums zu verbinden. Im Eingangsstutzen GAS IN DRYING ist ein Poralfilter Kl. 30 eingesetzt, der für eine eventuell notwendige Reinigung mit Hilfe eines Schraubenziehers leicht ausgebaut werden kann.

Wichtig: Für die einwandfreie Durchführung einer Kritisch-Punkt-Trocknung ist es unbedingt notwendig, für die Übergangs- bzw. Trocknungsflüssigkeit eine Gas-Druckflasche mit Steigrohr zu verwenden.

5.4. Stromanschluss

Für den Stromanschluss des CPD 020 befindet sich im Zubehörsatz ein 1,5 m langes Netz-Anschlusskabel (Pos. 2/10) mit auf das Gerät passender Apparate-Steckdose. Dieses ist mit einem den örtlichen Verhältnissen angepassten Netzstecker (P + 0 + E) zu versehen. Der geräteseitige Anschluss erfolgt auf den Geräte-Netzstecker Pos. 5/1 auf der Geräterückseite.

5.5. Magnetrührer

Das im Zubehörsatz mitgelieferte Magnetrührstäbchen Pos. 2/6 wird auf den Boden der Proben-Druckkammer aufgelegt.

5.6. Einsatz-Lochscheiben

Die Einsatz-Lochscheiben Pos. 2/4 und Pos. 2/5 dienen als Auflage für Präparate in der Proben-Druckkammer. Je nach Höhe der Proben bzw. der Probenkörbchen oder-halter wird die Lochscheibe vom Durchmesser 30 mm oder 40 mm verwendet und diese auf den unteren bzw. oberen Absatz aufgelegt.

6. INBETRIEBNAHME

Vor dem praktischen Einsatz des Gerätes, d.h. vor der Trocknung der ersten Präparate empfiehlt es sich, alle Funktionen zu überprüfen und damit die Handhabung des Gerätes kennenzulernen.

6.1. Vorbereitung des Gerätes

- Anschluss des Gerätes nach Abschnitt 5.2 bis 5.4.
- Alle drei Handventile Pos. 3/3, 3/4 und 3/5 schliessen (Drehrichtung im Uhrzeigersinn).
- Schraubdeckel des Proben-Druckbehälters Pos. 3/2 gut verschliessen.
- Absperrventil der Gas-Druckflasche(n) öffnen.
- Falls Wasserkühlung vorgesehen ist (siehe Abschnitt 5.2.) Wasserhahn öffnen bzw. Umlauf-Kühlaggregat einschalten.
- Taste MAINS drücken: Gerät ist eingeschaltet.

6.2. Kühlung der Proben-Druckkammer

- Gewünschte Temperatur am Temperatur-Regler Fig. 4 mittels Wähltasten Pos. 4/3 und Pos. 4/4 einstellen.
- Taste TEMP drücken: Temperatur-Regler ist eingeschaltet, die Temperatur des Proben-Druckbehälters wird angezeigt (Pos. 4/1), das Magnetventil in der Kühlmedien-Zuleitung öffnet, der Druckbehälter wird auf die vorgeählte Temperatur mit Hilfe der eingebauten Gegenheizung eingeregelt.

Hinweis: Um ein Überschwingen der eingestellten Temperatur und damit ein länger dauerndes Einpendeln auf die Soll-Temperatur zu vermeiden, wurde der Regler im Werk so eingestellt, dass er vor Erreichen der Soll-Temperatur die Heizung bzw. die Kühlung abschaltet und sich durch Heiz- oder Kühlpulse an den Soll-Wert herantastet. Die mit den beiden Potmetern Pos. 4/7 und Pos. 4/8 vorgenommene Einstellung sollte daher nicht verändert werden (siehe Abschnitt 3.4.).

6.3. Simulierung eines Trocknungsprozesses

- Einlassventil GAS IN Pos. 6/3 für Übergangs- bzw. Trocknungsflüssigkeit langsam öffnen (Drehrichtung im Gegen-Uhrzeigersinn): das Einströmen der Übergangsflüssigkeit in die Proben-Druckkammer kann durch das vordere Schauglas beobachtet werden.
- Nach erfolgter Füllung der Druckkammer Einlassventil schliessen.
- Regelventil METERING VALVE Pos. 6/5 für Gasauslass ganz öffnen.
- Auslassventil GAS OUT Pos. 6/4 öffnen bis Niveau der Übergangsflüssigkeit auf die Hälfte abgesunken ist. Dann Ventile Pos. 6/4 und 6/5 wieder schliessen.
- Füll- und Entleervorgang einige Male wiederholen, bis Umgang mit Bedienelementen vertraut ist.
- Vor dem Aufwärmen der Proben-Druckkammer soll diese bis zur Hälfte gefüllt sein. Dann alle Ventile schliessen.
- Temperatur-Regler einige Grade über den Wert der kritischen Temperatur der Übergangsflüssigkeit (für CO₂ ist diese 31 °C) einstellen: bei Verwendung von CO₂ z.B. auf 40 °C.
- Mit der Temperatur steigt auch der Druck in der Probenkammer. Dieser wird am Manometer Pos. 3/10 angezeigt.

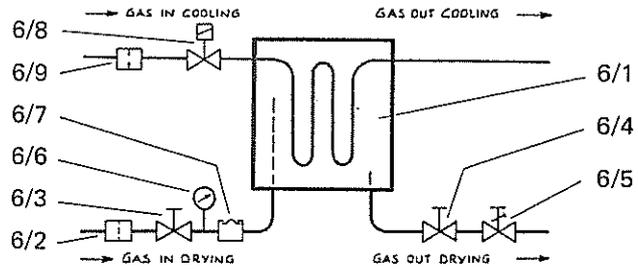


Fig. 6 Kreislauf-Schema für Kühl- und Übergangsmedium

- 6/1 Proben-Druckbehälter
- 6/2 Poral-Filter
- 6/3 Einlassventil für Übergangsflüssigkeit
- 6/4 Auslassventil für Übergangsflüssigkeit
- 6/5 Regelventil für Gasauslass
- 6/6 Manometer für Druckanzeige
- 6/7 Berstmembran
- 6/8 Magnetventil für Einlass des Kühlmediums
- 6/9 Einlass-Düse ϕ 0,3 mm

- Bei Erreichen der kritischen Temperatur und des kritischen Druckes (für CO₂ 73,8 bar) geht die Übergangsflüssigkeit ohne Phasengrenze von der flüssigen in die gasförmige Phase über. Dieser Wechsel des Aggregatzustandes kann durch das vordere Schauglas beobachtet werden.
- Für den Gas-Auslass wird zuerst das Ventil GAS OUT geöffnet.

- Durch vorsichtiges Öffnen des Regelventiles METERING VALVE wird das Gas langsam aus der Proben-Druckkammer abgelassen. Der Druckabbau auf Atmosphärendruck soll dabei bis zu 15 Minuten oder mehr dauern. Er kann durch einen am Gasausgang GAS OUT DRYING ange-schlossenen und in einen Wasserbehälter geführten Schlauch gut kontrolliert werden.

Wichtig: Bei zu raschem Auslassen des Gases kondensiert dieses durch die bei der Expansion eintretende Abkühlung desselben. Diese Kondensation zeigt sich deutlich durch eine Nebelbildung in der Probenkammer. Sie muss bei der Präparattrocknung unter allen Umständen vermieden werden.

- Nach Absinken des Druckes auf Atmosphärendruck (Kontrolle am Manometer) kann die Proben-Druckkammer geöffnet werden.
- Alle Ventile am Gerät und an der Gas-Druckflasche schliessen.
- Temperatur-Regler durch Druck auf Taste TEMP ausschalten.

6.4. Magnetrührer

- Magnetrührstäbchen in Proben-Druckkammer einlegen.
- Druck auf Taste STIRRER: das Magnetrührstäbchen, das zur besseren Durchmischung der Übergangsflüssigkeit mit dem Entwässerungs-Medium (Aceton) oder dem Intermedium (z.B. Amylacetat) dient, dreht sich.

7. DURCHFÜHRUNG EINER KRITISCH-PUNKT-TROCKNUNG

7.1. Vorbereitung der Präparate

Die Vorbereitung der Präparate für die Kritisch-Punkt-Trocknung ist gleich wie jene für die Ultramikrotomie, d.h. die Proben werden nach der Entnahme aus dem Organ oder dem Nährmedium in einer physiologischen Salzlösung gewaschen, mit einem geeigneten Medium chemisch fixiert, das Fixiermittel mit einer entsprechenden Pufferlösung ausgewaschen und anschliessend mit Aceton oder Aethanol entwässert.

In Fällen, wo sich das verwendete Entwässerungsmedium (Aceton oder Aethanol) mit der Übergangsflüssigkeit (CO₂ oder Freon 13) nicht mischt, muss dieses zuerst schrittweise in ein Intermedium (Amylacetat bzw. Freon 113) überführt werden.

7.2. Einsetzen der Präparate in die Proben-Druckkammer

- Vorbereitete Präparate in geeignete Probenhalter übertragen (siehe Abschnitt 10, ZUBEHÖR)
- Je nach Grösse der Probenhalter entsprechende Lochscheibe Pos. 2/4 oder Pos. 2/5 auswählen und in Probenkammer einlegen.
- Proben-Druckkammer mit der Flüssigkeit füllen (Aceton, Amylacetat oder Freon 113), in der sich die vorbereiteten Präparate befinden, u. zw. soweit, dass die Probenhalter nach dem Einsetzen sicher mit Flüssigkeit bedeckt sind.
- Probenhalter rasch in Druckkammer einsetzen.
- Schraubverschluss der Proben-Druckkammer gut verschliessen.

Wichtig: Während der Übertragung der Präparate in die Probenhalter sowie der Probenhalter in die Druckkammer müssen die Präparate immer benetzt sein. Bei Antrocknung der Proben werden diese wegen der dabei entstehenden Objektschädigung unbrauchbar.

7.3. Überführung in die Übergangsflüssigkeit

- Absperrventil der Gas-Druckflasche(n) öffnen (gegebenenfalls Wasserkühlung einschalten).
- Taste MAINS drücken.
- Proben-Druckkammer gemäss Abschnitt 6.2. vorkühlen.
- Nach Erreichen der Temperatur Einlassventil GAS IN Pos. 6/3 vorsichtig öffnen und Druckkammer mit Übergangsflüssigkeit füllen. Diese soll langsam einströmen, um präparatschädigende Turbulenzen zu vermeiden.
- Nach erfolgter Füllung Einlassventil schliessen.
- Taste STIRRER drücken: Magnetrührer ist eingeschaltet und durchmischt die beiden Medien intensiv (bei extrem empfindlichen Präparaten sollte zur Schonung der Probe der Magnetrührer zur Durchmischung der Medien nicht verwendet werden).
- Magnetrührer durch Druck auf Taste STIRRER abschalten. Zur Gewährleistung einer weiteren guten Durchmischung kann diese Abschaltung auch später erfolgen.
- Regelventil METERING VALVE Pos. 6/5 ganz öffnen.
- Auslassventil GAS OUT Pos. 6/4 ebenfalls zur Vermeidung von Turbulenzen vorsichtig öffnen und Flüssigkeit soweit ablassen, dass Probenhalter gerade noch bedeckt sind. Dann Ventile wieder schliessen.
- Einlassventil GAS IN Pos. 6/3 wieder öffnen und Proben-Druckkammer erneut mit Übergangsflüssigkeit füllen.
- Flüssigkeitsgemisch, wie vorstehend beschrieben, wieder ablassen.

- Dieser Vorgang ist so oft zu wiederholen bis die bei der Übertragung der Proben in die Druckkammer eingebrachte Flüssigkeit vollständig gegen die Übergangsflüssigkeit ausgetauscht ist. Da eine entsprechende Kontrolle nicht möglich ist, sollte dieser Austausch besser einmal zuviel als zuwenig (in der Regel fünf- bis zehnmal) vorgenommen werden.

7.4. Trocknung der Präparate

- Vor der Kritisch-Punkt-Trocknung soll die Proben-Druckkammer mindestens zur Hälfte mit Übergangsflüssigkeit gefüllt sein, sicher aber soweit, dass die Probenhalter damit bedeckt sind. Das Flüssigkeits-Niveau soll durch das vordere Schauglas noch sichtbar sein.
- Kontrollieren ob alle Ventile geschlossen sind.
- Temperatur-Regler einige Grade über den Wert der kritischen Temperatur einstellen, bei Verwendung von CO₂ zum Beispiel auf 40 °C.
- Mit der Temperatur steigt auch der Druck in der Probenkammer.
- Bei Erreichung der kritischen Temperatur und des kritischen Druckes geht die Übergangsflüssigkeit in die Gasphase über: die Proben trocknen. Um sicher zu sein, dass der kritische Punkt überschritten ist, sollen sowohl Temperatur als auch Druck deutlich über den kritischen Werten liegen und zwar:
 - für CO₂ bei ca. 40 °C (kritische Temperatur 31 °C) und ca. 85 bar (kritischer Druck 73,8 bar)
 - für Freon 13 bei ca. 40 °C (kritische Temperatur 28,9 °C) und ca. 50 bar (kritischer Druck 39,8 bar).Diese Werte sind an den entsprechenden Anzeigeinstrumenten zu kontrollieren.
- Für den Gasauslass zuerst das Ventil GAS OUT Pos. 6/4 ganz öffnen, dann das Gas durch vorsichtiges Öffnen des Regelventiles METERING VALVE Pos. 6/5 langsam, fein dosiert, aus der Proben-Druckkammer ablassen (siehe dazu Hinweise in Abschnitt 6.3).
- Nach Erreichen des Atmosphärendruckes (Kontrolle am Manometer) kann die Druckkammer geöffnet und dieser die trockenen Proben entnommen werden.
- Alle Ventile am Gerät und an der Gasdruckflasche schliessen. Temperatur-Regler durch Druck auf Taste TEMP aus- und Gerät mit Taste MAINS abschalten.

Hinweis: Da die trockenen Präparate sehr hygroskopisch sind, müssen sie möglichst umgehend mit einem dünnen Metall- oder Kohlefilm beschichtet werden, um sie gegen die Aufnahme von Luftfeuchtigkeit zu schützen. Sollte dies nicht möglich sein, empfiehlt es sich, diese in einem möglichst evakuierbaren Exsikkator aufzubewahren.

Für weitere Hinweise betreffend die Theorie der Kritisch-Punkt-Trocknung, deren praktische Durchführung sowie mögliche Artefakt-Quellen verweisen wir auf den BALZERS UNION-Fachbericht BU 800 108 DD: "Die Kritisch-Punkt-Trocknung".

Entnahme der Probe	waschen	chemisch fixieren	waschen	entwässern	überführen in Intermedium	Übergangsflüssigkeit	trocknen
--------------------	---------	-------------------	---------	------------	---------------------------	----------------------	----------

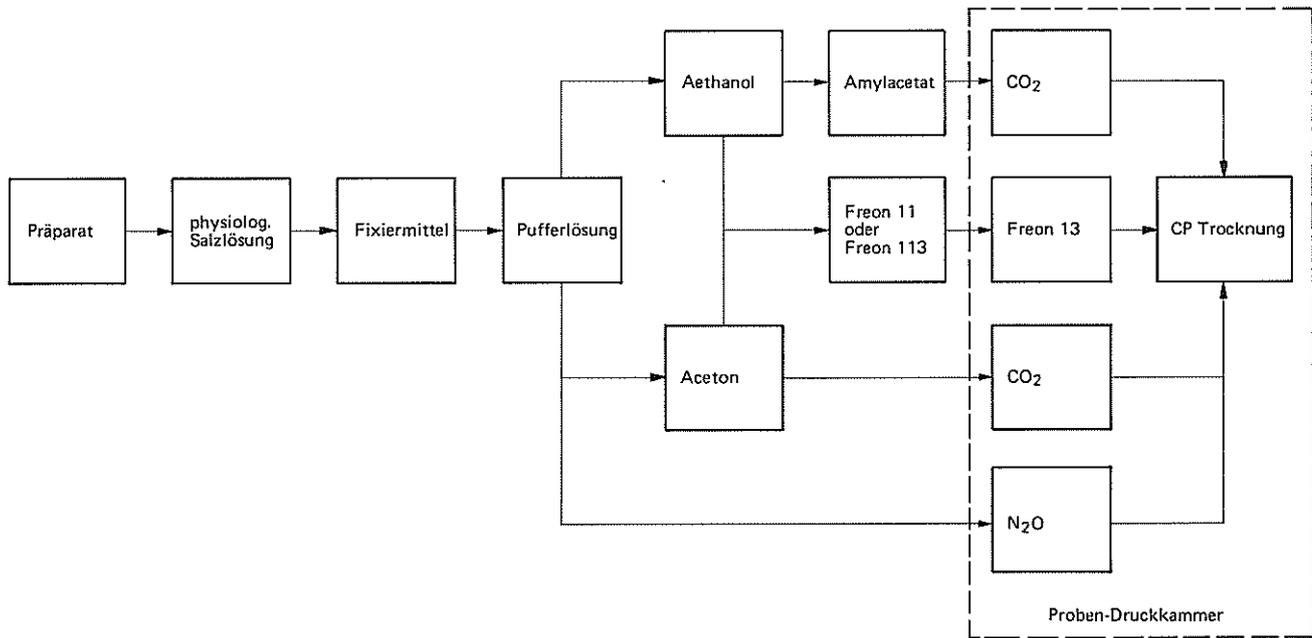


Fig. 7 Präparationsablauf für verschiedene Übergangsflüssigkeiten

8. WARTUNG

Der Kristisch-Punkt-Trockner CPD 020 arbeitet praktisch wartungsfrei. Es ist lediglich die Dichtung des Schraubverschlusses der Proben-Druckkammer gelegentlich zu kontrollieren und gegebenenfalls zu ersetzen sowie der Filter im Eingang für die Übergangsflüssigkeit GAS IN DRYING zu reinigen.

9. STÖRUNGEN UND DEREN BEHEBUNG

9.1 Platzen der Berstmembran

Bei Überschreitung des zulässigen Druckes in der Proben-Druckkammer platzt die aus Sicherheitsgründen eingebaute Berstmembran (Berstdruck ca. 150 bar).

Gründe dafür können sein:

- Zu hoch eingestellte Temperatur der Probenkammer.
- Einfüllen einer zu grossen Menge Übergangsflüssigkeit. Das Flüssigkeits-Niveau sollte durch das vordere Schauglas gerade noch sichtbar sein.

Für den Austausch der Berstmembran wird die Bodenplatte des Gerätes abgenommen, der Halter der Berstmembran Pos. 8/1 herausgeschraubt und die darin eingelegte Berstmembran durch eine neue Membran ersetzt. Diese ist so einzulegen, dass die rote Seite nach aussen zeigt. Anschliessend Membranhalter ohne Werkzeug von Hand so fest als möglich einschrauben und dann mit einem Schraubenschlüssel (SW 14) um ca. 90° nachziehen.

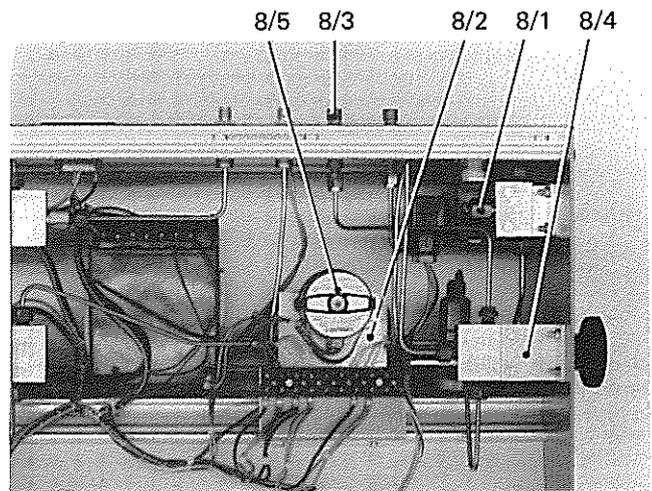


Fig. 8 Ansicht des Gerätes von unten mit abgenommener Bodenplatte

- 8/1 Berstmembran-Halter
- 8/2 Heizpatronen
- 8/3 Gaseingangsfiter
- 8/4 Gaseinlassventil
- 8/5 Antriebsmotor für Magnetrührwerk

9.2 Kein Druck in Probenkammer

Wird in der Probenkammer der notwendige Druck (siehe Abschnitt 7.4) nicht erreicht, so ist eine Kritisch-Punkt-Trocknung der Präparate nicht möglich. Gründe dafür können sein:

- Schraubdeckel der Proben-Druckkammer nicht genügend gut verschlossen:
Schraubdeckel fest anziehen.

- Dichtung des Schraubdeckels defekt:
Defekte Dichtung gegen eine neue austauschen.
- Heizung der Probenkammer nicht eingeschaltet, bzw. notwendige Temperatur (siehe Abschnitt 7.4.) nicht eingestellt:
Proben-Druckkammer auf die notwendige Temperatur aufwärmen.
- In den Probenkammer-Block eingesetzte Heizpatronen defekt:
Defekte Heizpatrone Pos. 8/2 austauschen. Dazu ist zuerst der Motor Pos. 8/5 des Magnetrührwerkes abzubauen (zwei Befestigungsschrauben), die darunterliegende Montageplatte zu entfernen (vier Befestigungsschrauben) und die beiden vorderen Isolatoren herauszuschrauben. Anschliessend können die Heizpatronen herausgezogen werden. Vor dem Einsetzen der neuen Heizpatronen sind diese mit Wärmeleitpaste zu beschichten.

9.3. Keine Übergangsflüssigkeit in Probenkammer

Ist vor der Trocknung keine Übergangsflüssigkeit in der Proben-Druckkammer, d.h. trotz offenem Gaseinlass-Ventil kein Flüssigkeits-Niveau sichtbar, so ist eine Kritisch-Punkt-Trocknung der Präparate nicht möglich. Gründe dafür können sein:

- Temperatur der Proben-Druckkammer nicht genügend tief, so dass die Übergangsflüssigkeit beim Eintritt in die Kammer verdampft:
Proben-Druckkammer auf die notwendige Temperatur abkühlen (siehe Fig. 1)
- Absperrventil der Gasflasche (z.B. CO₂) nicht geöffnet:
Absperrventil der Gasflasche öffnen.
- Gasflasche ohne Steigrohr angeschlossen, so dass nur gasförmiges CO₂ aus der Flasche entnommen werden kann:
Gasflasche mit Steigrohr verwenden.
- Filter am Eingang für die Übergangsflüssigkeit verstopft:
Filter herauszuschrauben und reinigen bzw. durch einen neuen ersetzen.

9.4. Kein Medien-Austausch möglich

Die mit den Präparaten in die Proben-Druckkammer eingebrachte Flüssigkeit (Entwässerungsflüssigkeit oder Intermedium) muss vor der Trocknung gegen eine Übergangsflüssigkeit ausgetauscht werden. Ist der Einlass dieser Übergangsflüssigkeit (z.B. CO₂) in die Probenkammer nicht möglich, kann keine Kritisch-Punkt-Trocknung stattfinden. Gründe dafür können sein:

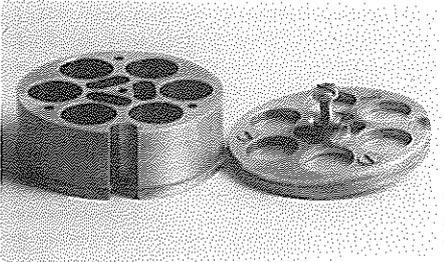
- Zuleitung, Filter oder Ventil durch Verunreinigungen oder Eis verstopft:
Zuleitung und Ventil Pos. 8/4 mit Pressluft durchblasen, gegebenenfalls demontieren und reinigen; Filter Pos. 8/3 aus Eingang für Übergangsflüssigkeit ausbauen, diesen reinigen oder austauschen.
- Temperatur der Proben-Druckkammer zu hoch:
Proben-Druckkammer auf die notwendige Temperatur abkühlen.

10. ZUBEHÖR

Als Zubehör für den Kritisch-Punkt-Trockner CPD 020 sind eine Anzahl verschiedener Probenhalter bzw. Probenkörbchen lieferbar, die den zur Trocknung vorgesehenen Präparaten angepasst werden können.

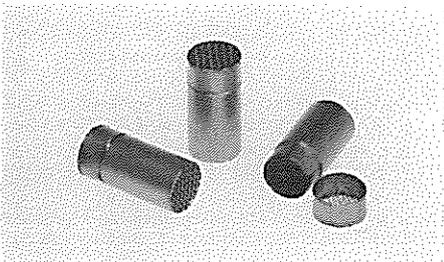
– **Präparatkorb, Bestell-Nr. BU 011 127 -T,**

mit sechs markierten Kammern, ϕ 10 mm und drei Kammern 4 x 9 mm, zum Trocknen von bis zu 9 verschiedenen Präparaten. Alle Probenkammern sind mit einem, mit Gaze versehenen Deckel gemeinsam verschliessbar. Für spezielle Anwendungsfälle kann diese Gaze durch ein feines Drahtgeflecht, oder z.B. für Suspensionen durch Filterpapier ersetzt werden.



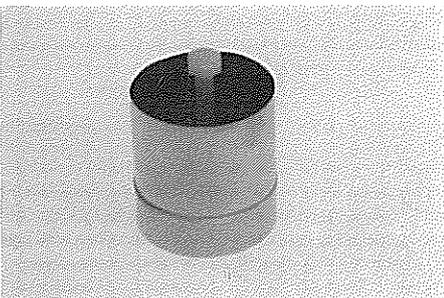
– **Probenkörbchen, Bestell-Nr. BU 011 126 -T,**

mit aufsteckbarem Deckel aus feinmaschigem Drahtgeflecht. Geeignet zur Trocknung von Gewebe-Präparaten.



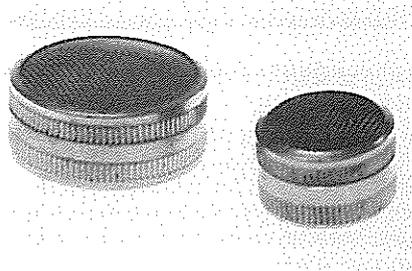
– **Übergangsprobenhalter, Bestell-Nr. BU 011 121 -T,**

zum Überführen der Proben in die Proben-Druckkammer des Kritisch-Punkt-Trockners. Mit Entleer-Mechanismus. Zur Aufnahme von bis zu fünf Probenkörbchen BU 011 126 -T.



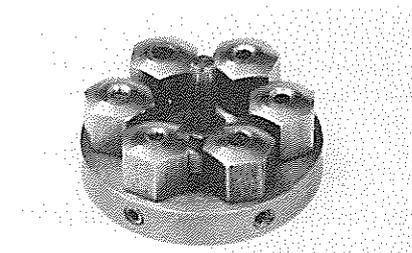
– **Probenkörbchen, Bestell-Nr. B 8010 170 37,**

aus nichtrostendem Stahl, mit verschraubbarem Deckel aus feinmaschigem Drahtgeflecht, ϕ 16 mm, Höhe 12 mm bzw. ϕ 23 mm, Höhe 12 mm (Bestell-Nr. B 8010 170 38)



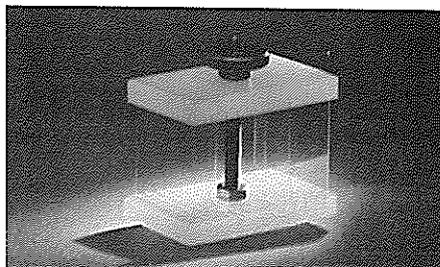
– **Probenhalter, Bestell-Nr. BU 011 122 -T,**

für 6 Trägernetzchen ϕ 2,3 mm bzw. für 6 Trägernetzchen ϕ 3 mm (BU 011 123 -T). Geeignet zur Trocknung von auf befilmte Objektträgernetzchen aufgebrauchte Zell-suspensionen.



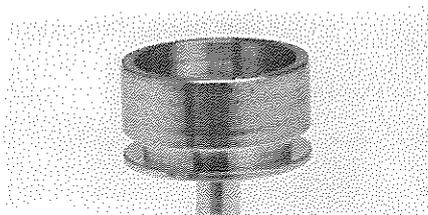
– **Probenhalter, Bestell-Nr. BU 011 124 -T,**

für Deckgläser verschiedener Grössen. Deckplatte in der Höhe verstellbar. Geeignet zur Trocknung von Zellkulturen.

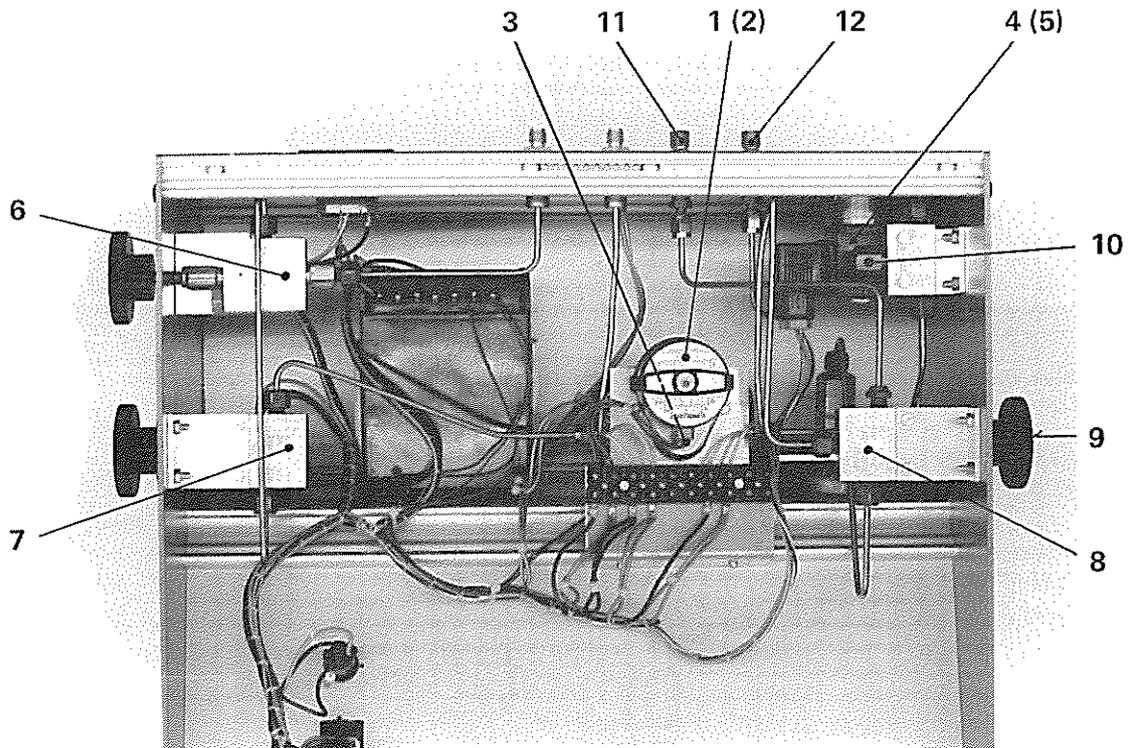


– **Probenhalter, Bestell-Nr. BU 011 125 -T,**

für Suspensionen, passend zu Cambridge-, Etec-, Philips- und ZEISS-Rastermikroskopen.



	Description Teil	Item Pos.	Order No. Bestell-Nr.	S	Reference Bemerkungen
1	Gear motor / Getriebemotor, 220 V, 50 Hz	1	B 8010 119 35		
1	Gear motor / Getriebemotor, 115 V, 60 Hz	2	B 8010 116 87		
1	Magnet	3	B 8010 114 66		
1	Solenoid valve / Magnetventil, 220 V, 50 Hz	4	B 8010 119 51		
1	Coil for Solenoid valve / Spule zu Magnetv., 115 V, 60 Hz	5	B 8010 116 88		
1	Valve / Ventil, LPMV 26 V	6	B 8010 119 75		
1	Valve / Ventil, LPV 21 V	7	B 8010 119 76		
1	Valve / Ventil, LPV 23 R	8	B 8010 119 77		
3	Round handle for valve / Rundgriff zu Ventil	9	B 8010 114 62		
1	Bursting membrane / Berstmembran, ϕ 7, 150 bar	10	BU 011 980		
1	Poral filter / Poralfilter	11	BU 011 546 AR		
1	Throttle / Drossel	12	BU 011 915		



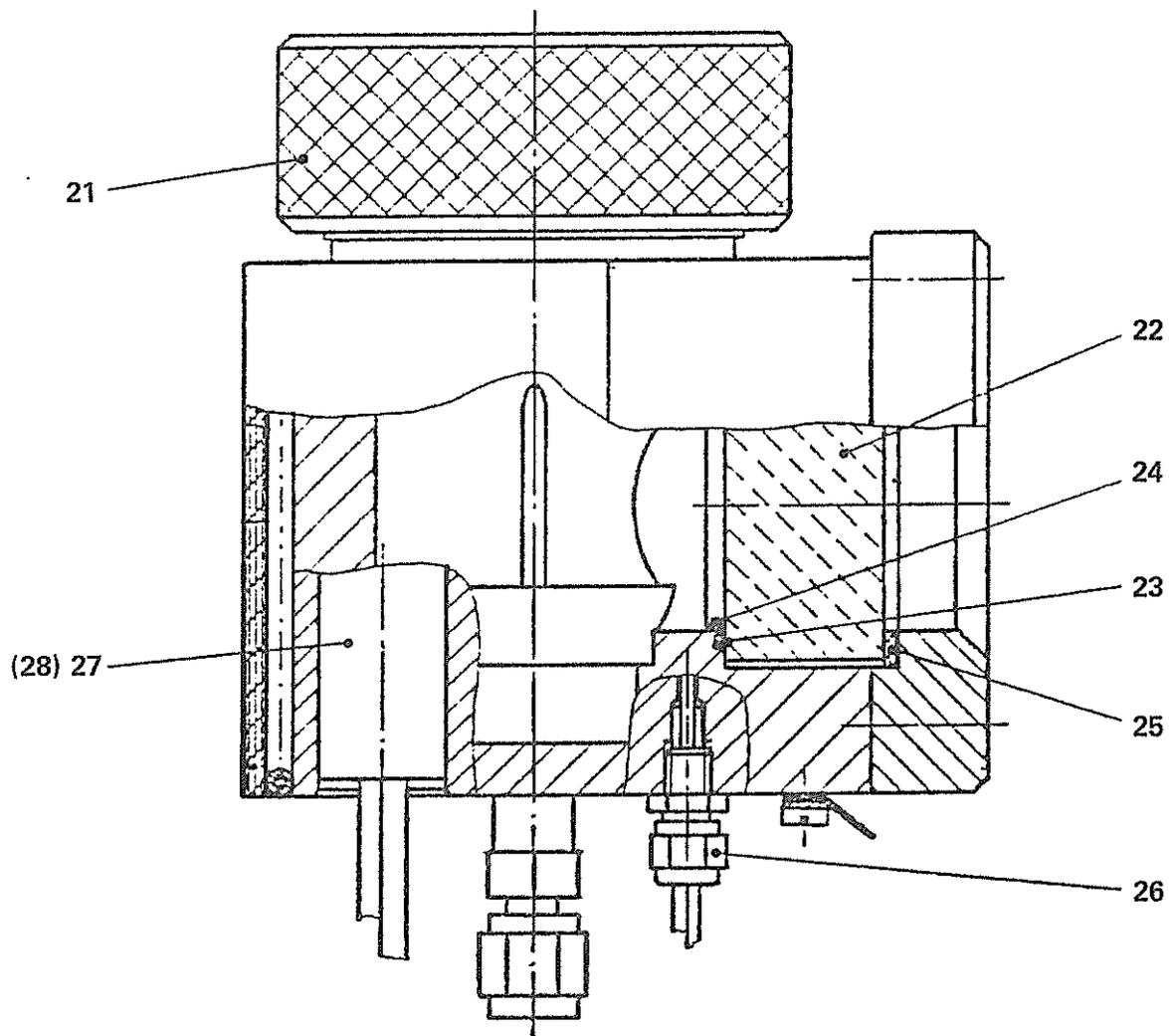
Spare Parts for / Ersatzteile zu

Housing / Gehäuse CPD 020

BALZERS

BU 800 113 E/1

	Description Teil	Item Pos.	Order No. Bestell-Nr.	S	Reference Bemerkungen
1	Cover comp. / Deckel kpl.	21	BU 011 457 -T		
1	Sight glass / Schauglas, ϕ 40 x 20 mm	22	B 8010 119 17		
1	Seal / Dichtung	23	BU 011 799		
1	Support ring / Stützring	24	BU 011 798		
1	Thrust washer / Druckscheibe	25	BU 011 912		
1	PT 100 sensor / PT 100 Fühler, W20 / 400	26	B 8010 115 63		
2	Heating cartridge / Heizpatrone, 60 W, 220 V	27	B 5170 052 GZ		
2	Heating cartridge / Heizpatrone, 60 W, 115 V	28	B 8010 116 89		



Spare Parts for / Ersatzteile zu

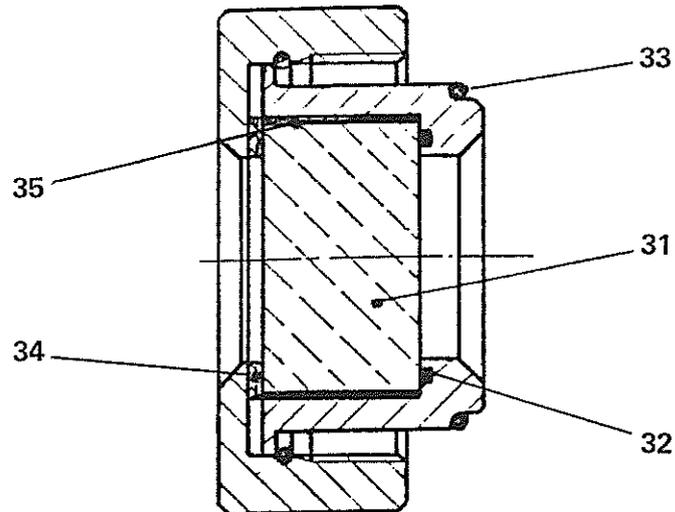
Pressure container comp. / Druckbehälter kpl.

BU 011 914 -T

BALZERS

BU 800 113 E/2

	Description Teil	Item Pos.	Order No. Bestell-Nr.	S	Reference Bemerkungen
1	Sight glass / Schauglas, ϕ 34,5 x 20 mm	31	B 8010 114 58		
1	Seal / Dichtung, ϕ 28,3 x 1,78 mm	32	B 8010 114 74		
1	Seal / Dichtung, ϕ 37,82 x 1,78 mm	33	B 8010 114 75		
1	Thrust washer / Druckscheibe	34	BU 011 405		
1	Heat shrink tubing / Schrumpfschlauch, 20 mm	35	B 4616 740 AA		



Spare Parts for / Ersatzteile zu

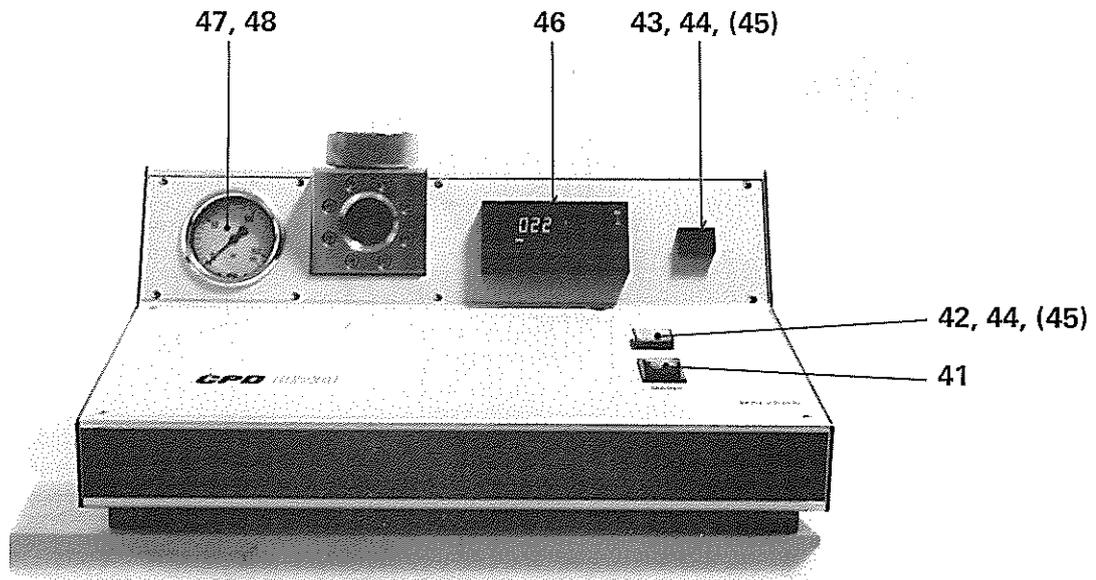
BALZERS

Cover comp. / Deckel kp.

BU 011 457 -T

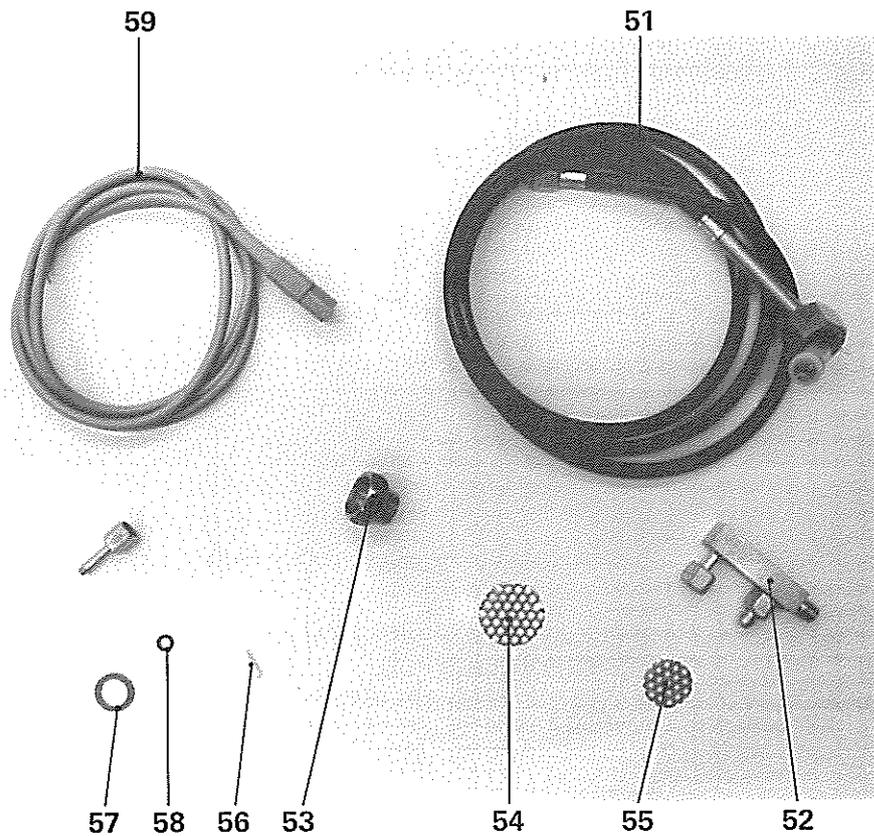
BU 800 113 E/3

	Description Teil	Item Pos.	Order No. Bestell-Nr.	S	Reference Bemerkungen
1	Switch / Wippschalter "MAINS"	41	B 8010 078 75		
1	Pressure switch / Druckschalter "STIRRER"	42	BU 011 937		
1	Pressure switch / Druckschalter "TEMP"	43	BU 011 924		
2	Wire-wound resistor / Drahtwiderstand, 5 W, 12 k Ω	44	B 4836 412 VB		for / für 220 V
2	Wire-wound resistor / Drahtwiderstand, 4 W, 3,9 k Ω	45	B 4836 339 VC		for / for 115 V
1	Temperature regulator / Temperatur-Regler	46	BU 011 969		
1	Pressure gauge / Manometer, 0 – 160 bar	47	B 8010 115 57		
1	CU-Seal / CU-Dichtung, 1/4"	48	B 8010 115 58		



Spare Parts for / Ersatzteile zu Front panel / Frontplatte	BU 011 940 -T BU 011 941 -T	BALZERS
		BU 800 113 E/4

	Description Teil	Item Pos.	Order No. Bestell-Nr.	S	Reference Bemerkungen
1	Connection hose / Anschluss-Schlauch	51	BU 011 471		
1	Distributor / Verteilerstück	52	BU 011 579 -X		
1	Adapter / Übergangsstück	53	B 8010 114 73		
1	Perforated disc / Einsatz-Lochscheibe, ϕ 40 mm	54	BU 011 617		
1	Perforated disc / Einsatz-Lochscheibe, ϕ 30 mm	55	BU 011 618		
1	Magnetic stirrer / Magnetrührstäbchen	56	B 8010 114 76		
1	Seal disc / Flachdichtung, ϕ 24/17 x 2,4 mm	57	BU 011 898		for item/für Pos. 3
1	Seal disc / Flachdichtung, ϕ 10/6,5 x 2 mm	58	BU 011 646		for item/für Pos. 1
1	Mains cable / Netzkabel	59	B 8010 076 20		
2	Fuse / Feinsicherung, 1,25 AT		B 4666 438		
2	Push button bulb / Tastenlämpchen, 60 V, 0,48 W		B 8010 078 80		



Spare Parts for / Ersatzteile zu

BALZERS

Accessory set / Zubehörsatz

BU 011 961 -T

BU 800 113 E/5

