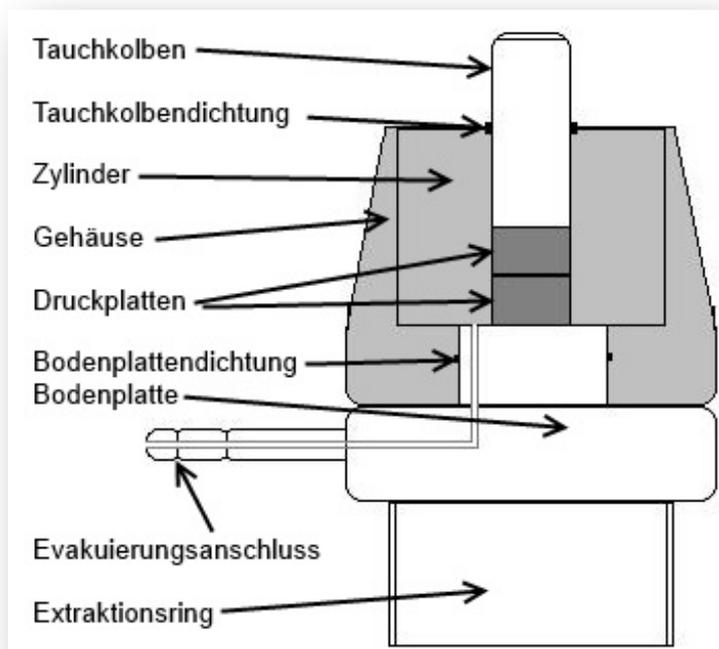


## 5 mm – 16 mm evakuierbare KBr-Presswerkzeuge

- Gebrauchsanweisung
- Presswerkzeuge mit Wassermantel
- Druckplatten - Materialbeschreibung
- KBr – allgemeine Informationen und Vorbereitung der Disk (Pressling) für die IR-Spektrophotometrie

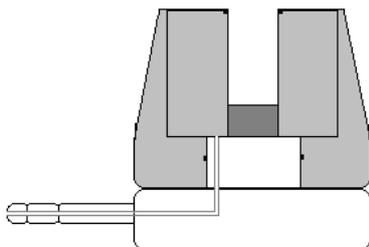
### Gebrauchsanweisung:



Übersicht der Bauteile

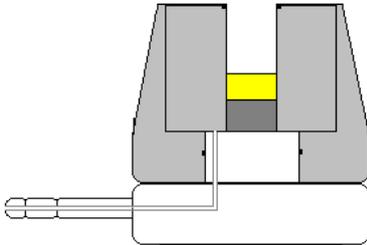
### Schritt 1

Legen Sie eine Druckplatte mit der optisch-politierten Fläche nach oben zeigend in den Zylinder.



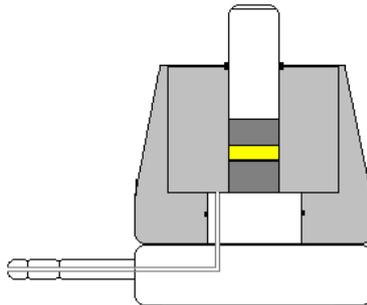
*Schritt 2*

Bereiten Sie Ihre Probe vor und geben Sie diese mit Hilfe eines Papiertrichters oder eines Spatels in den Zylinder hinein. Benutzen Sie den Tauchkolben, um die Probe gleichmäßig über die Druckplatte zu verteilen.



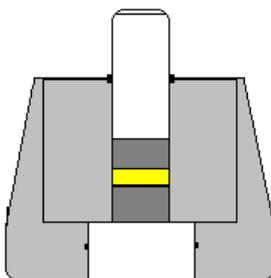
*Schritt 3*

Geben Sie die zweite Druckplatte mit der optisch-poliereten Fläche nach unten zeigend in den Zylinder hinein, gefolgt von dem Tauchkolben mit O-Ring. Nun stellen Sie das beladene Presswerkzeug in die [Laborpresse](#), verbinden eine [Vakuumpumpe](#) mit dem Evakuierungsanschluss und evakuieren die Probe für zwei bis drei Minuten. Während die Probe evakuiert wird – und unter Beachtung des maximalen Drucks Ihres Presswerkzeugs – fangen Sie an, mit der Presse Druck auf den Tauchkolben zu erzeugen.



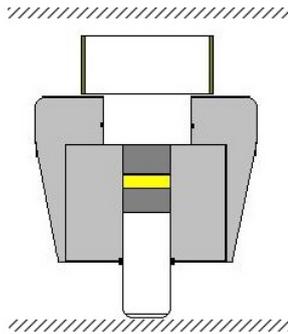
*Schritt 4*

Nach Beenden des Druckvorgangs, unterbrechen Sie die Vakuumerzeugung und entfernen die Bodenplatte samt Vakuumanschluss von Ihrem Presswerkzeug.



*Schritt 5*

Stellen Sie das Presswerkzeug auf den Kopf, so dass der Tauchkolben auf der unteren Platte Ihrer Laborpresse aufliegt. Platzieren Sie den Extraktionsring zwischen dem Gehäuseboden und der oberen Platte der Laborpresse. Mit leichtem Druck werden die Druckplatte und der Pressling aus dem Zylinder herausgedrückt.



*Schritt 6*

Falls gewünscht, setzen Sie den Pressling in eine [Halteung](#) – diese sind für alle Standardgrößen erhältlich.



*Schritt 7*

Alle Bauteile, die Kontakt zu Ihrer Probe hatten, sorgfältig reinigen.

**Presswerkzeuge mit Wassermantel:**

Der Wassermantel ermöglicht die Erwärmung (oder Kühlung) von unter Druck stehenden festen Proben, wenn die Umstände die Verwendung einer elektrischen Heizung nicht zulassen.

Mittels eines zirkulierenden Wasserbades oder einer Pumpe wird kochendes Wasser durch einen der Anschlüsse in den Mantel eingelassen, wo es dann zirkuliert bevor es über den anderen Anschluss austritt. (Der dritte Anschluss, unten im Foto, ist der Vakuumananschluss in der Bodenplatte des Presswerkzeugs). Bei Verwendung kochenden Wassers, kann der Korpus des Presswerkzeugs ~80 to 100 °C erreichen! Bitte tragen Sie entsprechende Schutzhandschuhe gegen thermische Risiken.



## **Druckplatten - Materialbeschreibung:**

Die in Lab-Club® angebotenen Presswerkzeuge sind mit Druckplatten aus SS-440C Stahl ausgestattet, die einen Chromgehalt von 18% aufweisen und auf ca. 60 Rockwell gehärtet sind.

Wir bieten auch Wolframkarbid Druckplatten, die 5% Kobalt enthalten. Diese sind ca. 10 Mal härter als die SS-440C Druckplatten. Bitte [kontaktieren](#) Sie uns für Preise und Lieferzeiten.

Beachten Sie bitte, dass die Härte der Probe nicht ausschlaggebend ist bei der Wahl des Druckplattenmaterials. Vielmehr ist es die Abriebfähigkeit, denn mehrfache Verarbeitung von hochabrasiven Medien kann die optisch-poliereten Flächen der Druckplatten und auch die Innenwand des Zylinders verschrammen.

## **KBr – allgemeine Information und Vorbereitung der Disk für IR-Spektrophotometrie:**

Eine feingemahlene Mischung, bestehend aus ca. 1% festen Probematerials in KBr, wird mittels einer hydraulischen Presse zu einer transparenten Disk geformt.

Jeder Feststoff, der sich zu einem feinen Pulver reduzieren lässt und nicht mit KBr reagiert, kann mit dieser Methode untersucht werden. Neben kristallinen Materialien können auch gummiartige oder Kunststoffproben mit KBr gemahlen werden.

### **Allgemeine Bemerkungen zu KBr:**

- Normales Labor-Grade KBr enthält in der Regel  $\text{KNO}_3$ , das Störpeaks verursacht. Daher, nicht benutzen.
- [Spektrophotometrisch-Grade KBr](#) ist absolut transparent für Infrarotstrahlung; ist aber *hygroskopisch*. Absorbierte Feuchtigkeit verursacht breite Wasserabsorptionsbande in der Nähe von  $3.333 \text{ cm}^{-1}$  und  $1.640 \text{ cm}^{-1}$ . Feuchtes KBr-Pulver erkennt man gleich daran, dass es klumpt.
- Um Beeinträchtigungen durch Feuchtigkeit zu vermeiden, trocknen Sie das KBr über Nacht bei ca.  $110 \text{ }^\circ\text{C}$  in einem Ofen. Anschließend bewahren Sie es in einem Exsikkator auf.
- Die Partikelgröße der gemahlene Probe beeinflusst die optischen Eigenschaften von KBr-Disks. Große Kristalle verursachen opake Flecken, während zu feine Partikelchen leicht Wasser aufnehmen und auch zum Ablättern der Disk führen kann.
- Die gleichmäßige Verteilung der Probe in der KBr-Matrix ist unerlässlich für gute Ergebnisse.
- Eine transparente Disk ist ideal, eine durchscheinende wird funktionieren, eine opake ist nutzlos.

### **Vorgehensweise:**

1. Wiegen Sie genau 1,5 mg (0,0015 g) der trockenen, feinverteilten Probe in einen sauberen [Achatmörser](#) hinein. Verwenden Sie hierfür eine analytische Waage mit vier Nachkommastellen.
2. Geben Sie nun 200 mg (0,20 g) des getrockneten spektrophotometrisch-Grade KBr dazu. Falls Sie ein Wägeschiffchen aus Polystyren verwenden, achten Sie darauf, dass davon nichts abgeschabt wird – Polystyren ist nämlich stark IR-absorbierend.
3. Mit einem sauberen Stößel, mahlen und mischen Sie die beiden Stoffe gründlich und energisch so lange bis ein sehr feines Pulver entsteht – es soll gleichzeitig glänzend und verkrustet aussehen. Bedenken Sie, dass die Mischung hygroskopische ist - arbeiten Sie schnell und atmen Sie die Mischung nicht an.
4. Die Mischung kann nun in das Presswerkzeug eingefüllt werden.