

Parr No. 4635M

## **Bedienungsanleitung für Zellaufschlussgefäße**

**(Nur zur Verwendung zusammen mit den Englischsprachigen Operation Instructions No. 4635M, da dort zusätzlich Abbildungen mit Teilebezeichnungen und Teilleisten enthalten sind.)**

### **ZUSAMMENFASSUNG**

Diese Anleitung enthält die wesentlichen Schritte, die beim Gebrauch der Parr-Zellaufschlussgefäße zu beachten sind. In dem Verkaufskatalog Cell disruption Bombs (Nr. 4635) stehen weitere Hinweise und auch eine Reihe von Referenzen zu technischer Literatur über weitere Anwendungsmethoden dieser Gefäße. Bezüglich der Ersatzteillisten verweisen wir auf die Englischsprachigen Operation Instructions, dort sind diese für die Größen 45 ml, 920 ml und 1.850 ml zu finden, die Listen für 1- und 2- Gallonen (3,785 und 7,57 Lit.) Größen erhalten Sie über uns.

### **TEMPERATUR- UND DRUCKGRENZEN**

Die Parr-Zellaufschlussgefäße sind ausgelegt für den Gebrauch bei oder nahe Raumtemperatur zur Präparation von Zell-Suspensionen mittels der Stickstoff-Aufschlussmethode. Der Arbeitsdruck in diesem Gefäß sollte gut 150 bar niemals überschreiten. Dies entspricht dem maximalen Druck, den man aus einem vollen Stickstofftank erreichen kann. Sollten sich unerwarteterweise höhere Drücke ergeben, sind die 920 ml- und die größeren Gefäße durch eine Sicherheits-Berstscheibe geschützt, die bei ungefähr 207 bar birst. Dieser Wert liegt weit unterhalb des Druckes, bei dem Teile dieses Gefäßes beschädigt würden. Der maximale Arbeitsdruck von 152 bar ist absichtlich unterhalb der 208 bar-Grenze des Druck-Manometers und der Berstscheibe gewählt, da das Manometer am besten funktioniert, wenn es unter seiner Höchstgrenze arbeitet und eine Standard-Berstscheibe am zuverlässigsten ist, wenn sie bei normalem Betrieb zu nicht mehr als 70% ihres Berstwertes belastet wird.

Diese Gefäße sind für eine Anwendung in einem offenen Labor geeignet. Platz beanspruchende Verschluss- oder Haltevorrichtungen und Schutzschilde, die normalerweise für Hochdruck-Reaktoren erforderlich sind, werden nicht benötigt. Bei den normalen Zellaufschluss-Verfahren birgt die nicht-reaktive Gefäßladung keine ernsthaften Explosions- oder Abgas-Gefahren. Wenn diese Gefäße aber für andere Anwendungen als Zellaufschluss mit Stickstoff verwandt werden sollen, muss der Benutzer sorgsam alle die Faktoren und Risiken beachten, die mit der Arbeitssicherheit verbunden sind, z.B. Dampf- und Abgas-Gefahren, Korrosions-Probleme und die eventuelle Notwendigkeit einer Schutz-Absperrung.

### **ÖFFNEN UND VERSCHLIESSEN DER GEFÄßE**

#### **Art.Nr. 4635- und 4636 (920 und 1850 ml)**

Um die 920 ml und die 1850 ml-Gefäße zu öffnen, lösen Sie zunächst die konisch zugespitzte Inbusschraube des Positionierings. Legen Sie den Positioniererring auf den Tisch. Jetzt können die beiden Split-Ring-Segmente und das Kopfteil mit allen zugehörigen Armaturen vom Zylinder entfernt werden. Handhaben Sie das Kopfteil vorsichtig, damit Sie die Dichtflächen und Kopfanschlüsse nicht beschädigen.

Bevor Sie das Zellaufschlussgefäß schließen, achten Sie auf den Zustand des O-Rings. Er sollte eng am Anschlag des Behälterkopfes liegen. Wenn durch vorangegangenen Gebrauch der O-Ring gedehnt ist, so dass er nicht am Kopfteil anliegt, legen Sie den Ring in die Dichtungs-Aussparung am Gefäß-Zylinder. Setzen Sie den Zylinder in den Positioniering auf der Tischoberfläche und stellen Sie das Kopfteil vorsichtig in Position. Überprüfen Sie, ob das Tauchrohr bis in den inneren Probenhalter reicht, falls ein solcher benutzt wird. Feuchten Sie den O-Ring mit etwas Wasser an, dadurch können Sie den Kopf leichter auf den Zylinder schieben. Schieben Sie die zwei Ring-Segmente an ihre Stelle und legen den Positioniering gleichmäßig um die Halbschalen. Achten Sie darauf, dass die Inbusschraube in die Arretierung von einer der beiden Ringsegmente passt. Ziehen Sie dann die Inbusschraube an, um den Ring zu fixieren. Versichern Sie sich immer, ob der Positioniering sachgemäß rund um die Ring-Segmente platziert ist, bevor Sie das Gefäß unter Druck setzen.

#### **Art.-Nr. 4637- und 4638, (1 und 2 Gal.-Gefäße)**

Um das 1 und das 2 Gallonen-Gefäß zu öffnen, öffnen Sie das Gasablass-Ventil, um eventuellen inneren Druck abzulassen. Lösen Sie dann die 10 Deckel-Schrauben in den Splitring-Segmenten. Drehen Sie jede Schraube um ungefähr drei Umdrehungen auf, um die Randfassung auf dem Kompressions-Ring freizubekommen. Wenn alle Schrauben frei sind, heben Sie die zwei Splitring-Segmente seitwärts ab, um das Kopfteil freizusetzen. Es kann jetzt vom Zylinder gehoben werden, indem man die Ventilanschlüsse mit beiden Händen fasst und hochhebt. Wenn es scheint, als ließe sich das Kopfteil nicht vom Zylinder entfernen, gehen Sie mit einem breiten, flachen Schraubenzieher in den Zwischenraum zwischen Kopfteil und Zylinder und hebeln die Dichtung vorsichtig auf. Handhaben Sie das Kopfteil sorgsam, damit die Anschlüsse und Dichtflächen nicht beschädigt werden.

Prüfen Sie die Kopfdichtung sorgfältig auf ihren guten Zustand, bevor Sie das Gefäß schließen. Nach häufigem Gebrauch kann es sein, dass die Teflon-Dichtung entlang des inneren und des äußeren Durchmessers Grate bekommen hat. Das bedeutet nicht unbedingt, dass die Dichtung ersetzt werden muss, aber überstehende Grate sollten vorsichtig abgeschnitten werden. Die Flächen an Zylinder und Kopfteil sollen sauber und gratfrei sein.

Setzen Sie das Kopfteil auf den Zylinder und schieben die zwei Splitringhälften an ihre Position, um das Gefäß zu verschließen. Lösen Sie etwas die Kopfschrauben, falls notwendig, um die Randfassung auf dem Kompressions-Ring zu überwinden. Verwenden Sie den mit den Gefäßen gelieferten Schraubenschlüssel, um bei jeder Schraube einen festen harten Zug vornehmen zu können. Ziehen Sie die Schrauben „über Kreuz“ an. Wenn ein Drehmoment-Schlüssel verfügbar ist, verwenden Sie 34 Nm auf jede Schraube. Ziehen Sie jede Schraube mindestens zweimal an, um eventuellen Dichtungsabfall auszugleichen. Wenn eine neue Dichtung zum ersten Mal benutzt wird, ist es ratsam, das Gefäß nach dem ersten Anpressen für fünfzehn Minuten stehen zu lassen, ziehen Sie dann die Schrauben nochmals an, um eventuellen Dichtungsabfall auszugleichen.

#### **Art.-Nr. 4639 (45 ml-Gefäß)**

Man kann das kleine 45 ml-Zellaufschlussgefäß fest verschließen, indem man einfach den Rändeldeckel auf den Zylinder schraubt, bis er handfest sitzt. Es sind weder Schraubenschlüssel noch andere Hilfsmittel erforderlich. Eine O-Ring-Dichtung, die in einer Aussparung im Kopfteil gehalten wird, sichert eine feste Abdichtung ohne übermäßige Belastung für den Schraubdeckel. Zum Schließen des Gefäßes setzen Sie das Kopfteil in seine Position und schieben es nach unten bis es fest im Zylinder ruht, drehen Sie dann den Schraubdeckel von Hand herunter, um die Montage zu vervollständigen. Leichtes Anfeuchten des O-Rings erleichtert das Schieben des Kopfteils in den Zylinder. Lassen Sie beim Öffnen des Gefäßes immer zuerst

eventuellen internen Gasdruck ab, bevor Sie versuchen, den Deckel abzuschrauben. Halten Sie die Dichtungs-Aussparung und die Oberflächen des Gefäßes immer sauber.

### **BEFESTIGUNG DER FÜLLEITUNG**

Die 1831-Stickstoff-Fülleitung besitzt alle Ventile und Armaturen, die benötigt werden, um ein Zellaufschlussgefäß aus einer handelsüblichen Stickstoffflasche, die mit einem Standard-Ausgang ausgerüstet ist, zu befüllen. Um die Fülleitung am Gastank zu befestigen, entfernen Sie die Schutzkappe vom Tankventil und überprüfen den Ausgangsanschluss, um sicher zu sein, dass er sauber und in gutem Zustand ist. Bringen Sie das Flanschanschlussstück der Fülleitung in das Anschlussstück ein und ziehen die Mitnehmerschraube mit einem Schraubenschlüssel fest, wobei der Füllschlauch nach unten zeigen muss. Die Verbindung zum Gefäß wird hergestellt, indem man die Schlaucharmatur in das Zwischenstück am Einlassventil fügt und die Rändelmutter fingerfest anzieht. Bei dieser schnellen Ausrückkupplung braucht man keine Spannzangen oder Schraubenschlüssel. Das Manometer an der Seite der Fülleitung zeigt den Versorgungsdruck im Stickstofftank an, wenn das Tankventil offen ist. Das Ventil, das in das Ende des Blocks eingebracht ist, steuert den Gasfluss zum Gefäß. Das kleine Ventil, das vom Block nach unten zeigt, wird für das Ablassen des Druckes im Füllschlauch vor Unterbrechen der Verbindung zwischen Schlauch und Gefäß benötigt.

### **VORBEREITEN DER GEFÄSS-CHARGE**

Jeder Benutzer bestimmt durch Experimente das Verfahren für die Vorbereitung einer Zell-Suspension und die Befüllung des Gefäßes nach dem Prinzip, wie die besten Ergebnisse für sein spezielles Material erzielt werden können. Detaillierte Instruktionen, wie sie im Verkaufskatalog 4635 und den Literaturhinweisen gegeben werden, sind hilfreich und sollten durchgelesen werden, bevor man mit dem Gebrauch der Apparatur beginnt.

**Bei allen Arbeitsabläufen muss der Benutzer jedoch die wesentliche Gefäßhandhabung und Sicherheitsvorkehrungen beachten, die hier genannt werden.**

### **UNTER DRUCK SETZEN MIT STICKSTOFF**

Schließen Sie alle Ventile. Verbinden Sie den Stickstofftank und das Zellaufschlussgefäß mit der Fülleitung. Fahren Sie dann wie folgt fort: Öffnen Sie das Ventil am Stickstofftank nur um eine Viertel Drehung; öffnen Sie das Gefäßeinlassventil mit ein bis zwei Drehungen; öffnen Sie dann das Steuerventil der Fülleitung langsam und beobachten das Manometer am Gefäß, wie der Druck bis zum gewünschten Stand steigt. Schließen Sie das Steuerventil sofort und beobachten das Druckmanometer, um festzustellen, ob der Druck wesentlich abfällt, wenn die Probe Stickstoff absorbiert. Wenn dies der Fall ist, fügen Sie Stickstoff hinzu, um das gewünschte Druckniveau zu halten. Dann schließen Sie alle Ventile und öffnen das Ablassventil an der Unterseite der Fülleitung, um den restlichen Druck aus dem Füllschlauch zu lassen. Lösen Sie jetzt den Schlauch vom Einlassventil und schließen das Ablassventil.

### **GLEICHGEWICHT**

Dem Stickstoff muss genügend Zeit gegeben werden, um aufzuschließen und mit den Zellen zum Gleichgewicht zu kommen. Für kleine Proben reichen Zeitspannen von nur fünf Minuten möglicherweise aus, wogegen auch längere Zeiten von bis zu dreißig Minuten für größere Proben erforderlich sein können. Sie können diesen Prozess beschleunigen, indem Sie die Zelllösung mit einem Magnetrührer rühren. Das Rühren hält auch die Zellen in einer gleichförmigen Suspension. Da diese Gefäße aus nicht

magnetischem, rostfreiem Stahl hergestellt sind, kann der Rührstäbchen einfach betrieben werden, indem man das Gefäß auf eine Magnet-Rührplatte stellt. Wenn eine Kühlung erforderlich ist, um die Probe zu schützen, kann das Gefäß vor der Befüllung vorgekühlt werden. Man kann auch rund um einen inneren Probenhalter Eis packen oder das Gefäß selbst kann in Eis gepackt oder während des Gleichgewichts in einen kalten Raum gestellt werden.

## **AUFSCHLUSS UND ENTNAHME**

Der Aufschluss findet statt, wenn das Homogenisat über das Entnahmerohr auf Atmosphärendruck entspannt wird.

Ein Doppelhalskolben eignet sich gut als Auffanggefäß.

In die eine Öffnung des Kolbens wird über einen Stopfen das Entnahmerohr gesteckt, die zweite Öffnung bleibt offen, damit der Stickstoff entweichen kann.

Die Probe muss nicht schnell entnommen werden, um einen maximalen Aufschluss zu erhalten. Das Aufschlussprozess erfolgt individuell für die einzelnen Zellen und ist unabhängig von der Geschwindigkeit, mit der die Zellen aus dem unter Hochdruck stehenden Gefäß freigesetzt werden. Um ein Aufspritzen im Auffanggefäß und ein Erstarren im Ablassrohr zu verhindern, schließen Sie das Ablassventil, nachdem ein Großteil der Probenmasse freigesetzt worden ist und lassen Sie den verbliebenen Stickstoff durch das Einlassventil ab.

Wenn der Gefäßdruck bei der Entladung einer großen Probenmenge stark absinkt, fügen Sie Stickstoff durch das Einlassventil hinzu, um während der Entspannungsphase den Druck im Gefäß weitgehend konstant zu halten. Lassen Sie den restlichen Stickstoff durch das Einlassventil ab, nachdem die Probe freigesetzt wurde. Dieses Ventil sollte auch dazu benutzt werden, den Druck abzulassen, falls es notwendig werden sollte, einen Test abbrechen zu müssen, nachdem das Gefäß bereits unter Druck gesetzt worden ist. Der gesamte Druck muss aus dem Gefäß abgelassen werden, bevor man versucht, das Zellaufschlussgefäß zu öffnen.

## **GEFÄSS-INSTANDHALTUNG**

Halten Sie alle Teile des Gefäßes sauber und trocken, wenn sie nicht in Betrieb sind und ersetzen Sie die Kopfteil-Dichtung oder den O-Ring immer dann, wenn sich Zeichen von Abnutzung oder Alterung bemerkbar machen. Der kleine 357HC -O-Ring im Schnellverschluss der Schlauchverbindung muss auch gelegentlich ausgetauscht werden.

Sollte es notwendig werden, das Manometer oder die Ventile vom Gefäßkopf zu entfernen, so müssen die konischen Gewinde an diesen Armaturen beim Wiederausammensetzen mit Teflon-Band abgedichtet werden, um eine sichere Abdichtung zu gewährleisten.

## **DIE SICHERHEITS-BERST-SCHEIBE**

Alle Parr Zellaufschlussgefäße (außer dem Model mit 45 ml) sind mit einem A888HC-Berstscheibenadapter am Behälterkopf ausgestattet, um das Gefäß vor unerwartetem Überdruck zu schützen. Die 526HCPG-Berstscheibe, die üblicherweise in dieser Vorrichtung angebracht ist, hat einen Berstdruck von gut 200 bar bei Raumtemperatur. Das Metalletikett, das am Sicherheitskopfteil jedes Gefäßes angebracht ist, gibt Aufschluss über die Berstzahl für die jeweilige Scheibe und das Material, aus dem die Scheibe besteht. Dieses Etikett muss an der Apparatur verbleiben, damit die gegenwärtigen wie auch die zukünftigen Benutzer über die Berstzahl Bescheid wissen. Wenn eine Ersatzscheibe montiert wird, muss das Etikett am Adapterteil immer entsprechend gewechselt werden..

Bei dem Einsatz/Wechsel der Berstscheibe muss die gewölbte Seite der Scheibe in Richtung Auslass oder Ablass-Ort zeigen. Sollte der 527HC-Ring, der gegen die gewölbte Seite der Scheibe drückt, einseitig eine scharfen Kante und auf der anderen eine abgerundete, legen Sie den Ring mit der runden – keinesfalls mit der scharfen Kante - gegen die Scheibe. Um die Scheibe zu installieren, setzen Sie die Teile in der entsprechenden Reihenfolge, wie auf der Zeichnung dargestellt zusammen, indem Sie sie aufrecht (also umgekehrt zur Zeichnung) mit dem 49HC2-Ausflussöffnungs-Konus nach oben halten, es folgt die Berstscheibe, der 527HC-Ring und der 604HC-Körper. Wenn alle Teile des Adapters montiert sind, schrauben Sie den Adapter in den Kopf, indem Sie den Kopf vorher wenden und den Adapter von unten aufrecht einschrauben können. Ziehen Sie den Adapter fest an

Unter normalen Betriebs-Bedingungen, bei denen der auf die Scheibe wirkende Druck nicht 70% der Berstzahl übersteigt, sollte es kaum eine oder keine Verschlechterung in der Funktionsfähigkeit der Scheibe geben, wenn sie nicht durch Korrosion oder andere externe Faktoren beeinträchtigt wird. Wenn aber der Betriebsdruck diese 70%-Grenze überschreiten sollte, kann die Scheibe geschwächt werden. Und falls der Druck jemals 90 % der Scheiben-Berstzahl erreichen sollte, ist es erforderlich, die Scheibe zu ersetzen, denn es ist sehr wahrscheinlich, dass eine Materialermüdung aufgetreten ist und bei nachfolgenden Betriebszyklen die Scheibe dann auch schon bei einem Druck unterhalb ihrer eigentlichen Nennbelastung bersten kann.

Der Benutzer muss die volle Verantwortung für die Installation eines entsprechenden Entlüftungssystem für die Entfernung toxischer, entflammbarer oder flüchtiger Materialien übernehmen, die freigesetzt würden, falls die Scheibe zerreißt und sich und andere, die sich vielleicht in der Nähe befinden vor dem Lärm, der bei dem Bersten entsteht, schützen. Ohrenschützer oder Ohrstopfen sind Möglichkeiten Personen vor der Lärmgefahr zu schützen. Außerdem muss die Möglichkeit fliegender Partikel wie Scheibenfragmente oder auch Reaktionsmaterial erwogen werden, die vielleicht mit der Entladung austreten. Es muss als Grundregel beachtet werden, dass bei einem eventuellen Bersten der Scheibe die Entladungsrichtung immer von Personen weggeführt sein muss.

**Parr Instrument (Deutschland) GmbH**  
Zeilweg 15 D-60439 Frankfurt a.M.  
Tel.: 069-57 10 58 Fax 069-587 03 00

(Stand 2007)