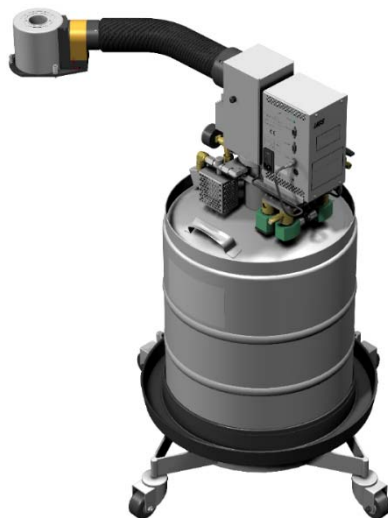


LNCS

Liquid Nitrogen Cooling System



Q シリーズ™

スタートアップガイド

改訂版 B
2006 年 12 月発行



©2001, 2002, 2003 by TA Instruments - Waters LLC
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720

注 意

本マニュアル、および本装置をサポートするソフトウェアのオンライン ヘルプには、本装置の使用に際し十分であると思われる情報が記載されている装置または手順を、ここで指定する目的以外に使用する場合は、必ず TA Instruments から適切かどうかの確認を受けるようにしてください。確認なく、装置や手順を利用される場合、TA Instruments では、その結果に対する保証や責任を一切負いません。本書は、操作のライセンスを供与したり、製法特許違反を推奨するものではありません。

TA Instruments の TA オペレーティングソフトウェアおよびモジュール、データ分析、ユーティリティソフトウェア、およびその関連マニュアルやオンライン ヘルプの所有権および著作権は、TA Instruments 社に帰属します。これらのプログラムを、TA Instruments の事前の書面による許可なく複製することは禁止されています。ライセンス供与された各プログラムの所有権は TA Instruments に帰属し、上記で明記された以外のいかなる権利またはライセンスも購入者に供与されることはありません。

重要: TA Instruments マニュアル補追

本スタートアップ ガイドに関する重要な補追情報にアクセスするには、下記のリンクをクリックしてください。

- [TA Instruments 哨標](#)
- [TA Instruments "チ許](#)
- [その他の哨標](#)
- [TA Instruments エ・ドユーザー使用許諾契約](#)

商標および特許

この文書に記載された情報には、以下が適用されます。

TA Instruments 商標

Q Series™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Integrity™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Modulated DSC® および MDSC® は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の登録商標です。

Tzero™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

μTA® は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の登録商標です。

Smart Swap™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Hi-Res™ は、(TA Instruments Waters LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Mobius Drive™ は、(TA Instruments Waters LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

TA Instruments 特許

『モジュレイテッド示差分析 (MDSC®) の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,224,775、5,248,199、5,346,306、2,966,691。追加特許番号 CA 2,089,225、および BE、DE、EP、GB、IT、NL 0559362)。

『熱流束型 DSC センサー (Tzero™)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,431,747、および 6,428,203)。

(次のページに続く)

TA Instruments 特許(続き)

『モジュレイテッド熱重量測定 (MTGA™) の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,336,741 および 6,113,261)。

『モジュレイテッド熱機械分析』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,007,240)。

『ダイナミック示差分析の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,474,385 および EP 特許番号 0701122)。

『AC 示差熱分析の方法および装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,439,291)。

『物質成分の高分解能分析の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,368,391 および 5,165,792。追加特許番号 CA 2,051,578 および DE、EP、FR、GB、IT 0494492)。

『熱伝導率測定の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,335,993 および EP 特許番号 0634649)。

『オプティカル エンコーダーとリニアーマーター装備の動的および熱機械測定装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,710,426)。

『熱重量分析装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,321,719)。

『入力補償型 DSC (Tzero)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,428,203)。

『DSC (Tzero)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,488,406)。

『物質の粘弾特性測定の方法と装置』は、Rheometric Scientific, Inc. が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(TA Instruments - Waters LLC が 2003 年 1 月に取得)(米国特許番号 4,601,195)。

その他の商標

Windows® NT、2000、XP、98、98SE、Me、Microsoft Excel® および Microsoft Word 97® は、Microsoft Corporation の登録商標です。

Oracle® および Oracle9i™ は、Oracle Corporation の商標または登録商標です。

TrueMetrix™ および Scanning Tip Technology™ は、ThermoMicroscopes, Inc. の登録商標です。

CHROMEL® および ALUMEL® は、Hoskins Manufacturing Company の登録商標です。

Teflon® は、E. I. du Pont de Nemours and Company の登録商標です。

Loctite® は、Loctite Corporation の登録商標です。

Swagelok® は、Swagelok Company の登録商標です。

Inconel® は、Inco Alloys/Special Metals の登録商標です。

X-acto® は、Hunt Corporation の登録商標です。

TA Instruments の Q シリーズ モジュールには、Mentor Graphics が著作権を有するエンベデッド オペレーティング システムソフトウェアが含まれています。

SILICON SOFTWARE

©1989-97 Mentor Graphics Corporation, Microtec Division. All rights reserved. Unpublished rights reserved under the copyright laws of the United States.

制限付き権利条項

複製の使用、米国政府または米国政府の請負業者による開示は、DFARS 227.7202-3(a) に準拠しソフトウェアに同梱されたライセンス契約に規定されている、または FAR 52.227-19 の商業用コンピュータ ソフトウェア制限付き権利条項のサブパラグラフ (c) (1) および (2) で規定されている制限に従うものとします。

MENTOR GRAPHICS CORPORATION, MICROTEC DIVISION,
880 RIDDER PARK DRIVE, SAN JOSE, CA 95131-2440

目次

商標および特許	3
TA Instruments 商標	3
TA Instruments 特許	3
その他の商標	5
目次	6
メモ、注意、および警告	8
法規制への適合	9
安全基準	9
電磁適合性基準	10
安全性	11
電気面での安全性	11
液体窒素の取り扱い	11
熱に対する安全性	12
水の凝結	13
温度範囲	13
第 1 章:LNCS の概要	15
概要	15
仕様	16
コンポーネント	17
第 2 章:LNCS の取り付け	19
解梱および検査	19
LNCS を取り付ける前に	20
場所の選択	20
キャッチトラフの取り付け	21
LNCS の取り付け	22
クーリングヘッドの取り付け	22
ベース パージラインとLNCS パージラインの接続	26
LNCS ラインの接続	28

第 3 章: 充填、調節、使用、およびメンテナンス	31
概要	31
LNCS の接続および自動充填	32
最初の自動充填	33
プログラムによる自動充填	33
LNCS のリモート充填	34
リモート自動充填	34
リモート手動充填	37
LNCS の起動	40
LNCS システムの調節	41
ステップ 1: システムの乾燥	41
ステップ 2: システムの安定化	42
LNCS の使用方法	44
試験の開始	44
LNCS 開始条件	44
LNCS の使用時のガイドライン	45
LNCS のメンテナンス	47
LNCS のクリーニング	47
ヒューズの交換	48
グラファイトガスケットの交換	49
交換用部品	51
TA Instruments 所在地	52
索引	55

メモ、注意、 および警告

本マニュアルでは、重要かつ重大な指示を強調する場合に、メモ、注意、および警告を使用します。

メモは、機器や手順に関する重要な情報を強調するものです。



注意は、正しく手順を踏まないと、機器の損傷やデータの損失を引き起こす可能性があるものを強調します。



警告は、正しく手順を踏まないと、オペレータや環境に危険が及ぶ可能性のあるものを示します。

法規制への適合

安全基準

カナダ:

CAN/CSA-22.2 No. 1010.1-92 測定、制御、および実験用電気機器の安全基準、第 1 部:一般基準 + 修正

CAN/CSA-22.2 No. 1010.2.010-94 物質加熱用実験機器の特定基準 + 修正

ヨーロッパ経済地域: (特定電圧範囲での使用を目的に設計された電気機器に関わる加盟各国の法律との調和に関する 1973 年 2 月 19 日付け理事会指令 73/23/EEC に基づく)

EN61010-1:測定、制御、および実験用電気機器の 1993 年安全基準、第 1 部:一般基準 + 修正

EN61010-2-010:物質加熱用実験機器の 1994 年特定基準 + 修正

米国:

UL61010A-1 実験用電気機器、第 1 部:一般基準

IEC 1010-2-010:物質加熱用実験機器の 1992 年特定基準 + 修正

電磁適合性基準

オーストラリアおよびニュージーランド:

AS/NZS 2064: 工業用、科学用、および医療用 (ISM) 高周波機器の電子妨害特性の測定限界と方法 (1997 年)

カナダ:

1998 年 3 月 7 日号 ICES-001 妨害発生機器基準: 工業用、科学用、および医療用高周波発生器

ヨーロッパ経済地域: (電磁適合性基準に関わる加盟各国の法律との調和に関する 1989 年 5 月 3 日付け理事会指令 89/336/EEC に基づく)

EN61326-1: 測定、制御、および実験用電気機器の 1997 年 EMC 基準、第 1 部: 一般基準 + 修正 (クラス A 基準)

米国:

CFR タイトル 47 通信第 I 章 連邦通信委員会、第 15 部 高周波機器 (高周波放射に関する FCC 基準)

安全性



注意：本マニュアルで指定された以外の方法で機器を使用すると、機器に備わる保護機能に支障を来す可能性があります。



注意：冷却アクセサリは大きい上に重量があるため、怪我をしないよう LNCS の持ち上げは必ず 2 人で行ってください。



注意：クーリングヘッドアセンブリには、被覆ファイバフラックス素材が含まれています。この素材を乱暴に扱っていると、ファイバフラックス粒子が空中に放出されてしまうことがあります。ファイバフラックスを使用する場合は、MSDS シートを参照し、安全対策を講じるようにしてください。

電気面での安全性

メンテナンスまたは修理作業を行う前に装置のプラグを抜くようにしてください。システムには 120/240 Vac の電圧がかかっています。



警告：本装置には高電圧がかかっています。内部部品のメンテナンスおよび修理を実行できるのは、TA Instruments またはその他の認定を受けたサービス担当者に限られます。

液体窒素の取り扱い

LNCS は、冷却用に低温剤である液体窒素を使用します。液体窒素は非常に低温 [-195°C (-319°F)] のため、凍傷を引き起こします。液体窒素を扱うときは、以下の予防措置を取ってください。



液体窒素は常温で放置すると、急速に気化します。空気中の酸素の変位が行われなように、液体窒素を使用する場所が十分に換気されていることを確認してください。

1. 安全メガネや顔の防具、簡単に着脱できる大き目の手袋、およびゴム製のエプロンを着用してください。安全保護に万全を期すため、深目の頑丈な靴を着用し、ズボンの裾は靴の外側に出しておいてください。
2. 装置への熱衝撃を防ぐため、液体はゆっくり注いでください。低温特性がある容器を使用してください。圧力を緩和できるように、閉じた容器に通気穴があることを確認してください。
3. 液体窒素は空気にさらすと純度が下がります。容器内の液体を長時間大気にさらした場合は、酸素含有量が高くなると危険であるため、どのような目的であれ、使用する前に残りの液体を分析するようにしてください。



警告： 窒息の危険性

液体窒素は、何の兆候もなく急に呼吸困難を引き起こす可能性があります。

十分な換気ができる場所で保管、使用してください。

密閉された場所で液体窒素クーリング システム(LNCS) 容器の口を開けないでください。

十分に換気されていない限り、液体窒素がある密閉された場所には立ち入らないでください。

上記警告は、液体窒素の使用に際しても適用されます。液体窒素使用時には、酸素センサーの使用が効果的です。

熱に対する安全性

セルの表面が熱くなり、サンプルのラン中に火傷を負う可能性があります。DSC で低温測定を実施すると、怪我をすることもあります。試験の種類に関わらず、ラン終了後は、DSC セルを室温に戻してから内部セルの表面に触れるようにしてください。



注意: LNCS および DSC システムの表面の一部が、LNCS を冷却試験に使用している間に極度に冷却されることがあります。肌が直接冷却表面に接触、付着すると危険です。システムに水分が凝結するのを防ぐために、装置が低温のときに DSC の蓋を取り外さないようにしてください。万が一、蓋を取り外したり冷却表面を取り扱う場合は、怪我を防ぐためにピンセットまたは手袋を使用してください。

水の凝結



警告: DSC および LNCS システムの表面の一部が、LNCS の使用中に冷却されることがあります。表面の冷却によって結露することがあり、場合によっては霜が堆積することがあります。この結露が床の上に落ちることがあります。床の上を乾燥状態に保つ対応をしておく必要があります。結露をきれいに拭き取らないと、滑る危険性があります。

温度範囲



注意: LNCS クーリングヘッドが取り付けられ、LNCS の電源がオフになっている場合は、100°C 以下になるようにしてください。クーリングヘッドに大きな損傷を与えるおそれがあります。



注意: 400°C を超える等温試験を行う場合は、LNCS を使用しないでください。長時間高温で LNCS を使用すると、DSC セル加熱要素の寿命が短くなることがあります。

第 1 章

LNCS の概要

概要

LNCS (液体窒素クーリングシステム) は、TA Instruments 測定装置と併用する冷却アクセサリです。示差走査熱量計 (DSC) の Q2000/Q0100、および Q200/Q100/Q20/Q10 の各モデルと併用できます。

液体窒素クーリングシステム (LNCS) を使用すると、 -180°C ~ 550°C の温度範囲で自動および連続温度制御が可能となります。LNCS タンクを加圧して熱交換器に液体窒素を供給し、セルを冷却します。

ここに示す LNCS は、DSC タッチスクリーンまたはインストルメントコントロールソフトウェアを使用してラボで自動充填できます。そのためには、LNCS の 1.8 m (6 フィート) 以内の位置に、最大ゲージ圧 170 kPa (25 psig) の低圧バルク貯蔵タンクが必要です。充填の詳細は、第 3 章を参照してください。



メモ: 先に進む前に、このマニュアルの安全性に関するセクションの安全上の注意を熟読し、それに従うようにしてください。

仕様

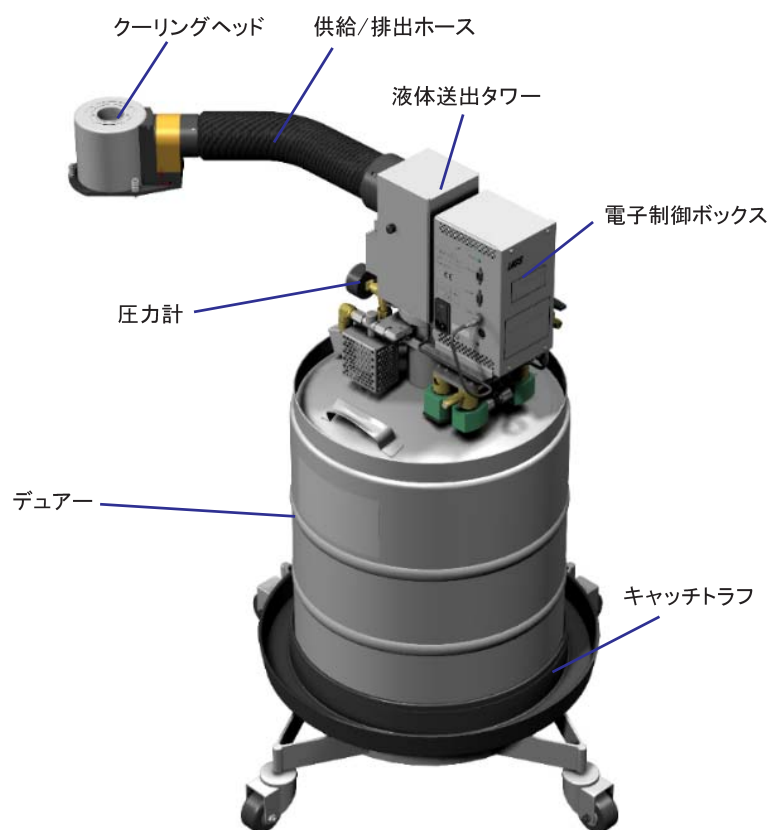
液体窒素冷却アクセサリには、表 1 の仕様が適用されます。

表 1
技術仕様

LNCS 液体窒素容量	50 L
サイズ	高さ 115 cm(45 インチ) × 直径 48 cm(19 インチ)
電源	100 ～ 240 Vac 47 ～ 63 Hz、180 VA
重量	空の場合 51 kg(113 ポンド) 充填時 87 kg(193 ポンド)
冷却能力	-180°C
圧力リーフ	デュアー 90 kPa ゲージ圧(13 psig) 充填ライン 345 kPa ゲージ圧 (50 psig)
圧力計	0 ～ 210 kPa ゲージ圧 (0 ～ 30 psig)
液体窒素供給ホース	1.8 m(6 フィート) LNCS から熱交換器まで断熱
液体窒素充填ホース	1.8 m(6 フィート) LNCS からバルク貯蔵タンクまで断熱。バルク貯蔵タンク接続用にユニオン継手およびアダプタ継手を提供
バルク貯蔵タンク	低圧供給タンクのみを使用。推奨ソース圧 140 ～ 170 kPa ゲージ圧(20 ～ 25 psig)

コンポーネント

LNCS は、50 リットルのデュアー、液体送出タワー、電子制御ボックス、および 1.8 メートル (6 フィート) 長の供給/排出ホースを介して制御ボックスに接続されるクーリングヘッドで構成されています。下の図を参照してください。



LNCS の主なコンポーネント

デュアーは、内部または外部のいずれかから加圧することができます。*内部加圧*では、液体レベルが少なくなったときにクーラーの能力(主に温度の反応性)は低下します。また、より多くの液体窒素を消費することになり、デュアーを使用できる時間が短縮されてしまいます。最適なパフォーマンスを得るには*外部加圧*の方が好ましく、ユーザの設備で窒素ガスソースを 55 ~ 70 kPa ゲージ圧 (8 ~ 10 psig) に調整した状態にすると、外部加圧の状態を得ることができます。LNCS 上の 3 方向バルブで操作モードを制御します。

通常の操作を行う際に接続すべき配管継手が 5 つあります。

- 最初の 2 つは、クーリング ヘッドと供給/排出ホースの接続用です。液体送出タワーの上部にあります。片方の配管継手(0.25 インチの管)は、クーリング ヘッドの熱交換器に LN2 を供給するためのものです。もう一方の配管(3/8 インチの管)は、熱交換器からガスを排出するためのものです。これらのラインの取り付け手順については、第 2 章「LNCS の取り付け」を参照してください。
- 別の 2 つは、充填用に LN2 タンクに接続されます。一方は電磁弁で制御され、もう一方は手動充填用です。このポートの使用法については、第 3 章「充填、使用、調整、およびメンテナンス」を参照してください。
- 最後の 1 つは、デュアー外部加圧ライン、55 ~ 70 kPa ゲージ圧 (8 ~ 10 psig) 窒素ソースの連結点です。窒素ソースは、デュアーの作動圧を制御して窒素を熱交換器に供給するために使用します。このポートの使用は、自己加圧が使用可能な場合のオプションです。

第 2 章

LNCS の取り付け

解梱および点検

本マニュアルをお読みになるときには、ある程度解梱されていることと思います。解梱を続け、LNCS の出荷ボックスの内容を確認してください。少なくともユニットの取り付けが正常に終了し、ユニットが適切に動作することを確認するまで出荷ボックスおよび梱包材を保管しておいてください。装置を再梱包して発送する場合を想定してすべて保管しておかれるとよいかもしれません。

輸送中に手荒な取り扱いを受け、損傷の痕跡が見られる場合は、運送業者に直ちに通知して損害賠償の請求方法をお尋ねください。また、TA Instruments にもご連絡ください。TA Instruments 指定の担当者が修理するまでアクセサリを使用したり取り付けたりしないでください。

備品が欠けている場合は、TA Instruments に連絡してください。

LNCS を取り付ける前に

LNCSの取り付け方法は、どのタイプの DSC 装置でも、ほぼ同じです。



警告：低温素材の取り扱いに関する安全上の注意（このマニュアルの安全性に関するセクション）をよく読んだ上で LNCS を充填してください。液体窒素を扱う場合は必ず、安全メガネや顔の防具、簡単に着脱できる大き目の手袋を着用してください。



警告：点検作業や修理作業は、必ず装置の電源をオフにし、電源コードを取り外してから行うようにしてください。

場所の選択

LNCS を使用した試験の感度を保つため、次のガイドラインに従って装置の設置場所を選択するようにしてください。詳細は、『DSC Q シリーズ スタートアップガイド』を参照してください。LNCS は次のような場所に設置します。

場所:

- ... 空調のある室内
- ... クリーンな環境
- ... 十分な作業スペースと換気スペースがある
(アクセサリーの寸法については、第 1 章の技術仕様を参照してください)

条件:

- ... 電源コンセント(100 ~ 240 Vac、50 または 60 Hz)
- ... TA Instruments 熱分析コントローラおよび DSC があること

回避すべき条件: ... 埃っぽい環境

- ... 直射日光の当たる場所
- ... 直接気流(ファン、大気ダクト)のある場所
- ... 換気が十分でない場所

キャッチトラフの取り付け

液体窒素クーリングシステム(LNCS)を使用すると、氷や霜ができます。氷や霜が溶けると、水が床の上に落ちて危険なため、キャッチトラフは、水が床の上に落ちるのを防ぐように設計されています。

キャッチトラフは次のように取り付けます。

1. 真鍮継手に 5/8 インチのレンチを使用して、ハンドルが外を向いた状態でプラスチックバルブを継手にねじ込み、手で締められるまで締めます。
2. キャッチトラフを滑らせてタンクの上に置きます。右図のように、キャッチトラフをタンク上のできるだけ下方向に移動させます。
3. 成型蓋を位置決めガイドとして使用して、ステンレス鋼製のバンドクランプをトラフの内縁に取り付けます。ネジ回してクランプを締めて、トラフとタンクの間を密閉します。クランプを締め過ぎないように注意してください。
4. トラフは、バルブを開き、適切な容器に水を排出することによって定期的に空にすることができます。またはホースをバルブに接続して床ドレインや大きい容器に排水することができます。



注意: 手動充填操作中は、LNCS タンクを充填しすぎないようにしてください。液体窒素がキャッチトラフに流出してしまいます。LN₂ の量が多すぎると、キャッチトラフが粉々に砕けてしまいます。

LNCS の取り付け

LNCS の取り付けは、DSC Q2000/Q1000 の場合も Q200/Q100 の場合もまったく同じです。このセクションでは、LNCS を DSC 装置に取り付ける手順について説明します。

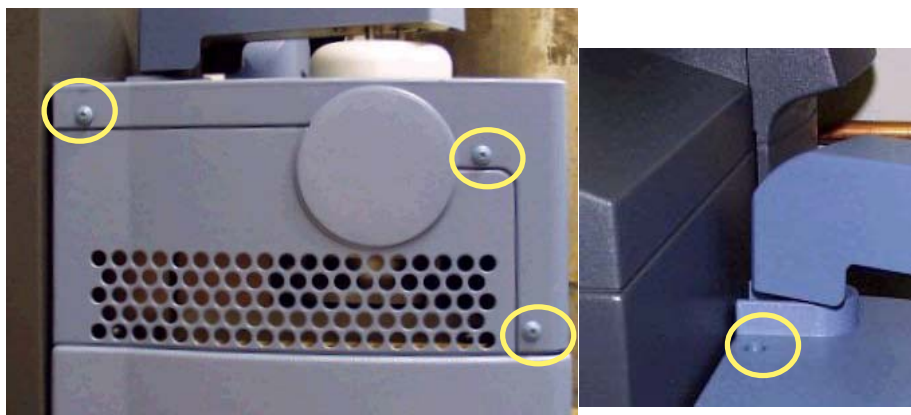


注意: 液体窒素ソースが 170 kPa ゲージ圧 (25 psig) を超える場合は、圧力調整器を追加して、25 psig を超えて LNCS 転送ラインに送出されないようにする必要があります。圧力を制限しないと、結果的に充填電磁弁が破損することがあります。また充填時間がかかり過ぎたり、安全圧力リリーフバルブが作動したりします。

クーリングヘッドの取り付け

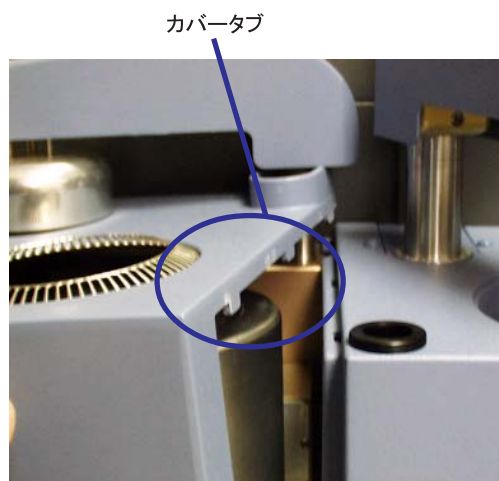
以下の手順に従って、クーリングヘッドを DSC に取り付けます。

1. DSC の蓋を取り外します。インストルメントコントロール ソフトウェアで [制御]-[蓋]-[開く] 機能を選択して Q2000/Q1000 または Q200/Q100 セルからオートリッドを持ち上げ、じゃまにならないところに移動させます。
2. ユニットカバーに取り付けているネジを取り外します(下図を参照)。側面 (Q2000/Q1000) に 3 つ、上部に 1 つネジがあります。ネジは保管しておきます。



3. 装置にオートサンプラーが設置されている場合は、カバーを持ち上げてタブを緩め(右上の図を参照)、カバーを手前に引っ張って完全に取り外します。

オートサンプラーが設置されていない場合は、さらにネジを取り外してカバーを外す必要があります。次に、カバーを手前に引っ張って完全に取り外します。下図に示すようにセルが露出します。

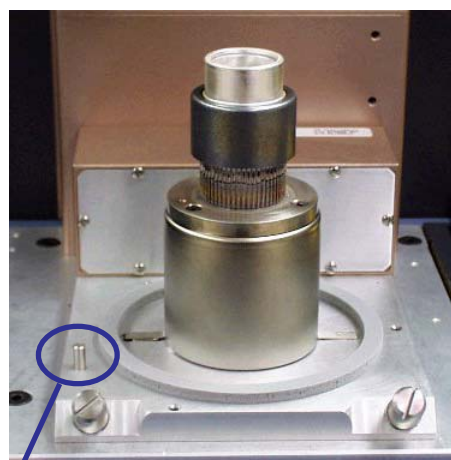


4. 熱交換器ホースがすでに LNCS デュアーに取り付けられている場合は、DSC セル上にクーリングヘッドを取り付ける前に供給/排出継手を緩める必要はありません。必要な場合は「LNCS ラインの接続」を参照してください。これによって、次のステップでクーリングヘッドを位置決めするときにホースが自由に回転できるようになります。

5. セルベース上のピン(図を参照)を、LNCSクーリングヘッドベースの対応するスロットに位置合わせします。ヘッドをセルの上に慎重に下ろし、完全に据え付けられていることを確認します。

6. アクセサリーキットから長い 3/32 インチの六角(アレン)レンチを取り出します。

7. クーリングヘッドを保持したまま、レンチの先を、LNCS プレートに 3 本の固定ネジのいずれかに挿入します(次のページの図を参照してください)。まだ完全には締めないでください。



8. 残りの 2 本の固定ネジに対しでも手順 7 を繰り返します。ネジを少し締めたら、他のネジに戻ってダンネジが下まで達したと感じられるまで締めます。締め過ぎないように注意してください。
9. カバーをセルの元の位置にスライドさせて、最初に外したネジを再度締めます。
10. LNCS の裏面および装置の裏面にアクセスします。
11. 相互接続ケーブルを探します。ケーブルの一方の端を LNCS の 15 ピン D 装置コネクタに差し込みます。もう一方の端を DSC 装置の裏面の COM2 とラベル付けされているポートに差し込みます(下図を参照)。



クーリングヘッドの取り付け



イーサネット COM 1 COM 2 イベント 24 Vdc 出力

DSC の左裏面にある 5 つのポート

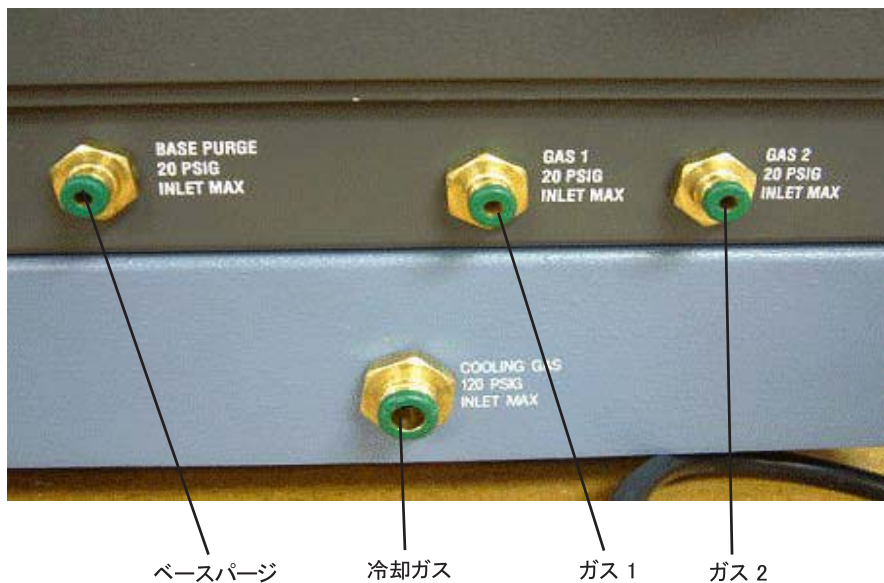
12. 大きいホースが極端に折れ曲がっていないことを確認します。装置と LNCS の間のホースは緩やかに曲がっていなければなりません。
13. ステップ 4 で供給/排出継手を緩めてホースが自由に回転できるようにする場合は、これらの継手をここで再度締め直します。

14. オートリッドの位置合わせをチェックし、必要があれば調整します。手順については、『DSC Q シリーズ スタートアップガイド』第 3 章「AutoLid の位置合わせ」を参照してください。
15. 次ページの手順に従って、セル ベース パージと冷却ガス(LNCS パージ)ラインを接続します。

ベースパージラインと LNCS パージラインの接続

液体窒素クーリングシステム(LNCS)を使用するときは、標準 DSC セル パージ以外にさらに 2 つのパージが必要になります。1 つはベース パージであり、セルのベースを連続的にパージするのに使用します。もう 1 つは LNCS パージであり、オートサンプラの制御下 でサンプルをロード/アンロード中、セルのふたが開いているときに、LNCS クーリング ヘッドの内部を自動的にパージするのに使用します。以下の手順に従って、これらのパージのラインを接続します。

1. ベース パージ ポートを探します。下図に示すように、装置の右裏にある 4 つのポートのうちの 1 つです。



DSC の右裏面にある 4 つのポート

2. ガスソースの圧力が 140 kPa ゲージ圧 (20 psig) に調節されていることを確認します。乾燥窒素の使用をお勧めします。
3. 1/8 インチ O.D. のチューブを使用して、ガスソースをベース パージに接続します。Teflon® TFE チューブの使用をお勧めします。装置の開口部が自動的に流量を調整 (300 ~ 350 mL/分) して、適切な操作が行われるようにします。
4. 装置の右裏にある冷却ガス ポートを探します (上図を参照)。LNCS パージをそのポートに接続します。
5. また、LNCS パージのガスソースの圧力が 140 kPa ゲージ圧 (20 psig) に調節されていることを確認します。乾燥窒素を使用してください。

メモ: ベースパージと LNCS パージはいずれも室温より低い温度にさらされるので、使用するゲージ圧は湿気が含まれていないものでなければなりません。99.999% の純度の窒素ガスを使用することをお勧めします。

6. 1/4 インチ O.D. のチューブを使用して、ガスソースを、LNCS パージ用の DSC 装置の裏面にある冷却ガス ポートに接続します。Teflon® TFE チューブの使用をお勧めします。アドバンテージ Q シリーズ™ ソフトウェアで自動的に調節される電磁弁は、LNCS パージがいつオンになるかを決定します。装置の開口部が自動的に流量を調整 (300 ~ 350 mL/分) して、適切な操作が行われるようにします。

LNCS ラインの接続

DSC セルへのクーリング ヘッド(熱交換器とも呼びます)の取り付けが終了した後、次の手順に従って供給/排出ラインを接続します。

1. 液体排出タワーの上部カバーの側面にある固定ネジを緩めます。カバーをまっすぐ持ち上げて取り外します。

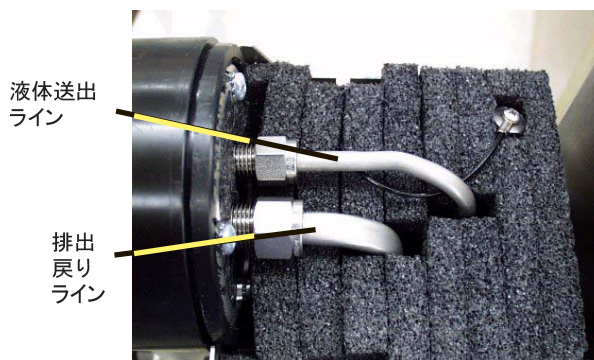
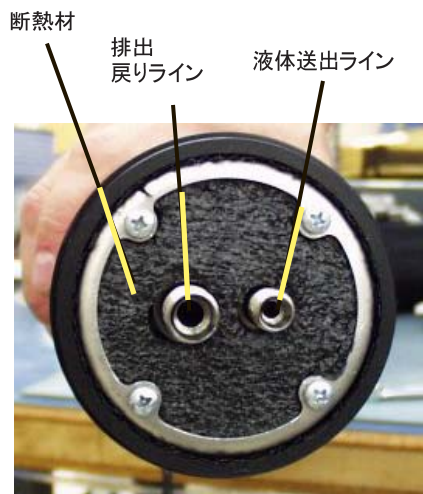
2. 1.8m(6フート)長の供給ホースを、クーリング ヘッド付きの状態に取り出します。クーリング ヘッドの反対端に、LNCS 液体送出タワーに接続する必要があるラインが2つあります。図を見ると、取り付ける2つのラインがわかります。

3. 下図に示すように、9/16 インチのレンチを使用して、小さい方の液体供給ラインを小さい方の継手に取り付けます。

4. 右図に示すように、11/16 インチのレンチを使用して、大きい方の排出戻りラインを残りの継手に取り付けます。

5. 上部カバーを液体送出タワーの上に戻します。

6. 固定ネジが底に達するまでカバーの側面をしっかりと指で締めます。



7. 8 ピンの DIN クーリングヘッド コネクタを LNCS 電子制御ボックスの裏面にあるポートに接続します。コネクタの位置については、右図を参照してください。
8. 液体送出タワーのタンク レベル BNC コネクタがまだ所定の位置に配置されていない場合は、電子制御ボックスに接続します。
9. 15 ピン D コネクタ ケーブルを LNCS 電子制御ボックスにある装置ポートに接続します。反対端を、DSC の裏面にある COM 2 ポートに接続します。



15 ピン D
コネクタ
(DSC にある
COM 2 ポート)

タンク レベル
センサー
BNC
コネクタ

8 ピン DIN
クーリング
ヘッド
コネクタ

電源コード
コネクタ
および電源
スイッチ

LNCS 電子接続

メモ:ヨーロッパ経済地域では、設置する国の基準に適合したという<HAR>マークの付いた(統一)電源ケーブルが必要です。

10. 電源コードを電子制御ボックスおよび電源コンセントに差し込みます。
11. LNCS 電子制御ボックスの裏面にある電源スイッチをオンに切り替えます。
12. LNCS に外部から加圧する場合は、右図のように内部の窒素ガスを窒素ガス供給接続部に接続します。



窒素
ガス供給
接続部

黒色ハンドルのポイント
(左側)

外部加圧のセットアップ

13. 黒色のハンドルを左(窒素ガス供給接続部の方)に回して外部からデュアーを加圧します(前ページの図を参照してください)。50 ~ 70 kPa ゲージ圧(8 ~ 10 psig)の窒素ソースである供給ラインを使用して、LN2 を熱交換器に押し込むようにデュアーの作動圧を制御します。



**警告: 圧縮空気を使用して LNCS を加圧しないでください。
大量の液体酸素がデュアーに堆積して危険を招くおそれがあります。**

デュアーを内部で加圧したい場合は、右図に示すように黒色のノブを右に回します。供給ラインを接続する必要はありません。

これで液体窒素クーリングシステムを充填する準備が整いました。次の章の手順に従ってください。

黒色ハンドルのポイント(右側)



内部加圧のセットアップ

第 3 章

充填、調整、 使用、およびメンテナンス

概要

液体窒素クーリングシステム(LNCS)は、液体窒素のバルク貯蔵タンクから充填する必要があります。基本的に 2 つの方法を使用できます。

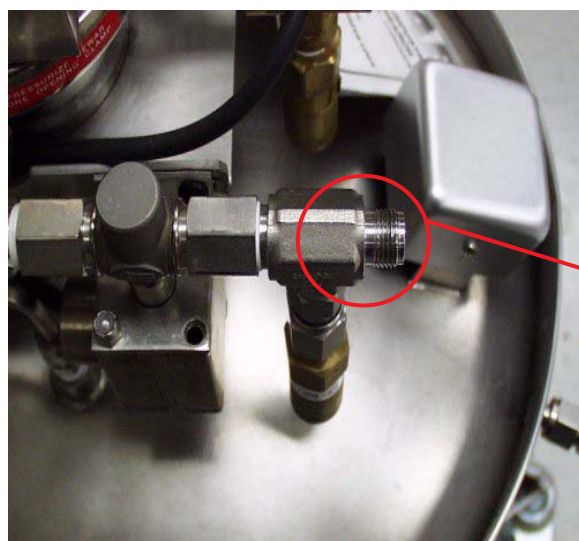
- **自動充填**とは、ユニット近くに配置されているバルク貯蔵タンクからローカルに充填する場合、ラボからリモート位置で充填する場合を含め、ソースからの LNCS 自動充填を指します。ローカルな自動充填は、タンクを充填するのに最も便利な方法です。自動充填は、DSC インストルメントコントロール ソフトウェアから制御される機能を使用します。また、電力を使用してユニットを実行できる場合は、リモート位置で自動充填シーケンスを実施することもできます。
- **手動充填**とは、自動充填に使用できる電力がない場合に使用する方法です。手動充填は通常、電気が使用できない場所で行います。

この章では、LNCS の充填に使用するさまざまな方法を、LNCS の調整、使用、およびメンテナンスに関する情報と合わせて、説明します。

LNCS の接続および 自動充填

ローカル充填機能を使用するには、まず、下図のように冷却アクセサリを液体窒素の大量ソースに接続して、デュアーを充填する必要があります。試験後に LNCS を自動充填させるようにソフトウェアをセットアップすることができます。

1. 自動充填転送用チューブを低圧バルク貯蔵ソースと LNCS の間に簡単に接続できるように、ソースを LNCS のすぐ近く、つまり 1.8 m (6 フィート) 以内に配置します。同様に LNCS および装置も、1.8m (6 フィート) 転送用ホースを接続できるように、すぐ近くに配置する必要があります。
2. 自動充填を行う場合は、次のように LNCS を接続します。
 - a. 転送用チューブを LNCS 自動充填用継手に取り付けます (下図を参照)。
 - b. ユニオン継手およびアダプタ継手 (アクセサリ キットに含まれています) を使用して転送用チューブのもう一方の端部をバルク貯蔵容器に取り付けます。



自動充填用継手

3. 第 2 章で示した DSC 上のクーリング ヘッドが取り付けられていない場合は、クーリング ヘッドを取り付けます。クーリング ヘッドは、セル上の所定の位置に配置されていなければなりません。またセルは、LNCS を充填する前に動作していません。

4. LNCS および装置の電源をオンにします。
5. 次セクション「最初の自動充填」の指示に従って試験を開始する前にデュアーを液体窒素で充填します。

最初の自動充填

LNCS は、試験の冷却を DSC Q シリーズ™ 装置で実行する前に充填する必要があります。このセクションの次の指示に従って、LNCS を充填します。

サーマル アドバンテージ Q シリーズ エクスプローラを使用して、目的の装置に接続します。装置の制御メイン メニューから [制御]-[LNCS]-[充填]を選択します。LNCS は、自動的に充填されます。

デュアーがいっぱいになる、バルク貯蔵タンクが空になる、あるいは LNCS タンク圧が 1 分以上にわたって 1 psig 未満になる場合は自動充填が遮断されます。デュアーが最初に充填された後、次のセクションで示すようにプログラム化された自動充填をセットアップすることができます。

プログラムによる自動充填

「自動充填」は、ランの合間に行うバルク貯蔵タンクからの LNCS の自動再充填も意味します。このセクションでは、LNCS および接続された装置を自動充填ができるようにセットアップする方法について説明します。

Q シリーズの装置は、圧力を調整して液体窒素をクーリング ヘッドに供給する LNCS を自動的に制御します。

Q シリーズの装置への試験が終了した後に LNCS に液体窒素を自動的に再充填するには、[ツール]-[装置プリファレンス]-[DSC ページ] にアクセスし、[次の値を下回ると LNCS を自動充填] を選択して目的のパーセントを入力します。

メモ: LNCS は通常、ユニットの近くに配置されているバルク タンクから充填されます。LNCS デュアーをリモート ソースの液体窒素で充填する必要がある(すなわちソースがユニットの近くに配置されていない)場合は、次ページの指示に従ってください。

LNCS のリモート充填

電力を使用できる場合は、リモート位置で(コントローラおよび装置から離れて)自動充填シーケンスを実施する機能もあります。電子制御ボックスの側面にある[充填]ボタンを3秒間以上押すことによって、自動充填が開始します。この同じボタンを押す時間が3秒未満の場合は、LNCS がリセットされます。

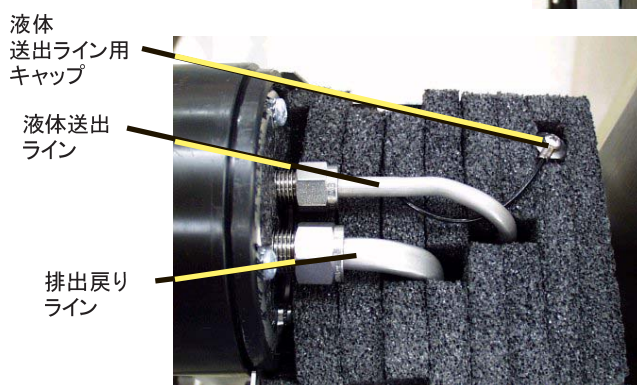
リモート充填位置で電力を使用できない場合は、LNCS を手動で充填することができます。

このセクションでは、自動および手動によるリモート充填方法について説明します。

リモート自動充填

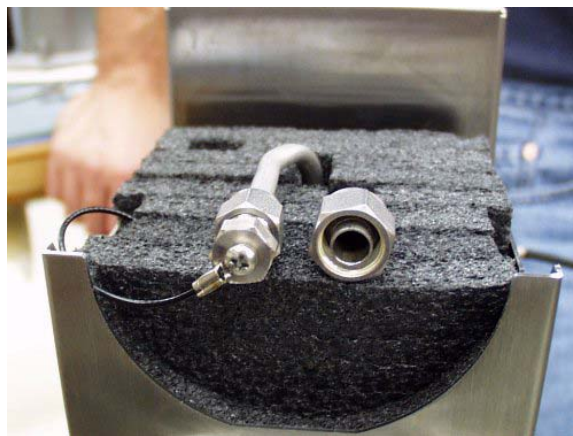
このセクションの指示に従って、リモート位置で LNCS を自動的に充填します。

1. LNCS の電源をオフにします。
2. 液体送出タワー用の上部カバーの側面にある固定ネジを緩めます。図に示すように、カバーをまっすぐ持ち上げて取り外します。
3. 下図に示すように、9/16 インチのレンチを使用して、小さい方の液体送出ラインをその継手から取り外します。



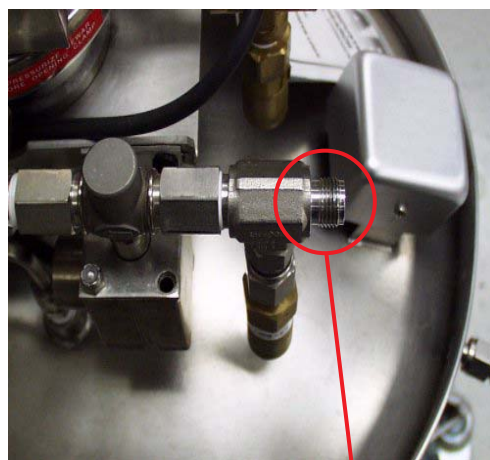
4. 左図に示すように、11/16 インチのレンチを使用して、大きい方の排出戻りラインを残った方の継手から取り外します。

5. 供給ホースを液体送出タワーから外します。タワーの上部に配置されているのが、液体送出ライン用のキャップです（前ページの図を参照）。キャップを、ワイヤ付きの状態ですべて断熱材から取り外します。
6. キャップを液体送出ラインに回して被せます。上図を参照してください。



警告: 供給ホースの LNCS からの接続が解除された場合は、充填プロセス中に液体窒素が継手から噴き出さないように、液体供給ラインの継手にキャップをする（ステップ 5 および 6 を参照）必要があります。

7. ホース窒素ガス供給チューブが接続されている場合は、接続を解除します。
8. LNCS の 15 ピン D コネクタ ケーブルの接続を解除します。8 ピン DIN クーリングヘッド コネクタの電子制御ボックスへの接続を解除します。
9. 電源コードを抜いてください。ただし、LNCS への接続はそのままにしておいてください。
10. LNCS をバルク貯蔵ソースのところまで転がしていき、電源コードを最も近い電源コンセントに差し込みます。電源スイッチをオンにします。
11. LNCS の充填に使用するバルク貯蔵ソースが低圧（最大 25 psi）容器であることを確認します。
12. 図に示すように、転送用ホースをバルクソースから自動充填用継手に接続します。



自動充填
継手



充填ボタン

13. バルク貯蔵ソースのバルブを開きます。

14. LNCS 制御ボックスにある [充填] ボタンを 3 秒間以上押し、自動充填が開始します。デュアーがいっぱいになると、充填は自動的に停止します。

メモ: 冷却ガスは、充填プロセス中に LNCS 排気口から排出されます。充填プロセスは通常、液体レベルに応じて 15 ~ 40 分かかります。

メモ: 液体窒素の転送中に、LNCS および貯蔵タンクのチューブや各部に霜が堆積します。

15. 自動充填が終了した後、転送用チューブに残っている液体が蒸発するのに十分な時間をとります。

16. 窒素バルク貯蔵タンクのバルブを閉じ、すぐに転送用チューブの大量ソースへの接続を解除します。

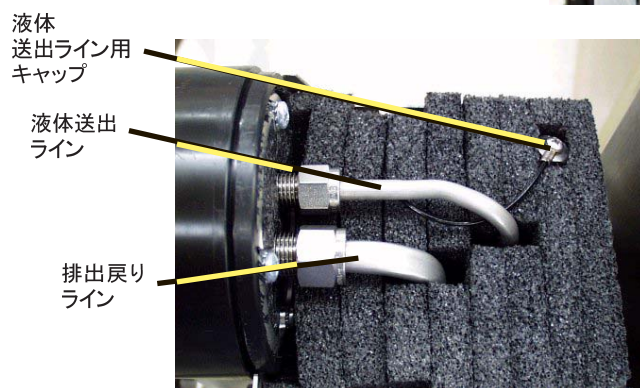
17. 転送用ホースの LNCS 自動充填バルブへの接続を解除し、電源スイッチをオフにし、電源コードを抜きます。

18. LNCS を、分析用装置の近くに返し、ステップ 1 から 9 を繰り返して冷却アクセサリを再度接続します。

リモート手動充填

このセクションの説明に従って、リモート位置で LNCS を手動充填します。

1. LNCS の電源をオフにします。
2. 液体送出タワー用の上部カバーの側面にある固定ネジを緩めます。図に示すように、カバーをまっすぐ持ち上げて取り外します。
3. 下図に示すように、9/16 インチのレンチを使用して、小さい方の液体送出ラインをその継手から取り外します。



4. 左図に示すように、11/16 インチのレンチを使用して、大きい方の排出戻りラインを残った方の継手から取り外します。
5. 供給ホースを液体送出タワーから外します。

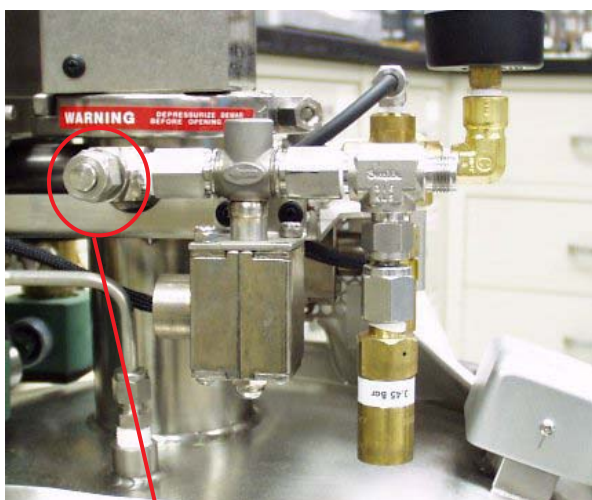
6. タワーの上部にある液体送出ライン用キャップを探します(上図を参照)。キャップを、ワイヤ付きの状態でタワー断熱材から取り外します。
7. 液体送出ラインにキャップを回して取り付けます。右の図を参照してください。





警告: 供給ホースの LNCS への接続が解除された場合は、充填プロセス中に液体窒素が継手から噴き出さないように、液体供給ラインの継手にキャップをする(ステップ 5、6、7 を参照)必要があります。

8. ホース窒素ガス供給チューブが接続されている場合は、切断します。
9. LNCS の 15 ピン D コネクタ ケーブルの接続を解除します。8 ピン DIN クーリングヘッドコネクタの電子制御ボックスへの接続を解除します。
10. 電源コードを抜き、LNCS への接続を解除します。
11. LNCS をバルク貯蔵ソースのところまで転がしていきます。
12. LNCS の充填に使用するバルク貯蔵ソースが低圧(最大 25 psi) 容器であることを確認します。
13. 11/16 インチのレンチを使用して、キャップを手動充填用継手から取り外します(右図を参照)。転送用ホースを大量ソースから手動充填用継手に接続します。
14. 計りを使用できる場合は、デュアーをその上に置きます。これによって重量を監視して、デュアーがいっぱいになったときを割り出すことができます。



手動充填キャップ付継手

15. バルク貯蔵ソースのバルブを開き、デュアーが 87 kg (193 ポンド) に達するまで、バルブを開いたままにしておきます。



警告: 充填中に液体が排気口から溢れ始めた場合は、バルクソースのバルブを閉じてすぐに充填プロセスを停止します。ユニットへの凍結による損傷を防ぐために、迅速に行ってください。

メモ: 冷却ガスは、充填プロセス中に LNCS 排気口から排出されます。充填プロセスは通常、液体レベルに応じて 15 ~ 40 分かかります。

メモ: 液体窒素の転送中に、LNCS および貯蔵タンクのチューブや各部に霜が堆積します。

16. 窒素バルク貯蔵タンクのバルブを閉じます。
17. 転送用チューブに残っている液体が蒸発するのに十分な時間をとるようにします。
18. 転送用ホースの手動充填バルブへの接続を解除し、キャップを元の場所に戻して、レンチを使用してきつすぎない程度に締めます (締めすぎないようにしてください)。
19. LNCS を、分析用装置の近くに戻し、ステップ 1 から 10 を繰り返して冷却アクセサリーを再度接続します。

LNCS の起動

LNCS を適切に取り付けたら、以下のステップに従って装置パラメータをセットアップし、LNCS-DSC システムを最適なパフォーマンスになるように調整します。

1. DSC インストールメント コントロール ソフトウェアの [ツール]-[装置プリファレンス]-[DSC ページ] で、クーラー タイプ (LNCS など) が適切であることを確認します。
2. 乾燥窒素のソースがベース パージおよび冷却ガス (LNCS) パージに接続されていることを確認します。DSC 装置の裏面のガス 1 ポートで使用するガスを選択します (以下の「メモ」を参照)。

メモ: 乾燥窒素は、ベース パージおよび LNCS パージに使用されます。しかし、開始温度が室温未満の場合は、ガス 1 (セルパージ) にヘリウムを使用する必要があります。開始温度が室温を上回る場合は、窒素を使用できます。

3. LNCS をオンにする前に、次のセクション「LNCS の調整」手順のステップ 1 に従って LNCS システムを乾燥させます。
4. 測定後条件 ([測定後] ボタンをクリックすると 手順ページ からアクセスできます) が適切に設定されていることを確認します。室温より上の温度ウィンドウを使用して、セルが試験の合間に冷えないようにしてください (一般的な値は 35 ~ 50°C)。これらの条件を確認した後、[制御] メニューから [スタンバイ温度に移動] を選択して、[ツール]-[装置プリファレンス]-[DSC ページ] で設定したスタンバイ温度を呼び出します。

メモ: サンプルをロードしていないときは DSC セルを覆い、室温未満では開けないようにしてください。

5. 取り付け後の DSC-LNCS システムをさらに安定させるには、次のセクション「LNCS の調整」手順ステップ 2 に進みます。この周期的な試験によって DSC-LNCS システムが安定し、ベースラインおよび較正を最適化させることができます。
6. システム調整後、DSC を再較正します。

メモ: 試験をセットアップするときに、必ず測定後条件を確認してください。室温より上の温度ウィンドウを使用して、セルが試験の合間に室温未満に冷えないようにしてください。

LNCS システムの調整

LNCS 熱交換器を DSC に取り付けるたびに、較正および試験に先立ち、以下の調整手順を実行する必要があります。調整の 1 番目のステップは、システムを最初に取り付けたとき、その後は、定期的に LNCS をオンにする前に DSC セルおよび熱交換器内の水分を取り除きシステムを乾燥させるために行います。2 番目のステップは、システムを繰り返すことによって DSCL NCS システムを安定させ、ベースライン パフォーマンスを最適化させるために行います。

ステップ 1: システムの乾燥

次の手順に従います。

1. DSC セルが空であることを確認し、セルを覆います。オートリッド機構が表示されたら、蓋が適切に取り付けられていることを確認します(蓋の位置合わせの手順については、必要に応じて、DSC Q シリーズ スタートアップ ガイドの「オートリッドの位置合わせ」、またはオンライン ヘルプを参照してください)。
2. DSC インストルメント コントロールソフトウェアの [ツール]-[装置プリファレンス]-[DSC ページ] にアクセスします。適切なクーラー タイプ (LNCS) が選択されていることを確認し、「LNCS をオンのままにする」をチェックし、「スタンバイ温度」が目的の温度であることを確認します。
3. DSC インストルメント コントロール ソフトウェアを使用して [試験ビュー] の [概要ページ] にアクセスします。
「標準」モードを選択して、「セル/冷却調整」測定テンプレートをリストから選択します。
LNCS をオフにした状態でこの測定を行います。
4. [手順ページ] をクリックします。
5. 120 分のデフォルトの条件が 75°C であることを確認し、[適用] を選択します。これらの条件は、一般的な状況の場合に適しています。
6. [測定後パラメータ] ウィンドウから 35 ~ 50°C の温度範囲ウィンドウにアクセスし、セルの温度を室温より少し上に戻します。LNCS の動作中は、試験前後のセルの温度を室温またはそれより少し上に保つことが非常に重要です。
7. 試験を開始します。

8. この試験の終了後も、ベースページおよびセルページは、引き続きオンにしておく必要があります。ページをオンのままにしておかないと、大気中の水分によってシステムが汚染され、要する時間と相対湿度によってはこの手順を繰り返さなければならないことがあります。

ステップ 2: システムの安定化

以下の周期的な試験は、1 番目のステップの後で実行します。これによって DSC-LNCS システムが安定し、ベースラインおよび校正を最適化することができます。

1. メニューから [制御]-[LNCS]-[冷却] を選択します。これで LNCS が使用可能になり、セルの冷却が開始します。LNCS が起動した後、フランジ温度が作動温度まで急速に下がります。
2. 前ページのステップ 2 ～ 6 で説明した 装置プリファレンスおよび測定後条件を確認します。
3. セルが空であることを確認し、セルを覆います。
4. [シグナルの表示] ペインを観察します。表示されている「セット ポイント温度」が、[測定後パラメータ] ウィンドウで指定した温度範囲の中間にあることを確認します。これは、測定後温度制御がアクティブであることを示します。測定後温度制御がアクティブではない（すなわち「セット ポイント温度」が 0.00°C を示している）場合は、[制御] メニューから [スタンバイ温度に移動] を選択して、[ツール]-[装置プリファレンス]-[DSC ページ] で設定したスタンバイ温度を呼び出します。
5. 以下の「カスタム」メソッドを作成し保存します。
 - 1 データストレージをオン
 - 2 平衡温度 50°C
 - 3 等温 60 分
 - 4 サイクル終了をマーク
 - 5 平衡温度 300°C
 - 6 サイクル終了をマーク
 - 7 等温 30 分
 - 8 サイクル終了をマーク
 - 9 平衡温度 -180°C
 - 10 サイクル終了をマーク
 - 11 等温 10 分
 - 12 サイクル終了をマーク
 - 13 昇温 20°C/分 ～ 300°C (次ページに続く)

- 14 サイクル終了をマーク
 - 15 等温 10 分
 - 16 セグメント 8 を 7 回繰り返す
6. ステップ 5 で作成した試験を開始します。LNCS を作動させている場合、フランジ温度は 100°C 未満でなければなりません。フランジが 100°C を超えたときにランを開始したら、エラーメッセージが表示され、ランが強制終了されます。正常作動中、ランの開始時のフランジ温度は、-45°C 未満でなければなりません。

LNCS の調整(乾燥ステップおよび安定化ステップをいずれも実行)後、上記のメソッドの最後のベースラインランについて、アーチファクトが見られるかどうかを評価します。LNCS を使用して試験を行う前に DSC を校正します。詳細は、DSC オンラインヘルプを参照してください。

LNCS の使用方法

試験を行う前に LNCS を起動させる(40 ページを参照)ことをお勧めします。これによって LNCS が安定し、ランの開始前にサンプルが低温状態にさらされるのを防ぐことができます。

試験の開始

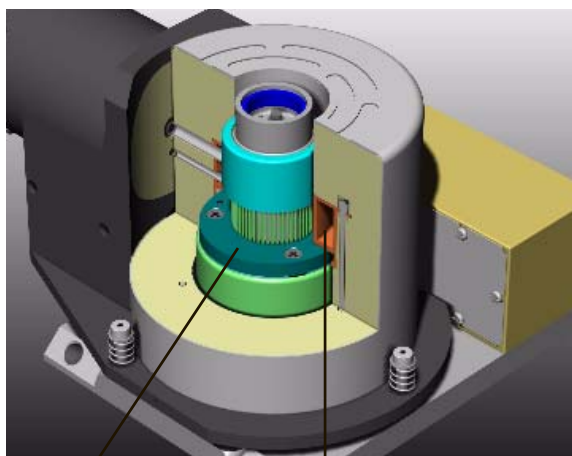
試験を開始する前に、DSC がコントローラに接続されており、標準パージ ガスおよびベース パージ ガスが接続されており、インスツルメント コントロール ソフトウェア経由で必要な情報をすべて入力したことを確認します。

メモ: 試験が開始されると、コンピュータのキーボードで最適の操作が行えます。DSCは動きに対して非常に敏感であるため、装置のタッチスクリーンのキーに触れると振動を感知することがあります。

インスツルメント コントロール ソフトウェアで [開始] を選択するか、装置タッチスクリーン上の [START/開始] キーに触れて試験を開始します。装置を起動すると、システムが自動的にランを実施し、完了させます。

LNCS 開始条件

液体窒素クーリングシステム (LNCS) を使用している場合、セル構造の一部であるフランジ(図を参照)が -60°C 未満になり、システムが適切な液体窒素が存在することを検出したら、ランが開始します。次にセルの温度が 20°C に設定され、試験メソッドが開始します。



フランジ

液体窒素用チャネル

LNCS 使用時のガイドライン

LNCS を適切に取り付け、システムを調整、校正した後、標準の試験操作中は以下のガイドラインを維持する必要があります。

- LNCS の使用時は、標準セル パージ ガスに加えて、冷却ガス(LNCS)パージおよびベース パージに、乾燥した湿気のないガスソースが必要です。このパージには、乾燥窒素をお勧めします。こうしたガスを引き続きオンにしておく必要があります。オンにしておかないと、大気中の水分が入り、システムが汚染されてしまいます。
- LNCS パージは、セルをオートリッドで開くたびに自動的にオンになり、水分がシステム内に入るのを防ぎます(メモ:これは、DSC Q20/Q10 でセルの蓋を手動で開く場合は機能しません)。サンプルがアクティブにロード/アンロードされていない場合は、セルの蓋を所定の位置に配置しておくことを強くお勧めします。蓋を取り外す前に、[制御]-[空冷]-[オン] を使用して LNCS パージをオンにします。蓋を所定の位置に配置したら、LNCS パージをオフにします。
- 重要:低温測定を行う場合は、パージガスとしてヘリウムを使用してください。室温以上での急速冷却に LNCS を使用中の場合(すなわち等温結晶化)は、パージガスとして窒素を使用できます。

メモ:システムの校正に使用したものと同じガスを使用して試験を実施してください。たとえば、窒素を使用して校正をする場合は、窒素でランを実施してください。

- DSC インストルメント コントロール ソフトウェアの [ツール]-[装置プリファレンス]-[DSC ページ] にアクセスします。適切なクーラー タイプ (LNCS) が選択されていることを確認し、「LNCS をオンのままにする」をチェックします。必要に応じて [次の値を下回ると LNCS を自動充填] オプションにチェックをし、LNCS を自動的に充填するパーセントを入力します。これは、液体窒素が指定したパーセント未満になる場合、試験終了時に LNCS で自動充填を行うことを意味します。充填プロセスが作動すると、次の予定されたランに進む前に充填を完了させます。チェックをしない場合は、必要に応じて LNCS を手動で充填する必要があります(デフォルト=チェック済み、40%)

- 試験をセットアップするときに、必ず測定後条件を確認してください。温度ウィンドウを有効にし、室温以上の温度範囲を使用して、セルが試験の合間に冷えないようにします。
- オートサンプラー シーケンスをセットアップしている場合、[装置プリファレンス]-[オートサンプラー ページ] にアクセスして、LNCS の目的のシーケンス終了オプションを選択します。
- **重要:** 室温未満の場合は、セル内に霜や水分が堆積するのを防ぐために DSC セルを開かないでください。セルを開くと、調整および較正のステップを繰り返さなければならないことがあります。
- **重要:** 最適なベースライン パフォーマンスを望む場合は、DSC-LNCS システムの調整後、ランの合間に LNCS をオフにしないことをお勧めします。
- **重要:** 有効なベースパージなしに動作させたり、ヒーター電力なし(たとえば測定後条件なし)にセルを長時間下限温度のままにしておいたり、フランジ温度が室温より低い場合に LNCS をセルから取り除いたりすると、セル内に過度の水分が生じることがあります。その場合は、「LNCS の調整」手順ステップ 1 を実行するなど、追加の乾燥時間が必要になります。



警告: LNCS クーリング ヘッドが取り付けられ、LNCS の電源がオフになっている場合は、100°C 以下になるようにしてください。クーリングヘッドに大きな損傷を与えるおそれがあります。



注意: 400°C を超える等温試験を行う場合は、LNCS を使用しないでください。長時間高温で LNCS を使用すると、DSC セル加熱要素の寿命が短くなることがあります。

メモ: 冷却フランジが作動温度に達すると、存在する水分を凝結させます。最初の水分レベルが高すぎる場合、あるいは熱交換器ボックスにその後入る大気中の水分が最低限に抑えられていない場合、ヒートフロー信号にアーチファクトが観察されることがあります。必ずしもそうではありませんが、一般に、アーチファクトは 0 ~ 100°C の間で観察され、時間が経つにつれて強度が増します。

LNCS のメンテナンス

このセクションで説明する主なメンテナンス手順は、使用者の責任において実施するようにしてください。それ以外のメンテナンスは、TA Instruments の担当者、または有資格のサービス要員が行うことになっています。詳細は、インスツルメントコントロールソフトウェアにインストールされたオンライン マニュアルを参照してください。



警告: この装置では高電圧を使用するため、訓練を受けていない場合は、試験や電気回路の修理を行わないでください。



注意: 製造元が推薦する方法以外でクリーニングや汚染除去を行う場合は、事前に、機器に損傷をきたさない推奨方法を製造元に問い合せてください。

液体窒素クーリングシステムは、実際にはほとんどメンテナンス不要です。このセクションでは、注意する必要のある以下のアイテムについて説明します。

- クリーニング
- ヒューズの交換
- グラファイトガスケットの交換

LNCS のクリーニング

LNCS はいつでもクリーニングすることができます。ユニットは、家庭用の液体ガラスクリーナおよび柔らかい布でクリーニングしてください。ガラスクリーナで布(ユニット自体ではなく)をぬらしてから、ユニットと周辺表面を拭き取ります。

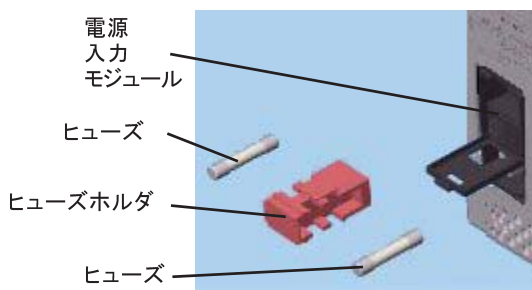


警告: 強力な薬品、研磨用クリーナ、スチールウール、または表面が粗い素材は使用しないでください。

ヒューズの交換

電子制御ボックスの裏面の電源入力モジュールにあるヒューズは交換することができます。これらのヒューズのチェックまたは交換は、以下の手順に従って、必要に応じて図を参照しながら行ってください。

1. 冷却アクセサリをオフにし、電源コードを取り外します。
2. 電源入力モジュールのドアの端に小さなネジ回しを挿入し、こじ開けます。
3. ヒューズ [ズ ホルダの端にネジ回しを挿入し、装置から引っ張り出します。
4. 古いヒューズを取り出し、装置の後ろのパネルに記載されたタイプおよび定格のヒューズとのみ交換します。
5. ヒューズ ホルダを開口部に戻し、ドアを押し閉めます。
6. 電源コードを元に戻し、ユニットを再度オンにします。



グラファイトガスケットの交換

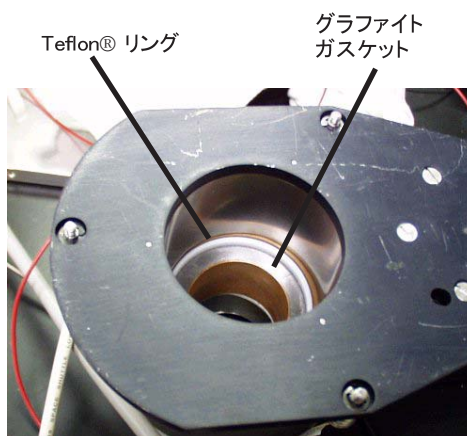
LNCS クーリング ヘッドの内部には、DSC セルと冷却アクセサリーの間を密封するよう働く、いくつかのアイテムがあります。ユニットの冷却パフォーマンスが芳しくない結果を示し始めたら、以下の手順に従って、クーリング ヘッドの内部のグラファイトガスケットをチェックして、必要に応じて交換する必要があります。

1. ユニットの電源をオフにして、フランジ温度が室温以上になるまで待ちます。

2. クーリング ヘッドを取り外します。
必要な場合は、22 ページの取り付け手順を参照してください。

2. 図に示すように、クーリング ヘッドを逆さまにします。

3. グラファイト ガスケットに裂け目、穴、磨耗の兆候がないかどうかを検査します。また、DSC セルの冷却フランジにグラファイト残留物がないかどうかを検査します。必要な場合は、次のステップに従ってガスケットを交換します。

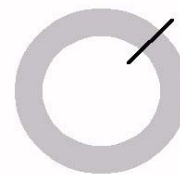


クーリングヘッドの内部

4. 小さいマイナスのネジ回しを使用して、グラファイト ガスケットを所定の位置に保持している白色の Teflon® リングをかき出します。リングにはスロットが入っており、取り外すのに十分な柔軟性をもたせてあります。

5. 損傷しているグラファイト ガスケットを取り外して破棄します。

6. 新しいガスケット、およびはさみを用意します。ガスケットの口径の一側面に、取り付けできるように慎重に切れ目を入れます(運搬中の損傷を避けるために、切れ目を入れずに出荷しています)。



7. 新しいガスケットをクーリング ヘッド中に押し下げます。薄材に損傷を与えないように注意してください。ガスケットの縁をスライドさせ、クーリング ヘッドの内側にある溝にはまるようにします。

はさみで切断して
ガスケットにスロット
をつける

8. 白色の Teflon® リングを、所定の位置にはめ込まれ、ガスケットを固定するように、斜めの面が外側を向いた状態で元の場所に取り付けます。
9. クーリング ヘッドを装置に再度取り付け、電源をオンにします。
10. オートリッドの位置合わせをチェックし、必要があれば調整します。手順については、『DSC Q シリーズスタートアップガイド』第 3 章「オートリッドの位置合わせ」を参照してください。

交換用部品

LNCS の交換用部品は、TA Instruments から入手可能です。部品を注文する場合には、下の表および次ページの所在地リストを参照してください。

品 番	説 明
970408.901	クーリング ヘッド アセンブリ
271282.001	電源装置
970250.901	プリント回路基板、制御、LNCS
271562.001	ヒューズ、2.5A、250V
970322.901	自動充填バルブ
970323.901	自動充填排出バルブ
970324.901	昇圧バルブ アセンブリ(L11)
970325.901	昇圧排出バルブ アセンブリ(L12)
970326.901	圧力制御バルブ アセンブリ(L13)
970327.901	圧力制御排出バルブ アセンブリ(L12)
200121.002	345 kPa ゲージ圧(50 psig)圧力リリーフ バルブ、 充填チューブ保護
200121.001	90 kPa ゲージ圧(13 psig)圧力リリーフ バルブ、 デュアー保護
970374.001	ガスケット、グラフィット、熱交換器
970076.001	中央リング熱交換器
970418.901	デュアー キャップ アセンブリ

TA Instruments 所在地

最新製品情報やその他の情報については、弊社Webサイト
(www.tainstruments.com)を参照してください。

TA Instruments, Inc.
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720
電話番号: 1-302-427-4000 または
1-302-427-4040
ファックス番号: 1-302-427-4001

ヘルプライン (米国内)
熱分析用アプリケーションについては、熱分析ヘルプデスクにお問い合わせください。
電話番号: 1-302-427-4070
サービス (米国内)
装置サービスおよび修理
電話番号: 1-302-427-4050

ベルギー / ルクセンブルグ
TA Instruments a Division of Waters N.V./S.A.
Raketstraat 60 Rue de la Fusée
1130 Brussel / Bruxelles
Belgium
電話番号: 32/2 706 00 80
ファックス番号: 32/2 706 00 81

ヨーロッパ
TA Instruments Ltd
Cleeve Road
Leatherhead, Surrey KT22 7UQ
United Kingdom
電話番号: 44/1372 360363
ファックス番号: 44/1372 360135

フランス
TA Instruments France SARL
1-3, Rue Jacques Monod
78280 Guyancourt
France
電話番号: 33/1 30 48 94 60
ファックス番号: 33/1 30 48 94 51

ドイツ

TA Instruments Germany
Max Planck Strasse 11
63755 ALZENAU
Germany
電話番号:49/6023 96470
ファックス番号:49/6023 964777

イタリア

Waters S.p.A.
Via Achille Grandi, 27
20090 Vimodrone (Milano),
Italy
電話番号:39/02 27421 283
ファックス番号:39/02 250 1827

日本

ティー・エイ・インスツルメント・ジャパン
東京都品川区
北品川 1-3-12
第5小池ビル 4階
日本
電話番号:813 5479 8418
ファックス番号:81/3 5479 7488

オランダ

TA Instruments
A Division of Waters Chromatography bv
Postbus 379 / Florijnstraat 19
4870 AJ Etten-Leur
The Netherlands
電話番号:31/76 508 72 70
ファックス番号:31/76 508 72 80

スペイン

Waters Cromatografia S.A.
Entenza 24 Planta Baja
08015 Barcelona
Spain
電話番号:34/93 600 93 00
ファックス番号:34/93 325 98 96

スウェーデン/ノルウェー

Waters Sverige AB
TA Instruments Division
PO Box 485 Turebergsvägen 3
SE-191 24 Sollentuna
Sweden
電話番号:46/8 59 46 92 00
ファックス番号:46/8 59 46 92 09

オーストラリア

TA Instruments
C/O Waters Australia Pty.Ltd.
Unit 3, 38-46 South Street
Rydalmere NSW 2116
Australia
電話番号:613 9553 0813
ファックス番号:61 3 9553 0813

索引

数字

8 ピン DIN クーリングヘッドコネクタ 29、35、38

15 ピン D コネクタ 29

15 ピン D コネクタケーブル 35、38

B

BNC コネクタ 29

D

DSC

カバーの取り外し 22

L

LNCS

解梱 19

開始 40

クリーニング 47

クーリングヘッド

グラファイト ガスケット交換 49

警告 46

検査 19

交換用部品 51

システムの安定化 42

システムの乾燥 41

自動充填 31、33

充填

自動充填 33

初回 33

使用のガイドライン 45

操作 45

調整 41

- 内部充填 33
- ヒューズの交換 48
- メンテナンス 47
- リモートで充填 34～39
 - 自動充填 34
 - 手動メソッド 37

- LNCS (液体窒素クーリング システム) 15
 - コンポーネント 17
 - 説明 15

- LNCS の解梱 19

- LNCS の検査 19

- LNCS の自動充填 32、33

- LNCS の充填
 - リモート自動充填メソッド 34
 - リモート手動メソッド 37
 - リモート メソッド 34～39
 - ローカル メソッド 32

- LNCS の調整 41

T

- TA Instruments
 - 所在地 52

- Teflon® リング 50

W

- www.tainst.com 52

あ

- 安全基準 9

- 液体送出タワー 17

- 液体送出ライン 34、37
 - キャッピング 35、37
 - 取り付け 28

液体窒素クーリングシステム (LNCS) 15
 取り付け 22
 DSC への取り付け 22
 取り付けの前提条件 20

か

開始
 試験 44
 LNCS 開始条件 44
ガスケット 49
ガス ソース 27、45
ガス ライン
 ベースパージの接続 26
キャッチトラフ
 空にする 21
 取り付ける 21
供給ホース 28
グラファイトガスケット
 交換 49
クリーニング
 LNCS 47
クーリングヘッド 17、28、32
 グラファイトガスケット交換 47
 取り付け 23
結露 13
交換用部品 51
コネクタ ケーブル
 取り付け 29

さ

試験
 開始 44

示差走査熱量計 (DSC) 関連項目: 装置

システム

安定化 42

乾燥 41

システムの安定化 42

システムの乾燥 41

自動充填

定拒 31

リモート 34

霜 13

手動充填

リモート位置 37

仕様

LNCS 16

商標 3

「セル/冷却調整」測定テンプレート 41

装置

冷却アクセサリ

LNCS 15

メンテナンス 47

測定後条件 42、46

た

チューブ

ベースパージ 27

低温素材 20

デュアー外部加圧 18、30

デュアー タンク 17

デュアー内部加圧 18、30

電子制御ボックス 17、29、35、38

電磁適合性基準 10

電話番号
TA Instruments 52

登録商標 3

特許 3

取り付け 22

は

排出戻りライン 34、37
取り付け 28

場所 20

バルク貯蔵ソース 35、38

ヒューズ
交換 48

ファイバフラックス 11

部品 51

法規則への適合 9

ま

メンテナンス 47
グラファイト ガスケットの交換 49

ら

ライン
液体送出
取り付け 28
排出戻り
取り付け 28

リモート充填 34～39

冷却アクセサリ
開始条件 44

冷却フランジ 46

