

RCS

Refrigerated Cooling System



Q シリーズ™

スタートアップガイド

品番 970007.002 改訂 A
2003 年 8 月発行



©2001, 2002, 2003 by TA InstrumentsWaters 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ます装置または手順を、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。

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)。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。

Adobe® Acrobat® Reader® は、Adobe Systems Incorporated 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
水の凝結	12
熱に対する安全性	12
温度範囲	12
第 1 章:RCS の概要	13
概要	13
仕様	14
第 2 章:RCS の取り付け	17
RCS クーリングヘッドの取り付け	17
ベースパージラインと RCS パージラインの接続	23
RCS の起動	25
RCS システムの調整	26
ステップ 1:システムの乾燥	26
ステップ 2:システムの安定化	27
第 3 章:使用、およびメンテナンス	29
RCS の使用時のガイドライン	29

RCS のメンテナンス	31
RCS のクリーニング	31
RCS ヒューズの交換	31
部品リスト	32
TA Instruments 所在地	33
索引	37

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

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

米国:

UL3101-1 実験用電気機器、第 1 部: 一般基準

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、機器に備わる安全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。RCS ユニットの脚を傷つける可能性があるため、RCS をスライドさせないでください。RCS を移動する場合は、2 人で持ち上げて運搬してください。



注意: クーリングヘッドアセンブリには、被覆ファイバー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、ファイバー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。ファイバー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。



注意: RCS は、有害物質 (すなわち可燃性の冷凍剤) を含んでいます。梱包して発送する前に、TA Instruments に連絡してください。

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。

水の凝結



警告: DSC および RCS システムの表面の一部が、RCS の使用中に冷えることがあります。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。

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: RCS 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えることがあります。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。

温度範囲



警告: RCS 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。大きな損傷や怪我を負うことがあります。



注意: 400°C を超える等温試験を実行する場合には、RCS を使用しないでください。高温で長時間使用すると、装置が損傷することがあります。

第 1 章

RCS の概要

概要

DSC 試験の冷却に使用する冷凍クーリングシステムで、2 段階の縦列蒸気圧縮冷凍システムで構成され、クーリングヘッドが付いています。下の図を参照してください。クーリングヘッドは、内部熱交換器、結露防止ヒーター、および他のさまざまなコンポーネントで構成されており、DSC セルの上部に固定されています。RCS は、作動範囲-90℃から 550℃での冷却を必要とする試験に使用できます。最大冷却速度は、試験の温度範囲によって異なります。



DSC Q1000 付属 RCS



注意: RCS は、その電源要件により、装置の裏面にあるアクセサリ用コンセントとの互換性はありません。

仕様

冷凍クーリング システムには、表 1 および 2 の仕様が適用されます。

表 1
技術仕様

サイズ	高さ 46 cm(18 インチ) × 幅 26 cm(10 インチ) × 奥行き 51 cm(20 インチ)
電源要件	120 Vac/12 A/60 Hz または 220 Vac/6 A/50 Hz(RCS モデル によって異なります)
重量	47.7 kg(105 ポンド)
冷却能力	-90°C(各種装置と併用した場合)
供給ホース	120 cm(4 フィート) RCS からクーリング ヘッドまで断熱
冷凍剤	エチレン、プロピレン
隙間	ラインに過度の応力を加えずに冷却ラインを装置につなぐことができるように、RCS の上方に 45 ~ 60 cm(18 ~ 24 インチ)の余分な隙間をとることをお勧めします。また、RCS コンデンサーから適切に放熱できるように、背後および両側面には 15 ~ 30 cm(6 ~ 12 インチ)の余分な隙間をとることをお勧めします。
作動環境 条件	温度: 15 ~ 30°C 相対湿度: 5 ~ 80 % (結露のないこと) 取り付けカテゴリ II 汚染度 2 最高高度: 2000 m(6560 フィート)

表 2 は、RCS/DSC 冷却のパフォーマンス仕様を示しています。

表 2
RCS/DSC パフォーマンス仕様

温度範囲	-90℃ ～ 550℃	
線形冷却速度	使用可能な冷却速度は、温度範囲によって異なります。一般のガイドラインとして、45℃/分を超える冷却速度は、400 ～ 100℃ で達成され、5℃/分の冷却速度は、400 ～-70℃ で達成することができます。	
バリスティック冷却	室温 ～-90℃	15 ～ 18 分



注意: 400℃ を超える等温試験を実行する場合は、RCS を使用しないでください。高温で長時間使用すると、装置が損傷することがあります。

第 2 章

RCS の取り付け

RCS の取り付け作業には、クーリング ヘッド アセンブリの DSC セルへの取り付け、ベース パージ ガスの DSC への接続、および水分を取り除くためのシステムの調整が含まれます。これらの各ステップについて、以下のセクションで説明します。



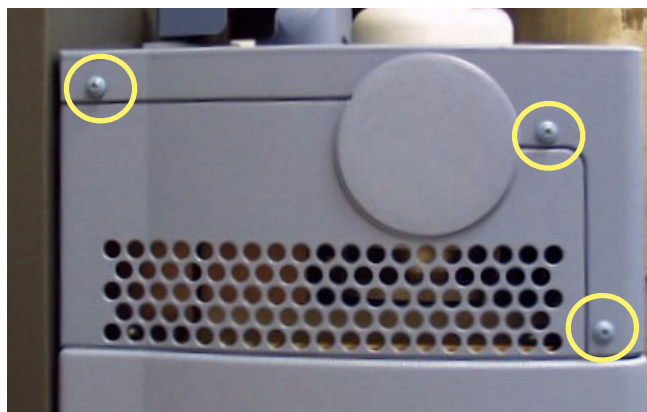
注意: 冷却アクセサリは大きい上に重量があるため、怪我をしないよう RCS の持ち上げは必ず 2 人で行ってください。RCS ユニットの足を傷つける可能性があるため、RCS をスライドさせないでください。RCS を移動する場合は、2 人で持ち上げて運搬してください。

RCS クーリングヘッドの取り付け

RCS ユニットのクーリング ヘッドを介して DSC セルに接続します。このクーリング ヘッドは、内部熱交換器、結露防止ヒーター、および他のさまざまなコンポーネントで構成されています。以下のステップは、DSC と RCS ユニットの接続する手順について説明しています。

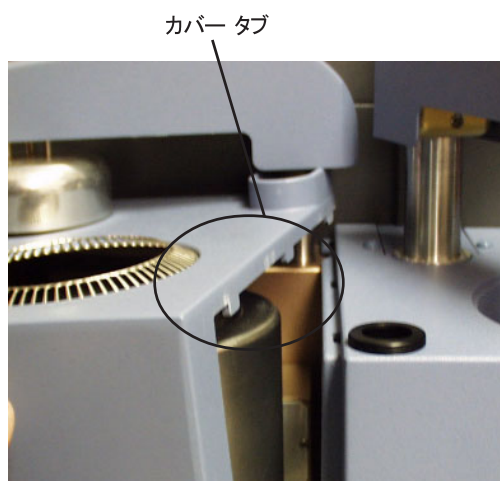
メモ: RCS は、水分の結露場所となり得る冷却面を作り出すため、RCS クーリング ヘッドを始めて設置するとき、またはクーリング ヘッドを取り外したり再設置するときは必ず、26 ページの調整手順に従うようにしてください。

1. 蓋を取り外します。DSC Q10 の蓋を手動で取り外すか、または、[制御]-[蓋]-[開く] 機能を選択して Q100 または Q1000 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. ユニットカバーの横にあるプラグを引っ張って取り外します。次に、セルカバーを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(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。



DSC カバーのネジ

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、カバーを手前に引っ張って完全に取り外します(下図を参照)。



オートサンプラー カバー タブ

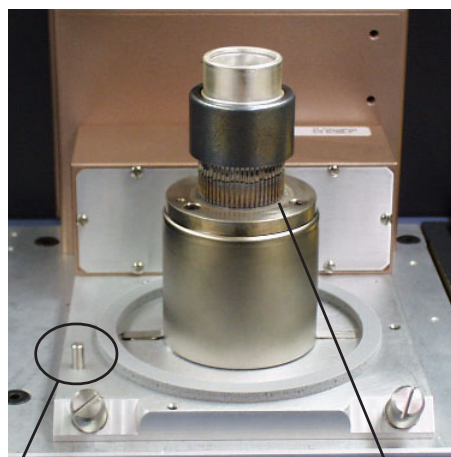
オートサンプラーが設置されていない場合は、さらにネジを取り外してカバーを外す必要があります。次に、カバーを手前に引っ張って完全に取り外します。セルが露出します。

メモ: 最適なパフォーマンスを得るために、セルおよび RCS の表面を壊したり傷つけたりしないようにしてください。

4. シルバーのブロック上部の DSC セルの 2 つの表面が損傷を受けてないことを確認します。シルバーの部分にくぼみ、堆積、汚染物質、酸化などの凹凸が見られる場合は、表面が滑らかできれいになるようにしてください(セルの調整の詳細については、最寄りの TA Instruments サービス担当者に連絡してください)。
5. DSC セル冷却フランジおよび RCS クーリング ヘッドの対応する表面が、壊れたり傷ついたりしていないことを確認します。くぼみ、堆積、汚染物質、酸化などの凹凸が見られる場合は、それを調整して、接続面が滑らかできれいになるようにしてください。(セルの調整の詳細については、最寄りの TA Instruments サービス担当者に連絡してください)。
6. RCS 冷凍ユニットを DSC の左に配置します。

メモ:最も効率よく作業できるように、RCS を別の作業台に、DSC と同じ高さになるように配置します。RCS を DSC の高さより下に取り付けると、冷却パフォーマンスが低下します。

7. セル ベース上のピン(右図を参照)を、RCS クーリング ヘッドの対応するスロットに位置合わせして、クーリング ヘッドをセルの上に慎重に下ろします。クーリング ヘッドをセルの上面にぶつけないように特に気をつけてください。セル表面に何らかの損傷があると、その後の性能に悪影響を与える恐れがあります。
8. クーリング ヘッドの底がセル ベースプレートに据え付けられていることを確認します。適切に据え付けられていない場合は、クーリング ヘッドの Teflon® リングに損傷がないかどうかをチェックしてください。必要な場合は、リングを交換してください。
9. 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。



位置合わせピン

冷却フランジ

露出した状態の DSC セル

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

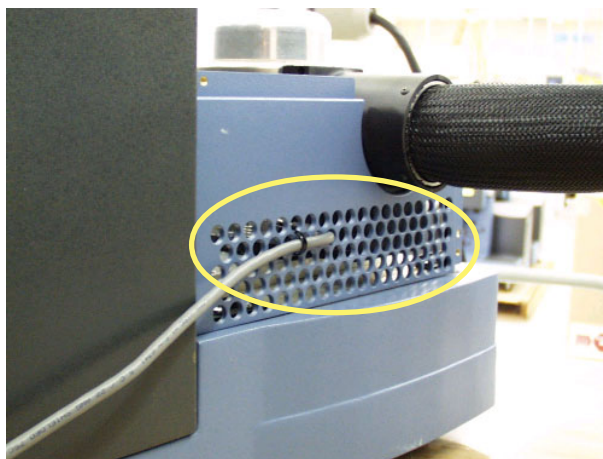
10. クーリングヘッド上で保持したまま、レンチの先を、RCS プレーットの 3 本の固定ネジのいずれかに挿入します(右図を参照)。ネジを 2、3 回締める間に、下に押す必要があります。まだ完全に締めないでください。
11. 残りの 2 本の固定ネジに対してもステップ 10 を繰り返します。ネジを少し締めたら、他のネジに戻って 3 本すべてが下まで達したと感じられるまで締めます。締め過ぎないように注意してください。
12. キットから RCS ヒーター ケーブルを用意します。下図に示すように、コネクタを、装置の裏面の +24 Vdc 出力ポートに差し込みます。



クーリングヘッドの取り付け



13. ケーブルを、装置の周りを経由してキャビネット側面の穴の 1 つに通します。タイラップ用のスペースを十分とるために、下図に示すように、2 列目の穴を使用することをお勧めします。



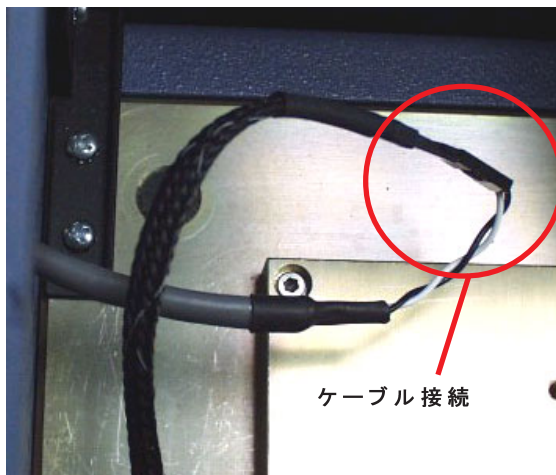
固定したヒーター ケーブル

14. キットにあるタイラップを使用して、側面にケーブルを固定します。パネルの内側の余分なプラスチックは切断します。

15. 右図に示すように、ケーブルコネクタにヒーターコネクタを差し込みます。

16. RCS とクーリング ヘッドの間の断熱接続ホースが急に折れ曲がっていないことを確認します。緩やかに曲がっていない必要があります。

17. カバーを元の位置にスライドさせてセルを覆い、最初に外したネジを再度締めます。



18. インストルメントコントロールのイベントスイッチが「オフ」に設定されていることを確認します。

19. RCS の裏面および装置の裏面にアクセスします。

20. イベントケーブルを使用して、RCS イベント制御ポートを DSC イベント制御ポートに接続します。右図に示すように、赤色のリード線を左側の赤色のポートに、黒色のリード線を黒色のポートに接続します。

21. 電源ケーブルを RCS の裏面、および電源コンセントに差し込みます。



RCS イベントケーブル接続

22. RCS 制御スイッチを [EVENT/イベント] に設定します(右図を参照)。

メモ:[EVENT/イベント] に設定することによって、RCS をシステムソフトウェアで制御できるようになります。
[MANUAL/手動] は、オペレータが手動で遮断するまで、RCS を連続的にオンの状態に保ちます。

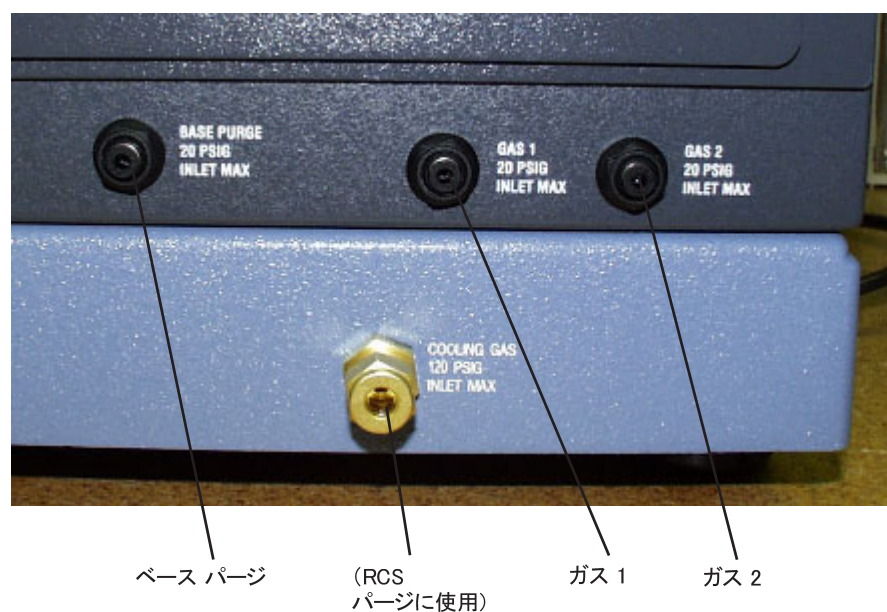


23. オートリッドの位置合わせをチェックし、必要があれば調整します。手順については、『DSC Q シリーズ™ スタートアップガイド』第 3 章「オートリッドの位置合わせ」を参照してください。
24. 次セクションで示すように、ベース パージラインを接続します。

ベースパージラインと RCS パージラインの接続

冷凍クーリング システム(RCS)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 RCS パージであり、オートサンプラーの制御(Q1000 の場合は標準装備、Q100 の場合はオプション)下でサンプルをロード/アンロード中、セルの調整中にセルが開いているときに、RCS 冷却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)。RCS パージをそのポートに接続します。
5. また、RCS 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 RCS パージはいずれも室温より低い温度にさらされる可能性があるため、使用するゲージ圧に湿気が含まれないようにしてください。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 RCS パージ用冷却ガスポートに接続します。Teflon® TFE チューブと Swagelock 継手の併用をお勧めします。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、RCS パージをオンにするタイミングを決定します。装置の開口部が自動的に流量を調整します。

RCS の起動

RCS を適切にインストールしたら、以下のステップに従って装置パラメータを設定し、RCS-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、適切なクーラー タイプ (RCS など) を選択します。
2. 乾燥窒素のソースがベース ページ、冷却ガス (RCS ページ)、および DSC 装置の裏面のガス 1 ポートに接続されていることを確認します。
3. RCS をオンにする前に、次のセクション「RCS の調整」手順のステップ 1 に従って RCS システムを乾燥させます。
4. RCS の RCS 制御スイッチが [EVENT/イベント] (22 ページを参照) に設定されていることを確認して、電源スイッチをオン (I) にします。これでコンプレッサーがオンになり、セルの冷却が開始します。RCS の第 2 段目のコンプレッサーが起動 (2、3 分後) した後、フランジ温度が作動温度まで急速に下がります。

メモ: [EVENT/イベント] に設定することによって、RCS をインストルメントコントロール ソフトウェアで制御できるようになります。
[MANUAL/手動] は、手動で遮断するまで、RCS を連続的にオンの状態に保ちます。[EVENT/イベント] に設定すると、問題がある場合はソフトウェアが RCS をオフにします。それによって、偶発的な水分の堆積を防ぐことができます。

5. 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ます (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、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。

6. 取り付け後の DSC-RCS システムをさらに安定させるには、次のセクション「RCS の調整」手順ステップ 2 に進みます。この繰り返し行う試験によって DSC-RCS システムが安定し、ベースラインおよび校正を最適化させることができます。

7. システムの調整後、DSC を再校正します。

メモ:試験を設定するときに、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、セルが試験中に室温未満に冷えるのを防ぐようにしてください。

RCS システムの調整

RCS クーリング ヘッドを DSC に取り付けるたびに、校正および試験の実行に先立ち、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る際、その後は定期的に、RCS をオンにする前に DSC セルおよびクーリング ヘッド内の水分を取り除きシステムを乾燥させるときに行います。2 番目のステップは、システムを繰り返すことによって DSC 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 (RCS) が選択されていることを確認し、「RCS 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。(オートサンプラーが設置されている場合は、[オートサンプラー] ページをクリックして、シーケンス停止オプションの [RCS (イベント) オフ] のチェックをはずします)。
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]-[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。RCS 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を 75°C に設定し、[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℃ 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。RCS 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 パージおよびセル パージは、引き続きオンにしておく必要があります。パ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。RCS をクーラー タイプとして選択している場合、ベース パージは、自動的にアクティブになります。
9. RCS 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ます(メモ:これは、DSC 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。

ステップ 2: システムの安定化

以下の繰り返し行う試験は、1 番目のステップの後で実行します。これによって DSC-RCS 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]-[イベント]-[オン] を選択します。これでコンプレッサーがオンになり、セルの冷却が開始します。RCS の第 2 段目のコンプレッサーが起動(2、3 分後)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. 前セクション「システムの乾燥」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値で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℃ 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、[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 均衡温度 50°C
- 3 等温 60 分
- 4 サイクル終了をマーク
- 5 均衡温度 400°C
- 6 サイクル終了をマーク
- 7 等温 10 分
- 8 サイクル終了をマーク
- 9 均衡温度 -90°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 ~ 400°C
- 14 サイクル終了をマーク
- 15 等温 10 分
- 16 セグメント 8 を 9 回繰り返す

6. フランジ温度が 100°C 未満に低下するとすぐに、5 で作成した試験を開始します。RCS 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、-25°C 未満でなければなりません。

RCS 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を、アーチファクトが見られるかどうかについて評価します。

RCS 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。

第 3 章

使用、およびメンテナンス

RCS の使用時のガイドライン

RCS 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に従う必要があります。

- RCS スイッチが、RCS ユニットの [EVENT/イベント] に設定されていることを確認します。RCS をオンにするには、[制御] メニューから [イベント]-[オン] を選択します。
- RCS の使用時は、標準パージ ガスに加えて、ベース パージおよび RCS パージとして、乾燥した湿気のないガスソースが必要です。これらのパージには、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。
- RCS 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ます (メモ: これは、DSC 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。
- 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 (RCS) が選択されていることを確認し、「RCS をオンのままにする」にチェックします。
- 試験を設定するときに、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、RCS の目的のシーケンス終了オプションを選択します。メモ: オートサンプラー シーケンス停止オプションは、オートサンプラーが有効になっていると、1 つのランシーケンスの間でも呼び出されます。

- 室温未満の場合は、DSC セルを開かないでください。
- DSC-RCS システムを調整した後、システムを長期間(2、3 日以上)使用しない場合を除いて、RCS をオフにしないでください。最適なパフォーマンスを得るには、ランの合間、あるいは夜間に RCS をオフにしないことをお勧めします。
- 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 RCS 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、26 ページの「RSC 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: RCS クーリング ヘッドが取り付けられ、RCS 電源がオフになっている場合は、100°Cを超えないようにしてください。大きな損傷や怪我を負うことがあります。



注意: 400°Cを超える等温試験を実行する場合には、RCS を使用しないでください。高温で長時間使用すると、装置が損傷することがあります。

メモ: 冷却フランジが作動温度(-90°C)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、あるいはクーリングヘッド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。

RCS のメンテナンス

冷凍クーリングシステムは、メンテナンスはほとんど必要ありません。このセクションでは、一般的なクリーニングおよびヒューズの交換について説明します。本マニュアルで取り扱わない RCS に関する問題については、TA Instruments のサービス担当者に連絡してください。

RCS のクリーニング

クリーニングが必要なのは、ユニットの外側のみです。ユニットの表面を湿った布で拭き、堆積した埃を取り除きます。ユニットの適切な換気ができるように、RCS ユニットの裏面に埃やゴミがないことを確認してください。必要に応じて、排気口に掃除機をかけて埃やゴミを取り除き、ファンが自由に動作できるようにします。

RCS ヒューズの交換

メモ:ヒューズの交換が必要だと感じた場合は、まず以下を試してください。電源スイッチをオフにして、再度オンにします。RCS の電源スイッチには、内蔵ブレーカーがあります。過度の負荷は、ブレーカーの遮断を引き起こします。過剰負荷の原因を取り除いた場合は、スイッチをオフにしてブレーカをリセットすることによって、ユニットを再度オンにすることができます。高温での RCS の操作は、ブレーカの遮断を引き起こす過剰負荷の一因になります。それでも問題が解決されない場合は、次のようにヒューズの交換を行ってください。

冷凍クーリングシステム(RCS) は、1 つまたは 2 つのヒューズを収納できます。これは、120V/60 Hz モデル (USA)、230V/50Hz モデルのいずれを使用しているかによって決まります。

ヒューズは、ヒューズホルダ(図を参照)を反時計回りに回してホルダを取り外すことによって交換することができます。ヒューズは簡単に抜けます。新しいヒューズをホルダに挿入します。同じタイプおよび定格のヒューズと交換します。ヒューズホルダを、所定の位置にロックするまで時計回りに回してキャビネットに再度設置します。



部品リスト

RCS 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、下の表と 33 ページの所在地リストを参照してください。

品 番	説 明
205224.039	ヒューズ GLA 120 V/60 Hz RCS (1.00 amp 250 V Slo Blo)
253827.000	電源コード 120 V/60 Hz RCS
205224.035	ヒューズ GLA 230 V/50 Hz RCS (0.75 amp 250 V Slo Blo)
270469.001	電源コード 230 V/50 Hz RCS 用プラグなし (10 amp/220V 50 Hz)
970076.001	熱交換器中央リング
920223.901	イベント ケーブル

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.tainst.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 (営業およびアプリケーション)
ファックス番号:81/3 5479 7488 (営業およびアプリケーション)

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

D

DSC

カバーの取り外し 17

DSC-RCS システム 関連項目: システム

R

RCS

位置決め 19

イベント制御ポート 21

オン/オフにする 30

開始 25

クリーニング 31

警告 30

システムの安定化 27

システムの乾燥 26

使用のガイドライン 29

制御スイッチ 22

操作 29

調整 26

ヒューズの交換 31

メンテナンス 31

RCS の起動 25

RCS の使用 29

RCS の調整 26

T

TA Instruments

所在地 33

Teflon® リング 19

W

www.tainst.com 33

あ

アクセサリ

冷却

RCS 13

安全基準 9

位置合わせ

オートリッド 22

イベント制御ポート 21

オートリッド

位置合わせ 22

温度範囲 15

か

ガスソース 23、29

ガスライン

ベースパージの接続 23

クリーニング 31

結露 12

結露防止ヒーター 17

さ

示差走査熱量計 (DSC) 関連項目: 装置

システム

安定化 27

乾燥 26

システムの安定化 27
システムの乾燥 26
霜 12
重量 14
仕様 14
商標 3
接続ホース 21
セットポイント温度 27
「セル/冷却調整」測定テンプレート 26
装置
 冷却アクセサリ
 RCS 13
測定後条件 25、27

た

チューブ
 ベースパージ 24
電圧 11
電源ケーブル 21
電源要件 14
電磁適合性基準 10
電話番号
 TA Instruments 33
登録商標 3
特許 3

な

熱交換器 17

は

ヒューズ

RSC での交換 31

ファイバーフラックス 11

法規則への適合 9

ま

メンテナンス 31

ら

冷却アクセサリ

RCS 13

冷却速度 15

冷却能力 14

冷却フランジ 30

冷却ヘッド

位置合わせ 19

取り付け 17

冷凍クーリングシステム (RCS) 13

冷凍剤 11、14