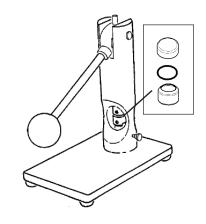
# DSC 高容積 パンキット



操作マニュアル

品番 900826.001 改訂 A 2003 年 8 月発行



©1999, 2001, 2002, 2003 by TA Instruments Waters LLC 109 Lukens Drive New Castle, DE 19720

#### 注意

本マニュアルには、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の所有権および著作権は、TA Instruments 社に帰属します。購入者には、同時に購入したモジュールおよびコントローラでこれらのソフトウェアプログラムを使用するための非独占的、譲渡不可のライセンスが供与されます。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<sup>™</sup> 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。

 $\mu$  TA® 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。 追加特許番号 CA 2,089,225、JP 2,966,691、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)。

(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<sup>TM</sup>) 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モ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<sup>®</sup> 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.Unpublishedrights 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

## 注意

## 次の内容をよくお読みください。

TA Instruments は、本書で明示的に記載された保証を除き、特定目的における商品の価値および適合性に関する暗黙的な保証(これに限定されません)を含む、その他のすべての保証に対する責任は負いません。

TA Instruments は、納入時において、製品が TA Instruments 2XXX および Q シリーズ DSC使用に関する当社の品質基準に適合していることを保証します。 TA Instruments が保証条件に違反した場合は、当社の随意による限定的な措置として、問題解決に向けた妥当な営業的努力、不具合品の交換、購入金額返済と契約の解除を行うものとします。

本契約は、この取引に関する両当事者の全般的な契約と了解事項を規定するもので、口頭または書面によってそれ以前に取り交わされたすべての合意事項、協議、了解事項に優先します。



警告:これらのパンは熱的に不安定なまたは爆発性の物質の分析には使用できません。高容積パンは DSC デュアルサンプルセルと併用するように設計されていません。 分解の危険性がある物質を取り扱う場合は、周囲の安全に、常に十分な注意を払ってください。

# 目次

商標および特許 TA Instruments 商標 TA Instruments 特許 その他の商標	3 3
注意	6
目次	7
概要	8
安全性	8
パンのクリーニング	12
パンの準備 サンプル プレスの準備 パンのロードと密閉 サンプルの計量	15 17
2XXX セルの準備	19
DSC の較正 DSC 2XXX シリーズの装置 DSC Q100 または Q1000 装置 DSC Q10 装置	20 21
試験の実行	24 24 26
サンプル プレスのメンテナンス	27
仕様	27
交換用部品	28
TA Instruments 所在地	29
索引	33

## 概要

この小冊子では、DSC セルで使用する高容積サンプル パンを準備する際に必要な 手順について説明します。高容積パンを密閉するには、サンプル封入プレスを使用 します。安全性に関する次のセクションをよく読んだ上で、先に進んでください。

## 安全性

高容積パンは EN61010-1/1993 + A2/1995 および EN61010-2-010/1994 で規定された欧州連合 (EU) の基準に従って評価を受け、適用性の判定に使用する圧力 (200 kPa L) ×容積(0.285 kPa L) の計算値以下であることが検証されています。

## 安全性ラベル



左のラベルは、安全保護のため DSC 高容積キットに同梱された金属製ベルジャーの上に表示されます。このラベルは表面が熱くなる可能性を示します。この部分に触れたり、溶けたり燃えたりする物質がこの熱い表面に接触しないようにしてください。

以下のページのメモ、注意、警告は事故を防ぎ、安全な検査を実施するために提供されています。このキットで提供されている物質を使用する前に、同セクションを熟読して、すべての指示に従うようにしてください。安全保護のために、常に安全メガネを着用してください。



警告:DSC デュアルサンプルセルでは DSC 高容積パンを 使用しないでください。



警告:高容積パンは、最高温度 250 ℃ および最大圧力 3.8 MPa (550 psig) の発生大気の物質を評価するためのものです。したがって、高容積パンは、特定のパージガス (通常は、不活性ガスまたは反応ガス) の高圧下における物質評価用に設計された圧力 DSC セルの代替用ではありません。パンの主な目的は、良好なヒートフロー結果を得るために水分または溶剤(または昇華)の揮発を抑制する必要のある物質の評価です。

75-µL(公称)の水溶サンプル\*の場合、これらのパンは上限約 250℃ まで使用できます。ただし、他のサンプルの場合は加熱するとさらに急速に圧力が上がることと、さらに重要なこととして、上限圧力でパンが最終的に破裂(故障)すると DSC セルが損傷を起こす可能性があるため、高容積パン内で物質の評価をするかどうかを判断する際には十分注意してください。火工品などの高エネルギー物質の評価はこれらのパンでは決して行わないでください。

\*パンのサンプル容量(100 $\mu$ L)を越えないようにしてください(0  $\pm 9$ 、カプセルー杯にサンプルを入れないでください)。



警告:パンを挿入または取り出す際に、セルの内部に触れたり寄りかかったりしないでください。試験が終了してもパンが常温に戻るまでは、パンを取り外さないでください。取り外す際も、冷却したパンを注意して取り扱ってください。高温での分解反応中に発生したガスは冷却時に液化できないため、パンは常温でも加圧されたままになることがあります。



警告:内部圧力がパンのシール耐圧を超えると、正常に密閉されたパンが急速に放圧する場合があります。これらのパンは熱的に不安定なまたは爆発性の物質の分析には使用できません。

DSC Q シリーズ: 高容積パンは、フィン付き空冷システム (FACS)、RCS、または LNCS で構成された、DSC Q1000、Q100、または Q10 モデルと併用できます。 Autolid は、試験中必ず所定の位置に置く必要があります。 DSC Q10 機器では、手動蓋と安全締め具は、試験中必ず所定の位置に置く必要があります。

DSC 2XXX シリーズ: DSC 2000 シリーズの装置でこれらの高容積パンを使用して試験をする際は、同梱された次の安全装置を使用してください。熱交換器なしのセルの場合金属製ベルジャーおよび押さえ用ブラケット[DSC 2010]、または金属製ベルジャーおよび押さえ用ノブ[DSC 2910 and 2920]を使用。RCS または LNCA 熱交換器付きのすべてのセル(DSC 2010、2910、または 2920)の場合安全蓋を使用。

メモ:提供された安全蓋は、プロトタイプの熱交換スリーブで改良された 2XXX シリーズの RCS (電気冷凍クーリング システム) 熱交換器では機能しません。シリアル番号が 1641 より小さい RCS ユニットにはこのプロトタイプのスリーブが含まれている可能性があります。 高容積パン用に RCS ユニットを改良する方法の詳細は、カスタマーサービス(米国内:電話 302-427-4050)または最寄りのTA Instruments 担当者までご連絡ください。



警告:DSC 高容積パンと旧式の DSC 電気冷凍機(MCA)を併用しないでください。1995 年以降生産が中止された MCA(品番 990460.901/.902)は、DSC 高容積パンキット に含まれている安全蓋では機能しません。



注意:正常に密閉されたパンは、最高 250℃ で、最大内部 圧力 3.8 MPa (550 psig) まで耐久性があります。不適切に 密閉されたパンでは、この圧力に達する前に漏洩の可能 性があります。

## パンのクリーニング



注意:パン蓋、パン底部、Oリング、サンプル、アセンブリパンは、ピンセットまたはその他の適切なツールで取り扱ってください。手に付いた油分によってデータに影響が出る場合があります。

高容積パンは、TA Instruments DSC システムと併用する目的で提供されているその他のパンと同様、高品質基準に基づいて製造されています。これらのパンは、ほとんどの用途についてそのままの状態で使用できますが、高感度試験に使用する場合は、使用前にクリーニングプロセスを追加することをお勧めします。この手順は、ASTM 規格 E1858 付録 A、「DSC による炭化水素の酸化発火待時間の試験方法」から引用したものです。

次の手順に従って、TA Instruments DSC 高容積パンのクリーニングを行います。

- 1. ガラス栓が装着された 250-mL の三角フラスコに最大 20 までのパンを配置します。
- 2. 約 150 mL の水をパンが覆われるまで加えます。
- 3. パンと水を入れたフラスコを  $0.5 \sim 2.0$  分間かき混ぜます。
- 4. フラスコを少なくとも1分間、そのままの状態で放置します。
- 5. フラスコから水を静かに注ぎます。
- 6. 約 150 mL の試薬グレードのキシレンをパンが覆われるまで加えます。
- 7. パンとキシレンを入れたフラスコを $0.5 \sim 2.0$  分間かき混ぜます。
- 8. フラスコを少なくとも1分間、そのままの状態で放置します。
- 9. フラスコからキシレンを静かに注ぎます。

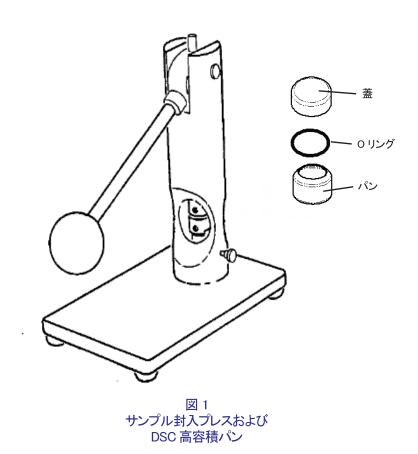
- 10. 手順2~5を繰返します。
- 11. 2回目にキシレンを洗浄後、約 150 mL の試薬グレードのアセトンを加えます。
- 12. パンとアセトンを入れたフラスコを $0.5 \sim 2.0$  分間かき混ぜます。
- 13. フラスコを少なくとも 1 分間、そのままの状態で放置します。
- 14. フラスコからアセトンを静かに注ぎます。
- 15. 手順 11 ~ 14 を繰返します。
- 16. パンがフラスコの底または側面に付着しないように、湿ったパンに 150  $\sim$  200 mL/分で窒素を流し込みながらフラスコを回転させて余分な溶剤を除去します。 この処理には、約 5  $\sim$  6 分かかります。
- 17. クリーニング済みのパンを保管用コンテナに戻し、クリーニングした日付を記録します。

# パンの準備



注意:パン蓋、パン底部、O リング、サンプル、アセンブリパンは、ピンセットまたはその他の適切なツールで取り扱ってください。手に付いた油分によってデータに影響が出る場合があります。

図 1 を参照し、このセクションの指示に従って、DSC 高容積パン試験のサンプル パンを準備します。



## サンプルプレスの準備

DSC 高容積パンは、他のタイプの DSC パンに使用するサンプル封入プレスで密閉できます。

サンプル封入プレスは、上部が密閉されていないダイ付きで出荷されます。高容積サンプルパンを作成するためのプレスを設定する場合は、次の手順に従います。

- 1. 上部ダイセットの下の固定ネジを緩めます。上部ダイの底部を取り外します(上部はそのままにします)。
- 2. サンプルプレスのカラムにある蝶ネジを緩めます(図2参照)。
- 3. プレスの下にあるベースネジを回転させ、ダイホルダを反時計回りに回して下げます。

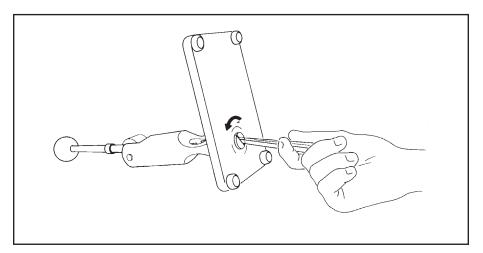


図 2 ベースネジを下げる

4. 下のダイを持ち上げて、ダイホルダから外します。

- 下の高容積パン のダイ(図3)を下 のダイホルダに 配置します。
- 6. 上の高容積パン のダイを既存の上 部ダイの下にある プレスに配置しま す(これで上部ダ イセクションが 2 つになります)。
- 7. 上部ダイセクショ ンの位置決めネジ を締めます。調整 する必要はありま せん。

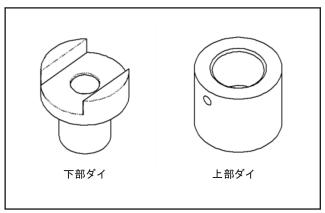
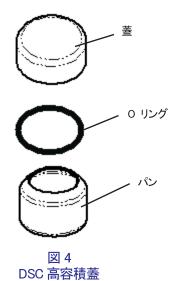


図 3 DSC 高容積パンダイ

## パンのロードと密閉

サンプル封入プレスを、前の手順に従って取り付けた適切なダイで設定したら、次の手順に従って高容積パンをロードし、密閉します。

- 1. サンプルを中に入れる前に、高容積パン、蓋、Oリングを計量してから合計を出します。
- 2. Oリングを蓋の下まで押し込みます。
- 3. サンプルをパンにロード します。
- 4. パンをサンプル プレスの下部ダイの窪みに配置します。
- 5. サンプルの上に高容積 蓋を置きます。
- 6. 2 つのダイセクションが接 パン、O リング 触するまでサンプル プレ スレバーを下げます。こ れでパンが密閉され、O リングが見えなくなります。



## サンプルの計量

試験用パラメータ情報にサンプルサイズを入力する前に、サンプルを計量する必要があります。

メモ:サンプル質量はできる限り少なくしてください。

パンを取り扱う場合、特に液体サンプルおよび粘性のあるサンプルを使用する場合は、レベルを一定にしてください。サンプルがパン内に残り、蓋の内面に付着しません。

シールおよびサンプルと共にパンを計量します。次のように、合計重量から空パン、蓋、Oリングの重量(前のページの手順1で計量)を差し引いてサンプル重量を計算します。

#### 重量サンプルあり - 重量サンプルなし = サンプル重量

これで、DSC セルで高容積パンを実行する準備が整いました。セルの準備については、19ページの手順を参照してください。

## 2XXX セルの準備

密閉した高容積ペンを使用して較正または試験を実施する前に、DSC セルを準備する簡単な手順を実行する必要があります。

まず、ガラスカバー(2XXX シリーズの DSC) および蓋(全 DSC シリーズ)を取り外します。次に、下の図のように開いたセルの中の下にスペーサを配置します(DSC 2920 セルの例)。スペーサはセル内部の縁の上に置きます。銀製のスペーサを使用して、高容積パンの上部が蓋に接触しないようにする必要があります。銀製のスペーサを使用しないと、感度が下がり、弱い転移の検出が正常に機能しなくなります。スペーサを設置したら、次のセクションの較正手順に進んでください。

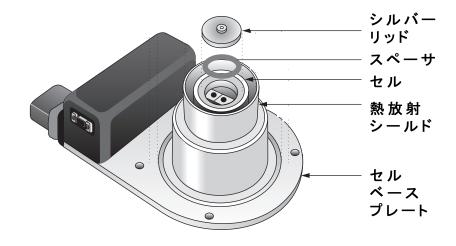


図 5 セルにスペーサを取り付ける(DSC 2920 の場合)

## DSC の較正

正確な試験結果を得るには、密閉済み高容積パンを使用して、DSC システムのセル定数と温度を再較正する必要があります。較正は、次の手順に従います。装置の該当セクションを参照してください。

#### DSC 2XXX シリーズ装置

- 1. リファレンスとして、空の密閉済みパンを使用します。
- 2. 高容積パン内に8~10-mgのインジウム金属サンプルを密閉します。
- 3. セルの内部にパンを配置します。
- 4. 次の手順を実行します。
  - a. 冷却アクセサリーと熱交換器がある場合安全蓋を取り付けます。
  - b. *熱交換器なしの場合* 金属製ベルジャーをセルの上に取り付けます。次に、装置の該当する安全装置、DSC 2010の場合は押さえ用ブラケット(図7を参照)、DSC 2920 の場合は押さえ用ノブ(図8を参照)を取り付けます。これで金属製ベルジャーで所定の安全な完全密封ができます。



警告:内部圧力がパンのシール耐圧を超えると、正常に密閉されたパンが急速に放圧する場合があります。高容積パンで試験または較正を実施する際には、提供された安全装置(熱交換器なしのセルの場合は金属製ベルジャー、熱交換器を使用したセルの場合は安全蓋)を使用してください。RCS 熱交換器または電気冷凍機(MCA)とDSC セルを併用している場合は、10ページの警告を呼んでから先に進んでください。

- 5. 推奨する較正方法でシステムの較正を実施します(詳細は DSC およびインスツルメントコントロールのオンライン マニュアルを参照してください)。温度の追加較正ポイントが必要な場合は、データ収集時に高容積パンを使用するようにしてください。
- 6. 装置を標準モードに戻してから、試験を実施してください。

## DSC Q100 または Q1000 装置

- 1. リファレンスとして、空の密閉済みパンを使用してください。
- 2. サンプルのインジウムを  $8 \sim 10$ -mg 計量します。
- 3. サンプル パンに約 20 mg のアルミナの薄い層を配置します。次に、アルミナの上にインジウムのサンプルを置きます。

メモ:通常、DSC のヒートフローおよび温度の較正は、後続の試料と同じ試験条件で較正対象の物質(通常はインジウム)を評価することで行います。ただし、QDSC T4ヒートフローの分解能が上がると、熱伝導率の低いステンレス鋼製の高容積パンの容積に比例する少量のインジウムサンプル質量に合わせて、較正条件を若干変更する必要があります。アルミナを追加するとその差のバランスを取ることができ、これらのパンで実行する物質により適した較正ができます。

T1 ヒートフローの較正にはアルミナは必要ありません。

- 4. パンを密閉します。
- 5. オートリッドを閉じてから先に進みます。これは、安全の点から非常に重要な手順です。
- 6. 推奨する較正方法でシステムの較正を実施します(詳細は DSC およびインスツルメント コントロールのオンライン マニュアルを参照してください)。 T ゼロのセル抵抗値とキャパシタンス値の較正を必ず実施してください。

メモ:較正ウィザードを使用すると、DSC Q シリーズの装置の較正が簡単に行えます。

7. 装置を標準モードに戻してから、試験を実施してください。

#### DSC Q10 装置

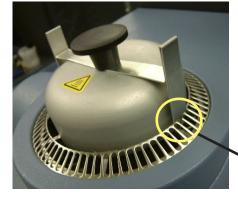
- 1. 参照用として、空のシール済みパンを使用します。これをセルの内部に置きます。
- 2. 試料のインジウムを 8-mg ~ 10-mg 計量します。
- 3. セルの内部にパンを置きます。
- 4. 次のように、安全クランプを手動蓋の上に取り付けます。
  - a. ノブのネジを緩めて手動蓋の上部から外します。
  - b. 露出させたネジに重ねて、穴を安全クランプの中央に合わせます。
  - c. 手動蓋の上にノブを戻し、ネジを 締めます。
- 5. 手動蓋をセルの上に下ろすときには、(この図のように)中心に向かって安全クランプの上のタブを締めます。 重要:ここにあるように、フックの両端が排気口に完全にかみ合っていることを確認します。蓋をわずかに持ち上げて、安全であることを確認します。





警告:ここにあるように安全クランプが所定の位置に確実に装着されていない限り、高容量パンを使用して DSC Q10 を起動しないでください。

- 6. 推奨する較正方法でシステムの較正を実施します。較正ウィザードを使用すると、DSC Q10の較正が簡単に行なえます。Q10に対しては、T1熱流較正のみが可能です。
- 7. 機器を標準モードに戻します。



・フックを安 全な位置に します。

## 試験の実行

高容積パンを使用して DSC の較正を行い、装置を標準モードに戻したら、サンプルとリファレンス パンを DSC セルにロードします。



警告:高容積パン使用時には、250℃ を超えないようにしてください。

内部圧力がパンのシール耐圧を超えると、正常に密閉されたパンが急速に放圧する場合があります。

DSC 2XXX シリーズの装置高容積パンで試験を実行または較正を行う際には、ページ 24 ~ 27 の図 6 ~ 9 に示すように、同梱された安全装置を必ず使用してください。

DSC Q100 および Q1000 装置オートリッドを閉じてから、 高容積パンで試験を開始してください。

DSC Q10 インスツルメント:高容量パンを使用する前に、安全クランプが手動蓋の上の安全な位置に載せられているかを確認してください。



警告:DSC デュアルサンプルセルでは DSC 高容積パンを使用しないでください。高容積パンは同セルと併用するように設計されていません。



警告:RCS 熱交換器または電気冷凍機とDSC セルを併用している場合は、10ページの警告を呼んでから先に進んでください。

DSC 高容積パンを使用して高ヒートキャパシティ(例、低濃度のタンパク質水溶液)の大き目のサンプルを評価する場合は、リファレンスパンに不活性な物質(例、水)を加えるとよい場合があります。こうすることで、ヒートキャパシティのバランスがとれ、ベースラインがより平坦化し、対象となる弱い転移を観察できます。

23



警告:パンを挿入または取り外す際に、セルの内部に触れたり寄りかかったりしないでください。試験が終了してもパンが常温に戻るまでは、パンを取り外さないでください。取り外す際も、冷却したパンを注意して取り扱ってください。高温での分解反応中に発生したガスは冷却時に液化できないため、パンは常温でも加圧されたままになることがあります。

## DSC 2000 装置の準備

#### 熱交換器なしの場合

熱交換器なしの DCS を使用する場合は、図 6 に示したように、DSC 2920、2910、または 2010 装置に金属製のベルジャーを取り付けてから、ブラケット(2010)または押さえ用ノブ(2910 および 2920)のいずれかを使用してください。図 7 および 8 を参照してください。



図 6 DSC 2920、2910、または 2010 セルで金属 製ベルジャーを使用する



図 7 ブラケットを使用した DSC 2010 への金属製ベ ルジャーを固定する



図 8 押さえ用ノブを使用した DSC 2920(または 2910)への 金属製ベルジャーを固定する

#### 熱交換器付属の場合

RCS または LNCA 熱交換器付きの DSC を使用する場合は、下の図 9 に示したように熱交換器に安全蓋を取り付ける必要があります。

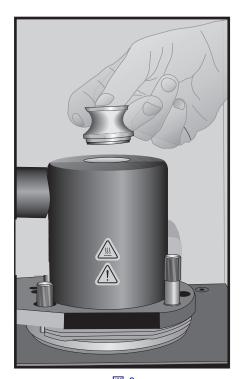


図9
DSCセルおよび熱交換器で安全蓋を使用する

## DSC Q シリーズ装置の準備

DSC Q1000、Q100、または Q10 が高容積パンに配置されている場合は、特別な装置の準備は必要ありません。ただし、高容積パンを配置して試験を実施する場合は、常にオートリッド または手動蓋を閉じておく<u>必要</u> があります。

高容量パンと一緒に DSC Q10 を載せるときは、高容量パンを使用した試験を始める前に、安全クランプが手動蓋の上の安全な位置に載せられているかを必ず確認してください。 手順については、23 ページを参照してください。

# サンプルプレスのメンテナンス

必要に応じて、サンプル封入プレスを低濃度の実験用洗浄液で薄めた柔らかい布で拭き取ります

# 仕様

表1は、高容積パンおよびシールの技術仕様を示したものです。

表 1 高容積パンの仕様

耐圧	3.8 MPa (550 psi)
温度限界 (水溶液用)	250℃
パン 容積 物質 Oリング素材	100 µL (最大) 302 SST バイトン

# 交換用部品

高容積パンの交換用部品を発注する場合は、次の品番を使用してください。

表 2 高容積パン部品リスト

品番		
900825.902	DSC 高容積パンキット(パン (100)、蓋(100)、O リング(100)を含む)	
900824.901	DSC 高容積パン用ダイセット	
900906.901	酸化アルミニウム(アルミナ)リファレンス物質	

## 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 Waters LLC 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 Division de Waters SA 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:81/3 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) 電話番号:81/3 3450 0981 (サービスおよびアカウンティング) ファックス番号:81/3 3450 1322 (サービスおよびアカウンティング)

#### 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	T
2XXX セルの準備 19	T1 ヒートフロー 22
D	T4 ヒートフロー 21
DSC 装置 高容積パンの較正 20 DSC の較正	TA Instruments 所在地 29 W
高容積パン 20 DSC 2XXX 装置 20 DSC Q10 装置 22 DSC Q100 または Q1000 装置 21	www.tainst.com 29
DSC 2000 装置 高容積パンの準備 24、26	圧力限界 9 アルミナ 21
DSC 2000 装置の準備 熱交換器なし 24 熱交換器付属 26	安全性 CE 適合 8 圧力/温度限界 9 ラベル 8
DSC Q シリーズ装置の準備 26 DSC Q シリーズの装置 高容積パンの準備 26	安全装置 DSC 2010 用押さえ用ブラケット 20、 24 DSC 2920 用押さえ用ノブ 20、24
Oリング 取り付け 17	安全蓋 熱交換器付き DSC セル 27 欧州連合 (EU) 安全基準 8
R	押さえ用ノブ 20、24 押さえ用ブラケット 20、24
RCS (電気冷凍クーリング システム) 10	温度限界 23、27

#### な カン 金属製ベルジャー 20、25 熱交換器 24 安全性ラベル 8 安全蓋 27 較正ウィザード 21 は 高容積パンによる試験 23 パン、高容積 さ DSC の較正 20 温度限界 23 クリーニング サンプル 使用前 12 計量 18 計量 18 サンプル封入プレス 準備 14 クリーニング 27 仕様 27 準備 15 耐圧 11 内部圧力 23 サンプルプレス 物質 27 関連項目:サンプル封入プレス 部品 28 サンプル容積 9 密閉 17、18 スペーサ 密閉後の取り扱い 18 取り付け 19 容積 9、27 試験の実行 蓋 高容積パン 23 取り付け 17 商標 3 物質 発生大気 9 た 分解 6 ダイ 部品 高容積パン 17 高容積パン 28 耐圧 27 分解 物質 6 電気冷凍機 (MCA) 10、20、23 保証 6 電話番号 TA Instruments 29 保証に関する注意 6 登録商標 3 特許 3 6

リファレンス 20~22