# SDT

Simultaneous DSC-TCA



*Q シリーズ™* スタートアップガイド

品番 961025.001 改訂 A 2003 年 8 月発行



©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。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<sup>™</sup> 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<sup>TM</sup>)』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<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<sup>™</sup> および Scanning Tip Technology<sup>™</sup> 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.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

## 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
目次	. 6
メモ、注意、および警告	. 9
法規制への適合 安全基準 電磁適合性基準	10
安全性	12 13 13 14 14
第1章:SDTの概要	15
概要 コンポーネント	
SDT Q600 タッチスクリーン 主要機能キー コントロールメニュー (制御メニュー) ディスプレイメニュー (表示メニュー)	18 19
装置仕様SDT 装置の特性SDT サンプリングシステムおよび操作パラメータ	21
第2章:SDT の取り付け	25
SDT の解梱/再梱包	25

	26
システムの検査	26
場所の選択	27
ケーブルおよびラインの接続	28
ポート	
イーサネットハブのセットアップ	31
装置のハブへの接続	31
コントローラのハブへの接続	32
LAN にコントローラを接続する	32
パージライン	
2 次パージライン	34
冷却ガスライン	
電圧構成ユニット	
電源スイッチ	
電源ケーブル	
天秤の解梱	40
装置の起動	45
装置のシャットダウン	46
第3章:使用、メンテナンス、および診断	47
SDT の使用方法	47
始める前に	47
SDT の較正	48
TGA 重量の較正	48
TGA 重量の較正	48
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正	48 49
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正	48 49 49
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正	48 49 49 50
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正	48 49 49 50
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正	48 49 49 50 51
TGA 重量の較正	48 49 49 50 51 52 52
TGA 重量の較正	48 49 49 50 51 52 52
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正 デュアル サンプル処理 SDT 試験の実行 試験手順 SDT モードとシグナルの選択	48 49 49 50 51 52 52 52
TGA 重量の較正	48 49 49 50 51 52 52 52 53
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正 デュアル サンプル処理  SDT 試験の実行 試験手順 SDT モードとシグナルの選択 SDT サンプルの準備 SDT カップのテアとロード	48 49 49 50 51 52 52 52 53 55
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正 デュアル サンプル処理  SDT 試験の実行 試験手順 SDT モードとシグナルの選択 SDT サンプルの準備 SDT カップのテアとロード デュアル サンプル処理	48 49 50 51 52 52 53 55 58
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正 デュアル サンプル処理  SDT 試験の実行 試験手順 SDT モードとシグナルの選択 SDT サンプルの準備 SDT カップのテアとロード デュアル サンプル処理 パージガスのセットアップ	48 49 49 50 51 52 52 53 55 58 60
TGA 重量の較正 DTA ベースラインの較正 温度の較正 DSC ヒートフローの較正 デュアル サンプル処理  SDT 試験の実行 試験手順 SDT モードとシグナルの選択 SDT サンプルの準備 SDT カップのテアとロード デュアル サンプル処理	48 49 49 50 51 52 52 53 55 58 60 60

試験の開始 試験の停止	61 61
装置のメンテナンス 装置のクリーニング 電熱炉のクリーニング 保護カバー(ジャバラ)のクリーニング	62 63
ヒューズの交換	64
交換用部品 ヒューズ、コードおよびケーブル SDT アクセサリーおよびサンプルカップ SDT 較正/リファレンス物質	65 65
TA Instruments 所在地	67
索引	69

# 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。
- 3

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

<u>ヨーロッパ経済地域</u>: (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*:

UL3101-1 実験用電気機器、第1部:一般的要件 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:

ICES-001 第 3 刷 1998 年 3 月 7日発行、妨害発生機器基準工業、科学および医療用無線周波発生器

<u>ヨーロッパ経済地域</u>: (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 装置用)

#### 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たす可能性があります。

#### 装置の記号

SDT 装置には安全保護のため次のラベルが表示されています。

記号

説明



SDT 電熱炉前面にあるこの記号は、高温の電熱炉があることを示します。この部分に触れたり、溶けたり燃えたりする物質がこの表面に接触しないようにしてください。



後方アクセスパネルにあるこの記号は、メンテナンスまたは修理作業をする前に、装置のプラグを抜く必要があることを示します。システムには 120 Vac を超える電圧がかかっています。

本装置には高電圧がかかっています。電気取り扱いの訓練を受けていない場合は、マニュアルに特別に指示がない限り、キャビネットカバーを取り外さないでください。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。



電熱炉側面の天秤にあるこの記号は、つまみポイントへの注意喚起を表します。電熱炉を閉じる前に、周辺に障害物がないことを確認してください。

装置のこのような領域を取り扱う場合には、警告ラベルに注意を払って必要な予防措置を取るようにしてください。『SDT Q シリーズ スタートアップ ガイド』には、安全上、遵守する必要のある注意および警告が説明されています。

#### 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 ボルト AC 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。電気取り扱いの訓練を受けていない場合は、マニュアルに特別に指示がない限り、キャビネットカバーを取り外さないでください。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。
- 警告:湿度の高い状態で輸送または保管した場合、本装置は表示された安全基準の要件のすべてを満たせなくなることがあります。27ページの注意を参照し、使用前に装置を乾燥させてください。

#### 化学面での安全性

第1章に記載したパージガスのみを使用してください。他のガスを使用すると、装置が破損したり、オペレータが怪我をするおそれがあります。

- 警告:SDT電熱炉内では、水素または腐食性、引火性のあるガスを使用しないでください。SDTでは空気をパージガスとして使用できます。ただし、揮発性炭化水素は燃焼する可能性があるので、電熱炉をきれいに保つようにしておく必要があります。
- 警告:SDT電熱炉アセンブリには、耐火セラミック繊維 (RCF)層が含まれています。この断熱材は、完全に電熱炉容器内に封入されており、分解するためのものではありません。
- 警告: 有毒ガスを放出するサンプルを使用している場合は、SDTを排気口の近くに移動し、換気を行ってください。

### 熱に対する安全性

試験ラン実行後は、開いた電熱炉およびサンプルビームが冷却してから触るようにしてください。



警告:サンプルラン中、電熱炉は、高温のために火傷を引き起こすことがあります。試験中に電熱炉に接触しないでください。

## 機械的な面での安全性



警告:電熱炉が動いているときは、電熱炉の側に、指やその他のオブジェクトを近づけないようにしてください。電熱炉はしっかり密閉されます。

## 装置の持ち上げ

SDT はかなり重い装置です。特に腰を負傷しないように、次のアドバイスに従ってください。



警告:装置の持ち上げや運搬は、2人で行ってください。 装置は重過ぎるため、1人では安全に取り扱うことができ ません。

## 第 1 章 SDT の概要

## 概要

DSC-TGA Q シリーズ™ 装置(SDT Q600)は、示差走査熱量測定(DSC) および熱重量測定(TGA)を同時に実施する分析装置です。

SDT は、室温から 1500℃ までの温度範囲で、物質の転移と反応に伴うヒートフローおよび重量の変化を測定します。吸熱現象と発熱現象について、重量変化を伴わないもの(たとえば、融解、結晶化)と重量変化を伴うもの(たとえば分解)の差異に関する情報を提供します。さらに、DSC 測定と TGA 測定を同時に同じ装置、同じサンプルで実施することで、生産性が向上します。



DSC-TGA 装置はコントローラおよび熱分析システムを構成する関連ソフトウェアと連動するようになっています。

コントローラとは次の機能を実行するコンピュータです。

- ユーザと分析用装置間のインターフェースを提供する
- 試験の設定および定数の入力を可能にする
- 試験データを格納する
- データ分析プログラムを実行する

## コンポーネント

SDT には3つの主要コンポーネントがあります。

- サンプルバランスアセンブリおよびリファレンスバランスアセンブリ。これにより、 ヒートフローとサンプル重量を正確に測定します。
- 電熱炉。サンプル雰囲気および温度を制御します。



注意:電熱炉を長時間連続して高温のままにしておくと、電気炉の寿命が短くなります。カップのクリーニングの際、電熱炉を高温加熱しないでください。カップのクリーニングは電気炉の外で、ブンゼンバーナーなどで行ってください。

キャビネット。ここにシステム電子装置および機構が収納されています。

メモ:技術面での参照情報、操作理論、その他の SDT 関連情報 および本マニュアルに記載されていない情報に関しては、インスツ ルメント コントロール ソフトウェアのオンライン ヘルプを参照してく ださい。

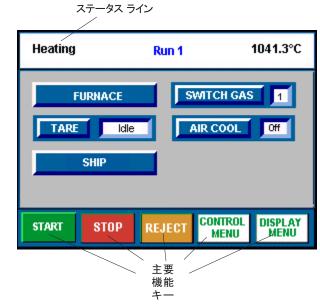
## SDT Q600 タッチスクリーン

Q600 装置には、ローカル オペレータ制御ができるようにディスプレイとキーパッドがタッチスクリーンとして組み込まれています。画面上に表示される機能は、使用するメニューによって異なります。このセクションでは、タッチスクリーン ディスプレイに表示されるキーの機能に

ついて簡単に説明します。

ディスプレイの上部(右の 図を参照)のステータスラ インには、現在の装置の ステータス、現在のラン番 号、および温度が表示さ れます。

画面の下部には、主な装置機能に使用する5つのキーセットがあります。これらのキーはどのメニューを選択しても使用可能です。主要機能キーについては、次のセクションを参照してください。



SDTタッチスクリーン

メモ:試験情報および装置定数は、装置のタッチスクリーンではなく、コントローラ キーボードから入力します。

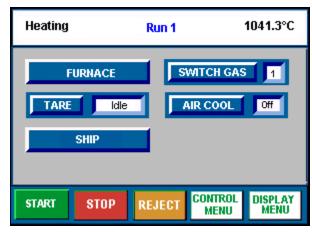
## 主要機能丰一

タッチスクリーン下部にあるこれらのキーは、装置の基本機能の実行および2つのメイン画面にアクセスする場合に使用します。詳細は、下の表を参照してください。

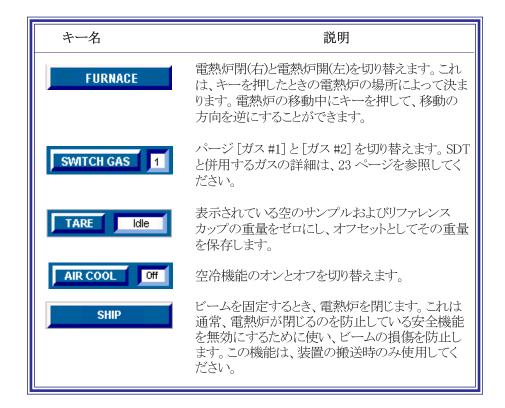
キー名	説明
START	試験を開始します。これは、インスツルメント コントロール ソフトウェアの [開始] と同じ機能です。
	ステータスラインに「セットアップ」と表示されている 間に [Start/開始] キーを押すことによって、 <i>強制開始を行うことができます。</i> 強制開始によって、装置のセットアップ中にデータの収集が開始します。
STOP	試験の実行中は、このキーを使用すると測定は終了します。そしてそれまでに測定されたデータは保存されます。これは、インスツルメント コントロール ソフトウェアの [停止] と同じ機能です。
	試験が実行されていない(装置がスタンバイまたはメソッド終了状態)場合は、[Stop/停止]キーを使用するとすべてのアクティビティ(空冷、すべての機械式動作 <i>なと</i> )が停止します。
REJECT	試験実行中の場合は、[REJECT/拒否]で測定は 終了します。そしてそれまでに測定されたデータは 破棄されます。これは、インスツルメントコントロール ソフトウェアの [拒否] と同じ機能です。
CONTROL MENU	[Control Menu/制御メニュー] のタッチスクリーン キーが表示されます。 これらのキーは装置アクション の制御に使用します。
DISPLAY Menu	目的の表示オプションの選択に使用する、[Display Menu/表示メニュー] 画面にアクセスします。

#### コントロールメニュー (制御メニュー)

Control Menu/制御メニューには、タッチスクリーン下部の [Control Menu/制御メニュー] キーに触れてアクセスします。図に示したキーが表示されます。下の表は各キー機能を簡単に説明したものです。

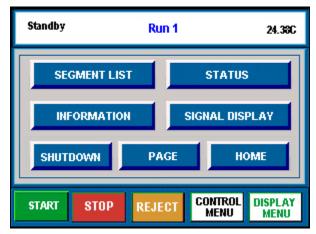


SDT 制御タッチスクリーン

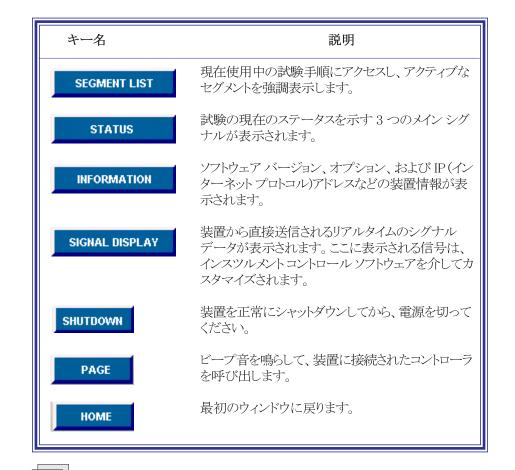


## ディスプレイ メニュー (表示 メニュー)

Display Menu/表示メニューには、タッチスクリーンの下部にある
[Display Menu/表示メニュー] キーに触れてアクセスします。図に示したメニューが表示されます。下の表は各キー機能を簡単に説明したものです。



SDT 表示タッチスクリーン



## 装置仕様

以下のページの表は、SDTの技術仕様を示したものです。

#### SDT 装置の特性

外寸 奥行き 56 cm (22 インチ)

幅 59.7 cm (23.2 インチ) 高さ 48 cm (19 インチ)

重量32 kg (70 ポンド)変圧器を含む重量40 kg (88 ポンド)

電源 120 Vac、47/63 Hz、1.44 kVA、

標準

230 Vac、4763 Hz、1.44 kVA、ステップ ダウン式変圧器で構成した

場合

アクセサリー用コンセント 120 Vac (TA 認定アクセサリーの

み)

作動環境 温度:15 ~ 30℃

条件 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:2,000 m (6560 フィート)

熱電対 白金-白金/13 % ロジウム タイプ R

温度制御範囲 室温  $+5^{\circ}$ C  $\sim 1500^{\circ}$ C

加熱速度 100℃/分~1000℃

25℃/分~ 1500℃

#### SDT サンプリングシステム/操作パラメータ

次の表は、SDT サンプル カップ、天秤機構、電熱炉およびパージガスに関する仕様をまとめたものです。

#### サンプル カップ

タイプ プラチナ、アルミナ(Al,0,)

容量 プラチナ: 40 μL; 110 μL (TGA-

DTA 試験に推奨)

アルミナ:40 μL; 90 μL (DSC-

TGA 試験に推奨)

#### 操作パラメータ

ヒートフローの正確さ(DSC) + 2% 以上(金属融解基準に基づく)

ヒートフロー精度(DSC) + 2% 以上(金属融解基準に基づく)

温度の正確さ +1 ℃ (金属融解基準に基づく)

温度精度 +0.5 ℃ (金属融解基準に基づく)

DT 感度(DTA) 0.001 °C (200 ~ 1300°C)

重量感度\* 0.1 μL

重量の正確さ\* +1 %

\*メモ:SDT 天秤機構は、周囲の室温の変化に敏感です。 最適な精度を保つように室温を調整する必要があります。

(表続く)

#### SDT サンプリングシステム/操作パラメータ(続き)

	パージガス
電熱炉パージガス	ヘリウム、窒素、空気、アルゴン
流量	20 ~ 1000 mL/min、 (試験中の標準は、 100 mL/分) ガス切り替え機能付きマスフロー コントローラで調整
2次パージ	酸素、空気、一酸化炭素、二酸化 炭素、窒素、ヘリウム、アルゴン
流量	10 ~ 100 mL/分、 (試験には 20 mL/分が標準)



警告:2次パージは、サンプルのある領域に最適な濃度の「反応」ガスを導入できるよう設計されています。2次パージラインは、ステンレス鋼製です。電熱炉内の2次パージチューブは Inconel®製です。ただし、2次パージガスとして使用するガスは、ステンレス鋼、Inconel®、白金(または、アルミナ電気炉チューブ)のいずれとも反応しないガスに限定してください。(白金は触媒です。白金を使用することで発生する反応もあるので、注意してください。)

## - 第2章 SDT の取り付け

## SDT の解梱/ 再梱包

装置の解梱および再梱包に必要な説明は、別途取扱説明書として出荷ボックスおよびインスツルメントコントロール ソフトウェアに関連するオンライン マニュアルにあります。装置発送用ハードウェア、合板、およびボックスは、装置を再梱包して発送する場合を想定し、すべて保管しておかれるとよいかもしれません。



警告:本ユニットを解梱する場合は、ヘルプを参考にしてください。一人で処理しないようにしてください。

## 装置の取り付け

SDT 装置が正しく設置されたときにすぐ操作できるよう、出荷前に電気的、機械的な検査が行われます。このマニュアルに記載された取扱情報は限られているため、オンラインマニュアルで補足説明をご覧ください。取り付ける場合は、次の手順に従います。

- 装置の出荷時の損傷および欠損部品の検査
- TA Instruments コントローラへ SDT を接続する
- パージガスライン、アクセサリー、電線ケーブルの接続
- 天秤の解梱

装置を受け取ったら、TA Instruments サービス担当者に連絡を取り、SDT の取り付けを依頼するようにしてください。



注意:不適切な取り扱いを避けるため、この章をすべて読 んでから取り付けを開始してください。

## システムの検査

SDTを受け取ったら、輸送中に損傷がなかったか装置および出荷ボックスを十分 チェックすると同時に、同梱された納品リストと受け取った部品をチェックし漏れがない か調べます。

- 装置が損傷している場合は、運送業者と TA Instruments に直ちに通知してください。
- 装置は損傷していないが欠けた部品がある場合は、TA Instruments に連絡してください。

TA Instruments の電話番号リストは、このマニュアルの裏面をご覧ください。

## 場所の選択

SDT 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。SDT は次のような場所に設置します。

場所: …温度制御が行われている

... クリーンで振動のない環境

... 十分な作業スペースと換気スペースがある

設置面: … 安定した作業面

*条件:* ... 電源コンセント(120 Vac、50 または 60 Hz、15 アンペア。ただし、

ステップ ダウン変圧器と組み合わせる場合は 230 Vac、50 または

60 Hz、10 アンペア)。

... TA Instruments 熱分析コントローラがあること

... 必要な場合は、適切なレギュレータとフローメータの付いた圧縮空 気およびパージガスの供給が確保できること

#### 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
- ... 騒音または機械振動のある場所
- ... 引火性の高い物質



注意:湿気が多い状態にさらされた場合は、測定装置を 乾燥させる必要があります。装置のアースと設備のアー スを適切に接続し、安全な操作ができるようにすることが 重要です。

装置の乾燥は次のような方法で行ってください。

- 1. 10℃/分で400℃まで昇温します。
- 2. 30 分間等温にします。

## ケーブルおよびラインの接続

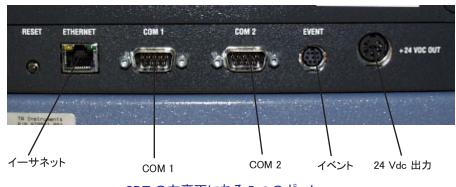
ケーブルおよびガスラインを接続するには、SDT 装置の裏面にアクセスする必要があります。説明はすべて、使用者が装置の背面に向かい合うことを前提に記載されています。

メモ:ケーブルを接続してから、電源コードをコンセントに差し込んでください。すべてのコンピュータのケーブルの蝶ネジを締めます。

- ! 注意:電源コードを入れたり抜いたりする場合は、必ず コードではなくプラグで行ってください。
- 警告:電源ケーブルパスと通信ケーブルパスを保護してください。つまずく危険性がありますので、ケーブルを通路に配置しないようにしてください。

## ポート

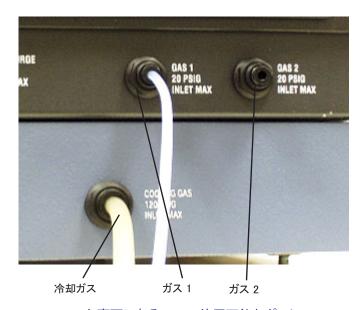
SDT の装置の裏面にポートがあります。次の表は、各ポートの機能の説明です。 ケーブルとラインを接続する場合には、このリストを参照してください。



SDT の左裏面にある 5 つのポート

ポート	機能
イーサネット	ネットワーク通信機能を提供します
Com 1	診断ポート(工場でのみ使用)
Com 2	SDT では使用しない。
イベント	次の機能を果たします。外部同期用の汎用リレー のオン/オフ、ガス切り替えのオン/オフ、または汎 用入力 4-24 Vdc の機能。
24 Vdc 出力	SDT では使用しない。
ベースパージ (表示なし)	SDT では使用しない。
ガス 1/ガス 2	マスフロー コントローラ(MFC)に接続するガス注入口。 試験中に1 次 パージガスを切り替える機能があります。 最大圧力 140 kPa ゲージ圧(20 psig)
	(続く)

ポート機能冷却ガス電熱炉に冷却用空気を供給します。最大圧力 830 kPa ゲージ圧(120 psig)2 次 パージ サンプルおよびリファレンスの周辺に、 追加の「反応」ガスを直接導入するポートです。外部流量調整が必要です。



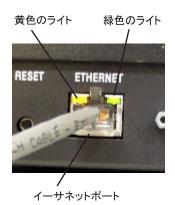
SDT の右裏面にある3つの使用可能なポート

#### イーサネットハブのセットアップ

装置をネットワークに接続する場合は、下の説明のように必要なケーブルを接続する必要があります。装置とコントローラは、イーサネットハブに接続します。さらに、コントローラをLANに接続するための説明もあります。

#### 装置のハブへの接続

- 1. 装置の左裏面にあるイーサネットポートを探します(右の図を参照)。
- 2. イーサネットケーブルの一方の端を装置のイー サネットポートに接続します。
- 3. イーサネットケーブルのもう一方の端を、イーサネットハブ上のネットワークポートの1つに接続します(下の図を参照)。





イーサネット ハブ

4. LED インジケータで、イーサネット通信の接続ステータスをチェックします。 すべての装置には、裏面のイーサネット ポートに LED インジケータがありますが、装置の構成によってはアクティブでない場合があります。 LED インジケータは、次のいずれかの場所にある場合にアクティブになります。(1) 装置の裏面のイーサネットポート(上記参照)、または(2)キャビネットの右側の通気口から見える PC/104 イーサネットカード上のキャビネット内。 LED ステータスは次のとおりです。

イーサネット ポート:緑一色 - リンク可能、点滅する黄色 - コンピュータトラフィック キャビネット内:緑一色 - リンク可能、点滅する赤 - コンピュータトラフィック 5. 次のセクションの指示に従って、コントローラをイーサネットハブに接続します。

#### コントローラのハブへの接続

- 1. コンピュータの裏面のイーサネットポートを探します。
- 2. イーサネットケーブルの一方の端をコンピュータ のイーサネットポートに差し込みます(右の図を 参照)。
- 3. ケーブルのもう一方の端をハブ上のネットワークポートの1つに接続します。
- 4. コンピュータの裏面のイーサネットポートをチェックします。コンピュータとハブ間の通信が正常に接続できると、ポートに緑一色のライトと点滅する黄色のライトがつきます。



コンピュータのイーサネット ポート

5. 次のセクションの指示に従って、コントローラをLANに接続してネットワーク機能を確立します。

#### LAN にコントローラを接続する

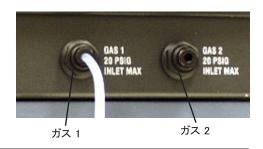
コントローラを LAN に接続する前に、コンピュータにネットワーク インターフェースカードをインストールしておく必要があります。

- 1. コンピュータの裏面の2つ目のイーサネットポートを探します。
- 2. イーサネットケーブルの一方の端をコンピュータのイーサネットポートに差し込みます。
- 3. もう一方の端をLANに差し込みます。
- 4. コンピュータの裏面のイーサネット ポートをチェックします。コンピュータと LAN の間の通信が正常に接続できると、ポートに緑一色のライトと点滅する黄色のライトがつきます。

#### パージライン

パージガスをシステムに接続すると、試験中のサンプル雰囲気を制御できます。SDT

にはマスフローコントローラ(MFC)が装備されており、ガスの流量を制御できます。2種類までのガスを装置に接続して、ガスの切り替えができます。この説明に従ってパージラインを接続します。右の図を参照してパージラインを探します。





#### 注意:パージラインに液体は使用しないでください。

以下の手順に従ってください。

- 1. ガス1ポートを探します。ガス1ポートは、サンプル室のパージに使用します。 パージガスとして、窒素を使うようにしてください。
- 2. ガス2ポートを探します。ガス2ポートはサンプル室のパージにも使用します。 また、ガス1とは異なるパージガスが必要な場合、または試験中にガス交換が 必要な場合にも使用します。
- 3. 1/8 インチ O.D. のチューブを使用して、主ガス ラインをガス 1 ポートに接続します。Teflon® TFE チューブを使用するようお勧めします。これは、装置の出荷アクセサリー キットに含まれています。必要に応じて、2 番目のガスをガス 2 ポートに接続します。パージガス流量は、インスツルメント コントロール ソフトウェアで設定されたマスフロー コントローラによって調整されます。
- 4. パージガス ソースの圧力をゲージ圧  $70 \sim 140 \, \mathrm{kPa} (10 \sim 20 \, \mathrm{psig})$ の間で調整 するようにしてください。
- 5. インスツルメント コントロール ソフトウェアを使用して、**[装置プリファレンス] [MFC ページ]** に接続しているガスを指定します。
- 6. [**試験ビュー**] の [メモ ページ] で、試験の流量を推奨値 100 mL/分に設定 します。[**適用**] をクリックし、変更内容を保存します。

メモ:ボンベ入りパージガスではなく、(施設側)ラボ用パージガスを使用する場合、装置に入るまでのガスラインには外付けドライヤ1台と5ミクロンフィルタ1個を必ず取り付けるようにしてください。



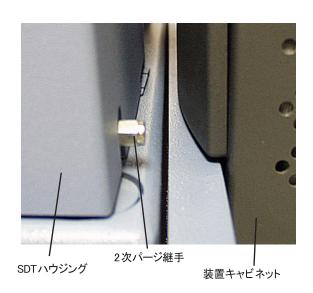
注意:この装置に腐食性ガスは使用できません。



警告:パージガスとして引火性ガスを使用することは危険であるため、この装置での使用はお勧めしません。SDT装置で使用可能なパージガスのリストは、第1章を参照してください。

#### 2次パージライン

2次パージ継手(右図を参照) は、マスフローコントローラを 通して使用中のガスとは別の ガスをサンプルに導入するた めに使用します。この2次 パージガスは、天秤アーム間 に装着された Inconal® 製の 細いチューブを通って、サン プルとリファレンスの両方の領 域に導入されます。2次パー ジガスには、天秤には2次 パージガスを当てずに、サン プルの周辺に2次パージガ スを導入する機能がありま す。以下のステップに従って2 次パージガスラインを取り付 けます。



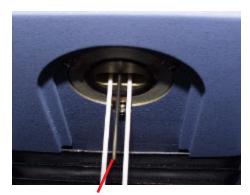


注意:2次パージガスとして、腐食性ガスを使用しないでください。



警告:パージガスとして引火性ガスを使用することは危険であるため、この装置での使用はお勧めしません。SDT装置で使用可能なパージガスのリストは、第1章を参照してください。

- 1. 2次パージ継手からキャップを取り外します。継手は SDT ハウジングと装置の右側面のキャビネットとの間にあります。
- 2. アクセサリーキットに同梱されているナットとリングを取り付けます。
- 3. 使用するガスを外部フローメータに接続します。流量は、試験ビューのメモページではなく、このフローメータで制御されます。さらに、2次パージの流量はデータ分析ファイルにはシグナルとして格納されません。
- 4. 外径 1/8 インチ圧縮チューブの 片方をフローメータに接続し、もう 一方を2 次パージ継手に接続しま す。
- 5. フローメータを、推奨流量 20 mL/ 分に調整します。



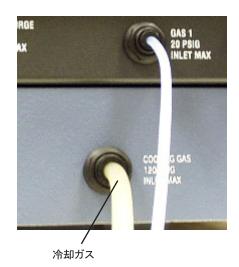
2次パージチューブ

メモ:1 次パージは、常に使用する必要があります(推奨流量 100 mL/分)これにより、2 次パージガスが天秤へ逆流するのを防止します。

#### 冷却ガス ライン

以下のステップに従って冷却ガスラインを 取り付けます。

- 1. 冷却ガス継手を探します。この継手は 1/4 インチ Legris 継手で SDT キャビ ネット後側にあり、最大ゲージ圧 830 kPa (120 psig)の警告ラベルが貼付さ れています。右の図を参照してくださ い。
- ラボ圧縮空気ソースがゲージ圧 170 ~ 830 kPa(25 ~ 120 psig)に調整されており、油分や水蒸気を含んでいないことを確認します。
- 3. 外径 1/4 チューブを冷却ガス継手に 接続します。



メモ: 窒素は、冷却ガスとしても使用できます。いずれのガスを選択する場合も、クリーンで乾燥していることが必要です。

メモ:空冷は電熱炉の温度が 600°C 以下のときにだけ動作します。

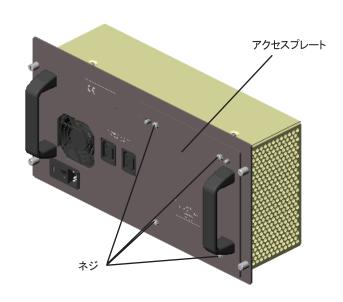
#### 電圧構成ユニット

120 Vac ではなく 230 Vac を使用する場合には、電圧構成ユニットが必要になります。次の手順に従って、ユニットを電源制御ユニット(PCU)に取り付けます。

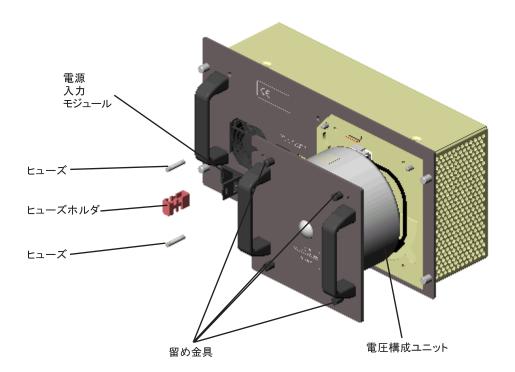


警告:ラベルに記載されているように、この装置には高電圧がかかります。必ず装置のプラグを抜いてから、手順に従うようにしてください。13ページの電気面での安全性に関する警告を参照してください。

- 1. 出荷ボックスから中身を取り出して、すべてのコンポーネントが揃っていることを確認してください。
- 2. 固定するために取り付けられた4本のネジを外して、装置の後ろにあるアクセスプレートを取り外します。下の図を参照してください。



- 3. PCU の中にある A10P10 から A10J10 コネクタの接続を解除します。電圧構成ユニットにある A10J10 コネクタを PCU の中にある A10P10 に接続します。次に、PCU の中にある A10J10 を、耐サージ サブアセンブリの A38J1 に接続します。詳細は、右の図を参照してください。
- 4. サブアセンブリを PCU に取り付けて、 4 本の留め金具を締めてしっかりと固 定します。
- 当初 A10J10 A10P10 電源制御ユニット 電圧構成ユニット A38J1 A10J10 最終 A10J10 A10P10 電源制御ユニット
- 5. 電源入力モジュールからヒューズホ ルダを取り外し、10 amp ヒューズをキットで供給されている 6.3 amp ヒューズと交 換します。10 amp ヒューズは破棄します。下の図を参照してください。



#### 電源スイッチ

電源スイッチは装置の後ろにあります。*電源* スカモジュールというアセンブリの一部で、電源ケーブル接続も含まれます。電源スイッチは、装置のオン/オフの切り替えに使用します。変圧器が必要な場合は、電源をオンにする前に取り付けてください。

#### 電源ケーブル

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。



次のように電源ケーブルを取り付けます。

- 1. SDT POWER スイッチが [Off (0)] 位置にあることを確認します。
- 2. 電源ケーブルを SDT 電源入力モジュールに差し込みます。



注意:SDT電源ケーブルを壁コンセントに差し込む前に、装置が線間電圧と互換性があることを確認してください。 ユニットの後ろのラベルをチェックして、電圧を検証します。

3. 電源ケーブルを壁コンセントに差し込みます。

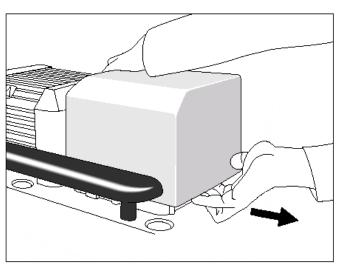
# 天秤の解梱



注意:天秤を解梱するときは、以下の手順に慎重に従い、2本の天秤ビームを損傷しないように気をつけてください。

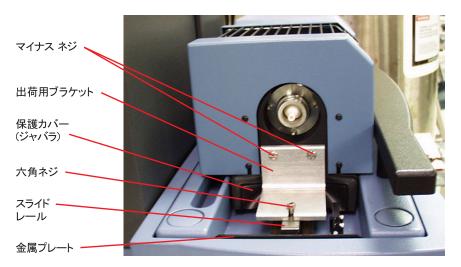
SDT は、天秤ドレスカバー、出荷用発泡挿入材で梱包され、一部の機械部品をロックした状態で、内部機構を保護するようにして出荷されます。装置の解梱と使用準備は以下の手順に従ってください。

1. 両手を使用し て、天秤ドレス カバーをつか み、少しずつ前 後に動かしな がら、引っ張り 上げます。右図 のように、十分 な隙間ができた ら、カバーの下 に指を入れま す。ドレスカ バーの基底部 右端を引っ張っ てハウジングの 蓋を動かし、ド レスカバーを 上にスライドさ せて取り外しま す。



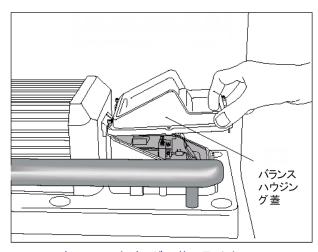
天秤ドレスカバーの取り外し

- 2. 電熱炉の左側にある出荷用ブラケット上の3本のネジを探します(次ページの図を参照)。このブラケットは、輸送中に電熱炉を固定するためのものです。
- 3. マイナスドライバーを使用して2本のネジとワッシャーを完全に取り外し、さらに 10/32 六角レンチを使用して六角ネジを取り外します。次にブラケットを取り外しますが、これは捨てないで保管しておいてください。このブラケットは、SDT を再発送する際に必要です。



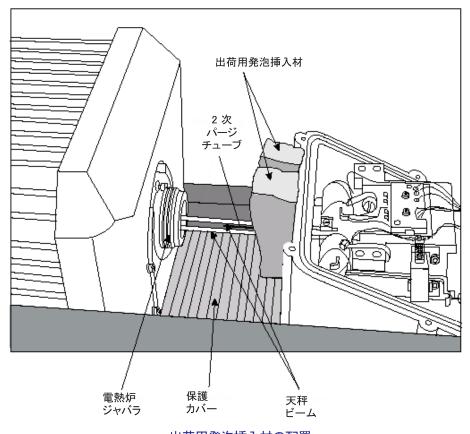
出荷用ブラケットアセンブリの配置

- 4. 2本のネジとワッシャーを取り外し、電熱炉左側の元のネジ穴にねじ込んでおきます。 六角ネジをスライド レールの元の位置にねじ込んでおきます(これは、すでにある止めワッシャーです)。
- 5. ゴム製の保護カバー(ジャバラ)を引っ張り、左の方へ伸ばします。カバーの末端を黒い金属プレートの上に引っ掛けます。
- 6. 3/32 六角レンチを 使用して、バランス ハウジングの蓋を止 めている6本のネジ を取り外します。
- 7. 図のようにバランス ハウジングの蓋の両 側に片手を置き、蓋 の右側を*慎重に*持 ち上げます。



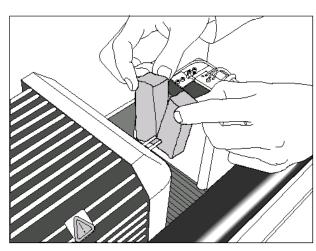
バランスハウジングの蓋の取り外し

- 8. 蓋の左端を支点にして、右端を先に持ち上げると、中のバランスアセンブリが現れます。次に蓋の左端を持ち上げ、蓋を完全に取り外します。
- 9. バランスアセンブリに目に見える損傷がないかを点検します。損傷が見つかった場合は、これ以降の手順に進む前に、TA Instruments の担当者にご連絡ください。
- 10. SDT のPOWER スイッチをオンにします。
- 11. 装置のタッチスクリーンにある [FURNACE/電熱炉] キーを押して、電熱炉を始動します。電熱炉が 5 ~ 8 cm(2 ~ 3 インチ)開いたら、[FURNACE/電熱炉] ボタンを再度押すか [STOP/停止] ボタンを使用して、電熱炉を停止します。こうすることで、図にあるように天秤ビームの周りにある出荷用発泡挿入材に手が届くスペースができます。



出荷用発泡挿入材の配置

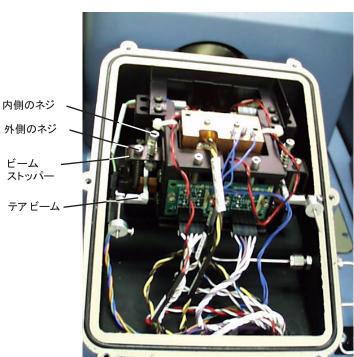
- 12. 右図にあるように両手で発泡挿入材の上部を慎重につかみ、Y字型の両方の上部を離します。
- 13. 発泡挿入材の下部をビームの下へゆっくりと押し下げ、サンプルビームとリファレンスビームを損傷しないようにきわめて慎重に発泡挿入材を取り外します。



出荷用発泡挿入材の取り外し

14. 前側のビーム(サン プル ビー ム)ストッ パーに付 いている 2本のネ ジを探しま

V10



ビームを固定する2本のネジ

- 15. 3/32 インチの六角レンチを使用して、内側のネジを反時計方向に数回回し、ビームストッパーを持ち上げてテアビームから外します。
- 16. 外側のネジを反時計方向に回し、ビームストッパーアセンブリを緩めます。外側のネジはテアビームがどちらの方向にも自由に動くまで緩める必要があります。
- 17. 今度は、内側のネジを先程とは反対に(時計方向に)慎重にまわします。このとき テアビームに非常に近い位置になりますが、接触させないように注意します。次 に、外側のネジについても同じ作業を行います。この場合、ブラケットがテアビー ムに非常に近い位置になりますが、接触させないように注意します。ビーム ス トッパーを再調整することで、テアビームが移動し過ぎないようになります。
- 18. 後方(リファレンス)ビーム ストッパーについても、ステップ 14~17を繰り返します。
- 19. バランスハウジングの蓋を元の位置へ戻し、6本のネジを締めて所定の位置に固定します。
- 20. 天秤ドレスカバーを元の位置に戻します。

メモ:操作を開始する前に、必ず装置の較正を行ってください。

SDT を再発送する梱包が必要な場合は、オンライン ヘルプを参照してください。

# 装置の起動

- 1. SDT とコントローラ間のすべての接続をチェックします。各コンポーネントが正し いコネクタに差し込まれていることを確認します。
- 2. 装置の電源スイッチを [ON(1)] 位置に設定します。

正しく起動すると、TA Instruments のロゴがタッチスクリーン上に表示され、装置の準備が整ったことを示します。

メモ: 少なくとも 30 分間は SDT をウォームアップさせてから、試験 を実施するようにしてください。



注意:湿気が多い状態にさらされた場合は、測定装置を 乾燥させる必要があります。装置のアースと設備のアー スを適切に接続し、安全な操作ができるようにすることが 重要です。

装置の乾燥は次のような方法で行ってください。

- 1. 10℃/分で400℃まで昇温します。
- 2. 30 分間等温にします。

# 装置のシャットダウン

装置の電源をオフにする場合は、次の点を考慮してください。

- 熱分析システムのすべてのコンポーネントは、長時間電源がオンになることを前 提に設計されています。
- ユニットのオン/オフの切り替えによる電源の変動を最小限にすることで、SDT とコントローラの電子技術の信頼性が増します。

このような理由により、システムおよびそのコンポーネントのオン/オフの切り替えを頻繁に行うことはお勧めできません。したがって、装置で試験が終了し他のタスクに熱分析システムを使用する場合は、装置の電源をオンにしたままにしてください。

正常に装置をシャットダウンするには、「インスツルメントコントロール」メニューから
[制御/装置のシャットダウン] を選択するか、または [Display Menu/表示メニュー] タッチスクリーンの [SHUTDOWN/シャットダウン] キーに触れます。確認メッセージが表示されます。[OK] (タッチスクリーンの場合)、または [シャットダウン] (インスツルメントコントロールの場合)を選択して、先に進みます。装置がデータをフラッシュ画面に保存する間、装置とのすべての通信が停止されます。この手順が終了すると、装置の電源を切っても安全である、というメッセージが表示されます。

装置の電源を切るには、電源スイッチを [OFF (0)] 位置に設定します。

# 第3章

# 使用、メンテナンス、および診断

# SDT の使用方法

すべてのSDT 試験は、次の手順に従います。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。手順のほとんどはインスツルメントコントロールソフトウェアを使用して実行します。これらのアクションを実行する際に必要な手順はインスツルメントコントロールプログラムのオンラインヘルプにあるため、ここではすべての詳細は説明しません。

- 装置の較正
- 保存するモードとシグナルの選択
- カップ タイプと物質の選択
- 1次パージと2次ガス流量の設定
- TA インスツルメント コントロール ソフトウェアによる、試験手順の作成または選択、および試験情報の入力
- サンプル ビームおよびリファレンス ビーム上にある 2 個の空のサンプル カップ の選択とテア
- サンプルのロード
- 電熱炉を閉じる
- 試験の開始
- 試験終了時のサンプルのアンロード

正確な結果を得るには、注意して次の手順を行い、定期的(1ヶ月に1回程度)に較正をチェックしてください。

### 始める前に

試験のセットアップをする前に、SDT とコントローラが正しく取り付けられていることを確認してください。以下の条件が満たされていることを確認します。

- SDT とコントローラの間の必要なすべてのケーブルが接続されていること
- すべてのガスラインが接続されていること
- 各ユニットの電源がオンになっていること
- 装置がコントローラに接続されていること
- コントローラ操作に精通していること
- SDT の較正が行われていること(必要な場合)

# SDT の較正

正確な実験結果を得るには、SDTを最初に取り付けるときに較正を行う必要があります。少なくとも、ビームセット、試験昇温速度、またはパージガスを変更したときは、必ず SDT の再較正を行ってください。

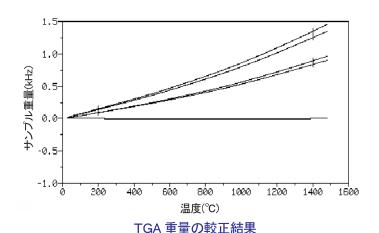
SDT の較正には以下の手順が含まれます。

- TGA重量の較正:TGA 重量シグナルの較正
- DTA ベースラインの較正: デルタ T シグナルの較正
- 温度の較正:温度シグナルの較正
- DSC ヒートフローの較正:ヒートフロー シグナルの較正
- デュアル サンプルの較正:デュアル サンプル重量シグナルの較正

これらの較正はすべて較正モードで実行すると同時に、必ず表示した順番で実行する必要があります。(装置メニューから [較正] を選択します。)各試験の実行に関する詳細は、SDT オンライン ヘルプ マニュアルに掲載されています。

### TGA 重量の較正

TGA 重量の較正は、2つのランに基づきます。1つは較正ウェイトを使用し、もう1つはウェイトを使用し、もう1つはウェイトを使用せずに較正します(空のビーム)。双方のランからのTGAデータが分析され、ビームおよび重量の補正係数が較正されます。



48

### DTA ベースライン較正

DTA ベースライン較正は、昇温試験で期待される温度範囲にわたって実行された ベースライン ランから収集した、デルタ T データの分析に基づきます。(この試験 は、通常 TGA 重量の較正で得られるのと同じベースライン ランを使用します。) DTA のベースラインは、サンプル温度の線形(傾きとオフセット)関数によって補正されます。その結果、ベースラインがシフトおよび回転して、較正された部分が 0℃ に近くなります。

メモ:DTA ベースライン較正は、SDT を DSC-TGA(たとえば、デルタTシグナルを保存しないとき)として使用するときは必要ありません。これは、DSC ヒートフロー較正にベースライン減算が含まれているためです。ただし、DTA のベースラインの形状は、SDT ビームの位置が正しいか、また DSC のヒートフロー較正が成功したかを素早く検証するのに役立ちます。

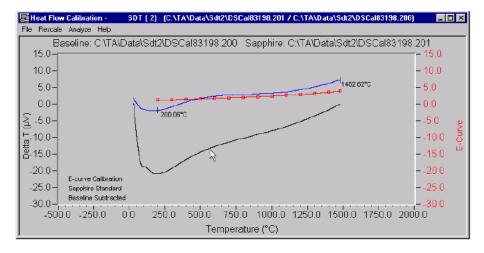
## 温度の較正

温度の較正は、高純度標準金属の融解吸熱特性の評価を基本にします。この標準金属の融解特性は既知の値と比較され、その差が温度較正用に計算されます。使用できる標準金属は、最高 5 種類です。亜鉛(419  $^{\circ}$ C)は SDT アクセサリー キットに入っています。その他の適切な標準金属は、錫(232  $^{\circ}$ C)、アルミニウム(661  $^{\circ}$ C)、銀(961  $^{\circ}$ C)、金(1064  $^{\circ}$ C)、ニッケル(1455  $^{\circ}$ C)です。既知の標準および観測された融解点を使用すると、カーブ全体が、実際の融解点に対してオフセットまたはシフトされます。複数の標準を使用する場合は、温度はキュービックスプラインフィットによって補正されます。複数ポイントを使った温度較正は、1ポイント温度較正より結果がさらに正確になります。

### DSC ヒートフローの較正

SDT のヒートフロー較正は、200 ~ 1500 ℃ の範囲でのサファイヤのヒートキャパシティカーブ(下図参照)と、高純度亜鉛の融解熱の分析結果を基本にします。これには3種類の試験ランが必要となります。1 つはリファレンスとサンプル両方に空のアルミナ製カップ(90µL)を使用したもの(ベースラインラン)、1 つはサンプルとしてサファイヤ標準を使用したもの(サファイヤ標準はSDTアクセサリーキットに入っています)です。サファイヤのヒートキャパシティ測定結果はその範囲内の複数温度での既知の値と比較され、ヒートフロー較正カーブが生成されます。

この較正カーブは、高純度亜鉛金属線(アクセサリーキットに同梱)の融解熱を測定する3種類目の試験によって、さらに精度が向上します。融解熱を測定し、亜鉛融解熱の既知の値(108.7 J/g)およびセル定数の計算式「セル定数 = 既知の値/測定値」を使用して、セル定数を算出します。 算出したセル定数の値は、ソフトウェアに入力されます。



DSC ヒートフローの較正

# デュアルサンプル較正

リファレンス データを提供する別の方法にはデュアル サンプル較正があり、両方のパンをサンプルに使用できます。ベースライン ランは、テアされた空のパンを両側に使用して行い、それぞれの側で観測された重量と温度のプロファイルが温度のキュービックスプライン関数として保存されます。保存されたプロファイルからは、次のデュアル サンプル ランのための履歴リファレンス データが提供されます。最高の結果を得るためには、以後のデュアル サンプル試験に同一カップを使用する必要があります。

# SDT 試験の実行

### 試験手順

すべてのSDT 試験は、次の手順に従います。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。このマニュアルに掲載されていない項目は、インスツルメントコントロール ソフトウェアのオンライン マニュアルを参照してください。

- パージガスの取り付けおよびセットアップ。
- 操作モードと保存するシグナル(ヒートフロー、重量、および/またはデルタ T)の 選択。
- 天秤上のサンプルカップ(およびリファレンスカップ)の選択、ロード、およびテア。
- サンプルの選択と準備。この手順には、適切なサイズのサンプルを用意し、そのサンプルをカップにセットすることも含まれます。
- TA コントローラ経由で試験および手順情報を入力する。これにはサンプルと装置情報の両方が含まれます。
- 電熱炉を閉じる。
- 試験の開始。

# SDTモードとシグナルの選択

SDT で試験を行う場合、利用できるモードには、標準モード、較正モード、デュアルサンプルモード、デュアルサンプル較正モードの4種類があります。

- *較正モード*は、標準試験を行う前に必ず使用します。このモードで較正するのは、重量、DTA ベースライン、温度およびヒートフローの両方またはいずれかです。このモードで使用できるシグナルは変更できません。
- 標準モードは、他の較正なし試験のすべて行うときに使用します。このモードでは、各試験に対して保存されているシグナルを個別に選択できます。使用可能なシグナルの一部として、重量、ヒートフロー、デルタ T (℃)、およびデルタ T (マイクロV)があります。
- デュアル サンプル モーパは、すべての標準(較正なし)デュアル サンプル試験を行うときに使用します。使用可能なシグナルには、A側(サンプルビーム側)とB側(リファレンスビーム側)両方の、温度差(℃)、温度差(℃/mg)、重量パーセント(%)があります。このモードは、デュアル サンプル較正で使用される同一条件(たとえば、昇温速度、パージなど)での昇温試験にのみ使用されます。最適な結果を得るには、デュアル サンプル較正で使用したのと同じ SDT カップを使用する必要があります。

• デュアル サンプル較正モードは、デュアル サンプル SDT 試験を行う前に使用されます。このモードでは、2 つの天秤アームから得られる重量 A および重量 B が較正されます。このモードで使用できるシグナルは変更できません。

SDT は、必要となる試験に応じて、TGA-DSC 同時測定(こちらのほうが一般的)、または TGA-DTA 同時測定に使用されます。 DSC-TGA 試験または TGA-DTA 試験については、本マニュアルとオンライン ヘルプ マニュアルを参照してください。 マニュアルでは、ヒートフローと重量、または重量とデルタ  $T(\mu V)$  または C の、いずれかまたは両方)を保存する試験について説明しています。

# SDT サンプルの準備

SDT では2種類の専用サンプルカップが使用できます。また、カップのサイズにも何種類かあります。サンプルカップを選択する基準は簡単なものです。

- DSC-TGA 試験には、セラミック(アルミナ)製90 μL カップを使用する必要があります。これらのカップは、最高温の物質にも使用できます(つまり、試験結果に影響しません)。また、DSC ヒートフロー較正用のサファイヤ標準は、90 μL カップに入るように、特別にカットされています。
- *TGA-DTA 試験*では、セラミック製カップ(40 μL または 90 μL)または、白金製カップ(40 μL または 110 μL)のいずれかを使用できます。TGA-DTA 試験では、一般的に白金が好ましいとされます。これは、クリーニングが簡単でほとんどの有機化合物やポリマーと反応しないためです。無機化合物や腐食性のあるものに対しては、セラミック製を選択するのも良いでしょう。

すべてのタイプのカップは再使用できます。試験前後にカップをクリーニングするには、ブンゼンバーナーやプロパントーチを使用すれば、残留物をすべて焼却できます。



注意:カップをクリーニングする際に、電熱炉を高温加熱しないでください。カップのクリーニングは、上記の手順に従って、電熱炉の外で行ってください。電熱炉を長時間連続して高温のままにしておくと、電熱炉の寿命が短くなります。



警告:白金製カップを高温(*すなわ*ち1300℃以上)で使用すると、サンプルプラットフォームとリファレンスプラットフォームの白金製センサーに溶着し、カップを取り除くときにセンサーを破損します。そうなると、サンプルビームとリファレンスビームのアセンブリ全体を交換する必要があります。

こういった事態を回避するために、(1)セラミック製カップを使用するか、(2)TGA-DTA 試験を行う前に、白金製カップと白金製センサーの間に、粒子の細かいアルミナ粉末を適量加えます。

メモ:アルミナには吸湿性があります。アルミナを使用する前に、 乾燥の必要があります。アルミナ粉末は、デシケータに保管してく ださい。

# SDT カップのテアおよびロード

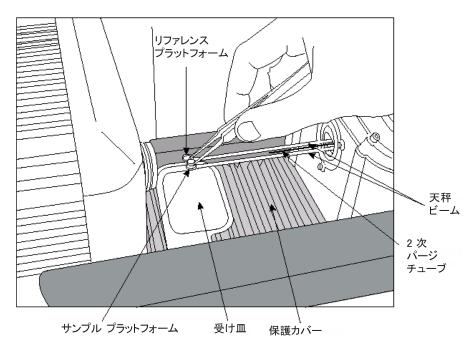
カップのテアを行うと、天秤で測定される重量にサンプルの重量のみが反映されます。電熱炉を閉じて試験を行う前には、同一のカップを引き続き使用して試験を行っている場合でも、必ず SDT カップのテアを行ってください。

カップのテアを行うと、SDT は空のカップの重量を読み込み、その重量をオフセットとして保存します。このオフセットは、テア以後の重量測定値から減算処理されます。 最高精度を得るためには、オフセットとして受け入れる前に、重量の読み取りが安定していることが必要です。テアの自動実行手順を使用すると、SDT は重量の読み取りが十分安定しているかを確認します。

SDT には2つのバランスアセンブリがあるため、テアはサンプル カップとリファレンスカップの両方に対して行われるようになっています。

#### メモ:SDTカップを扱うときは、必ずピンセットを使用してください。

- 1. 装置のタッチスクリーンにある [FURNACE/電熱炉] キーを押して、電熱炉を開きます。
- 2. 前方のサンプルのバランスアセンブリ用プラットフォームに空のカップを載せ、正しく配置されているか確認します(下図参照)。



SDT サンプル カップのロード

SDT スタートアップガイド =

- 3. 後方のリファレンスのバランスアセンブリ用プラットフォームに空のカップを載せ、正しく配置されているか確認します(前ページの図参照)。
- 4. [FURNACE/電熱炉]キーを押し、電熱炉を閉じてカップを外気から保護します。
- 5. 装置タッチスクリーン上の [TARE/テア] キーを押します。 SDT は自動的にカップを秤量し、 重量をオフセットとして保存します。

メモ:温度変化が急激なとき(*つまり*、温度変化により 10 秒間に 3.0 µg 以上の重量変化が生じたとき)、または装置が較正モードのとき、装置はテアを行いません。

6. 「FURNACE/電熱炉]キーを押して電熱炉を開きます。

SDT カップのテアが終了したら、必要に応じてステップ 7 からステップ 11 に従い、リファレンス物質(たとえば、酸化アルミニウム)をロードできます。リファレンス物質を使用しない場合、ステップ 12 へ進みます。

メモ:TGA-DTA 試験には、リファレンス カップとサンプル カップと のヒートキャパシティの差を最小にし、ベースラインを改善するため、リファレンス物質(たとえば、酸化アルミニウム)を使用するようにしてください。DSC-TGA 試験には、リファレンス物質を使用しないでください。 較正とその後のサンプル試験では、リファレンスとして空のアルミナ製カップを使用する必要があります。



注意:プラットフォームにサンプル物質がこぼれると、プラットフォームが永久的に汚染されます。この汚染が発生すると、天秤ビームを両方とも、交換する必要があります。したがって、サンプルのロード時には、カップをビームから取り外してください。

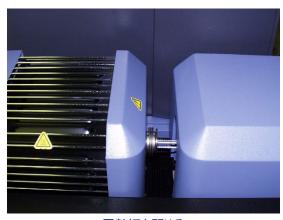
- 7. 受け皿をビーム下の所定の位置へ回転させます。
- 8. 後方(リファレンス)プラットフォームからリファレンスカップを取り外します。
- 9. リファレンスカップの中に、サンプルに使用するのと同じ量のリファレンス物質を入れます。

メモ:DSC-TGA試験には、リファレンス物質を使用しません。

- 10. リファレンスプラットフォームに充填したカップを戻します。
- 11. 装置タッチスクリーンの [DISPLAY MENU/表示メニュー] キーを押し、次に [SIGNAL DISPLAY/シグナルの表示] キーに触れて、リファレンス重量を観察します。 重量を許可する場合は、ステップ 12 に進みます。 許可できない場合は、必要に応じてステップ 8 からステップ 11 を繰り返します。
- 12. 前方(サンプル)プラットフォームからサンプル カップを取り外します。
- 13. サンプルカップにサンプル物質を入れます。リファレンス物質を使用している場合、ほぼ同量のサンプル物質を計量します。
- 14. サンプルプラットフォームにカップを置き、サンプルカップがプラットフォーム上の正しい位置にあるかを確認します。

メモ:サンプル プラットフォームおよびリファレンス プラットフォーム(ビーム センサー)上にサンプル カップおよびリファレンス カップ の位置決めの再現性は、SDT の最高性能を得るために、特に DSC-TGA 較正および試験にとって大変重要です。プラットフォーム上でカップを繰り返し中央で合わせるのは大変なので、カップの 定位置をプラットフォームの片方の端にするようにしてください。 さらに、カップの回転位置も一定にする必要があります。 そのためには、カップに小さい目印をつけ、プラットフォーム上でこの目印が常に同じ方向に向くようにします。

15. 装置タッチスクリーンの [DISPLAY MENU/表示メニュー] キーを押し、次に [SIGNAL DISPLAY/シグナルの表示] キーに触れて、リファレンス重量を観察します。 重量を許可する場合は、ステップ 16 に進みます。 許可できない場合は、必要に応じてステップ 12 からステップ 15 を繰り返します。



電熱炉を閉じる

- 16. 受け皿を、アームレスト下 の所定の位置に戻しま す。
- 17. 装置のタッチスクリーンに ある [FURNACE/電熱炉] キーを押して、サンプル物 質を囲む電熱炉を閉じま す。

メモ: 重量が範囲外(<範囲または>範囲)の場合、電熱炉は閉じません。この機能で、天秤ビームへの損傷を防止します。

57

SDT スタートアップガイド =

# デュアルサンプル処理

SDT Q600 では、デュアル サンプル モードでの処理が可能です。このモードでは、2 つのサンプルに対する TGA-DTA 比較情報を同時に得られます。 デュアルサンプル試験の実行中、シグナルは A (サンプル)側と B (リファレンス)側で、単一のデータファイルとして取り込まれます。

メモ:シグナルは、重量 A がサンプル(前面の)プラットフォームから、重量 B はリファレンス(後方の)プラットフォームから取り込まれたものとみなして保存されます。

デュアルサンプル試験を実行するときは、次の推奨手順に従ってください。

- 標準較正手順をすべて完了した後で、デュアルサンプル較正を実行します。
- [表示]-[試験ビュー] の順に選択し、続いて利用可能モードから [SDT デュアル サンプル] モードを選択します。[サンプル名] フィールドに、2 つのサンプルの名前を入力します(たとえば、Sample 1/Sample 2)。 最大 32 文字まで使用できます。
- サンプルビームとリファレンスビームの上に2個の清潔なパンを配置します。 続いて[TARE/テア]を押します。(最適な結果を得るには、デュアル サンプル較正に使用したのと同じ SDT カップを使用する必要があります。)
- デュアルサンプルモードを選択すると、保存されたシグナルのさまざまなリストをデータファイルへの格納に使用できます。これらのシグナルには、A側(サンプルビーム側)とB側(リファレンスビーム側)両方の、温度差(℃)、温度差(℃/mg)、重量(mg)、重量パーセント(%)が含まれます。ユニバーサルアナリシスプログラムでこれらのシグナルを表示および分析する場合、ノーマライズドシグナル(℃/mg および % シグナル)を選択することが重要です。
- SDT シグナル ディスプレイタッチスクリーンで重量変化を監視するには、インス ツルメント コントロール プログラムを使用して、[ツール]-[装置プリファレンス]-[LCD シグナル] の順に選択します。次に、[重量] と [重量 %] を選択します。

メモ:装置タッチスクリーンで 1 度に表示できるのは、6 つのシグナルだけです。したがって、デュアル サンプル シグナルを選択するときは、標準のデフォルト シグナルの 2 つからチェックを外してください。

- デュアルサンプル処理で得られた重量と温度差の絶対的な正確さは、シングルサンプル処理で得られたものほど高くはありません。したがって、最良の結果を得るためには、シングルサンプル処理をお勧めします。さらにデュアルサンプルモードは、昇温試験だけに使用することをお勧めします。
- 両サンプル(A および B)のデータは、1 つのデータファイルに含まれます。ユニバーサルアナリシスプログラムで、対応するシグナル グループ(A または B) を選択すると、このデータを分割できます。

# パージガスのセットアップ

SDT は、1 次パージと2 次パージの両方で構成されます。このセクションでは、これらのパージガスの使用および設定について説明します。

#### 1次パージ

1次パージは、装置の背面にあるガス 1 ポートとガス 2 ポートから SDT に入ります (1 次パージラインの接続は、33 ページを参照)。1 次パージは、バランス チャンバーを通り、サンプルおよびリファレンス測定システムを通過して流れ、電熱炉のチューブ端から放出されます。このパージはバランス チャンバーを通って流れるため、1 次パージは窒素のように一般的なガスに限定されます。1 次パージには、空気も使用できます。

1次パージは、内部マスフローコントローラ(MFC)およびガス切り替えアクセサリーで調整されます。MFC はガス流量を常時モニターして制御し、必要に応じてガス流量をデータファイルに保存します。また、ガス切り替えアクセサリーは、試験途中での1次パージガスの変更を可能にします。

1 次パージは、すべての SDT 試験で使用されます。標準的な流量は、100 mL/分です。

#### 2次パージ

2次パージでは、より反応性の高いガスを導入し、高感度のバランス アセンブリがこのガスに曝されないようにしながら、試験の柔軟性を高めます。2次パージは、SDT ハウジングにある専用ポートを通って SDT に入ります(2次パージの接続は、34ページを参照)。2次パージは、リファレンス天秤アームとサンプル天秤アームの間にある小口径のチューブから電熱炉領域へ流入します。

2 次パージの流量は1次パージ流量よりも低くするのが普通です(通常 20 mL/分)。したがって、1次パージは2次パージがバランスチャンバーへ拡散するのを防止します。言い換えると、電熱炉のチューブの終端から排出される前に、1次パージは2次パージをサンプルおよびリファレンスから押し流す役目を果たしています。

2次パージレートは、オプションの外部ロータメータで制御されますが、格納されたシグナルではありません。ほとんどの SDT 試験では、2次パージは使用しません。

## 試験の開始

試験を開始する前に、SDT がコントローラに接続されており、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。SDT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。

電熱炉を閉め、装置タッチスクリーンまたはキーパッドの [START/開始] キーに触れるか、インスツルメント コントロール ソフトウェアの [開始] を選択すると、試験が開始されます。

# 試験の停止

何らかの理由によって試験を中断する必要がある場合は、タッチスクリーンの [STOP/停止] キーに触れるか、インスツルメント コントロール ソフトウェアの [停止] を選択すれば、いつでも停止できます。試験を停止するもう1つの機能として、 [Reject/拒否] があります。[Reject/拒否] 機能は試験中のすべてのデータを破棄するのに対し、[Stop/停止] 機能は試験を停止した時点までに収集したデータをすべて保存します。

# 装置のメンテナンス

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:装置に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は行わないでください。

## 装置のクリーニング

SDT タッチ スクリーンはいつでもクリーニングすることができます。タッチスクリーンは、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(タッチスクリーン自体ではなく)布をぬらしてから、タッチスクリーンと周辺表面を拭き取ります。



注意: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、表面に傷が付いたり、特性を劣化させる恐れがあるため使用しないでください。

# 電熱炉のクリーニング

電熱炉内に蓄積した汚染物質を取り除くには、ラン 10 回毎に電熱炉を昇温速度 20 ℃/分で約 1000 ℃ まで温度を上げてクリーニングすることをお勧めします。このクリーニングは、必要最小限の時間に留めてください。電熱炉を長時間連続して高温のままにしておくと、電熱炉の寿命が短くなります。

# 保護カバー(ジャバラ)のクリーニング



注意:保護カバーは決して外さないでください。

圧縮空気を使用して、カバーのひだに溜まった埃を取り除きます。カバーの汚れを 取るには、水またはマイルドソープを含ませた柔らかい布かペーパータオルでそっ と拭き取ってください。

# ヒューズの交換

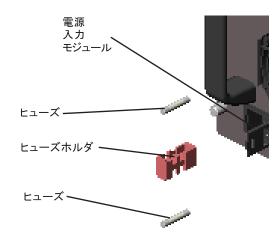


警告:必ず装置のプラグを抜いてから、ヒューズの検査 または交換をしてください。

SDT には、ユーザには交換できない内部ヒューズが含まれています。内部ヒューズが飛ぶと危険です。TA Instruments のサービス担当者に連絡してください。

ユーザが交換できるヒューズは、装置の後ろにある電源入力モジュールにある ヒューズのみです。これらのヒューズのチェックまたは交換をするには、次の手順に 従います。

- 1. 装置の電源を切り、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。



# 交換用部品

このセクションでは、TA Instruments から入手可能な SDT 用の交換部品を一覧表示します。一部の部品の交換は、サービス担当者が行うことになっています。部品を注文する場合には、下の表と 67 ページの所在地リストを参照してください。

#### ヒューズ、コードおよびケーブル

品番	説 明
205221.001 205221.002 251470.025	ヒューズ(6.3 A、250 V) ヒューズ(10 A、250 V) イーサネット ケーブル(6 m [25 フィート]、シールド 済み)
253827.000 920223.901	電源コード イベントケーブル

#### SDT アクセサリーおよびサンプルカップ

品番	説 明
920063.901	電源コントロール ユニット
961020.901	電熱炉アセンブリ(セラミック製電熱炉チューブを含
	<b>む</b> )
259508.000	真ちゅうピンセット
259509.000	スパチュラ、湾曲、長さ 165 mm
270226.022	Oリング、電熱炉チューブ
960017.901	SDT 二重ビームキット
960148.901	白金製サンプル カップ、40 μL、3 個入
	(TGA-DTA 試験用)
960149.901	白金製サンプル カップ、110 μL、3 個入
	(TGA-DTA 試験用)
960072.901	アルミナ製サンプル カップ、40 μL、3 個入
	(TGA-DTA 試験用)
960070.901	アルミナ製サンプル カップ、90 μL、3 個入
	(DSC-TGA 試験用)
960239.901	アルミナ製サンプル蓋、3個入
	(DSC-TGA 試験用)

# SDT 較正/リファレンス物質

品番	説 明
915079.903 900905.901 952183.901	サファイヤ DSC ヒートフロー較正標準 シュウ酸カルシウム 温度較正用アルミ線の バイアル
960014.901 960034.901	較正ウェイト セット TGA-DTA 試験用酸化アルミニウム 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, 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/英国

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: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

# 一索引

# 数字

- 1次パージガス SDT の通過経路 60 使用 60 説明 60 ラインの接続 33 流量 60 流量の設定 33
- 2 次パージ 23
- 2 次パージガス SDT の通過経路 60 使用 60 説明 60 ラインの接続 34 流量 60 流量の設定 35

#### D

DSC 機械 15 測定 15 DSC-TGA 試験 サンプルカップ 53 DTA ベースラインの較正 49

### F

[FURNACE/電熱炉] アップキー 19

### L

LAN コンピュータへの接続 32

### S

SDT

```
開始 45
 ケーブル
  電源 39
 検査 26
 較正 48
 コンポーネント 16
 停止 46
 取り付け 26~39
 場所 27
 ライン
  パージ 33
  冷却ガス 36
[STOP/停止]キー 18
T
TGA-DTA 試験
 サンプル カップ 53
 デュアル サンプル処理の使用方法 58
TGA 重量の較正 48
あ
安全基準 10
安全性
 化学面 13
 機械的な面 14
 電気面 13
 熱 14
イーサネットケーブル
 コンピュータを LAN 〜接続する 32
イーサネット ハブ
 コントローラへの接続 32
 装置への接続 31
```

受け皿 56

```
オフセット 55
温度
 正確さ 22
 精度 22
温度の較正 49
カン
ガス
 推奨 34
ガス切り替えアクセサリー 60
ガスソース
 圧力 33
キャビネット 16
 機械 16
 電子装置 16
金属標準 49
クリーニング 62
 装置 62
 電熱炉 63
ケーブル 28
 イーサーネット 31
 電源 39
```

較正

DSC ヒートフロー 50 DTA ベースラインの較正 49 TGA 重量の較正 48 温度 49 デュアルサンプル 51

コントローラ 説明 15

コントロールメニュー (制御メニュー) 19

コンピュータ LAN への接続 32 イーサネットハブへの接続 32

SDT スタートアップガイド ≡

コンポーネント 16

# さ

```
サファイヤ標準 50
サンプル カップ
 位置決め 57
 サイズ 53
 最大重量 22
 準備 53
 選択 53
 タイプ 53
 テア 55
 容量 22
サンプルパン 22
シグナル
 選択 52
試験
 開始 61
 拒否 61
 サンプルの準備 53
 停止 61
 手順 52
試験の実行 52
試験の停止 61
ジャバラ
 カバーのクリーニング 63
重量
 範囲外 57
重量感度 22
重量の正確さ 22
主要機能キー 17
仕様 21
商標 3
ステータスライン 17
```

冷却ガスライン取り付け 36

セラミック製カップ 54

操作

デュアルアサンプル 58

装置 関連項目:SDT; TGA イーサネット ハブへの接続 31

### た

タッチスクリーン 主要機能キー 18

タッチスクリーンキー 20

テアビーム 緩める 43

ディスプレイメニュー (表示メニュー) 20

デュアル サンプル処理 ガイドライン 58 試験の実行 58 保存されたシグナル 58

電圧構成ユニット 取り付け 37

電気面での安全性 13

電源スイッチ 39

電源入力モジュール 38、64

電磁適合性基準 11

電熱炉 16 クリーニング 63

電熱炉パージガス 23

登録商標 3

特許 3

取り付け

1次パージライン 33

2 次パージ 34

電圧構成ユニット 37

ドレスカバー 40

### な

熱交換器

ケーブル 29

ライン 29

ネットワーキング 32

### は

パージガス 23

パージライン

1 次 33

2次 34

パージレート 23

白金製カップ 54

バランスアセンブリ

サンプル 16

リファレンス 16

バランスハウジング

蓋の交換 44

蓋の取り外し 41

ヒートフロー

正確さ 22

精度 22

ヒートフロー較正 50

ビームストッパー

緩める 43

ヒューズ

SDT での交換 64

ヒューズ ホルダ 38

複数ポイント温度較正 49

部品 65

フローメータ 35

法規則への適合 10

ポート 29



マスフローコントローラ (MFC) 33、60

メンテナンス SDT 62~63

モード

デュアルサンプル 58



融解熱 50



ライン

接続 28

リファレンスカップ 位置決め 57

リファレンス物質 56

ロータメータ 60