

PDSC
Pressure Cell
Differential Scanning Calorimeter



Q シリーズTM
スタートアップガイド

品番 970816.001 改訂 C
2006 年 12 月発行



©2002, 2003, 2004, 2006 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。

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。

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

IntegrityTM 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。

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

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

Mobius DriveTM 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 (TzeroTM)』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)

DSC 圧力セルスタートアップガイド

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® 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
装置の記号	11
安全面での重要な情報	12
化学面での安全性	14
電気面での安全性	15
熱に対する安全性	15
第 1 章:圧力 DSC セルの概要	17
概要	17
圧力セルの仕様	19
第 2 章:圧力セルの取り付け	21
DSC 圧力セルの解梱/再梱包	21
圧力 DSC セルの設置	22
セル設置の準備	22
DSC Q1000 の取り外し	22
標準セルおよびカバー	22
DSC Q10P セルのドレス カバーの取り外し	24
PDSC セルの取り付け (Q1000 または Q10P)	25
ドレス カバーへの圧力セルの取り付け (Q1000 または Q10P)	27

第 3 章:圧力セルの使用方法とメンテナンス	29
始める前に	29
安全面での重要な情報	29
圧力セルの較正	32
ベースライン傾きとオフセットの較正	32
エンタルピー(セル)定数の較正	32
温度の較正	33
圧力の較正	33
圧力 DSC 試験の実行	34
試験手順	34
ページガスの選択	35
圧力 DSC サンプルのロード	36
セルの加圧	38
変位による加圧	38
排出による加圧	39
セル圧力の制御	40
一定容積での操作	41
一定圧での操作	42
ダイナミックプレッシャーでの操作 (固定ページレート)	43
セルの放圧	44
真空状態での操作	45
モジュレイティッド モードでの操作	45
低温での操作	46
メンテナンスと診断	48
汚染圧力セルのクリーニング	48
シルバーリッドとリングのラッピング	49
交換用部品	50
TA Instruments 所在地	51
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する加盟各國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

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 + 修正放射: クラス A 基準に適合 (表 3) 免責: 非連続操作のパフオーマンス基準 A に適合

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

DSC 装置および/または圧力 DSC セル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
	この記号は PDSC セルの圧力シリンダおよび上部プレートに表示されていて、この記号のついた部品は、蝶ネジボルトも含めて大変熱いことを表しています。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。
	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 120/240 Vac を超える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。
	この記号はセルの右側に表示されていて、「酸素または水素を適切に使用しないと、セルを損傷するか使用者に有害である」ことを示しています。詳細については、次のページの警告を参照してください。

装置のこのような部品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。『DSC スタートアップ ガイド』および『圧力セルスタートアップ 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。

安全面での重要な情報

圧力 DSC セルで酸素を使用する前に、必ずこのセクションをお読みください。



警告: 圧力 DSC (PDSC) 内にある炭化水素の量が多すぎると、エネルギーの燃焼が起こり、圧力 DSC セルを損傷したり、オペレータが怪我をしたりする可能性があります。このような問題が起きないように、以下のガイドラインに従ってください。

(1) 供給ラインのクリーニング: 酸素供給ライン、バルブ、ゲージ、およびレギュレータは、炭化水素がついていない、酸素供給の規格に準拠したものを使ってください。コンポーネントが酸素供給の規格に準拠しているかどうかわからない場合は、サプライヤーにご確認ください。チューブ内部から油分の臭いがしたり、内部に液体や黒い煤が付着していたりする場合、炭化水素があることが考えられます。その場合のクリーニング手順については、圧縮ガスのサプライヤーにお問い合わせください。

(2) セルの汚染: 圧力ハウジングを取り外し、圧力 DSC セルに油分や有機化合物の汚染がないか目視チェックを行います。酸素圧力システムに炭化水素は禁物です。圧力 DSC セル内部で、炭化水素による汚染(こぼれたサンプル、油分の残留物、油臭、煤など)の可能性がある場合、直ちに使用を停止してください。TA Instruments カスタマーサービス(日本 03-5479-8418)まで連絡し、安全検査を依頼するか、詳細情報を確認するようにしてください。

(次のページに続く)



警告:(3) すべての供給管をチェックしてください。圧力 DSC セルを他のデバイス(酸素シリンダー、ゲージ、バルブ、レギュレータなど)に接続しているすべての管には、0.125 インチO.D. のものを使用してください。すべての配管、バルブ、ゲージ、およびレギュレータは、21 MPa ゲージ圧(3000 psig)までの高圧に合った規格であり、炭化水素のないものでなければなりません。

PDSC で酸素を使用する場合は、前ページの警告を確認すると同時に、以下の条件のいずれかが当てはまるかを確認してください。

- PDSC を初めて設置する
- 供給ライン、バルブ、またはゲージの変更をした
- PDSC 内部でサンプルがこぼれた
- PDSC から油臭がする
- しばらく PDSC を使用していなかった

このセクションおよびマニュアル全体で記述されている重要な安全面での指示や警告に従って、圧力 DSC を安全に利用するようにしてください。

圧力 DSC セルで水素を使用する前に、下記をお読みください。

Q シリーズ™ 標準 DSC セルと水素または引火性の高いガスを併用しないでください。



警告:水素ガスの取り扱いには十分注意してください。水素ガスには、火または酸化物質にさらされた場合、高い引火性があります。[Sax Safety Handbook の *Dangerous Properties of Industrial Materials*(工業用物質の危険特性)]によると、水素の室温条件下での爆発下限界(LEL)は気体で 4.1% です。濃度はこの値以下に押さえるように十分注意してください。]圧力 DSC セル内で水素を使用するときは、水素の導入前にまずセルを完全にヘリウムでバージする必要があります。



注意: 加圧ガスとして水素またはヘリウムを使用する場合、最高温度または最高加熱速度は、仕様より低くしてください。



警告: 試験の終わりには、セルを排気フードに開放し、圧力コンテナを開く前にヘリウムで再度バージしてください。



警告: すべての供給管をチェックしてください。圧力 DSC セルを他のデバイス(水素シリンダー、ゲージ、レギュレータなど)に接続しているすべての管には、0.125 インチ O.D. のものを使用してください。すべての配管、バルブ、ゲージ、およびレギュレータは、21 MPa ゲージ圧(3000 psig)までの高圧に合った規格でなければなりません。アイテム間の接続はすべてきつく締め、漏れがないようにする必要があります。

水素の使用に関する疑問点は、TA Instruments アプリケーション ホットライン(日本 03-5479-8418)にご連絡ください。

TA Instruments 圧力 DSC セルの安全な使用に関する疑問点は、米国内アプリケーション ホットライン(日本 03-5479-8418)、または最寄りの TA Instruments サービス担当者にご連絡ください。

化学面での安全性

第1章に記載したバ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。



注意: セルカバーの中にある白い繊維質の断熱材を取り除かないでください。

電気面での安全性



注意:DSC 圧力セルを保持する押さえ用蝶ネジを 所定の位置に配置し、蓋の位置と電気系統の接続を確認します。これらのネジがないと、試験を実行できません。これらのネジが正しく配置されていないと、セルに電源が供給できず、作動しません。

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。



警告:湿気が多い状態にさらされた場合は、圧力 DSC セル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。

[セル/冷却調整] 測定テンプレートを実行して、セルを乾燥させます。

- 1 10°C/分で 400°C まで昇温させます。
- 2 120 分間等温にします。

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。圧力 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、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。

第1章

DSC の概要

圧力セル

概要

圧力 DSC (PDSC) セル (右図参照) は、7MPa ゲージ圧 (1000 psig) まで加圧できる鋼製シリンダーに入った DSC セルです。PDSC セルは、標準的な DSC セル同様、基本測定の大部分を実施するのに加え、高圧または真空下での操作も可能です。圧力および温度を変化させる能力により、次の機能が提供されます。

- 重複ピークの分解能
- 気化熱および蒸気圧の判定
- 制御雰囲気における反応速度
- 圧力感知反応の調査

圧力 DSC セルには、2 つのガスフロー制御バルブ、3 方向バルブ、圧力計、放圧バルブ、および側面のガス圧力用継手があります。セルのベースには、8.3Mpa ゲージ圧 (1200 psig) 圧力リリーフバルブおよび圧力変換器があります。

圧力 DSC セルでは、ヒートフロー T1 を発生させる材料に、コンスタンタン ディスクが使用されます。シリバー加熱ブロックは、通気口付きシリバーリッドがかぶされ、中にコンスタンタン ディスクが入っています。サンプルおよびリファレンスは、ディスクの高くなった部分に着座するパンの中に配置されています。熱は、コンスタンタン ディスクを通してサンプルパンおよびリファレンスパンに伝えられます。サンプルおよびリファレンスに対する示差ヒートフローは、クロメル-コンスタンタン熱電対でモニターされます。熱電対は、ディスクにある 2 つの突起部分の下側に溶接された



コンスタンタン ディスクとクロメルウェハーで形成されます。クロメルワイヤとアルメルワイヤは、熱電対交差部でサンプルクロメルウェハースに接続され、サンプル温度が測定されます。アルメルワイヤは、熱平衡のためにリファレンス ウェハーに溶接されています。電熱炉の制御熱電対は、クロメル-コンスタンタンです。

圧力 DSC セルのベースの吸入口を通って加熱ブロックに入るバージガスは、バージガス吸入口からサンプル チャンバーに入る前に、循環によって温度を遮断するために予備加熱されます。ガスは、シルバーリッドの通気口を通って排出されます。

圧力 DSC セルは、オペレータが交換可能な、DSC Q2000/Q1000(右図) のオプションのセルとして利用できます。また、DSC Q20P/Q10P システム(下図)の一部としても利用できます。



圧力セル付属 DSC Q1000



DSC Q10P

圧力セルの仕様

セル本体の寸法	深さ 23.6cm (9.3 インチ) 幅 22.4cm (8.8 インチ) 高さ 33.3cm (13.1 インチ)
セル本体の重量	10.5 kg (23 ポンド)
温度範囲	-130 ~ 725 °C
雰囲気	-100 kPa ゲージ圧～7 MPa ゲージ圧 (絶対値 1 Pa ～ 7 MPa)、一定圧または一定容量
ダイナミック ガス パージ	200 mL/分まで (セル流量)
パージガス	窒素、空気、酸素、一酸化炭素、二酸化炭素、水素、ヘリウム、アルゴン
ヒートフロー	T1 ヒートフローのみ
互換性	DSC Q2000/1000 の交換可能セルとして利用可。 DSC Q20P/10P 専用部品としても利用可。

性能は、選択する圧力および雰囲気によって変化。



DSC 壓力セルスタートアップガイド

===== 第2章 圧力セルの取り付け

DSC 圧力セルの解梱/ 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ト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いいかもしれません。

圧力DSCセルの取り付け

圧力 DSC セル (PDSC) を取り付けるには、対応する図を参照しながら、以下の手順に従ってください。PDSC は DSC Q1000 の交換可能セルとして、また DSC Q10P に取り付ける専用セルとして利用できるため、このセクションでは両方の構成について説明します。



注意 : セルカバーの中にある白い繊維質の断熱材を取り除かないでください。

セル取り付けの準備

圧力 DSC セルを取り付ける前に、セルベースを完全に露出しておく必要があります。お使いの DSC 装置に適用される手順に従い、カバーをはずしてください。

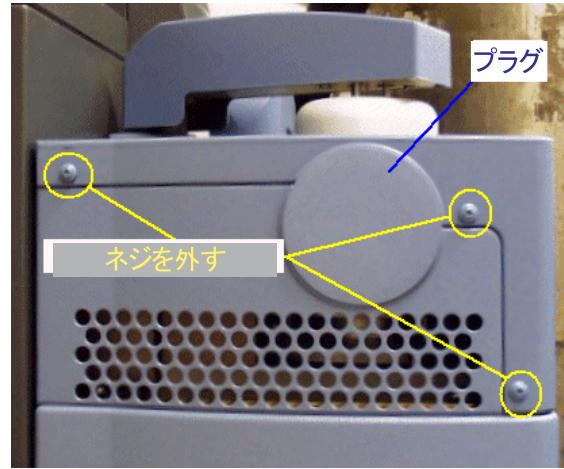
DSC Q2000/Q1000 の取り外し 標準セルおよびカバー

圧力 DSC セル取り付けに先立ち、DSC Q2000/Q1000 の標準セルを装置から取り外すには、以下のステップに従います。

1. [制御]-[蓋]-[開く] 機能を選択し、Q1000 セルからオートリッドを持ち上げ、ホーム位置に移動させます。Q2000/Q1000 にオートリッドが取り付けられている場合、オートサンプラー タッチスクリーンの [HOME/ホーム] キーを押し、ホーム位置に移動させます。

メモ: 圧力 DSC セルは、DSC Q2000/Q1000 オートリッドまたはオートサンプラーと互換性がありません。これらのアイテムは、圧力セルの試験中、邪魔にならないよう(パーキング状態)にするため、無効化する必要があります。Q2000/Q1000 ソフトウェアは、圧力 DSC セルが取り付けられるとこれを自動的に認識し、2つのアイテムを無効にします。

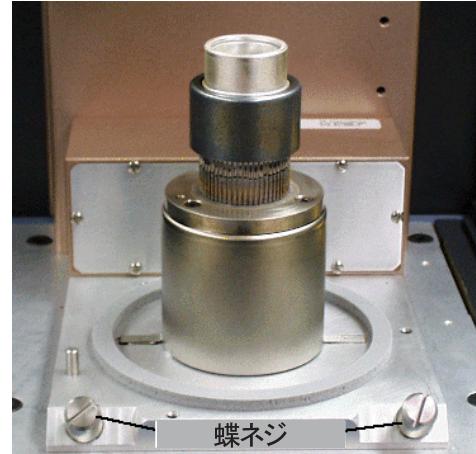
- ユニットカバーの横にあるプラグを引っ張って取り外します。セルカバーをユニットのカバーに取り付けているフィリップスネジを取り外します。側面に3つ、上部に1つネジがあります。ネジは保管しておきます。



- 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。

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。

- 冷却アクセサリーが取り付けられている場合は、室温になっていることを確認してから取り外します。冷却アクセサリーの取り外し手順は、該当するアクセサリーのスタートアップガイドにある取りつけ手順の逆を行ないます。
- 右の図で示したセルベースの前方の2つの蝶ネジを取り外します。
- セルが室温に戻っていることを確認してから、セルを引っ張り出します。
- 25ページにあるように Q2000/Q1000 に PDSC セルを取り付け、さらに 27 ページを参照してドレスカバーを取り付けます。



DSC Q20P/Q10P セルのドレスカバーの取り外し

TA Instruments の Q20P/Q10P は、専用の圧力 DSC システムです。ただし、古い（損傷したり、機能しなくなった）圧力 DSC セルを新しいものに交換する必要が生じたとき、オペレータが交換できるように設計されています。このセクションで解説しているようにセルのドレスカバーと古いセルを取り外し、次のセクションで解説しているように新しいセルを取り付けると、取り替え作業は完了です。

以下の手順に従ってください。

1. フィリップネジ用ねじ回しを使用して、セルの後ろにあるセルのドレスカバーの上部を押さえながら、ネジを 1 本はずします（図を参照）。
2. この上部を上にスライドさせて取り外します。
3. セルのドレスカバーの基底部をスライドし、下図のように取り外します。



PDSC セル カバーの上部ネジ



セルカバー基底部の取り外し

4. セルが周囲圧力（つまり、加圧されていない状態）であることを確認します。IN ポートおよび OUT ポートの配管をすべて外します。
5. 左の図で示したセルベースの前方の 2 つの蝶ネジを取り外します。
6. セルが室温になっていることを確認します。室温であれば、セルをスライドさせて外します。
7. 次のセクションの手順に従つて、新しい PDSC を取り付けます。

PDSC セルの取り付け (Q2000/Q1000 または Q20P/Q10P)

1. PDSC を持って、ベース プレート上にスライドさせます。セルの背面が DSC ベース上のコネクタ ハウジングに触れるようにします。
2. 2 本の押さえ用蝶ネジを取り付けてから、時計回りに締めます。PDSC を固定するには、押さえ用ネジは手で締める程度にしておいてください。
3. 下図にあるように、加圧ガスソースにある圧力調節器から PDSC セルの側面にある IN ポートまで、十分な長さの 0.125 インチ チューブを接続します。ガス(窒素、空気、酸素、アルゴンなど)の圧は 7MPa ゲージ圧(1000 psig)までの範囲で調整する必要があります。





警告: 水素を使用する場合、圧力 DSC セルの充填は、高温で酸素が存在しないような方法で行う必要があります。



注意: 酸素を使用する場合、酸素用規格の継手、ゲージ、およびチューブを使用するようにしてください。

2 つのゲージがあるレギュレータを選択してください。この場合、1 つはソース圧を、もう 1 つはレギュレータ出力圧をモニターします。レギュレータは、ソース圧に耐えるような規格でなければなりません。出力はゲージ圧 7MPa(1000 psig) までの範囲をカバーするものにしてください。



警告: 適切なレギュレータを使用せずに、加圧されたガスソースに直接 PDSC を接続することは避けてください。



警告: 試験に使用する圧力に十分耐える強度のあるチューブを使用してください。

4. 次のページの指示に従ってセル カバーを取り付け、その後で圧力 DSC セルの較正を行います。較正についての詳細は、第 3 章を参照してください。

圧力セル (Q2000/Q1000 または Q20P/ Q10P) へのドレス カバーの取り付け

この章の前半にある説明に従って PDSC セルを取り付けた後、圧力セルの専用ドレス カバーを取り付けます。Q20P/Q10P に使用するドレス カバーと Q2000/Q1000 に使用するドレス カバーは若干異なります。

Q2000/Q1000 ドレス カバーは、Q2000/Q1000 上にあるオート リッドとオートサンプラーに対応するように変更されています。ただし、どちらのドレス カバー タイプも、同じ手順で取り付けます。(図はQ20P/Q10P のものです。)

1. 右の図にあるように、セルのドレス カバーの基底部をセルベースの上にスライドさせます。さらにユニットの背面に触れるまで後方に押します。



ドレス カバー基底部の取り付け



ドレス カバー上部の取り付け

2. 左図にあるように、セル コネクタの上部をスライドさせ、基底部のスロットと上部のタブを合わせます。
3. フィリップネジ用ねじ回しを使用して、セルのドレス カバーの上部を押さえながら、ネジを1本取り付けます。

第3章

圧力セルの使用方法とメンテナンス

始める前に

圧力 DSC セルで酸素を使用する前に、この下記を必ずお読みください。

安全面での重要な情報



警告: 圧力 DSC(PDSC) 内にある炭化水素の量が多すぎると、エネルギーの燃焼が起こり、圧力 DSC セルを損傷したり、オペレータが怪我をしたりする可能性があります。このような問題が起きないように、以下のガイドラインに従ってください。

(1) 供給ラインのクリーニング: 酸素供給ライン、バルブ、ゲージ、およびレギュレータは、炭化水素がついていない、酸素供給の規格に準拠したものを使ってください。コンポーネントが酸素供給の規格に準拠しているかどうかわからない場合は、サプライヤーにご確認ください。チューブ内部から油分の臭いがしたり、内部に液体や黒い煤が付着していたりする場合、炭化水素があることが考えられます。その場合のクリーニング手順については、圧縮ガスのサプライヤーにお問い合わせください。

(2) セルの汚染: 圧力ハウジングを取り外し、圧力 DSC セルに油分や有機化合物の汚染がないか目視チェックを行います。酸素圧力システムに炭化水素は禁物です。圧力 DSC セル内部で、炭化水素による汚染(こぼれたサンプル、油分の残留物、油臭、煤など)の可能性がある場合、直ちに使用を停止してください。TA Instruments カスタマーサービス(日本 03-5479-8418)まで連絡し、安全検査を依頼するか、詳細情報を確認するようにしてください。



警告:すべての供給管をチェックしてください。圧力 DSC セルを他のデバイス(酸素シリンダー、ゲージ、バルブ、レギュレータなど)に接続しているすべての管には、0.125 インチO.D. のものを使用してください。すべての配管、バルブ、ゲージ、およびレギュレータは、21 MPa ゲージ圧(3000 psig)までの高圧に合った規格であり、炭化水素のないものでなければなりません。

PDSC で酸素を使用する場合は、前ページの警告を確認すると同時に、以下の条件のいずれかが当てはまるかを確認してください。

- PDSC を初めて設置する
- 供給ライン、バルブ、またはゲージの変更をした
- PDSC 内部でサンプルがこぼれた
- PDSC から油臭がする
- しばらく PDSC を使用していなかった

このセクションおよびマニュアル全体で記述されている重要な安全面での指示や警告に従って、圧力 DSC を安全に利用するようにしてください。

圧力 DSC セルで水素を使用する前に、下記をお読みください。

Q シリーズ™ 標準 DSC セルと水素または引火性の高いガスを併用しないでください。



警告:水素ガス の使用にあたっては、細心の注意を払ってください。水素ガスには、火または酸化物質にさらされた場合、高い引火性があります。[Sax Safety Handbook の『Dangerous Properties of Industrial Materials(工業用物質の危険特性)』によると、水素の室温条件下での爆発下限界(LEL)は気体で 4.1% です。濃度はこの値以下に押さえるように十分注意してください。]圧力 DSC セル内で水素を使用するときは、水素の導入前にまずセルを完全にヘリウムでページする必要があります。



警告: 試験の終わりには、セルを排気フードに開放し、圧力コントナを開く前にヘリウムで再度バージしてください。



警告: すべての供給管をチェックしてください。圧力 DSC セルを他のデバイス(水素シリンダー、ゲージ、レギュレータなど)に接続しているすべての管には、0.125 インチ O.D. のものを使用してください。すべての配管、バルブ、ゲージ、およびレギュレータは、21 MPa ゲージ圧(3000 psig)までの高圧に合った規格でなければなりません。
アイテム間の接続はすべてきつく締め、漏れがないようにする必要があります。

水素の使用に関する疑問点は、米国 TA Instruments アプリケーション ホットライン(日本 03-5479-8418)にご連絡ください。

TA Instruments 圧力 DSC セルの安全な使用に関する疑問点は、米国内アプリケーション ホットライン(日本 03-5479-8418)、または最寄りの TA Instruments サービス担当者にご連絡ください。

圧力セルの較正

最適な試験結果を得るために、初回設置時だけでなく、その後も定期的に圧力 DSC セルの較正を行い、さらにバージガス、加熱速度、圧力を変更したときにも較正を行うようにしてください。これらの較正試験は、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実行、分析されます。それぞれの較正の実行方法についての詳細は、[ヘルプ] メニューか、インストルメント コントロール ソフトウェアの [ヘルプ] ボタンをクリックしてオンライン ヘルプ マニュアルからアクセスします。

ベースライン傾きおよび オフセットの較正

PDSC を使用して測定されたヒートフローは、T1 ヒートフローです。ベースライン傾きとオフセットの較正では、後続試験で必要となるすべての温度範囲で空のセルの加熱を行います。較正は、ベースラインを平坦化し、ヒートフロー シグナルをゼロにするために必要な傾きとオフセット値の計算に使用します。

エンタルピー(セル)定数の較正

この較正は、標準金属(例、インジウム)をその融解転移で加熱するランに基づいています。計算された融解熱と理論値が比較されます。セル定数はこれら 2 つの値の比率です。

オンセット傾き、すなわち熱抵抗とは、熱電対に対して融解サンプルで起こる温度上昇の抑制基準です。理論的には、標準サンプルは一定の加熱速度で溶融するはずです。融解しさらに放熱すると、サンプルとサンプル熱電対の間の温度差が拡大します。これらの 2 つのポイント間の熱抵抗は、ヒートフローのオンセット傾き対融解ピーク領域における温度曲線として計算されます。オンセット値は、この熱抵抗を補正する反応速度と純度の計算に使用します。

温度の較正

温度の較正は、温度標準(例、インジウム)をその融解転移で加熱するランに基づいています。この標準の記録された融解点と既知の融解点が比較され、その差を温度の較正用に計算します。セル定数の較正に使用する同じファイルを、この較正に使用できます。

さらに、温度の較正には最大 4 つまでのその他の標準を使用することができます。既知のポイントと測定したポイントの 1 組のペアを使用すると、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の較正は、1 ポイントによる較正より正確です。

圧力の較正

圧力の較正は、圧力 DSC セル用のオプション較正手順です。2 つのポイント(通常は、雰囲気と自分で選択した圧力)での圧力測定値を、外部圧力計での測定値と比較することで行います。詳細は、インストルメント 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。

圧力 DSC 試験の実行



警告:操作中に OUT バルブまたは放圧バルブを開く場合、外部ラインまたはコンポーネント(たとえば、フローメータ)に最高圧がかかる場合がありますが、このようなコンポーネントは最高圧に耐えられません。セルに接続した真空システムがある場合、この圧力が逆にセルにかかりますが、セルは急激な圧力の変化に絶えられません。このような事態になると、セルに重大な損傷を与えることがあります。

圧力 DSC セルは、引火性のある物質に近づけないようにしてください。

試験の手順

圧力 DSC は、昇温および等温試験に使用できます。圧力試験は、一定容積、一定圧、ダイナミック プレッシャー(固定ページレート)または真空状態で行います。(この章の後半にある情報を参照してください。)以下のセクションでは、これらの試験条件を説明します。この試験条件は、圧力 DSC セル固有のものです。

1. ページガスを選択します(35 ページ参照)。
2. 必要に応じて、外部アクセサリーを取り付け、セットアップします(たとえば、フローメータなど)。
3. サンプルを選択し、準備します。ここでは、適切なサイズと重量のサンプルの準備、パン タイプと物質の選択、およびパン内のサンプルの封入を行います。詳細は、オンライン マニュアルを参照してください。
4. 圧力 DSC セルを開き、セルにサンプル パン(および、同様に準備した空のリフレンス パン)をロードします。
5. セルを閉じ、38 ページにある「セルの加圧」の解説に従って加圧します。
6. TA コントローラ経由で試験および手順情報を入力します。これにはサンプルと装置情報の両方が含まれます。この章にある圧力 DSC セルの操作手順に従ってください。
7. 試験を開始します。試験が終了したら、放圧してからセルを開きます(44 ページ参照)。

パージガスの選択

圧力 DSC セルは、窒素、空気、酸素、水素、アルゴン、ヘリウム、乾燥二酸化炭素、一酸化炭素といったパージガスだけでなく、建築材料(ステンレス鋼、銅、コンスタンタン、シルバー、クロメル、アルメル)と互換性のある他のガスも使用できるように設計されています。適用目的によって、選択するガスが異なります。ただし、この他にもいくつか特定パージガスの選択に影響を与える留意点があります。次のような点を考慮します。

- 安全性:**酸素、水素、および一酸化炭素といった反応ガスは、正しく扱わないと爆発を引き起こしたり、健康を害したりする可能性があります。詳細については、本マニュアル全編にある他の警告も参照してください。
- 熱伝導率:**水素やヘリウムなど、熱伝導率の高いガスを使用すると、試験で使用できる温度条件に制限が出ます。以下の表は、こういった制限の概要をまとめたものです。

ガス/温度の圧力限界

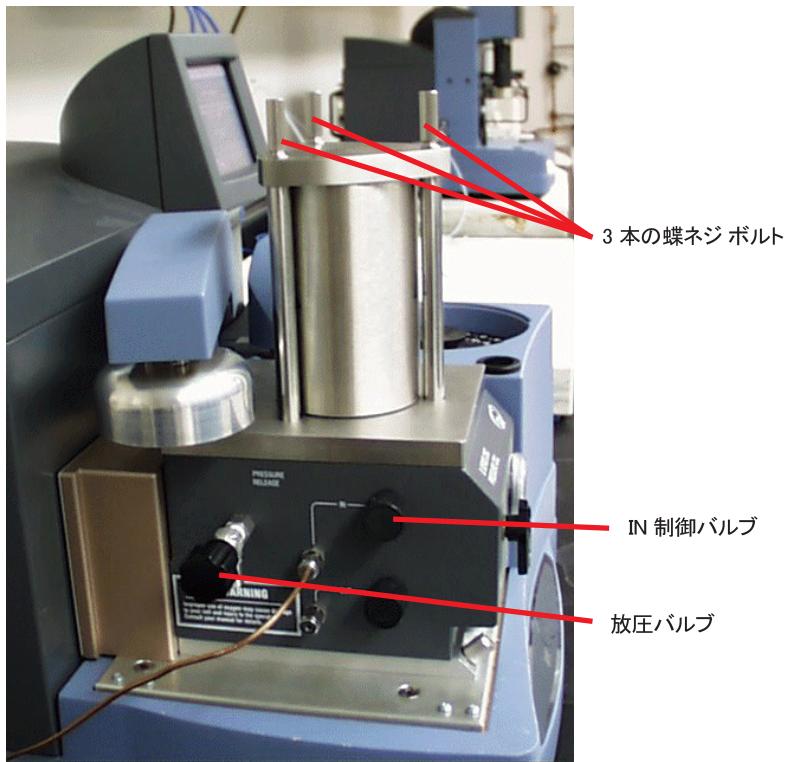
ガス	圧力 MPa ゲージ圧(psig)					
	°C/分	周囲	1.4 (200)	2.8 (400)	5.6 (800)	7.0 (1000)
窒素	100	385 °C	—	—	—	275 °C
	50	720 °C	600 °C	—	—	—
	20	720 °C	720 °C	720 °C	600 °C	—
	10	720 °C	720 °C	720 °C	—	655 °C
ヘリウム	100	255 °C	—	—	—	—
	50	465 °C	450 °C	—	—	360 °C
	20	—	570 °C	535 °C	—	455 °C
	10	—	605 °C	—	510 °C	490 °C
水素	100	—	215 °C	195 °C	160 °C	155 °C
	50	—	370 °C	325 °C	290 °C	265 °C
	20	—	480 °C	435 °C	340 °C	300 °C
	10	—	540 °C	495 °C	425 °C	300 °C

メモ:ダッシュで示した部分の値は未決定です。

圧力 DSC サンプルのロード

サンプル パンの準備をして必要な試験前データをすべて入力したら、サンプル パンを PDSC セルにロードします。サンプルをロードする前に、PDSC セルを DSC に取り付けておく必要があります(取り付け手順は、第 2 章を参照)。

1. IN 制御バルブ(下図参照)を閉じて、セルへのガス供給を遮断してください。



2. 放圧バルブ(上の図を参照)をゆっくりと開き、そのまま開きっぱなしにして、セルが必ず雰囲気圧になるようにしてください。
3. 3 本の蝶ネジ ボルト(上の図を参照)を緩めて上部プレートから外します。セルの開閉には道具を使用しないでください。



注意:蝶ネジ ボルトを緩めにくい(ボルトの摩擦が強すぎる)場合、セルにまだ圧力が残っているか、セルの温度が高すぎることが考えられます。(これは安全上の機能です)。手順 1 および 2 に記載したとおりにバルブの位置を再度チェックするか、または、セルの温度を 50 °C 未満に下げてください(50 °C を超えると火傷の危険性があります)。

4. 上部プレートとセル カバー、シルバー リッドを外します。



注意:セルの使用直後は、セルのコンポーネントは非常に熱くなっています。安全のため、上部プレートの取り扱い時には革の手袋を着用し、金属製セル カバーやシルバー リッドを扱うときには必ずピンセットを使用してください。

5. サンプルパンとリファレンスパンを、サンプルパンを前方に、リファレンスパンを後方にしてロードします。ほとんどの圧力実験では、サンプルページの相互作用を最大限にするため、サンプルパンを開いた状態で試験を行います。特定の判定には、別のパン構成を使用します(たとえば、蒸気圧測定に小さい穴があいた密封パンを使用するなど)。詳細については、オンライン ヘルプを参照してください。
6. シルバー リッド、セル カバー、上部プレートを元に戻します。上部プレートを押せるところまで押し込みます。このとき O リングを破損しないように注意してください。また、セルに振動を与えないでください。パンをセンサーの外に押し出す原因になります。
7. 3 本の蝶ネジ ボルトを均一に指で締めます。ねじ切り部が完全にかみ合うようにしてください。
8. 圧力 DSC セルを閉じ、40 ページにある「セル圧力の制御」に従って圧力を制御します。
9. TA コントローラ経由で試験および手順情報を入力します。これにはサンプルと装置情報の両方が含まれます。
10. 試験を開始します。試験が終了したら、ゆっくり放圧してからセルを開きます(44 ページ参照)。

セルの加圧

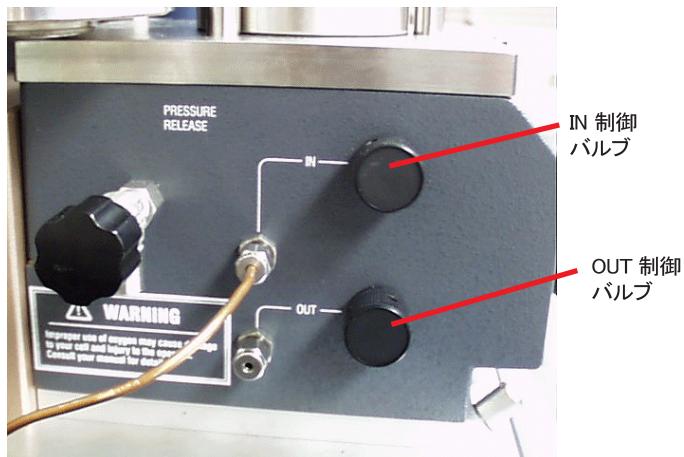
圧力 DSC は、内部圧力が最高 7 MPa ゲージ圧(1000 psig)、または 1 Pa(10^{-2} torr)までの真空状態でランが可能です。セルの加圧は、変位または真空で行います。

メモ: QPDSC セル内の圧力変換器は、7MPa ゲージ圧のフルスケール デバイスです。変換器では、負の kPa ゲージ圧で示される真空を測定できますが、このデバイスのオフセットと分解能は、高真空状態では完全に使用できません。高真空状態で正確に測定するには、外部ゲージを使用する必要があります。

変位による加圧

該当するバルブは、図を参照してください。

1. IN 制御バルブを閉じます。
2. OUT 制御バルブを閉じます。
3. 下図のように、パージ/充填バルブを充填に設定します。



メモ: この充填は、セルの初期加圧に使用される位置です。ガスをセル電熱炉の空洞部ではなく、セル容器内に直接受け入れるためです。これは、サンプルパンがセンサー プラットフォームから吹き飛ばされるのを防ぐためです。



パージ/充填バルブ

4. ソースガスシリンダーの出力レギュレータを試験の最大初期圧力に設定します。セルを一定容積で操作する場合、7 MPa ゲージ圧(1000 psig)を超えないようにしてください。
5. IN 制御バルブをゆっくり開き、およそ 2 MPa ゲージ圧(300 psig)間でガスをセルに充填します。
6. IN 制御バルブを閉じてから放圧バルブをゆっくり開き、圧力を室内圧まで戻します。
7. 放圧バルブを閉じます。
8. IN バルブを開き、好みのレベルまで圧力を上げていきます。

メモ: 温度に達した後に対象のガスに変えるのが望ましい等温試験(たとえば、酸化安定性評価)を実行するとき、セルは初め不活性ガス(たとえば、窒素)を使用して室温で加圧し、最終的に必要な圧力よりわずかに低い圧力まで加圧するようにします。次に、対象のガスを導入するため、変位による熱加圧プロセス(空と充填のシーケンスを一つのみ)を使用します。対象のガスは必要とする圧力で導入する必要があります。必要圧力とは、交換される不活性ガスの圧力よりわずかに高い圧力のことです。

9. セルが加圧されたら、ページ/充填バルブをページ位置に戻します。

加圧による排出方法

1. 放圧バルブ口に真空ポンプとホースを取り付けます。ポンプのヘッド圧測定用ゲージを、ティー緒手を使用してホースに挿入します。
2. セルのバルブ 3 つ(OUT、IN、放圧)をすべて閉じます。
3. ページ/充填バルブを充填側に設定します。

メモ: この充填は、セルの初期加圧に使用される位置です。ガスをセル電熱炉の空洞部ではなく、セル容器内に直接受け入れるためです。これは、サンプルパンがセンサー プラットフォームから吹き飛ばされるのを防ぐためです。

4. 真空ポンプを始動して放圧バルブを開放します。つぎに IN バルブをゆっくりと開き、ソース ガスをセルに送ります。ガスがセル内に流れ込む間、真空ポンプのヘッド圧をモニターします。このときの圧力は、IN バルブで調整してください。製造元が真空ポンプに対して指定したヘッド圧の上限を超えないように注意してください。
5. ガスがセルに完全に送られる間、数分待ちます。
6. まず放圧バルブを閉じ、次に真空ポンプを停止させて IN バルブを開いて、必要な圧力まで上げます。

メモ:水素を扱うときは、水素を送り込む前にセル内の酸素を確実に除去する意味で、排出方式が適しています。

セル圧力の制御

試験開始前に、圧力 DCS セルが試験に必要な圧力まで充填されていることを確認してください。一定容積、一定圧、およびダイナミックプレッシャーについてのガイドラインを以下に示します。ページ/充填バルブの位置は、右図を参照してください。試験中の圧力はデータ ファイルに格納されます。



ページ/充填バルブ

メモ:試験中、圧力変換器に 7.6 MPa ゲージ圧(1100 psig)を超える圧力が表示されると、試験は強制終了されます。

一定容積での操作

メモ:一定容積での操作では、セルを必要な圧力まで初期加圧し、次に吸入/排出用のポートをすべて閉じます。試験中、実際のセル圧力は、温度上昇に伴なって増加します。セル圧カシグナルはリアルタイム シグナルとして表示され、選択によりデータファイル シグナルとして保存されます。

セルを加圧後、セルのバルブが 3 つとも閉じられていること、セルが必要な圧力にほぼ達していること、そして、ページ/充填バルブがページに設定されていることを確認してください。セル内部の圧力は、装置のディスプレイに表示されるセル圧力で判定してください。

セル圧力が必要とする開始圧力よりも低い場合には、IN バルブを使用して圧力を上げます。反対にセル圧力が高すぎるときは、OUT バルブで下げます。ただし IN および OUT バルブは、圧力計の読み取り遅れを考慮に入れて、慎重に扱ってください。バルブの解放タイミングが早すぎたり、解放時間が長すぎたりすると、最終圧力が必要な開始圧力に対して、オーバーシュート、アンダーシュートする結果になります。



警告:一定容積での操作における開始圧力は、最大でも常温で 7.0 MPa ゲージ圧(1000 psig)未満としてください。この最大値は、絶対に超えないようにしてください。

最終圧力に到達したら、セルのバルブをすべて閉じます。

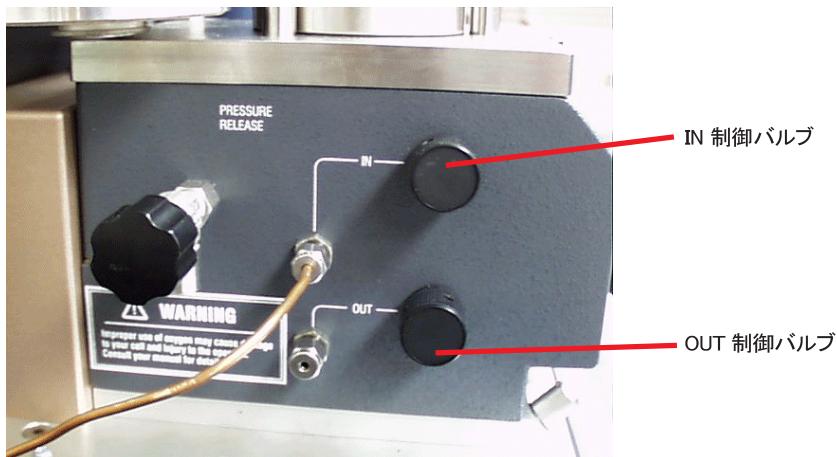
一定圧での操作

メモ:一定圧での操作では、セルを必要な圧力まで初期加圧します。つぎに、フローメータを使用して OUT バルブからわずかに抽気させます。これは、温度上昇によって上昇した圧力を排出するためです。

一定圧での操作では OUT バルブで過剰な圧力の排気に、フローメータを使用します。

初期加圧後、セルの 3 つのバルブがすべて閉じられていること、およびページ/充填バルブが充填に設定された状態で、セルが必要な圧力にほぼ達していることを確認してください。

1. ソースガスレギュレータを必要な作動圧力に設定します。
2. セルの OUT 継手に流量制限なしでフローメータが接続されていることを確認してください。OUT バルブを閉じます。(IN および OUT バルブの位置は下図を参照してください)。



3. セルの IN バルブをゆっくりと解放します。装置のディスプレイに表示されるセルの内部圧力が、必要な作動圧力で安定するまで待ちます。
4. OUT バルブをゆっくり解放します。

5. OUT バルブを使用して、流量を規制されていないフローメータ経由の流量を 1 L/分に調整します。ガスがセルから排出されます。セルの内部圧力が必要な作動圧力で安定するまで待ちます。
6. ページ/充填バルブを充填に設定します。

ダイナミックプレッシャーでの操作 (固定ページ レート)

メモ: ダイナミック プレッシャー(一定流量)での操作では、セルを必要な圧力に初期加圧します。次に IN と OUT バルブの両方を開き、ダイナミック ページを形成します。これにより、一定の排出流量が維持されます。

セルの初期加圧後、セルのバルブが 3 つとも閉じられていること、セルが必要な圧力にほぼ達していること、そして、ページ/充填バルブが充填に設定されていることを確認してください。このモードでの操作には、OUT 継手に接続された流量規制なしのフローメータが必要です。

1. ソース ガス シリンダーのレギュレータを適切な圧力に設定します。
2. IN バルブをゆっくり解放します。
3. OUT バルブをゆっくり解放します。フローメータが示す流量が安定するのを待ちます。流量の微調整が必要な場合には、流量制御バルブを OUT ポートとフローメータの間に接続します。
4. フローメータに表示される圧力が必要な値(通常約 50 mL/分)になるまで、OUT バルブを調整します。OUT バルブを全開しても流量が低いときは、IN バルブの位置を確認してください。IN バルブの調整が必要な場合、IN バルブを慎重に開いてください。それでも必要な流量に達しない場合は、ソース ガス圧を調整します。
5. ソース ガス圧を再調整するには、バルブを 3 つすべて閉じて、手順を 1 から繰り返します。
6. 必要な圧力および流量が得られるまで待ちます。ページ/充填バルブを充填に設定します。

この設定でのフローメータは雰囲気に排出するので、圧力上昇時のサンプル流量を計算するときは、必ず圧力示差を考慮してください。この構成の場合、ページが

スは加熱ブロックを通過して、直接サンプル チャンバーに送られます。こうすることにより、バージガスはサンプルとの接触以前に予備加熱され、また、揮発性物質や分解ガスがシルバー リッド経由でサンプル チェンバーから排除されます。



警告: フローメータより後のラインにくびれがないようにしてください。ラインにくびれがあると、フローメータが加圧された状態になります。

セルの放圧

PDSC ランが完了したら、放圧バルブを開いてセルをゆっくり放圧してください。



警告: 放圧バルブから排出されるガスは非常に高温で、物質を焦がし、燃焼、あるいは損傷させることができます。



注意: 急激な放圧によりセルが破損することがあります。



警告: 水素をバージガスとして使用するときは、セルから排気 フードに排出し、つぎに不活性ガス(ヘリウム)で再度バージしてから圧力コンテナを開くようにしてください。

真空状態での操作

圧力 DSC を真空状態で操作するときは、真空システムを放圧バルブに接続します。これ以外の 2 つのバルブは閉じておいてください。

真空中で通常の感度と分解能を維持するために、コンスタンタン ディスクとパンとの間に、熱伝導性物質(ペーストが望ましい)を使用するケースがあります。シリコンヒートシンクグリース(Dow Corning type 340 または同等品)は高い効果が得られます。シリコン高真空用グリースも使用できます。ただし、いずれも摂氏 200°C 超える温度では使用しないでください。

モジュレイテッドモードでの操作

モジュレイテッド DSC 試験はセルが加圧されている間に、Q2000/Q1000 圧力 DSC セルで実行できます。(MDSC オプションは Q1000 に内蔵されています。) このオプションを使用して、MDSC データファイルを取得できます。

試験パラメータ(たとえば、温度周期や温度振幅)は、従来の雰囲気圧 DSC 用アドバンテージ Q シリーズ™ ソフトウェアのオンライン ヘルプに記載された基準で選択されます。ただし、パラメータの許容範囲は、パージガスの性質や圧力によって異なるので注意してください。モジュレイテッド DSC モードで有意な結果を得るために、試験は 100°C 以上で実施する必要があります。

低温での操作

圧力 DSC セルは通常、常温以上での試験に使用されます。ただし、低温での試験にも、以下の要領で使用できます。そのためには TA Instruments がオプションアクセサリーとして提供するクエンチクーリング アクセサリー(PN 900674.901)を使用する必要があります。

1. IN 制御バルブを閉じて、セルへのガス供給を遮断してください。
2. 放圧バルブをゆっくりと開き、そのまま開きっぱなしにして、セルが必ず雰囲気圧になるようにしてください。
3. 3 本の蝶ネジ ボルトを緩めて上部プレートから外します。セルの開閉には道具を使用しないでください。



注意:蝶ネジ ボルトを緩めにくいときは(ボルトが固い)、セルに圧力がかかっている、または、セルの温度が高すぎることがあります。(これは安全上の機能です)。手順 1 および 2 に記載したとおりにバルブの位置を再度チェックするか、または、セルの温度を 50 °C 未満に下げてください(50 °C を超えると火傷の危険性があります)。

4. 上部プレートとセル カバー、シルバー リッドを外します。



注意:セルの使用直後は、セルのコンポーネントは非常に熱くなっています。安全のため、上部プレートの取り扱い時には革の手袋を着用し、金属製セル カバーやシルバー リッドを扱うときには必ずピンセットを使用してください。

5. サンプル パンとリファレンス パンを、サンプル パンを前方に、リファレンス パンを後方にしてロードします。
6. クエンチクーリング アクセサリーを圧力 DSC セルの上に置き、液体窒素またはその他の適当な冷却剤(たとえばドライアイスなど)を加えます。本マニュアルですべて説明した液体窒素の安全についての注意と警告を参照してください。



注意:液体窒素を圧力 DSC セルに直接注入しないでください。セルが破損するおそれがあります。

7. セルが必要な温度まで下がったら、クエンチクリーリング アクセサリーを取り外し、シルバーリッド、セルカバーおよび上部プレートをかぶせ、上部プレートを押せるところまで押し込みます。このときOリングを破損しないように注意してください。また、セルに振動を与えないでください。パンをセンサーの外に押し出す原因になります。

メモ:DSC 圧力セルで安定した性能が得られる最低推奨温度は、-130°C です。

8. 3本の蝶ネジボルトを均一に指で締めます。ねじ切り部が完全にかみ合うようにしてください。
9. セルを加圧して試験を開始します。試験が終了したら、ゆっくり放圧してからセルを開きます(44 ページ参照)。

メンテナンスと診断

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、インストルメント 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:DSC 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。



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、その方法が機器に損傷をきたさないかを製造元に問い合わせてください。

汚染された圧力セルのクリーニング

ベースラインの異常の多くはセルの汚染が原因しています。PDSC セルは適切にクリーニングし、正常な操作が行われるようにしてください。セルのコンスタンタン ディスクの汚れは、こすり落とさないでください。ディスクは非常に薄く(約 0.1 mm)、変形するとベースラインに影響することがあります。

ベースラインにサンプルの汚染が見られる場合は、次の手順を実行するようにしてください。

1. パンをすべて、セルから取り外します。
2. エア パージを接続します。
3. 小さなファイバー グラス製のブラシで、セルを軽く払い落とします(ブラシは DSC アクセサリー キットに含まれています)。
4. ディスクにエアーを吹きつけます。

メモ: セルにエアーを吹きつけるときは、必ず安全メガネを着用してください。

5. クリーニングは、最大作動温度を 50°C 超える温度、または 600°C のうち低い方を選択して、セルをエアーパージで加熱して行います。加熱速度は 20°C / 分にしてください。まず 600°C まで昇温させ、それから 15 分間等温に保ちます。
6. セルが冷却したら、ステップ 3 とステップ 4 を繰り返します。
7. 試験を再度実施して、ベースラインを比較します。改善されたものの、依然としてベースラインが許容できない場合は、汚染物質が酸化し、不活性の灰に変化していることが考えられます。再度試験を実施して、改善がみられるかどうかチェックします。
8. ベースラインのクリーニングが終わったら、通常の操作に戻ります。

コンスタンタン ディスクが清潔で、曲がりやひび割れも見られないのに、ベースラインの問題が残る場合は、汚染以外の原因が考えられます。その場合はセルを交換する必要があるため、最寄りの TA Instruments サービス担当者に連絡してください。

シルバー リッドとリングのラッピング

加圧時に得た PDSC ヒートフロー曲線に、正弦波のベースライン ノイズが乗る場合は、シルバー リッドとガスリング(リッドを置く銀色の突起)がわずかに歪んでいる可能性があります。その場合は次のランまでに、ラッピング ツールで滑らかにしておく必要があります。ラッピング ツールは PDSC セルに付属されています。

1. 平らで滑らかな面に目の細かい(600 番)の紙やすりを置きます。その上に、シルバー リッドを、ハンドル側を上にして置き、変形した部分が平滑になるまで、蓋をの字型に動かして磨きます。
2. ガス リングを滑らかにするには、まず、研磨紙(400 番)を両面テープでラッピング ツールに貼り付けます。研磨紙は、はさみかカッターでツールに合ったサイズに切ってください。圧力を弱から中にして、ラッピング ツール(PN 008837.001)を前後に動かしながら O リングを磨きます。その後、ファイバーグラス製のブラシで払い、軽くエアーを吹きかけます。

メモ:セルにエアーを吹きつけるときは、必ず安全メガネを着用してください。

交換用部品

TA Instruments では DSC 用に、以下のリストの交換用部品を用意しています。部品を注文する場合には、所在地リストを参照してください。

品番	説明
202813.039	O リング、PDSC 圧力シリンダー シール
008837.001	ガス リング ラッピング ツール
900969.001	シルバー PDSC リッド
900601.901	PDSC 断熱材
900674.901	DSC クエンチクリーリング アクセサリー
970800.901	交換用 PDSC セル

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.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pline(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
Rydalmer NSW 2116
Australia
電話番号:613 9553 0813
ファックス番号:61 3 9553 0813

索引

A

ALUMEL ワイヤ 18

C

CE 適合 9、10

CHROMEL ウェハー 18

P

PDSC でのガスの交換 38

PDSC の概要 17

PDSC の部品 17

PDSC の部品交換 50

PDSC 関連項目: 壓力 DSC セル

Q

Q2000/Q1000

 ドレスカバーの取り付け 27

 標準セルおよびカバーの取り外し 22

Q20P/Q10P 27

 ドレスカバーの取り付け 27

 ドレスカバーの取り外し 24

T

TA Instruments

 所在地 51

W

www.tainstruments.com 50

あ

圧力 DSC セル
説明 17
取り付け 22~27、25
再梱包 21
仕様 19

圧力
制御 40
開放 44

加圧
セル 38

圧力の較正 33

圧力変換器 17

圧力リリーフバルブ 17

安全基準 9

安全性
水素の使用 13、30
酸素の使用 12、29

い

一定圧操作 42
一定圧での操作 42
一定容積操作 41
一定容積での操作 41

お

汚染セル
クリーニング 12
温度の較正 33

か

解説 21
ガス排出 39
ガス変位 38
感度 45

く

クエンチクリーリングアクセサリー 46

け

警告
高温 11、15

こ

較正
ベースラインオフセット 32
セル定数 32
エンタルピ一定数 32
圧力 33
温度 33
固定ページレート操作 43
コンスタンタンディスク 17

さ

再梱包 21
酸素
使用時の安全性 12、29
圧力セル内の使用 12、29
使用前の警告 12、29
サンプルパン
ロード 37、46
サンプルパンのロード 37、46

サンプル
ロード 36

し

試験

ベースラインノイズ 49
セル圧力の制御 40
シルバーリッドとリングのラッピング 49
サンプルのロード 36
手順 34
放圧 44

試験(続き)

ガスの交換 38
実行 34
低温での実行 46

示差走査熱量計(DSC)関連項目:装置

仕様

圧力 DSC セル 19

商標 3

上部プレート 37、47

真空状態での操作 12、45

真空操作 45

真空ポンプ 40

診断 48

す

水素

使用時の安全性 30
圧力セル内での使用 13、30
使用前の警告 13、30

せ

セルバルブ 43

セル

クリーニング 48

汚染時のクリーニング 12、29

冷却 46

加圧

変位による 38

ドレスカバーの取り外し 22

Q2000/Q1000 標準セルの取り外し 22

Q20P/Q10P セルドレスカバーの取り外し 24

セル圧力

制御 40

解放 44

セル定数の較正 32

セルのクリーニング 48

そ

装置

メンテナンス 48

再梱包 21

解梱 21

た

ダイナミックプレッシャー操作 43

ダイナミックプレッシャーでの操作 43

炭化水素

供給ラインのクリーニング 12、29

警告 12、29

ち

蝶ネジボルト

取り外し方 46

て

低温 PDSC 試験 46

低温での操作 46

電気面での安全性 15

電磁適合性基準 10

電話番号

TA Instruments 51

と

登録商標 3

特許 3

トラブルシューティング

蝶ネジボルト取り外し方 46

取り付け

圧力 DSC セル 22~27

取り外し

標準 DSC セル 22

ドレスカバー

取り付け 27

取り外し 24

に

臭い

油臭の警告 12、30

ね

熱電対 17

熱に対する安全性 15



DSC 圧力セルスタートアップガイド

は

- ページガス
- 圧力調整 25
- 排出
- セルの加圧 39

ふ

- 部品リスト 50
- フローメータ 42
- 分解能 45

～

- ベースラインオフセットの較正 32
- ベースラインノイズ
- 原因 49
- ベースライン
- 問題 48
- ベースライン傾きの較正 32
- 変位
- セルの加圧 38

ほ

- 法規則への適合 9

め

- メンテナンス 48

も

- モジュレイテッドモード
- 操作 45

ゆ

油臭 12、30

ら

ラッピングツール 49

ラベル

 圧力セル上に表示 11

 高電圧がある 11

 高温 11

 警告 11

り

リファレンスパン

 ロード 37、46

リファレンスパンのロード 37、46

流量 43

流量の調節 43

れ

冷却缶

 圧力試験に使用する 46

レギュレータ 26