

# DSC(Differential Scanning Calorimetry)マニュアル

2005/6/29 Y.N 作製

2009/7/15 修正

## 1. N<sub>2</sub> ガスを流す



①,②順に、矢印の方向にまわす

①をまわす。

②を全開になるまでまわす。



DSC 本体の N<sub>2</sub> ガス流量調節装置のつまみを回して N<sub>2</sub> ガス導入量を調節する。

①のつまみを回して 200ml/min にあわせる

②のつまみを回して 50ml/min にあわせる

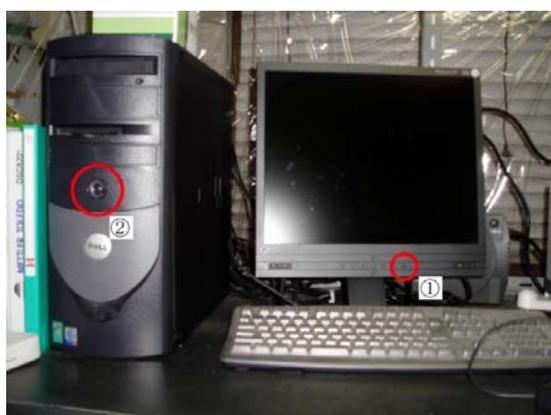
## 2. 電源を入れる



DSC 本体の背面、N<sub>2</sub> ガス流量調節器の下にある DSC 本体の電源を ON にする。

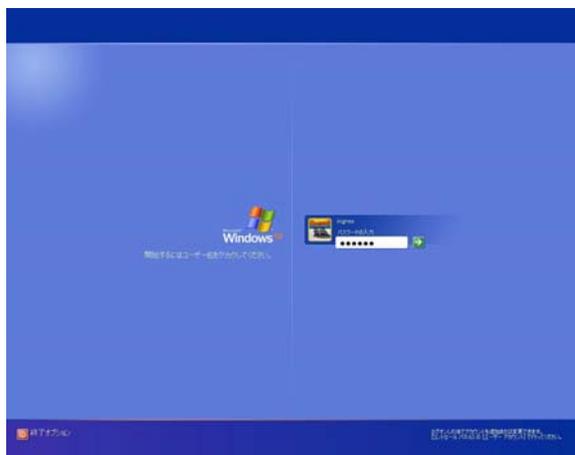


DSC 本体の液晶パネルに Communication time out と Idle furnace off が交互に表示されることを確認する。



- ①の PC モニターの電源を ON にする。
- ②の PC 本体の電源を ON にする。

### 3. ソフト立ち上げ



パスワード : ingres  
を打ち込んだら、Enter を押す。



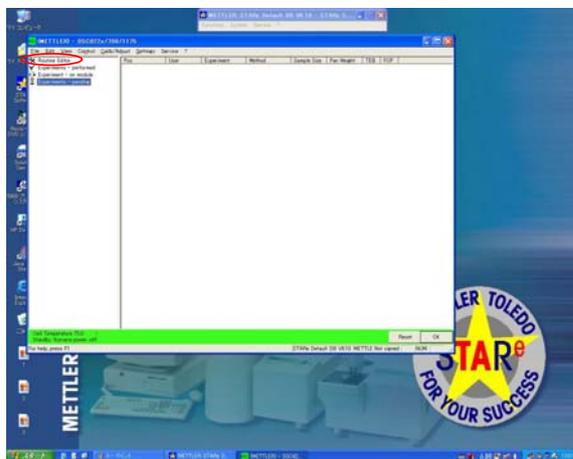
STARe ソフトウェアのアイコンをダブルクリックする。

A detailed view of the "STARe User Authentication: STARe Default DB V8...." dialog box. It contains two input fields: "User Name" with the text "METTLER" and "Password" with "\*\*\*\*\*". There are "OK", "Cancel", and "Change Password..." buttons.

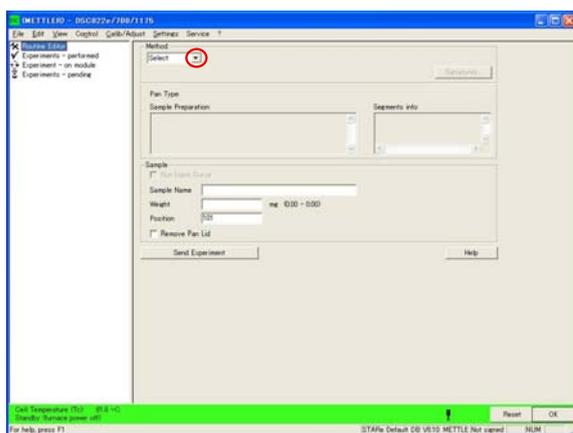
User Name : METTLER  
Password : METTLER  
を打ち込んだら OK ボタンを押す。

#### 4. 測定 (In check)

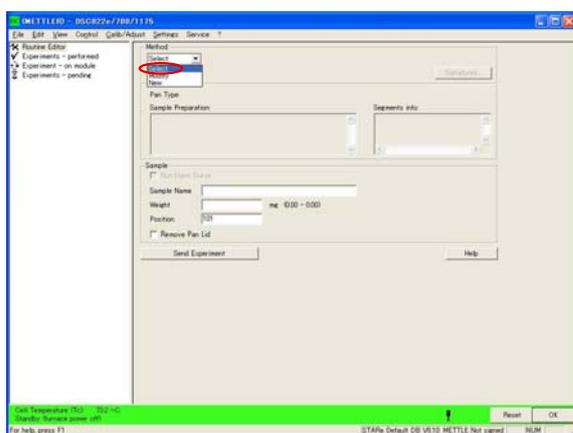
まず、DSC 装置の転移温度等のずれを In でチェックし、測定可能かどうかを確認する。



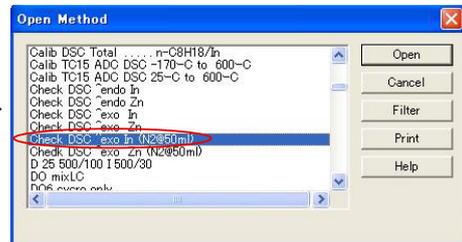
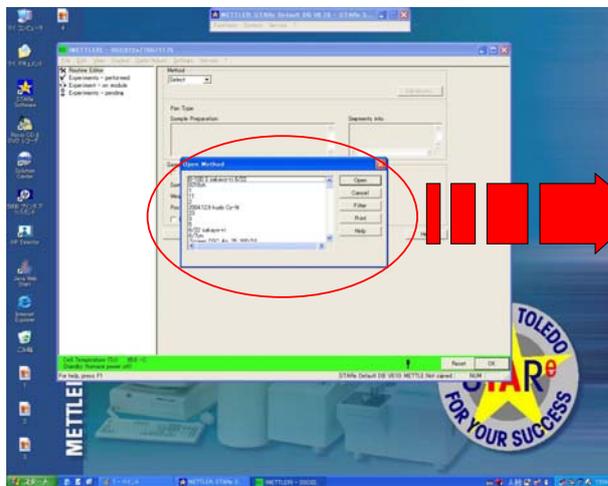
Routine Editor をクリックする。



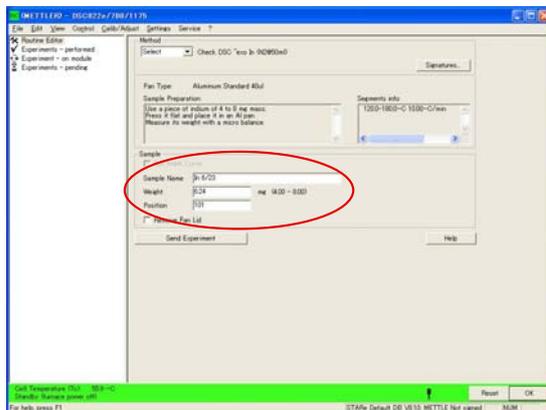
Select の右にある三角ボタンを押す。



Select を選択し、クリックする。



Open Method から Check DSC^exo In (N2@50ml)を選択し、Open をクリックする。

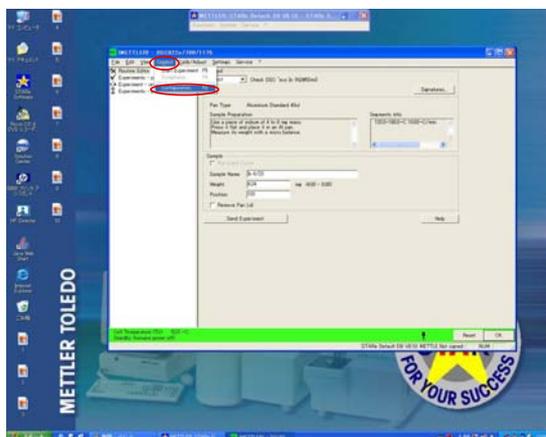


Sample Name : In 日付

Weight : 6.24 mg

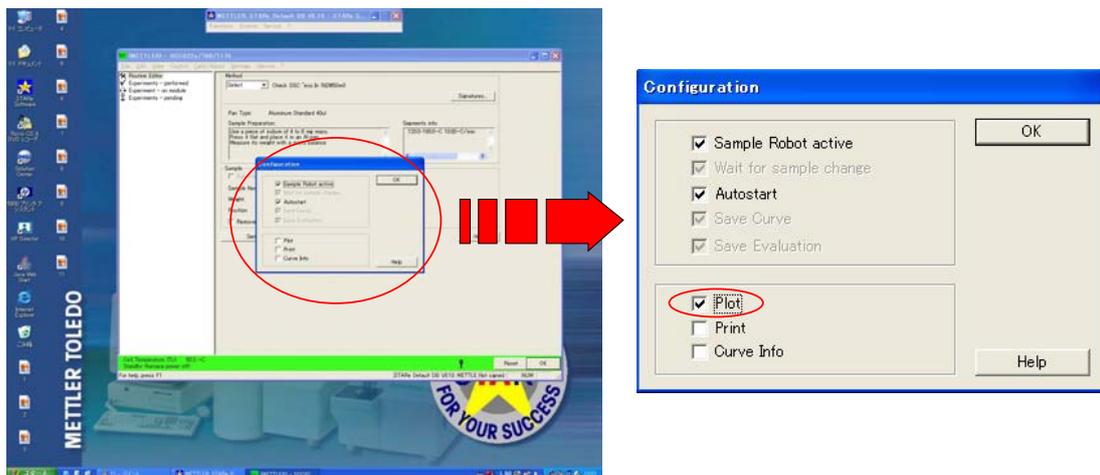
Position : 101

と打ち込む。

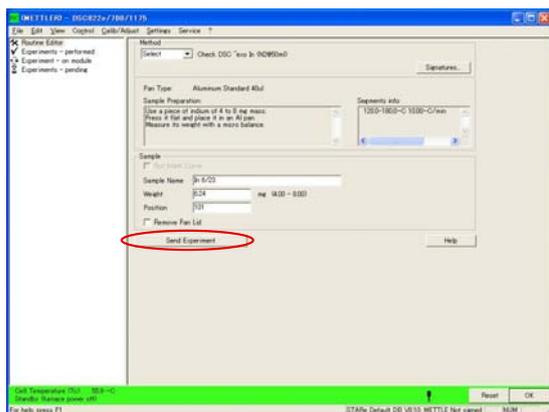


Control をクリックする。

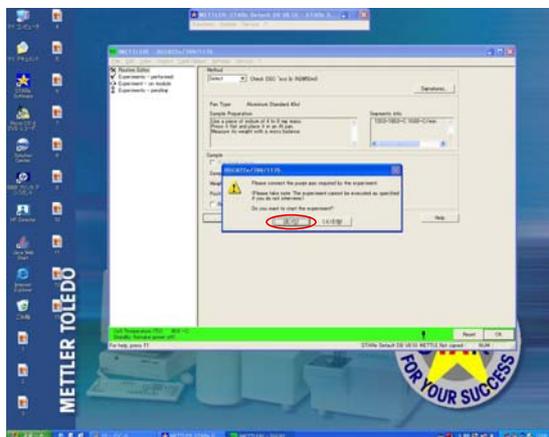
Configuration を選択しクリックする。



Configuration 画面の plot のチェックボックスにチェックを入れ、OK をクリックする。  
(plot は、測定後、得られたカーブをプリントアウトする)



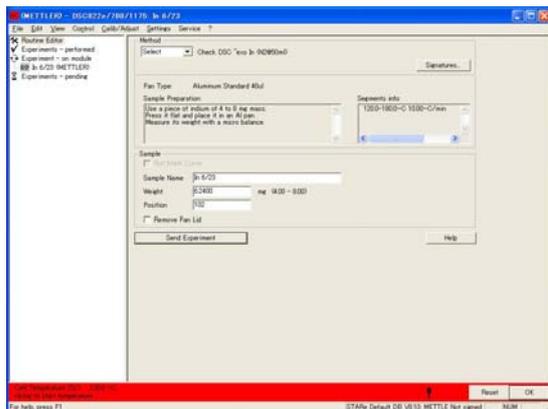
Send Experiment をクリックし測定を開始する。



窒素ガスを流しているかの確認みたいなボックスが表示される。

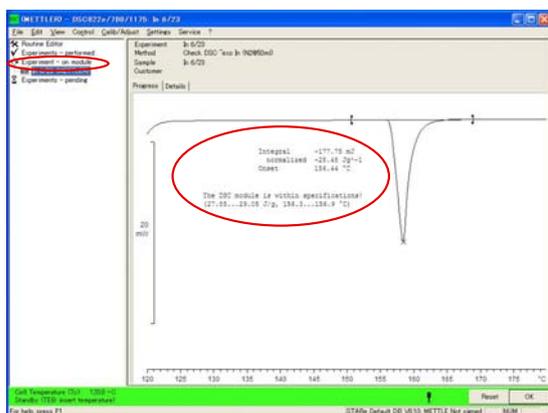
“はい” をクリックすると、測定が開始される。

このとき、冷却装置が ON になる。



Cell Temperature の表示部分が緑から赤に変わる。

(緑 : Standby 赤 : Measure)



測定中のカーブは

Experiment -on module で確認できる。

得られた測定結果をプリント、または画面上で確認する。

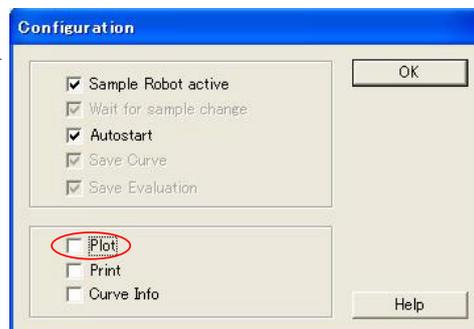
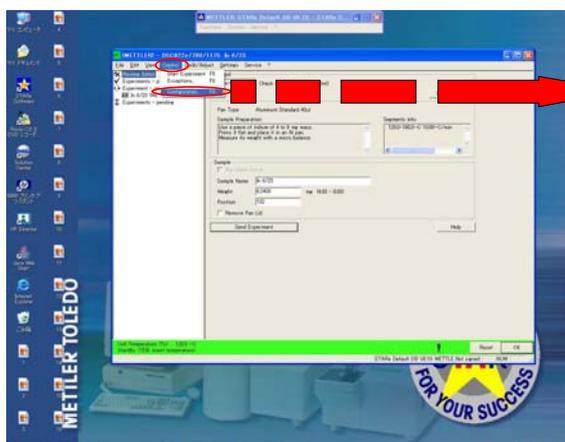
Integral normalized : -27.85~29.05 J/g

Onset : 156.3~156.9 °C

の間に実測データが出ることを確認する。

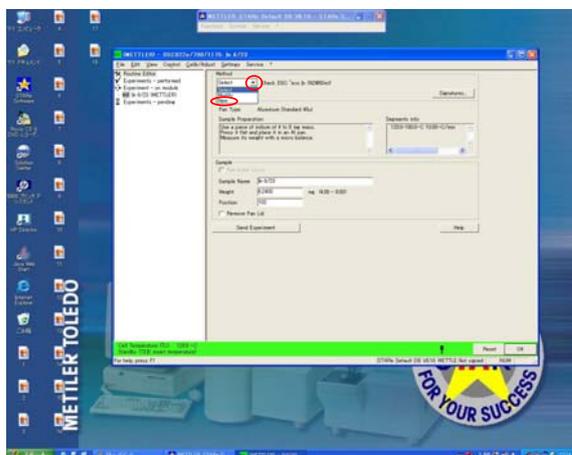


大きく外れていたら・・・トラブル参照

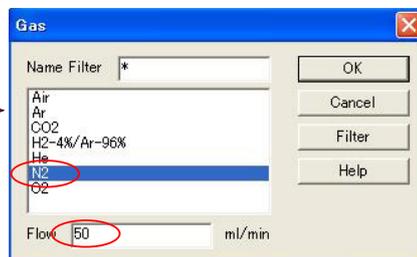
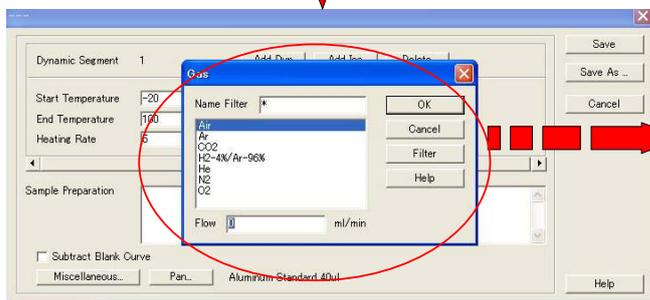
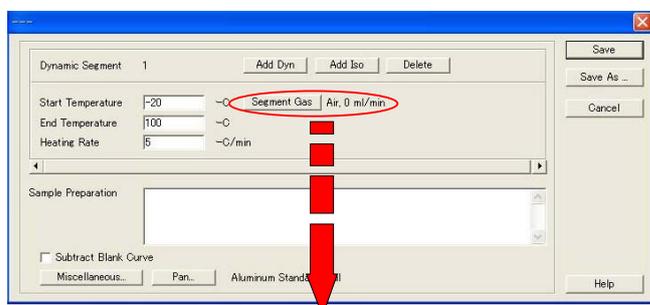


Control → Configuration から Configuration 画面を出し、Plot のチェックをはずす。  
OK をクリックする。

## Sample 測定



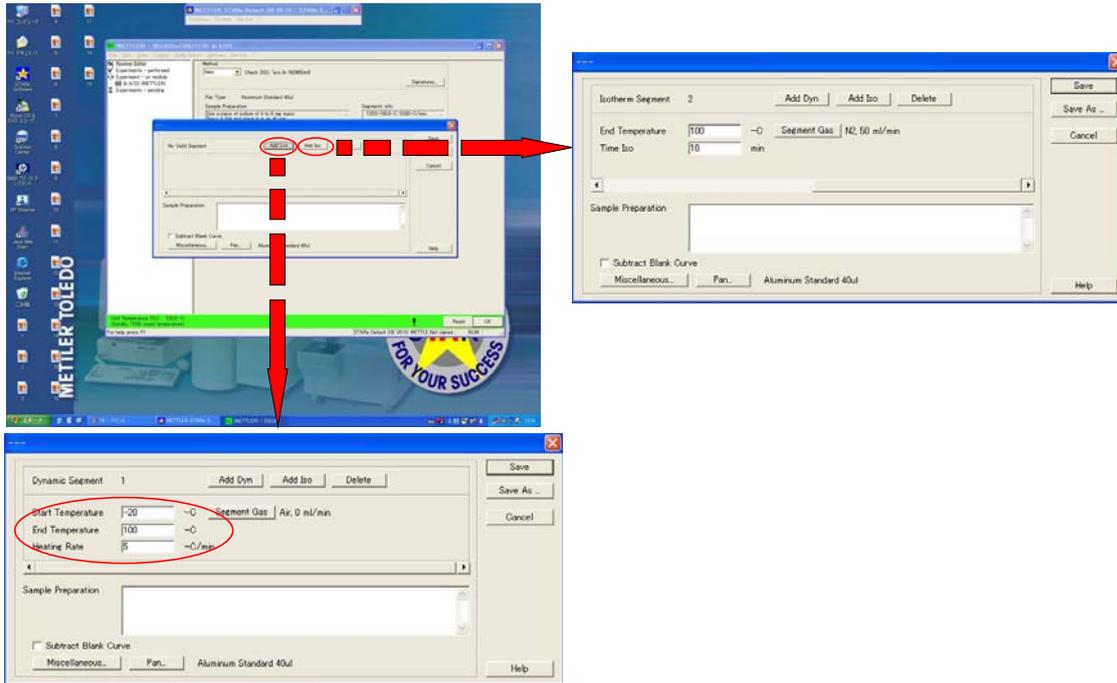
三角の矢印をクリックした後、New を選択しクリックする。



Segment Gas をクリックする。

Gas に関するウインドウが表示されるので、N2 を選択し、Flow のボックスに 50 と入れ、OK をクリックする。

この操作を一番初めにやれば、以降に追加する Add Dyn, Add Iso に Segment Gas, N2, 50ml が入力された状態ではじめることができる。



Add Dyn (昇温,降溫操作)

Start Temperature (測定開始温度 測定可能範囲: -50~500℃)

End Temperature (測定終了温度 測定可能範囲: -50~500℃)

Heating Rate (温度変化速度 °C/min, 低分子液晶等: 5 °C/min, 高分子等: 10 °C/min)

を入力する。

Add Iso (等温操作)

End Temperature (等温温度)

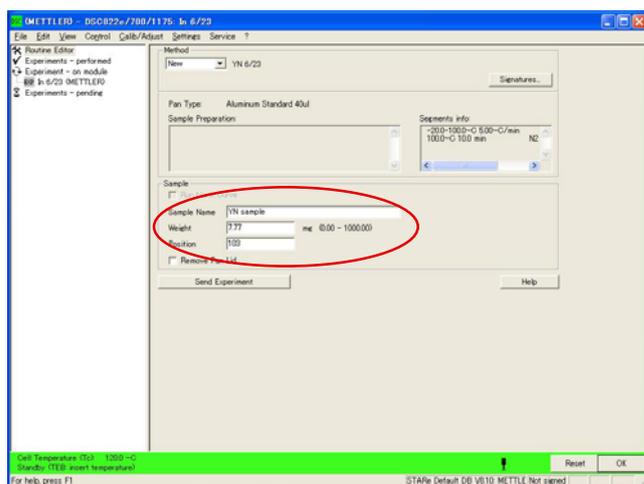
Time Iso (保持時間)

を入力する。

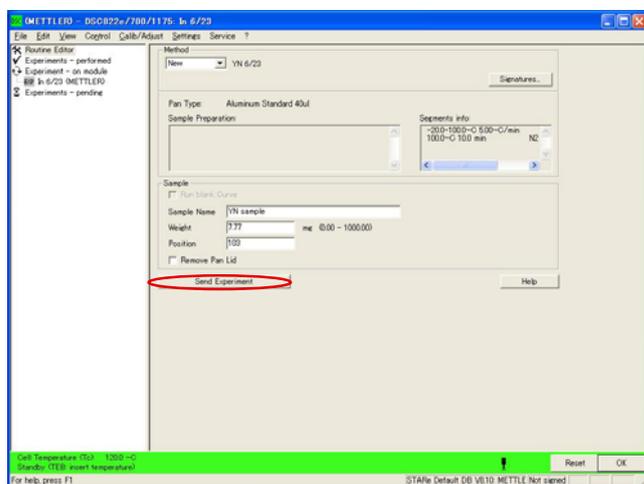
セグメントは 10 個まで入力可。



全てのセグメントを入力し終わったら、Save As をクリックする。Name を入力し、OK をクリックする。



Sample Name, Weight, Position を入力する。



Send Experiment をクリックする。

前に実行プログラムがなければ、測定が開始される。

プログラムがある場合は、その後に追加される。

## [注意]



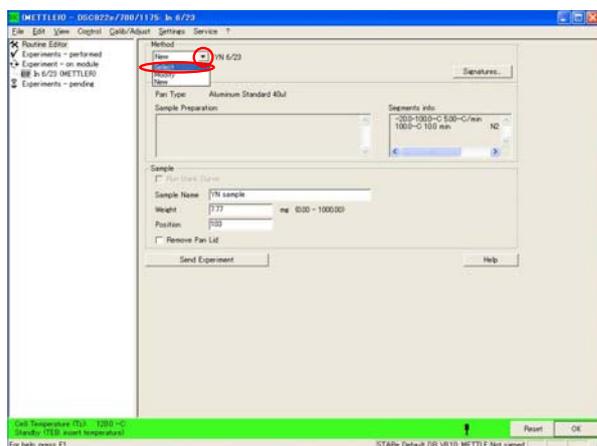
Sample cell は、赤丸で示す、くぼみ中央にセットする。

Sample Holder の円盤が正しくセットされ、ズレがないかどうかを確認する。

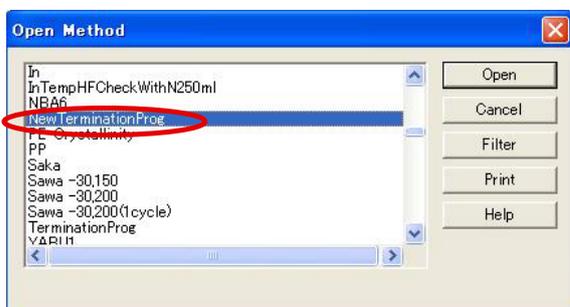
カバーを置く。赤丸で示すボタンがきちんと押されていることを確認。

これらがずれたりすると、パンをつかむアームが誤作動する。

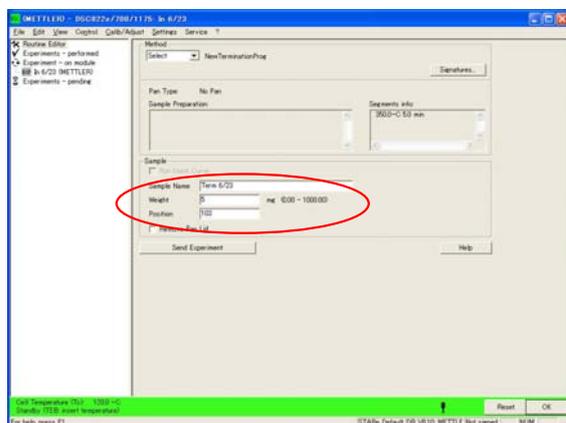
## 5. 終了



Method の三角矢印をクリックし、Select をクリックする。



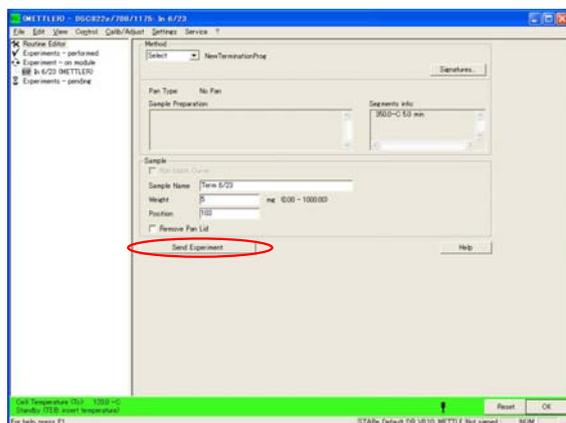
New TerminationProg を選択し、Open をクリックする。



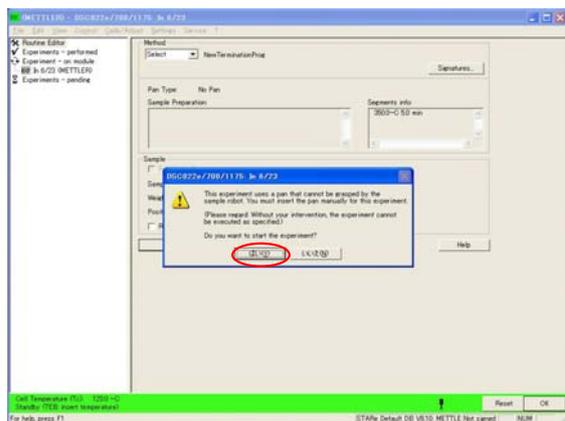
Sample Name : Term 日付

Weight : 適当(1~10mg 位)

Position : Sample Cell が入ってない場所を入力する。

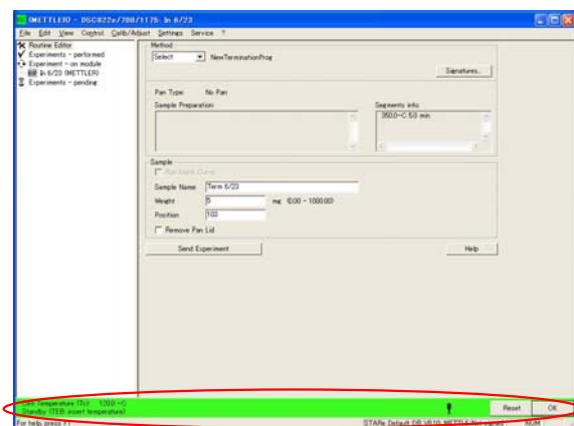


Send Experiment をクリックする。



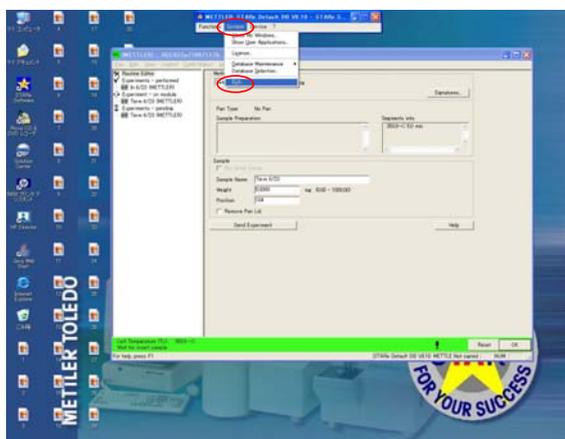
窒素ガスを流しているかの確認

“はい” をクリックする。



赤で囲った部分が緑から、赤に変わり、  
350°Cまで上昇し、5 min 間保持される。

5 min 後、赤から緑になることを確認。



System をクリックし、Exit をクリックする。

STARe プログラムが終了し、冷却装置が OFF になる。



スタートをクリックし、終了オプションをクリックする。



“電源を切る”をクリックし、PCを終了する。



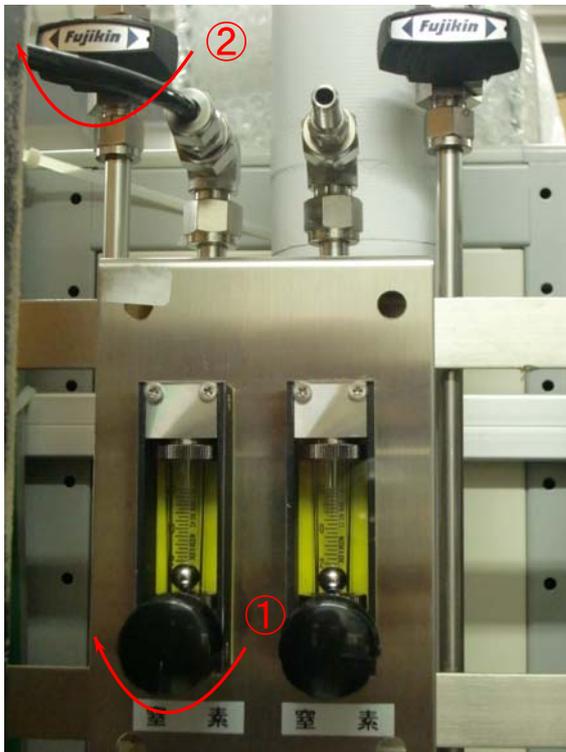
PC モニターの電源を OFF にする。



液晶モニターに表示される温度がおおよそ、室温程度で落ち着くことを確認する。



DSC 本体の背面、N2 ガス流量調節器の下にある DSC 本体の電源を OFF にする。



①,②の順に矢印の方向にまわす。

## <DSC 測定マニュアル> ～トラブル編～

★InCheck の結果が範囲内に入らなかつたら、校正を行う。

In と Zn のサンプルを用意する。(必ず両方用いる)

### In を用いた校正

- ・ Routine Editor (画面左上) をクリックし、Method 欄から Select を選ぶ。
- ・ Open Method のウィンドウで Check DSC ^exo In を選ぶ。→Open
- ・ Sample 欄に Sample Name を入力し、Weight と Position を入力。
- ・ 同じ測定を 3 回繰り返す。Position の番号に注意。(測定を開始するたびに、Position の番号が変わるので、一つのサンプルで測定するときは、Position 番号を毎回 101 に戻す必要がある。)

### Zn を用いた校正

- ・ 続けて Method から Select を選び、Check DSC ^exo Zn を選ぶ。→Open
- ・ Sample 欄に Sample Name を入力し、Weight と Position を入力。
- ・ 同じ測定を 3 回繰り返す。Position の番号に注意。(測定を開始するたびに、Position の番号が変わるので、一つのサンプルで測定するときは、Position 番号を毎回 102 に戻す必要がある。)
- ・ 亜鉛は酸化するので、同じサンプルで 5 回以上は測定できない。

In と Zn の測定が終わって、

### 温度がずれていた時 Calib/Adjust→Single Temp に行く

- ・ まず、それぞれの金属を選ぶ。Position の 1～3 に入力する。
- ・ Onset を入力 (プリントアウトを見る) し、Position の番号を変え、3 入力する。
- ・ Zn も同様に。Position の 4～6 に入力する。
- ・ 必ず、Position の番号が 6 になっている状態で、OK をクリック。→Save

### 熱量がずれていた時 Calib/Adjust→Single Heatflow に行く。

- ・ Air を選ぶ。→Aluminum Standard 40  $\mu$  l→In を選ぶ。
- ・ Delta H の欄に、プリントアウトの normalized の数字 (Jg<sup>-1</sup>) の絶対値を入力する。Position の 1～3 に入力する。Position の番号を変えながら、3 入力する。
- ・ Zn も同様に、Position の 4～6 に入力する。
- ・ 必ず、Position の番号が 6 になっている状態で、OK をクリック。→Save

\*確認のため、もう一度 In で Check する。

(1) サンプル調整

- 専用の青い台 (clusable stage) にアルミ Pan をのせ、予め重量を差し引いておく。
- ナット型ろうとをアルミ Pan をのせてサンプルを入れ、テフロンスティックで押し固め、満杯まで入れたら重量を測る (5~10mg 程度)。
- アルミ Pan のふたの中央に一箇所穴を開ける。
- サンプルを詰めたアルミ Pan の上に穴を開けたふたをかぶせる。サンプルをシールする。

(2) 測定

- サンプルを空いているところにセットする。
- N<sub>2</sub> ガスの左側バルブを 50ML/MIN にする。
- 測定条件設定
  - i) Method→new を選択
  - ii) 温度設定をする。Add Dyn で昇温・降温過程、Add Iso で恒温過程が選択。
  - iii) 測定する Pan の種類→Aluminium Standard 40μl  
導入するガスの種類→N<sub>2</sub>  
を選択する。
  - iv) File 名を入力する (次回からは Method→Select で測定条件を選択可能)。
- Sample Name
- Weight (mg)
- Position (セットした番号を入力。例えば 3 番なら 103) を入力する。
- Send Experiment→OK→測定開始

(3) 測定終了後 (N<sub>2</sub> 導入下で行う)

- Method→Select→NewTerminationProg を選択
- Sample Name (適当に入力)  
Weight (mg) (適当な重量を入力)  
Position (サンプルが何も入っていない番号を入力。例えば 3 番なら 103)
- Send Experiment→OK
- 測定が終わったらパソコン画面の中央上にある METTLER : STARe Default . . . の  
System→Exit→Yes  
パソコンの電源のみを終了させる。DSC 本体は温度が 350℃になるまで電源を入れておく。
- DSC 本体が 25℃に安定するまで待ってから電源を (オレンジ色のボタン) 切り、窒素ボンベのバルブを閉める。

\*測定中に画面上の **Reset** をクリックして測定を終了させた場合、次の測定は自動的にスタートしなくなる。その場合画面下部に **R** マークが出る。  
スタートさせるには、Control→Start Experiment をクリックすればよい。

Ref のパンが正常かどうか、定期的にチェックする。

Ref のパンを新しく作る場合は、2つ穴をあける。