$DSC(Differential Scanning Calorimetry) \neg = \neg \mathcal{P} \mathcal{V}$

2005/6/29 Y.N 作製 2009/7/15 修正



1. N₂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 N₂ガス流量調節装置のつまみを回して N₂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、N2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。



TARe Use	r Authentication: STARe Def	fault DB V8 [
User Name	METTLER	ОК
Password	****	Cancel
	Change Password	1

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。



Ele Est Yew Cogtrol Calib Contract Estate Coperiments - performed Depenments - on module Depenments - pending	Adjust Settings Service 1 Method Setient	. Second	
	Fan Type Sample Preparaton	Seconda Info	
	I There have been a set of the se	-	
	Serd Exprisent	Hub	

Routine Editor をクリックする。

Select の右にある三角ボタンを押す。

METTLED - DSca22#77	10/1175		
le Edit Vew Control Quilt	Adust Settines Service 1		
Pourse Editar Diperimenta - performed Experimenta - pending Experimenta - pending	Nethod Select V Henry Henry		
	Fan Type Samele Panaration	Sameric into	
	Sarph		
	F Section Dep		
	Sangle Name		
	Weight mg 0.00 - 0.00		
	T" Renove Pan Lid		
	Send Experiment	Hub	
	10		
			_

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	:	6.2	4 mg
Position	:	101	L
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。

the first fitter	The second
Experiments - performed Experiment - on module BE Is 6/20 METTLERD	Steel Check.000 "ere is 90090e0
Erden wente - fonctue	Fair Type Aluminum Standard Khul Seingk Phogramitum Una paper of short of 4 to 1 and manual Manuare Ito week of the most before Manuare Ito week of the most before
	1 - 1 - 1 - 1 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 -
	Serd Egement Heb

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 ℃ 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 \rightarrow 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。
Dynamic Segment 1 Add Dyn Add Iso Delete Start Temperature -20 -00 Segment Gas Air, 0 mi/min End Temperature 100 -0 Heating Rate 5 -0/min Sample Preparation Subtract Blark Curve Miscellaneous Pan Atuminum Standt	Save As Cancel Help
Dynamic Segment 1 044 fb m 1 A44 fb m 1 044 fb m 1 Start Temperature -20 Name Filter Image: Cancel Heating Rate 5 Image: Cancel Filter Sample Preparation Filter Help Image: Cancel Flow Image: Cancel Filter Help Filter Help Subtract Blank Curve Miscellaneous Pan Attmr/Dim Standard 40ul	Save Save Cancel Cancel Coc H2-4%/Ar-96% Name Filter Air Air Air Air Air Air Help Flox 50 ml/min

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 といれ、 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,降温操作)

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 ℃/min, 低分子液晶等: 5 ℃/min, 高分子等: 10 ℃/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。

namic Segment 1 Add Dyn Add Iso Delete	Save As	Isotherm Segment 2 Add Dy	n Add Iso Delete Save As
ert Temperature -20 -C Seement Gas Air, 0 mil/min d Temperature 100 -0	Cancel	End Temperature Time Iso	Carcel
ating Rate 5 -C/min	1.01	Name	OK Cancel
vie Preparation		Sample Preparation	Heb
Subtract Rivel Ourve	<u>a</u>	C Subtract Blank Curve	*

全てのセグメントを入力し終えたら、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、ズレなど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

Open Method

In InTempHFCheckWithN250ml NBA6

New Termination Prog.

PE Gryetallivity PP Saka Sawa -30,150 Sawa -30,200 Sawa -30,200(1cycle) TerminationProg V&RIII



^

>

Open Cancel

> Filter Print Help

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。



 Of UTLING - 0002027/990/118 - 64/32

 Op Up, Ophi - Ophi/Auting Server, **

 Ophions Gam

 <tr

. . . Segments into 0 . п . Merilek toledő . YOUR S .

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℃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ってなかったら、校正を行う。

In と Zn のサンプルを用意する。(<u>必ず両方用いる</u>)

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 Selecrt 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。Psition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つ入力する。
- ・Zn も同様にする。Psition 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 40μ l→In を選ぶ。
- ・Delta H の欄に、プリントアウトの normalized の数字(Jg^-1)の<u>絶対値を</u>入力す
- る。Psitiの1~3に入力する。Positionの番号を変えながら、3つ入力する。
- ・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。 \rightarrow 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(clusible 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。
 - ・N2 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→Alminium Standard 40µl
 導入するガスの種類→N2
 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)。
 - $\cdot \text{ Sample Name}$
 - 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(N₂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)
 Sund Emergingent (OK)
- 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。