

DSC (Differential Scanning Calorimetry) マニュアル

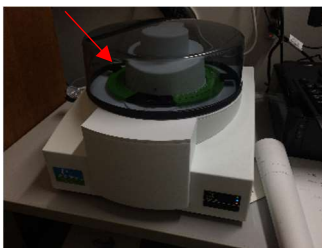
2016// 木村 明日香・大星 友希

- ① N₂ ガスの元栓を開き、0.3 MPa 以上にする。
赤いコック(UV の脇上のほう)も開く。



- ② 電源を入れる。

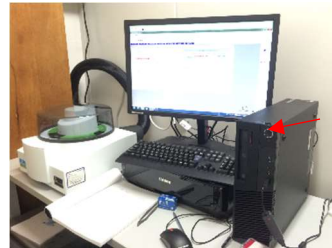
DSC 本体の背面、PC・プリンター、DSC 本体の下にある冷却ポンプの電源を ON にする。(冷却ポンプが冷えるのに約 1 時間かかるので、この間にサンプル調整を行うとよい。)



DSC 本体



冷却機



PC

サンプル調整

DSC と書いてある引き出しから、DSC 専用アルミ板を 2 枚取り出す。箱の中の器が深いほうに試料を 5 ~ 10 mg 程量りのせ、プレス機の黒い台座の上ののせてから器が浅いほうをふた(くぼみが下)とし、黒い台座ごと銀の台座にのせレバーを下に倒すようにプレスする。プレス後、黒い台座をもとの場所に戻し、黒い台座の部分だけを下に押し下げる。



DSC の棚(一番下)




DSC 専用アルミ板



プレス機




DSC 測定用試料(左)


③ デスクトップ上の Pyris Manager のアイコン  をダブルクリックで起動させる。

④ ソフトウェア内の Instrument ボタン  をクリックし、メソッドエディターウィンドウが表示される。

・新規にメソッドを作成する場合

ツールバーの  ボタン、または[ファイル]メニューの[新規メソッド]コマンドをクリックする。

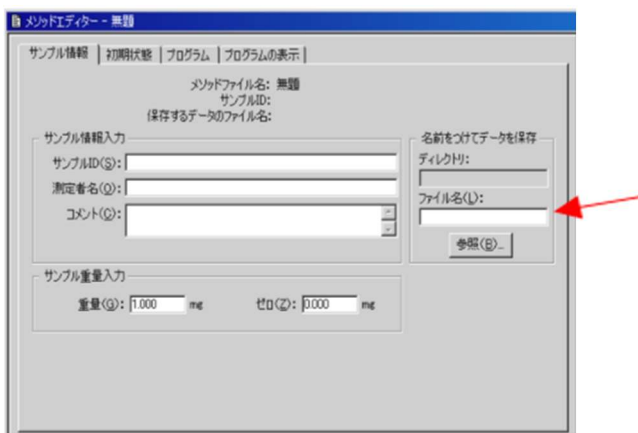
・既存のメソッドを使用する場合

ツールバーの  ボタン、または[ファイル]メニューの[メソッドを開く...]をクリックし、使用するメソッドをクリックして[開く]ボタンをクリックする。選択したメソッドがメソッドエディターに読み込まれる。



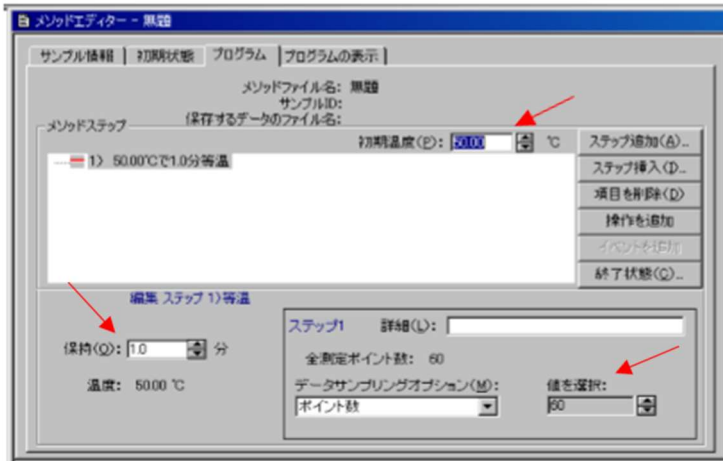
⑤ [サンプル情報]ページの編集

“名前を付けてデータを保存”の“ファイル名(L)”を入力し、参照(R)をクリックする。



⑥ [プログラム]ページの編集


- ・ステップ追加 → 等温 → 初期温度と保持する時間を入力し、データサンプリングオプションを[ポイント数]にし、取り込みたい間隔を入力する。



- ・ステップ追加 → 温度スキャン → 終了温度と速度を入力し、データサンプリングオプションを[ポイント数]にし、取り込みたい間隔を入力する。

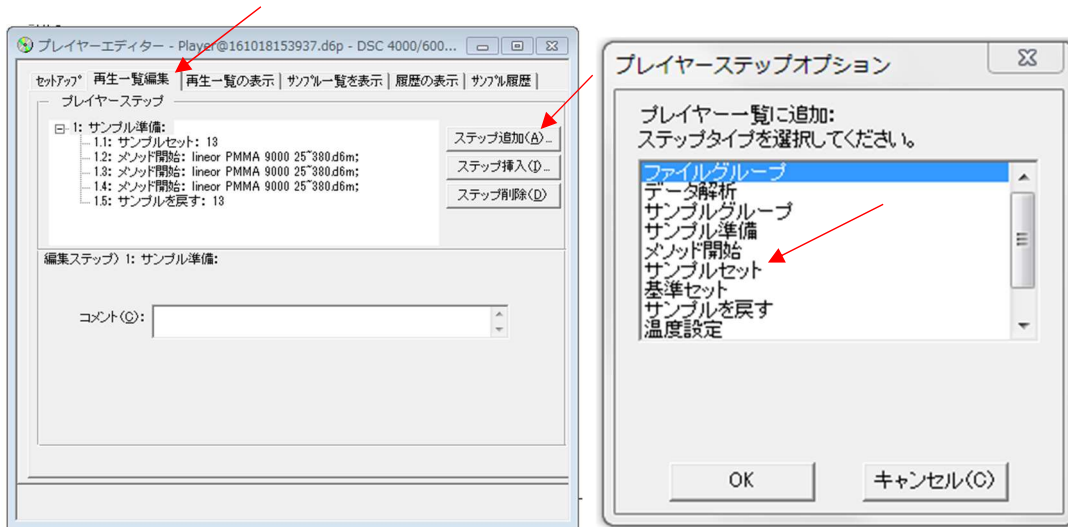
以上のステップを1周期分を入力する。入力したら、終了状態→終了状態設定の温度を選択する。
[ファイル]メニューの[メソッドの保存]をクリックし、保存先のフォルダを選択する。
“ファイル名(N)” にファイル名を記入し、[保存(S)]を押す。

⑦ プレイヤーエディターの編集

ツールバーの  ボタンを押し、[ファイル]メニューの[新規プレイヤー...]をクリックする。

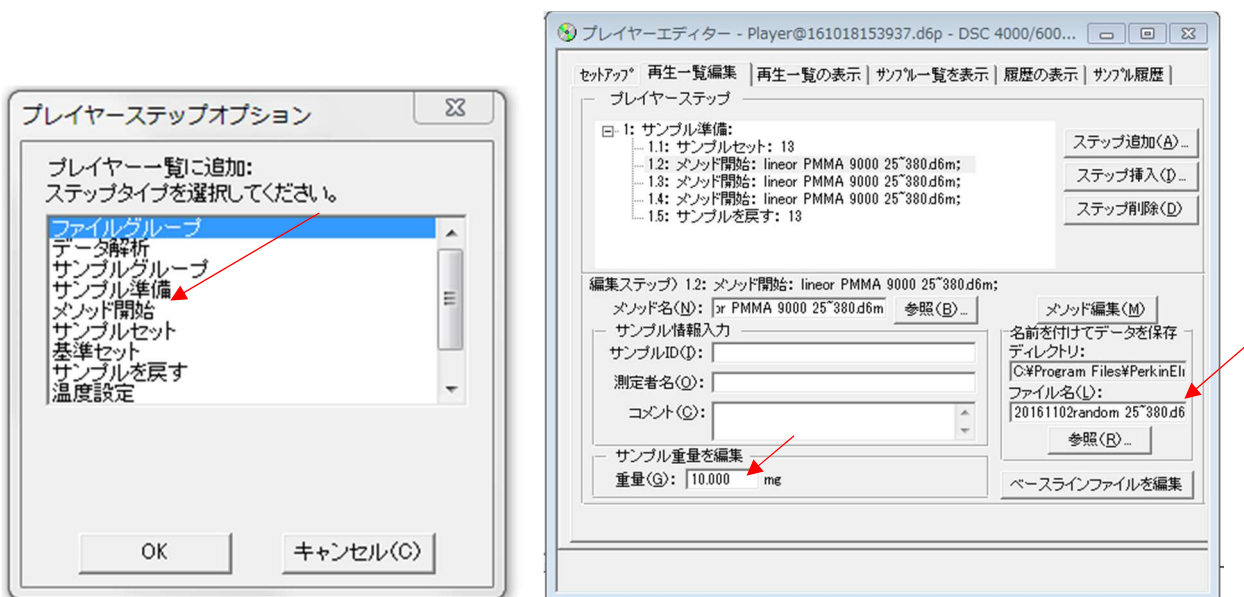
[再生一覧編集]のページをクリックする。

・ステップ追加(A) → サンプル準備 → ステップ追加(A) → サンプルセット サンプルをセットした番号を記入。

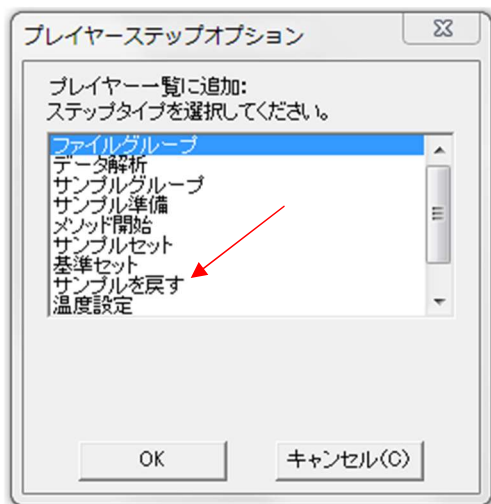



・ステップ追加(A) → メソッド開始 → methods から"Naka_lab"または"sasaki lab"を開き、自分のファイルから用いたいメソッドを開く。"ファイル名(L)"を記入し、"サンプル重量を編集"に"重量(G)"を記入する。

以上のことを3回繰り返す。ファイル名を記入する際は、1.2.3 と変えること。



- ・ ステップ追加(A) → サンプルを戻す サンプルをもとの位置に戻す。



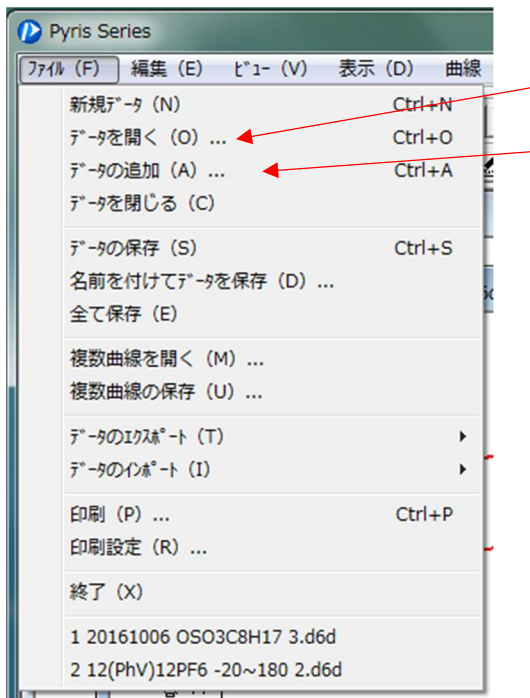
以上を終えたら、再生  ボタンを押し、測定を実行する。

⑧ データ解析

“Start Pyris”  をクリック。“データ解析”を選択。

[ファイル]メニューから[データを開く(O)]をクリック。data から開きたいデータを選択する。

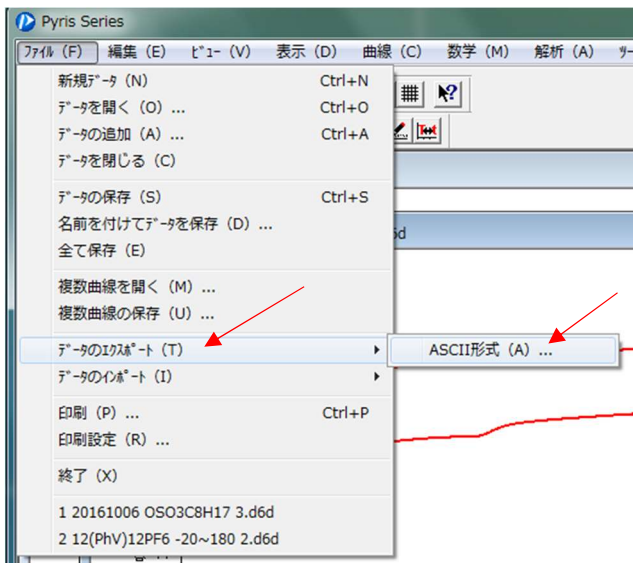
データを重ねて見たい場合は、[ファイル]メニューから[データの追加(A)]をクリックし、data から追加したいデータを開く。



※ データの校正・解析方法は別紙に示す。

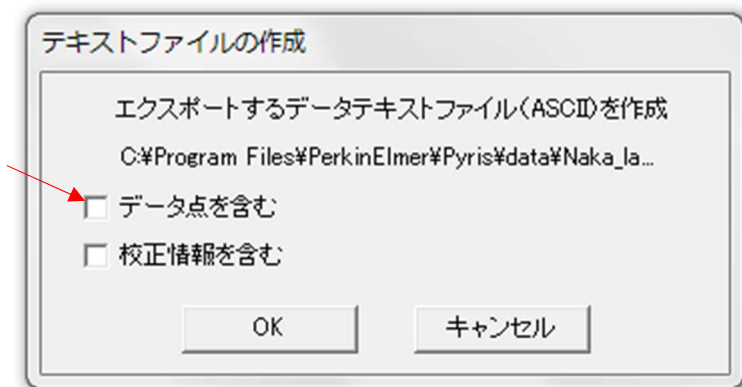
⑨ データの取り込み

取り込みたいデータを開き、[ファイル]メニューから[データのエクスポート(T)]選び、[ASCII形式(A)…]を開く。



テキストファイルの作成で”データ点を含む”をチェックし、校正を行った場合は”校正情報を含む”もチェックする。

すると、data にテキストファイルが作成されている。それを USB に移動させ、エクセルでグラフを作成する。



⑩ DSC の終了の仕方

[ファイル]メニューから[終了(X)]をクリックし、DSC 本体の電源、冷却機の電源、PC の電源を切る。



N₂の赤いコックを閉め、N₂の元栓を閉め、圧力を下げて残っている N₂を出し切る。