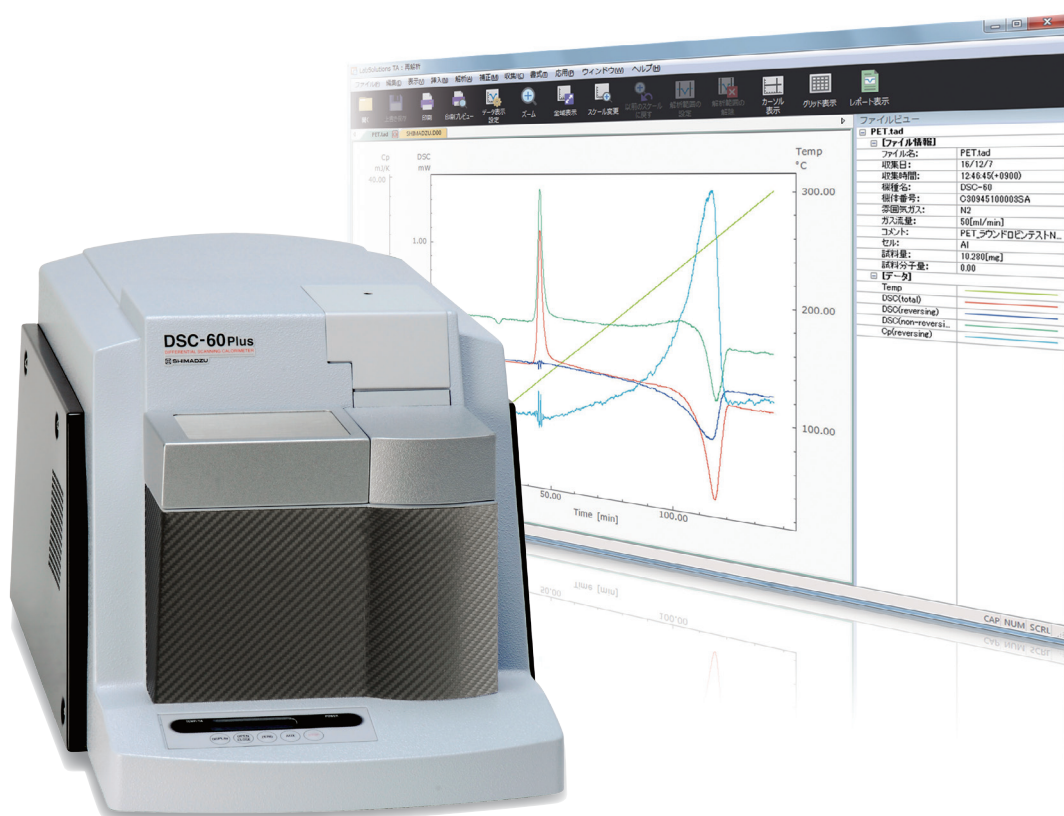


DSC-60 Plusシリーズ

TM-DSC System for the DSC-60 Series

温度変調DSCシステム



温度変調DSCシステムの特長

▶ 転移や反応が重なっているような複雑なデータを分離可能

ガラス転移とエンタルピー緩和などの反応が重なっている場合、従来型DSC測定では分離は不可能でしたが、温度変調DSCを使えばそれぞれを分離することが可能になります。

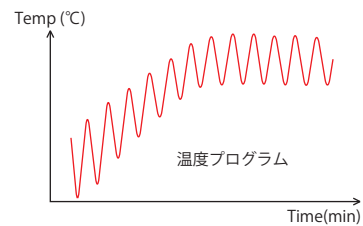
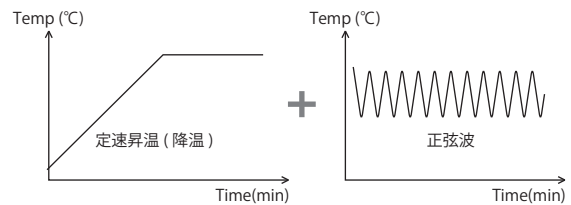
▶ 比熱の測定がより簡単に

比熱の測定が従来型DSC測定よりも簡単にできるようになります。

■ 温度変調DSCとは？

温度変調DSCは、定速昇温に温度変調を重ね合わせることで、従来型DSCでは分離できなかった複数の現象を独立して観測したり、比熱を簡便に測定したりすることができる手法です。

温度プログラムによる定速昇温(降温)に、正弦波の変調を重ね合わせて制御することができます。



測定後の解析によって3種の熱流データが得られます。

(1) DSC信号(トータル)

全熱流を示します。

これは従来型DSCで得られる熱流と同じものとなります。温度変調DSCで得られたデータから変調成分を除去することで得られます。

(2) DSC信号(リバーシング)

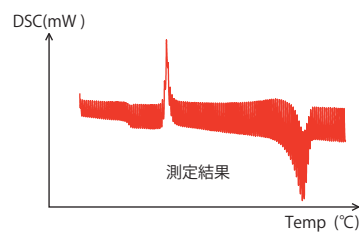
可逆熱流を示します。

熱流のうち温度変調に追従する成分であり、主に顕熱に相当します。温度変調DSCで得られたデータの変調成分から得られます。

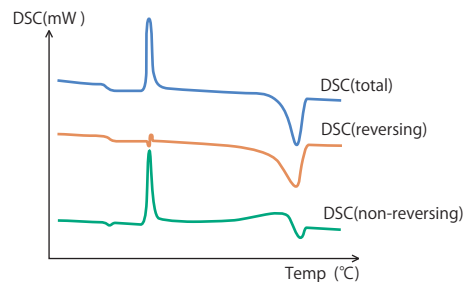
(3) DSC信号(ノンリバーシング)

不可逆熱流を示します。

熱流のうち温度変調に追従しない成分であり、例えば結晶化、硬化、エンタルピー緩和など自発的に進行する熱過程は主にこちらに現れます。DSC信号(トータル)からDSC信号(リバーシング)を差し引くことで得られます。



分離



■ 温度変調DSCで、こんなことができます！

1 ガラス転移の分離

温度変調に対して可逆的な現象と不可逆的な現象を分離することができます。

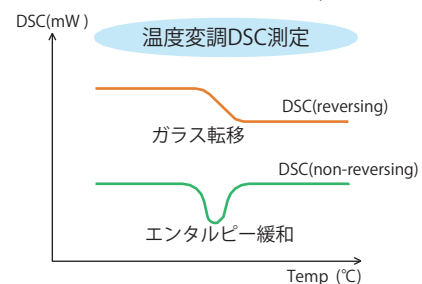
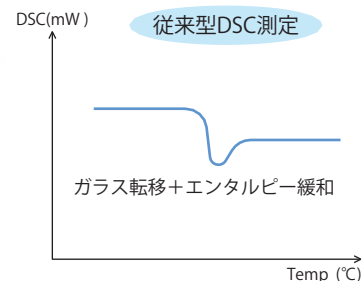
従来型DSC・・・可逆成分+不可逆成分が重なる
温度変調DSC・・・可逆成分はDSC信号(リバーシング)に、不可逆成分はDSC信号(ノンリバーシング)に現れ分離可能

例:緩和現象を伴うガラス転移を観察する場合

温度変調で測定を行うとガラス転移による熱容量の変化はDSC信号(リバーシング)に、エンタルピー緩和による吸熱ピークはDSC信号(ノンリバーシング)に現れます。

以下のような測定にも有用です。

- ・融解時の再結晶化ピークの観測
- ・ポリマーブレンドである成分の結晶化ピークと他の成分のガラス転移の分離
- ・脱水ピーク中のガラス転移の観測
- ・硬化過程における熱流の顕熱成分やガラス転移の観測



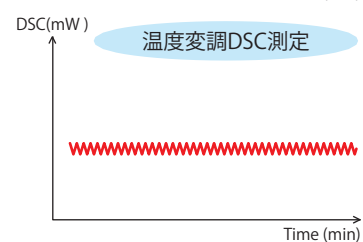
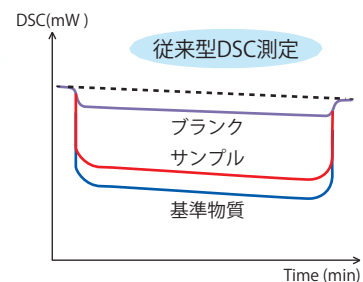
2 比熱・熱容量測定

従来型DSCによる測定よりも簡単に測定が可能となります。
温度変調DSCは1周期で比熱を算出するため、ベースラインドリフトによる測定誤差がありませんので、精度が良くなります。

従来型DSC・・・空セル、基準物質、サンプルの3回の測定を行う
温度変調DSC・・・サンプルの1回の測定を行う

比熱の可逆成分を複素数で表示したり、その位相を表示したりすることができます。

また、比熱の不可逆成分を表示することもできます。



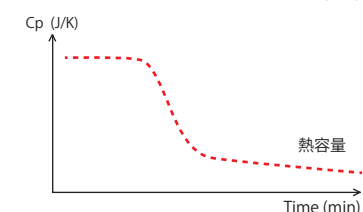
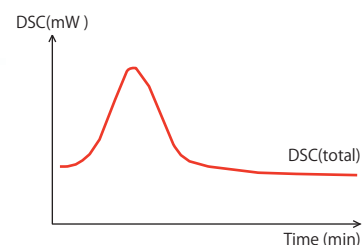
3 擬等温状態での比熱測定

温度変調DSC測定では、比熱を時間の関数として得ることができます。
これにより、従来型DSCでは測定できなかった、硬化・結晶化・ガラス状態のエージングなどの経時変化を捉えることが可能となります。

従来型DSC・・・定速昇温過程でしか比熱測定できない
温度変調DSC・・・同一温度で保持したままでも変調成分から比熱測定可能

例:エポキシ樹脂などの硬化反応を測定する場合

温度変調DSCで擬等温測定をすると、硬化による発熱反応とともに反応前後の比熱変化を捉えることができます。



測定から解析までをトータルサポート

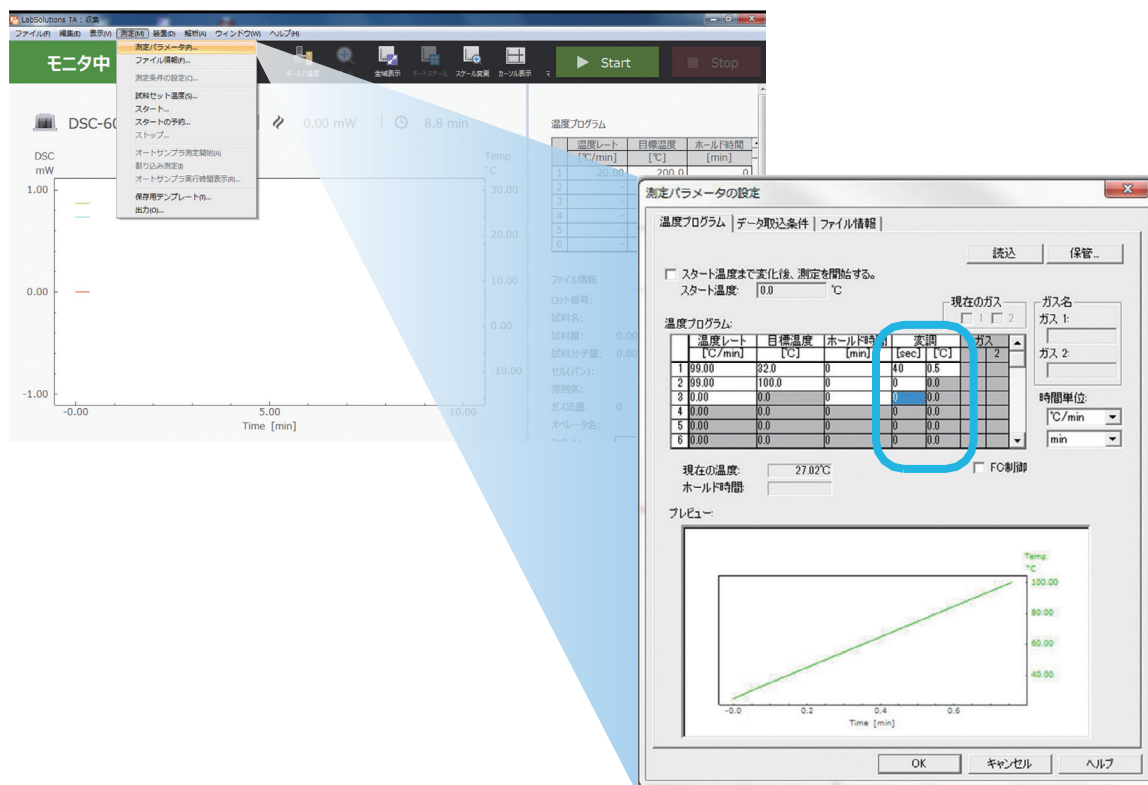
ステップ1 校正物質の測定

温度変調DSC解析を行うため、事前に校正用データを取得します。

校正測定の試料にはアルミナ粉末を用いて、サンプルと同じ条件で測定を行います。

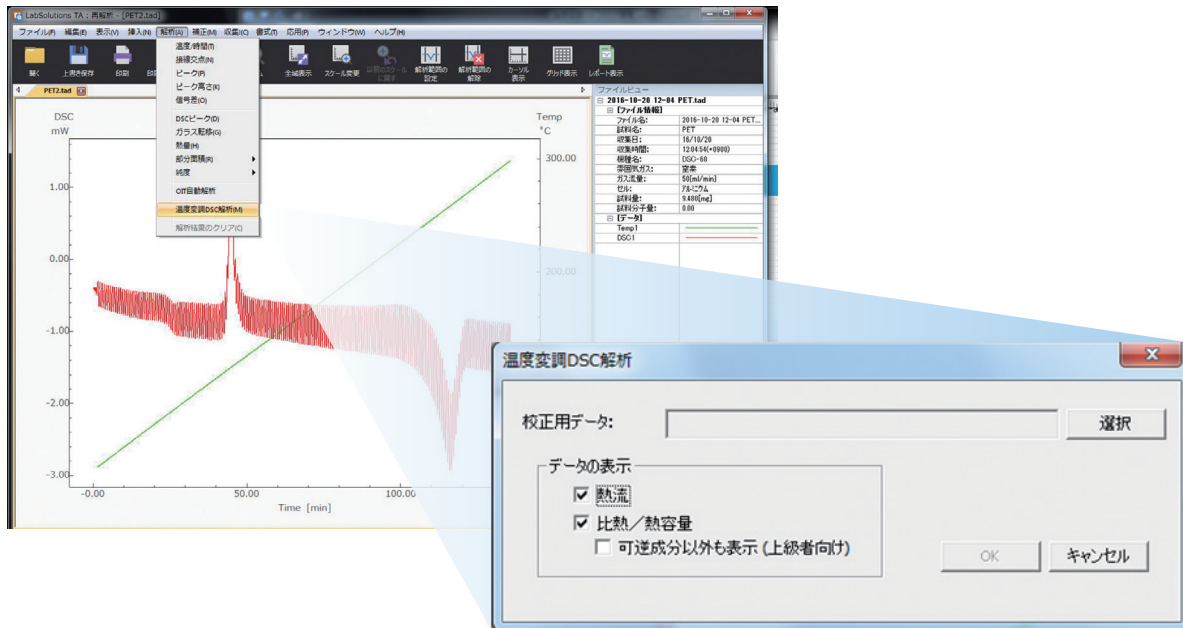
ステップ2 サンプルの測定

サンプルの測定を行います。



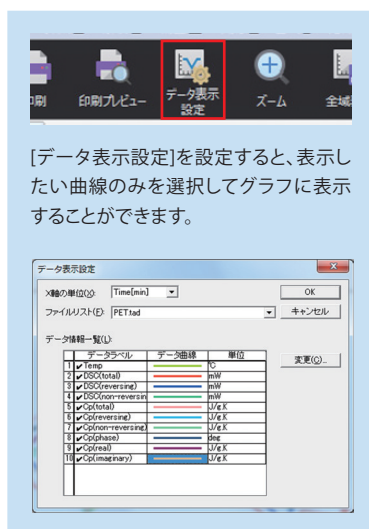
ステップ3 解析

「温度変調DSC解析」画面で簡単に解析を行うことができます。

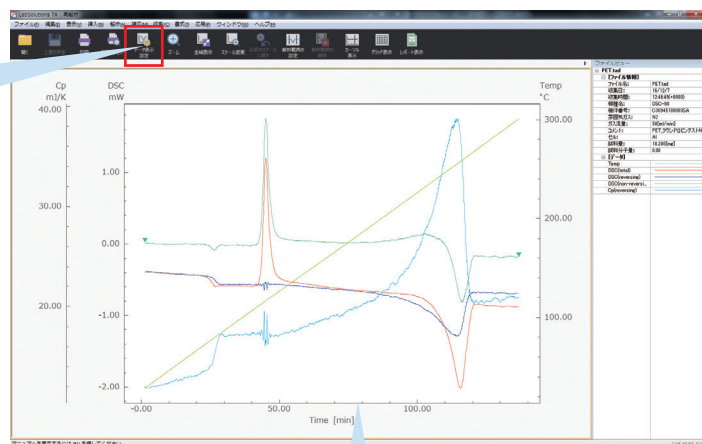


「校正用データ」にアルミナの測定ファイルを選択します。
「データの表示」で表示したいデータの種類を選択できます。

後から表示したいグラフを変更可能



[データ表示設定]を設定すると、表示したい曲線のみを選択してグラフに表示することができます。



従来型DSC曲線に対する解析ができます
分離した熱流データについては、従来型DSC曲線
に行うのと同じ解析を行うことができます。

アプリケーション紹介

高分子材料におけるガラス転移点の観測や、融解直前に起こる再結晶化の観測、擬等温測定での比熱測定など、従来型DSC測定では難しかった測定が可能となります。

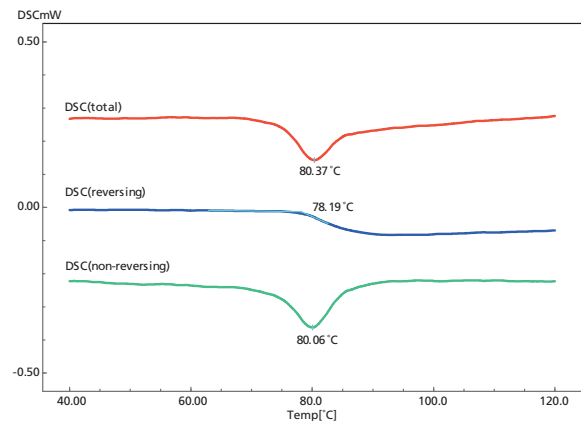
耐衝撃性ポリスチレンの熱流の分離

耐衝撃性ポリスチレン (HIPS) の温度変調DSC測定の結果です。

従来型のDSC測定では、80°C付近でガラス転移とエンタルピー緩和が重なったデータになります。

温度変調測定を行うと、DSC(reversing)にガラス転移、DSC(non-reversing)にエンタルピー緩和が現れ、両者を分離することができます。

このように、ほぼ同じ温度で起こる現象は、従来型のDSC測定では信号が重なり解析が困難ですが、温度変調DSCを行うことで可逆成分と不可逆成分に分けて信号を取り出すことができます。



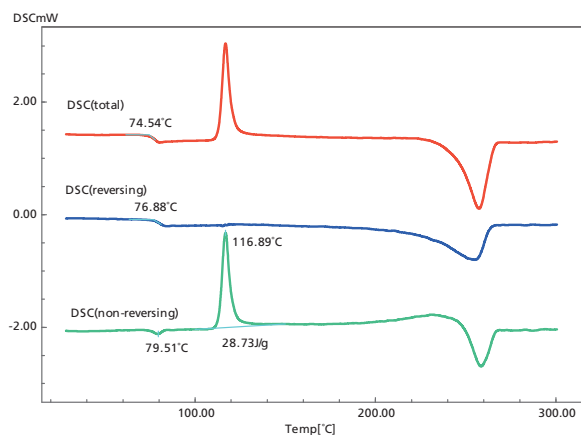
ポリエチレンテレフタレートの熱流の分離

ポリエチレンテレフタレート (PET) の温度変調DSC測定の結果です。

従来型のDSC測定では、75°C付近でガラス転移とエンタルピー緩和が重なったデータになります。

温度変調測定を行うと、DSC(reversing)にガラス転移、DSC(non-reversing)にエンタルピー緩和が現れ、両者を分離することができます。

また、115°C付近の結晶化による発熱ピークはDSC(non-reversing)のみに見られます。200°C以降、DSC(non-reversing)に発熱が見られることから、融解時に再結晶化が同時に起こっていることがわかります。



エポキシ樹脂系接着剤の擬等温測定

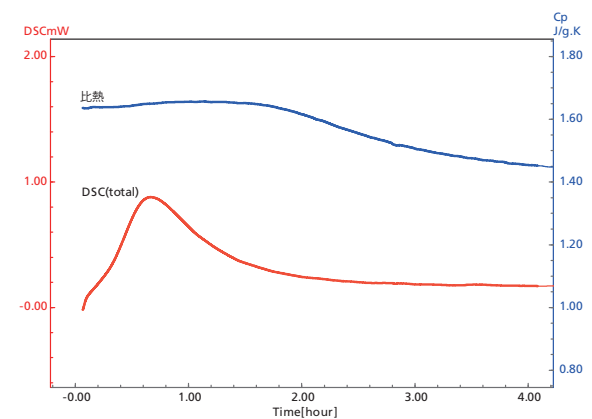
エポキシ樹脂系接着剤の擬等温制御による温度変調DSC測定の結果です。

擬等温制御とは、一定温度に保持する等温制御に変調成分を加えた温度制御です。

温度変調DSC測定では、比熱を時間の関数として求めることができるため、一定温度下で進行する化学反応などに伴う比熱の経時変化を見ることができます。これは、従来型DSCの比熱測定ではできなかった測定です。

接着剤を100°Cの擬等温下で保持したところ、測定直後から硬化反応による発熱が見られました。

一方比熱のデータを見ると、発熱反応の後、比熱変化が緩やかな減少に転じていることが確認できます。このことから、エポキシの硬化に伴って、ガラス化が起こっていることがわかります。



Ⅲ システム構成



1	DSC-60 Plus (TAC/L)
2	LabSolutions™ TA PCセット
3	プリンタ
4	イントラクーラ IP-100
5	DSC用電気冷却装置 TAC-60i
6	温度変調DSCプログラム
7	霧田気制御装置 FC-60A
8	サンプルシーラ・クリンプレス SSCP-1
9	クリンプアタッチメント

Ⅲ 仕様

対象機種	DSC-60 Plus、DSC-60A Plus
出力信号	<ul style="list-style-type: none"> ・DSC信号(トータル) ・DSC信号(リバーシング) ・DSC信号(ノンリバーシング) ・比熱(トータル) ・比熱(リバーシング) ・比熱(ノンリバーシング) ・比熱の位相 ・比熱(実部) ・比熱(虚部)

※ 温度変調DSCプログラムの使用には、LabSolutions TAが必要です。TA-60WSIには対応していません。

LabSolutionsは株式会社島津製作所の商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
 なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。
 本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。
 治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。
 トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。
 外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

製品情報



価格お問合せ



東京支社 (官公庁担当) (03) 3219-5631 (大学担当) (03) 3219-5616 (会社担当) (03) 3219-5622	つくば支店 (官公庁・大学担当) (029) 851-8511 (会社担当) (029) 851-8515	名古屋支店 (官公庁・大学担当) (052) 565-7521 (会社担当) (052) 565-7531	広島支店 (082) 236-9652
関西支社 (06) 4797-7230	北関東支店 (官公庁・大学担当) (048) 646-0095 (会社担当) (048) 646-0081	京都支店 (官公庁・大学担当) (075) 823-1604 (会社担当) (075) 823-1603	九州支店 (官公庁・大学担当) (092) 283-3332 (会社担当) (092) 283-3334
札幌支店 (011) 700-6605	横浜支店 (官公庁・大学担当) (045) 311-4106 (会社担当) (045) 311-4615	神戸支店 (078) 331-9665	
東北支店 (022) 221-6231	静岡支店 (054) 285-0124	岡山営業所 (086) 221-2511	島津コールセンター ☎ 0120-131691 (操作・分析に関する相談窓口) IP電話等: (075) 813-1691
郡山営業所 (024) 939-3790		四国支店 (087) 823-6623	