

# Thermoplus EVO3 DSCvesta2

—新しく設計された感熱板によるDSC—



## 1. はじめに

熱分析装置は材料分野を問わず広く使用されている分析装置の一つです。特にDSC (Differential Scanning Calorimeter) は、高分子材料や医薬品において、ガラス転移温度や融点などを調べる上で欠かせない分析装置と言えます。リガクでは2017年に従来機に比べ感度、安定性、測定温度範囲が向上したDSCvesta<sup>®</sup>を発売しましたが、今回さらにDSCの性能を決める感熱板を新設計し、DSCvestaの上位機種としてのDSCvesta2を開発しました。

## 2. 特長

### 2.1. 新センサー $\chi$ sensor<sup>®</sup>

精度の向上を目的とした新型DSCセンサー“ $\chi$  sensor” (図1)では感熱板の形状から再設計し、試料周りの構造を一新しました。これによりピーク感度とベースライン再現性の向上を実現しました。 $\chi$  sensorではセンサー上部の4つの爪ガイドは容器の位置ずれ



図1.  $\chi$  sensor.

を防ぎ、測定の再現性が向上するだけでなく、試料容器を乗せる位置が明確になり、容易に試料容器をセットすることができます。

また、センサーの劣化耐性も向上し、600°Cまで大気雰囲気での測定が可能となり、センサー保護のために必要だった不活性ガスを必要としない測定温度の幅が広がります。

### 2.2. 自己診断機能vestaeye<sup>®</sup>

DSCvesta2は電気回路も一新しました。自己診断機能“vestaeye”が組み込まれ、装置の状態を常に監視しています。測定画面上のモジュールモニターでは常にvestaeyeの診断結果が表示されており、従来では測定しなければわからない故障、不具合が待機状態においても検出されるため、測定を行う前に装置が正常であることを確認できます。

### 2.3. 測定温度範囲の向上を実現した $\Delta$ Block<sup>®</sup>

DSCvesta2では電気冷却システムの冷却能力が向上し、-95°Cまで冷却が可能となりました。これによりシクロヘキサンを使用した低温の較正が可能となりました。また液体窒素ダイレクト冷却ユニット(図2)を取り付けることで-180°Cまでの冷却が可能となります。電気炉手前に設置されるタンクに液体窒素を注ぐだけで簡単に-180°Cからの昇温測定が可能となります。

図3に液体窒素ダイレクト冷却ユニットを使用し、シクロペンタンを-180°Cから20°C/minで測定しましたDSC結果を示します。-180°Cから測定できるため、-150°Cの転移による吸熱ピークを測定することが可能です。



図2. 液体窒素ダイレクト冷却ユニット.

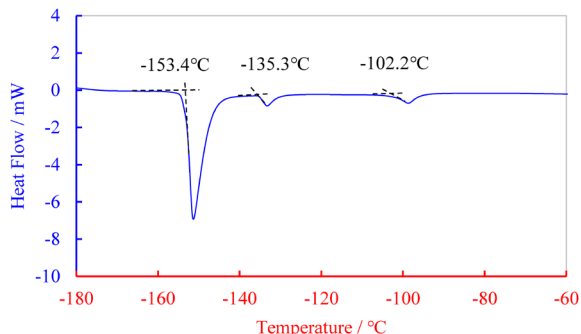


図3. 液体窒素ダイレクト冷却ユニットを使用したシクロペントンのDSC測定結果.

### 3. DSCvesta2の基本性能

DSCvesta2ではDSC性能の基本となるセンサー、自社開発した超低ノイズアンプを搭載した電気回路、信号処理アルゴリズムのすべてを一新しました。

図4に $-50^{\circ}\text{C}$ から $300^{\circ}\text{C}$ まで $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ でのドリフト再現性を示します。結果では $10\mu\text{W}$ の再現性が得られています。図5ではDSCvesta2とDSCvestaでInの融解を測定した結果の比較を示します。試料量は $1\text{mg}$ 、昇温速度は $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で行いました。DSCvesta2はDSCvestaと比較しピーク形状の半値幅が狭くピークハイトが高いシャープなピークが得られ、感度および分離分解能ともに向上していることがわかります。

### 4. アプリケーション

#### 4.1. 比熱容量測定

DSCは試料の熱挙動を測定する以外に試料の比熱容量を求めるためにも利用されます。図6は測定試料をサファイアとし、DSCvesta2にて比熱容量解析を行いました結果となります。測定は等速昇温法にて行い $-50^{\circ}\text{C}$ – $500^{\circ}\text{C}$ までを1段階のステップで行いました。また、再現性を確認するため3回の試料測定を行いましたが、より実際の測定に合わせるため、測定試料は測定毎に乗せおろしを行いました。

DSCにおいて試料の比熱容量を測定する際、装置のドリフト再現性が重要なファクターの一つとなります。このため測定結果の再現性を求める場合 $200^{\circ}\text{C}$ – $300^{\circ}\text{C}$ の温度幅で一旦温度ホールドするような温度プ

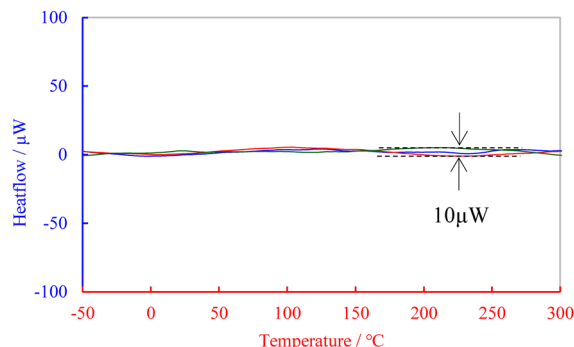


図4. ドリフト再現性.

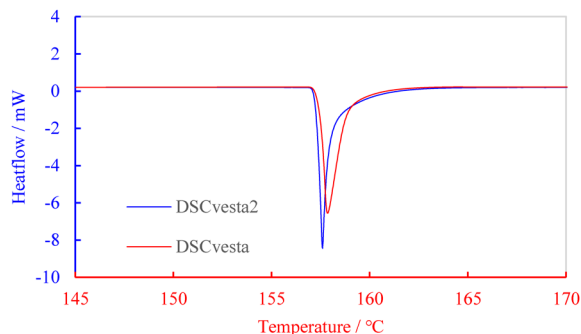


図5. Inの融解ピークの比較.

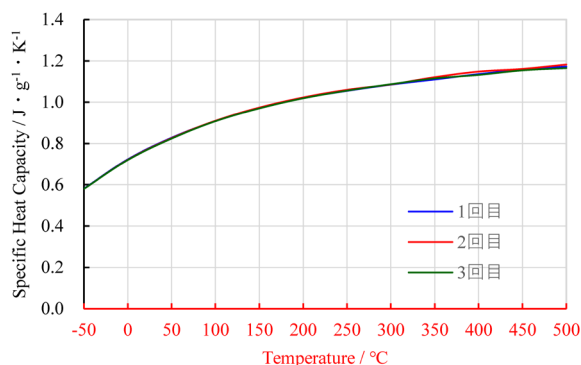


図6. DSCvesta2によるサファイアの比熱容量グラフの再現性.

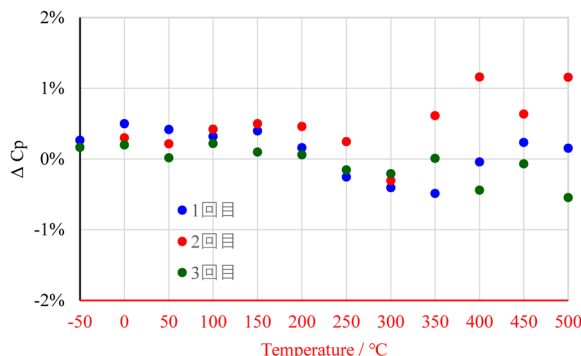


図7. 各測定結果の比熱容量解析値と文献値(NIST)との差.

ログラムで測定を行う必要がありました。DSCvesta2では図4に示しましたようにドリフト再現性が向上したため、図6のような $-50^{\circ}\text{C}$ – $500^{\circ}\text{C}$ までの温度範囲でも途中温度ホールドを挟むことなく再現性の良い比熱容量値が計算できます。3回の測定結果において各々

の比熱容量値を文献値からの差をパーセントで50°C毎にプロットしたものを図7に示します。結果では各測定間において2%以下の再現性が得られていることがわかります。

## 5. まとめ

DSCvesta2は $\chi$  sensorによるデータの再現性向上とvestaeyeの自己診断機能により日常安心して使用できる装置を開発しました。特にvestaeyeは今までの熱分析装置にはない新しい機能です。分析装置は10年単

位で長く使用されるため、日常においても定期的に電源を入れるだけで、異常の有無を診断できます。このような機能は研究開発用途だけではなく品質管理用途においても長期間安心してお使いいただける装置となっています。オプションに関してもオートサンプルチェンジャー、試料観察ユニット、UV照射ユニット、温度変調など従来機と同様のアタッチメントをご用意しています。

従来の拡張性はそのままに、さらに性能と機能が進化したDSCvesta2を是非お試しください。