

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4181776号
(P4181776)

(45) 発行日 平成20年11月19日(2008.11.19)

(24) 登録日 平成20年9月5日(2008.9.5)

(51) Int.Cl.

F 1

GO 1 N 25/20 (2006.01)
GO 1 N 25/00 (2006.01)GO 1 N 25/20
GO 1 N 25/00D
L

請求項の数 24 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2002-17997 (P2002-17997)
(22) 出願日	平成14年1月28日 (2002.1.28)
(65) 公開番号	特開2002-310965 (P2002-310965A)
(43) 公開日	平成14年10月23日 (2002.10.23)
審査請求日	平成16年11月11日 (2004.11.11)
(31) 優先権主張番号	09/769,320
(32) 優先日	平成13年1月26日 (2001.1.26)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	501106791 ティエー インスツルメンツ - ウォーターズ エルエルシー アメリカ合衆国 デラウェア州 19720, ニューカッスル, ルーケンズ ドライヴ 109 109 Lukens Drive, New Castle, Delaware 19720 United States of America
(74) 代理人	100092956 弁理士 古谷 栄男
(74) 代理人	100101018 弁理士 松下 正

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】分散配置された熱抵抗器を有する熱分析センサリ、および、種々の冷却装置を取り付けるための一体化フランジ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

サンプルを収納する測定チャンバー、

前記測定チャンバーを加熱するため前記測定チャンバーに対して動作可能に接続された炉ヒーター、

前記測定チャンバーに対するヒートシンクとして動作する冷却フランジ、および、一連の縦長部材(longitudinal members)を備えた熱抵抗器、

を備えた差分走査熱量計であって、

前記冷却フランジは、

ほぼ平坦な頂面、底面、および外周を定義する側面を有するほぼ円筒形のディスクを備えており、また、

前記一連の縦長部材は、

前記頂面に対しほぼ垂直に配置されるとともに、前記冷却フランジの内周辺(inner periphery)に沿ってほぼ円形パターンを構成すること、

を特徴とするもの。

【請求項 2】

請求項 1 の熱量計において、

前記縦長部材は、

ほぼ円筒形のロッドであること、

を特徴とするもの。

10

20

【請求項 3】

請求項 1 の熱量計において、
前記縦長部材は、
四角形、六角形、又は三角形のいずれかの断面を有するロッドを備えたこと、
を特徴とするもの。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 請求項 3 の熱量計のいずれかにおいて、
前記縦長部材は、
約 0 . 0 2 5 から約 0 . 0 7 5 インチの範囲の直径を有すること、
を特徴とするもの。

10

【請求項 5】

請求項 1 ~ 請求項 4 の熱量計のいずれかにおいて、
前記縦長部材は、
約 0 . 0 5 インチの直径を有すること、
を特徴とするもの。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 請求項 5 の熱量計のいずれかにおいて、
前記縦長部材は、
約 0 . 4 から約 1 インチの範囲の長さを有すること、
を特徴とするもの。

20

【請求項 7】

請求項 1 ~ 請求項 6 の熱量計のいずれかにおいて、
前記縦長部材は、
約 0 . 7 インチの長さを有すること、
を特徴とするもの。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 請求項 7 の熱量計のいずれかにおいて、
前記熱抵抗器は、
ニッケル合金で構成されていること、
を特徴とするもの。

30

【請求項 9】

請求項 1 ~ 請求項 8 の熱量計のいずれかにおいて、
前記熱抵抗器は、
約 1 から約 5 / W の範囲の熱抵抗を有し、前記炉ヒーターから前記冷却フランジへの熱
転移経路を形成するために前記炉ヒーターと前記冷却フランジ間に配されていること、
を特徴とするもの。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 請求項 9 の熱量計のいずれかにおいて、
前記縦長部材のそれぞれは、
上端および下端を有しており、
前記縦長部材の前記下端は、
隣接する前記縦長部材の各ペア間の距離がほぼ同じ距離になるよう間隔を空けて前記冷却
フランジの前記ほぼ平坦な頂面上に配されていること、
を特徴とするもの。

40

【請求項 11】

請求項 1 ~ 請求項 10 の熱量計のいずれかにおいて、
前記縦長部材のそれぞれは、
上端および下端を有しており、
前記下端は、
前記冷却フランジの前記ほぼ平坦な頂面で終了すること、

50

を特徴とするもの。

【請求項 1 2】

請求項 1 ~ 請求項 1 1 の熱量計のいずれかにおいて、

前記炉ヒーターは、

前記測定チャンバーと前記熱抵抗器の間に設けられていること、

を特徴とするもの。

【請求項 1 3】

請求項 1 ~ 請求項 1 2 の熱量計のいずれかにおいて、

前記熱抵抗器は、

測定動作中にはひずみ、さらに、

10

前記熱抵抗器は、

周囲温度に戻ると、元の形状(nominal shape)に戻ること、

を特徴とするもの。

【請求項 1 4】

サンプルを収納する測定チャンバー、

前記測定チャンバーを加熱するための炉、

前記炉と冷却フランジとの間に配置される熱抵抗器であって、一連の縦長部材(longitudinal members)を備えた熱抵抗器、

を備えた差分走査熱量計であって、

前記冷却フランジは、

20

ほぼ平坦な頂面、底面、および外周を定義する側面を有するほぼ円筒形のディスクを備えており、また、

前記一連の縦長部材は、

前記頂面に対しほぼ垂直に配置されるとともに、前記冷却フランジの内周辺(inner periphery)に沿ってほぼ円形パターンを構成すること、

を特徴とするもの。

【請求項 1 5】

請求項 1 4 の熱量計のいずれかにおいて、

前記縦長部材は、

円形の断面を有すること、

30

を特徴とするもの。

【請求項 1 6】

請求項 1 4 の熱量計のいずれかにおいて、

前記縦長部材は、

四角形の断面を有すること、

を特徴とするもの。

【請求項 1 7】

請求項 1 4 ~ 請求項 1 6 の熱量計のいずれかにおいて、

前記熱抵抗器は、

約 0 . 2 から約 1 W / の範囲の熱伝導率を有すること、

40

を特徴とするもの。

【請求項 1 8】

請求項 1 4 ~ 請求項 1 7 の熱量計のいずれかにおいて、

前記縦長部材は、

上端および下端を有しており、

前記冷却フランジは、

ほぼ平坦な頂面を有し、

前記縦長部材の前記下端は、

隣接する前記縦長部材の各ペア間の距離がほぼ同じ距離になるよう間隔を空けて前記冷却フランジの前記ほぼ平坦な頂面上に配されていること、

50

を特徴とするもの。

【請求項 19】

測定チャンバーおよび炉ヒーターを有する炉アセンブリを冷却装置に連結するための取り付け具であって、

当該取り付け具は、

一連の縦長部材を有する熱抵抗器および前記冷却装置に熱を転移させるため、前記炉アセンブリに接続するよう構成されたフランジを備えており、

前記冷却フランジは、

頂面、底面、および外周を定義する側面を有するほぼ円筒形のディスクを有し、

前記縦長部材のそれぞれは、

上端および下端を有しており、

前記下端は、

前記頂面の内周辺(inner periphery)に沿って前記前記円筒ディスクの前記頂面に接続されること、

を特徴とするもの。

【請求項 20】

請求項 19 の取り付け具において、

前記熱抵抗器は、

測定動作中にはひずみ、さらに、周囲温度に戻ると、元の形状(nominal shape)に戻ること、

を特徴とするもの。

【請求項 21】

請求項 19 の取り付け具のいずれかにおいて、

前記熱抵抗器は、

約 0.2 から約 1 W / の範囲の熱伝導率を有すること、

を特徴とするもの。

【請求項 22】

請求項 19 の取り付け具において、

前記フランジは、

ほぼ平坦な前記頂面を有し、

前記縦長部材の前記下端は、

隣接する前記縦長部材の各ペア間の距離がほぼ同じ距離になるよう間隔を空けて前記冷却フランジの前記ほぼ平坦な頂面上に配されていること、

を特徴とするもの。

【請求項 23】

測定チャンバーおよび炉ヒーターを有する炉アセンブリを冷却装置に連結するための取り付け具であって、

当該取り付け具は、

一連の縦長部材を有する熱抵抗器および前記冷却装置に熱を転移させるため、前記炉アセンブリに接続するよう構成されたフランジを備えており、

前記フランジは、

前記取り付け具を前記冷却装置に連結する手段を備え、

前記フランジは、

ほぼ平坦な頂面、底面、および外周を定義する側面を有するほぼ円筒形のディスクを備えており、また、

前記一連の縦長部材は、

前記頂面に対しほぼ垂直に配置されるとともに、前記フランジの内周辺(inner periphery)に沿ってほぼ円形パターンを構成すること、

を特徴とするもの。

【請求項 24】

10

20

30

40

50

請求項 2 3 の取り付け具であって、
前記縦長部材は、さらに、
上端および下端を有しており、
前記縦長部材の前記下端は、
隣接する前記縦長部材の各ペア間の距離がほぼ同じ距離になるよう間隔を空けて前記フランジの前記ほぼ平坦な頂面上に配されていること、
を特徴とするもの。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する分野】

10

本発明は、差分熱分析および差分走査熱量測定装置の分野に関するものである。

【0002】

【発明の背景】

一般に、物体を異なった温度域にさらすことによりその物性を測定するための熱量測定技術を差分熱分析 (D T A) と呼ぶ。 D T A は、相変化、ガラス転移 (glass transitions) 、重合 / 解重合 (polymerization / depolymerization) 、結晶化、軟化、昇華 (sublimation) 、乾燥 (dehydration) 、分解 (decomposition) 、酸化、キュア kinetics (cure kinetics) 等に関連するパラメーターを測定するため用いられる。差分走査熱量計 (D S C) は、温度、および、エネルギー発散およびエネルギー吸収 (発熱および吸熱のそれぞれ) を伴う熱流を測定する。 D S C は、学術機関、政府機関および民間の機関における研究、ならびに、品質管理および生産の目的で広く用いられている。

20

【0003】

以下で DSC を例にして説明するが、この説明は D T A にも当てはまることが理解されよう。

【0004】

通常、 D S C 測定装置は、その上に被測定物 (前記 " サンプル ") が載置されるセンサーセンブリーを含む加熱測定チャンバー、前記測定ヒーターを加熱する炉ヒーター、および、冷却装置、の基本部品を備えている。前記冷却装置は、前記炉ヒーターのためのヒートシンクとして機能する。測定チャンバー内の温度が上昇又は下降するような場合にもこの冷却装置を使用することができる。

30

【0005】

また、一般的 D S C 測定装置は、測定チャンバー内の温度をプログラムされた温度プロファイルに合致させるよう炉ヒーター / 冷却装置を制御する制御回路も備えている。さらに、測定値を表示させるため、 D S C 測定装置にプリンタ又はビデオスクリーン又はプロッター等の出力手段を備えててもよい。かかる測定結果は、絶対温度 対 温度差、又は、熱流 (例えば、グラム当たりのワット数) 対

絶対温度を示す曲線として表すことができる。

【0006】

従来の D S C 分析において、測定チャンバーは、プログラムされた温度プロファイルにさらされる関連サンプルおよび基準物を保持する。基準物は、一般に、関連するプロファイルをよりも不活性なものであるか、そうでなければ、あまり解明されていないものである。

40

【0007】

通常、 D S C 分析は、実際に基準物を用いることはないので、基準物保持皿は空のままである。

【0008】

サンプルおよび基準物は、サンプル位置温度検出器および基準物位置温度検出器を備えた D S C センサーセンブリー上に載置される。これら 2 の温度検出器は、通常、サンプル位置と基準物位置間の温度差が直接測定できるよう構成される。リーディング等による米国特許番号 5, 224, 775 ('775 特許) の図 1 b には、基本的な D S C 装置が示されている。ストーンによる米国特許番号 3, 456, 490 ('490 特許) の図 1 には、

50

基本的な D S C 装置の他の構成が示されている。

【 0 0 0 9 】

動作中、炉ヒーターおよび / または冷却装置は、プログラムされた温度プロフィールに従うよう制御される。サンプルおよび基準物間の温度差 T (すなわち流入又は流出する熱流) は、測定されたサンプル温度関数として算出される。サンプルの特性や性質をより深く理解するため、サンプルが相変化したり化学反応した時などの温度差 T の急激な変化などの結果を観察した。

【 0 0 1 0 】

かかる熱分析技術には、圧力示差走査熱量計 (P D S C) 、圧力示差熱分析計 (P D T A) 、フォトカルロリメトリー (D P C) 、および圧力示差フォトカルロリメトリー等の他の態様もある。後に説明する本発明は、本技術分野で良く知られたこれらの態様にも用いることが可能である。

10

【 0 0 1 1 】

ただちに理解されるであろうが、温度プロフィール範囲、冷却および加熱レート (測定チャンバーをどのくらい早く冷却又は加熱できるのか) 、精度、精密さ等に関して、許容できる属性の組み合わせを提供する D S C 装置を設計するのは、非常に困難である (significant challenge) 。' 775 特許に開示された熱量計の用の温度プロフィールは、例えば、最低 - 150 から最高 + 725 までの範囲を取ることができ、米国特許出願番号 09 / 643 、 870 及び 09 / 643 、 869 の一部継続出願である 2001 年 1 月 24 日出願の米国特許出願番号 09 / 767 、 903 に開示された熱量計用の温度プロフィールは、最低 - 200 から最高 + 725 までの範囲を取ることができる。従来の D S C 装置は、前記属性間において、好ましくない背反関係を伴う場合がある。

20

【 0 0 1 2 】

従来の装置は、他の欠点も有している。例えば、サンプルと基準物を同じ温度刺激 (thermal stimulus) にさらすよう測定チャンバーの温度を均一に保つことが好ましい。さらに、従来技術による設計では、測定チャンバー内の温度変化又は温度傾斜の影響を受けやすい。このような不均一な温度を、信号処理により補償できるよう予測し / 測定することは困難である。したがって、かかる現象によって、測定エラーを生じてさせる。

【 0 0 1 3 】

従来の設計において、高い冷却レートと温度の均一性との間で許容できるバランスを取ることも困難であった。例えば、このような設計においては、冷却レートを高くすることができるが、温度均一性を犠牲にしがちである。

30

【 0 0 1 4 】

最後に、従来の設計は、用途に応じて D S C 装置を変更するために、部品を容易かつ迅速に交換することができるモジュラー構造に直ちに寄与するものではない。従来の構造が、部品のモジュラー的な交換 (第 1 タイプの冷却装置を第 2 タイプの冷却装置に交換する等) を物理的に許容する場合でも、従来構造の元々の設計特性によって、かかるモジュール性の利点が著しく制限される。例えば、 D S C ユニットは、周囲の温度よりも高い “ 高温 ” 測定中にヒートシンクを提供するため “ 冷却フィン ” 装置を測定チャンバー / 炉ヒーターへ連結させてもよい。かかる用途は、次に、周囲の温度よりもほぼ低い “ 低温 ” 測定が所望されるよう変更される。従来の設計は、冷却フィン装置を高出力の “ 液冷式熱交換機 ” に交換することを物理的に可能としてもよい。しかし、従来の設計の特性 (例えば、非常に効率の悪い熱伝達経路) によっては、より効率的な冷却システムをもってしても所望の低温動作を行い得ない。

40

【 0 0 1 5 】

【 発明の要約 】

従来技術におけるこれらの欠点又は不利益を克服し、本発明の目的に基づいて具現化するとともに、概説するため、本発明のある実施形態は、炉ブロックアセンブリ (" D S C セル " と呼ばれることもあり、その上にサンプルおよび基準物が載置される D S C センサーを内蔵する測定チャンバーを加熱する炉ヒーターを有する) を様々な冷却装置に連結する

50

DSC連結アセンブリを備えている。かかるDSC連結アセンブリは、冷却フランジに取り付けられた、分散熱抵抗器(distributed thermal resistor)を備えている。

【0016】

この分散熱抵抗器は、高温および低温にわたる様々な温度領域において実験が行えるよう炉ヒーターと冷却フランジ間の熱流を適度に調整することのできる熱特性を有している。分散熱抵抗器は、永久的な変形を生じさせることなく、動作中の炉アセンブリおよび冷却フランジの相対運動(膨張と収縮)にともなって生じる機械ひずみに対する耐性を有する、という機械的特性を有している。

【0017】

DSC連結アセンブリの冷却フランジは、熱抵抗器に連結されている。かかる冷却フランジは、熱抵抗器を介して均等で効率的な熱流を可能にするとともに、熱伝導を適度に調整するという熱特性を有する。また、冷却フランジは、様々な冷却装置との結合が容易にできる標準的な形状を有する、という機械的特性を有している。選択された冷却装置を前記冷却フランジに取り付ける場合、測定チャンバーと冷却装置間の物理的な接触ならびに熱流路は十分に定義されていて再現性があるものとなる。

10

【0018】

本発明のDSC連結アセンブリは、多くの利点を有する。熱抵抗器を介して熱流が分散され、調整されるので、多岐にわたる温度領域において実験を行うための様々な冷却装置を用いることが可能となる。かかる熱抵抗器の構造により、動作ストレスによって永久変形を生じさせず、弾性を有するとともに寿命の長い連結アセンブリを提供することが可能となる。熱抵抗器を介した効率的かつ均等な熱流により、所望の冷却および加熱レートを達成するとともに、測定チャンバー内の温度均一性を最大にすることができる。また、かかる特性によって、広範囲な温度領域においてDSC連結アセンブリを用いることが可能となる。また、かかる冷却フランジの構造によって、選択された冷却装置を測定チャンバーからの好ましくない熱流を最小化するような方法で取り付けを行うことができる、という利点も有する。さらに、熱抵抗器によって、前記炉ヒーターから前記冷却フランジに、十分に定義された(well defined)熱転移経路を提供することができる。

20

【0019】

のことから、本発明の目的は、十分に定義されていて再現性がある熱転移を行い得るDSC連結アセンブリを提供することにある。

30

【0020】

また、本発明の他の目的は、従来技術で達成されたものよりも急峻な加熱および冷却レートを用いた広範囲に渡る温度領域での使用が可能なDSC連結アセンブリを提供することにある。

【0021】

さらに、本発明の他の目的は、温度均一性が改良されたDSC連結アセンブリを提供することにある。

【0022】

本発明の好ましい実施形態の目的は、容易に交換可能な複数の冷却装置を用いて効率的な動作を行うことのできるモジュラー構造を有するDSC連結アセンブリを提供することにある。

40

【0023】

本発明に関する上述およびその他の目的は、以下の発明の説明の欄、付加された図面ならびに添付のクレームにおいて詳細に説明される。

【0024】

【発明の説明】

図1は、様々な冷却装置に直ちに取り付けることのできる、代表的なDSCアセンブリ50の正面斜視図である。DSCアセンブリ50は、基本的な部品から構成された炉プロックアセンブリ1、およびDSC連結アセンブリ19を備えている。本発明のDSC連結アセンブリ19は、広範囲に渡る温度領域において効率的で効果的な測定を行うため、炉ブ

50

ロックアセンブリ 1 と様々な冷却装置との連結を可能にする。炉ブロックアセンブリ 1 は、例示のためのものであり、当業者であれば、異なるデザインの炉ブロックを D S C 連結アセンブリ 1 9 に連結させてもよいことを理解するであろう。

【 0 0 2 5 】

図 1 に示すように、D S C アセンブリ 5 0 の基本的な部品は、炉ブロックアセンブリ 1 および熱抵抗器 9 および冷却フランジ 1 0 を備える D S C 連結アセンブリ 1 9 である。また、図 1 は、リード線 1 4 、 1 5 、 1 6 およびガス抜き管 1 7 を示している。図 1 の D S C アセンブリ 5 0 は、冷却フランジ 1 0 において選択された冷却装置と連結させることができる。

【 0 0 2 6 】

炉ブロックアセンブリ 1 は、測定対象であるサンプル及び基準物を載置するととともに、測定の過程で熱的刺激(thermal stimulation)をもたらす D S C センサ 2 2 を内蔵(図 2 に示す)している。熱抵抗器 9 は、炉ブロックアセンブリ 1 から冷却フランジ 1 へ、さらに冷却装置(図示せず)に至る熱伝導経路を提供する。冷却フランジ 1 0 は、炉ブロックアセンブリ 1 から伝達された熱を受け、それを、冷却フランジ 1 0 の表面 1 2 と連結する冷却装置に伝達する。また、冷却フランジ 1 0 は、D S C アセンブリ 5 0 および交換可能な冷却装置との間で、信頼性が高く、標準的な物理的インターフェースを提供する。

10

【 0 0 2 7 】

炉ブロックアセンブリ 1 は、測定チャンバー 2 および炉ヒーター 3 を備えている。サンプルおよび基準物を保持する測定チャンバー 2 は、ほぼ円筒状の本体を有しており、その本体は、ハンドル 5 を有するカバー 4 によって覆われている。測定チャンバー 2 は、サンプルおよび基準物を内蔵する。動作が行われると、炉ヒーター 3 は、サンプルおよび基準物を熱するため(基準物が用いられている場合)に測定チャンバー 2 を加熱する。ほぼ円筒状の炉ヒーター 3 は、その周囲に電気抵抗を有する一連の巻き線であってセメント 6 に固定されるもの(図示せず)を備えている。装置の動作範囲に基づき、セメント 6 を選択することが出来る。例えば、高温での動作を行うには、セラミック製のセメントが好ましい。電流が印加されると、巻き線により熱が発せられ、これが炉ヒーター 3 から測定チャンバー 2 に伝えられる。

20

【 0 0 2 8 】

上述のように、炉ブロックアセンブリ 1 は、実際に設けようとする炉ブロックアセンブリの代表的なものであるが、それは、D S C 連結アセンブリ 1 9 が与えられた炉ブロックアセンブリと、選ばれた冷却装置とをどのようにして一体化させができるかを説明する場合の一例にすぎない。当業者であれば、炉ブロックアセンブリ(又はその部品)と冷却装置との間に十分に定義されていて再現性のある熱交換特性を有している限り、他の炉ブロックアセンブリを採用することも可能であることを直ちに理解するであろう。

30

【 0 0 2 9 】

図 2 は、図 1 のアセンブリの切り欠き図である。サンプルと基準物を挿入する場合、内カバー 3 2 を取り外す。外カバー 4 は、内カバー 3 2 を外の環境から隔離するためのものである。サンプルおよび基準物は、熱流に変換される温度差分を測定する温度検出器を備えた D S C センサ 2 2 上に置かれた皿の中の位置 2 3 および 2 4 に載置される。温度検出器は、例えば、熱電対であってもよい。熱電対の例としては、E タイプのクロメル-コンスタンタン熱電対(Type E chromel-constantan thermocouples)がある。他の温度検出器には、プラチナ抵抗の熱電対(platinum resistance thermometers)を含むようにしてよい。

40

【 0 0 3 0 】

図 2 を参照すると、巻き線は、上方フランジ 2 7 と下方フランジ 2 6 の間の薄壁円筒部 2 5 に対してスプール状に取り付けられている。かかる加熱構造は、例示のためのものであり、炉ヒーター 3 を加熱する他の構成を用いることもできる。巻き線に代えて、例えば、加熱片(heating strips)又は他のタイプの加熱素子を用いることもできる。

【 0 0 3 1 】

50

さらに、図1を参照すると、炉ブロックアセンブリ1は、銀等の耐腐食性を有する熱伝導率の高い物質で構成された一体構造であることが好ましい。かかる一体構造と高い熱伝導率により、測定チャンバー2にわたって均等な熱分布を提供することが出来る。温度勾配および温度を不均等にする他の要素は、正確かつ精度の高い測定を阻害することになる。例えば、これらによりサンプルおよび基準物は、別々の温度にさらされることになる。炉ブロックアセンブリ1に一体構造を用いることは、単なる例示にすぎない。所望の熱伝導性／均等性を実現することができ、炉ブロックアセンブリ全体が確実にDSC連結アセンブリ19に連結できるのであれば、2ピース構造又は他の構造を用いるようにしてもよい。

【0032】

10

熱抵抗器9は、炉ヒーター3と冷却フランジ10との間に十分に定義された熱経路を提供する。周囲温度よりも高い高温テスト中、熱抵抗器9は、冷却フランジ10を介してヒートシンクへの経路を提供する。しかし、熱抵抗器9は、所望の最高温度又は所望の加熱レートに達することが出来なくなるような、冷却負荷(cooling load)を炉ヒーター上に設けることはない。さらに、熱抵抗器9は、動作中に炉ヒーター3および冷却フランジ10が経験する膨張および収縮の差分によって生じる機械的ストレスに耐えるよう設計されている。したがって、破壊および永久的な変形を生じさせることなく前記ストレスに耐えうるような永久熱抵抗器9の素材および構造が選択される。

【0033】

20

さらに図1を参照すると、ある実施形態において、熱抵抗器9は、1から5/W(ワット毎の摂氏温度)の範囲の熱抵抗を有するよう設計されているが、約3/Wであることが好ましい。この値により、効率よく広い温度プロフィール範囲が達成可能となるよう、DSC連結アセンブリ19を様々な冷却装置とともに用いることが可能となる。例えば、当該値は、周囲温度より高い動作中にフィン付冷却装置を用いて例示した炉ブロックアセンブリ1を適切に冷却するのに十分高い値である。他方、他の冷却装置を用いた周囲温度よりも低い動作が望まれる場合、約3/Wという値は十分に高いとはいえないで、当該冷却装置に過分な負荷がかかるか、あるいは、炉3からの熱転移が発生するので、炉3は、十分な出力がでない(すなわち、所望の温度および加熱レートを達成するのに十分な出力を作り出すことができない)。

【0034】

30

所望の熱伝導性に加え、熱抵抗器9は、抗酸性および耐腐食性のみならず機械的強度および復元力(弾性)をも兼ね備えなければならない。かかる特性により、熱抵抗器9の動作寿命を長することができます。

【0035】

例えば、熱抵抗器9は、許容できる熱伝導性、機械的強度、抗酸性および耐腐食性の組み合わせを提供するニッケル合金201等のニッケル合金を用いて構成することができる。所望の温度範囲に適しており、十分な機械的特性を有するのであれば、他の金属および/又は合金を用いてもよい。

【0036】

40

ここで、熱抵抗器9の構造に目を移すと、ある実施形態において、熱抵抗器9は、炉ヒーター3と冷却フランジ10との間に配された一連の薄部材(thin emmber)31を備えている。この薄部材31の長さおよび厚みは、伸び差(differential expansion)によって生じるひずみが素材の弾性動作範囲(elastic operating range)内に収まるよう決定される。これにより、時間の経過に伴って塑性ひずみが蓄積することによって薄部材31が変形するおそれがある。

【0037】

ある実施形態において、薄部材31は、直径が約1000分の25から75インチ(0.025インチから0.075インチ)の一連の円筒ロッドであるが、約1000分の50(0.050インチ)の直径のものが好ましい。この例示実施形態において、円筒ロッドの長さは、0.4から1.0インチの範囲であり、約0.7インチであることが好ましい

50

。

【 0 0 3 8 】

薄部材 3 1 は、その断面が四角形であってもよく、三角形の断面でも、六角形の断面でも、又は、他の形状の断面ものであってもよい。しかし、生産性 / コスト面を考慮すると、円筒形状の断面のものを使用することが好ましい。

【 0 0 3 9 】

長さ及び直径に関し、特定の値（四角形、三角形、および他の断面形状の寸法）を選択することは、所望の熱抵抗（例えば、 $3 / W$ ）および機械的弾性（例えば、- 2 0 0 から + 7 2 5 の温度範囲で永久的な変形を生じさせない）の両方に関する関数を選択することに相当する。薄部材 3 1 の関連する寸法を理論式、コンピュータシミュレーション、又は実証試験(empirical tests)を用いて変更することにより、かかる設計目標値を評価することができる。10

【 0 0 4 0 】

ここで、冷却フランジ 1 0 および炉ヒーター 3 の構成を参照すると、薄部材 3 1 の長手方向の軸は、冷却フランジ 1 0 の頂面 1 2 および炉ヒーター 3 の底面に対してほぼ垂直となっている。薄部材 3 1 の上端および下端は、ろう付け(brazing)によって、それぞれ炉ヒーター 3 および冷却フランジ 1 0 に連結されているが、他の接続技術を用いるようにしてもよい。

【 0 0 4 1 】

図 1 に示すように、熱抵抗器 9 を有する一連の薄部材 3 1 は、前記冷却フランジ 1 0 の内周面又は内周辺に沿って均等な温度を維持するため、前記冷却フランジ 1 0 の頂面 1 2 上に等間隔に配されているが、他の間隔パターン（四角形、三角形、六角形等）を用いるようにしてもよい。ほぼ均等な間隔にする利点の一つとしては、熱抵抗器 9 を介して発せられた熱がほぼ均等に冷却フランジ 1 0 に伝達されることが挙げられる。このような比較的均等な熱転移が行われることにより、測定チャンバー 2 内で熱傾斜および温度の不均一が生じるおそれを低下させることができる。20

【 0 0 4 2 】

ほぼ均等な間隔にする他の利点としては、図 1 に示したように、薄部材 3 1 を円筒状に配置することにより、全体の構造が堅固なものとなることが挙げられる。薄部材 3 1 によって定義されるほぼ円筒の配置は、測定動作中の伸縮を十分に吸収するとともに、その後、元の形状に戻る柔軟性を有している。永久的な変形を生じさせることなく動作ストレスを吸収するため、薄部材 3 1 の配置を、ほぼ四角形、三角形、六角形、又はその他の形状にしてもよい。30

【 0 0 4 3 】

図 2 は、薄部材 3 1 を備えた熱抵抗器 9 の切り欠き図である。図 1 又は図 2 に表されてはいないが、熱抵抗器 9 を他の構造にすることによっても、一連の薄部材 3 1 に代えて隣接する円筒状の薄壁(thin-walled cylinder)を定義できることに、注意されたい。かかる円筒状の薄壁は、図 1 及び図 2 に示された薄部材の配列によって定義されたものと同様に、前記冷却フランジ 1 0 の頂面 1 2 上に内周面を定義することが出来る。円筒状の薄壁の壁の厚さは、約 1 0 0 0 分の 5 から 5 0 インチ(0.005 インチから 0.05 インチ)の範囲であり、円筒の直径は、1 から 1.5 インチである。また、円筒薄壁の高さは、最低で 0.4 から 1.0 インチの範囲である。一般に、前者がよりよいストレス吸収性および復元性を提供するので、円筒薄壁よりも一連部材のほうが好ましい。40

【 0 0 4 4 】

図 1 に戻ると、冷却フランジ 1 0 は、熱抵抗器 9 と冷却装置を物理的に接続させる。図 1 に示す D S C アセンブリ 5 0 のデザインにより、広範囲の用途（高温プロフィール、低温プロフィール、高速加熱および冷却等）への使用が可能となるので、作業者は、用途に応じて様々な冷却装置を冷却フランジ 1 0 に取り付けることができる。その全てを網羅したわけではないが、冷却フランジ 1 0 に接続可能な冷却装置としては、冷却フィン装置（自然又は強制対流）、液冷式熱交換器、ガス冷式熱交換器、および液 - ガス相変化熱交換器50

(change of phase liquid-gas heat exchangers)（開ループ又は閉ループ）が含まれるが、他のタイプの冷却装置を用いることもできる。

【0045】

ある実施形態において、冷却フランジ10は、頂面12、底面13、および、外周辺を定義する側面11を有するほぼ円筒の円盤形状である。冷却フランジ10は、冷却装置と接続するよう構成されており、その一端には、頂面12および側面11に対応する形状の開口部を有している。図1には示されていないが、かかる冷却装置は、通常、自身を炉プロックアセンブリ1の上でスライド移動させることを可能にする開口を有する円筒形に形成されている。かかる開口は、側面11（冷却装置を所定の場所に保持するため）および頂面12（熱転移および垂直方向の支持のため）の相互に嵌合する。したがって、冷却フランジ10から冷却装置への熱転移は、ほぼ均等に行われ、この場合の主な熱転移経路は、頂面12から（側面11からよりも）冷却装置である。10

【0046】

本発明の趣旨および範囲を逸脱することなく、特定の実施形態に基づいて冷却フランジ10の詳細部分のいくつかを変更することもできる。図1においては、冷却フランジ10に、構造全体を支持する支持脚部材（図示せず）を保持する支持穴8が設けられている。ベースサポートへ伸張するかかる支持脚部材は、ステンレス等の熱伝導率の低い管又はロッドであることが好ましい。この低熱伝導率の脚部材は、当該脚を介して冷却フランジ10に流入する熱を最小にする。なお、図1は、冷却フランジ10の温度を監視する温度検出器を底面13に取り付けるための取り付け穴18をも示している。20

【0047】

冷却フランジ10は、炉ヒーター3（熱源）を冷却装置（ヒートシンク）に熱的に結合するよう設計されている。したがって、冷却フランジ10は、高い熱伝導性を有するとともに、ある程度の高温および低温において弾性を有していなければならない。また、冷却フランジ10は、その熱交換機能を損なう酸化又は腐食に対する耐性を有していなければならない。上述の課題にちょうどよい妥協点を提供するニッケル合金201等のニッケル合金によって冷却フランジ10を構成してもよいことが判った。例示した冷却フランジ10の寸法には、頂面に沿った直径、約2.37インチ、および側面に沿った厚み、約0.375インチも含まれている。30

【0048】

図2に冷却フランジ10の切り欠き図を示す。本実施形態において、底面13は、厚み29に対し、さら穴状(countersunk)に形成される。また、本実施形態において、底面13の前記さら穴の直径は、その周間に薄部材31が配される頂面12の穴よりもやや大きい。したがって、幅28は、幅30よりもやや狭い程度である。図3に示すように、これにより、薄部材31の下端を厚み29の上で終了させることができる。本実施形態において、底面13における穴と頂面12における穴の直径の差は、薄部材31の直径よりも大きい。40

【0049】

図1および図3の例示実施形態のDSCアセンブリ50に示すように、このアセンブリの底面からリード線14、15、16が突出している。ある実施形態において、リード線14は、炉ヒーター3のヒーターコイルに電力を供給するためのヒーターのリード線である。また、リード線15は、炉プロックアセンブリ1内に位置する温度過昇検出センサ(vertemperature sensor)に接続されている。さらに、リード線16は、測定チャンバー2内の熱電対センサにも接続されている。最後に、ガス抜き管17は、測定チャンバー20のガスを排出する。50

【0050】

図4は、本発明の動作環境を示す機能ブロック図である。DSCアセンブリ40は、図1のアセンブリ50と同様のものであり、所望の用途に適した交換可能な冷却装置46と接続されている。前述のように、冷却装置46として、冷却フィン装置、液冷式熱交換器、ガス冷式熱交換器、および相変化熱交換器等を用いるようにしてもよい。DSCアセンブ

リ 4 0 が冷却装置に取り付けられると、ヒーターパワー制御 4 7 がヒーターに電力を供給し、冷却制御器 4 8 が冷却装置 4 6 を動作させる。例えば、冷却装置 4 6 が自然対流式の冷却フィンの場合、交換可能な冷却装置 4 6 に関する制御条件はもちろん存在しない。

【 0 0 5 1 】

制御処理モジュール 4 4 は、温度プロフィール入力に従うよう D S C アセンブリ 4 0 を動作させる制御処理回路を備えている。かかる制御処理モジュール 4 4 は、信号増幅及び A / D 変換モジュール 4 9 から熱 / 温度測定値を受けとるとともに、プログラムされた温度プロフィールに従うようヒーターパワー制御 4 7 を調整する。理論上、制御処理モジュール 4 4 は、温度制御プロセスの一部として冷却制御器 4 8 に冷却負荷(cooling load)を変更するよう要求することが出来る。しかし、通常の場合、ヒーターパワーを唯一の出力制御パラメーターにすることがより効率的であることが判ったので、制御処理モジュール 4 4 により冷却制御器 4 8 が制御されることはない。D S C アセンブリ 4 0 からの温度センサ出力は、信号増幅及び A / D 変換モジュール 4 9 により増幅され、デジタルフォーマットに変換され、制御処理モジュール 4 4 (測定値を更に処理し、これらをコンピュータ画面上、プロッター又はハードコピープリンターからグラフ等として出力するためフォーマットすることもできる) によって読み取られる。10

【 0 0 5 2 】

当業者であれば、図 4 のブロックは、機能を表したものにすぎず、特定の機能については組み合わせたり、または、更に分割することができる事を、直ちに認識するであろう。例えば、制御処理モジュール 4 4 、ヒーターパワー制御 4 7 および信号増幅及び A / D 変換モジュール 4 9 の動作は、1 のプログラムされた、又は、特別なアプリケーションコンピューターによって実行することが可能である。20

【 0 0 5 3 】

ほぼ円筒の冷却フランジに結合された配置薄部材の熱抵抗器を用いた改良 D S C アセンブリに関して説明したが、当業者にとって、かかる構造を介して多くの利点が生じることは明らかであろう。このデザインは、それ自身の熱流特性の範囲で丈夫であり、その形状により多くの冷却装置を用いることが出来る。ユーザーは、特定のテスト条件に応じ、ある冷却装置を容易に他の冷却装置と交換することができる。

【 0 0 5 4 】

他の利点としては、正確かつ精度の高い測定を行うため、配置薄部材が、均一で再現性の高い冷却動作を提供できることにある。更に、熱抵抗器の物理的構造は、ヒーターの膨張と冷却フランジの収縮が同時に起こってもそれらに耐え得る頑丈さを有している。しかも、熱抵抗器は、弾力性に富み、かかる機械的ストレスが加わって後でも元の形状に戻るという利点がある。30

【 0 0 5 5 】

熱ヒーターを測定チャンバーと冷却装置の間に位置させたことも、本発明における他の利点である。かかる配置によって、ヒートシンク(冷却フランジ / 冷却装置)に向かって流れる熱が、測定チャンバーに向かわないので、温度の不均性という問題が大きく緩和される。

【 0 0 5 6 】

要するに、デザイン全体の信頼性の高さによって、広範囲にわたる熱プロフィール、高加熱と高冷却レート、低騒音かつ低消費電力の D S C 測定、が可能となるとともに他の利点や利益も存在する。40

【 0 0 5 7 】

ここではシステムおよび方法の実施形態について説明がなされたが、上述の記載は説明をその目的とすることから、本発明を完全に理解させるため、詳細について多くの特定がなされていた。しかし、当業者であれば、かかる特定事項なしでも本発明の実施が可能であることを理解するであろう。また、前記詳細な説明において、本発明は、特例の例示実施形態を参照して説明された。かかる特定の実施形態は、単なる例示にすぎず、したがって、明細書および図面は、制限的ではなく例示目的であると理解されたい。50

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の好ましい実施形態の傾斜正面図である。

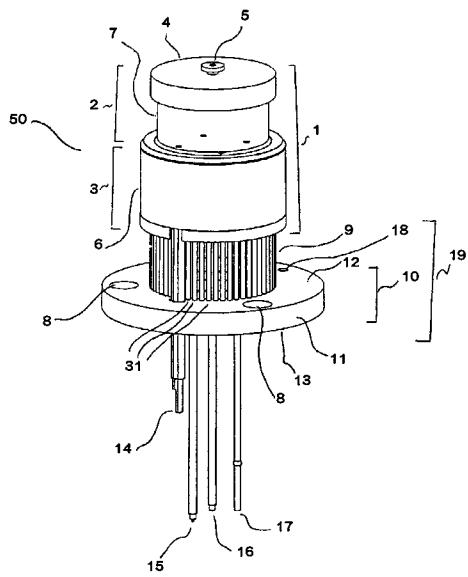
【図2】本発明の好ましい実施形態の回転切り欠け図である。

【図3】本発明の好ましい実施形態の傾斜底面図である。

【図4】本発明の好ましい実施形態の動作環境を示す機能ブロック図である。

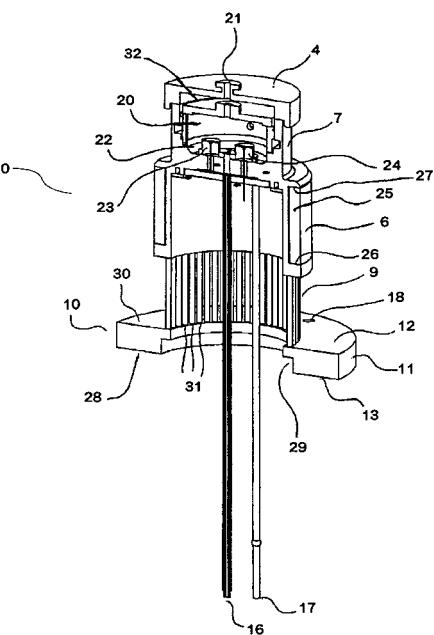
【図1】

FIG.1



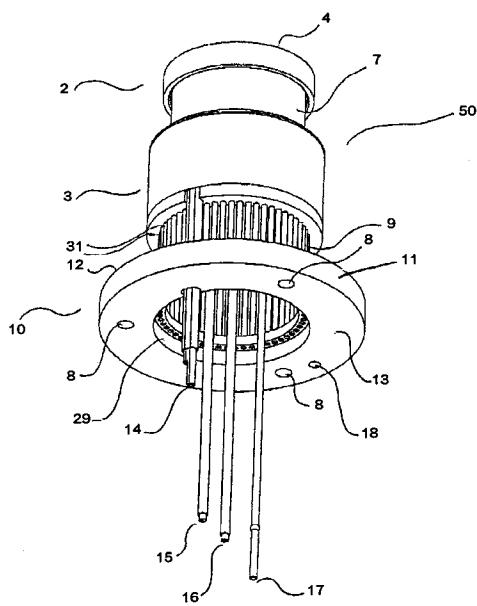
【図2】

FIG.2



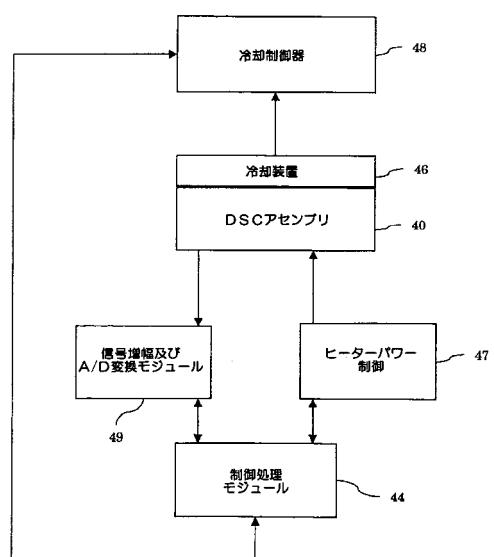
【図3】

FIG.3



【図4】

FIG.4



フロントページの続き

(74)代理人 100101546

弁理士 眞島 宏明

(74)代理人 100120824

弁理士 鶴本 祥文

(72)発明者 ロバート・エル・・ダンレイ

アメリカ合衆国 ニュージャージー州 08107, コリングスウッド, ハリソン アヴェニュー
450

(72)発明者 ジョン・ダヴリュー・シェーファー

アメリカ合衆国 デラウェア州 19809, ウィルミントン, ハイネス アヴェニュー 121
4

審査官 森 竜介

(56)参考文献 米国特許第06021845(US, A)

特開2000-334365(JP, A)

特開平10-132770(JP, A)

特開平07-167809(JP, A)

特開昭61-058891(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 25/00 ~ 25/72