

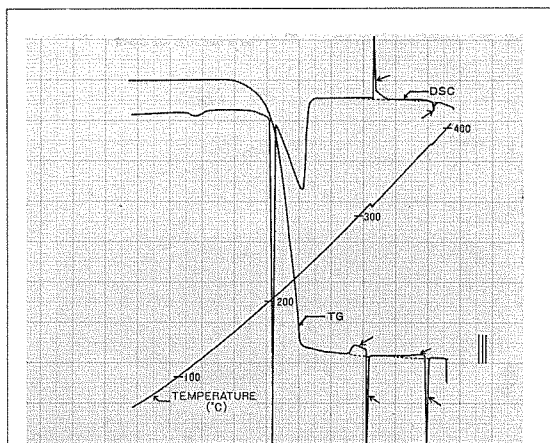


Fig.12 An example of spurious peaks(indicated by arrows) on TG-DSC curves. This phenomenon is caused by the reason that the narrow exhaust pipe is stopped up by the condensation of gas generated from the sample, on the pipe wall, and is forced open by the pressure rise of flow gas at higher temperature.

## 6. おわりに

以上、測定ふん囲気に関して注意すべき点を中心に、現状と、具体的な選択の方法について述べた。このことが今後の熱測定に少しでも役立てば幸いである。

### 参 考 文 献

- (1) 桃田道彦：理学電機ジャーナル 9 (1978), 23.
- (2) 大塚良平：熱測定 2 (1975), 79.
- (3) 三田達(神戸博太郎編)：“熱分析”  
講談社(1975), 268.

## 新製品

### X線構造解析システムRASAシリーズ

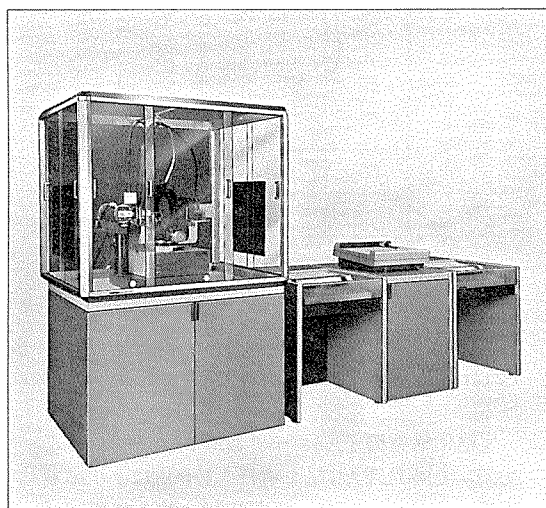
最近、単結晶の構造を知りたいという要求が、化学関係の研究者の間でも強くなって来ております。しかし、今までのシステムでは、次のような障害があり、十分に普及し得なかったと考えられる。

第一に、4軸形自動X線回折装置の操作が、やや複雑である。第二に、結晶に対する専門的な知識が、要求される。第三に、構造決定の為のデータ処理に、大形コンピュータが必要であり、自分の手元で自由に使える小形計算機に適したソフトウェアがない。

これらの障害を乗り越えるべく、新しく、X線構造解析システムを開発した。まず、4軸形自動X線回折装置においては、安価で、使い易いソフトウェアを持ち、測定の自動化を目標として、設計されている。

単結晶の測定は、長時間の連続運転が必要な為、極度に高い信頼性が必要とされるが、新製品では、さらに、全体を簡素化し、信頼性を上げる工夫が、行なわれている。特に、計算機とのインタフェース部分には、マイクロプロセッサを多数個使用し、ファームウェア化と、LSI化による信頼性を一段と高めた。

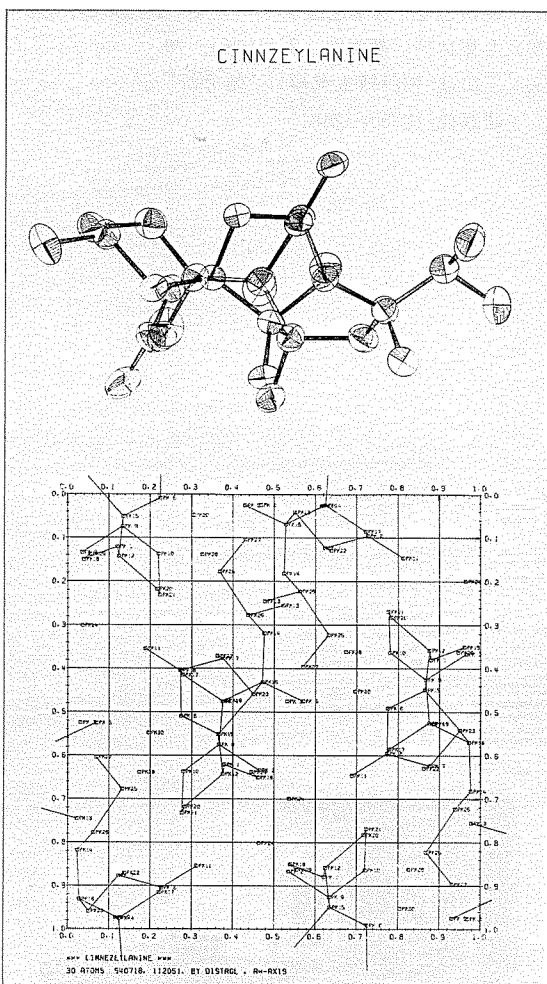
構造解析プログラムは、全て、大形計算機用に開発



され、すでに多くの使用実績を持っているプログラムをもとにして、その機能を損なうことなく、小形計算機用にプログラムコンバートしたものである。すなわち、MULTAN-74、自動ピークサーチ法、X-Yプロットによる図法で結晶構造の図示等、最新の解析手段を採用しています。

自動測定されてデータは、標準システムでは、フロッピーディスクに入り、構造解析プログラムで、処理

されます。原子数が、120個以下の結晶に対して、直接法、重原子法の解析プログラムが用意されています。データのファイル化、前処理、構造の決定および精密化、X-Yプロッタへの分子模型の作図へと、プログラムが流れて、構造解析が行なわれる。



#### 試料

Cinnzeylanine  $C_{22}H_{34}O_8$   $M=426.51$   
 $P2_12_12_1$ ,  $a=12.195$ ,  $b=13.476$ ,  $c=12.891$

規格化構造因子E<sub>o</sub>データ数371ヶ、位相関係式2000ヶでMULTAN74を実行しE合成により26ヶの原子が見つかった。所要時間 約4時間

2770ヶのF<sub>o</sub>データでF<sub>o</sub>合成を行いH原子を除く全原子30ヶの位置を求め、最小2乗法により原子位置を精密化したのちORTEPにより作図した。所要時間 約3時間

以上の解析に必要な回析データは東工大・笹田教授の提供によるもので笹田教授の解析結果と全く同一の結果をうる事が出来た。

## プログラム温度コントローラ PTC-10A

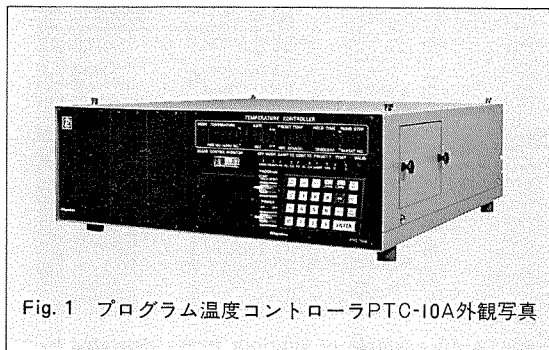


Fig. 1 プログラム温度コントローラPTC-10A外観写真

熱分析装置は温度変化に対する試料の物理変化、化学変化および機械的変化などを測定するためのものであり、試料まわりとその検出回路部および温度コントローラ部からなっており、他の分析機器と同じように、測定の高精度化、多機能化および操作の簡便性などが要求されている。プログラム温度コントローラPTC-10Aはこれら市場の要求に答えるべく、高い制御精度、多彩なプログラムパターンが得られることおよび操作性に重点を置いて設計、製作されたものである。Fig. 1に装置の外観を示した。また、この装置は熱分析以外の一般の電気炉に使用しても便利である。

以下に主な特長を列記する。

- (1)、59個の単位プログラムのメモリが可能であり、それを用いて10通りのプログラムパターンをメモリすることができる。使用者は必要に応じて任意のプログラムを呼び出し使用できる。
- (2)、プログラムパターンは使用者により自由に組まれる。その代表例をFig. 2に示した。
- (3)、バッテリーバックアップ方式を採用していることから、電源を切ってもプログラムは消えない。
- (4)、リニアライザを内蔵させたことから、試料温度を直接℃またはK単位で記録できる。
- (5)、オーバースケールシフトを内蔵させているので、ペンがオーバースケールすると自動的にシフトし、フルスケールの切換えが不用であり、高精度の記録が可能である。
- (6)、測定条件が測定中に表示され、その条件を測定中に変更することも可能であり、便利である。
- (7)、誤操作、熱電対の断線など不慮のできごとに対し、安全策をこうじてある。