

# 熱磁気天秤 (Js-T) マニュアル

使用に際しては、マニュアルを熟読し、手順に従うこと。  
使用簿には、各試料の測定ごとに測定状況を必ず記録すること。



## [1] 開始

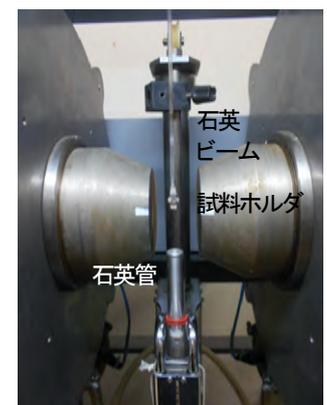
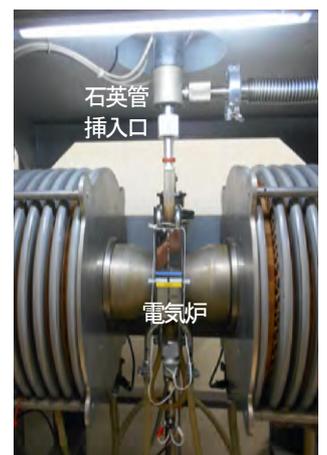
- (1) 冷却水循環器を作動させる。
  - ① Power スイッチ オン
  - ② Pump スイッチ オン
  - ③ Run/Stop スイッチ (温度制御) オン
 ※温度制御が作動していれば「C」ランプが点滅 (停止する時は、逆順)
- (2) 電磁石用 DC 電源部の POWER をオンにする。
- (3) 100V スイッチを ON にする。
- (4) MAIN スイッチを入れる (MAIN ランプの点灯)。  
冷却水が規定量流れていれば、緑色ランプ点灯。
- (5) 温度コントローラのスイッチ (CONT.) を入れる。
- (6) 天秤制御部の POWER を ON にする。
- (7) ノート PC を起動。  
デスクトップ上の [MT100APS] をダブルクリック。  
データロガーの MT-100 の操作ソフトが起動する。  
画面上には「接続していません」と表示される。  
画面上の [本体と接続] をクリック。  
画面上で、「UAB 接続」「接続」の表示が緑色であることを確認し、  
[閉じる] をクリック。  
これにより、MT-100 とノート PC が接続される。



・・・ ウォーミングアップのため、この状態で 10 分間程度待つ ・・・

## [2] 試料のセット

- (1) 石英カップに試料を入れる。
  - ・ 石英カップは、素手でさわらない。
  - ・ 試料を取り扱う際には、ステンレスピンセットを使う。
  - ・ 石英カップ、ピンセット、カップ保持台、実験機は、常にきれいにしておく。
  - ・ 石英カップの洗浄には、綿棒とアルコールを用いる。
- (2) 石英管を片手でしっかり持ち、もう片手で石英管挿入口を緩め、石英管を静かに下ろす。
- (3) 片手で電気炉を保持し、もう片手で電気炉の後ろ側の留めネジを緩め、電気炉を下げる。
  - ・ 電気炉を下げる際には、石英管が試料ホルダに決してあたらないように慎重に行う。
- (4) 天秤の試料ホルダに石英カップを入れる。
  - ・ 試料ホルダの着脱は慎重に！！
  - ・ 天秤への石英カップの着脱には、セラミックピンセットを使う。
  - ・ 試料ホルダの着脱の際には、電磁石が作動していないことを確認する。



- (5) 石英カップをセットしたら、息を吹きかけて、前後にスムーズに振動することを確認する。
- (6) 静電気の影響を除去するため、除電器のプローブ先端部を試料ホルダ、石英ビーム、及び電気炉の石英管に近づける。
- (7) 電気炉を所定の位置まで上げる。電気炉と電磁石に貼ってある黄色テープが一致していることを確認する。  
[電気炉の中央と試料ホルダ下端面との間が+5mmに設定してある (06.02.27)]  
・ 電気炉を上げる際には、石英管が試料ホルダに決してあたらないように慎重に行う。
- (8) 石英管を片手で保持し、コネクタの奥まで挿入する。
- (9) 片手で石英管を熱電対接続部が正面を向くように保持したまま、もう片手で、挿入口を閉める。

### [3] 天秤のゼロ調整

- (1) CONT' L MG → OFF を確認。
- (2) NULL ADJUST のノブを NULL CHECK 側にする。つまみを回し、天秤のメーターを 0 ( $\mu\text{A}$ ) に合わせる。
- (3) NULL ADJUST のノブを OPERAT 側にする。しばらく放置し、天秤のメーターが 0 からずれていたら、つまみを回し、0 に合わせる。このとき、つまみを回す方向と、メーターの針の動く方向とは逆である。また、つまみを回すのに対して針の動きは遅れてついてくる。
- (4) (2), (3) を繰り返し、いずれにおいてもメーターの針が 0 になっているように調整する。
- (5) 調整終了後、NULL ADJUST → OPERAT, CONT' L MG → ON, の状態にする。

### [4] 磁場の発生 (DC 電源) と天秤の調整

- (1) 扇風機が回っていることを確認。
- (2) DC 電源の POLARITY を POSITIVE にする。
- (3) 電流計を見ながら SETTING つまみをゆっくりまわし、必要なだけ電流を流す。  
・ このときの天秤のメーターは、約+10~40 ( $\mu\text{A}$ ) くらいが目安。  
・ 電流は遅れて流れるので注意すること。最大 24.5A まで。  
・ 電流と磁場の関係はグラフを参照。電流値から磁場の強さを読み取る。

#### ◆ 天秤のメーターが必要量ふれていない場合は・・・

1. DC 電源の SETTING → 0 (ゆっくり戻す), POLARITY → ZERO。
2. 天秤部の CONT' L MG → OFF。
3. DC 電源の POLARITY → NEGATIVE にしてから、SETTING つまみをまわし、1~2A ほど電流を流す。その後、SETTING つまみを 0 にもどして、POLARITY → ZERO。(電磁石のポールピースの残留磁化を少なくするため)
4. 以下の A, B, C のいずれかの方策をする。
  - A. RANGE の切り替え  
天秤制御部の RANGE を切り替える。(Range 1, 3 は、実用的でない)  
→ [3] へ。
  - B. 試料の量を再調整  
→ [2] へ。
  - C. 感度の調整 (実用的ではない)  
天秤制御部の SENS つまみで感度を調整する。(針が少し振れるくらいでよい。感度を増すとノイズが大きくなる。)  
→ [3] へ。

★真空引き、ガス置換を行う場合は、ここまでの作業を行った後に、

- ・ DC 電源の SETTING → 0 (ゆっくり戻す), POLARITY → ZERO。
- ・ 天秤部の CONT'L MG → OFF。
- ・ DC 電源の POLARITY → NEGATIVE にしてから, SETTING つまみをまわし, 1~2A ほど電流を流す。その後, SETTING つまみを 0 にもどして, POLARITY → ZERO。(電磁石のポールピースの残留磁化を少なくするため)を行う。それから真空引きの作業に移る。
- ・ 真空引き, アルゴン置換については別マニュアルに従う。  
希望真空度, または, ガス置換した後, 再び, [3] 天秤のゼロ調整, [4] 磁場の発生 (DC 電源) と天秤の調整, を行い, 以下の手順に進む。

## [5] 温度コントローラの設定, 炉の始動, 測定の開始

温度コントローラには, 温度の上昇-下降のプログラムが以下の通りに設定してある。

- \* プログラムは, その時点での温度からスタートする。
- \* プログラム毎に設定された温度まで上昇し, その温度で一分間保持した後に下降する。
- \* 温度の上昇-下降速度は 8°C/分である。
- \* プログラム上の温度の下降は 50°C までで, その時点でプログラムは終了し, その後は自然に冷えていく。
- \* 各プログラム設定温度は以下の通りである。(2019. 12. 24 設定)

プログラム No. 1 : 100°C, No. 2 : 200°C, ~~No. 3 : 300°C~~, No. 4 : 400°C,  
~~No. 5 : 500°C~~, No. 6 : 620°C, No. 7 : 720°C, No. 8 : 840°C

(また, 温度を変えての繰り返し測定もプログラムを組むことで可能。詳しくは, 石川まで。)

測定は, 以下の手順でプログラム選択して行う。

### [ 測定データの取得の開始 ]

- (1) ノート PC 画面上の, MT-100 の操作ソフトの画面の [収録開始] をクリック。
- (2) 表示された画面上の [本体と PC 収録 開始] をクリック。  
これにより, MT-100 内のメモリーと PC 内 (データホルダ : Js-T data) にデータが収録される (2 秒間隔)。  
データファイル名は「日付+収録開始時間」で, csv ファイルである。

### [ 加熱の開始 ]

- (3) 電流リミッター (VOL) が反時計回りに一杯に回っている (ゼロである) ことを確認する。
- (4) 温度コントローラのキー 2 を繰り返し押し, パネルに「FUNCTION PROGRAM ?」が表示させる。
- (5) 表示したら, キー 6 を押す。パネルには「PROGRAM PRG 6 ?」のような表示がでる。
- (6) ▲または▼キーで, 希望のプログラム No. を表示させる。
- (7) 温度コントローラのキー 6 を押し, プログラムをスタートとさせる。  
山のようなマークが表示されたら, プログラムはスタートしている。
- (8) 即座に, FURNACE スイッチ (炉) を ON にし, 電流制御つまみ (VOL) を時計回りに止まるまで回す。  
この時, つまみを回すことに追従して, 電流が 1 A 以上流れるようであれば, つまみを戻し, 0.8A 程度流れる状態で保持する。その状態で 100°C ぐらいに上がるまで待つ。  
温度が上昇し, 電流が制御されていることを確認した後 (電流が一旦ゼロ近くまで下がる), 更につまみを回していく。

※ 各試料の測定ごとに, 測定状況を必ず使用簿に記録すること。

★ プログラム動作を途中で停止したいとき・・・

- 1) 電流制御ツマミ (VOL) を反時計回りにいっぱいに戻す (ゼロにする)。
- 2) FURNACE スイッチを OFF にする。
- 3) 温度コントローラのキー 2 を押す・・・HOLD と表示
- 4) 温度コントローラのキー 2 を押す・・・RUN ? と表示
- 5) 温度コントローラのキー 5 (▲) を押す・・・RESET と表示
- 6) 温度コントローラのキー 6 を押す・・・AUTO と表示

※ AUTO の場合は電流が流れてしまうので、必ず FURNACE のスイッチは OFF にしておくこと。

## [7] 測定の終了

- (1) ノート PC 画面上、MT-100 の操作ソフトの画面で [収録停止] をクリック。  
表示された画面上の [本体と PC 収録 停止] をクリック。
- (2) 電流制御ツマミ (VOL) を反時計回りに一杯にまわす (ゼロにする)
- (3) FURNACE スイッチを OFF にする。
- (4) DC 電源の SETTING つまみを 0 にゆっくりもどしてから、POLARITY → ZERO。
- (5) DC 電源の POLARITY → NEGATIVE にしてから、SETTING つまみをまわし、1~2A ほど電流を流す。その後、SETTING つまみを 0 にもどして、POLARITY → ZERO。(電磁石のポールピースの残留磁化を少なくするため)
- (6) 天秤制御 : CONT'L MG → OFF。NULL ADJUST → NULL CHECK。

・・・次の試料を測定する場合は、[2]

## [8] 測定終了-停止

- (1) 天秤制御部、DC 電源部の POWER スイッチをオフにする。
- (2) 温度コントローラのスイッチ、MAIN スイッチを OFF にする。  
・・・20分以上、このままの状態に放置し、クールダウン (この間に測定データの取り出し)・・・
- (3) MT-100 の操作ソフトを終了する。  
測定データを自身の USB に保存する。  
ノート PC をオフにする。
- (4) 100V スイッチを OFF。
- (5) 冷却水循環器を停止。

※ 特に必要でなければ、試料は取り出さなくてよい。

## [1] 真空ポンプの始動

- (1) 真空ポンプのリーク弁、太ラインバルブ、細ラインバルブ、排気弁（Ar ガス供給口）が閉まっていることを確認する。
- (2) コンセントについでいるスイッチを入れる。  
・・・真空ポンプ 始動・・・

## [2] 試料を設置後、試料スペース真空引

- (1) 細ラインバルブを極めてゆっくり半回転開く。  
そのまま3分間程度待つ。  
排気音に注意。排気音のリズムが変わるので、もう半回転開く。排気音が変わらないようであれば、少しずつバルブを開いて全開にする。
- (2) 音がしなくなったら細ラインバルブを閉め、太ラインバルブを全開する。
- (3) 真空計のスイッチ ON  
15Pa 以下になるまで待つ。  
その真空度になったら、測定開始  
真空中での測定は、このまま真空引きをしている状態で行う。

※ Ar ガスを用いる場合は、この後に手順 [2-Ar]

## [3] 測定停止、試料交換

- (1) 真空計 OFF。
- (2) 太ラインバルブを閉める。
- (3) 排気弁（Ar ガス供給口）を開けて、試料スペースを大気圧に戻す。
- (4) 試料交換。交換後は [2] へ

## [4] 測定終了、真空ポンプの停止

- (1) 真空中測定をした場合は,
  - ① 真空計 OFF。
  - ② 太ラインバルブを閉める。
  - ③ Ar ガス供給口をゆっくり開く。試料スペースを大気圧に戻す。Ar ガス中測定をした場合は,
  - ① Ar ガスポンベの主弁が閉まっていることを確認。
  - ② ホースを Ar ガス供給口から外す。
  - ③ Ar ガス供給口を開ける。
  - ④ ポンベの調節弁を開けて、ガス圧計・ホース内の Ar ガスを逃がす。その後、調節弁は閉めておく。
- (2) コンセントについでいるスイッチを切ると同時に、真空ポンプのリーク弁（銀色ツマミ）を開ける。
- (3) 真空ポンプのリーク弁、太ラインバルブ、細ラインバルブ、排気弁（Ar ガス供給口）を閉める。



## [2-Ar] Ar ガスの充填

- (1) Ar ガスポンベの主弁を開く (Ar 残量のチェック)。
- (2) ポンベの調節弁をわずかにあげ、Ar ガスを出しながら、ホースを Ar ガス供給口につけたり、はずしたりする。  
これを3回程繰り返した後、Ar ガス供給口にホースをさしこむ。それと同時に、調節弁を閉める。
- (3) 以下の操作を2回繰り返す
  - ① 真空計 OFF。
  - ② 太ラインバルブを閉める。
  - ③ 調節弁をあげ、ガスバックが丸くなる程度に Ar を満たす。満たしたら調節弁を閉める。
  - ④ Ar ガス供給口を非常にゆっくり開いて、真空スペースに Ar を満たす。その後、Ar ガス供給口を閉める。
  - ⑤ 細ラインバルブをゆっくり半回転開く。そのまま3分間程度待つ。  
排気音に注意。排気音のリズムが変わるので、もう半回転開く。排気音が変わらないようであれば、少しずつバルブを開いて全開にする。
  - ⑥ 音がしなくなったら細ラインバルブを閉め、太ラインバルブを全開する。
  - ⑦ 真空計のスイッチ ON。10Pa 以下になるまで待つ。
- (4) 真空計 OFF。
- (5) 太ラインバルブを閉める。
- (6) ポンベの調節弁をあげ、ガスバックが丸くなる程度に Ar を満たす。満たしたら調節弁を閉める。
- (7) Ar ガス供給口を非常にゆっくり開いて、真空スペースに Ar を満たす。その後、Ar ガス供給口を閉める。
- (8) Ar ガスポンベの主弁を閉める。