# 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

- 配電盤のJsT200VをONにする。
- (2) 電磁石用 DC 電源部の POWER を ON にする。
- (3) 冷却水循環装置を作動させる。
  - ① 電源スイッチ オン
  - ② Pump スイッチ オン
  - ③ Run/Stop スイッチ オン
- (4) 100V スイッチを ON にする。データロガ MT-100 が起動する。
- (5) 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。
- (6) 温度コントローラのスイッチ(TEMP CONT.)を入れる。
- (7) 天秤制 御部の POWER を ON にする。
- (8) ノートPCを起動。
  ディスクトップ上の[MT100APS]をダブルクリック。
  MT-100の操作ソフトが起動し、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、「USB接続」「接続」の表示が緑色であること確認し、[閉じる]を クリック。これにより、MT-100が接続される。
- ・・・ ウォーミングアップのため、この状態で20分間以上待つ。

# [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「太目」のものを使用する。
  - 石英カップは、素手でさわらない。
  - ・ 試料の取扱の際には、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, 実験机は, 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、電気炉を下まで下げる。
- ・電気炉を下げる際には、石英管が試料ホルダーに決してあたらないように慎重に行う。
- (4) 天秤の試料ホルダーに石英カップを入れる。
  - ・ 試料ホルダーの着脱は慎重に!!
  - 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。
  - ・ 試料ホルダーの着脱の際には、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ー、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ー下端面との間が+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ー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、コネクターの奥まで挿入する。
- (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  $\rightarrow$  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(µA)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, の状態にしておく。

#### [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  $\rightarrow$  POSITIVE。
- (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。
  - ・ 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。
  - ・ このときの天秤のメーターは、約+10~40 (μA) くらいが目安。
- ◆ 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  $\rightarrow 0$  (ゆっくり戻す), POLARITY  $\rightarrow$  ZERO。
  - 2. 天秤部の CONT'L MG  $\rightarrow$  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)
  - 4. 以下のA, B, Cのいずれかの方策をする (通常は A か B)。
    - A. RANGE の切り替え
      - 天秤制御部の RANGE を切り替える(1, 3 は、実用的でない)。
      - → [3] **∿**
    - B. 試料の量を再調整
      - → [2] **∿**
    - C. 感度の調整

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] **∿**
- ★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  $\rightarrow$  0 (ゆっくり戻す), POLARITY  $\rightarrow$  ZERO。
  - ・ 天秤部の CONT'L MG  $\rightarrow$  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℃/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。

プログラム No.1:100°C, No.6:620°C, No.7:720°C, No.8:840°C

測定は、以下の手順でプログラム選択して行う。

(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。)

- (1) 測定データを取得するために、ノート PC 上、MT-100 の操作ソフトの画面の [ 収録開始 ] をクリック。
  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 本体と PC 内(フォルダ: 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。
- (2) 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。
- (3) 表示されたら、キー6を押す。パネルには「PROGRAM PRG 6?」のような表示がでる。
- (4) ▲または▼キーで、希望のプログラム No. を表示させる。
- (5) 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。
- (6) 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。
- (7) FURNACE スイッチ(炉)をON にする。
- (8) 電流リミッター (VOL) をゆっくりと時計回りに回し、電流が 0.7 A 程度流れる状態で保持し、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)、更にリミッター を回していく。

★ プログラム動作を途中で停止したいとき・・・

- 1) 電流リミッター (VOL) を反時計回りにいっぱいに回す (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。

## [6] 測定の終了

- ノート PC 上、MT-100 の操作ソフトの画面の [ 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) 電流リミッター (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) ペンレコーダーのX軸, Y軸パネルのスイッチを,「×1」から「OFF」にする。 ペンレコーダーの「PEN」を「HEAT」から「OFF」,「CHART」を「HOLD」から「OFF」にする。
- (5) DC 電源の SETTING つまみを0 にゆっくりもどしてから、POLARITY  $\rightarrow$  ZERO。
- (6) 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)
- (7) 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]へ。

### [7] 測定終了-停止

- (1) 電磁石用天 DC 電源部、天秤制御部, ペンレコーダー, をそれぞれ POWER OFF。
- (2) 温度コントローラのスイッチ, MAIN スイッチを OFF にする。
  - ・・・30分以上、このままの状態で放置し、クールダウン(この間に測定データの取り出し)・・・
- (3) 100VスイッチをOFF。
- (4) 配電盤の JsT200V を OFF にする。
- (5) 冷却水を止める。
- (6) 測定データの取り出し後に、MT-100操作ソフトを終了し、ノート PC パソコンを停止。
- ◆ 特に必要でなければ、試料は取り出さなくてよい。
- ◆ 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。

### 測定データ

- PC内のフォルダー【Js-T\_data】に保存されています。
- 測定の日付がついたフォルダー内にあり、ファイル名は「日付+測定時間」で、CSV のファイルです。
  [No.], [Time], [°C], [mV]: [mV]が Js 強度を表します。
- ファイル内の温度は、温度較正式(加熱時と冷却時で異なる)に従って、補正してください。

### オプション:測定のデータの表示・印刷

- (1) ノート PC 上、MT-100 の操作ソフトの画面の [本体データの再生]をクリック。
- (2) 表示された画面上から、測定したデータを選択する。
- (3) 画面上には、時間に対する温度(°C)、Js(電圧)のグラフが表示される。
  カーソルを移動させて、データ範囲を指定する。
  それにより、X軸を温度、Y軸をJsとしたX-Y表示をすることができ、その表示を印刷することができる。
  (詳しくは、石川に問い合わせてください)