TGA Thermogravimetric Analyzes



Q シリーズ スタートアップガイド

品番 953044.001 改訂 A 2003 年 8 月発行



©2001, 2002, 2003 by TA Instruments Waters LLC 109 Lukens Drive New Castle, DE 19720

注意

本マニュアル、および本装置をサポートするソフトウェアのオンライン ヘルプには、本装置の使用に際し十分であると思われる情報が記載されています装置または手順を、ここで指定する目的以外に使用する場合は、必ず TA Instruments から適切かどうかの確認を受けるようにしてください。確認なく、装置や手順を利用される場合、TA Instruments では、その結果に対する保証や責任を一切負いません。本書は、操作のライセンスを供与したり、製法特許違反を推奨するものではありません。

TA Instruments の TA オペレーティング ソフトウェアおよびモジュール、データ分析、ユーティリティソフトウェア、およびその関連マニュアルやオンライン ヘルプの所有権および著作権は、TA Instruments 社に帰属します。これらのプログラムを、TA Instruments の事前の書面による許可なく複製することは禁止されています。ライセンス供与された各プログラムの所有権は TA Instruments に帰属し、上記で明記された以外のいかなる権利またはライセンスも購入者に供与されることはありません。

商標および特許

この文書に記載された情報には、以下が適用されます。

TA Instruments 商標

Q Series™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Integrity™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Modulated DSC®および MDSC®は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の登録商標です。

Tzero[™] は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

μTA®は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の登録商標です。

Smart Swap™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Hi–Res™ は、(TA Instruments Waters LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Mobius Drive™ は、(TA Instruments Waters LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

TA Instruments 特許

『モジュレイテッド示差分析(MDSC®)の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,224,775、5,248,199、5,346,306、2,966,691)。 追加特許番号CA 2,089,225 および BE、DE、EP、GB、IT、NL 0559362)。

『熱流束型 DSC センサー (TzeroTM)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号。6,431,747 および6,428,203)。

(次のページに続く)

TA Instruments 特許(続き)

『モジュレイテッド熱重量測定 (MTGATM) の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,336,741 および 6,113,261)。

『モジュレイテッド熱機械分析』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有する テクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,007,240)。

『ダイナミック示差分析の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,474,385 および EP 特許番号 0701122)。

『AC 示差熱分析の方法および装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,439,291)。

『物質成分の高分解能分析の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,368,391 および 5,165,792。 追加特許番号 CA 2,051,578 および DE、EP、FR、GB、IT 0494492)。

『熱伝導率測定の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有する テクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,335,993 および EP 特許番号 0634649)。

『オプティカル エンコーダーとリニアーモーター装備の動的および熱機械測定装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,710,426)。

『熱重量分析装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,321,719)。

『入力補償型 DSC (Tzero)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,428,203)。

『DSC (Tzero)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,488.406)。

『物質の粘弾特性測定の方法と装置』は、Rheometric Scientific, Inc. が特許権を有するテクノロジーを説明したものです (TA Instruments - Waters LLC が 2003 年 1月に取得)(米国特許番号 4,601,195)。

その他の商標

Windows® NT、2000、XP、98、98SE、Me、Microsoft Excel® および Microsoft Word 97® は、Microsoft Corporation の登録商標です。

Adobe® Acrobat® Reader® は、Adobe Systems Incorporated の登録商標です。

Oracle® および Oracle9i™ は、Oracle Corporation の商標または登録商標です。

TrueMetrix™ および Scanning Tip Technology™ は、ThermoMicroscopes, Inc. の登録商標です。

CHROMEL® および ALUMEL® は、Hoskins Manufacturing Company の登録商標です。

Teflon[®]は、E. I. du Pont de Nemours and Company の登録商標です。

Loctite®は、Loctite Corporationの登録商標です。

Swagelok®は、Swagelok Company の登録商標です。

Inconel®は、Inco Alloys/Special Metals の登録商標です。

X-acto®は、Hunt Corporation の登録商標です。

TA Instruments の Q シリーズ モジュールには、Mentor Graphics が著作権を有するエンベデッド オペレーティング システムソフトウェアが含まれています。

SILICON SOFTWARE

©1989-97 Mentor Graphics Corporation, Microtec Division.All rights reserved.Unpublishedrights reserved under the copyright laws of the United States.

制限付き権利条項

複製の使用、米国政府または米国政府の請負業者による開示は、DFARS 227.7202-3(a) に準拠し ソフトウェアに同梱されたライセンス契約に規定されている、または FAR 52.227-19 の商業用コン ピュータ ソフトウェア制限付き権利条項のサブパラグラフ (c) (1) および (2) で規定されている制限に 従うものとします。

MENTOR GRAPHICS CORPORATION, MICROTEC DIVISION, 880 RIDDER PARK DRIVE, SAN JOSE, CA 95131–2440

目次

商標および特許	
TA Instruments 商標	
TA Instruments 特許	
その他の商標	5
目次	6
メモ、注意、および警告	9
法規制への適合 1	0
安全基準 1	0
電磁適合性基準 1	1
安全性1	2
装置の記号1	
電気面での安全性 1	
化学面での安全性 1	
熱に対する安全性	4
機械的な面での安全性 1 装置の持ち上げ 1	
表直の付り工() 1	.O
第1章:TGA の概要 1	7
概要 1	7
コンポーネント	
TGA Q500 タッチスクリーン	
主要機能キー	
Control Menu (制御メニュー) キー	
日動イーハット機能 2 Display Menu (表示メニュー) キー 2	,Z
TGAプラットフォーム較正キー 2	:4
TGA Q50 キーパッド	6
オプションおよびアクセサリー2	28
高分解™ TGA 2	8
モジュテイテッド TGA(MTGA)2	
EGA 電熱炉 3	0
TGA オートサンプラーの使用方法	
その他のアクセサリー 3	1

装置仕様TGA 装置の特性TGA サンプリング システム	32
第2章:TGA の取り付け	35
TGA の解梱/再梱包	35
装置の取り付け システムの検査 場所の選択 熱交換器の充填 ケーブルおよびラインの接続 ポート 熱交換器ケーブルおよび水管 イーサネットハブのセットアップ 装置のハブへの接続 コントローラのハブへの接続 コントローラの LAN への接続 パージライン マスフロー コントローラ付属の装置 マスフロー コントローラの付属しない装置 冷却ガスライン 電圧構成ユニット 電源スイッチ	36 37 38 39 40 42 43 44 45 45 46 47 48 50
電源ケーブル	
天秤の解梱	
装置の起動	53 55 55
装置のシャットダウン	57
第3章:使用、メンテナンス、および診断	59
TGA の使用方法	

TGA の較正	60
温度の較正	60
重量の較正	60
TC A 計験の字符	C 1
TGA 試験の実行	
試験手順	
サンプルパンのテア	
サンプルのロード	
試験の開始 試験の停止	
八宗() /	03
装置のメンテナンス	64
装置のクリーニング	
電熱炉ハウジングのクリーニング	65
TGA 標準電熱炉のみのクリーニング	65
EGA 石英電熱炉チューブのクリーニング	67
TGA 電熱炉の交換	
標準電熱炉の取り外しおよび再取り付け	
電熱炉の取り外し	
電熱炉の交換	
EGA 電熱炉の取り付け	
初回取り付け	
EGA 電熱炉の取り外しおよび再取り付け	76
EGA 電熱炉の取り外し	76
EGA 電熱炉の取り付け	
分析装置の接続	79
熱交換器のメンテナンス	Ω1
水貯蔵槽の排水および再充填	
///81/	OI
TGA 熱電対の交換	83
طاملہ کی	
ヒューズの交換	85
交換用部品	86
ヒューズ、コードおよびケーブル	86
TGA アクセサリー	86
TGA サンプル パン、およびアクセサリー	87
TGA 較正/リファレンス物質	87
TA Instruments 所在地	88
索引	9 1

メモ、注意、および警告

本マニュアルでは、重要かつ重大な指示を強調する場合に、メモ、注意、および警 告を使用します。

メモは、機器や手順に関する重要な情報を強調するものです。

- - 注意は、正しく手順を踏まないと、機器の損傷やデータの 損失を引き起こす可能性があるものを強調します。
- 警告は、正しく手順を踏まないと、オペレータや環境に危 険が及ぶ可能性のあるものを示します。

法規制への適合

安全基準

カナダ:

CAN/CSA-22.2 No. 1010.1-92 測定、制御、および実験用電気機器の安全基準、第 1 部: 一般基準 + 修正

CAN/CSA-22.2 No. 1010.2.010-94 物質加熱用実験機器の特定基準 + 修正

<u>ヨーロッパ経済地域</u>: (特定電圧範囲での使用を目的に設計された電気機器に関わる加盟各国の法律との調和に関する 1973 年 2 月 19 日付け理事会指令 73/23/ EEC に基づく)

EN61010-1:測定、制御、および実験用電気機器の 1993 年安全基準、第 1 部:一般基準 + 修正

EN61010-2-010:物質加熱用実験機器の 1994 年特定基準 + 修正

米国:

UL3101-1 実験用電気機器、第1部:一般基準 IEC 1010-2-010:物質加熱用実験機器の 1992 年特定基準 + 修正

電磁適合性基準

オーストラリアおよびニュージーランド:

AS/NZS 2064:工業用、科学用、および医療用(ISM)高周波機器の電子妨害特性の 測定限界と方法(1997 年)

カナダ:

1998 年 3 月 7 日号 ICES-001 妨害発生機器基準: 工業用、科学用、および医療用高周波発生器

<u>ヨーロッパ経済地域</u>:(電磁適合性基準に関わる加盟各国の法律との調和に関する 1989 年 5 月 3 日付け理事会指令 89/336/EEC に基づく)

EN61326-1:測定、制御、および実験用電気機器の 1997 年 EMC 基準、第 1 部: 一般基準 + 修正放射: クラス A 基準に適合 (表 3)免責: 非連続操作のパフォーマンス基準 A に適合

米国:

CFR タイトル 47 通信第 I 章 連邦通信委員会、第 15 部 高周波機器 (高周波放射 に関する FCC 基準)

安全性

この取り付けカテゴリ II 機器は、以下の安全標準に準拠しています。

- CAN/CSA-22.2 No. 1010.1-92
- CAN/CSA-22.2 No. 1010.2.10-94
- EN 61010-1/1993
- EN 61010-2-010/1994
- UL 3101-1, Part 1
- IEC 1010-2-010:1992

装置の記号

TGA 装置には安全保護のため次のラベルが表示されています。

記号

説明



この記号は、TGA 電熱炉の前面に付いており、表面が熱くなる可能性を示します。この部分に触れたり、溶けたり燃えたりする物質がこの熱い表面に接触しないようにしてください。



後方アクセスパネルにあるこの記号は、メンテナンスまたは修理作業をする前に、装置のプラグを抜く必要があることを示します。システムには 120 volts AC を超える電圧がかかっています。

本装置には高電圧がかかっています。電気取り扱いの訓練を受けていない場合は、マニュアルに特別に指示がない限り、キャビネットカバーを取り外さないでください。内部部品のメンテナンスおよび修理を実行できるのは、TA Instruments またはその他の認定を受けたサービス担当者に限られます。

装置のこのような領域を取り扱う場合には、警告ラベルに注意を払って必要な予防措置を取るようにしてください。『TGA スタートアップ ガイド』には、安全上、遵守する必要のある注意および警告が説明されています。

電気面での安全性

メンテナンスまたは修理作業を行う前に装置のプラグを抜くようにしてください。システムには 120 Vac の電圧がかかっています。



警告:本装置には高電圧がかかっています。電気取り扱いの訓練を受けていない場合は、マニュアルに特別に指示がない限り、キャビネットカバーを取り外さないでください。内部部品のメンテナンスおよび修理を実行できるのは、TA Instruments またはその他の認定を受けたサービス担当者に限られます。



警告:湿度の高い状態で輸送または保管した場合、本装置は表示された安全基準の要件のすべてを満たせなくなることがあります。37ページの注意を参照し、使用前に装置を乾燥させてください。

化学面での安全性

第1章に記載したパージガスのみを使用してください。他のガスを使用すると、装置が破損したり、オペレータが怪我をするおそれがあります。



警告:TGA電熱炉または EGA 電熱炉では、水素または他の可燃性ガスを使用しないでください。



警告:酸素は、TGAでパージガスとして使用できます。ただし、揮発性炭化水素は燃焼する可能性があるので、これを取り除くように、電熱炉をきれいに保つようにしておく必要があります。



警告:TGA電熱炉アセンブリには、耐火セラミック繊維(RCF)層が含まれています。この断熱材は、完全にセラミックサブアセンブリ内に封入されており、分解するためのものではありません。RCF断熱材が露出するようにサブアセンブリが破損した場合は、耐熱材料と同じように処分することをお勧めします。

安全性

(続き)

- 警告:多量の揮発性炭化水素(たとえば、潤滑油など)が 失われるTGAでの物質の評価を定期的に行う場合、電 熱炉のクリーニングをより頻繁に行い、危険物が電熱炉 に堆積するのを防ぐ必要があります。
- 警告: 有毒ガスを放出するサンプルを使用している場合は、装置を排気口の近くに移動し、換気を行ってください。
- 警告:TGA EGA電熱炉アセンブリにも、耐火セラミック繊維 (RCF)が含まれています。この断熱材は、電熱炉ハウジング内に封入されています。電熱ハウジングを分解できるのは、EGA電熱炉サンプルチューブまたは電熱炉アセンブリを交換する場合のみです。RCF断熱材の取り扱い手順については、サンプルチューブまたは電熱炉交換キットに付属の手順を参照してください。

熱に対する安全性

試験ラン実行後は、開いた電熱炉および熱電対が冷却してから触るようにしてください。



警告:サンプルラン中、電熱炉ベースは、高温のために 火傷を引き起こすことがあります。試験中に電熱炉ベー スに接触しないでください。

機械的な面での安全性



警告:電熱炉が動いているときは、電熱炉のパスに、指やその他のオブジェクトを近づけないようにしてください。電熱炉はしっかり密閉されています。

装置の持ち上げ

TGA はかなり重い装置です。特に腰を負傷しないように、次のアドバイスに従ってください。



警告:装置の持ち上げや運搬は、2人で行ってください。 装置は重過ぎるため、1人では安全に取り扱うことができ ません。

第1章

TGA の概要

概要

TA Instruments 熱重量測定装置(TGA)は、 熱重量変化分析装置で、TA Instruments 熱分析コントローラおよび熱分析システムを 構成する関連ソフトウェアと連動させて使用 します。

熱重量測定装置は、制御された雰囲気中において、温度の増加に応じた、または時間に応じた等温での物質の重量変化量および変化率を測定します。この装置を使用して、重量変化を示すすべての物質の特性を分析し、分解、酸化、または脱水による位相変化を検出することができます。この情報は、科学者やエンジニアが、重量変化率を識別し、化学構造、プロセス、および最終用途のパフォーマンスを相関付ける際に役立ちます。



オートサンプラー 付属 TGA Q500



- ユーザと分析用装置間のインターフェースを提供する
- 試験の設定および定数の入力を可能にする
- 試験データを格納する
- データ分析プログラムを実行する



標準電熱炉付属 TGA Q50

コンポーネント

TGAには、次の6つの主なコンポーネントがあります。

- 天秤。サンプル重量の正確な測定値を提供します。天秤は、TGAシステムの主要部です。
- サンプルプラットフォーム。天秤に/からサンプルをロード/アンロードします。
- 電熱炉。サンプル雰囲気および温度を制御します。 Q50 および Q500 はいずれも標準電熱炉を備えています。 オプションの発生ガスアナライザー(EGA)電熱炉は、両 TGA 装置のアップグレードに対応しています。
- キャビネット。ここにシステム電子装置および機構が収納されています。
- 熱交換器。電熱炉から放熱します。
- TGA Q500 は 2 つのマスフロー コントローラを備えています。 天秤および電熱 炉へのパージガスを制御します。

TA Instruments TGA Q500 のみで使用可能なオプションがいくつか用意されています。各オプションの詳細は、28 ページ、およびインツルメントコントロール ソフトウェアに関するオンライン マニュアルを参照してください。

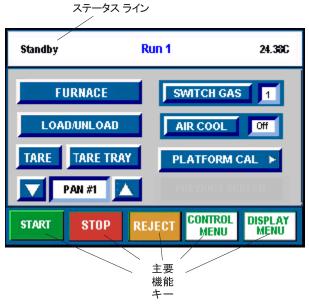
メモ:技術面での参照情報、操作理論、その他の TGA 関連情報 および本マニュアルに記載されていない情報に関しては、インスツ ルメント コントロール ソフトウェアのオンライン ヘルプを参照してく ださい。

TGA Q500 タッチスクリーン

TGA Q500 装置には、ローカル オペレータ制御ができるように統合ディスプレイとキーパッドがタッチスクリーンの形で組み込まれています。 画面上に表示される機能は、使用するメニューによって異なります。 このセクションでは、タッチスクリーン ディスプレイに表示されるキーの機能について簡単に説明します。

ディスプレイの上部(右の 図を参照)のステータスラ インには、現在の装置の ステータス、温度、および 現在のラン番号が表示されます。

画面の下部には、主な装置機能に使用する5つのキーセットがあります。これらのキーはどのメニューを選択しても使用可能です。主要機能キーについては、次のセクションを参照してください。



TGA オートサンプラー タッチスクリーン

メモ:試験情報および装置定数は、装置のタッチスクリーンではなく、コントローラ キーボードから入力します。

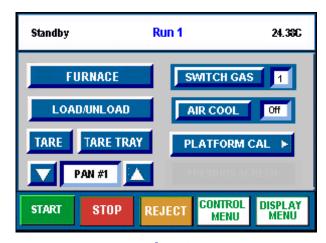
主要機能丰一

タッチスクリーン下部にあるこれらのキーは、装置の基本機能の実行および2つのメイン画面にアクセスする場合に使用します。詳細は、下の表を参照してください。

キ一名	説明
START	試験を開始します。これは、インスツルメント コントロール ソフトウェアの [開始] と同じ機能です。 ステータスラインに「セットアップ」と表示されている間に [Start/開始] キーを押すことによって、 <i>測定開</i>
	がを行うことができます。測定開始によって、それ以降のデータはメモリーにストアーされます。
STOP	試験の実行は、このキーを使用すると測定が終了 します。そしてそれまでのデータはメモリーに保存 されます。これは、インスツルメント コントロール ソ フトウェアの [停止] と同じ機能です。
	試験が実行されていない(装置がスタンバイまたはメソッド終了状態)場合は、[Stop/停止]キーを使用するとすべてのアクティビティ(空冷、すべての機械式動作 <i>など</i>)が停止します。
REJECT	試験実行中の場合は、[REJECT/拒否]で測定が終了します。そしてそれまでのデータは破棄されメモリーには保存されません。これは、インスツルメントコントロールソフトウェアの[拒否]と同じ機能です。
CONTROL MENU	[Control Menu/制御メニュー] のタッエスクリーン キーが表示されます。 これらのキーは装置アクション の制御に使用します。
DISPLAY MENU	目的の表示オプションの選択に使用する、[Display Menu/表示メニュー] 画面にアクセスします。

Control Menu (制御メニュー)キー

[Control Menu/制御メニュー] には、タッチスクリーン下部の [Control Menu/制御メニュー] キーに触れてアクセスします。図に示したキーが表示されます。下の表は各キー機能を簡単に説明したものです。



TGA オートサンプラー タッチスクリーン





自動キーパッド機能

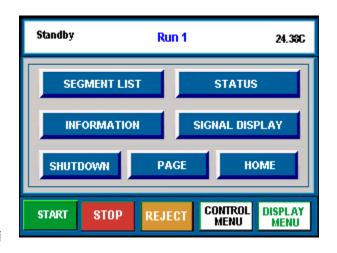
TGA 装置タッチスクリーンキーの中には、ある状態になると追加機能を自動的に実行するものがあります。

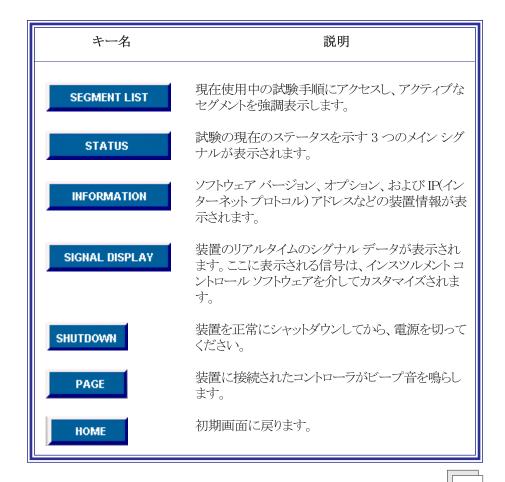
- [START/開始] 試験の開始前に、必要に応じて自動でサンプル パンをロードし、電熱炉を閉じます。
- [TARE/テア]、[LOAD/ロード]、および [UNLOAD/アンロード] は、必要に応じて電熱炉を自動的に開きます。
- サンプル [LOAD/ロード] の進行中に [START/開始] を押すことができます。

Display Menu (表示メ

ニュー) キー

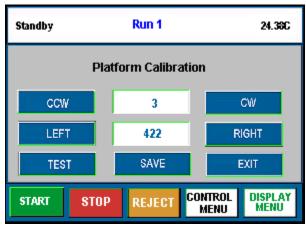
[Display Menu /表示メニュー] には、タッチスクリーンの下部にある [Display Menu/表示メニュー] キーに触れてアクセスします。図に示したメニューが表示されます。下の表は各キー機能を簡単に説明したものです。



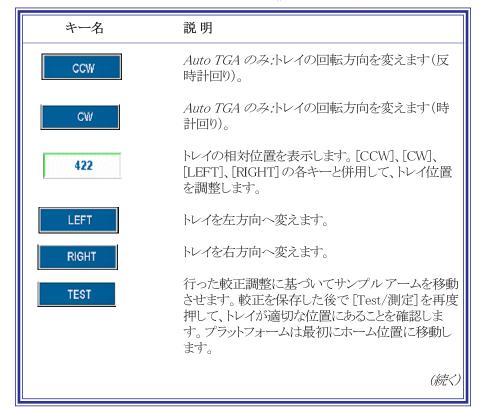


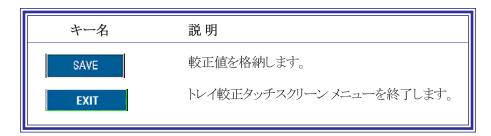
TGA プラットフォーム較正キー

[TGA Platform Calibration/TGA プラットフォーム較正]メニューには、
[Control Menu /制御メニュー] タッチスクリーンの
[CAL PLATFORM/プラットフォーム較正] キーに触れてアクセスします。図に示したキーが表示されます。下の表は各キー機能を簡単に説明したものです。



TGA プラットフォーム 較正タッチスクリーン





TGA Q50 キーパッド



ここに示したTGA Q50 装置キーパッドには、装置でのローカル操作(試験の開始と停止、自動天秤テア、サンプルのロード/アンロード、および電熱炉の開閉)を制御するキーが含まれています。試験情報および装置パラメータはインスツルメントコントロールソフトウェアを使用して入力します。

下の表は装置キーの機能を説明したものです。

説明 キー [Start/開始] 測定を開始します。これは、インス ツルメント コントロール ソフトウェアの [開始]と同じ 機能です。 [Stop/停止] 測定実行中は、このキーを使用す ると測定が終了します。そしてそれまで測定された データはメモリーに保存されます。これは、インスツ ルメントコントロールソフトウェアの「停止」と同じ機 能です。 試験が実行されていない(装置がスタンバイまたは メソッド終了状態)場合は、[Stop/停止]キーを使用 するとすべてのアクティビティ(空冷、すべての機械 式動作 などが停止します。 [Tare /テア] キー空のサンプル パンの重量を ゼロにします。自動でサンプルプラットフォームか らパンをロードし、気流からパンを保護するために 電熱炉を上昇させ、パンを計量し、その重量をOgと 認識し、パンをアンロードします。これは、インスツ ルメントコントロールソフトウェアの「開始」と同じ機 能です。 (続く)





[Sample/サンプル] キーサンプル パンのサンプル プラットフォームから天秤へのロード、サンプルのサンプル プラットフォームへのアンロードを切り替えます。これは、インスツルメントコントロールソフトウェアの [サンプル][ロード][アンロード] と同じ機能です。



[Furnace/電熱炉] キーを押したときの電熱炉の場所に応じて電熱炉閉と電熱炉開の機能を切り替えます。これは、インスツルメントコントロールソフトウェアの[電熱炉/開]または[電熱炉/閉]と同じ機能です。

オプションおよびアクセサリー

TGA Q シリーズ装置と併用する複数のアクセサリーを用意しています。AutoTGA(マルチサンプル アクセサリー)、Hi-Res™ TGA(高分解能オプション)、MTGA(モジュレイテッド TGA)など、TA Instruments TGA Q500 のみと併用するオプションがいくつかあります。オプションの EGA(発生ガス アナライザー)電熱炉は、どちらの TGA 装置にもインストールできます。このセクションでは、これらのオプションについて簡単に説明します。詳細は、オンライン ヘルプを参照してください。

高分解能TGA™

TA Instruments 高分解能手法、ダイナミックレート TGA(DRTGA)は、試料の加熱速度が、重量変化分解能を最大にするように、サンプル分解の変化率に応じて動的かつ連続的に変更されるという点で、これまでの制御手法とは異なります。このQ500手法によって、転移温度のオーバーシュートを回避しながら高分解能昇温セグメント中に超高速最高加熱速度の使用が可能になります。一般的な高分解能昇温にかかる時間は、多くの場合、分解能を上げながら、より低い加熱速度で行う一定加熱速度の試験ランと同等か、短くてすみます。

高分解能オプションを使用すると、次のようなメリットがあります。

- 転移分解能の向上
- 測定時間の迅速化
- より正確な定量性
- 転移温度の等温値への近接
- メソッドプログラミングの柔軟性の向上

モジュレイテッドTGA (MTGA)

TA Instruments モジュレイテッド TGA(MTGA)は、熱重量測定装置、TGA Q500 と併用する革新的なオプションです。このオプションは、従来の TGA と同じ分解または揮発特性の調査に使用します。加えて MTGA には、単一の TGA 試験で得た情報量を増加させ、それによって、判定の質を向上させるというユニークな能力があります。

以下のような特徴があります。

- 活性化エネルギーの連続的な判定
- 単一キネティクス機構の検証
- 一次反応キネティクスモデルの検証

MTGA は、従来の TGA と同じ情報を提供するだけではなく、減量反応の挙動に対する独特な洞察を可能にする新しい情報も提供する TGA の拡張機能です。

つまり、複数の加熱速度手法に比べてより短い時間で、1 つまたは複数の減量に関するキネティクス情報を取得する方法です。

さらに、特定の反応レベルだけではなく、減量反応全体を通じて活性化エネルギーの連続的な決定値を提供します。活性化エネルギーを連続的に取得する能力によって、温度または時間に応じて、反応中の活性化エネルギーの変化を追跡することができます。活性化エネルギーの計算は「モデルフリー」です。つまりキネティクス式の形式に関する知識は不要です。一次反応キネティクスモデルの想定(多くの分解反応の妥当な想定)によって、活性化エネルギーの連続的な決定と同じようにプレ指数関数ファクターの自然対数の計算が可能になります。

MTGAは、キネティクスパラメータの迅速な単一の試験判定が必要な場合、または、 温度または変換に応じてこれらのパラメータに関する情報が必要な場合に使用する ことをお勧めします。

EGA 電熱炉

発生ガス分析(EGA)電熱炉(図示)は、サンプル分解によって発生したガスを分析できるように分析計を装置に接続することができる Q500 または Q50 のオプション アクセサリーです。 EGA 電熱炉および標準 TGA 電熱炉は、第3章で説明するように交換可能です。

EGA 電熱炉は、電気抵抗ヒーターで囲まれた石英ガラスのサンプル チューブでできています。これらはいずれも、水冷式電熱炉ハウジング内に収められています。ハウジングは、サンプルをロードおよ

びアンロードするために電熱炉を昇降させる電熱炉のベースに取り付けられています。

サンプル チューブには、電熱炉ハウジングの右側を通るパージガスの入口があります。ハウジングの左側の継手で、転送用ラインを接続し、質量分析装置などの分析計に排出ガスを送ることができます。ヒーターはサンプル チューブの外側にあるため、サンプル チューブ内のサンプル分解で発生したガスは、炉内で吸着や接触体との反応が起こりません。

冷却用空気は、電熱炉ベースを通って、サンプル チューブの外側と電熱炉の内側の間を上側に通過します。ここで、サンプルとサンプル ゾーンから冷却用空気を完全に切り離します。

電熱炉は、アルミナ セラミックに巻かれた抵抗ヒーターであり、最高加熱速度 50℃/分でサンプル ゾーンの温度を 1000℃ にも上昇させることができます。Platinel II* 熱電対が、電熱炉のサンプル環境温度をモニターするサンプル パンの真上に配置されています。

*電熱炉ベース*は、電熱炉アセンブリをサンプルパンの近くの閉位置まで上昇させたり、サンプルパンから離して開位置まで下降させたりします。

*Platinel II は、Engelhard Industries の登録商標です。

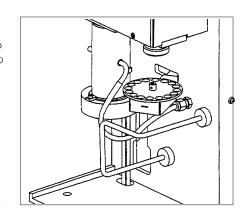
TGA オートサンプラーの使用方法

Auto TGA として知られる TGA オートサンプラーは、TA Instruments TGA Q500 のアクセサリーです(図を参照)。これによって、一度に最高 16 までのサンプルを TGA 装置にセットして物質の重量変化量および変化率を測定することができます。試験は通常、TGA を使用して実施されますが、新たに連続ベースでサンプルを実行し、オートサンプラー スクリーンを使用して結果ログを保持できるようになりました。以下の 6 つの標準 TGA パンを Auto TGA と併用します。

- 100 µLアルミニウム パン
- 50 および 100 uLプラチナ パン
- 100、250、および 500 μLアルミナ セラミック パン

TGAのアクセサリー、Auto TGAを使用しても、TGA装置およびコントローラの起動およびシャットダウンに使用する手順は変わりません。装置の起動については、このマニュアルの第3章の手順を参照してください。

サンプルトレイを較正する場合は、第2章「AutoTGAプラットフォーム較正キー」の説明を参照してください。TGAおよびAutoTGAのその他の情報については、インスツルメントコントロールソフトウェアのオンラインマニュアルを参照してください。



その他のアクセサリー

TGA は、さまざまなメーカーの多くの標準分析アクセサリー、FTIR、質量マトグラフ、および発生ガスアナライザーと併用することができます。詳細は、各装置の製造元にお尋ねください。

装置仕様

以下のページの表は、TGAの技術仕様を示したものです。

TGA 装置の特性

,		
外寸	奥行き 55.9 cm(22 インチ) 幅 47 cm(18.5 インチ) 高さ 52.1 cm(20.5 インチ)	
重量 変圧器の重量	30.9 kg(68 ポンド) 8.18 kg(18 ポンド)	
電源	120 Vac、50/60 Hz、標準 230 Vac、50/60 Hz、ステップ ダウ ン式変圧器で構成した場合	
エネルギー消費	1.5 kVA	
絶縁種別	危険なコンポーネント間のすべての 電気絶縁は、強化絶縁の要件を満 たすように設計されています。 低圧 回路は接地されています。	
室内作動温度	15℃ ~ 35℃(結露のないこと)	
温度制御範囲	室温 +5℃ ~ 1000℃	
熱電対	Platinel II*	
標準電熱炉の加熱速度 EGA 電熱炉の加熱速度	$0.1 \sim 100$ °C/min $0.1 \sim 50$ °C/min	
*Platinel II は、Engelhard Industries の登録商標です。		

TGA サンプリングシステム

次の表は、TGA サンプルパン、天秤機構、および電熱炉に関する仕様をまとめたものです。

サンプルパン

タイプ プラチナ、アルミナ(Al,0,)、アルミニ

ウム

容量 プラチナ:50 μL、100 μL

アルミナ:100 μL、250 μL、500 μL

アルミニウム: 100 µL

天秤機構

秤量(サンプル)¹ 1.0 g

天秤測定2

分解能 $\begin{array}{c} 0.1~\mu\mathrm{g} \\ \text{精度} \end{array} \hspace{1cm} + 0.1\%$

範囲 200 mg 範囲: 0.1 μg – 200 mg 1,000 mg 範囲: 1 μg – 1000 mg



'注意:天秤の機械的総容量は5gです。バランス アセンブリの損傷を避けるために、サンプルの総重量、テア重量、吊り下げワイヤ、およびパンが必ず5g以下になるようにしてください。

² TGA 天秤機構は、周囲の室温の変化に敏感です。最適な精度を保つように室温を調整する必要があります。

(次のページに続く)

マスフローコントローラ(MFC) 電熱炉雰囲気 Q500 の場合

パージガス

ヘリウム、窒素、酸素、空気、アルゴ

MFC パージレート

最高 200 mL/min



警告:TGA標準電熱炉またはEGA電熱炉では、水素または他の爆発性ガスを使用しないでください。



警告:酸素は、TGAでパージガスとして使用できます。 ただし、揮発性炭化水素は燃焼する可能性があるの で、これを取り除くように、電熱炉をきれいに保つよう にしておく必要があります。



注意:この装置に腐食性ガスは使用できません。パージガスとして酸素を使用する場合は、電熱炉から燃焼の恐れのある炭化水素を確実に取り除いてください。

作動環境

室温範囲

 $15 \sim 35^{\circ}$ C

高度

2 km 未満

- 第2章 TGA の取り付け

TGA の解梱/再梱包

装置の解梱および再梱包に必要な説明は、別途取扱説明書として出荷ボックスおよびインスツルメントコントロールソフトウェアに関連するオンラインマニュアルにあります。装置発送用ハードウェア、合板、およびボックスは、装置を再梱包して発送する場合を想定し、すべて保管しておかれるとよいかもしれません。



警告:本ユニットを解梱する場合は、ヘルプを参考にしてください。一人で処理しないようにしてください。

装置の取り付け

TGA 装置が正しく設置されたときにすぐ操作できるよう、出荷前に電気的、機械的な検査が行われます。このマニュアルに記載された取扱情報は限られているため、オンラインマニュアルで補足説明をご覧ください。取り付ける場合は、次の手順に従います。

- 装置の出荷時の損傷および欠損部品の検査
- 熱交換器の充填
- TA Instruments コントローラへの TGA の接続
- 熱交換器ケーブルおよび水管、パージガスライン、アクセサリー、電源ケーブルの接続
- 天秤の解梱
- 吊り下げワイヤの取り付け
- 装置のレベリングと吊り下げワイヤの位置合わせ
- サンプルプラットフォームの位置合わせ(オンラインマニュアルを参照)
- EGA 電熱炉(オプション)の取り付け

装置を受け取ったら、TA Instruments サービス担当者に連絡を取り、取り付けを依頼するようにしてください。



注意:不適切な取り扱いを避けるため、この章をすべて読んでから取り付けを開始してください。

システムの検査

TGA を受け取ったら、輸送中に損傷がなかったか装置および出荷ボックスを十分 チェックすると同時に、同梱された納品リストと受け取った部品をチェックし漏れがない か調べます。

- 装置が損傷している場合は、運送業者と TA Instruments に直ちに通知してく ださい。
- 装置は損傷していないが欠けた部品がある場合は、TA Instruments に連絡してください。

TA Instruments の電話番号リストは、このマニュアルの裏面をご覧ください。

場所の選択

TGA を使用した試験の感度を保つため、次のガイドラインに従って装置の設置場所を選択するようにしてください。 TGA は次のような場所に設置します。

場所: …温度制御が行われている

... クリーンで振動のない環境

... 十分な作業スペースと換気スペースがある

設置面: … 安定した作業面

条件: ... 電源コンセント(120 Vac、50 または 60 Hz、15 アンペア。ただし、

ステップ ダウン変圧器と組み合わせる場合は230 Vac、50 または

60 Hz、10 アンペア)。

... TA Instruments 熱分析コントローラがあること

... 必要な場合は、適切なレギュレータとフローメータの付いた圧縮空 気およびパージガスの供給が確保できること

回避すべき

条件: ... 埃っぽい環境

- ... 直射日光の当たる場所
- ... 直接気流(ファン、大気ダクト)のある場所
- ... 換気が十分でない場所
- ... 騒音または機械振動のある場所



注意:湿気が多い状態にさらされた場合は、測定装置を 乾燥させる必要があります。装置のアースと設備のアー スを適切に接続し、安全な操作ができるようにすることが 重要です。

装置の乾燥は次のような方法で行ってください。

- 1. 10℃/分で 400℃ まで昇温します。
- 2. 30 分間等温にします。

熱交換器の充填

熱交換器には、電熱炉から放熱させるために冷却剤を装置に供給する液体貯蔵槽があります。冷却剤は、図に示すように、熱交換器を出て供給ラインを通り、電熱炉を循環し、戻りラインを通って貯蔵槽に戻ってきます(水管の接続方法については42ページを参照)。以下の指示に従って熱交換器を充填します。





- 1. 熱交換器の水貯蔵槽キャップのねじを緩めます(左図を参照)。
- 2. TA Instruments TGA コンディショナー(PN 952377.901)を水貯蔵槽ボトルに追加します。貯蔵槽に追加するコンディショナーの量については、ボトルの指示を参照してください。ボトルに蒸留水を内縁まで入れます。

メモ:システムを起動した後、貯蔵槽ボトルの水のレベルを再度チェックして、必要があれば内縁まで水を注ぎます。



注意:熱交換器貯蔵槽には、蒸留水以外の液体は入れないでください。

3. 水貯蔵槽キャップを元に戻し、しっかりと締めます。

ケーブルおよびラインの接続

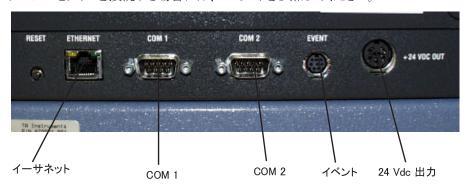
ケーブルおよびガスラインを接続するには、TGA 装置の裏面にアクセスする必要があります。説明はすべて、使用者が装置の背面に向かい合うことを前提に記載されています。

メモ:ケーブルを接続してから、電源コードをコンセントに差し込んでください。すべてのコンピュータのケーブルの蝶ネジを締めます。

- ! 注意:電源コードを入れたり抜いたりする場合は、必ず コードではなくプラグで行ってください。
- 警告:電源ケーブルパスと通信ケーブルパスを保護してください。つまずく危険性がありますので、ケーブルを通路に配置しないようにしてください。

ポート

TGA の装置の裏面にポートがあります。次の表は、各ポートの機能の説明です。 ケーブルとラインを接続する場合には、このリストを参照してください。



TGA の左裏面にある 5 つのポート

ポート	機能
イーサネット	ネットワーク通信機能を提供します
Com 1	TGA では使用しない。
Com 2	TGA では使用しない。
イベント	外部同期用の汎用リレー接点の密封、ガス切り替え接点密閉同期入力、または汎用入力 4 _ −24 Vdc の機能を果たします。
24 VDC 出力	熱交換器検出信号および電圧を提供します
ベースパージ	TGA では使用しない。
ガス 1	MFC 付きの TGA Q500 または TGA Q50:マスフローコントローラ用吸気ポート。 サンプルおよびバランス パージガスに使用します。 最大圧力 140 kPa ゲージ圧(20 psig)
	(続く)

ポート	機能
ガス 1	TGA Q50:サンプル パージガス用ポート。 最大圧 力 140 kPa ゲージ圧(20 psig)のフローメータが必 要です。
ガス 2	<i>MFC 付きの TGA Q500 または TGA Q50:マスフ</i> ロー コントローラ用ポート。 サンプルのパージガスに使用します。 最大圧力 140 kPa ゲージ圧 (20 psig)
	TGA Q50:サンプル パージガス用ポート。最大圧 力 140 kPa ゲージ圧(20 psig)のフローメータが必 要です。
冷却ガス	電熱炉に冷却用空気を供給します。 最大圧力 830 kPa ゲージ圧(120 psig)



TGA の右裏面にある3つの使用可能なポート

41

熱交換器のケーブル および水管

以下の手順に従って、熱交換器ケーブルおよび水管を接続します。

- 1. 装置キャビネットの左裏にある 24 Vdc 出力コネクタを探します(40 ページの図を 参照)。
- 2. 熱交換器ケーブルをコネクタに接続します。熱交換器ケーブル以外はこのコネクタには適しません。
- 3. パッキンから水管を取り外します。
- 4. 「SUPPLY」というマークの付いた水管の一方の端部を、装置キャビネットの右側の「SUPPLY」というラベルの付いたコネクタに接続します(図を参照)。
- 5. 「SUPPLY」とマークの付いた水管のもう一方 の端を、熱交換器の「SUPPLY」というラベル の付いたコネクタに接続します。
- 6. 何も印の付いていない水管の一方の端を、装置キャビネットの右側の「RETURN」というラベルの付いたコネクタに接続します(上図を参照)。



TGA の供給ラインおよび戻り ライン

7. 何も印の付いていない水管のもう一方の端を、熱交換器の「RETURN」というラベルの付いたコネクタに接続します。

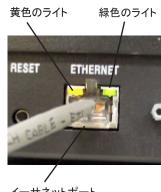
メモ: 熱交換器システムに閉じ込められている空気を、最初のランを開始する前に抜いておく必要があります。 TGA の取り付けが終了した後、装置をオンにします。 インスツルメントコントロールプログラムから [制御]-[主熱交換器] を選択して熱交換器ポンプを起動します。必要に応じて冷却剤貯蔵槽を再充填します。 すべての空気がシステムから抜け、装置がエラーを報告しなくなるまでこのプロセスを繰り返します。

イーサネットハブのセットアップ

装置をネットワークに接続する場合は、下の説明のように必要なケーブルを接続する 必要があります。装置とコントローラは、12-ポートイーサーネットハブに接続しま す。さらに、コントローラを LAN に接続するため の説明もあります。

装置のハブへの接続

- 1. 装置の左裏面にあるイーサネットポートを探 します(右図を参照)。
- 2. イーサネットケーブルの一方の端を装置の イーサネットポートに接続します。
- 3. イーサネットケーブルのもう一方の端を、 イーサネット ハブ上のネットワーク ポートの1 つに接続します(下の図を参照)。



イーサネットポート



イーサネット ハブ

4. LED インジケータで、イーサネット通信の接続ステータスをチェックします。 すべ ての装置には、裏面のイーサネットポートに LED インジケータがありますが、装 置の構成によってはアクティブでない場合があります。LED インジケータは、次 のいずれかの場所にある場合にアクティブになります。(1)装置の裏面のイーサ ネットポート(上記参照)、または(2)キャビネットの右側の通気口から見えるPC/ 104 イーサネットカード上のキャビネット内。LED ステータスは次のとおりです。

イーサネットポート:緑一色 - リンク可能、点滅する黄色 - コンピュータトラフィッ クキャビネット内:緑一色 - リンク可能、点滅する赤 - コンピュータトラフィック。

5. 次のセクションの指示に従って、コントローラをイーサネットハブに接続します。

コントローラのハブへの接続

- 1. コンピュータの裏面のイーサネットポートを探します。
- 2. イーサネットケーブルの一方の端をコンピュータの イーサネットポートに差し込みます(右の図を参 照)。
- 3. ケーブルのもう一方の端をハブ上のネットワークポートの1つに接続します。
- 4. コンピュータの裏面のイーサネットポートをチェック します。コンピュータとハブ間の通信が正常に接続 できると、ポートに緑一色のライトと点滅する黄色の ライトがつきます。
- 5. 次のセクションの指示に従って、コントローラを LAN に接続してネットワーク機能を確立します。



コンピュータのイーサ ネットポート

コントローラの LAN への接続

コントローラを LAN に接続する前に、コンピュータにネットワーク インターフェースカードをインストールしておく必要があります。

- 1. コンピュータの裏面の2つ目のイーサネットポートを探します。
- 2. イーサネットケーブルの一方の端をコンピュータのイーサネットポートに差し込みます。
- 3. もう一方の端をLANに差し込みます。
- 4. コンピュータの裏面のイーサネット ポートをチェックします。コンピュータと LAN の間の通信が正常に接続できると、ポートに緑一色のライトと点滅する黄色のライトがつきます。

パージライン

パージガスをシステムに接続すると、TGA 試験中のサンプル雰囲気を制御できます。パージガスは、TGA の 2 つの部分、電熱炉(サンプル)とバランス チャンバーに別々に分配されます。DSC Q500 にはマスフローコントローラ(MFC)が装備されており、ガスの流量を制御できます。これは、TGA Q50 の場合はオプション アクセサリーです。2 種類までのガスを装置に

接続して、ガスの切り替えができます。この説明に従ってエアーパージラインを接続します。右図を参照してパージラインを探します。





注意:パージラインに液体は使用しないでください。

マスフローコントローラ付属の装置

TGA にマスフロー コントローラが付いている場合は、以下の手順に従ってください。 TGA Q500 にはマスフロー コントローラが標準で付属しています。

- 1. ガス1ポートを探します。ガス1ポートは、サンプルとバランス領域のパージに使用します。
- 2. ガス2ポートを探します。ガス2ポートはサンプル領域のパージのみに使用します。また、ガス1とは異なるパージガスが必要な場合、または試験中にガス交換が必要な場合にも使用します。
- 3. 1/8 インチ O.D. のチューブを使用して、主ガス ラインをガス 1 ポートに接続します。 Teflon TFE チューブを使用するようお勧めします。 これは、装置の出荷アクセサリー キットに含まれています。 必要に応じて、2 次ガスをガス 2 ポートに接続します。
 - マスフロー コントローラが装備されている装置の場合は、流量はインスツルメントコントロール ソフトウェアで選択した設定で制御されます。
- 4. パージガス ソースの圧力をゲージ圧 $70 \sim 140 \; \mathrm{kPa} (10 \sim 20 \; \mathrm{psig})$ の間で調整 するようにしてください。

- 5. インスツルメント コントロール ソフトウェアを使用して、[**装置プリファレンス**]- [MFC ページ] に接続しているガスを指定します。
- 6. [試験ビュー] の [メモ ページ] で、合わせたパージ レートを推奨値 100 mL/分かそれ以下に設定します。 [適用] をクリックし、変更内容を保存します。 流量配分が(a) 標準電熱炉の場合、バランス チャンバー 40 %、サンプル 60 %、(b) EGA 電熱炉の場合バランス 10 %、サンプル 90 %と表示されます。

メモ: ボンベ入りパージではなく、ラボ用パージを使用中の場合は、外付けドライヤを 1 つと 5-μm フィルタを取り付けることをお勧めします。



注意:この装置に腐食性ガスは使用できません。



警告:パージガスとして爆発性ガスを使用することは危険であるため、この装置での使用はお勧めしません。TGA装置で使用可能なパージガスのリストは、第2章を参照してください。

マスフローコントローラの付属しない装置

TGA Q50 の出荷時の構成(必要に応じて MFC 付きにアップグレードできます)では、TGA にマスフロー コントローラは付属して<u>いません</u>。この場合は、以下の手順に従ってください。

- 1. ガス1ポートを探します。ガス1ポートは、サンプル領域のパージのみに使用します。1/8 インチ O.D. のチューブを使用して、対象ガス ラインをガス1ポートに接続します。Teflon TFE チューブを使用するようお勧めします。これは、装置の出荷アクセサリーキットに含まれています。
- 2. ガス2ポートを探します。ガス2ポートは、バランス領域のパージのみに使用します。2/8 インチ O.D. のチューブを使用して、対象ガスラインをガス1ポートに接続します。Teflon TFE チューブを使用するようお勧めします。これは、装置の出荷アクセサリーキットに含まれています。
- 3. MFC が<u>装備されていない</u>装置の場合は、TGA Q50 の裏面にある各パージ継 手(ガス 1 およびガス 2)に接続されたフローメータを使用して適切な流量を維持 することが重要です。

- 4. パージガス ソースの圧力をゲージ圧 $70 \sim 140 \text{ kPa}(10 \sim 20 \text{ psig})$ の間で調整 するようにしてください。
- 5. インスツルメント コントロール ソフトウェアを使用して、[**装置プリファレンス**]- [MFC ページ] に接続しているガスを指定します。
- 6. [試験ビュー] の [メモ ページ] で、合わせたパージ レートを推奨値 100 mL/分かそれ以下に設定します。[適用] をクリックし、変更内容を保存します。 流量配分が(a) 標準電熱炉の場合、バランス チャンバー 40 %、サンプル 60 %、(b) EGA 電熱炉の場合バランス 10 %、サンプル 90 %と表示されます。

メモ: ボンベ入りパージではなく、ラボ用パージを使用中の場合は、外付けドライヤを 1 つと 5-μm フィルタを取り付けることをお勧めします。



注意:この装置に腐食性ガスは使用できません。



警告:パージガスとして爆発性ガスを使用することは危険であるため、この装置での使用はお勧めしません。TGA装置で使用可能なパージガスのリストは、第2章を参照してください。

冷却ガスライン

以下のステップに従って冷却ガスラインを取り付けます。

- 1. 冷却ガス継手の位置を確認してください。TGA キャビネットの後部右側の 1/4 インチ圧縮継手または 1/4 インチ Legris 継手で、ゲージ圧 830 kPa(120 psig) 最大圧力警告ラベルのマークが付いています。
- 2. ラボ圧縮空気ソースがゲージ圧 170 \sim 830 kPa(25 \sim 120 psig)に調整されており、油分や水蒸気を含んでいないことを確認します。
- 3. ラボ圧縮空気ラインを冷却ガス継手に接続します。

メモ:窒素は、冷却ガスとしても使用できます。

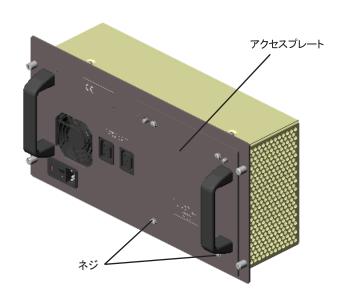
電圧構成ユニット

120 Vac ではなく 230 Vac を使用する場合には、電圧構成ユニットが必要になります。次の手順に従って、ユニットを電源制御ユニット(PCU)に取り付けます。

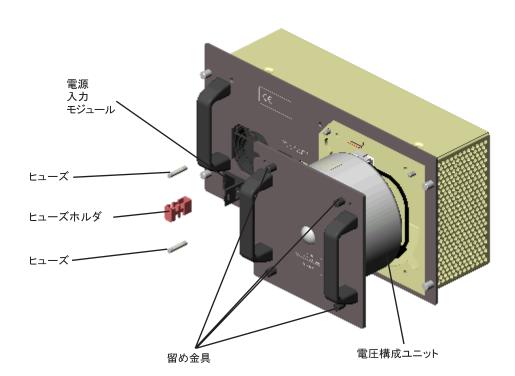


警告:ラベルに記載されているように、この装置には高電圧がかかります。必ず装置のプラグを抜いてから、手順に従うようにしてください。13ページの警告を参照してください。

- 1. 出荷ボックスから中身を取り出して、すべてのコンポーネントが揃っていることを確認してください。
- 2. 固定するために取り付けられた4本のネジを外して、装置の後ろにあるアクセスプレートを取り外します。下の図を参照してください。



- 3. PCU の中にある A10P10 から A10J10 コネクタの接続を解除します。電圧構成ユニットにある A10J10 コネクタを PCU の中にある A10P10 に接続します。次に、PCU の中にある A10J10 を、耐サージ サブアセンブリの A38J1 に接続します。詳細は、右の図を参照してください。
- 4. サブアセンブリを PCU に取り付けて、 4 本の留め金具を締めてしっかりと固 定します。
- 当初 A10J10 A10P10 電源制御ユニット 電圧構成ユニット A38J1 A10J10 最終 A10J10 和10P10 電源制御ユニット
- 5. 電源入力モジュールからヒューズホ ルダを取り外し、10 amp ヒューズをキットで供給されている 6.3 amp ヒューズと交 換します。10 amp ヒューズは破棄します。下の図を参照してください。



電源スイッチ

電源スイッチは装置の後ろにあります。電源 スカモジュールというアセンブリの一部で、 電源ケーブル接続も含まれます。電源スイッチは、装置のオン/オフの切り替えに使用します。変圧器が必要な場合は、電源をオンにする前に取り付けてください。

電源ケーブル

メモ:ヨーロッパ経済地域では、設置する国の基準に適合したという〈HAR〉

マークの付いた(統一)電源ケーブルが必要です。



次のように電源ケーブルを取り付けます。

- 1. TGA POWER スイッチが [Off (0)] 位置にあることを確認します。
- 2. 電源ケーブルを TGA 電源入力モジュールに差し込みます。



注意:TGA電源ケーブルを壁コンセントに差し込む前に、装置が線間電圧と互換性があることを確認してください。 ユニットの後ろのラベルをチェックして、電圧を検証します。

3. 電源ケーブルを壁コンセントに差し込みます。

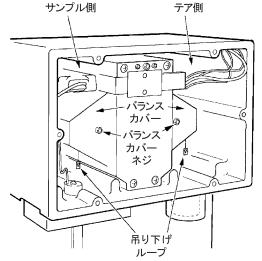
天秤の解梱

TA Instruments は、TGA 天秤機構を解梱する前に、上述した取り付け手順を完了しておくようにしてください。

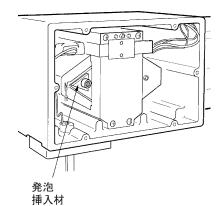


注意:天秤を解梱するときは、天秤アームや吊り下げループを破損しないように気をつけてください。

- 1. TGA アクセサリー キットに付属の 7/64 インチ ボール ドライバを使用して、バランス チャンバー面板を装置に固定している 6 つのネジを取り外します。
- 2. 面板を外します。
- 3. 天秤機構(図を参照)のサンプル (左)側の天秤カバーを保持して いる蝶ネジを緩めて取り外し、カ バーを外します。
- 4. ピンセットを使用して、ネジ穴の周りから発泡挿入材を取り外します (図を参照)。
 - a. ピンセットで発泡材をそっと 圧縮します。天秤に触れな いように気をつけてくださ い。
 - b. 発泡挿入材をバランスチャンバーから取り外します。



- 5. サンプル側カバーおよびネジを元に 戻します。
- 6. この手順を繰り返して天秤のテア(右) 側の発泡挿入材を取り外します。



装置の起動

- 1. TGA とコントローラ間のすべての接続をチェックします。各コンポーネントが正し いコネクタに差し込まれていることを確認します。
- 2. 装置の電源スイッチを [ON (1)] 位置に設定します。

正しく起動すると、TA Instruments のロゴがタッチスクリーン上に表示され(Q500 および Q50 の場合)、キーパッド上の緑のライトが点灯します。装置が使用準備完了であることを示します。

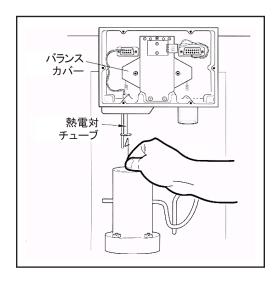
メモ: 少なくとも 30 分間は TGA をウォームアップさせてから、試験 を実施するようにしてください。

吊り下げワイヤの取り付け



注意:取り付け中、吊り下げワイヤを折り曲げたり、吊り下げループに損傷を与えたりしないように注意してください。

- 1. 装置をオンにします。
- 2. [FURNACE/電熱炉]キーを押して電熱炉を下げてください。
- 3. TGA アクセサリーキットに付属 のボールドライバを使用して、 バランス チャンバー面板を装 置に固定している 6 つのネジ を緩めて取り外し、面板を取り 外します。
- 4. 天秤機構のサンプル(左)側の 天秤カバーを保持している蝶 ネジを緩めて取り外し、カバー を外します。
- 5. TGA アクセサリー キットでサン プル吊り下げワイヤを探します。
- 6. 二重に曲げた上フックが左を指し、下フックが右を指すようにワイヤを持ちます。 右の図を参照してください。
- 7. ワイヤを曲げずにワイヤの上を熱電対チューブに差し込めるよう十分に吊り下 げワイヤの下を電熱炉の上に注意深く差し込みます。
- 8. 吊り下げワイヤを、熱電対チューブを経由してバランスチャンバーに通し、チューブの上にワイヤの先端を吊るします。

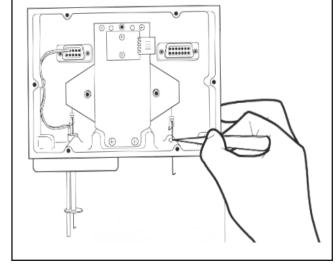


メモ: 吊り下げループを見やすくするために、吊り下げワイヤを吊るす前に、バランス チャンバー内の各ループの後ろに白色の紙をスライドさせ挿入しておくことをお勧めします(終了したら忘れずに紙を取り除いてください)。

- 9. 吊り下げワイヤの上フックを真ちゅうピンセットで掴みます。上フックが左を指したまま、慎重に二重湾曲部を吊り下げループに通し、ワイヤをループから吊り下げます。
- 10. テアチューブのねじを緩めて取り外します。
- 11. アクセサリーキットでテア吊り下げワイヤを探します。
- 12. 二重に曲げた上フックが左を指し、下フックが右を指すようにワイヤを持ちます。
- 13. 真ちゅうピンセットを使用して、テア吊り下げワイヤをテア側のバランス チャンバーに差し込

み、テアチュー ブ接続の上の穴 に通します。ワイ ヤが曲がらない ように注意してく ださい(図を参 照)。

- 12. 上フックが左を指したまま、慎重に二重湾曲部を吊り下げループに通し、ワイヤをループから吊り下げます。
- 13. 試験で使用する サンプル パンを



選択し、同じサイズとタイプのものをテア吊り下げワイヤにロードします。

14. テアチューブを元に戻して指でしっかり締め、O リング シールを圧縮します。 これで、吊り下げワイヤを位置合わせする準備が整いました。

サンプル吊り下げワイヤの位置合わせ

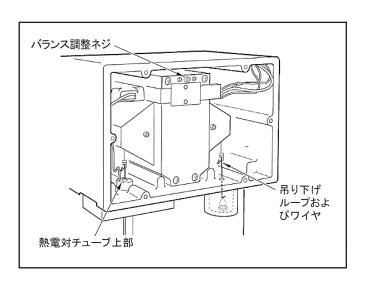
重量シグナルノイズを避けるために、サンプルパンおよび吊り下げワイヤが電熱炉および熱電対チューブの内部でこれらに触れないで吊り下げられるように、TGA装置を位置合わせします。パンが吊るされている角度は台上の表面のわずかな凹凸にも敏感なため、TGA用のテーブルまたは台として頑丈なものを選択することが重要です。

TGA を 適切な位置に置いた後は、サンプル吊り下げワイヤの上部と下部を調整して、以下の手順で装置を位置合わせする必要があります。

サンプル吊り下げワイヤの上部の位置合わせ:

- 1. 空のサンプル パンをサンプル プラットフォーム上に置きます。
- 2. 装置タッチスクリーン上の [LOAD/ロード] キーに触れます。 TGA は自動的に電熱炉を下降させ(必要に応じて)、サンプルプラットフォームを電熱炉の上に移動させ、パンを天秤の上にロードします。

パンが自動的にロードしない場合は、手動で(真ちゅうピンセットを使用して)サンプル吊り下げワイヤにパンを置き、手順を続行してください。サンプル吊り下げワイヤの位置合わせが終了した後、サンプルプラットフォーム調整手順(詳細はソフトウェアオンラインヘルプを参照)に従ってロードを補正します。

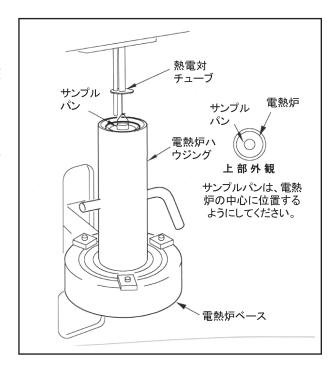


4. ワイヤが熱電対チューブ内で中央配置されていない場合は、7/64 インチボールドライバを使用して、ワイヤが中央に配置されるまで天秤調節ネジ(前ページの図を参照)を回します。

天秤調節ネジを時計回りに回すと、ワイヤは後方に、反時計回りに回すと前方に移動します。 装置の起動

吊り下げワイヤの下部の位置合わせ:

- 1. [Contro Menu/制御メニュー]タッエスクリーンの [FURNACE/電熱炉] キーに触れ、電熱炉をちょうどサンプル パンの下部まで上昇させ、[STOP/停止] を押します。
- 2. 電熱炉内のサンプルパンの位置合わせをチェックします。自由に動くよう、ほぼ中央に、電熱炉または熱電対チューブの側面に触れないような状態で吊り下げられていなければなりません(図を参照)。
- 3. サンプルパンが電熱炉の中央に配置されておらず、自由に動く状態で吊り下げられていない場合、下部の脚を調をしてTGA装置を位置合わせします。場上は反時計回りに、短反時計回りには反時計回りには反時計にします。パンが適切に吊り下げられるまで調整を続けます。
- 4. [FURNACE/電熱 炉] キーに触れ、電 熱炉を下げます。
- 5. [UNLOAD/アンロード] キーに触れてサンプルパンを電熱炉から取り外します。



6. バランス チャンバー面板および 6 つのネジを元に戻します。

電熱炉内で位置合わせするためにサンプル パンを手動でロードした場合は、この時点でインスツルメント コントロール ソフトウェアを使用してサンプル プラットフォームを調整する必要があります(詳細はオンライン ヘルプを参照してください)。

装置のシャットダウン

装置の電源をオフにする場合は、次の点を考慮してください。

- 熱分析システムのすべてのコンポーネントは、長時間電源がオンになることを前提に設計されています。
- ユニットのオン/オフの切り替えによる電源の変動を最小限にすることで、TGA とコントローラの電子技術の信頼性が増します。

このような理由により、システムおよびそのコンポーネントのオン/オフの切り替えを頻繁に行うことはお勧めできません。したがって、装置で試験が終了し他のタスクに熱分析システムを使用する場合は、装置の電源をオンにしたままにしてください。

正常に装置をシャットダウンするには、「インスツルメントコントロール」メニューから
[制御]-[装置のシャットダウン] を選択するか、または [Display Menu/表示メニュー] タッチスクリーンの [SHUTDOWN/シャットダウン] キーに触れます。確認メッセージが表示されます。[OK] (タッチスクリーンの場合)、または [シャットダウン] (インスツルメントコントロールの場合)を選択して、先に進みます。装置がデータをフラッシュ画面に保存する間、装置とのすべての通信が停止されます。この手順が終了すると、装置の電源を切っても安全である、または装置をリセットしても安全であるというメッセージが表示されます。

装置の電源を切るには、電源スイッチを [OFF (0)] 位置に設定します。

第3章

使用、メンテナンス、および診断

TGA の使用方法

すべての TGA 試験は、次の手順に従います。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。手順のほとんどはインスツルメントコントロールソフトウェアを使用して実行します。これらのアクションを実行する際に必要な手順はインスツルメントコントロールプログラムのオンラインヘルプにあるため、ここではすべての詳細は説明しません。

- 装置の較正
- パンタイプと材質の選択
- TA インスツルメント コントロール ソフトウェアによる、試験手順の作成または選択、および試験情報の入力
- サンプルパンの選択およびテア
- サンプルのロード
- パージガス流量の設定
- 試験の開始
- 試験の終了時点でのサンプルのアンロード

正確な結果を得るには、注意して次の手順を行い、定期的(1ヶ月に1回)に較正を チェックしてください。

始める前に

試験のセットアップをする前に、TGAとコントローラが正しく取り付けられていることを確認してください。以下の条件が満たされていることを確認します。

- TGA とコントローラの間の必要なすべてのケーブルが接続されていること
- 熱交換器水管が接続されていること
- すべてのガスラインが接続されていること
- 各ユニットの電源がオンになっていること
- すべての適切なオプションが取り付けられていること
- 装置がコントローラに接続されていること
- コントローラ操作に精通していること
- TGAの較正が行われていること(必要な場合)

TGAの較正

正確な試験結果を得るには、装置を最初に取り付けるときに較正を行う必要があります。最善の結果を得るため、その後も定期的に較正をするようにしてください。

TGAには、2種類の較正、温度の較正および重量の較正が必要です。較正手順はいずれも、インスツルメントコントロールソフトウェアによって実行されます。

温度の較正

温度の較正は、正確な転移温度を得るために極めて重要な項目です。TGAの温度較正を行うには、そのキュリー温度点を持つ高純度磁気標準を分析し、観測値および補正値を温度較正表に入力する必要があります(詳細はオンラインヘルプおよびマニュアルを参照してください)。最もよく使用される標準は、キュリー温度 354.4℃のニッケル(NIST Certificate for GM761)です。観測温度と補正温度は、較正の試験による転移温度と理論上の転移温度(たとえばキュリー温度)に相当します。1から5までの温度較正ポイント(観測温度ポイントと補正温度ポイントの対)を較正表に入力することができます。複数ポイントを使った較正は、1ポイントによる較正より正確です。詳細は、オンラインヘルプを参照してください。

重量の較正

重量の較正は、少なくとも 1 ヶ月に 1 回、TGA で行うようにしてください。 重量較正 手順では、200 mg 2 1 g のウェイト範囲を較正します。 較正パラメータは、装置に記憶されます。

較正ウェイトを装置の較正に使用する前に、較正ウェイトの正確な重量を求める必要があります。

インスツルメントコントロール重量較正機能では、ステップを追って較正を行います。詳細は、オンラインヘルプを参照してください。

TGA 試験の実行

試験手順

すべての試験は、次の手順に従います。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。このマニュアルに掲載されていない項目は、インスツルメントコントロールソフトウェアのオンラインマニュアルを参照してください。

- パンタイプと物質の選択
- 空のサンプルパンのテア
- サンプルのパンへのロード
- TAコントローラを介した、サンプルと装置情報の両方を含む試験情報の入力
- インスツルメントコントロールソフトウェアを使用した試験手順の作成または選択
- パージガスなど外部アクセサリーの追加、セットアップ(適宜)
- 試験の開始

サンプルパンのテア

サンプルをロードする前にテアを行い、天秤が正確な測定値を示すようにする必要があります。

空のサンプル パンをプラットフォームに置き、TGA [Control Menu/制御メニュー] タッチスクリーンまたはキーパッドから [TARE/テア] を選択するか、インスツルメントコントロール ソフトウェアから[制御]-[テア] を選択します。パンが自動的にロードされ、電熱炉が上昇して測定を行います。テア手順が終了したら、電熱炉は自動的に下降し、パンをアンロードします。

サンプルのロード

サンプル パンのテアを行った後、次のようにしてサンプルを TGA 電熱炉にロードします。

1. サンプルをサンプル パンに置き、サンプル プラットフォームにパンを配置します。

サンプル吊り下げワイヤがサンプル パンを持ち上げることができるように、サンプルパンの下部のワイヤをパン穴の溝に揃えます。

メモ:サンプルパンを扱う場合は必ず、真ちゅうピンセットを使用してください。

- 2. [Control menu/制御メニュー]タッチスクリーン上の [LOAD/ロード] キーに触れます。 TGA は、サンプル パンを天秤上に自動的にロードします。
- 3. 最適な結果を得るために、熱電対を、サンプルパンの中央ではなく端に配置します。

メモ:熱電対の位置は、サンプルから約2ミリ離します。

4. [Control menu /制御メニュー] タッチスクリーンまたはキーパッドで [FURNACE/電熱炉] に触れて、サンプルの位置位まで上昇させて電熱炉を閉じます。

試験の開始

試験を開始する前に、TGA がコントローラに接続されており、インスツルメントコントロールソフトウェア経由で必要な情報をすべて入力したことを確認します。

メモ:試験が開始されると、コンピュータのキーボードで最適の操作が行えます。TGAは動きに対して非常に敏感であるため、装置のタッチスクリーンのキーに触れると振動を感知することがあります。

装置タッチスクリーンまたはキーパッドの [START/開始] キーに触れるか、インスツルメントコントロール ソフトウェアの [開始] を選択することによって試験が開始します。 装置を起動すると、システムは、サンプル パンを自動的にロードし、必要に応じて電熱炉を閉じ、試験を実行して完了させます。

試験の停止

何らかの理由によって試験を中断する必要がある場合は、[Control menu /制御メニュー]タッチスクリーンの [STOP/停止] キーを押すか、インスツルメントコントロールソフトウェアの[停止]を選択することで、いつでも停止できます。試験を停止するもう1つの機能として、[REJECT/拒否] があります。[Reject/拒否] 機能は試験中のすべてのデータを破棄するのに対し、[Stop/停止] 機能は試験を停止した時点までに収集したデータをすべて保存します。

装置のメンテナンス

このセクションで説明する主なメンテナンス手順は、使用者の責任において実施するようにしてください。それ以外のメンテナンスは、TA Instruments の担当者、または有資格のサービス要員が行うことになっています。詳細は、インスツルメントコントロールソフトウェアにインストールされたオンラインマニュアルを参照してください。



警告:この装置では高電圧を使用するため、訓練を受けていない場合は、試験や電気回路の修理を行わないでください。

装置のクリーニング

TGA タッチスクリーンはいつでもクリーニングできます。タッチスクリーンは、家庭用の液体ガラスクリーナおよび柔らかい布でクリーニングしてください。ガラスクリーナで(タッチスクリーン自体ではなく)布をぬらしてから、タッチスクリーンと周辺表面を拭き取ります。



注意:強力な薬品、研磨用クリーナ、スチールウール、または表面が粗い素材は、表面に傷が付いたり、特性を劣化させる恐れがあるため使用しないでください。

電熱炉ハウジングのクリーニング

装置の TGA 電熱炉タイプに該当するセクションの手順に従ってください。 TGA Q 50 および Q500 の出荷時構成では、標準電熱炉が付属しています。 ただし EGA 電熱炉をオプションとして取り付けることができます。

TGA 標準電熱炉のみのクリーニング

電熱炉を長期間使用できるようにするために、電熱炉ハウジングのクリーニングを少なくとも 1 ヶ月に 1 回行い、凝結物を取り除くようにしてください。次の手順に従います。



警告:多量の揮発性炭化水素(潤滑油など)が失われる TGAでの物質の評価を定期的に行う場合、標準電熱炉 のクリーニングをより頻繁に行い、危険物が電熱炉に堆 積するのを防ぐ必要があります。

- 1. 「FURNACE/電熱炉」キーを押して電熱炉を完全に開きます。
- 2. 必要に応じてパンをアンロードします。
- 3. 電源スイッチをオフ位置(0)に設定し、電源コードを装置から抜きます。
- 4. パージチューブの電熱炉ハウジングパージへの接続を解除します。
- 5. アース線を電熱炉ハウジングの裏面に留めているナットおよび止め座金を緩めて取り外し、ワイヤをハウジングから取りはずします。



注意:ナットまたは止め座金をTGAキャビネット内に落とさないように注意してください。

6. 電熱炉ハウジングフランジを電熱炉ベースに固定しているクランプの3つの押さえネジを緩め(次ページの図を参照)、クランプを時計回りに4分の1ほど回してフランジから外します。

- 7. 電熱炉ハウジングを注意深く持ち上げて電熱炉から外し、左に移動させます(電熱炉ハウジングを電熱炉から完全に持ち上げるために熱電対を移動させなければならないことがあります)。
- 8. ペーパー タオルを数枚下に置き、電 熱炉ハウジングをその上にひつくり返します。
- 9. ハウジングの内側を溶剤(アルコールなど)と綿棒で掃除します。金メッキを引っ掻いたり、はがしたり **クランプ**しないように注意してください。



メモ:ハウジングを電熱炉に戻す前に、ハウジングおよびパージポートを空気で乾かして溶剤の跡を取り除きます。

10. ハウジングを取り外したときの手順を逆に行って、ハウジングを電熱炉に戻します。 つまり、ハウジングを注意深く電熱炉に下ろし、クランプをハウジングフランジに配置し、押さえネジをしっかり締め、アース線をナットおよび止め座金で取り付け、パージチューブを再度接続します。



警告:感電しないように、アース線はしっかりと接続*してく ださい*。

メモ:電熱炉ハウジングを持ち上げるために熱電対を移動させた場合は、忘れずに元の位置に戻してください。

- 11. 電源コードを装置に接続して、電源スイッチをオン位置(1)に設定します。
- 12. システムを1時間窒素でパージします。
- 13. 電熱炉をクリーニングして元に戻した後、TGA を 900℃ まで加熱し、残りの溶剤を取り除きます。

EGA 石英電熱炉チューブのクリーニング

EGA 電熱炉は、オプションで TGA に取り付けることができます。 次の手順に従って、電熱炉の石英チューブのクリーニングを行ってください。



警告:電熱炉サンプルチューブを素手で触らないでください。手の油が石英ガラスを不透明にすることがあり、サンプルチューブの寿命が著しく短縮することがあります。サンプルチューブ内に金属製の装置を挿入してサンプルチューブの汚染物質を削り取ろうとしないでください。破損することがあります。



注意:電熱炉のクリーニングの際に、電熱炉の真上にある吊り下げワイヤおよび電熱炉熱電対を妨げないでください。損傷することがあります。

- 1. [FURNACE/電熱炉] キーを押して電熱炉を完全に開きます。
- 2. サンプルパンを取り外します。
- 3. 電熱炉ベースの下面にあるゴム キャップを取り外します。
- 4. 電熱炉チューブの下に小さい カップを置きます。溶剤(アルコー ルなど)を使用して電熱炉チュー ブを洗い、ゴミを取り除きます。 溶剤を、チューブの底からカップ に排出します。
- 5. 図に示すように、柔らかい毛ブラシ(軟質のボトル用ブランをお勧めします)を使用してブランを静かに上下に滑らせ、ハンドルが自由に曲がるように、電熱炉チューブの内側を掃除します。



- 6. 再度電熱炉チューブを溶剤で洗います。
- 7. クリーニングを終了したら、ゴムキャップを石英チューブに戻します。
- 8. システムを1時間窒素でパージします。
- 9. 電熱炉を900℃まで加熱して、残った溶剤を取り除きます。

TGA 電熱炉の交換

TGA 電熱炉は、何らかの理由で故障した場合、取り外して交換することができます。 装置に取り付けている電熱炉に該当する手順に従ってください。

標準電熱炉の取り外しおよび再取り付け

電熱炉の取り外し、再取り付けを行うには、装置キャビネットの前面にあるスロット内の接続から電熱炉アームを取り外す必要があります。

電熱炉の取り外し

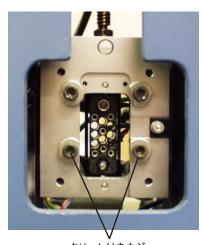
電熱炉を取り外すには、以下の手順に従ってください。

- 1. [FURNACE/電熱炉]キーを押して電熱炉を完全に開きます。
- 2. TGA アクセサリーキットに付属のボールドライバを使用して、装置キャビネットの 前面のスロット内にある電熱炉アーム接続の各側面の2つのネジを緩めます。

右図では、ネジおよびクリートの位置がよくわかるように、電熱炉アーム/ベースを取り外しています。

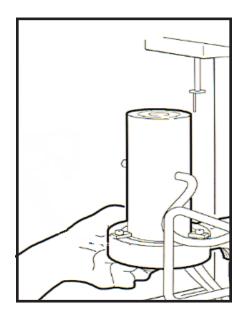
メモ: 左上のネジおよびクリートには、電熱炉ベースの3つの押さえネジを緩めるとアクセスできます。電熱炉ハウジングを反時計回りに静かに回して、冷却剤接続をキャビネットスロットの前面から離します。

3. 各ネジを回転させて、クリートのフラットエッジが垂直方向かつ電熱炉アームの溝に平行に並ぶように D 字クリートを回します。



クリート付きネジ

- 4. 電熱炉ベースを片手で持ち、 [FURNACE/電熱炉] キーに触れて 約 1/4 電熱炉を上昇させ、[STOP/ 停止] を押します。
- 5. 電熱炉アーム/ベースを装置キャビ ネットから抜き、取り外します。図を参 照してください。
- 6. 必要な場合は押さえネジを緩め、電熱炉ハウジングを電熱炉ベースから取り外します。冷却剤接続を妨げないように注意してください。電熱炉ハウジングをキャビネットの前面の突起部分に置きます。
- 7. 空冷ラインを電熱炉アーム/ベースの下部から抜きます。これで電熱炉アーム/ベースを装置から完全に取り外すことができます。



メモ:空冷ラインを取り外すときに、ラインが装置キャビネット内に戻らないようにしてください。

電熱炉の交換

電熱炉の交換、または再取り付けを行うには、

1. 空冷ラインを電熱炉アーム/ベースの下部に差し込みます。

メモ:電熱アームをキャビネットスロット内のプラグに再接続する前に、4 つのネジをそれぞれスロット内に戻して完全にしっかり締め、各クリートのフラットエッジが電熱炉アームの溝に平行になるように再度並べます(ネジをそれぞれもう1回転緩めることで、アームの接続操作がしやすくなります)。ネジを緩めるために、[FURNACE/電熱炉]キーを押して、スロットの広い部分からアクセスできるように接続を下降させます。クリートを並べたら、[FURNACE/電熱炉]キーを再度押して、電熱炉を約1/4上昇させます。

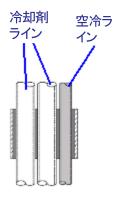
- 2. 電熱炉アームを差し込みます。
- 3. 電熱炉ベースを保持したまま、[FURNACE/電熱炉] キーを押して、電熱炉を完全に下降させます。
- 4. ボールドライバを使用して、電熱炉アーム接続のいずれかの側面の 2 つのネジをしっかり締めます。4 つすべてのクリートの曲縁が電熱炉アームの溝に確実に噛み合うようにします。
- 5. コアの上面が熱電対チューブから吊り下げられているセラミックディスクに届くまで、電熱炉を上昇させます。電熱炉コアを横方向にセラミックディスクに合わせて、セラミックベースに取り付けられている2つのネジを**慎重に**締めてください。セラミックディスクは、コアの内径と同軸上になければなりません。

指で締められるところまで締めたら、それ以上締め過ぎないようにして ください。ひび割れが生じる恐れがあります。

- 6. 電熱炉を下降させ、取り外します。プラスチックバッグにあるクランプを使用して 水冷式電熱炉ハウジング、およびステップ3で取っておいたネジを取り付けま す。
- 7. アース線リング状つまみを電熱炉ハウジングに取り付けます。電熱炉およびハウジングを TGA に再度取り付けます。

メモ: 左上のネジおよびクリートにアクセスするには、電熱炉ハウ ジングを反時計回りに静かに回します。これで、パージおよび冷 却剤接続がキャビネット スロットから外れます。

- 8. 冷却剤ラインや空冷ラインのもつれを避けるために、 右図の View A (TGA を正面から見た図)に示すよう に、ラインを必ず配向させるようにしてください。
- 9. 電熱炉ハウジングを適切に位置合わせできるまで時計回りに回転させ、3つの押さえネジを調節して、適切にサンプルをロードできるように電熱炉開口部を確実に位置合わせします。必要に応じて、第1章で説明したようにサンプル吊り下げワイヤを再度位置合わせします。これでTGAの操作の準備が整いました。



EGA 電熱炉の取り付け

以下の手順では、TGA に初めて EGA 電熱炉を取り付ける方法について説明します。

初回取り付け

EGA 電熱炉を初めて取り付けるには、標準 TGA 電熱炉の取り外しと EGA 電熱炉の交換が伴います。その後の電熱炉の交換については、「EGA 電熱炉の取り外しおよび再取り付け」を参照してください。

- 1. 標準電熱炉を取り外すときにホース接続から漏れる冷却剤を受けるために、滴受けを装置の左に配置します。
- 2. 第3章「電熱炉の取り外しおよび再取り付け」の手順に従って標準 TGA 電熱 炉を取り外します。

電熱炉をハウジングから取り外さないようにしてください。

3. 空冷ラインを電熱炉アーム/ベースの下部から抜きます。

メモ:空冷ラインを取り外すとき、ラインが装置キャビネット内に戻らないようにしてください。

- 4. ホース接続が滴受けの上にくるように、電熱炉アセンブリを装置の左側に置きます。再接続するときに交差させないように、水管の左(AAA)および右(CCC)の向きに注意してください(次のページの図を参照してください)。次に、ワイヤの留め具を慎重に切断して、冷却水管のハウジングへの接続を解除します(ホースの接続を解除したときに、少量の冷却水がパンの中に排出されます)。
- 5. [FURNACE/電熱炉]キーを押して電熱炉キャリッジを下げてください。

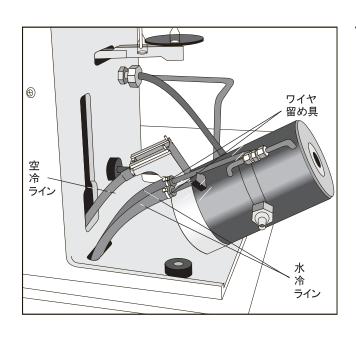
6. 図に示すように、クリートの平 たい側が垂直方向に並ぶよ うに、取り付けネジをそれぞ れ1回転ほど緩めます。

次に、図に示すように、クリートの平たい側が垂直方向に並ぶように、下側の2つの取り付けネジを完全に締め、2回転と少し緩めます。



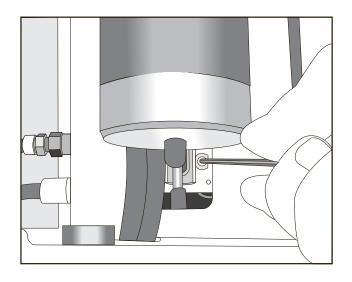
•

注意:上側の2つの取り付けネジを1回転以上緩めると、 ネジが装置キャビネットの内側に干渉して、装置に損傷を 与えることがあります。



7. 空冷ラインをEGA 電熱炉のベースに 差し込み、2 つの 水冷ラインを交差 しないようにしない。 します。ラインの は、左図を参照 は、左図を参水してください。 れを防ぐために リイヤの間属)を 知ラインの間りに 取り付けてください。

- 8. [FURNACE/電熱炉]キーを押して、下側の取り付けネジが装置面板の拡大切
 - 抜きの上端より下になるまで、電熱炉キャリッジを上昇させます。[Stop/停止]キーを押します。
- 9. EGA 電熱炉アームをキャリッジのコネクタに差し込み、付属の3/32インチボールドライバで下側の2つの取り付けネジを締めます。図を参照してください。



10. [FURNACE/電熱炉] キーを押して電熱炉を完全に下降させます。3/32 インチボールドライバを使用して、上側の電熱炉取り付けネジを締めます。左上の取り付けネジにアクセスするには、図に示すように、電熱炉ハウジングの左側にある水接続の間にボールドライバを挿入します。



11. パージホースを電熱炉の右側にあるガスパージ入口に接続します。



注意:パージホースを取り付けるときに、ガラスを壊さないようにガラスパージチューブを片手で持っておきます。

12. 熱交換器貯蔵槽の水位をチェックして、必要があれば水を追加します。手順については第2章「熱交換器の充填」を参照してください。

EGA 電熱炉の 取り外しおよび再取り付け

電熱炉の取り外し、再取り付けを行うには、装置キャビネットの前面にあるスロット内の接続から電熱炉アームを取り外す必要があります。

EGA 電熱炉の取り外し

EGA 電熱炉を取り外すには、以下の手順に従ってください。

- 1. [Control menu /制御メニュー]タッチスクリーンの [FURNACE/電熱炉] に触れて、電熱炉を完全に開きます。
- 2. 装置前面のスロットにある電熱炉アーム接続の各側面の上側2つの取り付けネジを緩めます。EGA電熱炉に付属の3/32インチボールドライバを使用して、2つのネジを1回転ほど緩めます。左上の取り付けネジにアクセスするには、電熱炉ハウジングの左側の水接続の間にボールドライバを挿入します。
- 3. [FURNACE/電熱炉] キーに触れて電熱炉を約 1 インチ上昇させ、[Stop/停止] を押します。
- 4. 付属の 3/32 インチ ボールドライバを使用して下側の 2 つの取り付けネジを緩めます。
- 5. EGA 電熱炉アーム/ベースを装置キャビネットから抜き、取り外します。

6. 空冷ラインを電熱炉アーム/ベースの下部から抜きます。

メモ:空冷ラインを取り外すとき、ラインが装置キャビネット内に戻らないようにしてください。

- 7. EGA 電熱炉を取り外すときにホース接続から漏れる冷却剤を受けるために滴受けを装置の左に配置します。
- 8. ホース接続が滴受けの上にくるように、電熱炉アセンブリを装置の左側に置きます。次に、ワイヤの留め具を慎重に切断して、冷却水管のハウジングへの接続を解除します。(ホースの接続を解除したときに、少量の冷却水がパンの中に排出されます)。

電熱炉は、これで装置から完全に取り外すことができます。

EGA 電熱炉の取り付け

EGA 電熱炉の交換、または再取り付けを行うには必要に応じて、前ページの図を参照してください。

- 1. 空冷ラインを電熱炉アーム/ベースの下部に差し込みます。
- 2. 水冷ホースを EGA 電熱炉水接続の上に滑らせ、ワイヤの留め具で固定します。
- 3. 上側の2つの取り付けネジをしっかりと締め、クリートの平たい側が垂直方向に 並ぶように1回転ほど緩めます。

次に、クリートの平たい側が垂直方向に並ぶように、下側の2つの取り付けネジを完全に締め、次に2回転と少し緩めます。



注意:上側の2つの取り付けネジを1回転以上緩めると、 ネジが装置キャビネットの内側に干渉して、装置に損傷を 与えることがあります。

- 4. [FURNACE/電熱炉]キーを押して、下側の取り付けネジが装置面板の拡大切抜きの上端より下になるまで、電熱炉キャリッジを上昇させます。[Stop/停止]キーを押します。
- 5. EGA 電熱炉アームをキャリッジのコネクタに差し込み、EGA に付属の 3/32 インチボールドライバで下側の 2 つの取り付けネジを締めます。
- 6. [FURNACE/電熱炉] キーを押して電熱炉を完全に下げます。3/32 インチ ボールドライバを使用して、上側の電熱炉取り付けネジを締めます。左上の取り付けネジにアクセスするには、電熱炉ハウジングの左側の水接続の間にボールドライバを挿入します。
- 7. パージホースを電熱炉の右側にあるガスパージ入口に接続します。



注意:パージホースを取り付けるときに、ガラスを壊さないようにガラスパージチューブを片手で持っておきます。

8. 熱交換器貯蔵槽の水位をチェックして、必要があれば水を追加します。手順については第2章「熱交換器の充填」を参照してください。必要に応じて、第1章で説明したようにサンプル吊り下げワイヤを再度位置合わせします。

分光器の接続

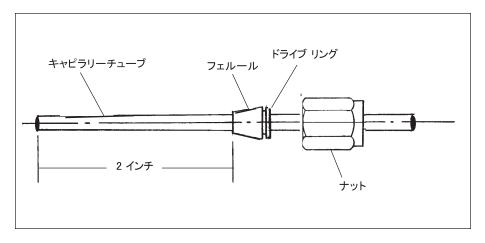
TGA EGA 電熱炉によって、FTIR 分析器などの分光器を装置に接続することができます。分光器を接続するには、発生するガスを TGA から分光器に給送するキャピラリーライン(分光器製造元が提供)を使用する必要があります。

- キャピラリーラインは、排出ガス接続の 1/8 インチ Swagelok® 継手と接続するように直径 1/8 のものです。
- キャピラリーラインは、最高 1000℃ までの温度で発生ガスおよび酸素による腐食に耐えることができる耐熱合金製でなければなりません。
- キャピラリーラインは、サンプルチューブの排出ガス継手およびガラス枝管を通るものでなければなりません。発生ガスが転送ラインに入る前に凝縮しないように、サンプルチューブの内径の手前で終わるものでなければなりません。
- キャピラリーラインは、柔軟な動きができるように十分長いものでなければなりません。開閉してサンプルをロード/アンロードできるように、EGA 電熱炉の上下8.2 cm(3 と 5/8 インチ)の動きを吸収しなければなりません(キャピラリーラインが十分長くない場合は、電熱炉が開閉するたびに接続を解除して、再接続する必要があります)。

分光器をEGA電熱炉に接続するには、以下のステップに従ってください。

- 1. フェルールからキャピラリーラインを2インチ以上残して、Swagelok®ナット、ドライブリング、およびフェルールを適切な長さのキャピラリーラインに取り付けます。
- 2. フェルールをかしめ、チューブがフェルールから 2 インチ突出するようにキャピ ラリチューブの端部を切断します。次ページの図を参照してください。

メモ:キャピラリーラインを Swagelok®継手を超えて 2 インチ以上 延ばすと、TGA が適切に動作しないことがあります。



- 3. キャピラリーラインを排出ガス接続に挿入する前に、端部がまっすぐで、酸化堆積物がないことを確認してください。
- 4. キャピラリーラインを挿入して、Swagelok®ナットをしっかり締めてコネクタを密閉します。Swagelok®ナットを締めるときに、3/8 インチのレンチを使用して、排出用継手の平らな部分が回転するのを防ぐようにします。



警告:キャピラリーラインがまっすぐではない場合、または酸化堆積物が多量にある場合は、ラインを挿入するとサンプルチューブが壊れるおそれがあります。

熱交換器のメンテナンス

熱交換器は、レベル、および液体冷却剤の質を維持する以外、メンテナンスは必要ありません。レベルが下がりすぎた場合、または冷却剤が汚れた場合は、装置に問題が生じることがあります。



注意:熱交換器貯蔵槽には、蒸留水およびTAコンディショナー以外の液体は入れないでください。

熱交換器の冷却剤のレベルおよび状態を定期的にチェックする必要があります。装置の使用頻度に応じて、3~6ヶ月ごとにチェックすることをお勧めします。

適宜蒸留水を貯蔵槽に追加して、貯蔵槽の少なくとも 2/3 は蒸留水が入っているようにしてください。 藻の繁殖が見える場合は、次のセクションで示すように、 貯蔵槽ボトルを空にして、 再度蒸留水を充填し、 TA Instruments TGA コンディショナーを追加します。

水貯蔵槽の 排水および再充填

熱交換器の水貯蔵槽は、次のように排水し、再充填します。

- 1. 熱交換器制御ハーネスおよび水管の装置キャビネットへの接続を解除します。
- 2. 水貯蔵槽キャップを緩めて取り外します。
- 3. 次のようにして冷却剤を排出し、システムをすすぎます。
 - a. 熱交換器を持ち上げ、水貯蔵槽ボトルの中身を空けます。
 - b. ボトルの 2/3 まで蒸留水のみを入れ、キャップを元に戻します。
 - c. 熱交換器制御ケーブルおよび水管を装置キャビネットに再接続します。

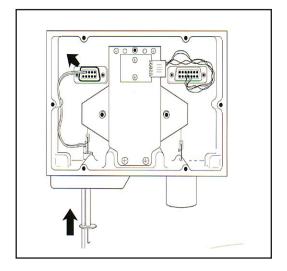
- d. インスツルメントコントロール プログラムから [制御]-[主熱交換器]を選択してポンプをオンにして、水を数分間循環させます。
- e. [制御]-[停止]を選択してポンプをオフにして、貯蔵槽ボトル内の水の透明度をチェックします。
- f. 満足する透明度が得られないときは、熱交換器ケーブルおよび水管の装置 キャビネットへの接続を解除して、ステップ a~eを繰り返します。
- g. ボトルの水を循環させた後、満足する透明度を得られるまでこの手順を繰り返します。
- 4. 水を処分して、ボトルに TGA コンディショナー(PN 952377.901)および新鮮な蒸留水を入れます。
- 5. [制御]-[主熱交換器]を選択してポンプを再度オンにして、水管から気泡がなくなるまで水を循環させ、[制御]-[停止]を選択してポンプを停止します。
- 6. 水貯蔵槽キャップを元に戻し、しっかりと締めます。

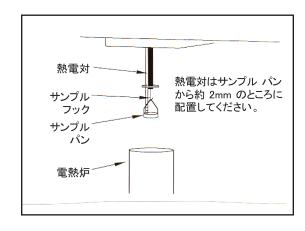
TGA 熱電対の交換

TGA の重量変化は、一般にサンプルのごく近くに配置された熱電対で測定したサンプル温度に対してプロットされます。分解中にサンプルがパチパチという音を立てたり発泡する場合、この熱電対は、サンプルの排ガスおよび汚染にさらされます。熱電対を交換する必要があります。1000℃までの循環による脆化の場合も交換の必要があります。

サンプル熱電対を交換するには

- 1. サンプル パンを取り外し、電 熱炉を開き、天秤面板を取り 外した状態で、熱電対を底か ら押し上げ、バランス チャン バーに戻します。
- 2. 熱電対をコネクタから抜き、 バランスチャンバーから取り 外します。
- 3. 新しい TGA 熱電対をコネク タに差し込みます。





- 4. 新しい熱電対を、熱電対 チューブの隣の穴に通し ます。
- 5. 熱電対の端部を、熱電対 チューブの端部のセラミッ クディスクに通します。
- 6. 熱電対をサンプル パンから約2mm のところに配置します。熱電対の端部がパンに触れないようにしてください。

- 7. 吊り下げワイヤがバランス チャンバー内の熱電対の上部に触れないようにしてください。
- 8. バランスチャンバー面板を元に戻し、6つのネジを固定します。

メモ:テアおよびサンプル吊り下げワイヤを交換するには、第2章「吊り下げワイヤの取り付け」を参照してください。

ヒューズの交換

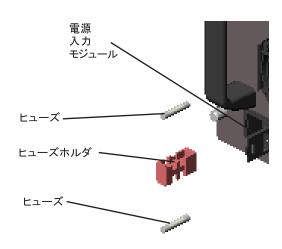


警告:必ず装置のプラグを抜いてから、ヒューズの検査 または交換をしてください。

TGA には、ユーザには交換できない内部ヒューズが含まれています。内部ヒューズが飛ぶと危険です。TA Instruments のサービス担当者に連絡してください。

ユーザが交換できるヒューズは、装置の後ろにある電源入力モジュールにある ヒューズのみです。これらのヒューズのチェックまたは交換をするには、次の手順に 従います。

- 1. 装置の電源を切り、電源コードを取り外します。
- 2. 電源入力モジュールのドアの端に小さなネジ回しを挿入し、こじ開けます。
- 3. ヒューズホルダの端にネジ回 しを挿入し、装置から引っ張り 出します。
- 4. 古いヒューズを取り出し、装置 の後ろのパネルに記載された タイプおよび定格のヒューズと のみ交換します。
- 5. ヒューズホルダを開口部に戻し、ドアを押し閉めます。



交換用部品

このセクションでは、TA Instruments から入手可能な TGA用の交換部品を一覧表示します。一部の部品の交換は、サービス担当者が行うことになっています。部品を注文する場合には、下の表と88ページの所在地リストを参照してください。

ヒューズ、コードおよびケーブル

品番	説 明
205221.001	ヒューズ(6.3 amp、250 V)
205221.002	ヒューズ(10 amp、250 V)
251470.025	イーサネットケーブル(7.7m[25フィート]、シールド済み)
253827.000	電源コード
920223.901	イベントケーブル

TGA アクセサリー

品番	説明
920063.901	電源コード ユニット
200063.029	Oリング、電熱炉の底キャップ プレート
259508.000	真ちゅうピンセット
259509.000	スパチュラ、湾曲、長さ 165 mm
265749.001	Oリング、電熱炉ハウジングの底
269845.001	Oリング、電熱炉ハウジングからバランスチャンバー
269920.002	ボールドライバ、0.050 インチ
269920.026	ボールドライバ、7/64 インチ
952014.901	バランスアセンブリ
952017.001	テアチューブ
952040.901	サンプル吊り下げワイヤ
952040.902	テア吊り下げワイヤ
952162.901	熱交換器チューブ
953110.901	モーター ドライブ PCB
953160.901	TGA 熱交換器アセンブリ
953208.901	サンプル熱電対アセンブリ
953550.901	マスフロー コントローラ アップグレード キット - 出
	張サービスによる取り付けを含む
952121.001	作業面トレイ
952256.901	Kapton 吊り下げループ

TGAサンプルパン、およびアクセサリー

品番	説明	
952018.906 952018.907 952018.908 952018.909 952323.902 952377.901 952018.910	100 μLプラチナ サンプル パン キット 100 μLセラミック サンプル パン キット 50 μLプラチナ サンプル パン キット 250 μLセラミック サンプル パン キット 100 μLアルミニウム サンプル パン キット コンディショナーキット 500 μLセラミック サンプル パン キット	

TGA 較正/リファレンス物質

品番	説 明
269930.001 269931.001 269931.002 900905.901 952011.906 952384.901 952385.901 952398.901 953032.901	クラス C 較正ウェイト キット(1 mg ~ 500 mg) Cal. wt. 100 mg Cal wt. 1 g シュウ酸カルシウム サンプル 較正ウェイト キット(100 mg および 1 g) TGA 温度較正キット TGA ニッケル リファレンス物質 TGA アルメル リファレンス物質 電熱炉アセンブリ

TA Instruments 所在地

TA Instruments, Inc. 109 Lukens Drive New Castle, DE 19720 電話番号:1-302-427-4000 または 1-302-427-4040 ファックス番号:1-302-427-4001

> ヘルプライン(米国内) 熱分析用アプリケーションについては、熱分析ヘルプ・デスクにお問い合せください。 電話番号:1-302-427-4070

サービス(米国内)

装置サービスおよび修理 電話番号:1-302-427-4050

ベルギー/ ルクセンブルグ

TA Instruments a Division of Waters N.V./S.A. Raketstraat 60 Rue de la Fusée 1130 Brussel / Bruxelles Belgium 電話番号: 32/2 706 00 80 ファックス番号: 32/2 706 00 81

ヨーロッパ

TA Instruments Ltd Cleeve Road Leatherhead, Surrey KT22 7UQ United Kingdom 電話番号: 44/1372 360363 ファックス番号: 44/1372 360135

フランス

TA Instruments France SARL 1-3, Rue Jacques Monod 78280 Guyancourt France 電話番号:33/1 30 48 94 60 ファックス番号:33/1 30 48 94 51

ドイツ

TA Instruments Germany Max Planck Strasse 11 63755 ALZENAU Germany 電話番号: 49/6023 96470 ファックス番号: 49/6023 964777

イタリア

Waters S.p.A. Via Achille Grandi, 27 20090 Vimodrone (Milano), Italy 電話番号: 39/02 27421 283 ファックス番号: 39/02 250 1827

日本

ティー・エイ・インスツルメント・ジャパン 東京都品川区 北品川 1-3-12 第 5 小池ビル 4 階 日本 電話番号:813 5479 8418 (営業およびアプリケーション) ファックス番号:81/3 5479 7488 (営業およびアプリケーション)

オランダ

TA Instruments A Division of Waters Chromatography by Postbus 379 / Florijnstraat 19 4870 AJ Etten-Leur The Netherlands 電話番号:31/76 508 72 70 ファックス番号:31/76 508 72 80

スペイン

Waters Cromatografia S.A. Entenza 24 Planta Baja 08015 Barcelona Spain 章季采品。24/02 600 02 0

電話番号:34/93 600 93 00 ファックス番号:34/93 325 98 96

スウェーデン/ ノルウェー

Waters Sverige AB TA Instruments Division PO Box 485 Turebergsvägen 3 SE-191 24 Sollentuna Sweden 電話番号:46/8 59 46 92 00 ファックス番号:46/8 59 46 92 09

オーストラリア

TA Instruments C/O Waters Australia Pty.Ltd. Unit 3, 38-46 South Street Rydalmere NSW 2116 Australia 電話番号:613 9553 0813 ファックス番号:61 3 9553 0813

索引

E

EGA 電熱炉 30~34 説明 30

F

[FURNACE/電熱炉] アップキー 21

Н

Hi−Res® TGA 28~31

L

LAN コンピュータへの接続 44 [LOAD/ロード] キー 21

S

[STOP/停止]キー 20

T

TGA EGA 電熱炉 30~34 オーソサンプラ- 31~34 開始 52 キャビネット 18 クリーニング 64 ケーブル 電力 50 検査 36 交換用部品 86 コンポーネント 18、19

TGA スタートアップガイド■

```
作動環境 34
 サンプルプラットフォーム 18
 サンプルをロード 62
 仕様 32
 使用方法 59
 説明 17
 装置の特性 32
 吊り下げワイヤ
  位置合わせ 55
  取り付け 53
 停止 57
 電熱炉 18
  取り付け 71
  取り外し 69
 取り付け 36~50
 熱交換器 18、81
  充填 38
  水管 42
 熱電対の交換 83
 場所 37
 分光器の取り付け 79
 メンテナンス 64~68
 ライン
  パージ 45
  冷却ガス 47
TGA Q50
 キーパッド 26
TGA Q500
 タッチスクリーン 19~25
 ディスプレイメニュー(表示メニュー) 23
TGA オートサンプラー 31~34
TGA のコンポーネント 18
```

あ

```
安全基準 10
```

イーサネットケーブル コンピュータを LAN へ接続する 44

イーサネット ハブ コントローラへの接続 44 装置への接続 43

位置合わせ サンプル吊り下げワイヤ 55

温度の較正 60

カン

ガス

推奨 46、47

キーパッド 19 TGA Q50 26 機構 22 機能キー 19

キャビネット 18

クリーニング 64 EGA 電熱炉石英チューブ 67 石英電熱炉チューブ 67 装置 64 電熱炉ハウジング 65

ケーブル イーサネット 43

較正

TGA 60 温度 60 重量 60 コントローラ キーボード 19 説明 17

コンピュータ LAN への接続 44 イーサネット ハブへの接続 44

さ

作動環境 34

サンプル ロード 62

サンプル吊り下げワイヤ 位置合わせ 55

サンプルパン 33 ロード 62

サンプルプラットフォーム 18

サンプルをロード 62

試験

開始 62

拒否 63

停止 63

手順 61

試験の実行 61

試験の停止 63

重量の較正 60

仕様 32

商標 3

装置参照:TGA

イーサネットハブへの接続 43

た

```
タッチスクリーン
 Auto TGA プラットフォーム較正 24
 主要機能キー 20
吊り下げワイヤ
 位置合わせ 55
 取り付け 53
ディスプレイメニュー(表示メニュー)
 タッチスクリーンキー 23
雷圧構成ユニット
 取り付け 48
電源スイッチ 50
電磁適合性基準 11
電熱炉 18
 EGA
  取り付け 73
  取り外し/再取り付け 76
 再取り付け 69
 取り外し 69
 ハウジングのクリーニング 65
 標準
  ハウジングのクリーニング 65
電熱炉チューブ
 クリーニング 67
天秤 18
 解梱 51
天秤機構 33
登録商標 3
特許 3
取り付け
 吊り下げワイヤ 53
 電圧構成ユニット 48
```

な

熱交換器 81 ケーブル 40 充填 38 水貯蔵槽 81 ライン 40 冷却剤 81 熱重量測定装置 関連項目:TGA 熱電対 交換 83 ネットワーキング 44

パージライン 45 発生ガス分析 (EGA) 電熱炉 取り付け 73、77 パン ロード 62 ヒューズ DSC での交換 85 部品 86 [プラットフォーム較正] タッチスクリーン 24 分析計 EGA 電熱炉への接続 79 法規則への適合 10

ま

マスフロー コントローラ 34 メンテナンス TGA 64~68 モジュテイテッド TGA (MTGA) 28

5

ライン 接続 39 リモートキー 関連項目:システムキー 冷却ガス ライン 47