# TGA Q5000 IR 熱重量測定装置



Q シリーズ<sup>TM</sup> スタートアップ ガイド



©2005—2006 by TA Instruments—Waters LLC 109 Lukens Drive New Castle, DE 19720

#### 注記

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。また、TA Instruments は、予告なしに本マニュアルを改訂、変更する権利を有します。

TA Instruments は、本マニュアルで取り扱う特許、特許アプリケーション、商標、著作権、その他の知的所有権を有します。TA Instrument が発行する書面によるライセンス合意で明記されているものを除き、本マニュアルの付属物は、これらの特許、商標、著作権、その他の知的所有権に対するライセンスを供与するものではありません。

TA Instruments の オペレーティング ソフトウェアおよび装置、データ解析、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の所有権および著作権は、TA Instruments 社に帰属します。購入者には、同時に購入したモジュールおよびコントローラでこれらのソフトウェア プログラムを使用するためのライセンスが供与されます。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。

## 重要: TA Instruments マニュアル補追

本スタートアップ ガイドに関する重要な補追情報にアクセスするには、下記のリンクをクリックしてください。

- TA Instruments 商標
- TA Instruments 特許
- その他の商標
- TA Instruments エンドユーザー使用許諾契約
- TA Instruments 所在地

## 目次

重要: TA Instruments マニュアル補追	3
目次	4
メモ、注意、および警告	7
法規制への適合	8
安全基準	
電磁適合性基準	
安全性	9
装置の記号	
電気的安全性	
化学的安全性	10
対熱安全性	
機械的安全性	10
装置の持ち上げ	10
第1章: Q5000 IR の概要	11
概要	11
コンポーネント	11
TGA Q5000 IR のコンポーネント	
バランス アセンブリ	
赤外線 (IR) 電熱炉	
TGA オートサンプラー	
Hi-Res <sup>TM</sup> TGA	
モジュレイテッド TGA (MTGA <sup>TM</sup> )	
その他のアクセサリー	
TGA Q5000 タッチスクリーン	
主要機能キー	
制御メニュー	
表示タッチスクリーン オプション	
較正オプション	
装置仕様	
TGA Q5000 IR 装置の特性	
TGA サンプリング システム	22
第 2 章: TGA Q5000 IR の設置	
TGA の解梱 / 再梱包	
システムの準備	25
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 スイッチのセットアップ	
サンプルおよびバランス パージ ラインの接続	31
冷却ガス ラインの設置	32
電圧設定装置	33
電源スイッチ	34
電源ケーブル	
TGA の設置	35
出荷用ブラケットの取り外し	
バランスの解梱	
オートサンプラー トレイの設置	37
装置の起動	
吊り下げワイヤの設置	
テア吊り下げワイヤの設置	
サンプル吊り下げチューブの設置	
サンプル吊り下げワイヤの設置	
サンプル吊り下げワイヤの位置合わせ	43
サンプル吊り下げワイヤの下部の位置合わせ	
下部電熱炉アセンブリの設置	45
バランス アセンブリを閉じる	46
バランスの調整	
装置のシャットダウン	47
表色のマイブエアグマ	4/
第3章: 使用、メンテナンス、および診断	
TGA Q5000 IR の使用	49
がある前に	
TGA の較正	
オートサンプラーの較正	
ロード上昇キャリブレート位置	
ロード下降キャリブレート位置	
重量の較正	
温度の較正	52
TGA 試験の実行	53
試験手順	
パンのサイズと物質の選択	
サンプル パンのテア	53
サンプル パンのロード	54
オープン パンのロード	54
密閉パンのロード	
試験の開始	
試験の停止	55
装置のメンテナンス	56
装置のクリーニング	
IR 電熱炉のクリーニング	56
パンのクリーニング	
熱交換器のメンテナンス	50
TGA 下部電熱炉アセンブリの交換	60

ヒューズの交換	62
交換用部品	63
索引	65

## 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

### <u>カナダ:</u>

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 2001 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:

UL 61010A-1: 実験用電気機器、第1部:一般基準

UL 61010A-2-010 第 2 部: 物質加熱用実験機器の特定基準

## 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 CISPR 11:2004 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 <u>カナダ</u>:

ICES-001 第3刷 1998年3月7日発行、妨害発生機器基準工業、科学および医療用無線周波発生器

<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 (表 B.1)。

#### *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

### 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 AC 電源の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。

## 電気的安全性

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。

## 化学的安全性

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: 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: 多量の揮発性炭化水素(例えば、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、デブリの堆積により電熱炉に危害 が及ぶ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。

### 対熱安全性

注意: 試験実行後は、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。 下部電熱炉(熱電対)アセンブリの取り外しは、電熱炉が冷めてから行ってください。

### 機械的安全性

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

## Q5000 IR 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、コントローラ コンピュータおよび関連ソフトウェアと併用し、熱分析システムを構成するものです。



TGA Q5000 IR

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。

コントローラとは次の機能を実行するコンピュータです。

- ユーザと分析用装置間のインタフェースを提供する
- 試験のセットアップおよびパラメーターの入力を可能にする
- 試験データを格納する
- データ解析プログラムを実行する

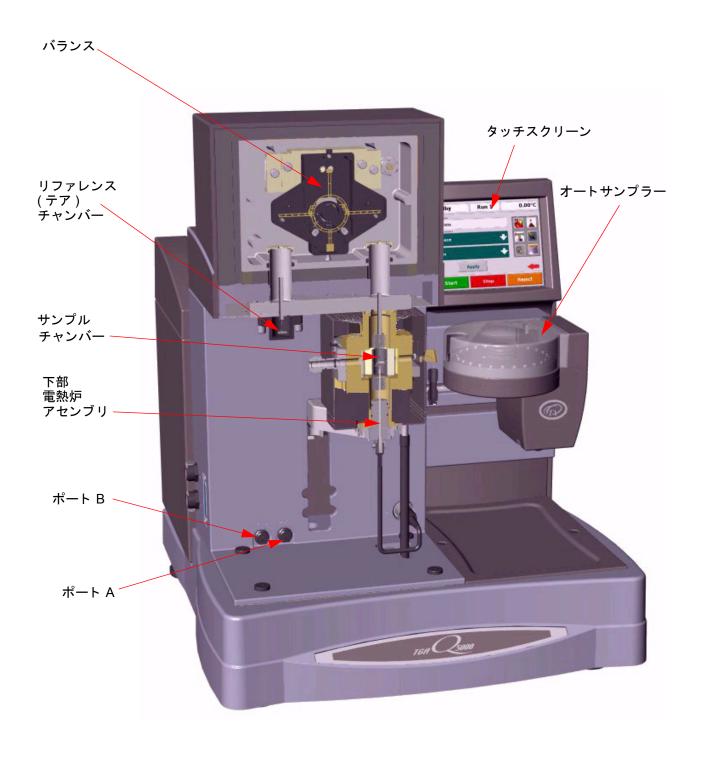
## コンポーネント

TGA Q5000 IR には以下の主要ハードウェアコンポーネントがあります (次ページの図を参照してください)。

- バランス。サンプル重量の正確な測定値を提供します。バランスは、TGA システムの主要部分です。
- 加熱システム (あるいは*赤外線 (IR) 電熱炉*)。サンプル温度を制御します。
- *オートサンプラー*。サンプルをバランスに / からロード / アンロードします。オートサンプラー プラットフォームには組み込まれたパン パンチ メカニズムがあり、オプションの密閉アルミ パンと併用します。
- キャビネット。システムの電子装置と機構を収納します。
- *熱交換器*。電熱炉から放熱します。
- 質量流量コントローラ(MFC)。バランスと電熱炉へのパージガスを制御します。
- タッチスクリーン。装置にコマンドを送り、リアルタイム表示を行うために使用します。

以降の数ページでは、TGA のコンポーネントについて簡単に説明します。詳細については、装置コントロール ソフトウェアの関連オンライン 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、装置コントロール 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 Q5000 IR のコンポーネント

## バランス アセンブリ

TGA バランス アセンブリはゼロ位法を採用しており、変動測定用バランス、バランス アーム、バランス位置センサ、吊り下げワイヤ アセンブリ、サンプル パン、テア パンで構成されます。

変動測定バランスは、バランスのアームが取り付けられる測定回路メータの動きです。

バランス アームはベリリウム銅合金でできており、測定変動部に取り付けられるアセンブリです。

バランス位置センサは、プリント基板上の LED ソースと LED 検出器で構成され、測定変動のゼロ位を検出します。バランス ビーム センサはバランス アームの上に取り付けます。アナログ回路とともにゼロ位を維持するために使用されます。

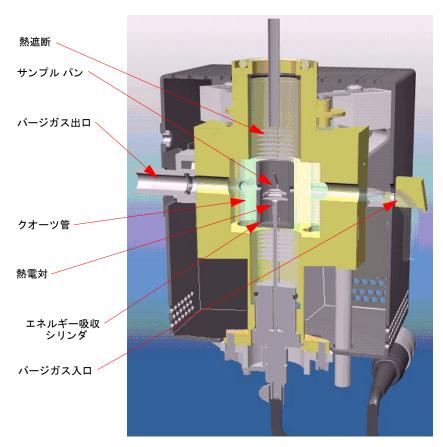
TGAには2つの*吊り下げワイヤアセンブリ*があります。1つはテアパン用でもう1つはサンプルパン用です。各アセンブリは吊り下げワイヤとベリリウム銅製のデカップラーループから構成されています。吊り下げワイヤの終端にはフックがついており、パンをループに接続します。ループは吊り下げワイヤをバランスアームに接続するために使用します。長い方の吊り下げワイヤはサンプル側用です。

テア吊り下げワイヤ、テアパン、バランス重りがサンプル パンとサンプル吊り下げワイヤの重量のバランス を機械的にとります。

## 赤外線 (IR) 電熱炉

赤外線 (IR) 電熱炉 (ここに図示)は クオーツ ハロゲン ランプを熱源と して使用します。サンプル部分を収 納する クオーツ管の周りに環状に 4 つのランプが配置されます。ランプ からの赤外線エネルギーは、4 つの 水冷され金メッキが施された楕円 表面の反射板により サンプル部分 に向けられます。

サンプル部分はクオーツ管の内部の シリンダに収納されています。この エネルギー吸収シリンダはランプ放 射エネルギーを吸収してサンプル、 パン、熱電対を加熱します。



温度はサンプルパンの下にある*熱電対アセンブリ*で測定され、制御されます。サンプル熱電対はプラチナディスクに取り付けられ、熱交換を向上させ、対流によるガス流を抑えます。熱電対アセンブリにはもう1つの独立した熱電対があり、過熱から電熱炉を保護します。

エネルギー吸収チューブの上下にある *熱遮断*アセンブリは電熱炉の終端から の熱損失を低減します。

パージガスはクオーツ管内のチューブを通ってサンプルパン上部のアブゾーバの穴からサンプル部分に入り、アブゾーバのもう1つの穴を抜けてクオーツ管内の2番目のチューブから外に出ます。

電熱炉を囲む*電磁コイル*は、サンプルパンの磁気サンプルに作用する磁界を生成します。これによって、キュリー

点標準とキュリー点調査を使って自動温度較正を行うことができます。

測定後は電熱炉下部から電熱炉チャンバーに導入される空気で電熱炉は急速に冷却されます。

電磁石

エリプティカル リフレクター -

ハロゲン ランプ・

## TGA オートサンプラー

TGA Q5000 オートサンプラー(図を参照)によって複数のサンプルをプラットフォームへ配置し、自動ロードやランシーケンスが可能になります。標準のパントレイで最大 25 サンプルまでの装填が可能です。試験は通常通りに行われますが、サンプルは連続的に実行できます。

次に示すパンは、TGA オートサンプラーと併用します。

#### 標準パントレイ(25パン)

- セラミック 100 および 250 µL (1200℃ まで使用)
- プラチナ 50 および 100 µL (1000°C まで使用)
- 密閉アルミ 20 µL\*(600℃ まで使用)
- アルミ80 μL (密閉パンの下部)(600℃まで使用)



 $180\,\mu\text{L}$  半球クオーツ パンと併用するオプションのトレイもあります。このプラットフォームには最大  $10\,$ 個のパンまで装填できます。

\*密閉パンはロード、評価する前にパンチされます。

サンプルは特別のアルミパンに密閉し、オートサンプラーに組み込まれたパンチメカニズムによってバランスにロードする直前に開く(環境に露出する)ことができます。パンチメカニズムでは、パンチされたパンのみがバランスにロードされるようにします。*すなわち、メ*カニズムによって密閉パンがまだパンチされていないと判断するとパンに再度パンチを行います。2度目のパンチがうまく行かないとパンはロードされません。

サンプルトレイとパンチメカニズムの較正方法については、本マニュアルの第3章および装置コントロールソフトウェア付随のオンラインマニュアルを参照してください。

## Hi-Res<sup>TM</sup> TGA

TA instruments Hi-Res 技術のダイナミック レート TGA は、試料の加熱速度が、重量変化解像度および分析時間を最適化するように、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、従来の制御手法とは異なります。この Q5000 IR で提供する TGA 技術では重量変化が起きていない昇温セグメントでは非常に高速な加熱速度を使用し、重量の変化中は自動的に加熱速度を緩やかにすることができます。重量変化が完了すると、システムは選択した昇温速度に戻ります。典型的な Hi-Res の昇温では、より低速の加熱速度で行われる一定の加熱速度を使った測定に比べ、同等あるいはより短時間で、より高い解像度が得られます。

Hi-Res オプションによる利点として、以下が挙げられます。

- 転移解像度の向上
- 調査スキャンの迅速化
- 微量分析機能の強化
- 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<sup>TM</sup>)

TA instruments モジュレイテッド TGA (MTGA) は、従来の TGA と同じ分解特性あるいは揮発特性を調べるのに使用する画期的な技術です。加えて Q5000 IR で提供する 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機能があります。

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
- 動力学機構の検証
- 一次反応動力学モデルの検証

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動力学情報を取得できます。

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、温度または変換に応じて、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。つまり動力学式の形式に関する知識は不要です。一次反応動力学モデルの想定(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、動力学パラメーター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ー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。

## その他のアクセサリー

TGAではさまざまなメーカーが提供する多くの標準分析アクセサリーを使用することができます。これには、FTIR (フーリエ変換赤外分光)、質量分光器、ガスクロマトグラフ、発生気体分析器などがあります。質量分光器の性能を補完し、電熱炉と他の結合装置へのトランスファーライン間での凝結を防ぐため、排気口での標準コネクタはオプションの加熱コネクタに代えることができます。電熱炉上のバランスチャンバーを出るパージガスは同じルートで排気されます。

必要に応じて、電熱炉ガス排気口に 1/4 インチ Swagelok 社製標準コネクタに真空ポンプを接続することができます。

詳細は、各装置のメーカーにお問い合わせください。

## TGA Q5000 タッチスクリーン

TGA Q5000 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として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これら機能の基本的レイアウトについて簡単に説明します。

ディスプレイの上部の[*ステータス ライン*] は現在の装置状態、選択した実行モード、温 度を示します

画面の下部には、主な装置機能に使用する キーセットがあります。各キーの説明は以下 の表を参照してください。



タッチスクリーン中央の機能は表示される画面によって変わります。

## 主要機能キー

次のキーを、装置の主要機能に使用します。

キー名称	説明
[開始]	試験を開始します。これは装置コントロール ソフトウェアの [開始] と同等の機能です。 [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。
[停止]	試験実行中は、このキーを使用すると完了したかのように、メ ソッドが通常に終了します。つまり、メソッド終了条件が有効 になり、生成されたデータが保存されます。これは装置コント ロール ソフトウェアの [停止]と同等の機能です。 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、[ <b>停止</b> ]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。
	オートサンプラーのシーケンスが進行中の場合は <b>[停止]</b> はシーケンスを停止します。
[制御]	制御コマンド機能一覧を表示します。これは、電熱炉の移動、サンプルのロード / アンロード、テアリングなど装置の動きを制御します。項目はアイコンまたはドロップダウン メニューから選ぶことができます。 <b>[適用]</b> を選択してコマンドを開始します。この画面についての詳細は次ページを参照してください。
( <i>表続く</i> )	

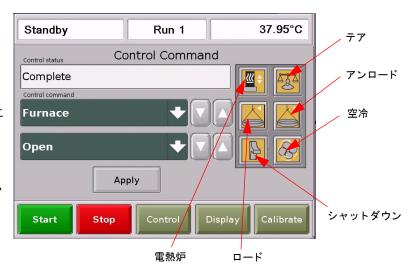
[表示]	表示画面にアクセスします。シグナル表示、リアルタイム プロット、装置インフォメーションなどの装置からのシグナルを表示します。
[較正]	この装置で使用可能な較正機能を表示します。オートサンプ ラーやタッチスクリーン較正などの機能はこのキーを使用して アクセスすることができます。

### 制御メニュー

制御メニュー(右図を参照)にはタッチスクリーン下部の【**制御**】キーをタッチしてアクセスします。各制御コマンドの簡単な説明を次の表に示します。

メモ: 試験中は、ここに 示すコマンドのほとん どが使えません。

制御コマンドのドロップダウン リストから、またはアイコンを押して希望の機能を選びます。その後、[適用]を押して動作を開始します。



制御コマンド	説明
[ロード/アンロード]	サンプル プラットフォームからバランスにサンプル パンをロード / アンロードします。この機能は、必要に応じて自動的に電熱炉の開閉を行います。
[テア]	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、その重量を補正値として保存し、パンをアンロードします。
[全テア]	空パンのトレイ全体の表示重量を電子的にゼロにします。
[電熱炉]	電熱炉閉(アップ)と電熱炉開(ダウン)を切り替えます。これは、キーを押したときの電熱炉の場所によって決まります。電熱炉の移動中にキーを押して、移動の方向を逆にすることができます。
(表続く)	

[ガス切り替え]	[ガス #1] と [ガス #2] を切り替えます。
[空冷]	空冷機能のオンとオフを切り替えます。これは、装置コントロール ソフトウェアの [空冷]と同じ機能です。
[熱交換器]	熱交換器のオンとオフを切り替えます。
[リセット オートサンプラー]	オートサンプラーをリセットします。
[オートパーク]	オートサンプラートレイをホーム位置の右下の停止位置に送り ます。
[オートパンを前面へ]	オートサンプラートレイで希望するパン番号位置をプルダウン メニューから選びます。番号がこのウィンドウに表示される選 択されたパンが前方に移動します。
[パンチパン]	オートサンプラートレイで希望するパン番号位置をプルダウン メニューから選びます。番号がこのウィンドウに表示された選 択パンがパンチされます。
[パラメーター リセット]	保存された装置パラメーターをリセットし、装置をリセットし ます。
[シャットダウン]	装置をシャットダウンしリセットします。

## 表示タッチスクリーン オプション

表示オプションはタッチスクリーン下部にある表示キーをタッチすることでアクセスします。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。

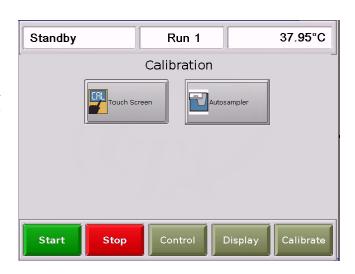


キー名称	説明
[セグメント]	試験に使用中の試験手法にアクセスします。
[インフォメーション] ( <i>表続く</i> )	ソフトウェア バージョン、オプション、および IP アドレスなど の装置情報が表示されます。

[ステータス]	試験の現在のステータスを示す 3 つのメイン シグナルが表示されます。
[シグナル]	装置から直接送信されるリアルタイムのシグナル データが表示 されます。ここに表示されるシグナルは、装置コントロール ソ フトウェアの[ツール]-[装置プレファランス]にアクセスして カスタマイズすることができます。
[プロット]	試験中に装置から受信するデータを時間ベースでプロットして 表示します。
[スクリーンセーバー]	タッチスクリーン用のスクリーン セーバーを選択します。
[ホーム]	開始ウィンドウに戻ります。

## 較正オプション

較正オプションはタッチスクリーン下部にある較 正キーをタッチすることでアクセスします。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。



キー名称	説明
[タッチスクリーン]	タッチスクリーン表示を較正することができます。
[オートサンプラー]	オートサンプラー較正機能にアクセスします。

## 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 Q5000 IR 装置の特性

外形寸法	奥行き 55.9 cm (22 インチ ) 幅 47 cm (18.5 インチ ) 高さ 61 cm (24 インチ )
装置重量 変圧器重量 (230V 動作用)	37.27 kg (82 ポンド ) 8.18 kg (18 ポンド )
電源	120 Vac、50/60 Hz、標準 230 Vac、50/60 Hz、降圧変圧器構成の場合
消費電力	最大 1.44 kVA、アクセサリー用電源コンセント含む
絶縁定格	危険な低電圧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。
温度範囲	環境 +5℃ から 1200℃
熱電対	Platinel II*
加熱速度	0.1 から 500°C/min ( 衝撃加熱 > 1000°C/min)

<sup>\*</sup>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、バランス機構、および電熱炉に関する仕様をまとめたものです。

### 25 パン トレイ用サンプル パン オプション

タイプ	プラチナ、セラミック (Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> )、アルミ
容積容量 および温度 範囲	密閉アルミ 20 μL (600℃ まで) プラチナ 50 μL (1000℃ まで) アルミ 80 μL (密閉パンの下部) (600℃ まで) プラチナ 100 μL (1000℃ まで) セラミック 100 μL (1200℃ まで) セラミック 250 μL (1200℃ まで)
パンの数 / トレイ	25 個

### 10 パントレイ (Q5000 IR ではオプション) 用サンプル パン オプション

タイプ	半球クオーツ
容積容量 および温度 範囲	半球クオーツ 180 µL (1000℃ まで )
パンの数 / トレイ	10 クオーツ パン

#### バランス機構

重量容量 (サンプル)1	最大サンプル質量 900 mg、テア質量 800 mg
重量範囲	100 mg
バランス測定	テア重りが必要
解像度	0.01 μg
精度	<±0.1% あるいは 10 μg のどちらか大きい方



 $^1$  注意: バランス サスペンションの機械的合計容量は 5 g です。バランス アセンブリを損傷しないため、サンプル、テア重量、バランス ビーム、吊り下げワイヤ、パンの合計が 5 g を決して越えないようにしてください。サンプル パン、リファレンス パン、サンプル、テアの質量を除いたバランス システム合計質量は、3.23 g です。オートサンプラーを使う場合は最大サンプルとパンの質量は 600 mg となり、500 mg はリファレンス パンとテアの質量です。手動ローディングの場合は最大サンプルとパンの質量は 930 mg でリファレンス側は 830 mg です。

### 雰囲気制御

パージガス	ヘリウム、窒素、酸素、空気、アルゴン
MFC パージ流量:	最大 200 mL/min ( 推奨流量 : サンプル用は 25 mL/min、 バランス用は 10 mL/min)

- ※告: TGA 電熱炉には水素またはその他の爆発性ガスを使わないでください。
- 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。

### 動作環境

室温	15°C ~ 35°C ( 結露なし )
高度	最高 2 km 未満

## TGA Q5000 IR の設置

## 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装置コントロール 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、プラスチック パレット、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、すべて保管するようにしてください。



警告:本ユニットを解梱する場合は、2人で行うようにしてください。1人では処理しないようにしてください。

## システムの準備

TGA 装置については、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。設置は、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
- TGA をコントローラ コンピュータに接続する
- 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
- 120 Vac の代わりに 230 Vac を使用の場合は電圧設定装置を設置
- バランスの解梱。指示に従った電熱炉出荷用ブラケットの取り外しを含む。
- 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
- 下部電熱炉アセンブリと空冷ラインの設置
- 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)

装置を受け取ったら、TA Instruments サービス担当者に連絡を取り、TGA の開梱と設置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 に直ちにご連絡ください。
- 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。

## 場所の選択

Q5000 を使用した TGA 試験の感度を 1 マイクログラム未満に保つため、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、以下の場所に設置する必要があります。

- …温度コントロールが行われている。温度の範囲は  $20 \sim 30$ °C。
- ... クリーンで振動のない環境。建物の1階が望ましい。 ポンプやモーターなどの振動を発生する装置から離れている
- ... 十分な作業スペースと換気スペースがある
- ... 安定した作業面。**大理石のテーブルを推奨。**通常の実験台に単独で設置することは推奨できません。
- ...電源コンセントの近く (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流量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

#### 回避すべき場所

- ...埃の多い場所
- ...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
- ...人の行き来が多いため、気流が発生しやすいか、機械的な妨害を受けやすい場所

## 熱交換器の充填

熱交換器には、湿度チャンバーから放熱させるために冷却液を装置に供給する液体容器があります。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29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. 熱交換器の水容器キャップのねじを緩めます(下図を参照)。



2. TA Instruments TGA コンディショナー (PN 952377.901) を水容器 に追加します。容器に加え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。容器の内縁まで蒸留水を入れます。

メモ:システムを起動した後、容器の水位を再度チェックして、必要であれば内縁まで水を注ぎます。



注意: 熱交換器の容器には、蒸留水および TA Instruments の TGA コンディショナー以外の液体は入れないでください。

3. 水容器の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 装置の後面パネル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。



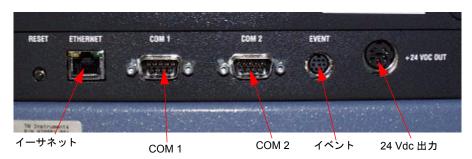
注意: ケーブルを接続してから、電源コードをコンセントに差し込んでください。すべての コンピュータ ケーブルの蝶ネジを締めます。





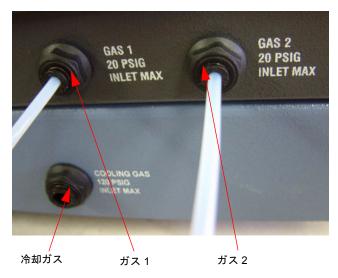
## ポート

TGA 装置の裏面には、ポートが設置されています。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 では使用しません。
Com 2	TGA では使用しません。
イベント	汎用のリレー接点の閉鎖を提供します。
<b>24 VDC</b> 出力	熱交換器検出シグナルおよび電圧を提供します。
ベースパージ	TGA では使用しません。
ガス1	質量流量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)。
ガス 2	質量流量コントローラ用吸気ポート。2次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)。
冷却ガス	ラン後の冷却用に空気あるいは窒素を電熱炉に供給します。830 kPa ゲージ圧 最大圧 (120 psig)。



TGA の右裏面にある3つの使用可能なポート

### 熱交換器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 (28 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. 梱包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)。
- 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。



Supply (供給) および Return (戻り) ライン (TGA 上)

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。次に、装置コントロール プログラムで [制御]-[主熱交換器]を選ぶか、またはタッチスクリーンで制御コマンド機能をスクロールして「熱交換器」を探して [適用]を押すことにより、熱交換器ポンプを始動します。必要に応じて冷却剤容器を再充填します。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 スイッチのセットアップ

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、イーサネット スイッチに接続します。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。

### スイッチに装置を接続する

- 1. 装置の左裏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 スイッチ上のネットワーク ポートの1つに接続します (下の図を参照)。



イーサネット スイッチ

- 4. 背面にある構成スイッチを確認してください。スイッチは、オフ位置になっているか、コントローラが装置と通信できる上部位置にセットされているはずです。
- 5. 装置の裏面のイーサネット ポートをチェックします。装置とスイッチ 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 る黄色のライトが点灯します。





構成スイッチ

6. 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 スイッチに接続します。

#### スイッチにコントローラを接続する

- 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スイッチ上のネットワーク 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。コンピュータとスイッチ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。

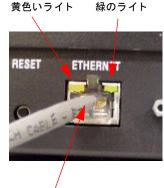


コンピュータ イーサネット ポート

### LAN にコントローラを接続する

コネクタを LAN に接続する前に、ネットワーク インタフェース カードをコン ピュータに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。



イーサネット接続

### サンプルおよびバランス パージ ラインの接続

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。TGA Q5000 IR には質量流量コントローラ (MFC) が装備されており、ガスの流量を制御できます。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。ガス1には通常窒素が使われます。パージラインを接続するには、以下の手順に従います。右の図を参照してパージラインを探します。





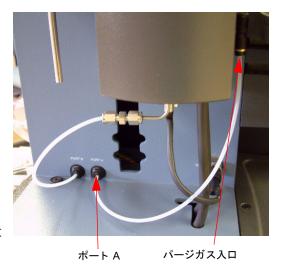
注意:パージラインに液体は使用しないでください。乾燥ガスを使用してください。

次の説明に従ってパージラインを接続します。

- 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部分のパージに使用します。ガス1には 通常窒素が使われます。
- 2. ガス2ポートを探します。ガス2ポートはサンプル部分の 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。テフロン 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。

バランスと電熱炉の流速は装置コントロール ソフトウェア で設定を選択することによって、個別に制御できます。

4. 1/8 インチ テフロン TFE チューブを右図に示すように、装置 前面のポート A からパージガス入口に接続します (図には 冷却気ラインの接続も示されています。これは下部電熱炉 アセンブリを設置するときに行います。45 ページを参照してください)。



31

- 5. 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。
- 6. 装置コントロール 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。
- 7. **[試験ビュー]**の**[メモ]ページ**で、パージ流量を試験で必要な値に設定します。**[適用]**をクリックし、変更内容を保存します。

メモ: ボンベ入り窒素パージではなく、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- $\mu$  m 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1章を参照してください。

### 冷却ガス ラインの設置

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 キャビネットの背面にある 1/4 インチ圧縮継手(Legris)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:冷却ガスは電熱炉の空洞部に流れ込みます。酸素に敏感な物質を分析するときは、冷却ガスとして窒素を使用することを推奨します。

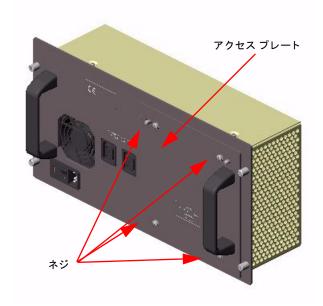
### 電圧設定装置

120 Vac ではなく 230 Vac を使用する場合には、電圧設定装置が必要です。次の手順に従って、ユニットを電源コントロール ユニット (PCU) に取り付けます。



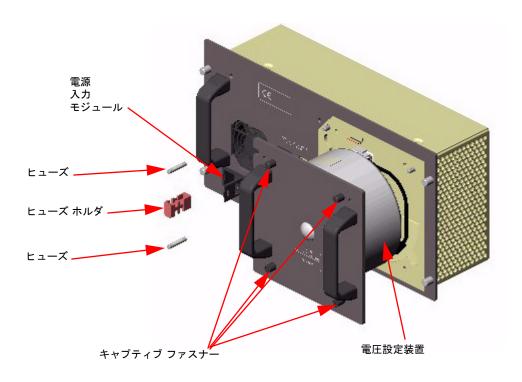
警告:本装置には高電圧がかかっています。必ず装置のプラグを抜いてから、手順に従うようにしてください。9ページの警告を参照してください。

- 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。電圧設定装置にある 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 本のキャプティブ ファスナーを締めてしっかりと固定します。
- 5. 電源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。次のページの図を参照してください。

当初 A10J10 — A10P10 電源コントロール ユニット 電圧設定装置 A38J1 A10J10 最終 A10J10 A10P10 電源コントロール ユニット



### 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ことを示す <HAR> マークの付いた (規格適合)電源ケーブルが必要です。



- 1. 電源スイッチが [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、電圧をチェックします。

3. 電源ケーブルを壁コンセントに差し込みます。



## TGA の設置

TGA バランス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。装置をボックスから取り出してベンチに置いてから、梱包ボックス内にある説明書のステップに従い、装置を取り付けてください。

- 電熱炉出荷用ブラケットを取り外します。
- バランスの解梱
- オートサンプラートレイの設置
- 装置の起動
- テア吊り下げワイヤの設置
- サンプル吊り下げチューブおよびワイヤの設置
- バランスの位置合わせ
- 下部電熱炉アセンブリの設置

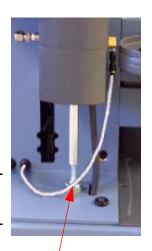
## 出荷用ブラケットの取り外し

このステップは、本装置に同梱された解梱の説明書でも扱っています。ここでは、このステップを前に完了していない場合を想定して特別に記載しています。

右の図に従って、出荷用ブラケットの足を緩めてください。ブラケットの足を上げ、 ブラケット全体を取り外します。将来的に装置を輸送しなければならない場合に備え て、このブラケットは保管しておいてください。



注意:次のセクションでパランスを解梱するときは、パランスアームまたは吊り下げループを破損しないように注意してください。

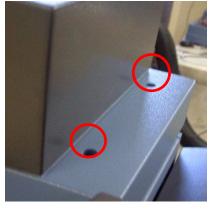


出荷用ブラケット

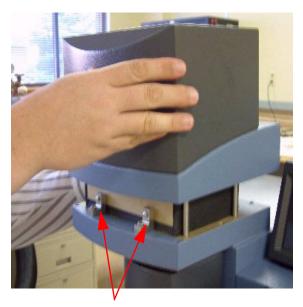
## バランスの解梱

ブラケットを取り外したら、バランスの解梱に進みます。 これは、装置を使用する前に行うべき非常に重要な手順で す。

1. ネジ回しで背面にある 2 つのネジを取り外し、バランス ハウジングのカバーを取り外します (下図を参照してください)。ネジは保管しておきます。カバーを持ち上げて取り外します。



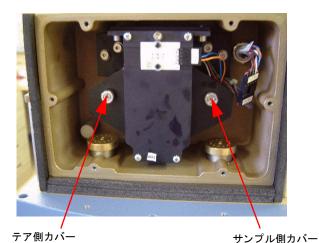
2. Phillips ネジ回しを 使用して、4 つのバ ランス出荷用 L-ブ ラケットをハウジ ングから取り外し ます。まず、横ネジ を取り外し、続い て縦ネジを取り外



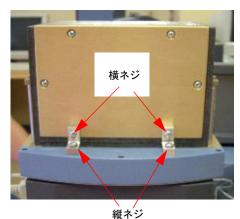
L- ブラケット

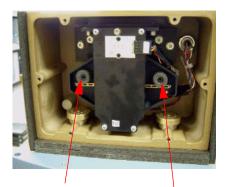
します。上と下の図を参照してください。将来的に装置を輸送するために再梱包するときに備えて、ブラケットとネジは、保管しておきます。

- 3. 内部バランス面板の残りの4つのネジを取り外し(右図参照)、プレートを取り外します。面板の内部の小さな O- リングを紛失しないように注意してください。面板を再び取り付ける場合は、これらが所定の場所にある必要があります。
- 4. 蝶ネジを緩め、下図に示した左右のバランス カバーを取り外します。



5. ピンセットを使用して、発泡材を圧縮して 90 度回転させ、 ビームとの接触を回避します。発泡挿入材をサンプル側とリ ファレンス側からそっと取り外します (位置についてはすぐ右 の図を参照)。バランスに触れないように注意してください。





テア側の発泡材 サンプル側の発泡材

- 6. バランスの両側から、リファレンス側およびテア側のカバーを取り外します。蝶ネジを指でしっかり締めます。
- 7. ステップ1で取り外した面板の外側にテープで止めた4本のネジを探します。2本は面板に、2本はバランスハウジングを取り付けるのに使用します。

メモ: 吊り下げワイヤを設置する必要がある場合は、ステップ 9、10、11 はスキップします。バランス内側の面板とバランス ハウジングの体カバーは吊り下げワイヤの取り付け後まで外しておく必要があります。

- 9. バランス内側の面板をステップ7のネジ2本とステップ3の4本のネジを使って元に戻します。小さなO-リングが面板内の所定位置にあることを確認します。
- 10. 下部を開いて、バランス アセンブリ カバーの内部にあるアクセサリー キットにある発泡材の断熱材を取り付けます。
- 11. 発泡材のあるカバーをそっとバランスハウジングまで下げます。バランスハウジングの背部でステップ7 の2本のネジを止めます。

次のセクションの手順に従って、装置に電源を入れて起動します。吊り下げワイヤを取り付ける必要がある場合は、次の数ページの指示に従ってください。

# オートサンプラートレイの設置

オートサンプラートレイの設置は、以下の手順に従います。

- 1. オートサンプラー サンプル トレイ (アクセサリー キットに同梱)を取り付けます。トレイを正しい方向 に合わせるガイド ピンがあります。
- 2. タッチスクリーンまたは装置コントロールプログラムでオートサンプラーのリセットを選択します。

# 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。

適切なパワーアップシーケンスの後、TA instruments のロゴがタッチスクリーンに現れ、電熱炉が下がり、オートサンプラーがホーム位置へ移動します。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 60 分間は TGA をウォームアップさせ、バランスの調整を行ってから、試験を実施するようにしてください。詳細は、46 ページまたは装置コントロールのオンラインへルプを参照してください。

# 吊り下げワイヤの設置

装置を解梱して発泡材を取り除いたら、吊り下げワイヤを取り付ける必要があります。

メモ: バランスの面板を取り外し済みの場合は、「テア吊り下げワイヤの設置」ステップ1から開始してください(以下のステップ1から4は完了しています)。



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. 指示に従って装置をオンにします。
- 2. タッチスクリーンまたは装置コントロールプログラムで電熱炉を下げます。
- 3. バランス チャンバーの面板を装置に固定しているネジを外し、面板を取り外します。面板の内部の小さな O- リングを紛失しないように注意してください。面板を再び取り付ける場合は、これらが所定の場所にある必要があります。
- 4. バランス機構のテア(左)側のバランスカバーを 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。右の図を参照してください。次のセ クションに進みます。

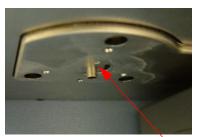
テア側カバー パージ コントロール キャップ サンプル側カバー

### テア吊り下げワイヤの設置

テア吊り下げワイヤを以下の手順で取り付けます。

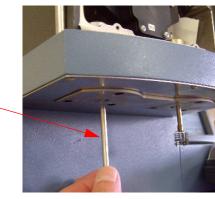
- 1. テア吊り下げワイヤとテア吊り下げ据え付け工具を TGA アクセサリー キットの中から見つけます (テア吊り下げは 2 本のワイヤの短い方です)。
- 2. 上図に示すテア側のパージ コントロール キャップを取り外します。後で元に戻すため、キャップは保管しておきます。

- 3. バランス チャンバーの下側にあるテア キャップ上の 3 本の蝶ネジを緩めます。取り外したキャップは、後で元に戻すため保管しておいてください。右の図を参照してください。
- 4. 下図に示すテア チューブを掴み、慎重に真っ直ぐ下に引っ張って取り外します。チューブは後で元に戻すため保管しておきます。



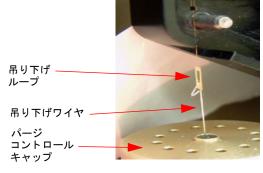
テア チューブ

- 5. 吊り下げワイヤを真鍮のピンセットで つまみます。ワイヤを曲げないように 注意してください。ダブルベンドフック が上になるように、吊り下げワイヤの位置を決めます。
- 6. 吊り下げワイヤを下げてテア吊り下げ据え付け工具の開口部に入れます。
- 7. ワイヤと工具を縦にしてテアチューブ開口部に差し込みます。ワイヤを曲げないように注意してください。下図を参照してください。ゆっくり上に持ち上げ、ワイヤの上部が冷却板の開口部から突き出るまで押し込みます。これで固定具を放すことができます。O-リングが所定位置で支えます。
- 8. パージョントロールキャップを吊り下げワイヤの上 に慎重にかぶせて元に戻します。
- 9. *オプション*: ここで、吊り下げループの後ろに白紙の 小片を置くと、見やすくなります。下図を参照してく ださい。
- 10. ピンセットを使って、吊り下げループの穴にダブルベンドフックを(左に向けて)そっと通します。フックがループを完全に通るまで行います。吊り下げループを曲げないよう十分注意してください。

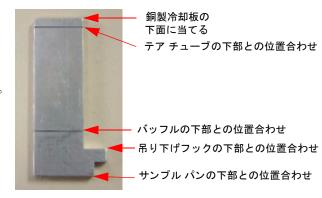


テア キャップ

テア 吊り下げ 取り付け 工具



- 11. テア吊り下げ据え付け工具と紙片(使用した場合のみ)を取り除きます。
- 12. テアチューブをワイヤ上に慎重に入れ、冷却板の中に押し込み、元の位置に戻します。
- 13. 下図に示すように冷却板の下に残るテア チューブの長さを、位置合わせゲージで測ります。チューブは冷却板の下に 0.38 cm ほど突き出なければなりません。押したり、引いたりして長さを調整します。
- 14. 希望するサンプル パンをフックに下げます。試験に 使用するのと同じタイプのパンを選びます。
- 15. 黒いテア キャップをテア側のパンに戻します。テア キャップを抑える3本の蝶ネジを指で固く締めます。



### サンプル吊り下げチューブの設置

サンプル吊り下げワイヤを取り付ける前に、ワイヤを取り囲むチューブ アセンブリを取り付ける必要があります。以下のステップに従ってください。

- 1. アクセサリーキットの中からサンプル吊り下げチューブを見つけます。
- 2. 電熱炉を開けます。
- 3. 電熱炉の開口部を平らなもの(例えば名刺)で覆い、中に何も落ちないようにします。
- 4. チューブ部分をピンセットで掴み、サンプル吊り下げチューブを冷却板のサンプル側の穴に真っ直ぐ上へ差し込んで取り付けます。バッフルを曲げないように注意してください。右の図を参照してください。
- #\\^#\\\$\\\\

サンプル吊り下げ

5. 名刺など、電熱炉の開口部を覆ったものを取り外します。

サンプル吊り下げチューブが設置できたら、サンプル吊り下げワイヤの取り付けに進みます。サンプルチューブの長さは次のセクションでサンプル吊り下げワイヤを完全に取り付けるまで調整する必要がありません。

### サンプル吊り下げワイヤの設置

サンプル吊り下げワイヤを以下の手順で取り付けます。



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。



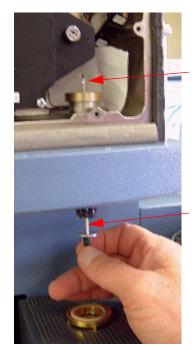
- 1. サンプル吊り下げチューブの下に指を当て、動かなくなるまでゆっくりチューブを上げます。バッフルを曲げないよう注意してください。
- 2. サンプル吊り下げワイヤとサンプル吊り下げ据え付け工具(左図に示す)をアクセサリーキットの中から探します。
- 3. オプション: ここで、吊り下げループの後ろに慎重に白紙の小片を置くと、後で見やすくなります。
- 4. 吊り下げワイヤを真鍮のピンセットでつまみます。 ワイヤを曲げないように注意してください。ダブ ルベンドフックが上になるように、吊り下げワイ ヤの位置を決めます。
- 5. 吊り下げワイヤを下げてサンプル吊り下げ据え付け工具の開口部に入れます。



- 6. 電熱炉が完全に開いた位置になるまで下げます。
- 7. 右図に示すように慎重にサンプル吊り下げ据え付け工具を斜めにして、その下部を電熱炉開口部に入れ、**ワイヤを曲げずに** (これは重要です)、工具とワイヤを垂直にする十分なスペースができるまで下げます。



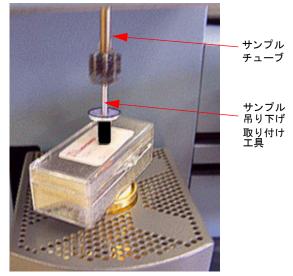
8. ワイヤとサンプル吊り下げ据え付け工具を縦にしてサンプル チューブ開口部に差し込みます。**ワイヤを曲げない**ように注意します。下図を参照してください。パージョントロール キャップを通してゆっくりと持ち上げ、ワイヤの上部がキャップの開口部から突き出るまで押し上げます。



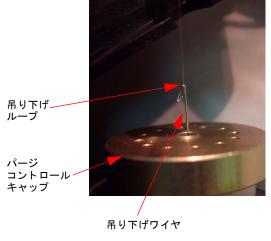
サンプル 吊り下げ ワイヤ

サンプル 吊り下げ 取り付け 工具

- 9. 電熱炉開口部は平らなもので完全に塞いでください
- 10. 工具を持ったままで、タッチスクリーンの【較正】-【オートサンプラー】-【モーター試験】-【電熱炉アップ】機能を使って、工具の下部が開口部を覆う平らのものに当たるまで電熱炉をゆっくりと上昇させます。下図を参照してください。ワイヤの上部はパージコントロールキャップの上部に突き出たままです。



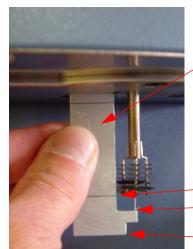
11. ダブルベンド フックが上になるように、サンプル吊り下げワイヤの位置を決めます。下 図を参照してください。吊り下げワイヤを真 鍮のピンセットでつまみます。ワイヤを曲 げないように注意してください。



- 12. ピンセットを使って、吊り下げループの穴にダブルベンド フックを (左に向けて)そっと通します。フックがループを完全に通るまで行います。
- 13. 電熱炉が完全に開く位置まで下げ、電熱炉と一緒に固定 具が下がるようにします。吊り下げワイヤは、正しくルー プに差し込まれていれば所定位置にとどまります。
- 14. 紙片(使用した場合のみ)と電熱炉開口部を覆ったものを 取り除きます。
- 15. 吊り下げワイヤから金具を完全に取り外します。ワイヤを曲げないように注意します。

- 16. サンプル チューブの長さを引っ張って 調整します。バッフルの下から冷却板 までの長さは 4.1 cm にします。これは 供給されているゲージを使って決める ことができます。右の図を参照してく ださい。
- 17. 希望するサンプル パンをフックに下げます。試験に使用するのと同じタイプのパンを選びます。

バランスの位置合わせは TA Instrument が 既に実施しています。適宜、次のセクショ ンの手順に従って、バランスの位置合わせ を行います。



位置合わせゲージ

・バッフルの下部との位置合わせ - 吊り下げフックの下部との位置合わせ

- サンプル パンの下部との位置合わせ

# TGA バランスの位置合わせ

重量シグナルのノイズを防ぐため、TGA は水平にし、サンプルパンと吊り下げワイヤが湿度チャンバーの内部で側面に触れずにぶら下がるようにする必要があります。パンが吊り下がる角度は台の表面のほんの少しの凸凹にも影響されるため、装置は大理石の台に設置する必要があります。

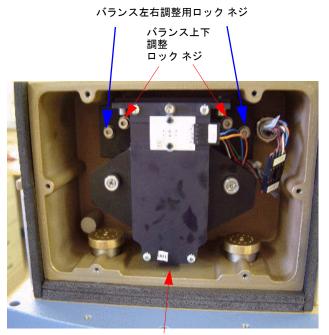
TGA を適切な位置に置いた後は、サンプルの吊り下げワイヤの上部と下部を調整して、以下の手順で装置を位置合わせする必要があります。これらの手順は、吊り下げワイヤにロードされたパンによって実行します。

### サンプル吊り下げワイヤの位置合わせ

- 1. サンプル吊り下げワイヤにパンをロードします。
- 2. 以下のように吊り下げワイヤとパンの位置を合わせ、パンの下部が冷却板から 2.2 インチ (5.6 cm) になるようにします。
  - a. バランス アセンブリ中央の六角ネジをチャン バーの床に接触するまで回します (これはバランス アセンブリがステップ b で落下するのを防ぐためです)。ネジの場所は右図を参考にしてください。
  - b. 右図に示すようにバランス内にある、天秤を 内側上下に調整するロック ネジを緩めます。
  - c. バランスアセンブリ中央の六角ネジをパンの 高さが正しい距離になるまで回します。下の 図は、各アイテムの適切な距離を示したもの です位置合わせゲージをガイダンスにして調 整します。
  - d. 上下ネジを締めて、所定の位置に固定します。

e. バランス アセンブリ中央の六角ネジをバランス アセンブリに対し固く締めます。

銅製冷却板の 下面に対して配置 テアチューブの下部との位置合わせ バッフルの下部との位置合わせ 吊り下げフックの下部との位置合わせ サンプル パンの下部との位置合わせ



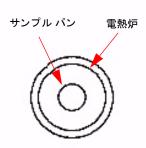
バランス アセンブリ中央の六角ネジ

- 3. 以下の手順で、サンプル吊り下げワイヤの横位置を調整します。
  - a. 上図に示すように、外部にある 2 つのバラン ス左右調整ロック ネジを緩めます。
  - b. 吊り下げワイヤがパージ キャップの上部およびサンプル チューブの下部の中央に来るまで、バランス アセンブリを左または右に手動で位置合わせします。
  - c. ネジを締めて、所定の位置に固定します。

### サンプル吊り下げワイヤの下部の位置合わせ

この手順の目的は、電熱炉内でサンプルパンを中央に位置合わせし、電熱炉が開閉してもパンの動きが妨げられないようにすることです。右の図を参照してください。

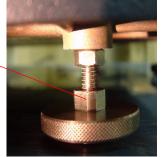
- 1. タッチスクリーンの [*較正*] [オートサンプラー] [モーター試験] [電熱炉アップ/ダウン]機能を使用して、電熱炉をサンプルパンの真下まで上げ、[停止]をタッチします。
- 2. 電熱炉内のサンプルパンの位置合わせをチェックします。自由に動くよう、ほぼ中央に、電熱炉の側面に触れないような状態で吊り下げられていなければなりません (図を参照)。
- 3. サンプルパンが電熱炉の中央に配置されておらず、自由に動く状態で 吊り下げられていない場合、2つの下部前面の足を調整して装置を位置 合わせします。足を時計回りに回すと伸張し、反時計回りに回すと短縮します。正面の足と背面の安定 バーが台にしっかりと接触するようにします。パンが適切に吊り下 げられるまで調整を続けます。
- 4. 装置が水平な場合は、7/16-インチのレンチを使用してロックナットをキャビネット下部に対して締め付けて、取り付け足を所定の位置に固定します。右の図を参照してください。
- 5. 電熱炉をゆっくり上昇させ、サンプル チューブ バッフルが電熱炉から離れていることを確認します。そうならない場合は TA instruments に点検、修理を依頼してください。
- 6. 電熱炉を下げ、手動でパンを取り外しトレイに戻します。



サンプル パンは 上方から見たとき 電熱炉開口部の 中央に位置する

ロック

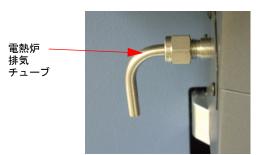
ナット



# 下部電熱炉アセンブリの設置

吊り下げワイヤが正しく位置合わせができたら、以下の手順に従って、下 部電熱炉アセンブリを取り付けます。

- 1. 電熱炉を完全に閉めます。
- 2. 下部電熱炉アセンブリをアクセサリーキットから探します。
- 3. 下部電熱炉アセンブリを慎重にプラスチック出荷チューブから外します。
- 4. 下部電熱炉アセンブリを空冷吸気口が左を向くように置き、 電熱炉の下部からスライドさせて入れます。下部電熱炉アセ ンブリの部品に関しては右図を参照してください。下部電熱 炉アセンブリ ユニットを中に入れ、外からは蝶ネジだけが 見えるまで押し込みます。O- リングが所定位置で支えます。
- 5. 蝶ネジを回してアセンブリが所定位置で固定されるようにします。
- 6. 電熱炉排気 チューブの外側 のナットを緩め、 電熱炉の左側か ら取り外します。 右の図を参照し てください。





下部電熱炉アセンブリ



空冷吸気口

下部電熱炉アセンブリ蝶ネジ

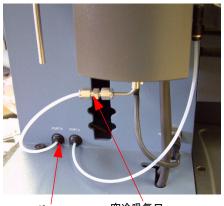
- 7. 装置の側面にある電熱炉排気口をチェックします。熱吸収 チューブの穴は電熱炉筐体の吸気・排気口と一直線に揃い、光が通るようになっていなければなりません。下部電 熱炉アセンブリ ユニットを回転して適切な位置合わせを 行います。
- 8. 蝶ネジを完全に締めます。
- 9. 電熱炉排気チューブを元に戻します。
- 10. 下部電熱炉アセンブ リケーブルコネク タを電熱炉の下、右

前のコネクタに接続します。左下の図を 参照してください。刻み付きナットを締 めます。



下部電熱炉アセンブリ ケーブル接続

11. 1/8 インチ テフロン TFE チューブを右図 に示すように、装置前面のポート B から 空冷吸気口に接続します。(図はサンプル パージ ラインが接続されたところも示しています。詳細については、31 ページの「サンプルおよびバランス パージ ライン の接続」を参照してください)。



ポート B 空冷吸気口

# バランス アセンブリを閉じる

前のページの手順が完了したら、次の指示に従って TGA Q5000 の取り付けを完了します。

メモ:既にバランスの面板が元に戻っている場合は、ステップ2に進んでください。

- 1. 内部バランス面板を元に戻し、6つのネジを固定します(4本のネジは36ページのステップ3で外したもので、2本は別のプラスチック袋に入れて出荷されています)。小さいO-リングが面板の内部にあり、面板を正しく取り付けられることを確認します。
- 2. アクセサリー キットから、バランス ハウジング発泡挿入材を取り 出します。
- 3. 下部を開いて、バランス アセンブリ カバーの内部にあるアクセサリー キットにある発泡断熱材を取り付けます。右の図を参照してください。
- 4. 発泡材のあるカバーをそっとバランス アセンブリまで下げます。 36 ページに示すようにカバーの後ろを 2 本のネジで止めます。
- 5. オートサンプラーのカバーをトレイにかぶせます。これで取り付け 手順が完了しました。



オートサンプラー カバー



# バランスの調整

装置のパフォーマンスを最高に引き出し、バランス ハウジングを乾燥させておくためには、TGA Q5000 SA のバランス調整が必要になります。バランス調整は、装置を最初に取り付けるとき、およびバランス ハウジングを開いたときに必要になります。

バランス ハウジングの推奨温度は 40℃ です。設置時あるいはバランス ハウジングを開けた後は、ハウジングの温度が安定するまで 1 時間ほどかかります。バランスの乾燥は、窒素を 200 mL/min の流量で、最低 12 時間使って行います。詳細は、オンライン ヘルプを参照してください。

調整後に乾燥したバランスを維持するには、バランス パージ流量を 10 mL/min にします。

# 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、装置を使って測定を完了し、熱分析システムを別の作業に使いたければ装置の電源は入れたままで電熱炉をアップの位置 (閉)にしバランス パージは  $10\,\mathrm{mL/min}$ 、サンプル パージは  $25\,\mathrm{mL/min}$  にしておくことを推奨します。

正常に装置をシャットダウンするには、[装置コントロール]メニューから[制御]-[装置のシャットダウン]を選択するか、またはタッチスクリーンの制御オプションから[シャットダウン]を選択します。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](装置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メモリに保存する間、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、装置の裏にある電源スイッチを [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 Q5000 IR の使用

すべての TGA 試験は、ほぼ次のような手順で行います。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。手順のほとんどは装置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装置コントロールプログラムのオンラインへルプにあるため、ここではすべての詳細は説明しません。

- 装置の較正
- パンサイズと物質の選択
- パージガスの選択と流量の設定
- TA装置コントロールソフトウェアによる測定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
- 試験の開始
- 試験終了時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(イーサネット接続)
- 熱交換器電源および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
- 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では、オートサンプラー、重量、温度の較正が必要です。各較正について、簡単に説明します。オートサンプラー較正は装置のタッチスクリーンから行います。重量および温度較正は装置コントロールソフトウェアから行います。

タッチスクリーン較正は、下図に示すように較正スクリーンからでも行うことができます。タッチスクリーン較正についての詳細は、オンライン ヘルプを参照してください。

# オートサンプラーの較正

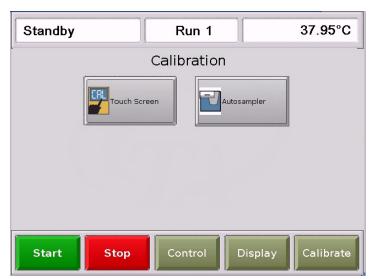
オートサンプラーが自動ローディングでの作業中にサンプルパンを適切にピックアップできなかった場合、オートサンプラーの較正が必要になります。較正手順は取り付け時に行い、その後は必要に応じて定期的に行う必要があります。

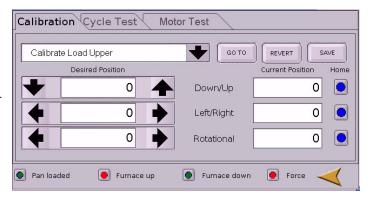
パンのピックアップが正しく行われないその他の原因:

- 装置が水平になっていない。この問題を解決する方法は、「TGA バランスの位置合わせ」で確認してください。
- 吊り下げワイヤが真っ直ぐになっていない。 この場合は、吊り下げワイヤを取り替えま す。「吊り下げワイヤの設置」で手順を確 認してください。
- サンプルパンの取っ手が曲がっている。可能な場合は、真っ直ぐにします。そうでなければ新しいパンを使います。

オートサンプラーの較正を行うには、以下の指示に従ってください。

- 1. タッチスクリーンの下部にある**[較正]**ボタンにタッチします。図に示した画面が表示されます。
- 2. **[オートサンプラー]**ボタンを押します。
- 3. **[較正]**タブがまだ選択されていない場合は、このタブをタッチします。右の図に示したキーが表示されます。
- 4. 次のページの指示に従い、2つのオートサンプラーパンの位置「ロード上部キャリブレート」と「ロード下部キャリブレート」を調整します。
- 5. 密閉アルミ パンを使用の場合は「パンチ下部、上部、リミット」位置も較正する必要があります。ページ上部のこのリストの中から矢印ボタンを使って選択します。これら機能の詳細については、オンライン ヘルプを参照してください。



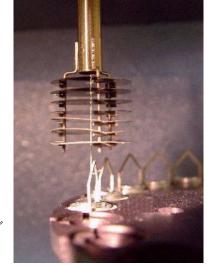


較正に加え、その他 2 つの機能も利用可能です。TGA オートサンプラー サイクル テストは、パンチ機能のロード / アンロードをテストでき、TGA オートサンプラー モーター テストは、個別のモーターをテストできます。詳細は、オンライン ヘルプを参照してください。

### ロード上昇キャリブレート位置

この較正では、サンプルトレイがサンプルパンをロードするためにスライドするときの位置を調整します。

- 1. パンをサンプルトレイの1番目の位置に置きます。
- 2. タッチスクリーンの [**較正**] ページから、「ロード上部キャリブレート」 を選択します。
- 3. [ゴートゥー]ボタンを選択します。パンがロード位置に移動します。
- 4. パンが停止したら、ベイルと吊り下げワイヤフックの位置を確認します。フックはベイルの角度のついたハンドルの中央にあり、ベイルには接触しないはずです。これにより、フックはトレイが動いたときにパンを離れません。右の図を参照してください。
- 5. 指示矢印に触れて、[ゴートゥー]ボタンを押すことにより、アップ / ダウン、左 / 右、または時計回り / 反時計回りなど、トレイを希望位置に移動します。



6. トレイが希望するロード (上部)位置に移動したら、任意の数値の入力後に「ゴートゥー」で、[保存]を 選択します。

### ロード下降キャリブレート位置

この較正を使用して、サンプルトレイの位置を調整することにより、吊り下げワイヤフックにパンが吊るされているときに、パンの進行方向を遮ることなくトレイが移動するようにできます。

- 1. パンをサンプルトレイの1番目の位置からロードします。
- 2. タッチスクリーンの[較正]ページから、「ロード下部キャリブレート」を選択します。
- 3. [ゴートゥー]ボタンを選択します。
- 4. トレイの動きを確認します。トレイは下に移動し、パンに触れることなくパンの下部をクリアします。
- 5. 指示矢印にタッチし、**[ゴートゥー]**ボタンを押すことにより、アップ/ダウン、左/右、または時計回り/反時計回りなど、トレイが正しい位置になるまで移動します。
- 6. トレイが希望するアンロード (ロード下部)位置に移動したら、任意の数値の入力後に「ゴートゥー」で、**[保存]**を選択します。

メモ: [ロード上昇キャリブレート] ウィンドウと [ロード下降キャリブレート] ウィンドウ の両方に、左 / 右および回転位置が保存されます。そのため、較正手順の間に両方の位置に 値を自動的に保存できます。

# 重量の較正

重量の較正は、システムを最初に設置したときに行う必要があります。最初の較正のあと、重量較正は定期的に行います(毎月行うことを推奨します)。較正は手動(空のパンと較正重りを使用)でも自動(2つの重量較正パンを使用)でも行えます。

- *手動重量較正*は既知の較正重り (通常 100 mg) を使って行います。この手順では「重りなし」の場合と「重りあり」の場合でパンを測定することで 0 から 100 mg まで範囲の較正を行います。この手順はコントローラソフトウェアの[較正]/[重量]メニューを使って実施されます。
- *自動重量較正*も装置コントロールプログラムで**[較正]/[自動重量]**を選択して行います。この場合は、パンの差異を使って重量較正を行います。重量較正パンはプラチナリファレンスパンが設置されているときだけ使用できます。

いずれの場合も、詳細についてはオンラインヘルプを参照してください。

# 温度の較正

正確な温度推移が重要な TGA 試験の場合は、温度較正が必要となります。 TGA 温度較正には米国材料試験協会 (ASTM) が認定した 2 つの方法があります。これらの方法は ASTM 標準 E914-83 と E1582-93 に記述されています。 TA instruments の TGA では常磁金属のキュリー点を使う後者を推奨します。

この方法では、磁界の中でサンプルパンのキュリー標準を加熱します。Q5000 IR 電熱炉は電磁界を備えており、この操作が行えます。標準がキュリー点を通ると磁性に対する吸引力が変化し重量変化が現れます。この重量変化の外挿指標が物質の既知のキュリー点温度と一致するよう調整されます。温度較正テーブルには5つまでの較正ポイントを入れることができます。1点較正より、多点較正のほうがより正確です。詳細は、オンラインへ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 TGA 試験は、ほぼ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、装置コントロール 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)
- パンサイズと物質の選択
- 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
- 装置コントロール ソフトウェアを使用した試験手順の作成または選択
- 試験の開始

# パンのサイズと物質の選択

TGA では、以下のパンが利用できます。必要な温度範囲と用途によってパンを選びます。パンのサイズと材質は装置コントロールプログラムの[概要]ページで指定します。適切な選択は、適切なパンの浮上性補正の適用、最適性能の達成、パンパンチの開始(密閉パンを選択した場合のみ)のために重要です。

- セラミック 100 および 250 µL (1200℃ まで使用)
- プラチナ 50 および 100 µL (1000°C まで使用)
- 密閉アルミ 20 µL (600°C まで使用)
- アルミ80 μL (密閉パンの下部)(600℃まで使用)
- 半球クオーツ パン 180 µL (1000℃ まで使用)も使用可能ですが、オプションの 10 パン用クオーツ サンプルトレイが必要になります。

### サンプルパンのテア

バランスで正確な測定値を出すため、すべてのサンプルパンのトレイ上のテアは、サンプルがロードされる 前に行わなければなりません。

メモ: 正確な動作のためには、試験用のサンプルパンはテア側のパンと同じサイズ、同じタイプでなければなりません。

- 1. プラットフォームに清潔な空のパンを置きます (密閉アルミパンを使用する場合は、空のパンだけでなく 蓋もテアしなければなりません。詳細については、オンライン ヘルプを参照してください)。
- 2. 装置コントロールプログラムでパンのタイプを指定します。同じシーケンスでは同じタイプのパンだけを実行します。
- 3. タッチスクリーンで[制御]ボタンを押し、[テア]または[全テア]を選びます。または、装置コントロールプログラムから[較正]-[テア]を選ぶこともできます。
- 4. [適用]を選び、テア手順を開始します。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。

# サンプルパンのロード

### オープン パンのロード

サンプルパンをテアしたあと、サンプルを以下のようにロードします。

メモ: この手順は密閉アルミパンには適用されません。密閉パンを使用する場合は、 別の手順が適用されます。以下を参照してください。

- 1. 密閉パン以外を使用するときは、パンチ メカニズムが完全に引き込まれていることを確認してください。パンチ メカニズムの上部のネジをプラスドライバを使用して緩めます。メカニズムを横にスライドさせます。
- 2. サンプルをサンプル パンに置き、パンをサンプルトレイの元の位置に置きます (これはトレイを装置に配置して行うことも、配置せずに行うこともできます)。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 パンの下のワイヤがある場合は、それをパンの凹み部分の溝に揃えます。

メモ: サンプル パンを扱う場合は必ず、真鍮のピンセットを使用してください。

3. 必要に応じてオートサンプラーでサンプルトレイを取り外し、プラスチックのカバーをサンプルにかぶせてください。

重量の記録を残すため、必要に応じて試験の開始前にサンプルの重量を計測してください。揮発性の高い物質では、事前に重量を測っておくと非常に役に立ちます。この機能は試験前に実施します。この重量は、データファイル レコード内に保管されます。

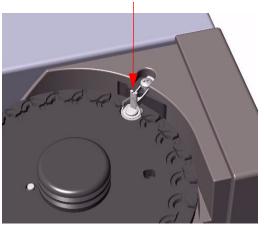
### 密閉パンのロード

パンチ較正と密閉アルミ パンの位置合わせの情報については、 オンライン ヘルプを参照してください。サンプルパンと蓋をテ アしたあと、サンプルを以下のようにロードします。

- 1. パンチ メカニズムが正しい位置にセットされ、較正されていることを確認します。これは密閉パンのパンチが正しく行われ続けるために重要です。右の図を参照してください。
- 2. 手順に従って、サンプルをロードしてサンプル封入プレス を使用してサンプルパンを密閉します。詳細は、オンラインへルプを参照してください。

メモ: サンプル パンを扱う場合は必ず、真鍮のピンセットを使用してください。





- 3. ベイル / パンをサンプルトレイの元の位置に戻します。(これはトレイを装置に配置して行うことも、配置せずに行うこともできます)。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、ベイルのタブはトレイに刻まれた線に揃えます。ベイルのワイヤがベイルの台に対して正しい角度(90x)であることをチェックします。これで吊り下げワイヤフックとの接続ミスやパンパンチ過程でのパンチとの干渉を防ぎます。
- 4. 必要に応じてオートサンプラーでサンプルトレイを取り外し、プラスチックのカバーをサンプルにかぶせてください。

# 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、装置コントロール 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の[**開始**]キーにタッチするか、装置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。

シーケンスに複数のランがある場合は、ランシーケンスが完了するまで同じ手順が次のランについても繰り返されます。

# 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、制御メニュー タッチスクリーンの [停止] キーに タッチするか、装置コントロール ソフトウェアで [停止] を選択することで、いつでも停止できます。オートサンプラーのシーケンスが進行中の場合、装置から [停止] を選ぶと実行中のランもシーケンスも中断します。

試験を停止するもう1つの機能に、**[拒否]**があります。**[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、**[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。

メモ:装置のシャットダウンの詳細は、第2章を参照してください。

# 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、装置コントロール 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: 装置には高電圧を使用するため、訓練を受けていない場合は、測定や電気回路の修理 は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することができます。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。

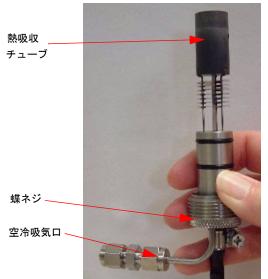


注意: 強力な薬品、研磨用クリーナ、スチール ウール、または表面が粗い素材は、表面に傷が付いたり、特性を劣化させる恐れがあるため使用しないでください。

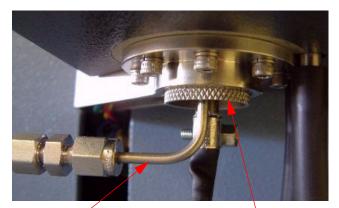
### IR 電熱炉のクリーニング

- 警告: 電熱炉サンプル チューブには直接指で触らないようにしてください。手の油で石英ガラスの失透を引き起こし、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: 電熱炉をクリーニングするときには吊り下げワイヤ、電熱炉の真上にあるサンプル チューブのバッフルに触らないよう注意してください。損傷を与える可能性があります。
- 1. [電熱炉] キーを押して電熱炉を下げてください。
- 2. テア側のパンに対応する空のプラチナまたはセラミック パンをロードします (アルミ製のパンは高温になるため使用することはできません)。
- 3. 電熱炉を完全に上昇させます。
- 4. TGA を 1000°C までエア パージで熱し、それから冷却します。
  - 注意:次のステップに進む前に、電熱炉を完全に冷やします。
- 5. サンプルパンをアンロードします。

- 6. 右図に示すように、蝶ネジを緩めて下部電熱炉ア センブリを取り外します。
- 7. 下部電熱炉アセンブリを真下にアセンブリ全体が 装置から離れるまで引いて、電熱炉から外しま す。下部電熱炉は捻らないようにしてください。







空冷吸気口

下部電熱炉の蝶ネジ

- 8. 下部電熱炉アセンブリ(右図) のもう一方の端にある刻み付き ナットを緩め、装置キャビネッ トから取り外します。
- 9. 空冷吸気口からチューブを外し ます。
- 10. 熱吸収チューブの内側に残留物がないかチェックします。あればアセンブリを逆さまにするかゆっくり吹いて残留物を外に出します。アセンブリは後で再設置するため横に置いておきます。

電熱炉 排気

チューブ



注意:以下のステップで指示するように溶剤を使う場合は、保護ゴム手袋を着用するように してください。

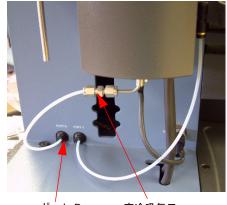
- 11. 電熱炉チューブの下に小さいカップを置きます。溶剤(アルコールなど)を使用して電熱炉チューブを洗い、デブリを取り除きます。溶剤を、チューブの底からカップに排出します。
- 12. 毛先が柔らかいブラシ (柔らかいビン用ブラシを推奨)を用いて、下側から電熱炉にブラシを差し込みます。ハンドルが自由に曲がるようにしてゆっくりとブラシを上下に動かし電熱炉チューブの内側を洗浄します。
- 13. 溶剤で再び電熱炉チューブをすすぎ、デブリと溶剤をカップで受けます。
- 14. 下部電熱炉アセンブリを次の手順に従って、元に戻します。下部電熱炉を空冷吸気口が左側になるように向け、上にスライドさせます。下部電熱炉アセンブリの部品

同り、上にスプイトさせます。下部電熱炉アセンブリの部品 に関しては左上図を参照してください。下部電熱炉アセンブ リ ユニットを中に入れ、外からはナットだけが見えるまで 押し込みます。O- リングが所定位置で支えます。

- 15. 蝶ネジを回してアセンブリが所定位置で固定されるようにします。
- 16. 電熱炉排気チューブの外側のナットを緩め、電熱炉の左側から取り外します。右の図を参照してください。



- 17. 装置の側面にある電熱炉排気口をチェックします。熱吸収チューブの穴は電熱炉筐体の吸気・排気口と一直線に揃い、光が通るようになっていなければなりません。下部電熱炉アセンブリュニットを回転して適切な位置合わせを行います。
- 18. 蝶ネジを完全に締めます。
- 19. 電熱炉排気チューブを元に戻します。
- 20. 下部電熱炉ケーブルコネクタをパネル搭載コネクタの反対側に差し込みます。刻み付きナットを締めます。
- 21. 1/8 インチ テフロン TFE チューブを右図に示すように、装置前面のポート B から空冷吸気口に接続します。
- 22. システムを1時間窒素でパージします。
- 23. 電熱炉を900℃まで加熱して、残った溶剤を取り除きます。



ポート B 空冷吸気口

# パンのクリーニング

プラチナ TGA とセラミック サンプル パンは再使用可能になっています。しかし、次の試験に備えて完全にクリーニングする必要があります。通常、これはプロパントーチによる残留物の「焼き落とし」で行います。場合によっては、適切な溶液にパンを漬けることもあります。クリーニング中はパンとベイル ワイヤが変形しないよう注意しなければなりません。そうしないと、TGA 自動パン ピックアップ プロセスがうまく作動しません。



注意: アルミとクオーツ パンはプロパントーチではクリーニングできません。 アルミ パンは 使い捨てで再使用しません。 クオーツ パンの特別なクリーニング手順については、 オンライン ヘルプを参照してください。

# 熱交換器のメンテナンス

熱交換器は、冷却液の液位と品質を維持する以外、メンテナンスは必要ありません。液位が下がりすぎた場合、または冷却液が汚染された場合は、装置に問題が生じることがあります。



注意: 熱交換器の容器には、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。

熱交換器冷却液の液位および状態は、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、 $3 \sim 6$  ヶ月ごとにチェックすることをお勧めします。

適宜、蒸留水を容器に追加して、容器の少なくとも 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、容器ボトルを空にして、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。

# TGA 下部電熱炉アセンブリの交換

TGA の重量変化は 通常、下部電熱炉アセンブリ内のサンプル近くに位置する熱電対で測定されるサンプル温度に対してプロットします。分解中にサンプルがパチパチという音を立てたり、泡立つ場合、この下部電熱炉アセンブリがサンプルの排ガスや汚染にさらされます。下部電熱炉アセンブリが汚染されたときはクリーニングすることはできないため、交換する必要があります。1,200× Cまでの長期循環で脆化した場合も交換の必要があります。

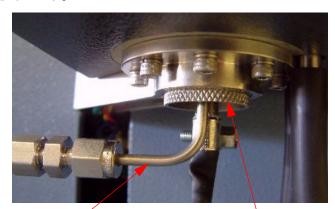
下部電熱炉アセンブリを交換するには

- 1. 電熱炉を完全に閉めます。
- 2. 下部電熱炉アセンブリ(下図)のもう一方の端にある刻み付きナットを緩め、装置キャビネットから取り 外します。



- 3. 空冷吸気口からチューブを外します。
- 4. 右図に示すように、蝶ネ ジを緩めて下部電熱炉ア センブリを取り外します。
- 5. 下部電熱炉アセンブリを 真下にアセンブリ全体が 装置から離れるまで引い

て、電熱炉から外します。下部電熱炉は捻らない ようにしてください。



空冷吸気口

下部電熱炉の蝶ネジ

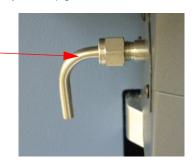


下部電熱炉アセンブリ

- 6. 下部電熱炉アセンブリをアクセサリーキットから探します。
- 7. 下部電熱炉アセンブリを慎重にプラスチック出荷チューブ から外します。
- 8. 下部電熱炉を空冷吸気口が左側になるように向け、上にスライドさせます。下部電熱炉アセンブリの部品に関しては、左の図を参照してください。下部電熱炉アセンブリュニットを中に入れ、外からはナットだけが見えるまで押し込みます。O-リングが所定位置で支えます。

電熱炉 排気

- 9. 蝶ネジを回してアセンブリが所定位置で固定されるようにします。
- 10. 電熱炉排気チューブの外側のナットを緩め、電熱炉の左側から取り外します。右の図を参照してください。



- 11. 装置の側面にある電熱炉排気口をチェックします。熱吸収チューブの穴は電熱炉筐体の吸気・排気口とー 直線に揃い、光が通るようになっていなければなりません。下部電熱炉アセンブリュニットを回転して 適切な位置合わせを行います。
- 12. 蝶ネジを完全に締めます。
- 13. 電熱炉排気チューブを元に戻します。
- 14. 下部電熱炉ケーブルコネクタをパネル搭載コネクタの反対側に差し込みます。刻み付きナットを締めます。
- 15. 1/8 インチ テフロン TFE チューブを右図に示すように、装置前面のポート B から空冷吸気口に接続します。

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。



ポート B 空冷吸気口

# ヒューズの交換

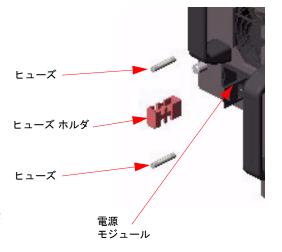


警告:必ず装置のプラグを抜いてから、ヒューズの検査または交換をしてください。

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行うには、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、装置の後面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、ドアを押して閉めます。



# 交換用部品

このセクションでは、TA Instruments から入手可能な Q5000 IR 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。部品の注文については、以下の表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 205221.002 251470.025 253827.000 920223.901	電圧設定装置を 230 Vac で運転する場合のヒューズ (6.3 amp、250 V) 120 Vac で運転する場合のヒューズ (10 amp、250 V) イーサネット ケーブル (7.7m [25 フィート]、非シールド) 電源コード

### TGA Q5000 IR アクセサリー

品番	説明
920163.901	電源コントロール ユニット
259508.000	真鍮ピンセット
259509.000	スパチュラ、湾曲、長さ 165 mm
271621.001	O- リング、電熱炉ハウジング ~ バランス チャンバー
269920.004	ボールドライバ、5/64 インチ
269920.026	ボールドライバ、7/64 インチ
269920.005	ボールドライバ、3/32 インチ
952162.901	熱交換器チューブ
952377.901	熱交換器コンディショナー キット
953160.901	TGA 熱交換器アセンブリ
957331.901	吊り下げループ
957082.901	サンプル吊り下げワイヤ
952040.901	テア吊り下げワイヤ
957290.901	下部電熱炉アセンブリ
957291.901	上部内部電熱炉アセンブリ
200391.001	ダブルアングル スパナ、1/4 インチ
200392.001	ミラー、調整可能、直径 7/8 インチ
957357.001	ゲージ、位置、電熱炉/フック/パン
957367.901	赤外線電熱炉電球交換キット (電球 × 4)

# TGA Q5000 IR サンプル パンおよびアクセサリー キット

品番	説明	
957099.901	25 パントレイ、オートサンプラー (Q5000 IR の標準備品)	
957216.901	10 パントレイ、オートサンプラー(オプション)	
957207.904 957207.903	100 μL プラチナ サンプル パン ( × 3) 50 μL プラチナ サンプル パン ( × 3)	
307207.300	30 μΕ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ Σ	
957329.903	100 μL プラチナ サンプル パン ( × 3)	
957329.904	250 μL プラチナ サンプル パン ( × 3)	
957363.901	80 μL アルミニウム サンプル パン (100 個入り ) <sup>1</sup>	
957362.901	アルミニウム サンプル蓋 (100 個入り )	
957364.901	ステンレス鋼ベイル (15 個入り )	
937304.901		
957352.901	密閉アルミ パン キット。以下を含む:	
	957362.901 アルミニウム サンプル蓋 (100 個入り )	
	957363.901 80 μL アルミニウム サンプル パン (100 個入り ) <sup>1</sup>	
	957364.901 ステンレス鋼ベイル (15 個入り )	
	957358.001 密閉パン パンチ合わせ工具	
	957201.001 密閉パン クランプ ツール	
<sup>1</sup> TA Instruments の青いサンプル プレス PN 900878.902 が必要		

### Q5000 IR 較正/リファレンス材料およびキット

品番	説明
957349.901	質量分光器インタフェース キット
200413.002	較正用重り 100 mg - クラス 1
200413.001	較正用重り 50 mg - クラス 1
900905.901	シュウ酸カリウム一水和物サンプル
952385.901	TGA ニッケル リファレンス材料
952398.901	TGA ALUMELÆ リファレンス材料
957341.901	オートカル重りキット
952541.902	Q5000 ICTAC キュリー点リファレンス材料キット

### F

**FTIR 16** 

#### Н

Hi-Res<sup>TM</sup> TGA 15

#### L

**LAN 31** 

#### $\mathbf{T}$

TGA オートサンプラー 14

TGA のコンポーネント 11

#### あ

アルミ サンプル パン 14

アルミナ サンプル パン 14

安全基準 8

#### 安全性9

化学的 10

機械的 10

装置の記号 9

装置の持ち上げ 10

対熱 10

電気的9

#### W

イーサネット ケーブル コンピュータを LAN へ接続する 31

イーサネット スイッチ コントローラに接続 30 装置に接続 30

#### 移動

装置 10

#### お

オートサンプラー 14 オートサンプラー カバー 46

#### か

解梱

出荷用ブラケットの取り外し 35 バランス 36

化学的安全性 10

ガス

推奨 32

ガス クロマトグラフ 16

活性化エネルギー 15

加熱速度 21

下部電熱炉アセンブリ 交換 60 取り付け 45

### き

機械的安全性 10

キャビネット 11

#### <

クオーツ ハロゲン ランプ 13

クリーニング 56 装置 56 電熱炉ハウジング 56

#### け

警告7

ケーブル イーサネット 30

#### >

較正 **TGA 50** 温度 52 重量 52 ロード下部キャリブレート 51 ロード上部キャリブレート 51 較正機能 17 コントローラ 説明 11 コンピュータ LAN に接続 31 イーサネット スイッチに接続 30 コンポーネント 11 3 サンプル ロード 54 サンプル吊り下げチューブ 40 サンプル吊り下げワイヤ 40 サンプルのロード 54 サンプルパン22 タイプ 14 中央 44 サンプル プラットフォーム 11 し 試験 開始 55 拒否 55 テア 53 停止 55 手順 53 試験の実行53 試験の停止 55 室温 21

質量分光器 16

```
質量流量コントロール 23
重量テア 53
出荷用ブラケット 35
仕様 21
す
水管
  Supply (供給) および Return (戻り) 29
せ
制御メニュー 17
赤外線 (IR) 電熱炉 13
赤外線電球
  クオーツ ハロゲン ランプも参照 13
設置 35
説明 11
そ
装置
  イーサネット スイッチに接続 30
  外形寸法 21
  開始 38
  加熱速度 21
  下部電熱炉アセンブリの交換 60
  クリーニング 56
  ケーブル
    電源 34
  検査 25
  交換用部品 63
  サンプリング システム 22
  サンプルのロード 54
  重量 21
  仕様 21
  使用 49
  消費電力 21
  絶縁定格 21
  設置 25
  装置の持ち上げ 10
  吊り下げワイヤ
    取り付け 38
  停止 47
  電力要件 21
```

```
動作環境 23
  取り付け 35
  熱交換器
    充填 27
    水管 29
  熱電対 21
  場所 26
  メンテナンス 56
  ライン
    パージ 31
    冷却ガス 32
装置の記号 9
装置の特性 21
た
ダイナミック レート TGA (DRTGA) 14
対熱安全性 10
タッチスクリーン 17
ち
注意 7
9
継手
  冷却ガス 32
吊り下げワイヤ
  設置 38
  取り付け 38
て
テア 53
テアキャップ39
電圧設定装置
  取り付け 33
電気的安全性 9
電源スイッチ 34
電磁適合性基準 8
電熱炉 11
  電球 13
  ハウジングのクリーニング 56
```

TGA Q5000 IR スタートアップ ガイド ■

#### 動作環境 23

取り付け L-ブ

L-ブラケットの取り外し 36 オートサンプラー カバー 46 下部電熱炉アセンブリ 45 サンプル吊り下げチューブ 40 サンプル吊り下げワイヤ 40 出荷用ブラケットの取り外し 35 吊り下げワイヤ 38 〒ア吊り下げワイヤ 38 電圧設定装置 33 場所 26 発泡挿入材の取り外し 36 発泡断熱材 37 バランスの解梱 36 バランスを閉じる 46

#### ね

熱交換器 11, 59 充填 27 メンテナンス 59 冷却液 59

熱電対 14,21

ネットワーク 30

#### は

パージガス 14

パージ コントロール キャップ 39

パージ ライン 31

場所 26

発生気体分析 16

発生気体分析器 16

発泡挿入材 36

発泡断熱材 37

バランス 11 位置合わせ 43 解梱 36 調整 46 閉じる 46 発泡挿入材の取り外し 36 面板 36

バランス機構 22

バランス パージ流量 46

パン 14, 22 クリーニング 58 タイプ 22 中央 44 テア 53

半球ガラス パン 14

パンのクリーニング 58

#### V

ヒューズ 交換 **62** 

表示メニュー 17

#### Š

ブラケット L字型 36 取り外し 36

プラチナ サンプル パン 14

#### ほ

法規制への適合8

ポート 28

#### め

メモ 7

メンテナンス 装置 **56** 

面板 36

#### B

モジュレイテッド TGA (MTGA) 15

# 5

ライン 接続 **27** 

### れ

冷却ガス ライン 32