

湿度制御型差動型天秤 (TG2000SA+HC9700)

簡易システムマニュアル

BRUKER AXS K.K.

1. 概要

熱分析測定は一般的に空気、窒素、ヘリウム等、目的に応じて各種ボンベより供給される乾燥ガス中で行われます。

しかし、分野によっては人間の生活環境雰囲気下での材料物性を正確に調査する必要性も出てきており、その中で湿度というパラメーターは無視できない存在となっております。

本システムでは弊社標準の差動型天秤：TG2000SA に試料恒温チャンバーを取付け、専用の水蒸気発生装置（HC9700）より加湿ガスを導入し、更には湿度センサーを試料部近傍に設置することで、より高精度な試料の相対湿度に対する吸脱水量（速度）を測定することができます。

2. システム構成

- 2-①：制御・データ解析システム <TAPS3000S>
- 2-②：差動型天秤本体 <TG2000SA>
- 2-③：湿度対応試料チャンバー
- 2-④：湿度コントローラー <HC9700>
- 2-⑤：温度コントロールユニット <TCU>
- 2-⑥：コミュニケーションコントローラー <CMC>
- 2-⑦：試料温度コントロール用循環型恒温水槽
- 2-⑧：ボイラー温度コントロール用循環型恒温水槽
- 2-⑨：天秤ケース恒温化用循環型恒温水槽

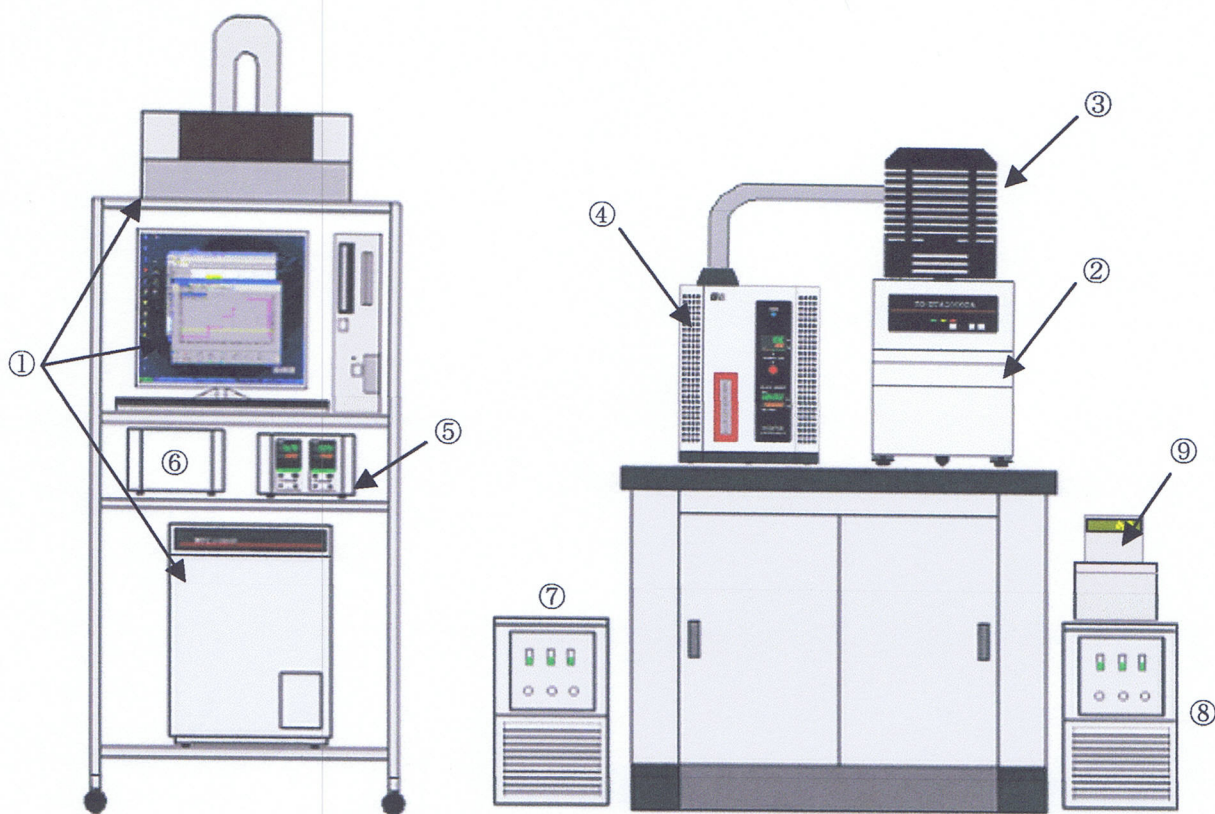


Fig. 湿度制御型差動型天秤システム 外観図

3. 各ユニット詳細

制御・データ解析システム <TAPS3000S> (2-①)

熱分析制御部 (TAPS3000S) は、熱分析システム WS003 を一台のコンピュータを中心として、4 台の熱分析測定モジュールを同時に制御測定し、かつ同時にデータの収集・解析・プリントアウトなどを処理するものです。測定モジュールは大きく分けて TG-DTA、DSC、TMA、DILATOMETER などが用意されており、測定の目的や温度範囲に応じて任意に選択することができます。

TAPS3000S は主にパソコンと熱分析コントローラ (MTC1000SA) とから構成されています。

MTC1000SA は主に、インターフェースボードとコントロールボード (CTB) および測定モジュールの電気炉に昇温電流を供給する電力制御部から構成されています。(今回は電気炉は該当しません) CTB は測定モジュール一台につき一式使用されます。

CTB はさらにアナログボードとデジタルボードの二枚の基板から構成されています。アナログボードは主として測定モジュールからのアナログ信号をデジタルに変換するための A/D コンバータ部とデジタル基板からのデジタル信号をアナログ信号に変換するための D/A コンバータ部からなります。また、デジタルボードは測定モジュールの温度制御のための演算処理や、デジタル変換された測定モジュールからの信号（温度、TG、DTA、DSC 信号など）を収集しインターフェースボードを通してパソコンに送ります。

差動型天秤本体 <TG2000SA> (2-②)

測定試料と基準試料を天秤系に対して左右対称な状態にセットし、水蒸気雰囲気に対し変化を示さない基準試料に対し、

TMA4000SA 本体に目的に応じた電気炉（低温炉、標準炉、高温炉、超高温炉）を取り付けて昇温するというのが一般的な TMA システムの使用方法となります。

又、TMA4000SA 本体に湿度対応試料チャンバー（及び専用支持管・検出棒）を取り付けて、吸水脱水による試料の膨張収縮過程を測定することもできます。

湿度対応試料チャンバー (2-③)

試料周辺の湿度環境をより安定化するためには、その温度分布を極力小さくする必要があります。本チャンバーでは加熱媒体として水を循環させてこれを達成しております。

低温から高温まで極めて精度良く温度制御することができるようになっております。

湿度コントローラー <HC9700> (2-④)

ガスボンベ（N₂ ガス）からの導入ガスを装置内部で分岐させ、1 経路をマスフローコントローラーを介して生ガス（以下 DRY ガス）のまま流し、もう 1 経路を同じくマスフローコントローラーを介してボイラー内部に導入させます。このボイラー内部の水温を外付けの循環水槽により一定温度に制御することで或る一定露点のガス（以下 WET ガス）が押出されます。この 2 経路のガスを MIX させ、その混合比をコントロールして TMA 或いは TG の試料部に加湿ガスが導入されます。（分流法）

湿度センサーは TMA 或いは TG 試料部にセットされており、試料部の相対湿度を常時モニタリングし、その信号をデジタル指示湿度調節計に入力します。

予めデジタル指示湿度調節計に目標相対湿度を設定しておくことで、入力された相対湿度信号が目標値に対して小さければ、デジタル指示湿度調節計より WET ガスラインのマスフローコントローラーに流量増加の信号を、DRY ガスラインのマスフローコントローラーに流量減少の信号を出すことで、目標の相対湿度になるように制御するようになっております。（PID 制御）

なお、これら2経路のガス流量はTOTAL流量が常に同じになるようになっておりますので、解析の際に流量変化というファクターはほぼ無視できるようにしております。(特にTG測定ではガスの流量変化は測定結果に影響を及ぼします)

WET ガスラインは結露防止対策として常時加熱されております。

又、ユニットには TMA 天秤システム或いは TG 天秤システム保護用のガスフローメーターが内蔵されております。流量を 50cc/min 程度流すようにユニット背面のアジャストバルブにて設定して下さい。

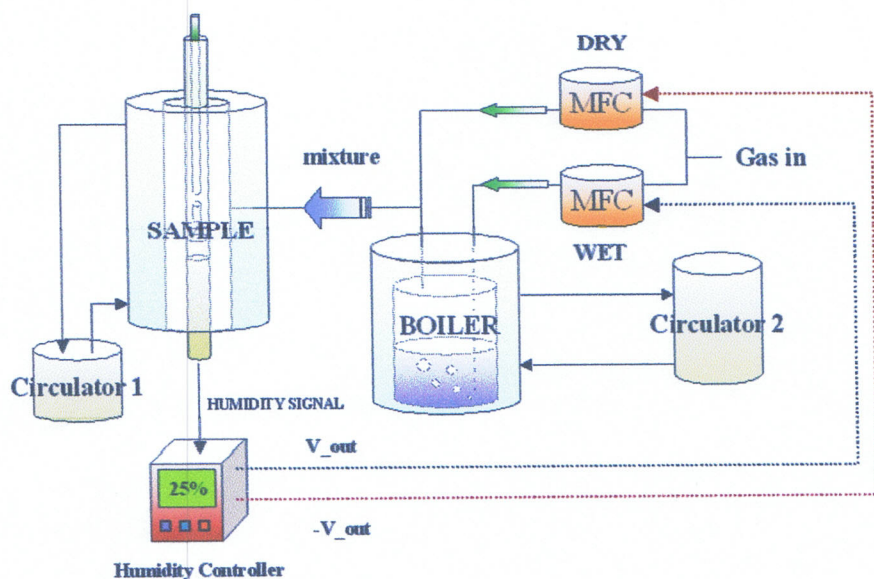


Fig. 湿度制御原理図 (TMA イメージ)

温度コントロールユニット <TCU> (2-⑤)

試料温度コントロール用循環型恒温水槽とボイラー温度コントロール用循環型恒温水槽の温度制御ユニットになります。

コミュニケーションコントローラー <CMC> (2-⑥)

HC9700 及び TCU で使用している制御機器は RS485 通信が標準となり、これを CMC にて RS232C 通信に変換し、パソコン本体と通信を行っております。

試料温度コントロール用循環型恒温水槽 (2-⑦)

湿度対応試料チャンバーへの循環水用水槽となります。温度コントロールされた水は、水槽 OUT 口→チャンバー下部→上部→水槽 IN 口の順で循環します。

ボイラー温度コントロール用循環型恒温水槽（2-⑧）

湿度コントローラー内部ボイラーの保温用水槽となります。温度コントロールされた水は、水槽 OUT 口 → 湿度コントローラー背面 IN → 湿度コントローラー背面 OUT → 水槽 IN 口の順で循環します。

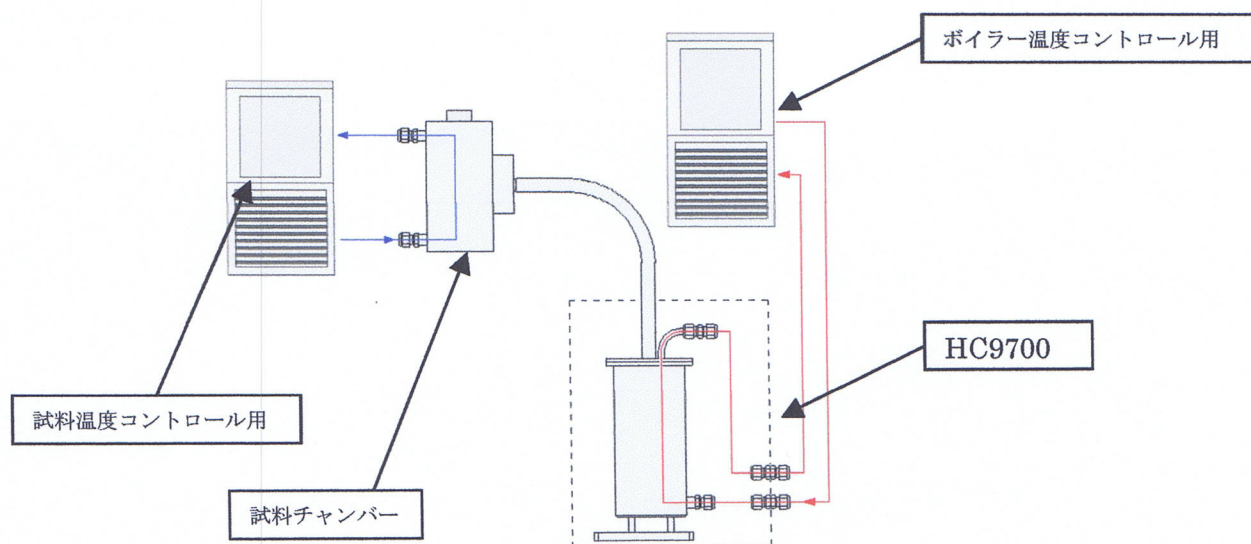


Fig. TG2000SA+HC9700 システム恒温水流路

天秤ケース恒温化用循環型恒温水槽（2-⑨）

水蒸気雰囲気下での TG 測定は試料の吸水性次第では長時間測定となるため、室温変動の影響を極力受け難くする工夫が必要となります。

弊社 TG システムでは天秤ケースへの恒温水の循環を施しております。

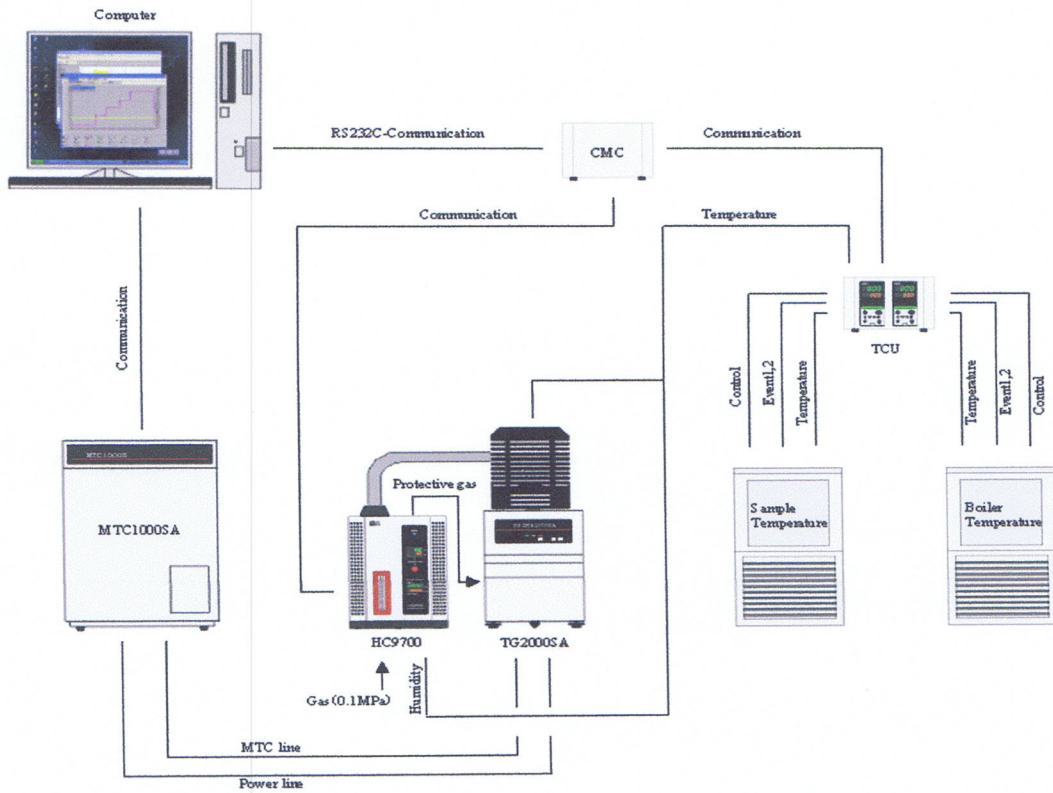


Fig. 配線図 (TG2000SA+HC9700 システム参考)

4. 総合仕様

TG 天秤方式 : 上皿式差動型天秤方式 (天秤副支点機構付)

TG 測定レンジ : $\pm 0.1 \sim \pm 200 \text{mg}$ (オートレンジ)

最大試料荷重 : 1g

試料ホルダ材質 : ステンレス

均熱スリーブ材質 : ステンレス

試料チャンバー材質 : ステンレス

TG 測定温度範囲 : $5^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$

TG 測定湿度範囲 : 5% \sim 90%RH (at 実験室内温度 \sim 60 $^{\circ}\text{C}$)
※5 $^{\circ}\text{C}$ \sim 実験室内温度 : 5% \sim 70%RH

制御安定性 : $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内、 $\pm 0.5\%$ RH 以内

湿度センサー : 電気容量型高分子薄膜センサー
(トウプラスエンジニアリング製 TI-A)

使用温度範囲 : $-25^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$

使用湿度範囲 : 0 \sim 100%RH

温度係数 : $\pm 0.03\%$ RH/ $^{\circ}\text{C}$ (15 \sim 55 $^{\circ}\text{C}$)

長期安定性 : 年間 1%RH 以内 (常温 1 気圧にて)

互換精度 : $\pm 2\%$ RH

温度センサー : 白金薄膜抵抗体 Pt100
(林電工(株)製 CRZ-2005)

使用温度範囲 : $-40^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$

5. 操作

各ユニットの電源ケーブルや信号ケーブルが確実に接続されていることを御確認下さい。
又、TG 試料チャンバーが測定状態（クローズ）であることを御確認下さい。

5-① POWER-ON

以下のユニットの電源ブレーカーを ON にして下さい。

- ・ パソコン
- ・ モニター
- ・ プリンター
- ・ MTC1000SA（ブレーカーは前面右下）
- ・ HC9700（ブレーカーは背面左下）
- ・ 試料温度コントロール用循環型恒温水槽（ブレーカーは右手前側面）
- ・ ボイラー温度コントロール用循環型恒温水槽（ブレーカーは右手前側面）
- ・ 天秤ケース恒温化用循環型恒温水槽（ブレーカーは上面奥側）

天秤ケースの温度安定までにはおよそ 1 時間を要します。

※ CMC 及び TCU は電源ケーブルを接続した時点で電源 ON となります。

5-② TG 天秤システム保護ガスフロー

先にも記しましたが、TG 天秤システム部分に濃い水蒸気が侵入すると、天秤の動作不良を引き起こし、最悪の場合には破損に至る可能性があります。

これを防止するために、常時天秤部には保護用の乾燥ガスを **50ml/min** フローしなくてはなりません。

但し、測定中の流量の変更は測定結果に影響を与える可能性がありますのでこれを避けるように心掛けて下さい。

※弊社システムでは、この保護ガスの試料チャンバー内への流入による湿度の低下を特殊部品にて抑制しております。

5-③ 各循環型恒温水槽の稼働

- ・ 試料温度コントロール用循環型恒温水槽
- ・ ボイラー温度コントロール用循環型恒温水槽

これら2つの恒温水槽正面にある **START** スイッチを押しオレンジ色のランプが点灯することを確認します(水が十分に無い場合は **START** スイッチは無効になります)。次に **PUMP・HEATER・REFRIG** を順に **ON** します。(水が循環を開始し、それぞれの目標温度に向かって制御を始めます)

★ 試料セット手順

本システムは差動型天秤を採用しておりますので、測定試料用ホルダーと標準試料用ホルダーの2本のホルダーが存在します。写真における右側のホルダーが測定試料用、左側のホルダーが標準試料用となります。

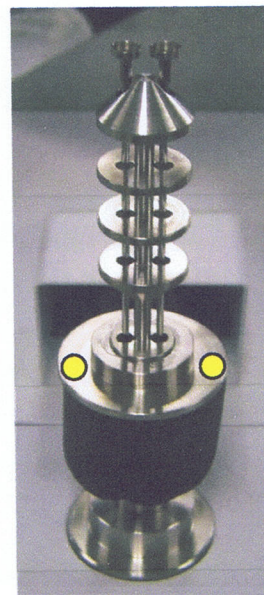
ピンセットで各試料容器を丁寧にセットして下さい。(この操作を乱雑に行いますと、天秤システムを破損する可能性がありますのでご注意ください。)

なお、標準試料は測定試料同等の重さ且つ吸水性の無いものを使用するようにします。



試料セットが完了しましたら、外気遮断板の位置を確認し、もし下方に下がっているようであれば、写真位置に来るようにセットします。

本部品(外気遮断板)は試料チャンバーが下がった際に黄丸で示したフラット面と試料チャンバー内のフラット面が接することで、外気の試料部への流入を抑制する部品であり、この位置が悪い場合には湿度制御精度の悪化を招く可能性があります。



外気遮断板の位置を適正位置にセットしたら、試料チャンバーを下降して試料セット完了となります。

5-④ 測定終了

測定が終了すると、湿度測定ソフトウェアの SP ウィンドウがアクティブになります。しかしながら、熱分析測定ソフトウェアでは中止ボタンを押すまでデータの取得を続けることになります。

従いまして、必要なデータ収集が終わりましたら中止ボタンを押して下さい。

TG データを熱分析解析ソフトウェアにて開きます。

温度・湿度情報は CSV ファイルとして保存されておりますので、TG 解析内のファイルメニューにおける湿度データ読み込みより適正なデータを解析画面上に読み出します。

Width、Point 等の解析メニューにて必要な解析を実施します。

6. 備考

本システムマニュアルでは各ユニットの説明、操作方法等に関しまして、比較的簡略化して説明しております。

各種ソフトウェアの取扱いに関しては、別紙の取扱説明書を御熟読頂き、又 TG 本体部に関しても別紙の TG2000SA ハードウェアマニュアルを御熟読下さい。

しかしながら、湿度 TG 測定におけるアプリケーションは多種多様であり、説明書では表現しきれない点多々ございます。

お客様方で少しでもご不明な点、気になる点等ございましたら、お気軽に弊社サービスグループまでお問合せ下さい。