



卓上真空ガス置換炉の使用方法

神崎正美

岡山大学・惑星物質研究所



(電気炉は第3研究棟3Fにあります)

仕様：

- 東洋製作所株式会社(ADVANTEC) FUA112DB
- 使用温度範囲：100～1100 °C
- 常用最高温度：1050 °C
- ヒーター：ニッケルクロム
- 温度センサー：R型熱電対
- 雰囲気：大気、真空(～0.02 bar/15 torr)、不活性ガス

なお、不活性ガスは常備していないので、利用者が手配してください。ヒーターが酸化する、ヒーターと反応するようなガスの使用は避けてください。

転出した教員から引き継いだ真空ガス置換電気炉です。最高温度まで30分程度で上げられます。不活性ガスを流すこともできます（真空引いてから）。ただ、常用最高温度は1050℃とそれほど高くはありません。操作パネルは日本語表示での操作しかできないので、英語版のマニュアルは作ってません。プログラム運転が主体と思われるので、それを想定して書いてます。それ以外に定値運転も可能です。これは簡易マニュアルですので、詳細は取扱説明書をご覧ください。

プログラム運転では、プログラムの各ステップでガスのバルブ操作ができます。一方、真空ポンプの操作はプログラム内ではなくて、プログラム運転開始時に指定するようになっています。真空ポンプは最初に設定した動作（真空計の設定にも依存）がそのまま実行されます。

ガスを流す場合は、設定値まで真空を引く設定にして、プログラムでガスを流す設定にすることになります（炉がガスで最初ページされる）。

初めに

- ・ 裏側の真空ポンプ用オイルのレベルが赤丸の中にあることを確認。
- ・ 本体右側面のブレーカーをONにする（上側）。
- ・ 操作パネル右側のPower SWをONにする。
- ・ 必要ならガスボンベを接続する（今の所、ガスボンベは置いてません）。6 mm径のチューブで配管する。レギュレーターを使用すること。



操作パネル（上側）と表示ランプとスイッチ類（下側）

加熱プログラム作成

- ・ （既に設定されたプログラムを使う場合は以下スキップ）
- ・ 上記写真の上側の操作パネルのメニューで、「プログラム サクセイ」へカーソル（反転状態）を移動させる。カーソルは矢印キーで動かせる。「プログラム サクセイ」にカーソルがある状態で、[Enter]キーを押す。
- ・ プログラム作成モードになる。最初の「ヘンシュウパターン」の次の数字に適当な数字を選ぶ。現在選択しているパターンの最初の方のステップが下部に表示される。新しいパターンの

場合は、まだパターンが入っていない数字を選ぶか、既にあるプログラムを書き換える。数字は+/-キーで変えられる。[Enter]キーを押す。10パターンまで入れられる。なお、0はパターンリンクになる。

- ステップ1の最初の欄は、何度まで温度を上げるかを入力。数値は+/-キーで変えられる。
- 次の欄はそれにかかる時間を入れる。3番目と4番目の欄はウェイトゾーン温度とウェイトタイムで、実際の温度がプログラム通りにならない場合に温度が到達するまで待つための設定で、気にしなければどちらもゼロでよい。最後の欄はガスバルブのON/OFFを決める。ガスを使わない場合はオフのままにする。オンにしているとガスバルブが開き、真空計で設定した大気圧リミットHの圧力になるまでガスを導入する（この時は流量計をバイパスする）。リミットHまで達すると、流量計を通じてガスが流れるようになる。
- カーソルを下に動かすか、最後の欄で[ENTER]を押すと、次のステップが表示される。同様に入力する。簡単なプログラムの場合は、2番目のステップは普通は到達した温度でキープする事になるので、キープ温度とその時間を入力。3番目のステップでは温度を下げることになる。
- 最後のステップは自動的に時間欄がENDになっているはず。ENDでない場合（前のプログラムを更新しているケースなど）は、カーソルを時間欄へ移動させ、値をマイナスにしてもENDになる。これがこのプログラムの終了の意味になる。
- 編集を終了するには、[ESC]キーを2度押すか、[ENTER] + [ESC]を押す。最下段に編集データを登録するかどうかの確認が出る。「トウロク スル」を選んで、[ENTER]キーを押す（+/-キーでその他の選択肢、「キャンセル」「ヘンシュウ ニ モデル」も出てくる）。
- これで最初の画面に戻る。ここで「プログラム ウンテン」か「MENU ニ モデル」でプログラム編集から抜けられる。
- 設定したパターンをグラフで見たい時は、「グラフ」へカーソルを移動して、[ENTER]キーを押す。[ESC]キーで元に戻る。
- パターンリンクはまず使わないと思うが、既にあるパターンを連結して1つのプログラムとして運転する機能である。
- 温度は比較的速く上げられるが、下げる方はゆっくりになるので、あまり早い降温速度を設定しても追従しない（特に低温側）。

真空計の設定

- この真空計は圧力（大気圧をゼロとする）の表示と、圧力の高い側のリミット(H)と低い側のリミット(b)に対して制御を行う。数字の単位はkPaとなっている。
- 高い側のリミット(H)は大気圧リミットとして使われていて、ガス排気バルブが作動する圧力である。デフォルトでは0.4 kPaと設定されている。圧力の低い方のリミット(b)は、真空ポンプが停止する圧力である。デフォルトは（大気圧をゼロなので、負の値になり）-99 kPaである。
- 変更のためには透明のカバーを外す。
- 右下の設定キー(c)を一回押すと、Hと設定している数字が交互に表示されて、設定を変更できるようになる。上下キーで値を設定する。もう一度設定キーを押すと、今度はbと数値が交互に表示され、bの設定ができる。
- bはデフォルトでは-99 kPaであるが、前に大気圧で使った場合には別の値になっているので、真空を使うなら-99に設定する。なお天候の状態等



真空計と流量計

で この値まで達しない場合には、設定を-95 kPaに変える

- ・ 大気圧での加熱の場合は、真空計の設定bを0.1 kPaにする。ただ、大気圧で加熱する場合はこの電気炉でなく別の電気炉が利用できるが。
- ・ もう一度設定キーを押すと現在の測定値を表示するモードに戻る。

試料の挿入

- ・ 電気炉のドアを開ける。
- ・ その内側の気密チャンバーのフランジを開けるが、まずクランプ4箇所を外す。
- ・ 炉内に試料を設置する。
- ・ 気密チャンバーのOリングにゴミ等が付いてないこと、ずれてないことをチェック。
- ・ 気密チャンバーを閉じ、クランプでチャンバーを押さえる。
- ・ ドアを閉じる。

プログラム運転開始

- ・ 記録計の扉を開けて、RCDスイッチを押す。これを押さないとチャートが流れない。Ch1が温度、Ch2が圧力（のはず）。
- ・ ガスを流す場合は、隣の部屋の排気ファンをオンにする。
- ・ 操作パネルで「プログラム ウンテン」にカーソルを移動する。[ENTER]キーを押す。
 - ・ プログラム運転の画面になる。一番上で運転するパターンを選ぶ（番号）。
 - ・ 2番目はスタート条件であるが、これは最初の温度は現在温度(PV)か、設定温度(SV)にするかを選択する。普通は現在温度でよい。
 - ・ 3番目はリピート回数で、普通は1。
 - ・ 4番目は真空ポンプ動作条件で、「アツリョク(L) マデ ドウサ」「アツリョク(L) デ レンゾク」「アツリョク(L) ヲ キープ スル」の3つから選択できる。最初は真空引きして、圧力がLまで下がるとそこで真空ポンプは止まり、加熱がスタートする。2番目は、真空引きして、圧力がLまで下がると加熱がスタートするが、ポンプは連続動作。ガスバルブが開くまでその状態。3番目は、真空引きして、圧力がLまで下がると加熱がスタートするが、ポンプはLをキープするように動作、休止する。ガスバルブが開くまでその状態。
- ・ 真空引きの条件は微妙だが、加熱中にも低真空を保ちたい時や試料が加熱により脱水・脱ガスするような場合は「アツリョク(L) デ レンゾク」か「アツリョク(L) ヲ キープ スル」を選ぶ。不活性ガスを流す時は「アツリョク(L) マデ ドウサ」を選ぶ（プログラムでガスがオンになっている必要がある）。
- ・ 大気圧で運転する場合は、真空計で真空リミット(b)を大気圧(0.1 kPa)にする。
- ・ [自動運転]スイッチを押す。[START]キーを押すと、プログラムがスタートする。まずLの値になるまで真空ポンプが作動する。それから昇温が始まる。
- ・ プログラムを途中で停止するには、[STOP]キーを押す。[自動運転]をオフにする。温度は下がってくる。真空はそのままなので、[ガスパージ]スイッチを押して炉内を大気圧にする。
- ・ 不活性ガスの流量は、真空計下のバルブで調整できる。
- ・ 手動で[真空ポンプ]や[ガスパージ]スイッチを使うためには[自動運転]をオフにする必要がある。

終了

- ・ プログラムが終了して温度が十分下がったら、

- ・ ガスを使っていた時はガスの元栓バルブ、レギュレーターを閉める。**ガスパージスイッチを押して大気圧になるまで待つ。もし炉内に圧力が掛かっている場合は危険なので。**
- ・ 真空中に引いていた時は、[ガスパージ]スイッチを押して、大気圧にする（ガスが繋がっていない場合）。
- ・ 大気圧で加熱していた場合でも、試料によっては負圧になっているケースがあり得る。その場合も[ガスパージ]スイッチを押して、大気圧にする
- ・ 電気炉のドアを開ける。クランプを外して、気密チャンバーを開けて、試料を取り出し。
- ・ 気密チャンバーを閉じ、クランプでチャンバーを押さえる。電気炉のドアを閉める。
- ・ 記録計のRCDスイッチをOFF、PowerスイッチをOFF。側面のブレーカーをOFFにする。
- ・ 排気ファンを使っていた場合はファンを止める。

オートチューニング（PID自動設定）

- ・ 温度域が低温(0~300℃)、中温(300~600℃)、高温(600~1100℃)の3つに分けられていて、それぞれでPIDを調整できるようになっている。
- ・ MENU画面から「オートチューニング」をカーソルで選択して、[ENTER]を押す。
- ・ オートチューニング画面が出てくる。既にオートチューニングされている場合は、:の後に*が出る。それぞれの温度域でのデフォルトの温度が入っている。この温度を変えることは可能。「チューニングハンイ」のところで、どの温度域でチューニングをするかを選択できる。1度に1つの温度域だけ。
- ・ オートチューニングの実施
 - ・ 真空時のチューニングの場合は、予め真空ポンプを作動させて必要な真空まで到達しておく。[真空ポンプボタン]を押す。自動では止まらないので-99 kPaくらいになったら[真空ポンプボタン]で止める。
 - ・ ガスパージの時は、ガスパージスイッチを押して、真空計の表示が大気圧になるまで作動させる。
 - ・ [START]キーを押すと、「チューニングハンイ」へカーソルが動く。温度域を選択。再度[START]キーを押すとチューニングが始まる。
 - ・ 経過時間が1時間40分過ぎて終了しない場合は、タイムオーバー表示が出る。画面の通りに[STOP]キーを押す。ヒーターの劣化などが考えられる。
 - ・ 正常にチューニングが終わると、ブザーが3回鳴り、元のオートチューニング画面へ戻り、加熱は停止状態になる。
 - ・ ここから別の温度域のチューニングを続けて行うこともできる（その場合は低温から高温へ行うと効率的）。
- ・ また、低温域ではオートチューニングはうまくいかない場合がある（ある程度温度を上げてからスタートする必要がある）。

記録計（現状、消耗品を用意してません）

- ・ リボンカセットを取り替える
 - ・ 記録中の場合は、RCDキーを押して止める。
 - ・ FUNCキーを押す。
 - ・   キーでRiBONを表示させる。

- キーを押す。打点キャリッジが中央へ移動して、ENDが表示される。
- 表示／キーパネル部を開く。
- 装着されているリボンカセットを外す。左上のカセットホルダーの爪を左に押し広げてリボンカセットの左側を手前に引き出し、取り外す。
- 新しいカセットを取り付ける。最初は右側を、次に左側を押し込む。カセットがカセットホルダーの爪で固定されていることを確認。
- カセットのリボン送りノブを矢印方向に1/2回転まわす。緩んでいる時も矢印方向へ回す。
- 表示／キーパネル部を閉じ、キーを押す。測定画面へ戻る。
- ChI（温度の設定）
 - MENUキーを3秒間押し、設定モードに入る。
 - RANGEを表示した状態でキーを押す。
 -  キーでChIを選択して、キーを押す。
 -  キーでTCを選択して、キーを押す。
 -  キーで熱電対R(表示はr)を選択して、キーを押す。
 - 表示領域の左端値を設定（現在0）。桁の移動はキーを使う。数値は キーで変更。キーを押す。
 - 表示領域の右端値を設定（現在1200）。桁の移動はキーを使う。数値は キーで変更。キーを押す。
 - OKが表示される。他チャンネルを設定する時はキーを押して同様に設定。
 - 設定を終了する時はESCキーを押す。
 - オペレーションモードに戻る時は、MENUキーを押す。
- CH2（真空度）
 - 真空は1-5Vに設定する。基本的には同じ操作で、Ch2を選び、種類は1-5Vを選び、レンジを設定。熱電対の時と違って、右端設定の後に、小数点位置の調整（まずキーでtを選択、 キーで小数点を移動、0000.0にする）、スケール左（0000.0にする）、スケール右（0500.0にする）の設定もある。OKが表示されたら、ESCキーで戻る。