

High Temperature Furnace



株式会社 オプティマ
〒134-0083 江戸川区中葛西 5-32-8 圭盟ビル
Tel: 03-5667-3051 Fax: 03-5667-3050
e-mail info@optimacorp.co.jp
URL <http://www.optimacorp.co.jp>

目次

1 安全に使用するために	1
2 はじめに	2
3 原理	2
4 取り付け	4
4.1 オープンアセンブリ	4
4.2 ホールプローブ	5
4.3 電磁石のエアーギャップ	6
4.4 ガスフローコントロールシャーシと接続	6
5 操作	8
6 較正	10
6.1 はじめに	10
6.2 シュミレーター	10
6.3 校正手順	11

図

図 1 800 での測定時のオープンの表面の温度	1
図 2 Oven Assembly	3
図 3 Furnace Vacuum/Gas flow Control chassis 前面パネル	4
図 4 Furnace Vacuum/Gas flow Control chassis 背面パネル	4
図 5 rear panel of the electromagnet	7
図 6 Oven and Chassis Connections	9

1 安全に使用するために

危険！ 測定中はオープンに触れないで下さい。高温になっており、やけどする危険があります。図1に温度が800 °Cの場合のオープンの表面温度を示します。

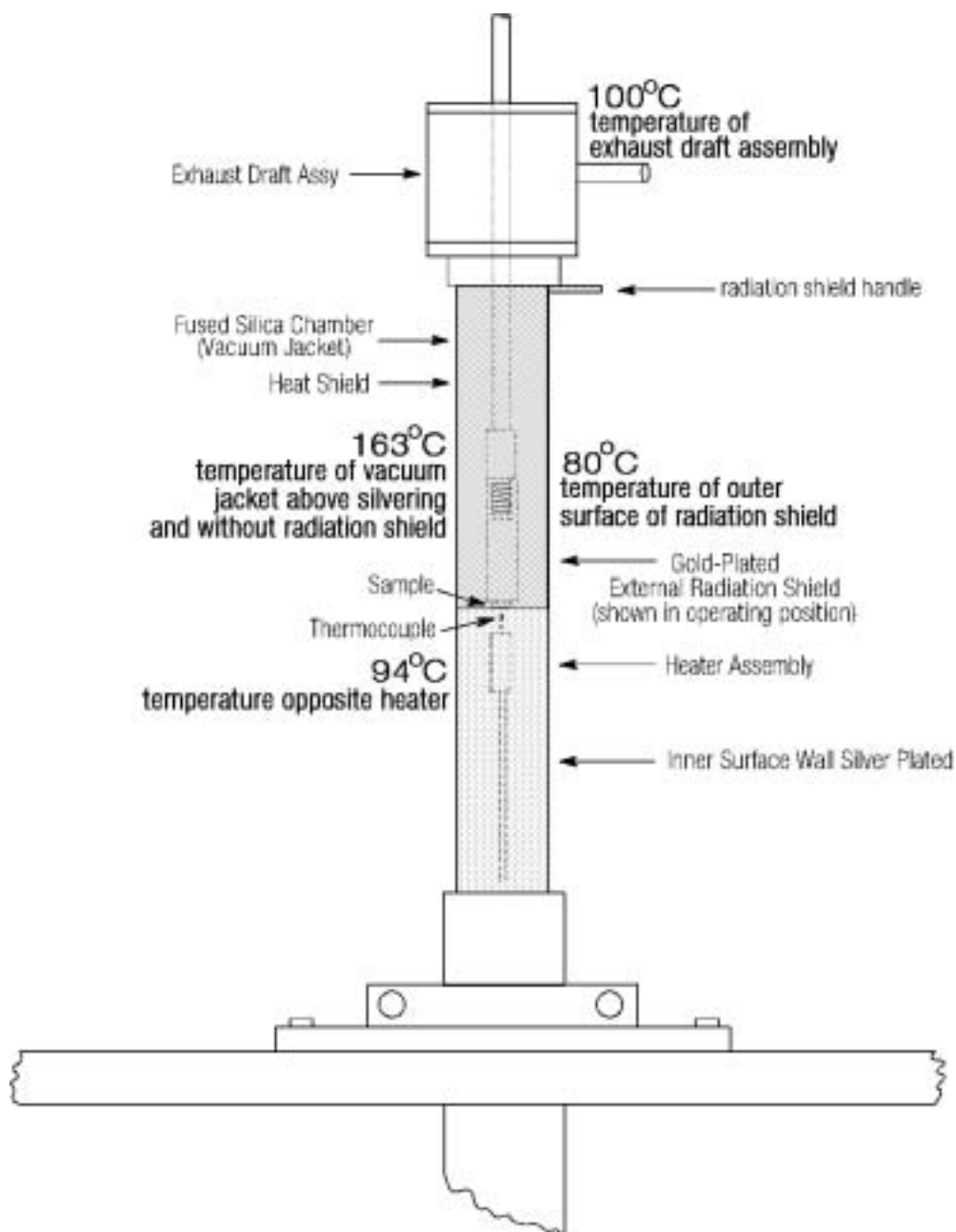


図 1 800 °Cでの測定時のオープンの表面の温度

測定中は付属するヒートシールドを取りつけ、正しい位置にセットしてください。図1に示してある表面からの熱輻射を著しく減少させることができます。そしてサンプルゾーンの温度勾配を小さくすることができます。ヒートシールドは熱くなりますので直接触れないで下さい。ヒートシールドを動かす場合は高温テープ"ハンドル"の部分を使ってください。試料をセットするのの場合、目で確認できる様にシールドを下げてください。ヒートシールドの測定時の正しい位置では、真空ジャケットの銀コーティングしていない部分に直接接しないようにすることで熱を遮断します。

2 はじめに

このオープン（図2）を使用することでのモデル3900で温度測定ができます。設定できる測定温度は室温から800 です。

3 原理

オープンは図2に示すようにベースプレートの上に取りつけます。Macor製のlower adapterのついた透明な石英ガラス製のロッドとMacor製の試料ホルダーを使用します。Kel-F製のものは簡単に熔けます。試料を正しい位置にセットするときは、サンプルロッドを Exhaust Draft Assembly の中を通過させます。

動作中は、オープンアセンブリの底の近くにある供給ポートから常にヘリウムかアルゴンガスを流し続けます。このガスは合成石英チャンバーの中央に入り、上に流れそしてヒータを通過します。ガスはガスポンベ(ヘリウムガスは熱伝導が良いのでヘリウムガスを推奨します)から供給します。ガス流量はフローコントロールパネルの流量計をモニタし調整します。温度モニターおよび制御用 タイプ K 熱電対の先端はヒータの1/4インチ上に位置しています。熱電対のすぐ上はサンプルゾーンとなっています。サンプルゾーンを通過したガスは合成石英チャンバーの上部から、システムに付属する排出ポンプで引かれます。

警告! ドライブロッドをFurnaceに下ろすとき、サンプルゾーンの銀メッキを施してあるラインより下に降ろさないように注意してください。この線より下に降ろすとドライブロッドが熱電対と接触し、故障の原因となります。

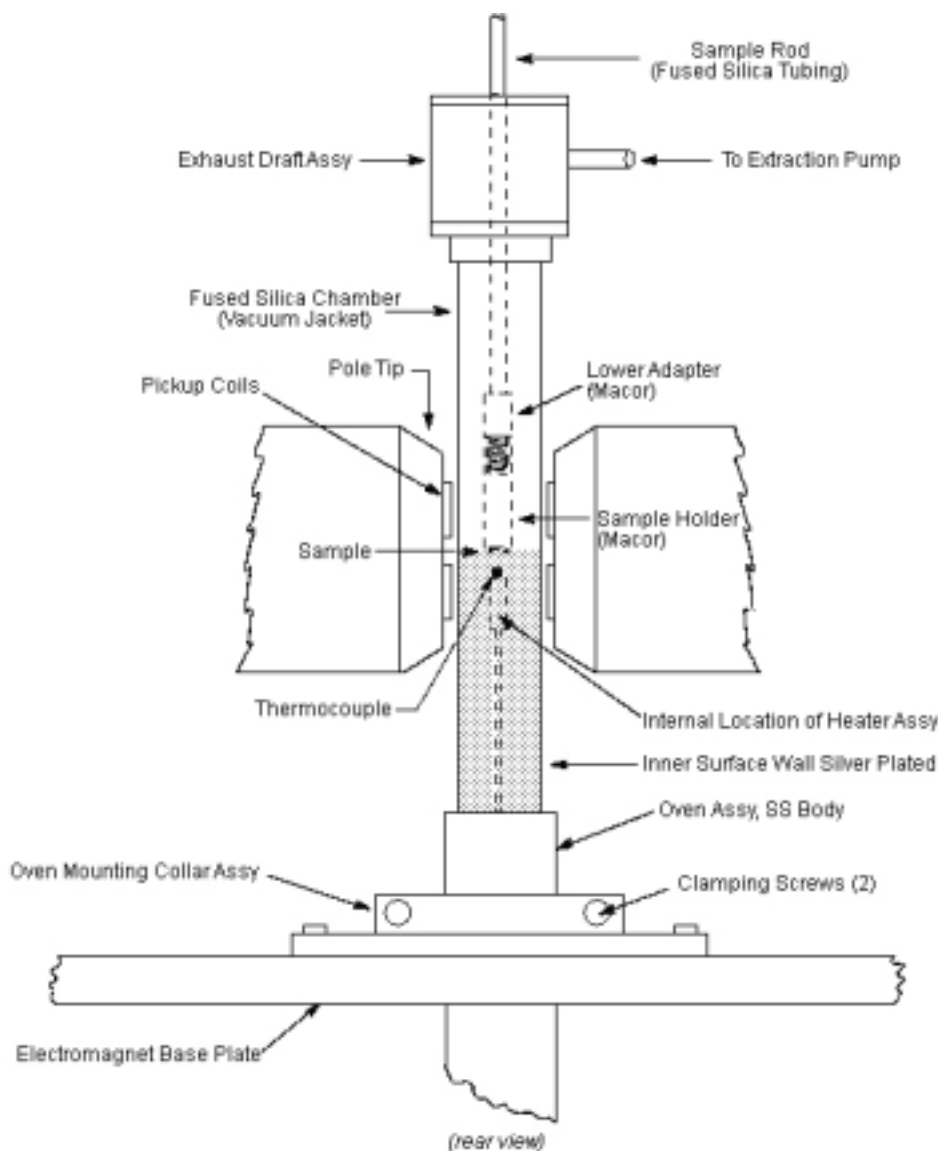


図 2 Oven Assembly

Exhaust Draft Assembly はオーブンの上部に取り付け、高温のガスを室温の空気と混ぜて薄め、ガスの温度を下げと同時にアセンブリの表面を低い温度に保ちます。

図2にはヒートシールドは示されていませんが、真空ジャケットの上から簡単にかぶせることができ、ハンドル(高温テープ)で上げ下げできます。

オーブンは熱シールドの為に真空ジャケットが装備され、測定中は常に真空に引く必要があります。真空バルブと真空ゲージは、Farnace Vacuum/Gas Flowコントローラーの前面パネル上についています。

このシステムには、温度コントローラ(図3 と 4)が組み込まれておりコンピューターからサンプルゾーンの温度を設定できます。Measurements vs. Temperature 測定に関してのソフトの詳細は、MicroMag™ 3900 VSM 取扱説明書の 第4章 4.2と4.9.2にあります。この説明書の6に熱電対の校正に関する説明があります。

オーブンの設定可能温度は室温から 800 (1073K)で、約 8分でフルスパンができます

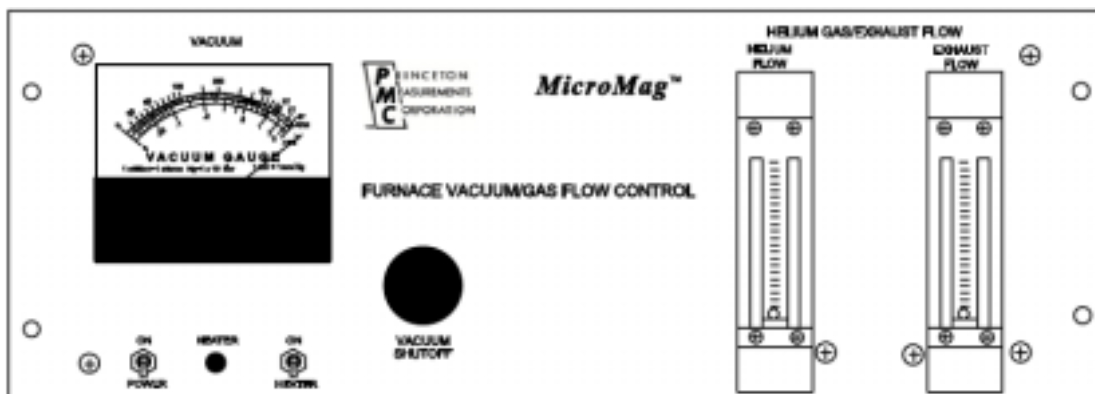


図 3 Furnace Vacuum/Gas flow Control chassis 前面パネル

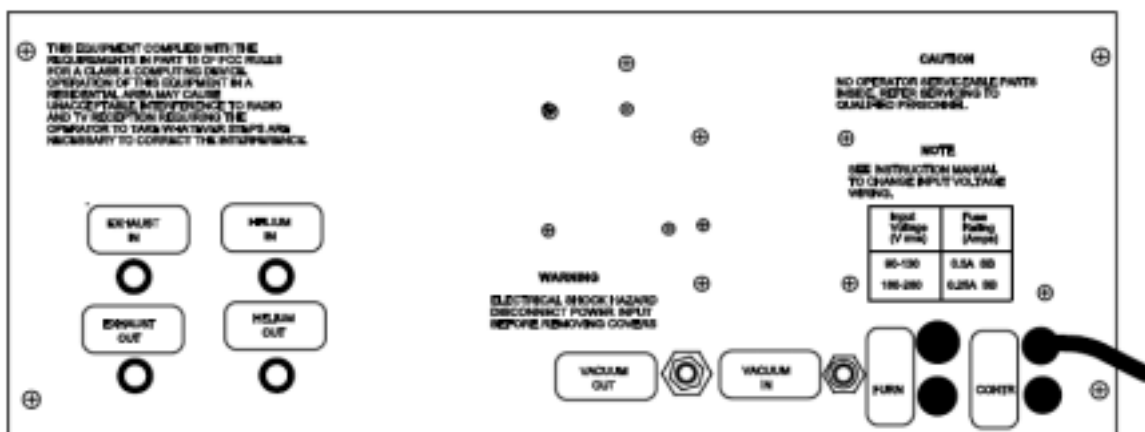


図 4 Furnace Vacuum/Gas flow Control chassis 背面パネル

4 取りつけ

4.1 オープンアセンブリ

- 1、電磁石電源を含む全てのVSMシステムの電源を切ります。
- 2、ドライバヘッドを1番上に上げ、Z軸ステージ Loking knobで固定します。
- 3、サンプルロッドアセンブリを取り外し、保管箱に戻します。

- 4、電磁石上の固定ネジを緩め、両方の磁心をベルクランプを回してひろげます。
- 5、ホールプローブを引っ込めるか、取り外します。
警告！ ホールプローブは大変脆く、簡単に折れます。
- 6、電磁石の背後に回り、図2を参照して、7/64" 六角レンチでオープン取り付け部品の *Split-collar* についている2つのネジを緩めます。(緩めるだけで、完全には取り外さないで下さい)
- 7、注意してオープンを取り出します。合成石英チャンバーの銀をコーティングしてある部分を確認してください。ヒーターと熱伝対は銀コーティングの上端のすぐ下に位置しています。
- 8、再度、電磁石の後ろに回り、注意してオープン(合成石英チャンバーの上を先に)ベースプレートの下からオープン取り付け部品の *Split-collar* に通します。オープンの取り付け位置は、銀コーティングの上端がピックアップコイル(サンプルゾーン)の中心位置です。2つのネジをしっかり均等に締めてオープンを固定します。
- 9、オープンの上からヒートシールドを差し込みます。通常サンプルゾーンが見える位置まで下げます。測定中は熱を防ぐために Exhaust Drafr Assemblyの方に引き上げます。
- 10、ヒートシールドを取りつけた後、図2 に示す様にExhaust Drafr Assembly をオープンの上端に取りつけます。

4.2 ホールプローブ

ホールプローブを、磁心の先端の中心付近で合成石英チャンバーの約2mm後方にホールプローブの先端がくるように取り付けます。電磁石の前面から見て、ホールプローブの先端につけてある白い印が右側になる用に取り付けます。

4.3 電磁石のエアギャップ

注意！ 石英ガラスデュワーを取り付けた後、磁石のポールキャップとピックアップコイルで押しつぶさないように注意して下さい。
エアギャップをセットするとき、磁心先端上のピックアップコイルが石英ガラスデュワーと接触しない様にします。
ピックアップコイルと石英ガラスデュワーの適切な間隔を決めるとき、隙間ゲージとして名刺などを利用して下さい。
磁心の先端を石英ガラスデュワーに接近させるとき、接触を確認するためにピックアップコイルと石英ガラスデュワーの間で名紙をすべらせて確認しながら行ってください。もう一方の磁極端の位置決めにもこのステップを繰り返します。最終的にピックアップコイルと石英ガラスデュワーの間が0.3mm程度の間隔ができる様にします。

- 1、上記の**注意書き**を念頭におき磁心の位置を決めます。ベルクランプをゆっくり反時計方向に回し、名刺等を使い確認しながらガラスデュワーの表面に触れるか触れないかの位置まで磁心を移動させます。そして、磁心をチャンバーを壊さない様にガラスの表面とピックアップコイルの間隔が約0.3～0.4mmとなる位置で固定します。
- 2、両方の磁心の固定ネジを軽く(適度に)締めます。
- 3、磁心をガラスの表面から遠ざけるために、ゆっくりベルクランプを**時計方向**に回します。ピックアップコイルとチャンバーの間隔が約**0.3mm**になる様な位置にします。**磁心先端をひろげながら間隔をセット**します。これは両方のリードスクリューのバックラッシュを取り除くためです。
- 4、それぞれの磁心の位置を決めた後しっかり磁心を固定するために固定ネジをきつく締めます。

4.4 ガスフローコントロールシャーシと接続

- 1、Furnace Vacuum/Gas flow Control chassis を取り出し、コンソールの1番上に4つの取り付けねじで固定します。
注：次からは、図6 Oven and Chassis Connections を参考にしながら進めて下さい。
- 2、図5を参考にし、オープンの右下に接続するアセンブリを確認します。このアセンブリは真空ゲージとステンレス製のフレキシブルチューブが分けて梱包してあります。これを図に示すようにオープンに取り付けます。
- 3、Furnace Vacuum/Gas flow Control chassis の真空ゲージから伸びているケーブルの先に付いている8ピンのコネクタを 2で取り付けした真空ゲージに接続します。
- 4、2で取りつけたオープンについているステンレス製のフレキシブルチューブをシャーシの **Vacuum In** と表示してあるポートに接続します。

- 5、シャーシの **Vacuum Out** と表示してあるポートに真空ポンプ(お客様が用意)を接続します。
注: 最低、排気速度 25 L/分、到達真空度 10^{-3} Torr(1 μ Hg)の2ステージ真空ポンプを推奨します。
- 6、ヒータープラグ(オープンの底から出ている2本のケーブルの1本)をシャーシの **Cryostat/Heater** と表示してあるコネクタに接続します。
- 7、シャーシの **Control** と表示してあるケーブルを Model3900 コントローラーの背面パネルの **Cryostat/Heater** と表示してあるコネクタに接続します。
- 8、オープンの底から出ている黄色スプリングコイル状のケーブルを電磁石の背面パネル上の Thermocouple preamplifier(図5参照) に接続します。

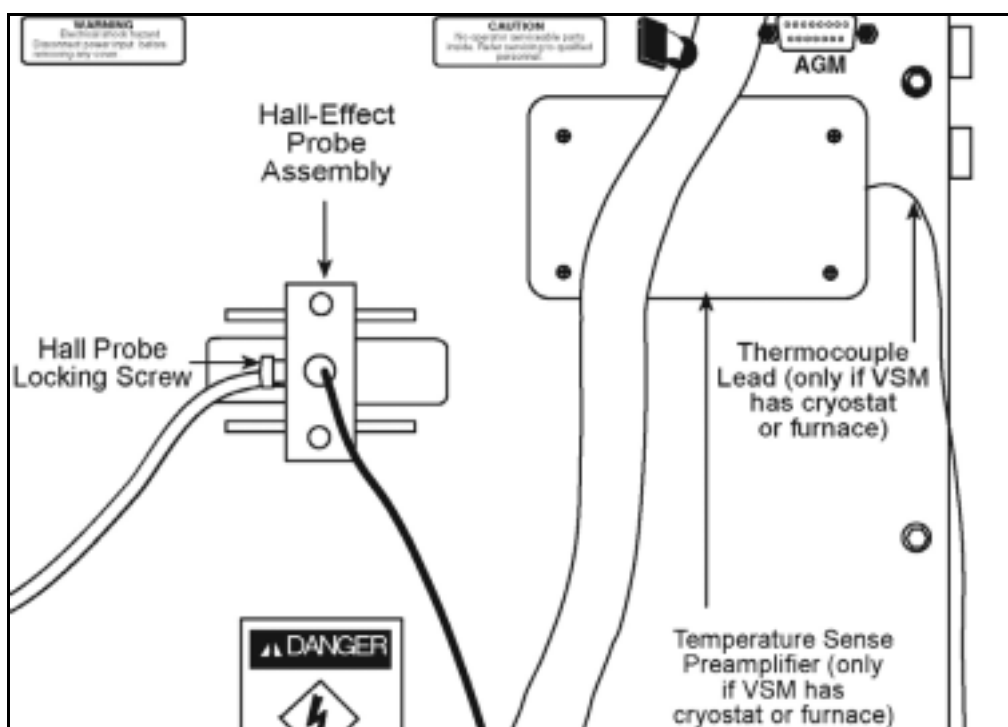


図 5 rear panel of the electromagnet

- 9、ヘリウム(アルゴン)ガスポンプ(お客様が用意)のアウトプットにゴムチューブを接続します。
注: 2ステージ圧力調整弁を用意してください。
- 10、シャーシ背面の **Helium In** と表示されている穴を通るホースは、**Helium Flow** 流量計の下のポートに繋がっています。
- 11、**Helium Flow** 流量計の上のポートからのホースは、シャーシ背面の **Helium Out** と表示されている穴を抜け図6に示す様にオープンのポートに接続されます。
- 12、オープンに付属する排出ポンプの入力にホースを繋ぎます。
注: 排出ポンプは雑音を発生しますので VSM から5~6m離して下さい。
- 13、Exhaust Drafr Assembly のアウトプットにシャーシ背面の **Exhaust In** から出ているホースを接続します。
- 14、シャーシ背面の **Exhaust Out** から出ているホースは **Exhaust Gas** 流量計の上に接続されています。

5 操作

- 1、 Vacuum/Gas Flowシャーシ背面の **Vacuum Out**ポートに真空ポンプを接続します。
- 2、電磁石電源を除き、全てのVSMシステムの機器の電源を入れます。
- 3、真空ポンプの電源を入れ、 Vacuum/Gas Flowシャーシ前面パネル上の真空弁を開きます。約 100mTorr以下になるまで真空を引きます。
警告！ 測定中 真空引きは継続してください。
- 4、所定の真空度に達したら、圧縮ガスポンペのバルブを開きゲージ圧を約0.04Mpa (6psig) に調整します。

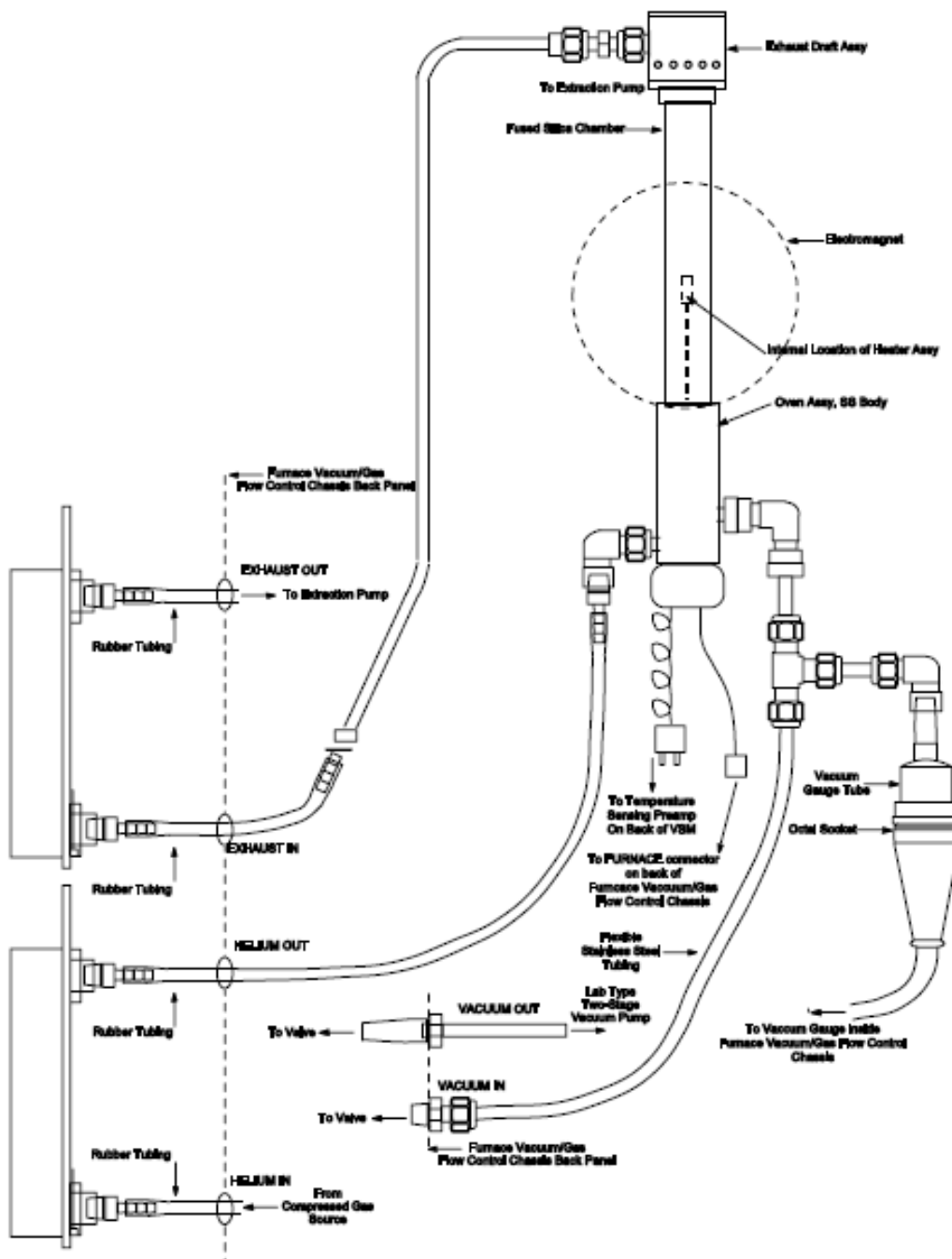


図 6 Oven and Chassis Connections

注：圧縮ガスポンベに取りつける2ステージ圧力調整弁のゲージは 0～0.1Mpa (0～15psig)、もしくは 0～0.2Mpa (0～30psig)のものを用意してください。

- 5、Helium flow 流量計のバルブを開き、流量を示すボールの高さを約 20～30mmに調整します。

警告！ 温度を上げての間は絶対にガス(ヘリウム もしくはアルゴン)を止めないでください。ガス流量を減少あるいは制限するとヒーターが過熱しすぎオープンを壊す可能性があります。

- 6、排出ポンプの電源を入れ、 **Exhaust Flow** 流量計の流量を確認します。調整する必要はありません。
- 7、適切なガス流量に再調整します。最高800 まで温度を任意に設定することで簡単に温度を上げることができます。 Mainメニューの右側のスクリーンに表示される電流値が1.4～1.5Aになる様にガス流量を調整します。

注：測定中はガス流量の微調整をして下さい。

6 校正

6.1 はじめに

温度の読みと制御はガスの流れの中にある試料の下に位置する熱電対タイプKで行います。精度を上げる為に付属する Omega type "K" emulatorを使いシステムの校正を行います。校正は試料測定で、初めてオープンを使うときと、約1ヶ月毎に実行してください。この校正においてはヒーターを使用しません。 **Temperature Control** ウィンドウで **Temperature control device** で **Oven**を選択する必要があります。

6.2 シミュレーター

Omega CL3512 Digital Thermometer and Calibrator の確認と試験をします。取り扱い方法についてはCL3512に付属する取扱説明書も参考にしてください。CL3512はType"K"熱電対のデジタル温度計および校正器として機能する機器です。これは、100 と800 で炉を校正するのに校正器として使用します。-100 と 100°Cの間にあるファンクションキーを回して校正器の電源を入れて下さい(0 C/F を切り替えるボタンを押して を選択してください)。100 を表示するようにcoarse と fineツマミを回し調整してください。同様に600 と 850°C の間のファンクションキーを回し、coarse と fineツマミで800 になるように調整をします。

6.3 校正手順

- 1、Vacuum/Gas Flowコントローラーの電源は一時的に切ります。ファーネスヒーターも切れます。
- 2、電磁石の背面の Temperature Sense Preamplifierに繋がっている黄色のスプリングコイル状のケーブルを外します。(図5参照)
- 3、**Main**メニューバーから **Settings**を選び、**Temperature Control**をクリックします。Temperature Control Deviceとして Furnaceを選び、そして校正を行なうためにTemperature Difference を **NO** に設定します。(校正手続きが完了したら再び YES に戻します)温度シミュレーターとTemperature Sense Preamplifierを繋ぎます。シミュレーターは100 (373.1K) と 800 (1073.2K)の2点の温度を使用します。
- 4、校正器の2つのOUTPUTのどちらかをTemperature Sense プリアンプとケーブルで接続してください。校正器を100 に合わせます。
- 5、次に、システムを100 で校正する為に、Temperature Controlウインドウの左側のパネルの Calibrate at 100 (もしくは、373.1K)をクリックします。
- 6、シミュレーターの温度セレクトを800 にセットします。システムを800 で校正する為に、Temperature Controlウインドウの左側のパネルのCalibrate at 800.00 C(1073.2K)をクリックします。**これで校正は完了です。**
- 7、シミュレーターを Offにし、Temperature Sense プリアンプからシミュレーターを外します。
- 8、Temperature Difference Correction を **YES** に戻します。
- 9、前に外した黄色のスプリングコイル状のケーブルをTemperature Sense プリアンプに接続します。

注:

- 1、校正が完了すると自動的に較正值は保存されます。
- 2、校正は1ヶ月毎に実行してください。