

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2021-71439
(P2021-71439A)

(43) 公開日 令和3年5月6日(2021.5.6)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 25/20 (2006.01)	GO 1 N 25/20 G	2 GO 4 0
GO 1 N 5/04 (2006.01)	GO 1 N 5/04 A	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2019-199809 (P2019-199809)	(71) 出願人	000001993 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
(22) 出願日	令和1年11月1日(2019.11.1)	(74) 代理人	110001069 特許業務法人京都国際特許事務所
		(72) 発明者	富田 創 京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会 社島津製作所内
		(72) 発明者	佐藤 公紀 京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会 社島津製作所内
		(72) 発明者	清水 悟司 京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会 社島津製作所内

最終頁に続く

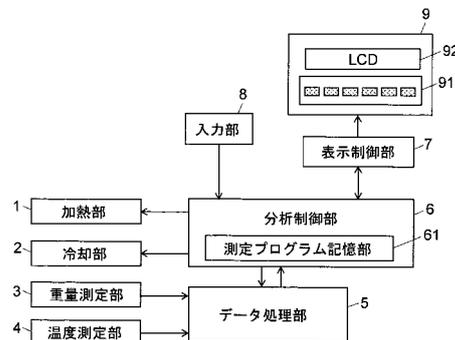
(54) 【発明の名称】 熱分析装置

(57) 【要約】

【課題】測定中に作業者が装置や装置設置台に触れてしまうことによる不適切なデータの取得を防止する。

【解決手段】本発明に係る熱分析装置の一態様は、内部に試料が収容される加熱炉を含む加熱部(1)と、試料の重量を測定する重量測定部(3)と、を具備し、加熱部により試料を加熱しつつ重量測定部により試料の重量を測定する熱分析装置であって、当該装置の外装の正面側に配置された、複数の発光ダイオード素子から成る発光表示器(91)と、予め決められた測定プログラムに従って、加熱部による加熱を制御するとともに、所定の期間に重量測定部により試料の重量データを取得する分析制御部(6)と、少なくとも重量データを取得している期間中に、発光表示器が点滅するように該発光表示器を駆動する表示制御部(7)と、を備える。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

内部に試料が収容される加熱炉を含む加熱部と、前記試料の重量を測定する重量測定部と、を具備し、前記加熱部により前記試料を加熱しつつ前記重量測定部により前記試料の重量を測定する熱分析装置であって、

当該装置の外装の正面側に配置された、複数の発光ダイオード素子から成る発光表示器と、

予め決められた測定プログラムに従って、前記加熱部による加熱を制御するとともに、所定の期間に前記重量測定部により試料の重量データを取得する分析制御部と、

少なくとも前記重量データを取得している期間中に、前記発光表示器が点滅するように該発光表示器を駆動する表示制御部と、

を備える熱分析装置。

【請求項 2】

前記表示制御部は、前記加熱部による昇温時に、又は、前記加熱部の温度が規定の値以上である場合に、前記発光表示器が点滅又は点灯するように該発光表示器を制御する、請求項 1 に記載の熱分析装置。

【請求項 3】

装置状態と前記発光表示器の発光・消灯状態との関係をユーザに設定させる表示状態設定部、をさらに備える、請求項 1 又は 2 に記載の熱分析装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、示差熱分析装置、熱重量測定装置などの熱分析装置に関する。

【背景技術】**【0002】**

熱分析には、示差熱分析、熱重量測定、熱機械分析、示差走査熱量分析など、様々な手法がある。例えば示差熱分析は、試料及び基準物質の温度を一定のプログラムに従って変化させながら、該試料と基準物質との温度差を温度の関数として測定する方法であり、例えば、転移、融解、反応等の吸発熱を伴う現象が測定の対象である。また、熱重量測定は、試料を一定のレートで加熱若しくは冷却したときの、又は一定温度に保持したときの該試料の重量の変化を測定する方法であり、例えば、蒸発、分解、酸化、還元、吸着等の温度に対する重量変化を伴う化学的又は物理的な変化が測定の対象である。

【0003】

例えば非特許文献 1 には、示差熱分析と熱重量測定との両方の機能を有し、両測定を同時に実行することが可能である装置が開示されている。図 4 は、非特許文献 1 に記載の示差熱・熱重量同時測定装置の外観斜視図である。図中に矢印で示す方向が本装置の正面である。この装置は、下部のケーシング 103 内に、試料及び基準物質の重量を測定する重量測定部が収容され、その上部に試料及び基準物質を加熱する加熱炉が収容された加熱炉部 101 が配置され、その加熱炉部 101 の後方には該加熱炉部 101 を上下動させる加熱炉移動部 102 が配置されている。加熱炉移動部 102 のさらに後方のスペースには、様々な電気回路を含む制御部が収容されている。また、筐体前面の下部には、ユーザインターフェイスである LCD (液晶ディスプレイ)、LED (発光ダイオード)、スイッチ等が配置された操作パネル 106 を備える。

【0004】

操作パネル 106 に配置されている LED は装置の起動状態と停止状態を示す、いわゆるオン/オフ表示器である。LCD は、温度、重量、起電力などの数値を切り替えて表示することが可能な表示器である。また、スイッチは、装置のオン/オフ切替え、上記 LCD に表示する情報の切替えの操作のためのものである。

【先行技術文献】**【非特許文献】**

10

20

30

40

50

【 0 0 0 5 】

【非特許文献1】「DTG-60/60Hシリーズ TG/DTA同時測定装置」、[online]、株式会社島津製作所、[2019年8月6日検索]、インターネット<URL: <https://www.an.shimadzu.co.jp/ta/dtg60.htm>>

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

上記示差熱・熱重量同時測定装置などの熱分析装置における重量測定部では、 μg オーダーのごく微小な重量を測定する必要がある。こうした精密な重量測定では、ごく微小な振動が測定精度を低下させる大きな原因となり、人が装置の近くを歩いただけでも測定には外乱となり得る。そのため、測定中に、スイッチ操作を含めてユーザが装置に触れたり、ユーザが装置の設置台に触れたりしないようにする必要があるほか、ユーザが測定中に装置に近づくこと自体を避けるようにすることが望ましい。

10

【 0 0 0 7 】

しかしながら、上記従来の示差熱・熱重量同時測定装置では、装置のオン/オフ状態を示す表示はあるものの、その表示はあまり目立たず、しかも装置がオン状態であっても測定実行中であるとは限らないこともあって、ユーザが測定実行中であることに気付かずに設置台に触れてしまったり装置の近くを行き来したりする事例が少なからずあった。また、測定には比較的時間が掛かるため、夜間や休日などに自動的に測定を実行することもしばしばあるが、巡回している警備担当者が装置が稼働していることに気付かずに装置に近づいたり触れてしまったりするという事例もあった。このような外乱のために重量データに乱れが生じると、再測定を行わなければならない、測定効率の低下や測定コストの増加等に繋がるという問題があった。

20

【 0 0 0 8 】

本発明はこうした課題を解決するために成されたものであり、その主たる目的とするところは、測定時の外乱による重量データの乱れを防止し、測定効率を改善することができる熱分析装置を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 9 】

上記課題を解決するためになされた本発明の一態様による熱分析装置は、内部に試料が収容される加熱炉を含む加熱部と、前記試料の重量を測定する重量測定部と、を具備し、前記加熱部により前記試料を加熱しつつ前記重量測定部により前記試料の重量を測定する熱分析装置であって、

30

当該装置の外装の正面側に配置された、複数の発光ダイオード素子から成る発光表示器と、

予め決められた測定プログラムに従って、前記加熱部による加熱を制御するとともに、所定の期間に前記重量測定部により試料の重量データを取得する分析制御部と、

少なくとも前記重量データを取得している期間中に、前記発光表示器が点滅するように該発光表示器を駆動する表示制御部と、

40

を備えるものである。

【発明の効果】

【 0 0 1 0 】

本発明の上記態様の熱分析装置では、当該装置が単に起動状態（通電状態）にあるのではなく、実際に重量データが収集されている測定実行中に発光表示器が点滅表示される。点滅表示は単なる点灯表示に比べて目立ち易く、作業者の注意を喚起するうえで有効である。また、発光表示器は複数の発光ダイオード素子から成り、発光面積が広い又は発光領域が長いため、装置から比較的離れた場所からでも高い視認性が得られる。

【 0 0 1 1 】

したがって本発明の上記態様の熱分析装置によれば、装置から或る程度離れた位置にいるユーザ（作業員）が測定実行中であることを認識し易く、装置自体や装置の設置台に触

50

れてしまうことのみならず、不用意に装置に近付いてしまうことを的確に防止することができる。その結果、外乱による重量測定の不具合を軽減し、測定のやり直しなどを減らして測定効率を向上させることができる。また、測定に関するリードタイムを短縮することができる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】本発明の一実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置の制御系の概略ブロック構成図。

【図2】本実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置における測定中の表示の一例の説明図。

【図3】本実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置の外観上面図（a）及び外観側面図（b）。

【図4】従来の示差熱・熱重量同時測定装置の外観斜視図。

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、本発明の一実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置について、添付図面を参照して説明する。

【0014】

図3は本実施形態の示差熱・熱重量同時測定装置の外観平面図であり、（a）は上面図、（b）は側面図である。

【0015】

図4に示した従来の示差熱・熱重量同時測定装置と外観上の意匠は少し相違するものの、基本的な各部の配置は類似している。即ち、装置の下部のケーシング103内には、試料及び基準物質の重量を測定する重量測定部3が収容され、その上部に加熱炉1011が収容された加熱炉部101が配置され、その加熱炉部101の後方には該加熱炉部101を上下動させる加熱炉移動部102が配置されている。加熱炉移動部102のさらに後方には、後述の制御部を含む様々な電気回路が収容されている。加熱炉部101の手前側であって重量測定部3のケーシング103上部の凸部は、加熱炉1011の底部と重量測定部3とを接続する金属性の接続部を冷却するためのファンを含む冷却部104となっている。

【0016】

加熱炉1011の内部には2本のディテクタ1012が立設されており、その2本のディテクタ1012の上部にはそれぞれ試料及び基準物質を載せるための載置皿が設けられている。加熱炉移動部102により加熱炉部101が所定位置まで上昇された状態では、2本のディテクタ1012は露出し、その状態で載置皿上に試料及び基準物質の載置が可能となっている。載置皿は例えば白金等の金属製であり、裏面に温度計測用の熱電対が溶接されており、その熱電対の素線はディテクタ1012の内部を案内されて後述する温度測定部に接続されている。冷却部104手前の斜め上に向いた筐体の面には、操作パネル106が配置されている。

【0017】

図1は、本実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置の制御系の概略ブロック構成図である。また図2は、本実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置における測定中の表示の一例の説明図である。

【0018】

図1に示すように、この示差熱・熱重量同時測定装置は、上記加熱炉1011を含む加熱部1、冷却部2、重量測定部3、温度測定部4、データ処理部5、分析制御部6、表示制御部7、入力部8、及び、表示部9、を含む。加熱部1は上記加熱炉1011が備えるヒータ線や該ヒータ線に加熱電流を供給する電流供給部を含む。冷却部2はファンなどを含むほか、例えば液体窒素等を用いた冷却機構を含んでいてもよい。分析制御部6は、ユーザにより入力された測定プログラムを記憶する測定プログラム記憶部61を含む。また

10

20

30

40

50

、入力部 8 及び表示部 9 は上記操作パネル 106 に設けられ、表示部 9 は装置状態表示器 91、LCD 92 を含む。装置状態表示器 91 は、複数（本例では 6 個）の LED を略横一直線状に並べたものであり、その全体の長さは 50mm 以上である。このように複数の LED 素子を並べることで、例えば面発光型 LED 等を用いる場合に比べてコストを抑えるとともにスペースを節約しながら、比較的離れた位置からでも表示が目立つようにすることができる。

【0019】

本実施形態である示差熱・熱重量同時測定装置を用いた測定の際の作業・操作及び装置動作を説明する。

作業者が電源スイッチ（図示せず）で電源オン操作を行うと、装置が起動する。作業者は上述したように試料及び基準物質を加熱炉 1011 内の載置皿上にセットし、適宜の測定プログラムを設定したうえで、測定開始を指示する。

【0020】

測定開始の指示を受けると分析制御部 6 は測定プログラム記憶部 61 から測定プログラムを読み出し、例えば該プログラムに従って加熱部 1 での昇温を開始する。温度測定部 4 は昇温開始時点から、時々刻々と試料（及び基準物質）の温度の測定値をデータ処理部 5 に送る。一方、測定プログラムによっては試料の重量測定を昇温開始時点から開始する場合もあるが、一般的には、図 2 に示すように、所定の初期温度まで試料の温度を上昇させ、その時点から重量測定を開始する。この場合、試料が初期温度に到達するまでの間は測定の準備期間である。この期間中、表示制御部 7 は装置状態表示器 91 を消灯状態に保つ。そして、試料の温度が初期温度に到達した時点から、重量測定部 3 は試料及び基準物質の重量を時々刻々と測定し、その測定値をデータ処理部 5 へ送る。したがって、試料が初期温度に到達した時点が実質的な測定開始時点である。

【0021】

表示制御部 7 は実質的な測定が開始されると、つまりは重量測定が開始されると、装置状態表示器 91 を点滅表示させる。そして、測定プログラムに従った重量測定が終了するまで、装置状態表示器 91 の点滅表示を継続する。測定プログラムに従った重量測定が終了すると、分析制御部 6 は冷却部 2 のファンを動作させ、加熱炉 1011 の温度を室温付近まで下げる。この降温期間中、表示制御部 7 は装置状態表示器 91 を消灯状態に保つ。

【0022】

以上のような動作により、本実施形態の示差熱・熱重量同時測定装置では、試料及び基準物質の重量データが収集されている間にも、装置状態表示器 91 が点滅表示する。上述したように、装置状態表示器 91 は横方向に長い形状であり、且つ、点滅表示は単なる点灯表示に比べて人間の注意を喚起し易い。そのため、本装置から或る程度離れた位置にいる作業であっても、装置状態表示器 91 が点滅表示していることを容易に視認することができる。装置状態表示器 91 が点滅しているときには測定中であることが分かるから、作業者は装置に近付かない、或いは近付く必要がある場合でも設置台等に触れないような細心の注意を払うようにすることができる。それによって、測定中である重量データに外乱の影響が生じることを防止することができる。

【0023】

なお、上記説明では、重量データの測定中にのみ装置状態表示器 91 を点滅表示させるようにしていたが、それ以外の期間にも装置状態表示器 91 を点灯又は点滅表示させてもよい。例えば、加熱炉 1011 は 1500 程度まで加熱され、断熱等が施されてはいるものの、装置の筐体（外装カバー）はかなり高温になる場合がある。そのため、測定中であるか否かに拘わらず、装置が高温状態であるときに、それを作業者に知らせることは重要である。

【0024】

そこで、例えば、温度測定部 4 で測定された温度が所定温度以上である場合、或いは、昇温動作中である場合に、表示制御部 7 は装置状態表示器 91 を点灯表示させたり点滅表示させたりするとよい。測定中である場合には測定中の表示を優先し、測定中以外である

10

20

30

40

50

場合には測定中とは異なる態様で、例えば点灯表示する、測定中とは異なる周期で点滅表示する、測定中とは異なる表示色の点滅表示する、等とすればよい。

【0025】

また、昇温中（測定中以外）、測定中、測定終了後の降温中、などのそれぞれの装置状態に対し装置状態表示器91でどのような態様の表示を行うのかを、ユーザが自由に設定できるようにしてもよい。

【0026】

また、装置状態表示器91で表示するだけでなく、ブザーなどの音による報知を同時に行ってもよい。また、装置状態表示器91は装置の正面側だけでなく、上面、側面など、複数箇所に設け、様々な方向から測定中であることが視認できるようにしてもよい。

10

【0027】

また、装置とは別体で該装置と通信可能であり、装置状態表示器91と同期して動作する表示器ユニットを追加してもよい。これにより、装置を見通すことが難しい場所においても測定中であることを視認することが可能である。

【0028】

また、上記実施形態は示差熱・熱重量同時測定装置であるが、それ以外の熱重量測定装置、熱機械分析装置、示差走査熱量分析装置などの他の熱分析装置にも本発明を適用可能であることは明らかである。

【0029】

さらにまた、上記実施形態は本発明の一例であって、本発明の趣旨の範囲でさらに適宜修正、変更、追加を行っても本願特許請求の範囲に包含されることは明らかである。

20

【0030】

[種々の態様]

上述した例示的な実施形態が以下の態様の具体例であることは、当業者には明らかである。

【0031】

（第1項）本発明に係る熱分析装置の一態様は、内部に試料が収容される加熱炉を含む加熱部と、前記試料の重量を測定する重量測定部と、を具備し、前記加熱部により前記試料を加熱しつつ前記重量測定部により前記試料の重量を測定する熱分析装置であって、

当該装置の外装の正面側に配置された、複数の発光ダイオード素子から成る発光表示器と、

30

予め決められた測定プログラムに従って、前記加熱部による加熱を制御するとともに、所定の期間に前記重量測定部により試料の重量データを取得する分析制御部と、

少なくとも前記重量データを取得している期間中に、前記発光表示器が点滅するように該発光表示器を駆動する表示制御部と、

を備えるものである。

【0032】

第1項に記載の熱分析装置によれば、装置から或る程度離れた位置にいる作業者が測定実行中であることを認識し易く、不用意に装置に近付いて装置自体や装置の設置台に触れてしまうことを防止することができる。その結果、外乱による重量測定の不具合を軽減し、測定のやり直しなどを減らして測定効率を向上させることができる。また、測定に関するリードタイムを短縮することができる。

40

【0033】

（第2項）第1項に記載の熱分析装置において、前記表示制御部は、前記加熱部による昇温時に、又は、前記加熱部の温度が規定の値以上である場合に、前記発光表示器が点滅又は点灯するように該発光表示器を制御してもよい。

【0034】

第2項に記載の熱分析装置によれば、測定実行中以外であっても、装置が高温になっているような場合にそれを作業者に知らせ、作業者が不用意に装置に近づく又は触れることがないようにして安全性を高めることができる。

50

【 0 0 3 5 】

(第3項)第1項又は第2項に記載の熱分析装置において、装置状態と前記発光表示器の発光・消灯状態との関係をユーザに設定させる表示状態設定部、をさらに備えるようにしてもよい。

【 0 0 3 6 】

第3項に記載の熱分析装置によれば、作業者が分かり易いように発光表示器の表示の態様を変更することができる。

【 符号の説明 】

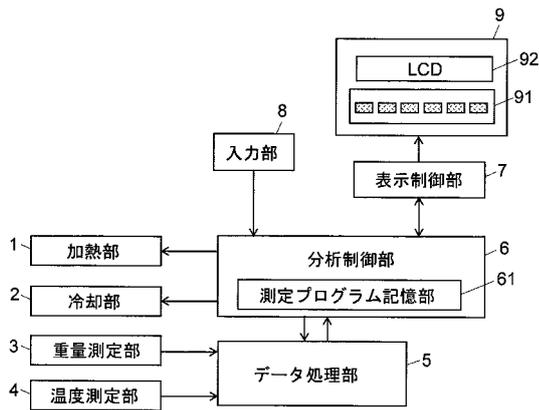
【 0 0 3 7 】

- 1 ... 加熱部
- 2 ... 冷却部
- 3 ... 重量測定部
- 4 ... 温度測定部
- 5 ... データ処理部
- 6 ... 分析制御部
- 6 1 ... 測定プログラム記憶部
- 7 ... 表示制御部
- 8 ... 入力部
- 9 ... 表示部
- 9 1 ... 装置状態表示器

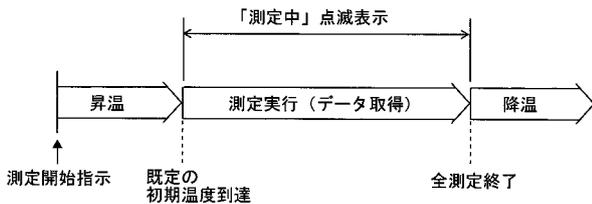
10

20

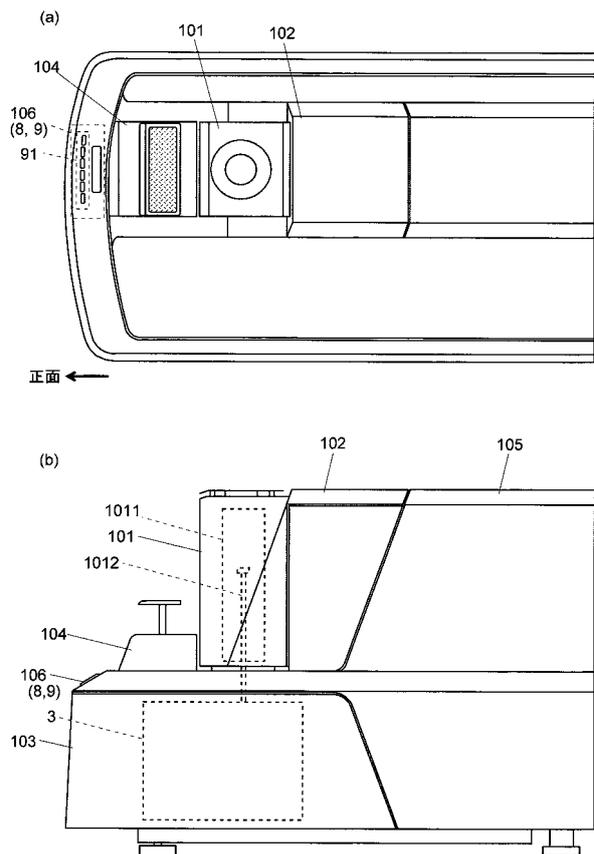
【 図 1 】



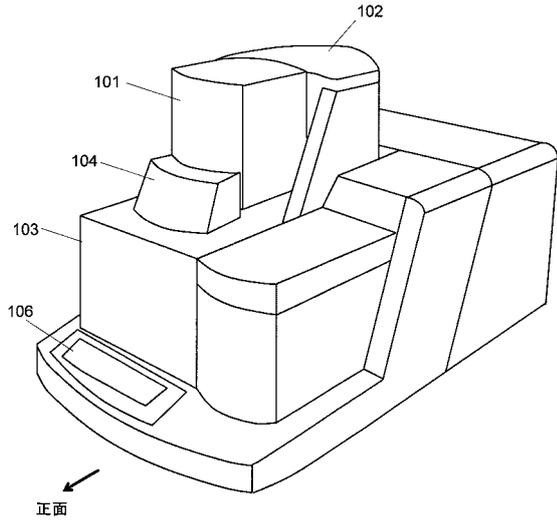
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 西畑 かおり

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

Fターム(参考) 2G040 AB12 BA02 BA25 CA02 CA16 CA22 DA03 DA16 EA02 EA08
EC09 HA01 ZA02