

TMA

Thermomechanical Analyzer



Qシリーズ
スタートアップガイド

改訂 A
2003 年 8 月発行



©2003 by TA Instruments Waters LLC
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720

注意

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、または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、または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 TA オペレーティング ソフトウェアおよびモジュール、データ分析、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、同時に購入した装置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。

商標および特許

この文書に記載された情報には、以下が適用されます。

TA Instruments 商標

Q Series™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Advantage Integrity™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Modulated DSC® および MDSC® は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の登録商標です。

Tzero™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

μ TA® は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の登録商標です。

Smart Swap™ は、TA Instruments Waters LLC (109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Hi-Res™ は、(TA Instruments Waters LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

Mobius Drive™ は、(TA Instruments Waters LLC, 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720) の商標です。

TA Instruments 特許

『モジュレイテッド示差分析 (MDSC®) の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです (米国特許番号 5,224,775、5,248,199、5,346,306、2,966,691)。5,224,775; 5,248,199; 5,346,306. 追加特許番号 CA 2,089,225; JP 2,966,691 および BE、DE、EP、GB、IT、NL 0559362)。

『熱流束型 DSC センサー (Tzero™)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです (米国特許番号 6,431,747)。

(次のページに続く)

TA Instruments 特許(続き)

『モジュレイテッド熱重量測定 (MTGA™) の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,336,741 および 6,113,261)。

『モジュレイテッド熱機械分析』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,007,240)。

『ダイナミック示差分析の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,474,385 および EP 特許番号 0701122)。

『AC 示差熱分析の方法および装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,439,291)。

『物質成分の高分解能分析の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,368,391 および 5,165,792。追加特許番号 CA 2,051,578 および DE、EP、FR、GB、IT 0494492)。

『熱伝導率測定の方法と装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,335,993 および EP 特許番号 0634649)。

『オプティカル エンコーダーとリニアーマーター装備の動的および熱機械測定装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,710,426)。

『熱重量分析装置』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 5,321,719)。

『入力補償型 DSC (Tzero)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,428,203)。

『DSC (Tzero)』は、TA Instruments Waters LLC が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(米国特許番号 6,488,406)。

『物質の粘弾特性測定の方法と装置』は、Rheometric Scientific, Inc. が特許権を有するテクノロジーを説明したものです(TA Instruments - Waters LLC が 2003 年 1 月に取得)(米国特許番号 4,601,195)。

その他の商標

Windows® NT、2000、XP、98、98SE、Me、Microsoft Excel® および Microsoft

Word 97® は、Microsoft Corporation の登録商標です。

Adobe® Acrobat® Reader® は、Adobe Systems Incorporated の登録商標です。

Oracle® および Oracle9i™ は、Oracle Corporation の商標または登録商標です。

TrueMetrix™ および Scanning Tip Technology™ は、ThermoMicroscopes, Inc. の登録商標です。

CHROMEL® および ALUMEL® は、Hoskins Manufacturing Company の登録商標です。

Teflon® は、E. I. du Pont de Nemours and Company の登録商標です。

Loctite® は、Loctite Corporation の登録商標です。

Swagelok® は、Swagelok Company の登録商標です。

Inconel® は、Inco Alloys/Special Metals の登録商標です。

X-acto® は、Hunt Corporation の登録商標です。

TYGON® は、NORTON Co. の登録商標です。

TA Instruments の Q シリーズ モジュールには、Mentor Graphics が著作権を有するエンベデッド オペレーティング システム ソフトウェアが含まれています。

SILICON SOFTWARE

©1989-97 Mentor Graphics Corporation, Microtec Division. All rights reserved. Unpublished rights reserved under the copyright laws of the United States.

制限付き権利条項

複製の使用、米国政府または米国政府の請負業者による開示は、DFARS 227.7202-3(a) に準拠しソフトウェアに同梱されたライセンス契約に規定されている、または FAR 52.227-19 の商業用コンピュータ ソフトウェア制限付き権利条項のサブパラグラフ (c) (1) および (2) で規定されている制限に従うものとします。

MENTOR GRAPHICS CORPORATION, MICROTEC DIVISION,
880 RIDDER PARK DRIVE, SAN JOSE, CA 95131-2440

目次

商標および特許	3
TA Instruments 商標	3
TA Instruments 特許	3
その他の商標	5
目次	6
メモ、注意、および警告	9
法規制への適合	10
安全基準	10
電磁適合性基準	11
安全性	12
装置の記号	12
電気面での安全性	13
サンプルの分解	13
装置の持ち上げ	13
液体窒素の取り扱い	14
熱に対する安全性	15
装置のクリーニング	15
第1章:TMAの概要	17
概要	17
TMA システム コンポーネント	18
標準アクセサリ	19
低温での操作	20
TMA タッチスクリーン	21
主要機能キー	22
TMA Control Menu (制御メニュー) キー	23
Display Menu (表示メニュー) キー	25
オプションおよびアクセサリ	26
プローブ	26
電気冷凍機(MCA)	26
装置の仕様	27
TMA 装置の特徴	27

第2章:TMAの取り付け 29

TMAの解梱/再梱包 29

装置の取り付け 30

システムの検査 30

場所の選択 31

電圧構成ユニット 32

ケーブルおよびラインの接続 34

ポート 35

ページライン 37

冷却ガスラインの接続 38

ステージの取り付け 39

膨張プローブと針入プローブの取り付け 41

プローブの取り付け 41

プローブの取り外し 41

イーサネットハブのセットアップ 42

装置のハブへの接続 42

コントローラのハブへの接続 43

LANにコントローラを接続する 43

電源スイッチ 44

電源ケーブル 44

TMAの起動 45

TMAのシャットダウン 46

第3章:使用、メンテナンス、および診断 47

TMAの使用 47

始める前に 47

TMAの較正 48

荷重の較正 48

プローブの較正 48

温度の較正 49

較正時期: 49

セル定数 50

TMA試験の実行 51

プローブの選択 51

自動測定システムのゼロ設定 53

サンプル取り扱いのためのガイドライン 53

サンプルの準備 53

サンプルのロード	53
試験の開始	55
試験の停止	55
装置のメンテナンス	56
タッチスクリーンのクリーニング	56
プローブ アセンブリのクリーニング	57
ステージのクリーニング	58
残留物が少量の場合:	58
徹底したクリーニングには:	58
熱電対のクリーニング	59
部品交換	60
熱電対の交換	60
既存の熱電対の取り外し	60
新しい熱電対の取り付け	61
ヒューズの交換	62
TMA ヒューズの交換	62
交換用部品	63
オプションのアクセサリ キット	63
TA Instruments 所在地	65
索引	69

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

カナダ:

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

ヨーロッパ経済地域: (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 日付け理事会指令 73/23/EEC に基づく)

EN61010-1: 測定、制御、および実験用電気機器の 1993 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:

UL3101-1 実験用電気機器、第 1 部: 一般基準

IEC 1010-2-010: 物質加熱用実験機器の 1992 年特定基準 + 修正

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 2064: 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(1997 年)

カナダ:

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

ヨーロッパ経済地域:(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
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、最低基準(表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



注意: 本マニュアルで指定された以外の方法で機器を使用すると、機器に備わる保護機能に支障を来す可能性があります。

装置の記号

TMA 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熱い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 <i>前</i> 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 120/240 Vac を超える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。

装置のこのような部品を取り扱う場合には、警告ラベルに注意を払って必要な予防措置を取るようにしてください。『TMA スタートアップガイド』には、安全上、遵守する必要のある注意および警告が説明されています。

電気面での安全性

メンテナンスまたは修理作業を行う前に機器のプラグを抜くようにしてください。システムには 120/240 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。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。



警告: 湿度の高い状態で輸送または保管した場合、本装置は表示された安全基準の要件の一部を満たせなくなることがあります。27 ページの注意を参照し、使用前に装置を乾燥させてください。

サンプルの分解

TMA ではサンプルを 1000°C まで加熱することができます。多くのサンプルは加熱によって分解し、場合によっては有害な副生成物が発生します。



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。

有害物質の放出および TMA の汚染を防ぐため、サンプルを分解温度以上に加熱しないでください。

装置の持ち上げ

TMA 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: 装置を移動する場合は、たとえ移動距離が短くても、電熱炉を閉じてください。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。

液体窒素の取り扱い

TMA は、低温試験での冷却用に低温剤である液体窒素を使用します。液体窒素は非常に低温 [-195°C (-319°F)] のため、凍傷を引き起こします。液体窒素を扱うときは、以下の予防措置を取ってください。



液体窒素は常温で放置すると、急速に気化します。空気中の酸素の変位が行われないように、液体窒素を使用する場所が十分に換気されていることを確認してください。

1. 安全メガネや顔の防具、簡単に着脱できる大き目の手袋、およびゴム製のエプロンを着用してください。安全保護に万全を期すため、深目の頑丈な靴を着用し、ズボンの裾は靴の外側に出しておいてください。
2. 装置への熱衝撃を防ぐため、液体はゆっくり注いでください。低温に強い容器を使用してください。圧力を緩和できるように、閉じた容器に通気穴があることを確認してください。
3. 液体窒素は空気にさらすと純度が下がります。容器内の液体を長時間大気にさらした場合は、酸素含有量が高くなると危険であるため、どのような目的であれ、使用する前に残りの液体を分析するようにしてください。



警告： 窒息の危険性

液体窒素は、何の兆候もなく急に呼吸困難を引き起こす可能性があります警告：

十分な換気ができる場所で保管、使用してください。

十分に換気されていない限り、液体窒素がある密閉された場所には立ち入らないでください。

上記警告は、液体窒素の使用に際しても適用されます。液体窒素使用時には、酸素センサーの使用が効果的です。

熱に対する安全性

試験中、電熱炉およびサンプルは、非常に高温または低温になるため、触ると火傷を負う危険性があります。



警告：手で電熱炉を動かしたり、電熱炉の内部に手を入れたりしないでください。高温のために火傷を引き起こす場合があります。

装置のクリーニング

TMA 装置のクリーニングとメンテナンスの推奨手順は、第 3 章を参照してください。



注意：TA Instruments が推薦する方法以外でクリーニングや汚染除去を行う場合は、事前に、機器に損傷をきたさない推奨方法を TA Instruments に問い合わせてください。

第 1 章

TMA の概要

概 要

熱機械測定装置(TMA)は、さまざまな物質の物理特性を測定する装置です。

TMA 装置はコントローラおよび熱分析システムを構成する関連ソフトウェアと連動するようになっています。

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ーフェースとしての機能。
- 試験の設定および定数の入力を可能にする。
- 試験データを格納する
- データ分析プログラムを実行する

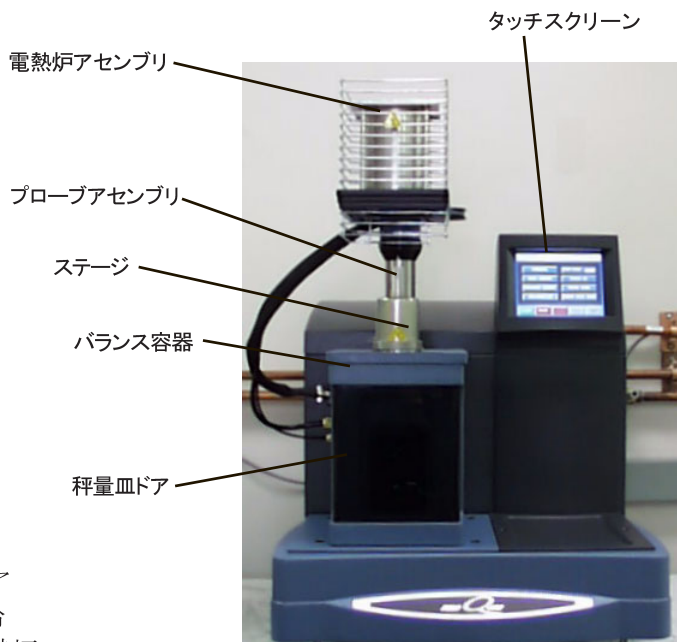


メモ: 技術面での参照情報、操作理論、その他の TMA 関連情報および本マニュアルに記載されていない情報に関しては、インストルメントコントロールソフトウェアのオンライン ヘルプを参照してください。

TMA システムコンポーネント

TMA は、以下のコンポーネントで構成されています(下図参照)。

- TMA バランス機構を取り囲む**バランス容器**。これは、特定の力をサンプルに加えるものです。
- さまざまな測定方法やサンプル物質に合わせて交換可能な**プローブアセンブリ**。
- 測定中にサンプルを支える、交換可能な**ステージ**。
- ステージを囲んでサンプルを加熱する **電熱炉アセンブリ**には、冷却コンテナ、電熱炉モニター熱電対、サンプル パージガス ラインが含まれます。
- 秤量皿ドアの後ろにあり、サンプルに既知の追加荷重をかける**秤量皿**。
- サンプルの温度を感知する CHROMEL/ALUMEL **サンプル熱電対**。



TA Instruments により開発された TMA には、以下の特徴があります。

- 温度範囲 $-150^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$ 、加熱速度最大 $200^{\circ}\text{C}/\text{分}$ で動作。
- 温度、荷重、雰囲気、時間の 4 つの試験条件によって生じるサンプル特性の変化を測定。
- 固体、フィルム、ファイバー、粉末をサンプルとして使用可能。
- 交換可能なプローブにより、融解点、軟化点、引張モジュラス、圧縮モジュラス、ガラス転移、応力緩和、クリープ、膨張係数を測定可能。
- 装置と併用してオプションのアクセサリーを使用することで、パラレル プレートレオメトリ、ファイバー テンション、収縮力、曲げ、膨張も測定可能。

標準アクセサリー

TMA に付属のアクセサリー キットにはウェイト、サンプルホルダー (ステージ)、六角レンチ、ピンセット、較正用サンプル、標準プローブが含まれています。

標準プローブを使用すれば、各種の基本的分析を行えます。標準プローブは以下の通りです。

- 熱膨張係数とガラス転移を測定する **膨張プローブ**。通常のサンプルには標準膨張プローブを使用します。マクロ膨張プローブを使用すれば、サンプル表面のより広い範囲を測定できるため、粉末、表面が平らでない物質、凍結した液体、フィルムなどのサンプルで、より正確な読み取りができます。
- 加熱しながら、物質の中に小さな先端を刺し、軟化点や融解点を測定する **針入プローブ**。
- オプションのプローブもあります。26 ページを参照してください。

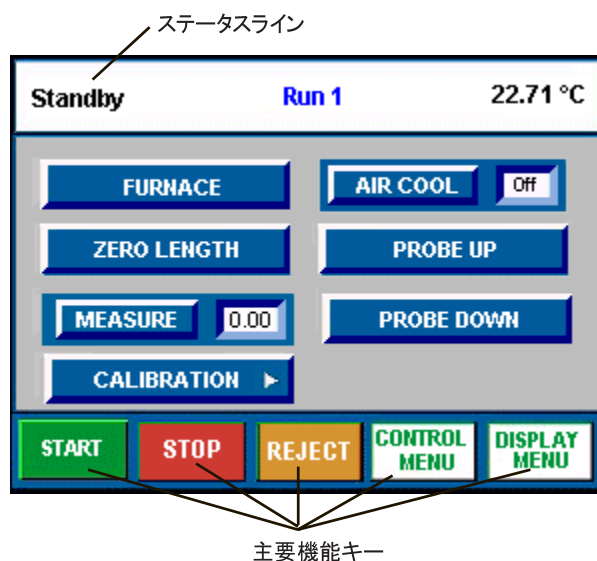
低温での操作

TMA では、貯蔵槽に入った液体窒素などの冷却剤を使用して冷却サンプルに対しても試験を行えます。さらに、電気冷凍機も使用可能です。26 ページを参照してください。

TMA タッチスクリーン

TMA Q400 装置には、ローカル制御ができるように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、タッチスクリーンディスプレイに表示されるキーの機能について簡単に説明します。

ディスプレイの上部(右の図を参照)のステータスラインには、現在の装置のステータス、現在のラン番号、および温度が表示されます。





画面の下部には、主な装置機能に使用する5つのキー セットがあります。これらのキーはどのメニューを選択しても使用可能です。主な機能キーの説明は、次のセクションを参照してください。

メモ:試験情報および装置定数は、装置のタッチスクリーンではなく、コントローラ キーボードから入力します。

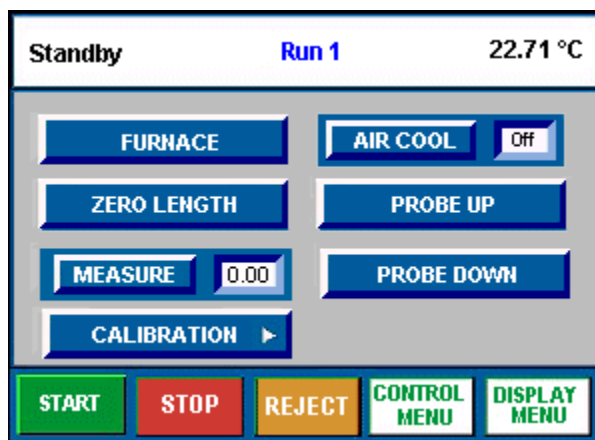
主要機能キー





タッチスクリーン下部にあるこれらのキーは、装置の基本機能の実行および2つのメイン画面にアクセスする場合に使用します。詳細は、下の表を参照してください。

キー名	説明
	試験を開始します。これは、インスツルメントコントロールソフトウェアの [開始] と同じ機能です。
	<p>試験の実行中、このキーを使用すると測定は停止します。そしてそれまで測定されたデータは保存されます。これは、インスツルメントコントロールソフトウェアの [停止] と同じ機能です。</p> <p>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、[Stop/停止] 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。</p>
	試験実行中、[REJECT/拒否] で測定は中止します。そしてそれまで測定されたデータは破棄されます。ただし、生成されたデータは破棄されません。これは、インスツルメントコントロールソフトウェアの [拒否] と同じ機能です。
	[Control Menu/制御メニュー] のタッチスクリーンキーが表示されます。これらのキーは特定の装置アクションの制御に使用します。
	目的の表示オプションの選択に使用する、[Display Menu/表示メニュー] 画面にアクセスします。




TMA Control Menu (制御メニュー) キー

Control Menu/制御メニューには、タッチスクリーン下部の [Control Menu/制御メニュー] キーに触れてアクセスします。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。使用可能キーは、選択したクーラーおよび取り付けけたアクセサリによって異なります。



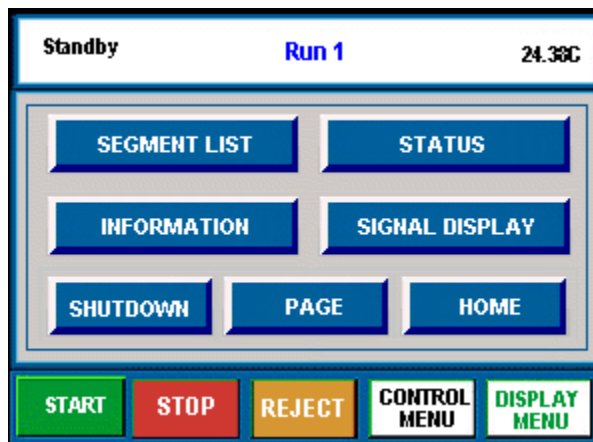
キー名	説明
	キーを押した時点の電熱炉の状態に応じて炉の上下動を切り替えます。
	自動測定システムを初期化します。この操作は、サンプルのロードおよびプローブまたはステージの変更前に実行してください。
	サンプルの長さを自動的に測定するには、ランの開始前にこのキーを使用します。測定された長さはインストルメントコントロールソフトウェアに転送され、値が [サンプル サイズ] フィールドに記録されます。
	[プローブの較正] または [荷重の較正] のどちらかを選択できる、較正タッチスクリーンに進むときに使用します。画面に表示される指示に従って較正を行います。

(続く)

キー名	説明
	<p>空冷機能のオンとオフを切り替えます。これは、インストルメントコントロールソフトウェアの [空冷] と同じ機能です。</p>
	<p>プローブを「開く」ときに使用します。1 度押すとプローブが 3 mm (LVDT の範囲分) 上昇します。もう 1 度押すとモーターが作動して、プローブと LVDT コイルが最高点まで上昇します。</p> <p>プローブの下降中に [プローブ アップ] を押すと、プローブは停止して上昇します。</p>
	<p>プローブを「閉じる」ときに使用します。1 度押すとプローブが 3 mm (LVDT の範囲分) 下降します。もう 1 度押すとモーターが作動して LVDT コイルが中央に寄ります。</p> <p>プローブの上昇中に [プローブ ダウン] を押すと、プローブは停止して下降します。</p>

Display Menu (表示メニュー) キー

Display Menu/表示メニューには、タッチスクリーンの下部にある [Display Menu/表示メニュー] キーに触れてアクセスします。図に示したメニューが表示されます。下の表は各キー機能を簡単に説明したものです。



キー名	説明
SEGMENT LIST	現在使用中の試験手順にアクセスし、アクティブなセグメントを強調表示します。
STATUS	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。
INFORMATION	ソフトウェアバージョン、オプション、および IP(インターネットプロトコル) アドレスなどの装置情報が表示されます。
SIGNAL DISPLAY	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。ここに表示される信号は、インスツルメントコントロールソフトウェアを介してカスタマイズされます。
SHUTDOWN	装置を正常にシャットダウンしてから、電源を切ってください。
PAGE	装置に接続されたコントローラがビープ音を鳴らします。
HOME	最初のウィンドウに戻ります。

オプションおよびアクセサリー

TA Instruments では、TMA と併用する複数のオプション プローブおよび冷却アクセサリーを用意しています。次にそれぞれの簡単な説明をします。詳細は、オンラインマニュアルを参照してください。

プローブ

- **フィルム/ファイバー プローブ**: TMA フィルム/ファイバー アクセサリーを使用すると、ファイバーまたはフィルムの物理特性を荷重、温度または時間の関数として測定できます。
- **フレキシチャー アクセサリー**: フレキシチャー アクセサリーを使用すれば、3 点曲げ分析により合成物、プラスチック、PC ボードなどさまざまな物質の柔軟性や強度を測定できます。刃のついたプローブと、2 本の刃が 5.08 mm (0.2 インチ) 間隔で付いているサンプル プラットフォームを使用します。このアクセサリーを使用すると、荷重下での偏向温度の判断を行えます。
- **体膨張アクセサリー**: 体膨張アクセサリー キットを使用すれば、体積の膨張係数が分かります。
- **パラレル プレート レオメーター アクセサリー**: パラレル プレート レオメーター アクセサリーを使用すれば、 $10^{-1} \sim 10^7$ Pa-sec (1 ~ 10^6 ポアズ) の範囲で、低せん断速度における物質の粘性-温度または粘性-時間に関するデータが得られます。
- **球状 プローブ**: 球状プローブを標準のクォーツ ステージと併用することで、物質の軟化点のデータが得られます。球状プローブは標準膨張プローブや針入プローブと同じ手順で取り付け、操作、較正を行います。

電気冷凍機(MCA)

電気冷凍機は、液体窒素やドライアイスの必要性をなくし、TMA に継続的な冷却源を提供するようになっています。ポータブルでフリースタンドの電気冷凍システムで、実験台の下に置いて場所の節約もできます。MCA では 2 段階の圧縮システムを採用し、縦列方式 (先に 1 つのコンプレッサーが動作を開始し、次に 2 つ目が作動) で動作します。冷媒は、装置ユニットからクーリング ヘッドまで、断熱された同軸のホースを通して送られます。

装置の仕様

以下のページの表は、TMA の技術仕様を示したものです。

TMA 装置の特徴

外寸	奥行き 55.9 cm (22 インチ) 幅 45.5 cm (18 インチ) 高さ 64.8 cm (16 インチ) 電熱炉を開いた状態 電熱炉を閉じた状態
重量 変圧器を含む重量	31.4 kg (69 ポンド) 39.5 kg (87 ポンド)
電源	120 Vac、47-63 Hz、1.44 kVA 標準 230 Vac、47-63 Hz、1.44 kVA ステップダウン式変圧器で構成した場合
アクセサリ用コンセント	電源:それぞれ 120 V、47.63 Hz、400 VA (TA 製アクセサリのみ使用可)
作動環境 条件	温度:15 ~ 30°C 相対湿度:5 ~ 80 % (結露のないこと) 取り付けカテゴリ II 汚染度 2 最高高度:2000 m
温度範囲	-150 ~ 1000°C
サンプルの高さ フィルム/ファイバーのサンプルの厚み	25 mm (1 インチ)最大 最大 0.5 mm

(続く)

サンプルの直径	10 mm (0.39 インチ)最大
感度	15 ナノメートル
変位範囲	± 2.5 mm (± 0.10 インチ)
線捲性	± 0.5 %
荷重	0.001 ~ 1.0 N (102 g)
パージガス	以下について較正済み: 空気、アルゴン、ヘリウム、窒素、または酸素
通常のパージ流量	100 ml/min (-100°C 以上)または 200 ml/min (-150°C 以上)
プログラムされた加熱速度	0.01 ~ $200^{\circ}\text{C}/\text{分}$
温度再現性	$\pm 2^{\circ}\text{C}$

第 2 章

TMA の取り付け

TMA 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インストール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、合板、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、すべて保管しておかれるとよいかもしれません。



警告: 本ユニットを解梱する場合は、ヘルプを参考にして
ください。一人で処理しないようにしてください。

装置の取り付け

TMA 装置が正しく設置されたときにすぐ操作できるよう、出荷前に電氣的、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。取り付ける場合は、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
- TA Instruments コントローラへ TMA を接続する
- ケーブルおよびガス ラインを接続する
- 230 Vac 電源用電圧構成ユニットを取り付ける(必要な場合)

装置を受け取ったら、TA Instruments サービス担当者に連絡を取り、TMA の取り付け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

TMA 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 に直ちに通知してください。
- 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。

TA Instruments の電話番号リストは、このマニュアルの裏面をご覧ください。

場所の選択

TMA の感度を保つため、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。TMA は次のような場所に設置します。

場所: ... 温度制御が行われている
... クリーンで振動のない環境
... 十分な作業スペースと換気スペースがある

設置面: ... 安定した作業面

メモ: TMA を安定した、振動のない面に置くことは、装置の測定性能上、非常に重要です。

条件: ... 電源コンセント(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
... 適切なレギュレータを用いた、ラボ圧縮空気およびパージガスの供給源



注意: TMA を正常に作動させるためには、水分や油分を含まない清浄な空気を供給する必要があります。

回避すべき

条件: ... 引火性の高い物質
... 埃っぽい環境
... 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



注意: 湿気が多い状態にさらされた場合は、測定装置を乾燥させる必要があります。本装置に用いられているセラミック材が湿気を吸収し、漏れ電流が適用規格に明記された値を超えることがありますので、湿気を除去してください。装置のアースと設備のアースを適切に接続し、安全な操作ができるようにすることが重要です。

TMA の乾燥は次のような方法で行ってください。

1. 10°C/分で 400°C まで昇温します。
2. 30 分間等温にします。

電圧構成ユニット

120 Vac または 230 Vac を使用する場合には、電圧構成ユニット/安全用遮断ユニットが必要になります。このユニットは装置とは別のコンテナで輸送されています。ユニットを入手したら、次の手順で電源制御ユニット(PCU)に取り付けます。



警告： ラベルに記載されているように、この装置には高電圧がかかります。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。13 ページの警告を参照してください。

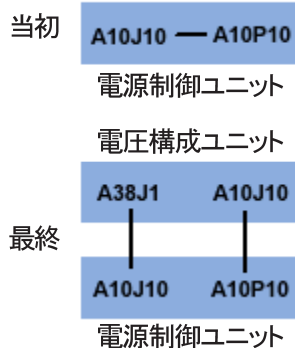


警告： 電気炉アセンブリから危険な漏洩電流を防止するため、電圧構成ユニット/安全用遮断ユニットの使用が必要です。

1. PCU 中にある A10P10 から A10J10 コネクタの接続を解除します。電圧構成ユニットにある A10J10 コネクタを PCU 中にある A10P10 に接続します。
2. 230 Vac ユニットの¹場合:PCU 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。下の図を参照してください。

120 Vac ユニットの²場合:PCU 中にある A10J10 を、耐サージサブアセンブリの A10P10 に接続します。下の図を参照してください。

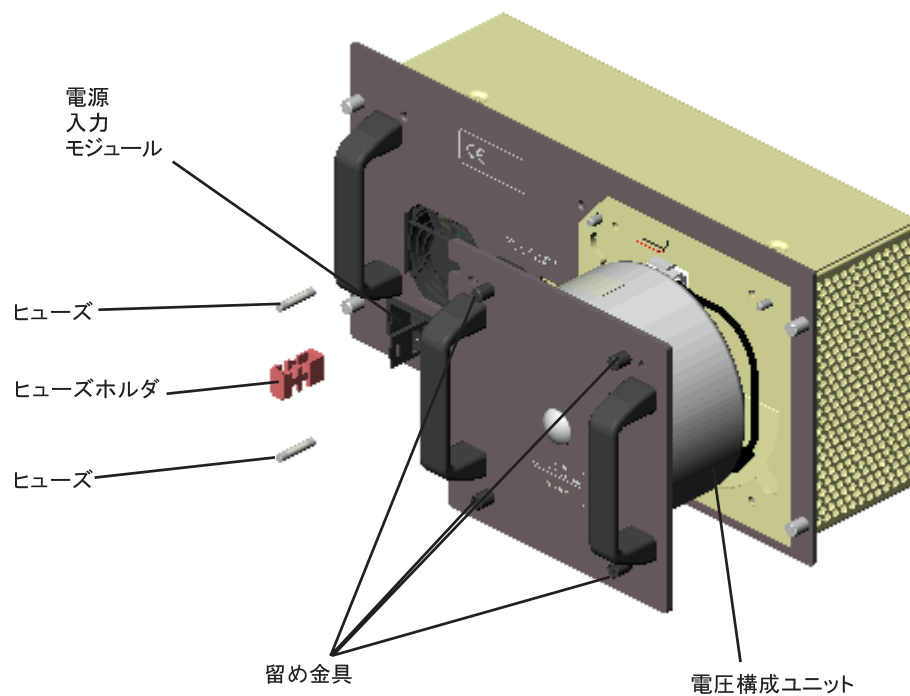
230 Vac



120 Vac



3. サブアセンブリを PCU に取り付けて、4 本の留め金具を締めてしっかりと固定します。
4. 230 Vac の場合のみ:電源入力モジュールからヒューズ ホルダを取り外し、中の 10 アンペア ヒューズを、電圧構成キットに入っている 6.3 アンペア ヒューズに交換します。10 amp ヒューズは破棄します。下の図を参照してください。



ヒューズの交換 (230Vac のみ)

ケーブルおよびラインの接続

ケーブルとガスラインを接続するには、TMA 装置の後方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。

メモ: 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のケーブルの蝶ネジを締めます。



注意: 電源コードを入れたり抜いたりする場合は、必ずコードではなくプラグで行ってください。



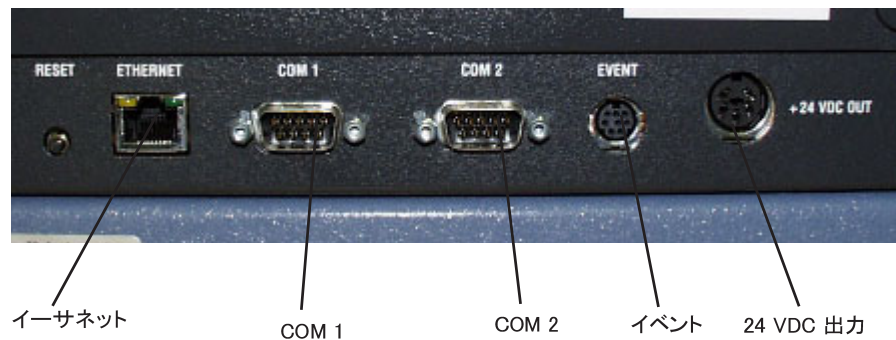
警告: 電源ケーブルパスと通信ケーブルパスを保護してください。つまり危険性がありますので、ケーブルを通路に配置しないようにしてください。



警告: 電源スイッチの切断や電源コードの取り外しが困難な位置に、装置を設置しないでください。

ポート

TMA 装置の裏面には、9 つの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。

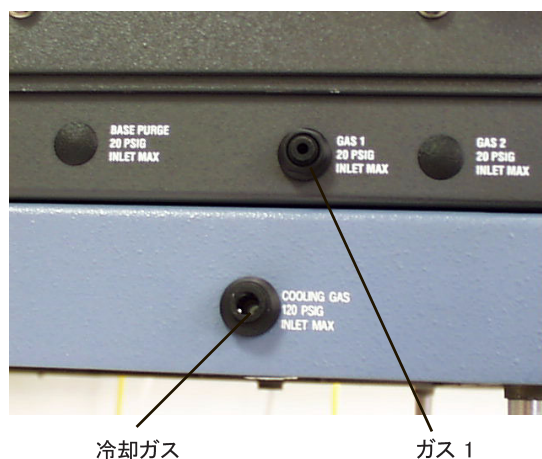


TMA の左裏面にある 5 つのポート

ポート	機 能
イーサネット	通信機能を提供します。
Com 1	診断用ポート(工場でのみ使用)
Com 2	アクセサリ用ポート。
イベント	次の機能を果たします。外部同期用の汎用リレー接点の密封、または汎用入力 4-24 Vdc。このポートは通常の操作では使用されません。
24 VDC 出力	このポートは TMA との接続には使用しません。

(続く)

ポート	機 能
ベースパージ	このポートは TMA との接続には使用しません。
ガス 1	マスフロー コントローラによって制御されるガスの入口。サンプルのパージガスに使用します。
ガス 2	このポートは TMA との接続には使用しません。
冷却ガス	電熱炉に冷却用空気(ゲージ圧 830 kPa [120 psig] 最大圧力)を供給します。



冷却ガス

ガス 1

TMA Q400 背面のポート

パージライン

パージガスをシステムに接続すると、試験中のサンプル雰囲気を制御できます。TMA にはマスフロー 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。この説明に従ってパージラインを接続します。下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。腐食性ガスを使用すると、装置の寿命が短くなります。

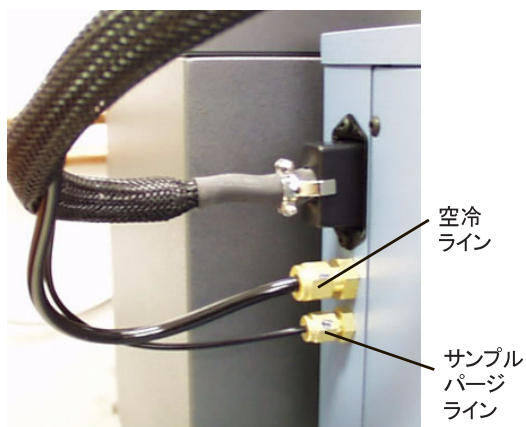


警告: TMA に、パージガスとして爆発性ガスを使用することは危険です。使用しないで下さい。推奨ガスのリストは、第1章を参照してください。

1. ガス1ポートの位置を確認します。このポートは、サンプル領域のパージに使用します。
2. 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。Teflon PTFE 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キットに含まれています。パージガス流量は、インストルメントコントロールソフトウェアで設定されたマスフロー コントローラによって調整されます。



ガス 1 使用しないポート



ガス1ポートから装置に流入したパージガスは装置内部を通って、左図に示されたサンプルパージラインへ導かれます。

3. パージガスソースの圧力をゲージ圧 100 ~ 140 kPa(15 ~ 20 psig)の間で調整するようにしてください。

冷却ガスラインの接続

空冷は、TMA 電熱炉を室温まで冷却するために使用されます。

空冷用の冷却ガスラインを取り付けるには次の手順に従ってください。

1. 冷却ガス継手の位置を確認してください。TMA キャビネット後部右側の 1/4 インチ Legris 継手で、ゲージ圧 830 kPa (120 psig) の最大圧力警告ラベル(右の図を参照)が付いています。
2. 圧縮空気供給源が乾燥していること、フィルタリングが行われていること、圧力がゲージ圧 170 ~ 830 kPa(25 ~ 120 psig)の間に調整されていることを確認してください。
3. 圧縮空気ラインを冷却ガス継手に接続します。

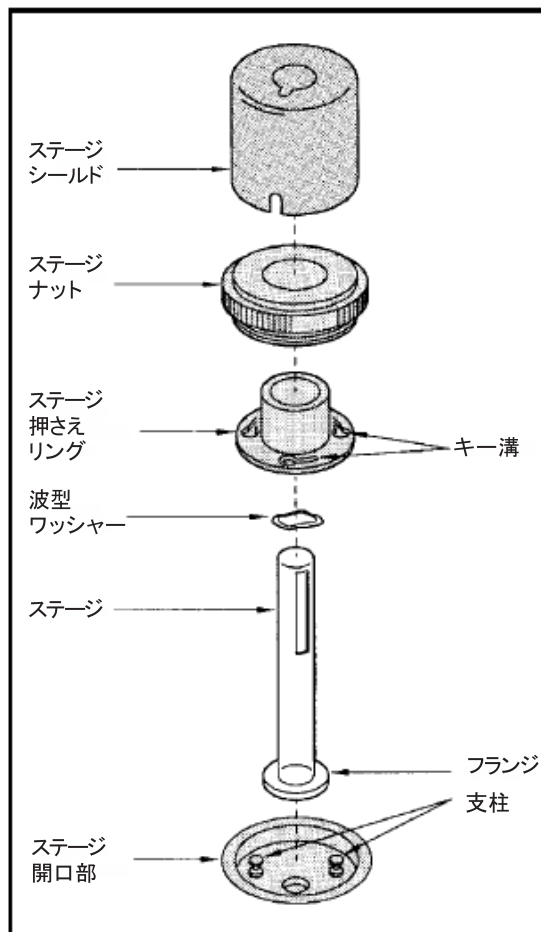


冷却ガス継手

ステージの取り付け

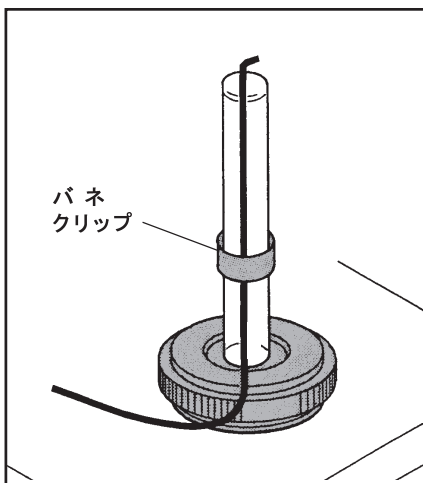
TMA にステージを取り付ける
とき、まず電熱炉が上昇位置
で、脇に離れていることを確認
してください。次に、以下の手
順に従ってください(右図の部
品イラストを参照)。

1. ステージシールドを垂直
に上へ持ち上げて取り外
します。
2. 大きなステージナットを反
時計方向に緩めて取り外
します。
3. ステージ押さえリング(溝付
き)を反時計方向に回し、
3本の支柱から外しなが
ら持ち上げます。
4. ステージをアクセサリ
キットから取り外します。
5. 波型ワッシャー(周囲が波
状のワッシャー)をステ
ージの上部から入れて、下
方向へスライドして降ろ
し、フランジに装着しま
す。
6. ステージ押さえリングをス
テージの上部から入れ
て、下方向へスライドして降ろし、波型ワッシャー上に装着します。
7. 全てのアセンブリ(ステージ、波型ワッシャー、押さえリング)をステージ開口部へ
挿入し、押さえリングの溝と支柱の位置を合わせます。
8. 押さえリングを下に押し付けながら時計方向にまわし、アセンブリを正しい位置に
固定します。
9. 大きなステージナットを元の位置に戻し、時計方向に回して取り付けます。

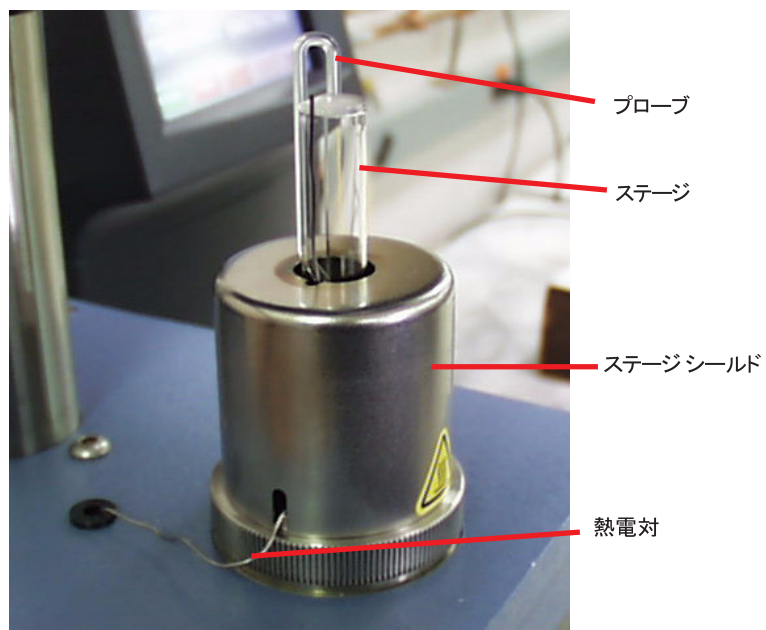


10. 以下のように、ステージに熱電対を取り付けます。

- a. 熱電対の先端を 90° に曲げ、曲げた先端はステージ上面ブラットフォームと平行にします。サンプルに接近させますが、接触しないように注意してください。
- b. ステージアセンブリに熱電対を固定します。位置がずれないように熱電対をバネクリップで留めます(右図参照)。



11. ステージにステージシールドをかぶせて取り付けます。このとき、熱電対が通過する位置とステージシールド下部の溝位置を合わせてください(下図参照)。



12. 次のセクションで解説しているように、プローブの 1 つを取り付けます。(プローブの選択にあたっては、第 3 章のガイドラインを参照してください。)

13. 電熱炉をステージ上に、回しながら取り付けます。

膨張プローブと針入プローブの取り付け

TMA を受け取り次第、プローブを取り付ける必要があります。後で異なるサンプルが必要となった場合は、試験に適切なプローブを取り付けることができます。(プローブの選択についての詳細は、第 3 章を参照してください。)以下では、膨張、マクロ膨張、針入、フレキシチャー、体膨張、球状といった各プローブの取り付けおよび取り外しの手順を説明します。

プローブの取り付け

1. 電熱炉を上げ、時計方向に回して横へ移動します。
2. プローブのコアの先端をTMA ステージ側面の開口部へ慎重に挿入します。
3. プローブ ロッキングレバーを反時計方向に回して緩めます。プローブ ロッキングレバーはつまみの付いた支柱で、秤量皿ドアの後ろにあります。プローブ ロッキングレバーを上側位置で固定し、プローブがロック装置に着座するまで、プローブをステージの中へ降ろしていきます。
4. 時計方向に回してプローブ ロッキングレバーを締めます。
5. インストルメントコントロールソフトウェアのオンライン ヘルプに従って、新たに取り付けしたプローブを較正してください。

プローブの取り外し

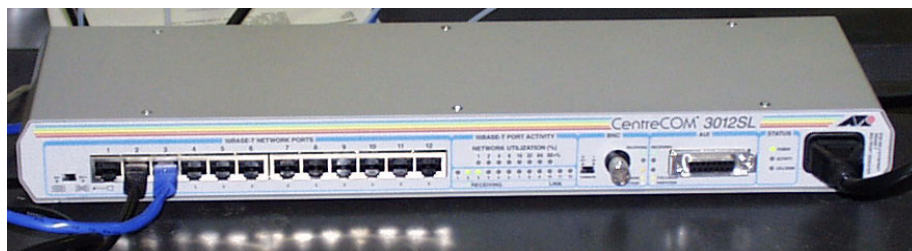
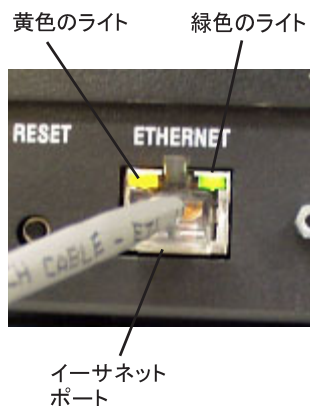
1. 電熱炉を上げ、時計方向に回して横へ移動します。
2. 片方の手でプローブの上端を持ちます。反対の手で、秤量皿を覆っているドアの後ろにあるプローブ ロッキングレバーを握ります。
3. ロッキングレバーを約 1 回転反時計方向に回して緩めます。
4. プローブを徐々に持ち上げ、取り外しやすく少しねじり、ステージ開口部から取り外します。

イーサネットハブのセットアップ

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 ハブに接続します。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。

装置のハブへの接続

1. 装置の左裏面にあるイーサネット ポートを探します(右の図を参照)。
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 ハブ上のネットワーク ポートの 1 つに接続します(下の図を参照)。



イーサネット ハブ

4. LED インジケータで、イーサネット通信の接続ステータスをチェックします。すべての装置には、裏面のイーサネット ポートに LED インジケータがありますが、装置の構成によってはアクティブでない場合があります。LED インジケータは、次のいずれかの場所にある場合にアクティブになります。(1) 装置の裏面のイーサネット ポート(上記参照)、または(2) キャビネットの右側の通気口から見える PC/104 イーサネット カード上のキャビネット内。LED ステータスは次のとおりです。

イーサネット ポート: 緑一色 - リンク可能、点滅する黄色 - コンピュータトラフィック

キャビネット内: 緑一色 - リンク可能、点滅する赤 - コンピュータトラフィック

5. 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 ハブに接続します。

コントローラのハブへの接続

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ハブ上のネットワーク 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。コンピュータとハブ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。

LAN にコントローラを接続する

コントローラをLAN に接続する前に、コンピュータにネットワーク インターフェース カードを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。

電源スイッチ

電源スイッチは装置の後ろにあります。電源入力モジュールというアセンブリの一部で、電源ケーブル接続とヒューズも含まれます。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。



電源入力モジュール

リセット ボタン

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という<HAR> マークの付いた(統一)電源ケーブルが必要です。

次のように電源ケーブルを取り付けます。

1. TMA POWER スイッチが [Off] 位置にあることを確認します。
2. 電源ケーブルを TMA 電源入力モジュールに差し込みます。



注意: TMA 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。電圧構成ユニットパネルのラベルをチェックし、電圧を確認してください。

3. 電源ケーブルを壁コンセントに差し込みます。

TMA の起動

1. TMA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。

正しく起動すると、TA Instruments のロゴがタッチスクリーン上に表示され、装置の準備が整ったことを示します。

メモ: 少なくとも 30 分間は TMA をウォームアップさせてから、試験を実施するようにしてください。

TMA のシャットダウン

装置をシャットダウンする前に、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、TMA 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、装置で試験が終了し他のタスクに熱分析システムを使用する場合は、装置の電源をオンにしたままにしてください。

正常に装置をシャットダウンするには、[インストルメントコントロール]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[Display Menu/表示メニュー]タッチスクリーンの[SHUTDOWN/シャットダウン]キーに触れます。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](インストルメント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画面に保存する間、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、電源スイッチを[OFF]位置に設定します。

第 3 章

使用、メンテナンス、および診断

TMA の使用方法

すべての TMA 実験は一般的に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。手順のほとんどはインスツルメント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インスツルメントコントロール プログラムのオンライン ヘルプにあるため、ここではすべての詳細は説明しません。

- 装置の校正
- プローブの選択、校正、およびゼロ設定
- TA インスツルメント コントロール ソフトウェアを使用した、モード(標準または校正)の選択
- サンプルの準備とロード
- 熱伝対の位置を調整し、電熱炉を閉じる
- TA インスツルメント コントロール ソフトウェアによる、試験手順の作成または選択、およびサンプルおよび装置情報の入力
- パージガス流量の設定
- 低温測定のため、電熱炉貯蔵槽へ冷却剤を追加(必要な場合)
- 試験の開始

正確な結果を得るには、注意して次の手順に従ってください。

始める前に

試験のセットアップをする前に、TMA 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。

- TMA からコンピュータへの必要なすべてのケーブル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
- ユニットの電源がオンになっていること
- 必要なすべてのアクセサリが接続されていること
- 装置がコントローラに接続されていること
- コントローラ操作に精通していること
- TMA の校正が行われていること(必要な場合)

TMA 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 TMA の較正を行ってください。それ以後は、TMA での最高レベルの性能を維持するため、定期的な較正が必要です。それぞれの較正の概要について説明します。較正の実施方法の詳細は、インスツルメント コントロール ソフトウェアからアクセスできるオンライン ヘルプ マニュアルを参照してください。

荷重の較正

荷重の較正では、3 種類の分銅(0、50、100 グラム)を使用して、試験中にプローブによってサンプルに加えられる力を較正します。装置はどの種類のプローブも使用できます。最初の較正ポイントは 0 グラムです。推奨ウェイトは 50g と 100g ですが、必要に応じてそれ以外のウェイト(最大 100g まで)も使用できます。たとえば、後続の実験で、低い荷重のみを使う場合は、10g で荷重の較正を行うことができます。

この較正は定期的に行ってください(1 ヶ月に 1 回程度)。較正は、TA インスツルメント コントロール プログラムや装置のタッチパネルで実行できます。

メモ: 荷重の較正はプローブ較正の機能も実行します(次のセクションを参照してください)。したがって、荷重の較正後すぐにプローブ較正を行う必要はありません。

プローブの較正

この手順は初期化と呼ばれることもあり、ゼロ荷重較正、LVDT 較正、およびプローブのコンプライアンス較正を行います。プローブ較正(初期化)では、TMA で使用する各プローブ間の差が修正されます。プローブを交換するごとに、必ずプローブ較正を行ってください。この較正は、TA インスツルメント コントロール プログラムや装置のタッチスクリーンで実行できます。

温度の校正

温度の校正は、温度標準(たとえば、インジウム)が融解点まで加熱されるランに基づいて、校正モードで行われます。この標準の記録された融解点と既知の融解点が比較され、その差を温度の校正用に計算します。

さらに、温度の校正には最大 4 つまでのその他の標準物質を使用することができます。既知のポイントと観測したポイントの 1 組のペアを使用すると、カーブ全体が、実際の融解点に対して、オフセットまたはシフトされます。複数の標準を使用すると、温度は校正ウィンドウで固定されたオフセット値を使用して、ポイント間のキュービック スプライン カーブを当てはめて補正されます。複数ポイントを使った温度の校正は、1 ポイントによる校正より正確です。

フィルム アクセサリーおよびファイバー アクセサリー以外のすべてのプローブでは、標準金属でできた板状の小片をステージに置きます。ステージに金属のアマルガムが生成されるのを防ぐため、ステージと標準金属の間に、アルミニウムまたは白金を配置するようにしてください。さらに安全を期するため、プローブ先端をアルミホルダーで包みます。

フィルム プローブおよびファイバー プローブの場合は、アルミニウム製ボールに金属ワイヤを圧接して校正を行います。

校正時期:

以下のような場合には、サンプル熱電対を校正する必要があります。

- TMA を最初に設置したとき
- サンプル熱電対が変更されたとき
- TMA のメンテナンス、修理を行ったとき
- 定期的 (1ヶ月に 1 回程度)
- 測定対象の温度範囲を変更したとき
- 得られたラン データが不正確だと思われるとき
- パージガスを変更したとき

セル定数

セル定数の較正は、較正モードで実施され、既知の標準（たとえば、アルミニウムまたは銅）が転移温度に達するまで加熱されるランに基づいて較正モードで行われ、分析データを収集します。セル定数は、標準の実際の膨張係数を観測値で割って算出します。装置の較正を行うため、このセル定数をインスツルメントコントロールソフトウェアに入力します。

通常はデフォルトのセル定数 1.000 で十分ですが、さらに精度を上げるには較正を行う必要があります。

セル定数の較正を行う場合、ASTM 標準試験法 E831 の手順に従うようにしてください。

TMA 試験の実行



注意: 湿気が多い状態にさらされた場合は、測定装置を乾燥させる必要があります。本装置に用いられているセラミック材が湿気を吸収し、漏れ電流が適用規格に明記された値を超えることがありますので、湿気を除去してください。装置のアースと設備のアースを適切に接続し、安全な操作ができるようにすることが重要です。

TMA の乾燥は次のような方法で行ってください。

1. 10°C/分で 400°C まで昇温します。
2. 30 分間等温にします。

すべてのTMA 試験は、次の手順に従います(47 ページ参照)。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。次のセクションでは、これらのステップを詳しく説明しています。このマニュアルに掲載されていない項目は、インストルメントコントロール 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。

プローブの選択

使用するプローブのタイプは、必要な測定内容によって異なります。次の表は、利用可能なプローブ、プローブの仕様、測定タイプを一覧にしたものです。

試験に使用するプローブを選択するときは、以下の手順に従ってください。

1. 分析に適したプローブを選択し、取り付けます。利用可能な各種プローブの簡単な説明は、次のページの表を参照してください。
2. 新しく取り付けたプローブにプローブの較正を行うか、すでに取り付けられているプローブのゼロ設定を行います。(ゼロ設定の方法については、次のセクションで解説します。)

TMA のプローブ タイプ

プローブ タイプ	接触 直径 mm (in.)	0.01 N 荷重で 加えられる 圧力	対象 測定 タイプ
針入	0.89 (0.035)	16 kPa	軟化点 融解点
膨張	2.54 (0.100)	1.9 kPa	膨張 係数 圧縮 モジュラス 引張モジュラス ガラス転移
マクロ 膨張	6.07 (0.239)	0.34 kPa	膨張 係数 圧縮 モジュラス 引張モジュラス ガラス転移
フィルム/ファイバー	該当せず	該当せず	引張応力
曲げ	5.08 (0.2)	0.49 kPa	偏向 温度 柔軟性
体膨張	6.07 (0.239)	0.34 kPa	膨張 係数
パラレルプレート	9.52 (0.375)	0.14 kPa	粘性- 温度 粘性-時間 壁せん断速度
半球状	～2.54 (0.1)	～1.9 kPa	軟化点

メモ: プローブについての詳細は、オンライン ヘルプを参照してください。

自動測定システムのゼロ設定

この手順は、自動サンプル サイズ測定システムの初期化に使用されます。正確なサンプル サイズを測定するため、各試験前に必ず実行してください。TMA 自動サンプル サイズ測定システムをゼロ設定するには、タッチスクリーンの [ZERO LENGTH/ゼロ長] キーを押すだけです。

サンプル取り扱いのためのガイドライン

サンプルの準備

サンプルの準備は選択したプローブによって異なります。膨張プローブと針入プローブを使用するサンプルのガイドラインの詳細は、次の通りです。

- ステージの上に安定して配置されるよう、できるだけ平らで平行にします。
- サンプルは、分解能に十分な長さ(ほとんどの物質では 5 ～ 10 mm)があるようにします。加熱中に熱変化を起こす可能性に留意してください。
- 熱可塑性サンプルを加熱変形して試料の形状とし、その後冷却固定します。ただしこの場合、熱履歴が変わってしまう可能性があります。
- 熔融するサンプルやステージに付着するサンプルのランを行う場合、石英製ウェハをサンプルの下に引いて保護します。詳細は、次のセクションを参照してください。

サンプルのロード

サンプルを準備したら、次の手順に従って、TMA にロードします。

1. 電熱炉を上げ、時計方向に回して横へ移動します。
2. 前回ランを行ったサンプルをステージから取り除き、残留物がないことを確認します。

メモ: 熱可塑性サンプルの場合、ステージとサンプルの間に石英製ウェハーまたはアルミホイルを入れて、ステージの損傷を防止するようにしてください。ステップ 3 を参照してください。

3. 溶解してステージに付着するサンプルには、ステージの中央に、石英製ウェハーを配置します。
4. タッチスクリーンの [Control Menu/ 制御メニュー] にアクセスします。タッチスクリーンの [ZERO LENGTH/ゼロ長] を押し、ゼロリファレンス ポイントを決定します。
5. プローブを開きます(上昇させます)。(タッチスクリーンの [PROBE UP/プローブ アップ] を押します。)
6. プローブの先端の下に来るように、サンプルをステージに置きます(右図参照)。
7. 必要に応じて、サンプル熱電対を調整します。TMA でランを実行中のサンプルのサイズまたは形状とは関係なく、熱電対の先端を 90° に緩く曲げ、曲げた先端はプラットフォームと平行にします。サンプルに接近させますが、接触させないように注意してください(図を参照)。熱電対を極端に曲げると損傷することがあります。
8. 以下のようにサンプルの長さを測定します。試験を開始する前に、まずサンプルを測定しておくことが重要です。この測定を行うには、装置のタッチスクリーンにある [Measure Length /長さ測定] キーを押すだけです。インスツルメントコントロール プログラムで指定したプレロード荷重が自動的にかかり、サンプルの長さが測定されて、データが保存されます。



試験の開始

試験を開始する前に、TMA がコントローラに接続されており、インスツルメント 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。TMA 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。

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、インスツルメント コントロール ソフトウェアの [停止] を選択するか、タッチスクリーンの [STOP/停止] キーを押すことで、いつでも停止できます。

試験を停止するもう 1 つの機能として、[REJECT/拒否] があります。[REJECT/拒否] 機能は実験中のすべてのデータを破棄するのに対し、[STOP/停止] 機能は実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。

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、インスツルメントコントロール 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、試験や電気回路の修理は行わないでください。



注意: TA Instruments がこの章で推薦する方法以外でクリーニングや汚染除去を行う場合は、事前に、機器に損傷をきたさない推奨方法を TA Instruments に問い合わせてください。

タッチスクリーンのクリーニング

TMA タッチスクリーンはいつでもクリーニングできます。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。



警告: 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。

プローブ アセンブリのクリーニング

試験後はその都度、プローブ アセンブリを点検してください。プローブが汚れている場合、第 2 章にある手順とオンライン ヘルプに従ってプローブを取り外し、以下の方法でプローブをクリーニングします。

1. コンタクト クリーナーまたはアセトンソフトブラシか布につけ、LVDT コアおよび上部プローブをクリーニングします。
2. 石英プローブの先端を、残留物が蒸発するまでベンゼン バーナーで加熱し、プローブをクリーニングします。サンプルに多量のガラス充填剤や金属充填剤が含まれる場合は、プローブを非常にゆっくりと加熱してください。

メモ: プローブは硝酸溶液でもクリーニングできます。

ステージのクリーニング

ステージ上の汚れや残留物は、次に載せるサンプルに悪影響を与えることがあります。適切な試験条件を維持するため、以下のようにステージをクリーニングします。

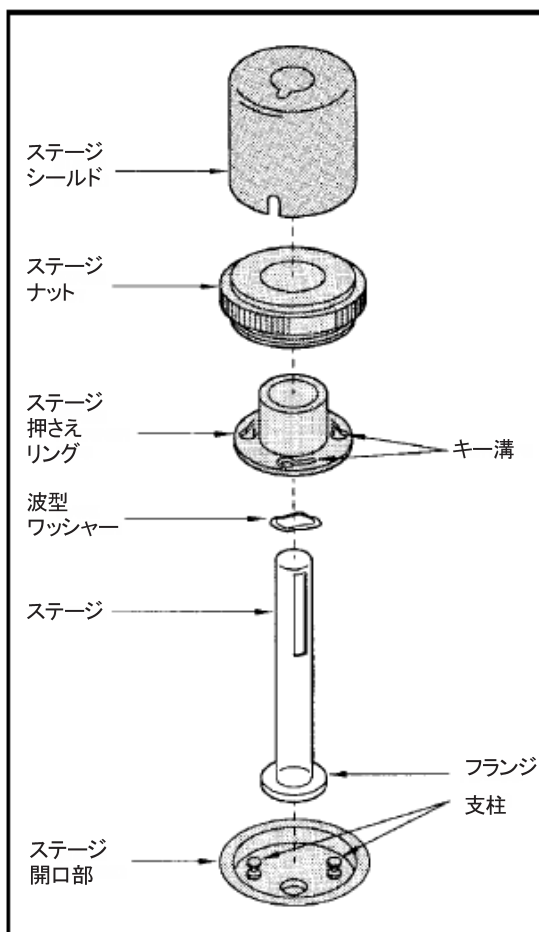
残留物が少量の場合：

1. 工業用クリーナーまたはアセトンをつけた柔らかい布でステージ上を拭きます。

徹底したクリーニングには：

必要であれば、右図を参照してください。

1. 電熱炉を上げ、時計方向に回して横へ移動します。
2. まっすぐ持ち上げて、ステージシールドを取り外します。
3. サンプル熱電対を固定しているバネクリップを外し、熱電対をステージの側面へ離します。
4. ステージナットを反時計方向に回して取り外します。
5. ステージ押さえリング(溝付き)を反時計方向に回し、3本の支柱から外しながら持ち上げます。



6. 波型ワッシャーをステージ フランジから持ち上げて外します。
7. ステージをステージ開口部から取り外します。
8. コンタクト クリーナーまたはアセトンをソフトブラシか布につけ、ステージ上面をクリーニングします。
9. 残留物が蒸発し、ステージがきれいになるまでブンゼン バーナーでステージ上面を加熱します。サンプルに多量の金属充填剤やガラス充填剤が含まれる場合は、ステージを非常にゆっくりと加熱してください。ステージは硝酸溶液でもクリーニングできます。
10. ステージ、ステージシールドなどを、ステップ 6 からステップ 2 へ逆の順番に従って再度取り付けます。

熱電対のクリーニング

サンプルの残留物および汚れにより、熱電対の検出精度に悪影響を与えることがあります。熱電対をクリーニングするには

1. 電熱炉を上げ、時計方向に回して横へ移動します。
2. まっすぐ持ち上げて、ステージ シールドを取り外します。
3. 熱電対を正しい位置に固定しているバネ クリップを取り外します。
4. 熱電対をプローブ アセンブリから離して保持し、手持ち式バーナーの弱火で慎重にクリーニングします。
5. 熱電対の先端を 90° に曲げ、曲げた先端がステージ上面プラットフォームと平行になるように熱電対の位置を変えます。この図にあるように、サンプルに接近させますが、接触させないように注意してください。熱電対を極端に曲げると損傷することがあります。
6. バネ クリップを元に戻し、熱電対を正しい位置に固定します。
7. ステージ シールドを元に戻します。



部品交換

時には TMA の破損部品や消耗部品の交換が必要な場合があります。このマニュアルに記載以外の部品については、TA Instruments から部品を調達し、取り付けについても TA Instruments の有資格サービス担当者が行うことになっています。最寄りの TA Instruments までご連絡ください。

熱電対の交換

通常の使用による消耗、不慮の破損、汚染などで熱電対(PN 944344.902)の交換が必要となることがあります。

既存の熱電対の取り外し

熱電対を取り外すには、以下のステップに従ってください。



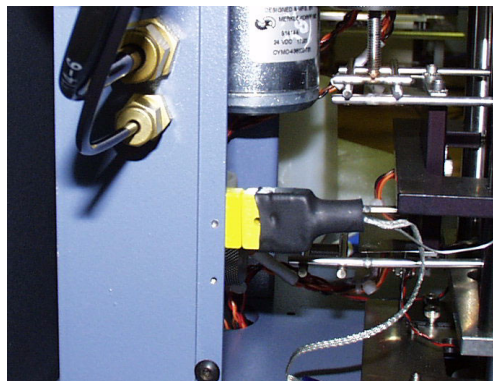
警告: バランス容器を取り外す時は、電源スイッチがオフになっているか、また電源コード プラグが抜いてあるかを必ず確認してください。

1. 電熱炉を上げ、時計方向に回して横へ移動します。
2. まっすぐ持ち上げて、ステージ シールドを取り外します。
3. 熱電対を正しい位置に固定しているスプリング クリップを取り外します。
4. アクセサリー キットに入っている六角レンチを使用して、バランス容器を固定している、片側に 2 本ずつあるネジを外します。
5. バランス容器をスライドして外します。
6. 熱電対をプラットフォームの穴から注意して下に通し、取り外します。

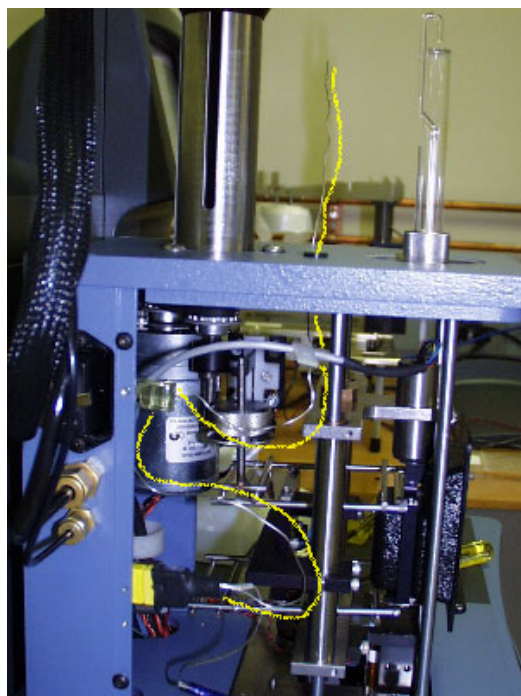
新しい熱電対の取り付け

サンプル熱電対の取り付けは、以下の残りの手順で行ってください。

1. 2 ピンの熱電対コネクタを、右図のように接続端子へ挿入します。
2. バランス機構と干渉しないように注意して、熱電対をガイドの中へ通していきます。(下図の黄色い線の通過ルートを参照してください。)長さに余裕をもたせるため、余分なループを作るようにしてください。



TMA 熱電対のプラグ差し込み



熱電対を通す

3. バランス容器の最上部にある穴に、熱電対の先端を上にして慎重に下から通します。
4. バランス容器をスライドさせながら元の位置へ戻します。
5. バランス容器を固定する、片側2本ずつあるネジを再度取り付けます。
6. 熱電対の先端を 90° に曲げ、曲げた先端がステージ上面のサンプル プラットフォームと平行になるように熱電対の位置を変えます。サンプルに接近させますが、接触させないように注意してください。
7. バネ クリップを元に戻し、熱電対を正しい位置に固定します。

8. ステージにステージ シールドをかぶせて取り付けます。このとき、熱電対ワイヤが通過する位置とステージシールド下部の溝位置を合わせてください。

ヒューズの交換



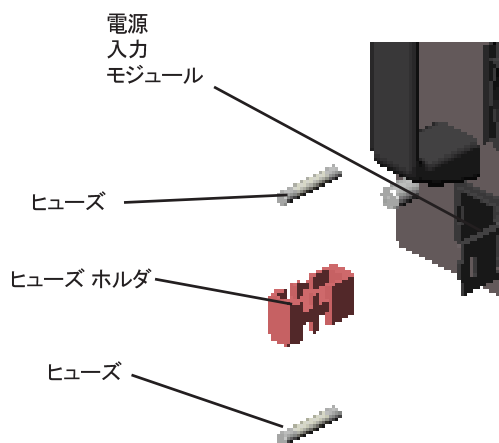
警告:必ず装置のプラグを抜いてから、ヒューズの検査または交換をしてください。

TMA ヒューズの交換

TMA 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 ヒューズが切れると、危険な状態になります。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入力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するには、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. 電源入力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、装置の後ろの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、ドアを押し閉めます。



交換用部品

TA Instruments から入手可能な TMA の交換用部品。部品を注文する場合には、下の表と 65 ページの所在地リストを参照してください。

品番	説明
944200.901	標準 TMA アクセサリー キット 構成部品:
944122.901	膨張プローブ アセンブリ
944126.901	針入プローブ アセンブリ
944123.901	マクロ膨張プローブ アセンブリ
944120.901	サンプル ステージ
900902.901	インジウム校正標準
940070.000	アルミニウム校正標準
942057.000	Teflon® デモ サンプル
259537.000	ピンセット
259522.000	セット ウェイト
203947.005	3/32 六角レンチ
269792.001	波型ワッシャー
944205.001	熱電対押さえ
オプションのアクセサリー キット	
944201.901	フィルム/ファイバー アクセサリー キット構成部品:
944121.901	フィルム/ファイバー サンプル ステージ
944128.901	フィルム/ファイバー プローブ アセンブリ
941038.901	バイアル クリーブ付きアルミニウム製ボール
944047.901	フィルム クランプ アセンブリ
944144.001	フィルム クランプ固定部品
269789.001	ミニ ドライバー(0.080 インチ)
269793.001	フィルム クランプ ネジ(#0 ~ 80)
944014.001	自動測定ゲージ
(続く)	

品番	説明
944202.901	体膨張アクセサリー キット構成部品：
944124.901	体膨張プローブ アセンブリ
941143.000	体膨張サンプル バイアル
941148.901	バイアル充填媒体
941022.901	バイアル アルミニウム較正標準
944203.901	フレキシチャー アクセサリー キット構成部品：
944127.901	フレキシチャー プローブ アセンブリ
941054.000	フレキシチャー サンプル プラットフォーム
944203.902	TMA Q400 EM アクセサリー キット構成部品：
944127.901	フレキシチャー プローブ アセンブリ
941054.000	フレキシチャー サンプル プラットフォーム
945045.901	3 点曲げ較正ジグ
944204.901	パラレル プレート レオメーター アクセサリー キット構成部品：
943125.000	レオメーター位置合わせケージ
943126.000	レオメーター パラレル プレート
900902.901	インジウム サンプル キット
943121.000	ペレット プレス ベース ネジ
943122.000	ペレット プレス シリンダー ヘッド
943123.000	ペレット プレス ピストン
943124.000	ペレット プレス シリンダー
944125.901	半球状プローブ アセンブリ
945025.901	TMA Q400 と併用するヒーター アセンブリ
205221.001	6.3 A ヒューズ
205221.002	10 A ヒューズ
944341.901	TMA ステージ保護用石英製ウェハー
944073.001	ワッシャー ディスク シリコン
944072.001	貯蔵槽質量アルミニウム

TA Instruments 所在地

最新製品情報やその他の情報については、弊社 Web サイト(www.tainst.com)を参照してください。

TA Instruments, Inc.
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720
電話番号: 1-302-427-4000 または
1-302-427-4040
ファックス番号: 1-302-427-4001

ヘルプライン(米国およびカナダ国内)
熱分析用アプリケーションについては、熱分析ヘルプ デスクにお問い合わせください。
電話番号: 1-302-427-4070
サービス(米国およびカナダ国内)
装置サービスおよび修理
電話番号: 1-302-427-4050

ベルギー/ルクセンブルグ
TA Instruments a Division of Waters N.V./S.A.
Raketstraat 60 Rue de la Fusée
1130 Brussel / Bruxelles
Belgium
電話番号: 32/2 706 00 80
ファックス番号: 32/2 706 00 81

ヨーロッパ
TA Instruments Ltd
Cleeve Road
Leatherhead, Surrey KT22 7UQ
United Kingdom
電話番号: 44/1372 360363
ファックス番号: 44/1372 360135

フランス
TA Instruments Division de Waters SA
1-3, Rue Jacques Monod
78280 Guyancourt
France
電話番号: 33/1 30 48 94 60
ファックス番号: 33/1 30 48 94 51

ドイツ

TA Instruments Germany
Max Planck Strasse 11
63755 ALZENAU
Germany
電話番号: 49/6023 96470
ファックス番号: 49/6023 964777

イタリア

Waters S.p.A.
Via Achille Grandi, 27
20090 Vimodrone (Milano),
Italy
電話番号: 39/02 27421 283
ファックス番号: 39/02 250 1827

日本

ティー・エイ・インスツルメント・ジャパン
東京都品川区
北品川 1-3-12
第5小池ビル 4階
日本
電話番号: 813 5479 8418
ファックス番号: 81/3 5479 7488

オランダ

TA Instruments
A Division of Waters Chromatography bv
Postbus 379 / Florijnstraat 19
4870 AJ Etten-Leur
The Netherlands
電話番号: 31/76 508 72 70
ファックス番号: 31/76 508 72 80

スペイン

Waters Cromatografia S.A.
Entenza 24 Planta Baja
08015 Barcelona
Spain
電話番号: 34/93 600 93 00
ファックス番号: 34/93 325 98 96

スウェーデン/ノルウェー

Waters Sverige AB
TA Instruments Division
PO Box 485 Turebergsvägen 3
SE-191 24 Sollentuna
Sweden
電話番号:46/8 59 46 92 00
ファックス番号:46/8 59 46 92 09

オーストラリア

TA Instruments
C/O Waters Australia Pty.Ltd.
Unit 3, 38-46 South Street
Rydalmere NSW 2116
Australia
電話番号:613 9553 0813
ファックス番号:61 3 9553 0813

索引

D

Display Menu (表示メニュー) 25

L

LAN 43

T

TA Instruments

所在地 65

TA Instruments サービス 60

TMA

交換用ヒューズ 62

交換用部品 60

説明 17

タッチスクリーン 22

プローブ タイプ 52

持ち上げ 13

W

www.tainst.com 65

あ

アクセサリ 19

標準 19

針入プローブ 19

膨張プローブ 19

安全基準 10

安全性

持ち上げ 13

イーサネット ケーブル
コンピュータを LAN へ接続する 43

イーサネット ハブ
コントローラへの接続 43
装置への接続 42

イーサネット ポート 35

イベント ポート 35

液体窒素
安全性 15

汚染 13

か

解梱 29

開始
試験 55
装置 45

外寸 27

ガス
使用 37

ガスライン
接続 34

技術仕様 27

球状プローブ 26

空気供給源 38

空気冷却ライン
取り付け 38

クリーニング
ステージ 58
タッチスクリーン 56
熱電対 59
プローブ アセンブリ 57

- ケーブル
 - イーサネット 42
 - 接続 34
- 交換部品 60、63
- 較正 49
 - 荷重 48
 - セル定数 50
 - ゼロ荷重 48
 - プローブ 41、48、49
- 較正ウェイト 48
- コントローラ
 - 説明 17
- コンピュータ
 - LAN への接続 43
 - イーサネット ハブへの接続 43
- コンポーネント 18

さ

- 再梱包 29
- サンプル
 - ロード 53
 - 準備 53
 - 分解 13
- サンプル熱電対
 - 機械 18
- 試験
 - 開始 55
 - 基本手順 47
 - 拒否 55
 - 停止 55
 - 手順 51
- 試験の実行 51
- 試験の停止 55
- 湿気 31、51

- 自動測定システム
 - ゼロ設定 53
- シャットダウン
 - 装置 46
- 主要機能キー 21
- 仕様 27
- 商標 3
- 秤量皿
 - 機能 18
- ステージ 18
 - クリーニング 58
 - 取り付け 39
- ステージ押さえリング
 - 取り付け 39
- ステージシールド
 - 取り付け 39, 40, 61
- ステージユニット
 - 取り付け 39
- ステータス ライン 21
- 接続
 - ガス ライン 34
 - ケーブル 34
- セル定数の校正 50
- ゼロ長キー 53
- 装置
 - アース 31, 51
 - イーサネット ハブへの接続 42
 - 解梱 29
 - 技術仕様 27
 - 検査 30
 - 交換用部品 63
 - 再梱包 29
 - シャットダウン 46
 - 取り付け 30～44

場所の選択 31
ポート 35
メンテナンス 56
持ち上げ 13

装置の設置場所 31

た

体膨張アクセサリ
説明 26

タッチスクリーン
Control Menu (制御メニュー) 23
Display Menu (表示メニュー) 25
クリーニング 56
主要機能キー 21

継手
冷却ガス 38

停止
装置 46

電圧構成ユニット
取り付け 32

電気冷凍機 (MCA) 26

電源ケーブル
取り付け 44

電源スイッチ 44

電源入力モジュール 44

電磁適合性基準 11

電熱炉アセンブリ 18

電話番号
TA Instruments 65

登録商標 3

特許 3 ページ

取り付け 30 ~ 44
電圧構成ユニット 32

な

長さ測定キー 54

熱電対

クリーニング 59

交換 60

校正 49

取り付け 61

取り外し 60

ネットワーク 43

熱に対する安全性 15

は

パージガス 37

推奨 28

パージライン 37

バネクリップ

取り付け 40

パラレルプレートレオメーターアクセサリ 26

サンプルのロード 26

操作 26

パラレルプレートレオメーターアクセサリの説明

サンプルの準備 26

バランス容器 18

取り付け 61

取り外し 60

ヒューズ 62

電圧構成ユニットの交換 33

TMA での交換 62

フィルム/ファイバープローブ 26

部品 60、63

フレキシュアーアクセサリ 26

操作 26

プローブ
球状 26
クリーニング 57
選択 41、51
タイプ 51
取り付け 40、41
取り外し 41
標準 19、41

プローブアセンブリ
説明 18

プローブタイプ 52

プローブのセットアップ
球状 26
フレキシチャー 26

プローブ、針入
取り付け 41

プローブ、標準
取り外し 41

プローブ、膨張
取り付け 41

ポート 35
Com 1 35
Com 2 35
イーサネット 35
イベント 35
冷却ガス 36

法規則への適合 10

ま

マスフローコントローラ 37

マスフローコントローラ(MFC) 37

メンテナンス 56

や

有害な生成物 13

ら

リモートキー 関連項目: システム キー (DTP*: it may be deleted, as there is no correspondence in this manual.)

冷却ガス ポート 36

冷却ガス ライン 38