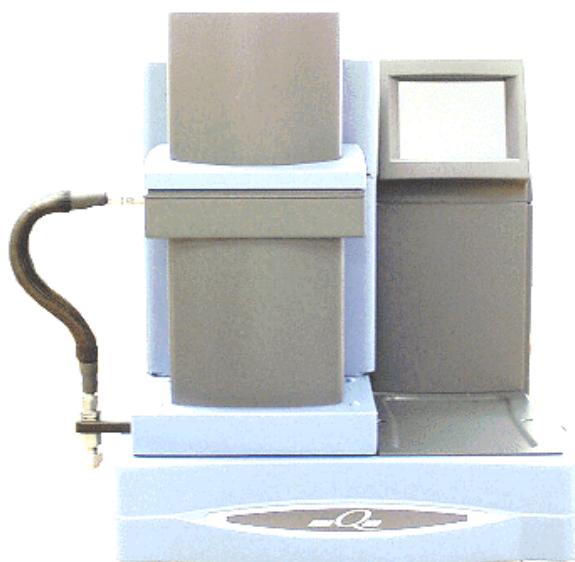


DMA

Dynamic Mechanical Analyzer



Q シリーズ
スタートアップガイド

品番 985003.001 改訂 A
2003 年 8 月発行



©2002, 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。本書は、操作のライセンスを供与したり、製法特許違反を推奨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やオンラインヘルプ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、同時に購入したモジュール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。

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 Unpublished rights reserved under the copyright laws of the United States.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

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

IntegrityTM 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。

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

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

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

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

Mobius DriveTM 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。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 (TzeroTM)』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モ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。

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
液体窒素の取り扱い	14
熱に対する安全性	15
空圧に関する警告	16
DMA 水中クランプの警告	17
装置の持ち上げ	17
サンプルの分解	18
第1章:DMA の概要	19
概要	19
DMA システムコンポーネント	20
DMA 装置	21
DMA タッチスクリーン	22
主要機能キー	23
DMA Control Menu(制御メニュー)キー	24
Display Menu(表示メニュー)キー	26
オプションおよびアクセサリー	27
クランプ	27
ガスクーリングアクセサリー(GCA)	28
エアーコンプレッサーアクセサリー(ACA)	28
エアーフィルタレギュレーターセンブリ	30

装置仕様	31
DMA 装置の特性	31
温度制御仕様	32
試験の仕様	32
ACA 仕様	33
第 2 章:DMA の取り付け	35
DMA の解梱/再梱包	35
装置の取り付け	36
システムの検査	36
場所の選択	37
ケーブルおよびラインの接続	38
ポート	39
エアーベアリングガスおよびエアーフィルタレギュレータの接続 ..	41
冷却ガスラインの接続	45
冷却ガス排出口の接続	46
イーサネットハブのセットアップ	48
ハブに装置を接続する	48
ハブにコントローラを接続する	49
LAN にコントローラを接続する	49
電圧構成ユニット	50
電源スイッチ	52
電源ケーブル	52
DMA の起動	53
DMA のシャットダウン	54
シングル/デュアル カンチレバークランプの取り付け	55
シングル/デュアル カンチレバーのクランプの取り外し	57
第 3 章:使用、メンテナンス、および診断	59
DMA の使用方法	59
始める前に	59
DMA の較正	60
位置の較正	60
電気的較正	60
荷重の較正(バランスおよびウェイト)	60
ダイナミック較正	60

クランプの較正	61
DMA 試験の実行	62
試験の基本ステップ	62
クランプ セットの選択	63
シングル/デュアルカンチレバー クランプ	64
熱電対の位置合わせ	65
作動モードの選択	66
サンプルの準備および装填	68
シングル/デュアルカンチレバークランプサンプルの準備	68
シングル/デュアルカンチレバークランプの作動範囲	69
作動範囲図の使用	71
シングル/デュアルカンチレバー クランプサンプルの装填	72
高剛性サンプルの装填	72
樹脂などの低剛性物質の装填	72
ファイバーガラスプレード上の物質	74
サンプル長の測定	75
伸縮ゲージの使用方法	75
試験の実施	77
試験の開始	78
試験の停止	78
サンプルの取り外し	79
装置のメンテナンス	80
タッチスクリーンのクリーニング	80
ヒューズの交換	81
DMA ヒューズの交換	81
交換用部品	82
TA Instruments 所在地	85
索引	89

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す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 1997 年 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、最低要件(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たす可能性があります。

装置の記号

DSC 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
	このラベル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前に、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。
	常温(～23°C)から 80°C までの温度範囲について、液体に浸している物質の粘弾性特性を評価するため、2 つの DMA クランプが用意されています。これらのクランプ(圧縮クランプキット

(次のページに続く)

記号	説明
	<p>(前のページの続き) PN 985067.901 およびフィルム/ファイバー クランプ キット PN 985068.901) は、主として水溶液および緩衝液中のポリマーを等温で評価するために設計されています。</p> <p>警告 : 可燃性および揮発性の液体にクランプを浸さないでください。</p> <p>警告 : 80°C の上限温度を超えないように、インストルメントコントロールソフトウェアで正しいクランプ(すなわち水中フィルム/ファイバークランプおよび水中クランプ)を選択する必要があります。</p>

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。『DMA 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装置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。35 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。

液体窒素の取り扱い

DMA は液体窒素をガスクーリングアクセサリー (GCA) 内部で冷却ガス源として使用します。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。低温特性がある容器を使用してください。圧力を緩和できるように、閉じたコンテナ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。

密閉された場所でガス クーリング アクセサリー(GCA)容器の口を開けないでください。

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、サンプル、クランプは、高温または低温になり、触ると火傷を負う危険性があります。



警告：クランプの温度が室温に戻ってから、クランプに触れるようにしてください。高温サンプルを取り外したり、サンプルに再びトルクをかける際は、適切な予防措置を講じてください。



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。

空圧に関する警告



警告 : 外部施設またはエアーコンプレッサーアクセサリー(ACA)によって供給される、装置の作動に必要な圧縮空気は高圧になっています。高圧は、正しく取り扱わないと、使用者および装置にとって危険ですのでご注意ください。

- ACA を接続せずに DMA を取り付ける場合、エアーフィルタレギュレータに接続する管は、空気供給源の圧力に十分対応できる圧力を有している必要があります。エアーフィルタレギュレータに誘導される気体の圧力は、ゲージ圧 1000 kPa (150 psig)を超えないようにしてください。
- ACA を接続して DMA を取り付ける場合、必ず TA Instruments が ACA アクセサリーとして提供する管を使用し、エアーフィルタレギュレータに接続してください。ACA には、供給する最大圧力をゲージ圧 500 kPa (70 psig)に制限する圧力リリーフバルブが装備されています。

DMA およびエアーフィルタレギュレータの接続には、DMA に付属する管を必ず使用してください。エアーフィルタレギュレータの圧力をゲージ圧 410 ~ 450 kPa (60 ~ 65 psig)に設定してください。

DMA 水中 クランプの警告

80°Cまでの温度範囲について、液体に浸している物質の粘弾性特性を評価するため、2つのDMAクランプが用意されています。これらのクランプは、主として水溶液および緩衝液中のポリマーを等温で評価するために設計されています。



警告：可燃性および揮発性の液体にクランプを浸さないでください。



警告：80°Cの上限温度を超えないように、インストルメントコントロールソフトウェアで正しいクランプ（すなわち水中フィルム/ファイバークランプおよび水中圧縮クランプ）を選択する必要があります。

装置の持ち上げ

DMA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。

サンプルの分解

DMA ではサンプルを 600°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 DMA 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。

DMA でサンプルを実行する前に、試料加熱によって問題が生じる可能性を判定するため、熱重量測定装置(TGA)または類似の装置を用いた分解温度の測定を行うようにしてください。

第1章

DMA の概要

概要

TA Instruments Q800 ダイナミックメカニカルアナライザー(DMA)は多数の異なる物質の機械的特性を測定する熱分析装置です。同装置は、ハードウェアおよびソフトウェアに先端技術を導入した、TA Instruments の第3世代 DMA です。測定の際、試料を複数あるクランプの1つに装填します。クランプはすべて、質量とコンプライアンスを最小限に抑えるよう、有限要素分析(FEA)を使って設計されています。基本的に測定は試料に変形を加えることで行われ、物質の内因的および外因的な機械的特質が評価されます。



DMA 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を提供する
- 試験のセットアップおよびパラメータ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 DMA 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。

DMA システムコンポーネント

有効なDMAシステムは、システム電子装置を収納するDMAキャビネット、分析・装置制御用コンピュータであるDMAアセンブリ、さらにオプションとしてガスクーリングアクセサリー(GCA)など、複数の主要部分からなっています。DMAアセンブリの構成コンポーネントは以下のとおりです。

- メカニカルセクションの容器にはエアーベアリング、オプティカルエンコーダー、ドライブモーター、関連電子部品で構成されています。
- クランプアセンブリ(以下、クランプと表記)は交換可能となっているため、さまざまな形状、物質の試料を使って、各種変形モードで機械的測定を行うことができます。DMAには各種クランプアセンブリが揃っています。詳細は、27ページの一覧表をご覧ください。
- 電熱炉アセンブリはクランプアセンブリを内包し、温度制御を行います。電熱炉の温度は制御熱電対によってモニターされます。
- CHROMEL®*/ALUMEL®*サンプルおよびリフアレンス熱電対はサンプルヒーターの温度を感知し、その値を装置に伝送します。サンプルおよびリフアレンス熱電対の位置は、各種のクランプアセンブリに対応できるよう、調整可能になっています。
- DMAキャビネットには電子部品、バルブなどが格納されています。
- タッチ画面はDMAの一部機能の操作、監視を可能にします。

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

DMA 機器

Q800 DMAは、剛体や軟性固体物質のモジュラスやダンピングなどの粘弾性特性を測定するために設計された精密装置です。サンプルはクランプに装填されます。クランプの一方は固定され、もう一方は可動でドライブ モーターに接続されます。そのため、モーターはサンプルの変形に直接影響を与えます。

ドライブ モーターは可動ドライブ ブロックに対して荷重や応力を負荷するために使用されます。固定されたモーター アセンブリは可動ドライブ ブロックとは物理的に接していないため、モーターは本質的に非接触です。オプティカル エンコーダーは、発生する可動ドライブ ブロックの変位を測定します。スムーズでノイズのない連続的な荷重を加えるよう、可動ドライブ ブロックはエアーベアリング サスペンションになっています。

DMA 装置は試験の実施や結果の格納に必要な電子部品およびソフトウェアをすべて備えています。キャビネットには、停電の際のシステム運用に不可欠となるパラメータを保存するフラッシュディスクが装備されています。タッチスクリーンは全般的な使い勝手を改善し、セットアップ、較正、試験の際に貴重な情報を表示します。試験のセットアップ、開始、停止、拒否などの制御機能があります。

TA Instruments の DMA には以下の特徴が備わっています。

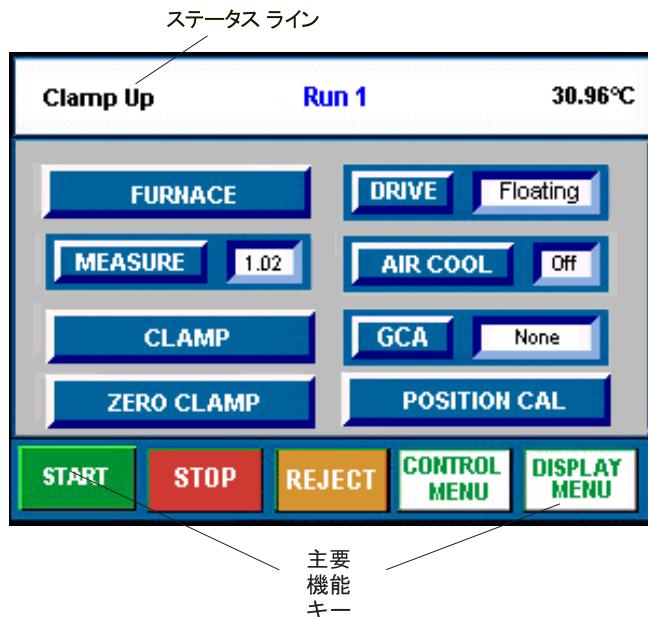
- 作動温度範囲は-145°Cから600°C、最大加熱速度は 20°C/min。
- 温度、時間、周波数、応力、荷重、変位、ひずみの 7 つの試験変数の変化によって生じるサンプル特性の変化を測定。
- 固体、フィルム、ファイバー、ゲル、粘性液体のサンプルを使用可能。
- 交換可能なクランプを採用しているためモジュラス、ダンピング、応力緩和、ガラス転移、軟化点など多数の特性を測定することが可能。

DMA タッチスクリーン

DMA Q800 装置には、ローカル オペレータ制御ができるように統合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。

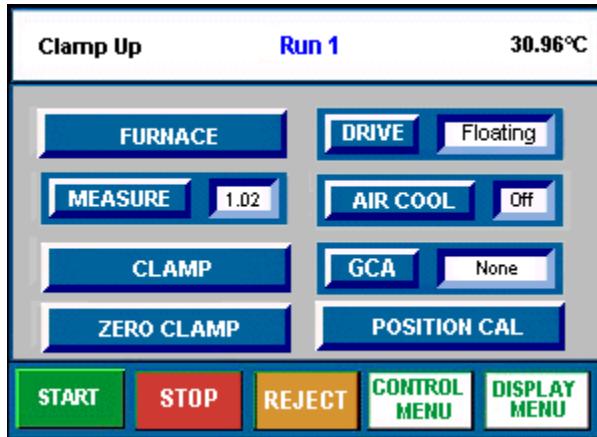
主要機能キー

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、インスト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。
	試験の実行中は、このキーを使用すると完了したかのように、メソッドが通常に終了します。つまり、メソッド終了条件が有効になり、生成されたデータが保存されます。これは、インストルメントコントロールソフトウェアの[停止]と同じ機能です。 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。
	試験実行中の場合は、[REJECT/拒否]でメソッドを終了します。メソッドが完了したかのように、メソッド終了条件が有効になります。ただし、生成されたデータは破棄されます。これは、インストルメントコントロールソフトウェアの[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。

DMA 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。



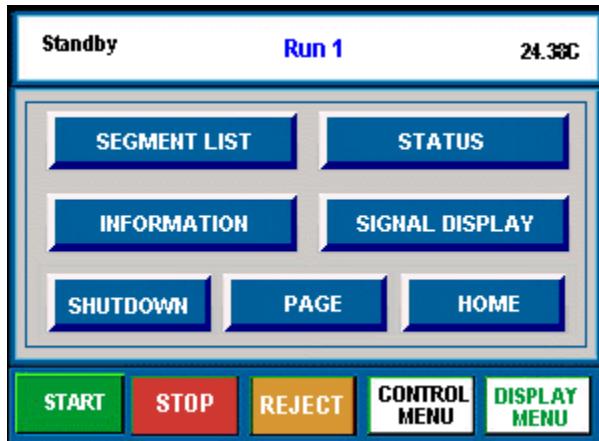
キー名	説明
FURNACE	キーを押した時点の電熱炉の状態に応じて炉の開閉を切り替えます。このキーを1回押すと電熱炉の動きが停止します。作動中にキーを2回押すと、電熱炉が停止し、逆方向に動きます。
MEASURE 1.02	このキーを使用することで、メソッドの実行中に電熱炉を開き、サンプルのクランピングを調整できます。電熱炉が開いている間、ヒーターおよびGCAは停止されますが、メソッドは実行状態のままとなります。

(表続き)

キー名	説明
 CLAMP	初期荷重を負荷することで可動クランプを上下に移動させるために使用します。初期荷重としてゼロを選択した場合は、0.05Nが用いられます。
 ZERO CLAMP	キーを押すたびにクランプの移動方向が変わります。クランプの動きを停止するには[STOP/停止]キー、または[DRIVE/ドライブ]キーを押してください。(この機能は上下動が可能なクランプに限られます。)
 DRIVE Floating	テンション、圧縮、針入クランプについて、クランプのゼロ較正を行います。
 AIR COOL Off	可動クランプの解放と固定を行う、浮動およびロックを切り替えます。[Floating/浮動]はクランプを解放し、エアーベアリングガスをオンにし、ゼロ荷重を適用します。[Locking/ロック]はエアーベアリングガスをオフにし、クランプを現在位置に固定します。
 GCA None	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。(この機能はGCAが使用されている場合には無効となります。)
 POSITION CAL	試験が進行中でない場合に、ホールディングタンクからGCAに液体窒素を自動充填します。このキーはGCAの状態や液体窒素の量も表示します。([None/なし]の表示はDMAにGCAが接続されていないことを示しています。)
	位置の較正機能は、DMAを移動したり、オフにしたりする場合も含め、少なくとも1ヶ月に1回は使用するようにしてください。較正の目的はドライブシャフト(およびスライド)の絶対位置をオプティカルエンコーダーの値と対応させることです。ボタンを押した後、画面に表示される指示に従ってください。

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。図に示したキーが表示されます。以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。一度に最大 6 個の信号を表示することができます。これらは、インスト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	最初のウインドウに戻ります。

オプションおよびアクセサリー

TA Instruments では、DMA と併用する複数のオプション クランプおよび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。

クランプ[®]

DMA では複数の異なるタイプのクランプが使用できます。これらのクランプは、テンションまたはノンテンション クランプに分類されます。テンション クランプでは、常にサンプルに対して正方向の荷重(プレロード荷重)を加える必要があります。

テンション クランプには以下があります。

- 3 点曲げ
- フィルム テンション
- ファイバー テンション
- 圧縮
- 針入
- 水中圧縮
- 水中フィルム/ファイバー

ノンテンション クランプには以下があります。

- シングル カンチレバー
- デュアル カンチレバー
- シアーサンドイッチ

ほとんどのクランプは、可動 クランプおよび 固定 クランプ(ステージと呼ばれることがあります)の 2 つの基本部分からなります。

シングル/デュアル カンチレバー クランプは DMA Q800 に付属しています。クランプの取り付けおよび取り外しの方法については第 2 章をご覧ください。

ガスクーリングアクセサリー(GCA)

GCA(右の図を参照)は低温でDMA試験を行う場合に使用されます。GCAはホールディングタンク内の液体窒素を利用して冷却を行います。GCAから1.8m(6フィート)以内の距離に設置可能な低圧[最大ゲージ圧170kPa(25psig)]バルク貯蔵タンクから自動的に再充填されるようになっています。また、GCAを装置から取り外してバルク貯蔵ソースまで移動し、手動で充填することも可能です。詳細は、『GCAスタートアップガイド』またはオンラインヘルプを参照してください。



エアーコンプレッサー アクセサリー(ACA)

エアーコンプレッサーアクセサリー(ACA)はエアーフィルタレギュレータに直接接続するコンパクトな装置です。圧縮空気供給源がない場合に、DMAエアーベアリングガス供給のため圧縮空気をエアーフィルタレギュレータに供給します。(このガスは電熱炉のページにも使用されます。)



DMA のエアーベアリングに湿気が侵入し、損傷することを防ぐため、いくつかの予防措置を講じる必要があります。DMA との併用するため ACA を設置する際には次のガイドラインに従ってください。

- DMA と同じ台上に ACA を設置しないでください。ACA の振動が DMA の測定に影響を与えます
- 空気の自由な流れを確保できるように、通風孔の周囲に 12 から 15 cm (5 から 6 インチ) ほどのスペースを置いて ACA を設置してください。
- 台上に 4 個のゴム足を平面状に配置してください。ACA を下向きに設置しないでください。
- DMA 装置の外部にある TA アクセサリーから電源ケーブルを引き、前ページの図に示されている接続端子に接続してください。
- ACA に付属する空気管を前ページの図に示されている接続部に押し込むようにして接続してください。次に、管のもう一方の端をエアーフィルタレギュレータに接続してください。



注意: ACA に付属する管は、ACA の排出口およびエアーフィルタレギュレータの導入口を接続する際、全体 (3 m [10 フィート]) を使用してください。これにより空気中の水分凝縮が促進され、エアーフィルタレギュレータの効率を改善します。



注意: ACA を分解しないでください。本品は有資格者のサービス要員が扱うことになっています。

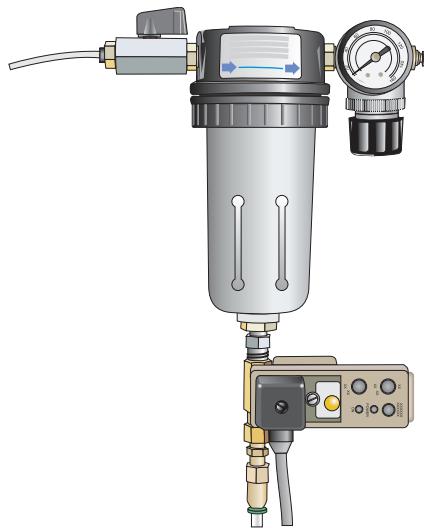
ACA の詳細は、取り付けに関する説明は第 2 章を、その他については DMA オンラインヘルプを参照してください。

エアー フィルタレギュレータアセンブリ

右の図に示されている エアーフィルタレギュレータアセンブリは装置と併用し、エアーベアリングに供給される空気から油分、水分、微粒子を除去します。

エアーフィルタレギュレータ用の空気供給源としては、中央ラボの供給源、あるいは TA Instruments のエアコンプレッサー アクセサリー(ACA)が利用可能です。

エアーフィルタレギュレータの取り付けについては第 2 章を、また本装置の詳細についてはオンラインヘルプを参照してください。



装置仕様

以下のページの表は、DMA の技術 仕様を示したものです。

DMA 装置の特徴

外寸	奥行: 56 cm (22 インチ) 幅: 46 cm (18 インチ) 高さ: 電熱炉開 71 cm (28 インチ) 電熱炉閉 56 cm (22 インチ)
重量 変圧器を含む重量	39.5 kg (87 ポンド) 47.7 kg (105 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 アクセサリー用コンセント 電源: 120 Vac、47–63 Hz、最大1000 kVA (合計) 互換性のあるアクセサリー: ACA、GCA、エアーフィルタ レギュレータ
作動環境	温度: 15–30°C
条件	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: 2,000 m (6560 フィート)
温度範囲	-145 ~ 600°C
サンプル長	50 mm (2 インチ) 最大
サンプル幅	15 mm (0.6 インチ) 最大 (表続き)

サンプル厚さ	最大で 5 から 10 mm (クランプの種類による)
変位範囲	25 mm (1.0 インチ)
負荷	0.001 ~ 18 N
雰囲気	不活性ガスまたは空気による制御流*

温度制御仕様

温度範囲	-145 ~ 600°C*
プログラム加熱速度	0.1 ~ 20°C/min
冷却速度	0.1 ~ 10°C/min
温度再現性	+/-2°C
等温安定性	+/-0.1°C (50°C以上) +/-1.0°C (50°C以下)

*メモ: 温度が 400°C を超える場合は、エアーベアリング用ガスとして窒素を使用することをお勧めします。

試験の仕様

モジュラス範囲	1 kPa ~ 3 TPa
モジュラス精度	+/- 1%
周波数範囲	0.01 ~ 200 Hz
最大荷重	18 N
最小プレロード荷重	0.001 N

(表続く)

試験の仕様(続き)

タン デルタ範囲	0.0001 ~ 10
タン デルタ分解能	0.00001
タン デルタ感度	0.0001
動的変形	+/-0.5 ~ 10,000 μm
ひずみ分解能	1 nm

ACA 仕様

ACA 寸法	奥行:38 cm (15 インチ) 幅:38 cm (15 インチ) 高さ:23 cm (9 インチ)
重量(概数)	10 kg (22 ポンド)
入力電源	120 Vac 50/60 Hz
出力電源	120 Vac 50/60 Hz エアー フィル タレギュレータのみ使用可
ヒューズ	2 アンペア Slo-Blo (M)

第2章 DMA の取り付け

解梱 / 再梱包 DMA

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ルメント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いつかもしれません。



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。



注意：輸送用資材を取り除くときは、開梱手順にある指示に従ってください。4つの表面カバーのフィリップスネジの下にある4つのねじジャッキが正しく緩められていることを確認します。正しく緩められない場合は、期待通りに機能しません。詳細については、特許番号 985012.000『Q シリーズ DMA 機器の解梱』と同梱の手順シートの3ページを参照してください。

装置の取り付け

DMA 装置が正しく設置されたときにすぐ操作できるよう、出荷前に電気的、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 DMA を接続する
- ケーブルおよびガスラインを接続する
- 230 Vac 電源用変圧器を取り付ける(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、DMA 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

DMA 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

DMA 試験の感度を保つため、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。DMA 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: DMA 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バージガスの供給源



注意: DMA 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: ... 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。

DMA 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 まで加熱します。
2. 30 分間等温にします。

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、DMA 装置の後方パネルにアクセスできる必要があります。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。全コンピュータのケーブルの蝶ネジを締めます。



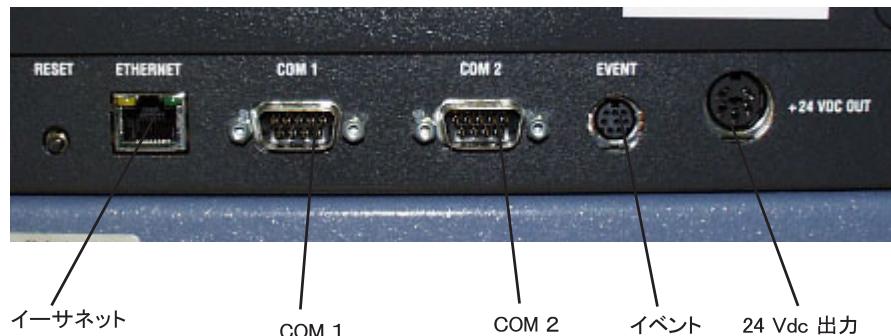
注意: 電源コードを入れたり抜いたりする場合は、必ずコードではなくプラグで行ってください。



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。つまずく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。

ポート

DMA 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。



DMA 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	アクセサリー用ポート。GCA 通信用に使用します。
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 DMA との接続には使用しません。

(表続く)

ポート	機能
ベースパージ	使用しない
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。
エアーベアリング ガス導入口	エアーベアリング用ガスの導入口です。清浄で乾燥した空気または不活性ガスの供給源(ゲージ圧 410 ~ 450 kPa [60 ~ 65 psig])を必要とします。
冷却ガス排出口	GCA 不使用の場合に冷却ガスを電熱炉に供給します。



DMA の右裏面のポート

エアーベアリング ガスおよびエアー フィルタ レギュレータの接続

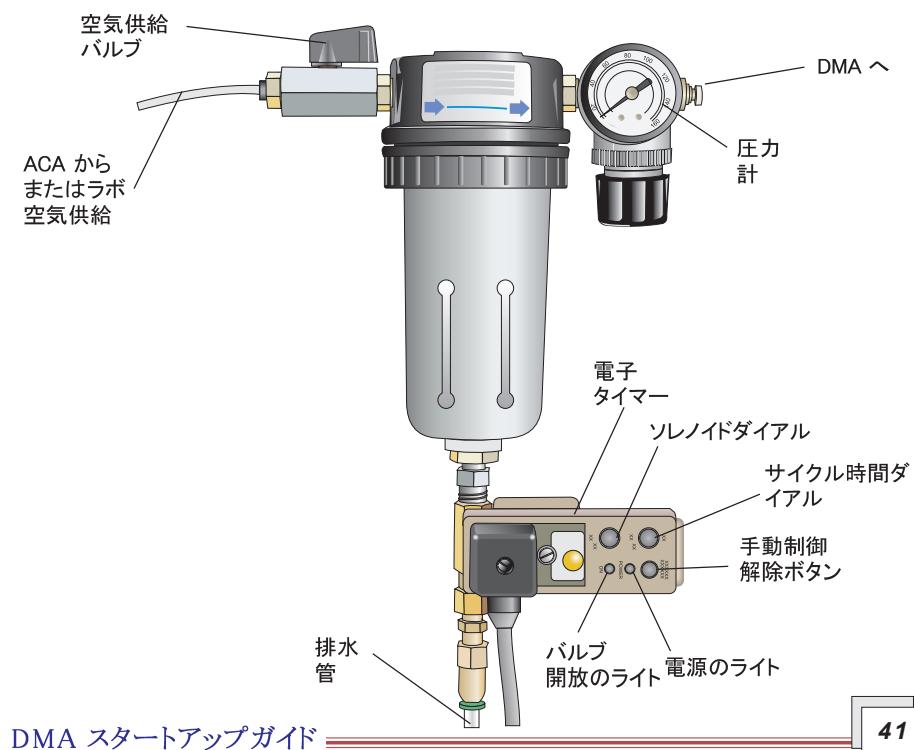
DMA は、エアーベアリング システム用にゲージ圧 410 ~ 450 kPa (60 ~ 65 psig) の空気または不活性ガス(例えば窒素)の供給を必要とします。エアーフィルタレギュレータ用の空気供給源としては、中央ラボの供給源、あるいは TA Instruments のエアーコンプレッサー アクセサリー(ACA)が利用可能です。オイルを使用しない圧縮装置である ACA についての詳細は 28 ページを参照してください。下の図に示されるエアーフィルタ レギュレータは装置に接続して使用し、清浄で乾燥した油分を含まないガスをエアーベアリングに供給します。エアーフィルタは供給される空気から油分、水分、微粒子を除去します。



注意: 装置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。

このガスは電熱炉のパージにも使用されます。不活性雰囲気を必要とする場合は、エアーベアリングに対しても不活性ガスを使用する必要があります。エアーベアリングは、毎分およそ2リットルの割合でガスを使用します。パージガスは装置の内部を通って流れ、サンプルに達するようになっています。

メモ: 温度が 400°C を超える場合は、エアーベアリング用ガスとして窒素を使用することをお勧めします。



エアーフィルタレギュレータを装置に接続する際は、前のページにある図を参照し、次の説明に従ってください。

1. DMAに使用する空気供給源を決定してください。フィルタが必要とする部品（継手）は、使用する空気供給源の種類によって下記のように異なります。
ACA 空気供給源: エアーフィルタレギュレータには、装置の左側のバルブに Parker クイックコネクト継手があらかじめ取り付けられています。この継手は ACA に付属する管と併用するため、継手を取り外す必要はありません。

ラボ空気供給源: 先ず装置の左側のバルブに取り付けられた Parker クイックコネクト継手を取り外す必要があります。その後、アクセサリーキットに含まれている Swagelok® 継手を取り付けてください。

2. 空気供給バルブを [オフ] の位置にしてください。
3. 空気供給源に応じて、適切な管をエアーフィルタレギュレータの左側に次のように接続してください。

ACA 空気供給源: 1/8 インチ管を ACA (右の図を参照) から導き、Parker 継手に押し込んでください。管を継手にしっかりと挿入してください。

ラボ空気供給源: 1/4 インチ管を空気供給源から導き、エアーフィルタレギュレータに取り付けられた Swagelok® 継手に接続してください。

4. 細型 1/8 インチ管の一端をエアーフィルタレギュレータ継手に押し込んでください。管を継手にしっかりと挿入してください。ACA に付属する管は、10 フィート全体を使用して ACA およびエアーフィルタレギュレータを接続する必要があります。管を切断しないようにしてください。ただし、管をコイル状に巻くことで設置空間を節約できます。



エアーコンプレッサー アクセサリー

Swagelok® は、Swagelok Company (米国オハイオ州ソロン) の登録商標です。



注意: ACA に付属する管は、ACA の排出口およびエアーフィルタレギュレータの導入口を接続する際、全体(3 m [10 フィート])を使用してください。これにより空気中の水分凝縮が促進され、エアーフィルタレギュレータの効率を改善します。



警告: 爆発性または腐食性のガスをエアーベアリングガスとして使用することは危険であり、DMA 装置の損傷を引き起こします。エアーベアリングガスには、空気または不活性ガス(窒素など)のみを使用するようにしてください。

5. DMA 装置の右後方にあるエアーベアリングのガス導入口の位置を確認してください。



6. エアーフィルタレギュレータに接続されている細型 1/8 インチ管の反対側の端を DMA 後部右側にある Legris 継手に押し込んでください。管を継手にしっかりと挿入してください。

7. 電子タイマーのプラグをエアーコンプレッサー アクセサリー(ACA)120 Vac のアクセサリー用電源コンセントに差し込んでください(空いている場合)。ACA がない場合は、DMA の背面にあるアクセサリー用コンセントに電子タイマーのプラグを差し込んでください。この図を参照してください。



8. 電子タイマーの自動排出用のダイアルで、排出サイクル間の時間およびサイクル内でソレノイドバルブを開いたままにしておく時間を設定してください。

メモ: 推奨する設定値は、サイクル時間ダイアルが 20 ~ 30 分、ソレノイドダイアルがおよそ1秒です。

9. フィルタ 排出口 圧力が 410 ~ 450 kPa (60 ~ 65 psig) に設定されていることを確認してください。
10. エアーフィルタレギュレータの空気供給 バルブを [ON] の位置にしてください。DMA 内部のソレノイドバルブがエアーベアリングへの流量を制御します。
11. エアーコンプレッサー アクセサリー をエアーフィルタレギュレータに接続して使用している場合
 - a. ACA の電源を入れる前にレギュレータの 圧力計を確認してください。

エアーフィルタレギュレータの圧力計がゲージ圧 70 kPa (10 psig) 以上を示す場合は、電子タイマーの自動制御解除ボタンを押して圧力を解放してください。

ゲージ圧 70 kPa (10 psig) 以上の圧力があるときに ACA の電源を入れると、ACA に大量の電流が流れるためにヒューズが切れことがあります。
 - b. ステップ 11a を行った後、ACA の電源コードのプラグを DMA の後部にあるアクセサリー用コンセントに差し込んで電源を入れてください。

エアーフィルタレギュレータの正しい取り付けとメンテナンスは、DMA エアーベアリングの性能および寿命にとって重要です。(エアーフィルタレギュレータのメンテナンスについては、オンラインヘルプを参照してください。) 効率の高いシステムでは、圧力損失は最小限に抑えられ、水分、油分、埃、錆などの汚染物質は確実に除去されます。エアーフィルタレギュレータに供給される空気に関して次のような最低基準を推奨します。

- 油分および液体水分 = < 2 mg/m³
- ゲージ圧 690 kPa (100 psig) における水蒸気の露点 = 0°C (32°F)

メモ: 乾燥ドライヤーを使用する場合は、エアーフィルタレギュレータの後に取り付けるようにしてください。

冷却ガスラインの接続

空冷は、ガスクーリングアクセサリー(GCA)がDMAに接続されていない場合に、DMA電熱炉を室温まで冷却し、水中クランプ液を加熱するため(GCAについての詳細は、『GCAスタートアップガイド』またはオンラインヘルプを参照してください。)

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。
DMA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。



冷却ガス排出口の接続

DMA の冷却あるいは冠水クランプ流体の加熱に空気冷却機能を使用している場合は、これらの説明に従って空気冷却排出口に対して必要な接続を行ってください。

1. 冷却ホースアクセサリー(右の図に示しています)を次のように取り付けてください。
 - a. 図に示されている冷却ホースの巻状を確認してください。ホースを取り付ける前に、装置にホースを近づけて継手の間の距離と同じ長さとなるよう確認しながら、図に示された巻状に折り曲げてください。ホースはその巻状を保ちます。(取り付けた後にホースを曲げると装置のフレームに応力がで、この手順では、それを取り除くことを目的としています。)
 - b. ブラケット上の継手および装置内部につながる継手に冷却ホースを接続する際にはレンチを使用してください。
5. 上の図のようにホース継手を冷却ホースアクセサリー導入口に取り付けてください。
6. エアーベアリング ガス導入口のとなりにある空冷導入口継手の位置(右の図参照)を確認してください。



空冷排出口およびホース継手に接続された管
ホース継手

冷却ホース
アクセサリー



冷却ガス排出口

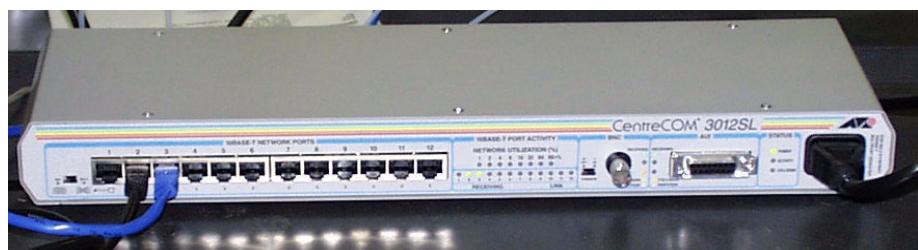
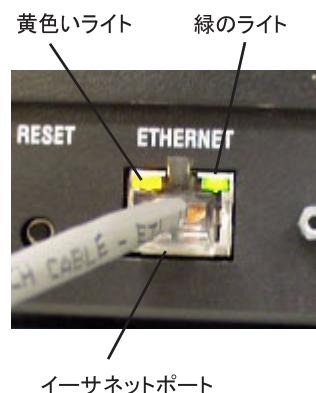
7. 3/8 インチ ID 管を空冷排出口から導き、冷却ホースアクセサリー導入口のホース継手(ステップ 5 で取り付け済み)に接続してください。ガスクーリング アクセサリー(GCA)が DMA に接続されている場合は、管を接続する前に GCA フィード ホースを取り外す必要があります(『GCA スタートアップ ガイド』またはオンラインヘルプを参照してください)。

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、12-ポート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。

ハブに装置を接続する

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。

ハブにコントローラを接続する

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なきます。
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。



コンピュータのイーサネットポート

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なきます。

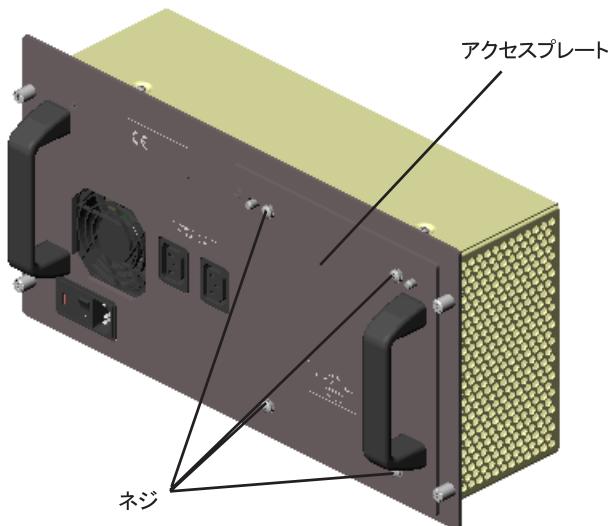
電圧構成ユニット

120 Vac ではなく 230 Vac を使用する場合には、電圧構成ユニットが必要になります。次の手順に従って、変圧器を電源制御ユニット(PCU)に取り付けます。

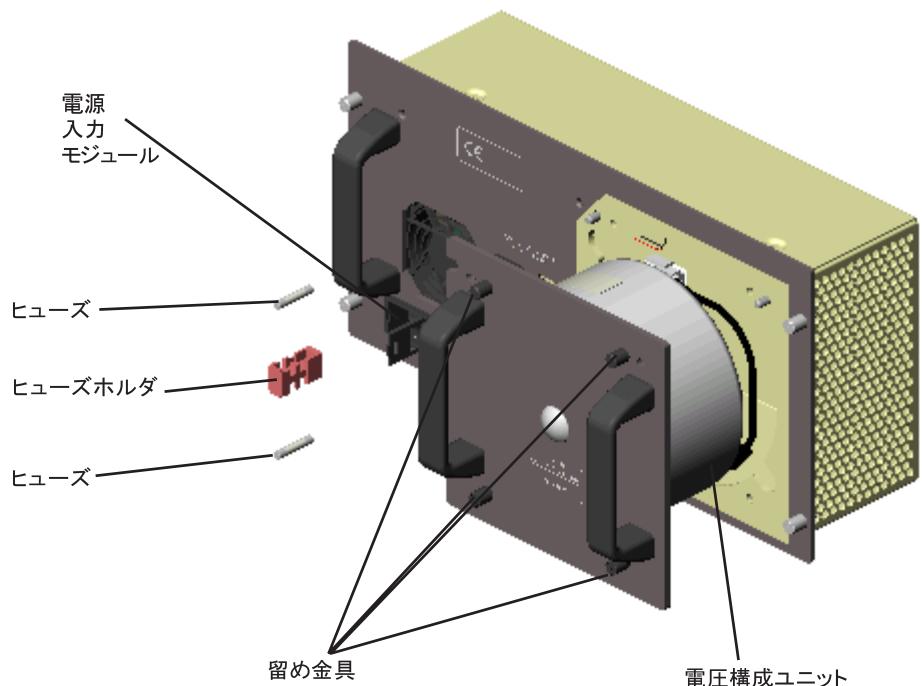
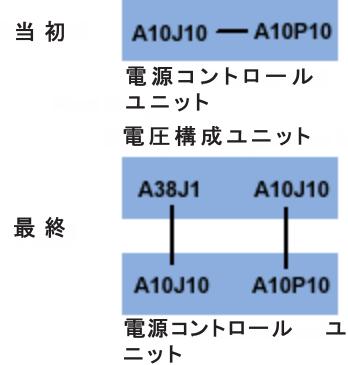


警告: ラベルに記載されているように、この装置には高電圧がかかります。必ず装置のプラグを抜いてから、手順に従うようにしてください。13 ページの警告を参照してください。

1. 出荷ボックスから中身を取り出して、すべてのコンポーネントが揃っていることを確認してください。
2. 固定するために取り付けられた 4 本のネジを外して、装置の後ろにあるアクセスプレートを取り外します。下の図を参照してください。

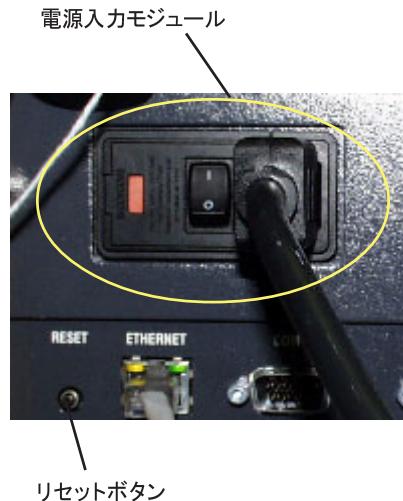


3. PCU の中にある A10P10 から A10J10 コネクタの接続を解除します。電圧構成ユニットにある A10J10 コネクタを PCU の中にある A10P10 に接続します。次に、PCU の中にある A10J10 を、耐サージ サブアセンブリの A38J1 に接続します。詳細は、右の図を参照してください。
4. サブアセンブリを PCU に取り付けて、4 本の留め金具を締めてしっかりと固定します。
5. 電源入力モジュールからヒューズ ホルダを取り外し、10 amp ヒューズをキットで供給されている 6.3 amp ヒューズと交換します。10 amp ヒューズは破棄します。下の図を参照してください。



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. DMA POWER スイッチが [Off (0)] 位置にあることを確認します。
2. 電源ケーブルを DMA 電源入力モジュールに差し込みます。



注意:DMA 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。ユニットの後ろのラベルをチェックして、電圧をチェックします。

3. 電源ケーブルを壁コンセントに差し込みます。

DMA の起動

1. DMA 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 DMA 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。

DMA 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、DMA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な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。

装置の電源をオフにする、またはリセットを行う場合は、次のステップに従ってください。

- タッチスクリーンの [DRIVE/ドライブ] キーまたは [STOP/停止] キーを押して、ドライブをロックします。
- システムに位置の目盛り調整を保持する時間を与るために 10 秒間待ってください。
- 次のようにして装置をシャットダウンしてください。

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。

- 電源スイッチを [OFF (0)] 位置に設定します。

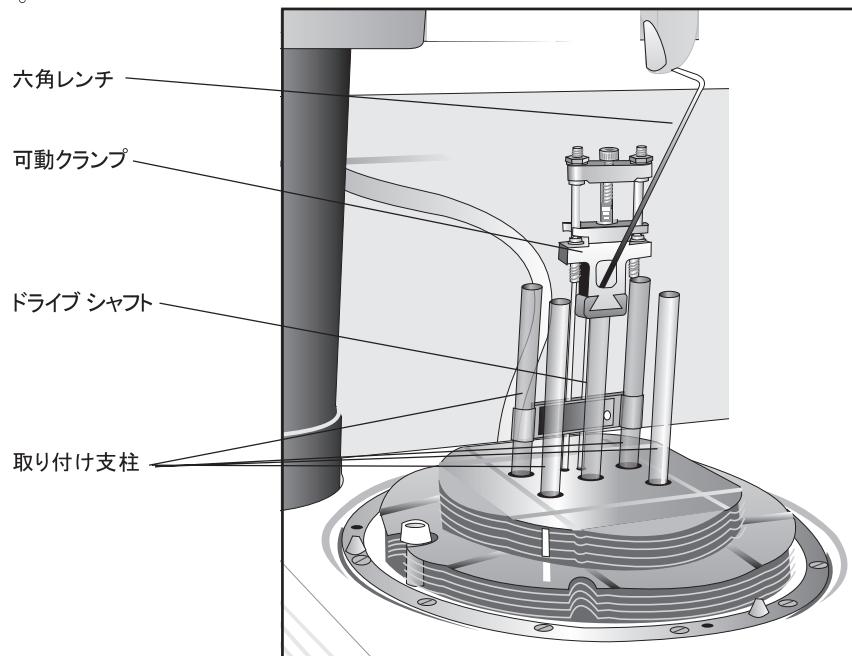
シングル/デュアルカンチレバーの取り付け

DMAを最初に受け取ったら、クランプを取り付ける必要があります。下記の手順では、DMAで使用される標準クランプであるシングル/デュアルカンチレバークランプの取り付けおよび取り外し方法を説明します。後で異なるサンプルジョイントが必要となった場合は、試験に適切なクランプを取り付けることができます。

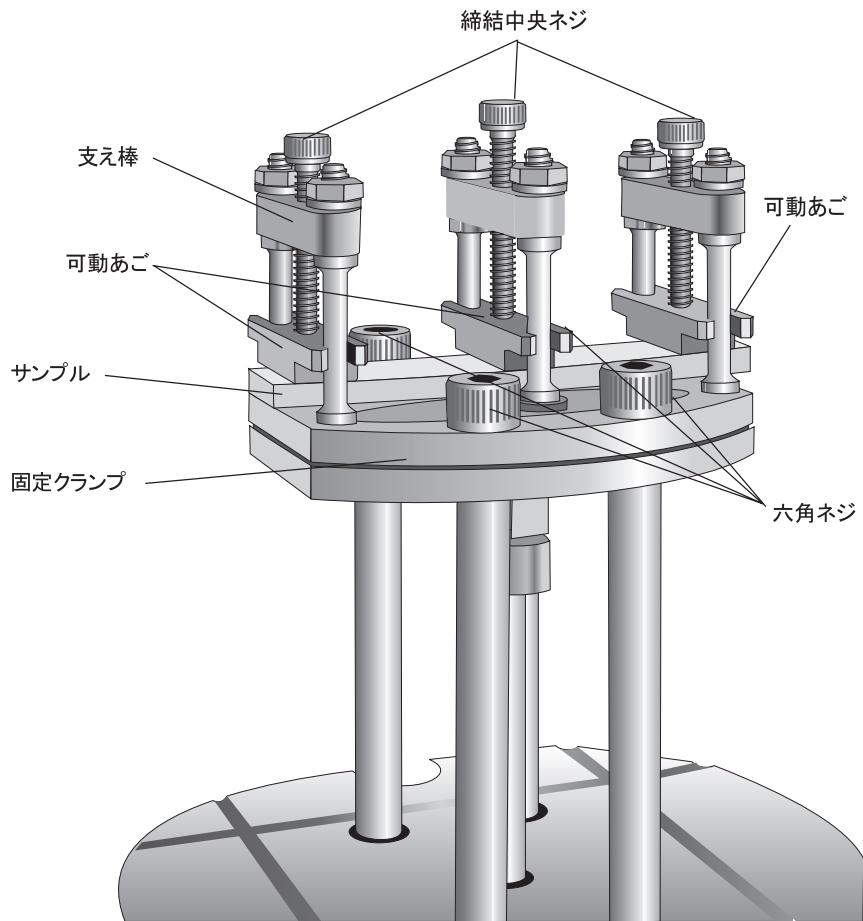
シングル/デュアルカンチレバークランプは、剛性が低-中度のサンプルを分析するために使用されます。サンプルはカンチレバーコランプを使って、しっかりとクランプされます。

DMAにシングル/デュアルカンチレバーコランプを取り付けるには、次のステップに従ってください(部品の確認には次のページの図を参照してください)。

1. 可動クランプのダブティルをドライブシャフトのダブティルホルダにスライドさせます。ダブティルをホルダの端と合わせてください。
2. 下の図で示されているように $1/16$ 六角レンチを差し込み、可動クランプ中央の止めねじを締めてください。(または、可動クランプの開口部に入るように短くなっている六角レンチを使用してください。)止めねじを締め過ぎないでください。



3. 可動クランプの上から固定クランプを注意して下ろします。(熱電対の位置を変える必要がある場合があります。その場合は、65 ページの説明を参照してください。)
4. 下の図に示されるように、固定クランプを取り付け支柱にあわせて、4 つの六角ネジを締めてください。



5. 固定クランプとの隙間が平衡で等間隔となるように、可動クランプの位置を調整してください。可動クランプの位置を調整するために、止めネジを再度緩める必要があります。止めネジを緩めたときは、必ず締め直してください。
6. コントローラで適切なクランプの種類とモードが選択されていることを確認してください。
7. クランプの質量およびコンプライアンスについて、クランプの較正を行ってください(オンラインヘルプを参照してください)。
8. サンプルに触れない程度に接近するように熱電対の位置を調整してください。

シングル/デュアルカンチレバーの取り外し

クランプの取り外しは次の手順で行います。

1. [DRIVE]キーを押してクランプをロックしてください。
2. 取り付け支柱の上にある固定クランプを支える4つの六角ネジを緩めます(取り外さないでください)。
3. 4箇所の支えから固定クランプを持ち上げてください。
4. 可動クランプの止めネジを緩め、ダブティールホルダから滑り出すようにしてクランプを取り外してください。

第3章

使用、メンテナンス、および診断

DMA の使用方法

すべてのDMA試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ト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ト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。

- 装置の較正
- サンプルの選択と準備
- TA インストルメントコントロール ソフトウェアによる、測定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
- 準備したサンプルをロードし、電熱炉を閉じる
- 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、DMAとコントローラが条件が満たされていることを確認します。

- DMA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(エアーベーリングおよび空冷)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ー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
- DMAの較正が行われていること(必要な場合)

DMA の較正

正確な試験結果を得るには、DMAを最初に取り付けるときに較正を行う必要があります。最善の結果を得るために、定期的に較正をするようにしてください。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、インストルメント 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マニュアルを参照してください。

位置の較正

この較正はドライブ シャフト(およびスライド)の絶対位置をオプティカル エンコーダーの値と対応させるために行います。位置の較正は、較正がずれたり、装置を移動した場合なども含めて、少なくとも1ヶ月に1回は行うようにしてください。

電気的較正

この処置は、装置の周波数範囲全体について、装置の電気部品およびドライブ モーターの較正を行います。自動的に空気を除去してスライド(ドライブ シャフト)をロックし、較正リファレンスとして、静的荷重(プレロード荷重)をモータ電気的較正は、DMA を移動した場合なども含め少なくとも 1 ヶ月に 1 回、行うようにしてください。

荷重の較正 (バランスおよびウェイト)

荷重の較正は、クランプがサンプルに加える力および装置が試験中に記録する荷重の大きさを調整します。荷重 較正には 2 つのステップがあります。バランス(ステップ 1) および ウェイト(ステップ 2) の較正です。荷重較正は、DMA を移動した場合なども含め、少なくとも 1 ヶ月に 1 回、行うようにしてください。

ダイナミック較正

ダイナミック較正は、既知の剛性およびロスのあるサンプルを測定することで、装置の動的性能の特徴を調べます。ダイナミック較正は次のような場合に行います。

- DMA を移動した場合
- GCA または 空冷用のフィード ホースを取り外した、あるいは取り付けた場合 または、
- 少なくとも 1 ヶ月に 1 回

メモ: 使用するコンプライアンス サンプル量によっては、ダイナミック較正が完了するまでに 1~2 時間かかることがあります。

クランプの較正

この手続きでは、取り付けられた DMA サンプル クランプ特性の較正を行います。この較正は、初めてクランプを取り付けたとき、またはクランプを交換したときに実行します。取り付けられたクランプの種類によりますが、クランプの較正には最大で 3 つのステップ(質量、ゼロ、コンプライアンス)を必要とします。

DMA 試験の実行

すべてのDMA 試験は、次の手順に従います。これらの手順のすべてが実行されない場合もあります。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。

基本的な試験手順

1. サンプル形状およびモジュラス範囲に応じて適切なクランプを選択し、取り付けおよび較正を行ってください。
2. 熱電対をサンプルの近くに置きます(65 ページの説明を参照してください)。
3. 希望するタイプの試験を実施するために必要な作動モード(DMA マルチ周波数、DMA マルチひずみ、DMA 荷重制御など)を選択してください。
4. 作動モードに応じて、そのモードおよびクランプの種類によって定義される荷重、周波数、加熱速度などを考慮した、適切な手順を作成してください。(適宜、周波数または振幅の表を含めてください。) プログラム化された試験テンプレートを利用することもできます。
5. DMA に適切に準備されたサンプルを装填します。次に、[測定] を押してモーターを始動し、必要とする測定値を検討して、条件が整っていることを確認してから、試験に進んでください。
6. 電熱炉を閉じて試験を開始します。

これらのステップはオンライン ヘルプで詳細に説明されています。

クランプセットの選択

多くのサンプルではその形状およびモジュラスによって、試験に使用されるクランプが決定されます。サンプルの種類によっては自動的にクランプが規定されるものもあります(フィルムなど)。その他のサンプルについては、いくつか可能なクランプセットが存在します(充填熱可塑性樹脂の棒など)。また、幅広い温度範囲にわたって単一物質の測定を行うために複数セットの条件が必要となることもあります。クランプ固定部品に通常対応する物質の種類を下の表に示します。

適切なクランプセットを選択した後、装置が試験を正しく制御し、サンプルのモジュラスを正確に測定できるように、選択されたクランプ情報を DMA に反映させる必要があります。クランプの種類は、インストルメントコントロールソフトウェアから選択します。詳細は、オンラインヘルプを参照してください。

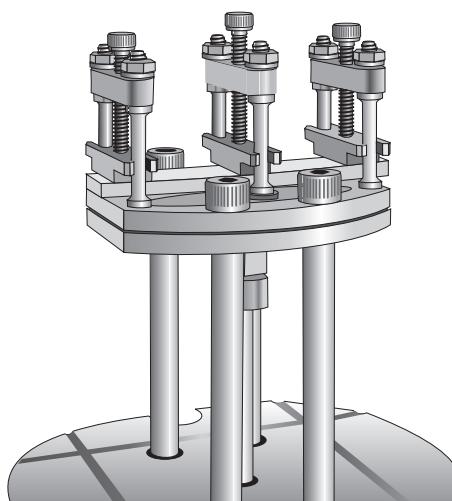
本章では、DMA に付属する標準クランプセットであるシングル/デュアル カンチレバーについての情報を提供します。オプションのクランプを選択する場合は、使用に関する詳細についてオンラインヘルプを参照してください。

クランプ	サンプルの種類	例
3 点曲げ	高剛性、低減衰	金属、セラミックス、高充填熱硬化性ポリマー、高充填結晶性熱可塑性ポリマー
カンチレバー (シングル/デュアル)	低～中度の剛性	熱硬化性樹脂、エラストマー、アモルファスまたは低充填熱可塑性物質
せん断	低粘性 液体からガラス転移点以上のエラストマー タイヤゴム	非硬化樹脂、Bステージ物質、
圧縮 (標準および水中)	ゲルおよび低剛性のエラストマー	化粧品等、練り歯磨き、ヒドログル
フィルムテンション (標準および水中)	薄フィルムおよびファイバー	各種フィルム (表続く)

クランプ	サンプルの種類	例
ファイバーテンション (標準および 水中)	单一/束のファイバー	各種ファイバー
針入	あらゆる物質	あらゆるサンプルで DMA 針入、ガラス転移、 融解分析が可能(ただし、 定量的 DMA 試験には 使用しない。)

シングル/デュアルカンチレバー クランプ

シングル/デュアル カンチレバー クランプは剛性が低～中度の物質に使用することができます。熱硬化性樹脂からエラストマー、アモルファス、低充填熱可塑性樹脂までの物質をサンプルとして用いることができます。デュアル カンチレバー クランプは低剛性のエラストマーおよび硬化樹脂の測定に適しています。シングル カンチレバーは、アモルファスポリマーおよびエラストマーの特性をガラス転移点前後で測定する場合や熱膨張率の高い物質の分析を行う場合に、必ず使用してください。



サンプルのサイズ

長さ: シングル: 4, 10, 17.5 mm
デュアル: 8, 20, 35 mm

幅: 最大 15 mm

厚さ: 最大 5 mm (良好な結果を得るには、最大 1,75 mm)。

メモ:シングル/デュアル カンチレバーで良好な結果を得るために
は、長さおよび厚さの比を 10 以下にしてください。

熱電対の位置合わせ

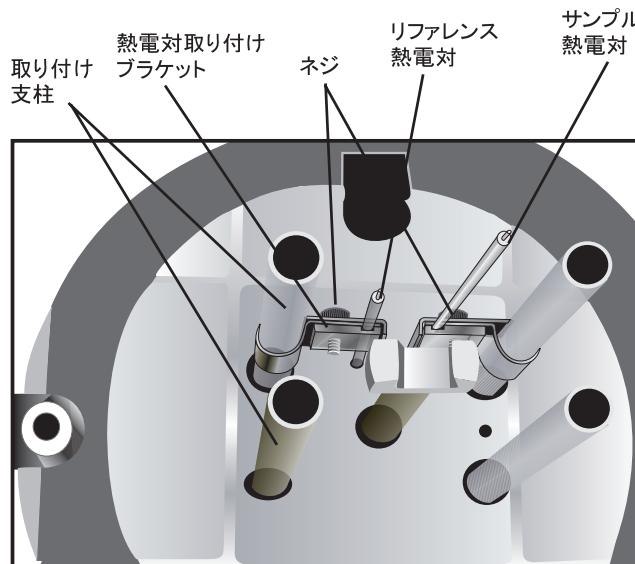
DMA 電熱炉の空洞内には 2 つの熱電対があります。右側の熱電対は、水中圧縮および水中フィルム/ファイバーの両クランプを除くすべてのクランプのサンプル温度を読み取ります。2 つの水中クランプについては、伸張された左側の熱電対を使用して液体およびサンプルの温度を測定します。

非水中クランプを使用する場合は、右側の(サンプル)熱電対がクランプにロードされたときに、サンプルに触れない程度に近づける必要があります。左側の(参照)熱電対はサンプルの近くに配置する必要はないため、必要に応じてサンプルやクランプから遠ざけてください。

水中クランプを使用する場合は、左側の(サンプル)熱電対を折り曲げて先端を液体に浸し、タンクの底に触れない程度に近づける必要があります。スライドは、熱電対に妨害されることなく自由に動けるようにします。左側の(参照)熱電対はサンプルの近くに配置する必要はないため、必要に応じてサンプル、クランプ、タンクから遠ざけてください。

熱電対が曲がったり位置がずれたりした場合、また、新しいクランプを取り付けた場合など、片方または両方の熱電対の位置を調整する必要が生じことがあります。その場合は、下図を参考しながら、次のステップに従ってください。

1. 右の図に示されている熱電対取り付けブラケットのネジを緩めてください。



クランプを取り外した状態を上から見た図

2. 熱電対を必要に応じて上下に動かし、適切な角度に曲げてください。
3. ブラケットのネジを締め直してください。
4. 必要があれば熱電対の先端の角度を調整し、サンプルに触れない程度に近づけてください。サンプルにより近接させるには、熱電対を曲げる必要が生じることもあります。熱電対を曲げる際には壊れないように注意してください。極端に曲げるのではなく、全体的に緩やかに曲がるようにしてください。

作動モードの選択

DMAには複数の作動モードがあります。下の表に示されている各モードは、実行可能な各種試験を反映したもので試験を開始する前にインストルメントコントロールソフトウェアを使用して作動モードを選択する必要があります。

モード	試験
DMAマルチ周波数 応力/ひずみ	<ul style="list-style-type: none"> • 時間、温度、ストレージとロス モジュラスの周波数依存性、タン デルタ δ • 類似物質の比較 (モジュラス、転移温度) • 热硬化時の挙動 • TTS 負荷における長期的性能の予測
DMAマルチひずみ	<ul style="list-style-type: none"> • 線巻粘弹性域の評価 (LVR) • エラストマーにおける Mullens 効果
DMAマルチ応力	<ul style="list-style-type: none"> • 応力疲労 • 応力依存 LVR
DMAクリープ	<ul style="list-style-type: none"> • クリープコンプライアンス $J(t)$ • 重力(荷重)下での垂れ下がり(伸び)

(表続ぐ)

モード	試験
DMA 応力緩和	<ul style="list-style-type: none"> 応力緩和モジュラス $E(t)$ ガスケットシールの締付度および荷重 固定部品の時間変化
DMA 荷重制御	<ul style="list-style-type: none"> フィルムおよびファイバーの応力/ひずみ曲線 線巻粘弹性域の評価 ガラス転移 軟化点 静的モジュラス 熱膨張(基本測定)
DMA 等応力	<ul style="list-style-type: none"> フィルムの配向効果の処理 収縮力
DMA ひずみレート	<ul style="list-style-type: none"> ヤング率 降伏点

サンプルの準備および装填

サンプルの準備は、正確で再現性のある測定値を得るために最も重要な要素の1つです。各クランプにはそれぞれ固有なサンプルの準備方法があります。

標準のシングル/デュアル カンチレバー クランプの手順について以下に示します。

シングル/デュアルカンチレバークランプ サンプルの準備

サンプルは、成形、機械加工などの方法により直方体としたものをデュアル カンチレバー クランプで使用するのが理想的です。

- 厚さ 長さと厚さの比の最小値は 10 ~ 1、直方体の厚さはデュアル カンチレバー クランプの全長の 1/10 ~ 1/32 としてください。厚さの最小値は 5 mm です。
メモ:サンプルの厚さは均一かつ正確に測定されていることが非常に重要です。サンプルの厚さの 3 乗がモジュラスの計算に使用されるため、厚さの 3 % の誤差は計算されたモジュラスでは 10 % の誤差になります。
- 幅:直方体の幅は 5 ~ 15 mm、幅および厚さの寸法はサンプル全体にわたって 0.02 mm 以下としてください。
- 長さ:サンプルが電熱炉に触れずにデュアル カンチレバーの支えに乗るように、サンプルをカンチレバーの支え間の距離より 5 mm 長く切断してください。この長さは、デュアル カンチレバー クランプではおよそ 55 ~ 60 mm、シングル カンチレバー クランプではおよそ 30 mm となります。



**注意:サンプルが電熱炉および加熱要素に触れないよう
にしてください。**

円筒や管など、他の形状のサンプルをデュアル カンチレバー クランプで使用することができますが、これらの形状ではクランピングの有効性が低下するため、結果としてモジュラス測定の不確実性が増加します。

メモ:サンプルの剛性が装置の限界 ($10^2 \sim 10^7 \text{ N/m}$) を超えないようにサンプルの大きさを調節してください。サンプルが物理的にクランプに納まったとしても、サンプルに測定を行うのに十分高い(または低い)剛性があるとは限りません。

作動範囲: シングル/デュアル カンチレバー クランプ

クランプの選択およびサンプルの大きさの決定には下記の2つの方程式が指針となります。これらの方程式は、ある大きさのサンプルの特性が測定可能か、それともその大きさを変更する必要があるかを決定する基準としても利用できます。

以下のページに、サンプル クランプの可能なサンプル サイズとモジュラス範囲の対応関係を示します。適切なサンプルの大きさは下の方程式ではジオメトリー ファクター(GF)として計算されています。モジュラス範囲は DMA が作動可能な剛性の範囲($10^2 \sim 10^7 \text{ N/m}$)に基づいています。

ジオメトリー ファクター方程式

$$\text{シングル カンチレバー: } GF = \frac{1}{F} \left[\frac{L^3}{12I} + 2S(1+v) \frac{L}{A} \right]$$

$$\text{デュアル カンチレバー: } GF = \frac{1}{F} \left[\frac{L^3}{24I} + S(1+v) \frac{L}{2A} \right]$$

詳細:

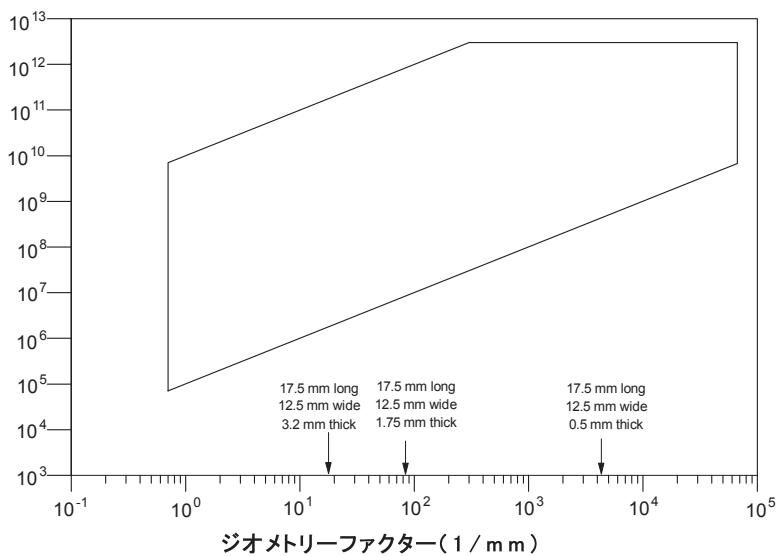
L	=	片側のサンプル長(mm)
q	=	サンプル断面積(mm^2)
I	=	ジオメトリー モーメント(mm^4) = $1/12 T^3 W$ (直方体の場合)
T	=	サンプル厚さ(mm)
W	=	サンプル幅(mm)
F	=	クランピング係数(公称値 0.9)
S	=	せん断係数(公称値 1.5)
v	=	ボアソン比(公称値 0.44)

メモ: クランピング係数 F に用いる値を決定するにはオンライン ヘルプの『クランピング係数』のセクションを参照してください。

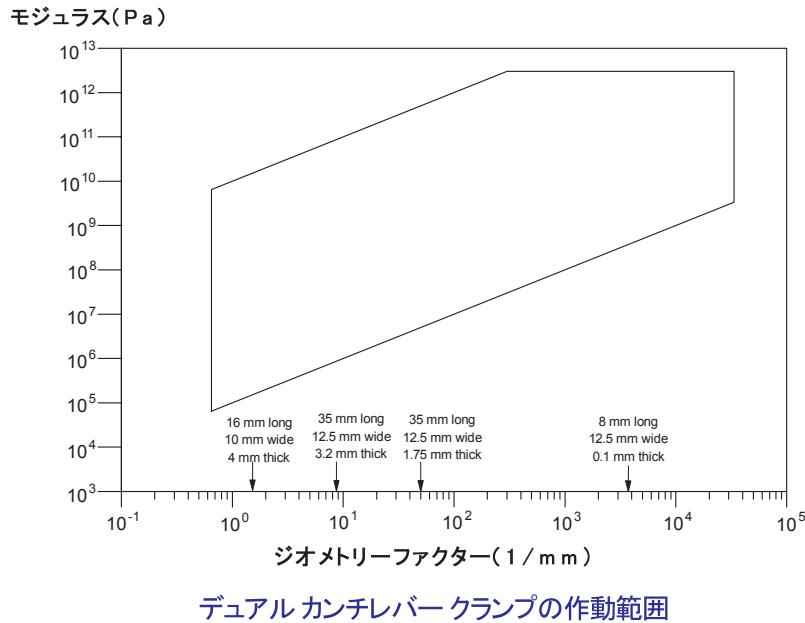
これらの方程式については、オンラインヘルプに詳細な説明があります。

次の 2 つの図は典型的なサンプルのジオメトリーを示したものです。

モジュラス(Pa)



シングル カンチレバー クランプの作動範囲



作動範囲図の使用

上の図を利用して、一定の物質についてサンプルの適切な形状を決定したり、ある大きさのサンプルが測定可能かどうかを判断することができます。ある物質についてサンプルの適切な大きさを決定するためには、測定対象となる物質のおおよその挙動(モジュラス)に関する知識が必要です。例えば、ある物質のモジュラスが室温ではおよそ $3 \times 10^9 \text{ Pa}$ で、 T_g 以上では 10^7 Pa になるとします。65 ページおよび 66 ページの図を見ると、ほとんどのジオメトリー ファクターで同物質($>0 \sim 10^2 \text{ 1/mm}$)のみが、ガラス転移点以上のサンプルを扱えることがわかります。

図の 2 番目の使用方法は、ある大きさのサンプルが測定可能かどうかを判断することです。例えば、幅 12.5 mm 厚さ 3.2 mm のサンプルを標準(35 mm)のカンチレバー クランプで測定するとします。シングル カンチレバー クランプ(17.5 mm)およびデュアル カンチレバー クランプ(35 mm)におけるジオメトリー ファクターが上図に示されています。この物質の室温でのモジュラスが比較的低い(ここで 10^6 Pa)とすると、このサンプルはデュアル カンチレバー クランプでは問題なく測定できますが、シングル カンチレバーにおいては作動範囲の下端にあることになります。室温より高い温度での正確なデータを求めるのであれば、デュアル カンチレバー クランプの使用が適切であり、シングル カンチレバー クランプを使用する場合はより小さな(10 mm または 4 mm)サイズのものが必要となります。

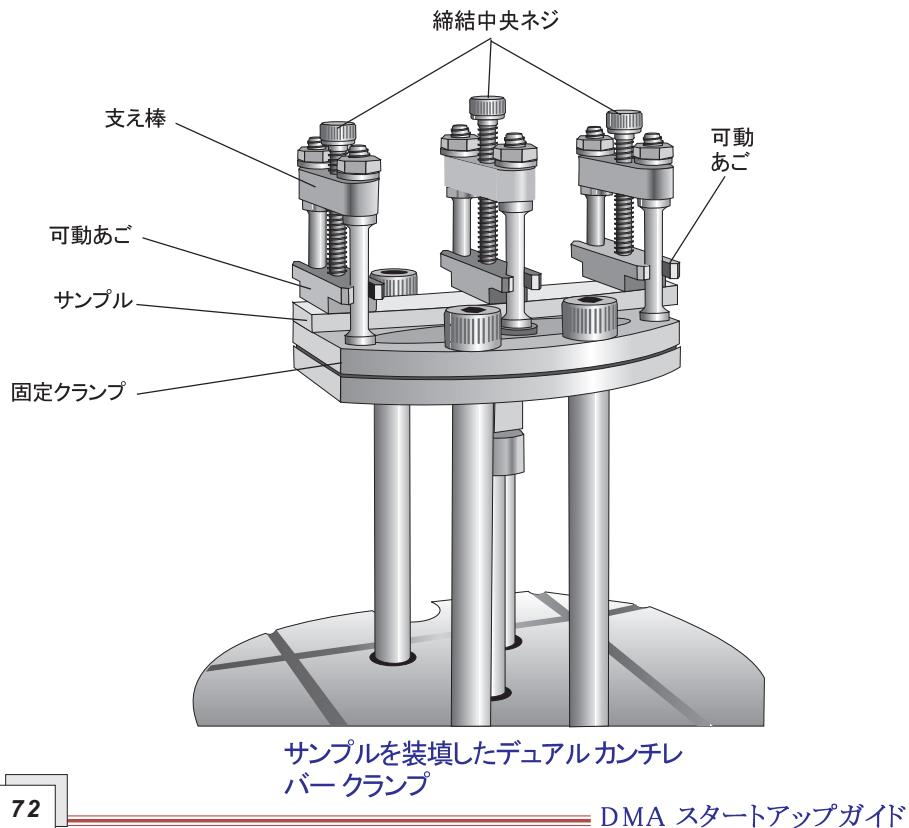
シングル/デュアルカンチレバークランプ サンプルの装填

本セクションでは、高剛性サンプルと、低剛性サンプルの装填法について説明します。使用するサンプルに該当するセクションを参照してください。

高剛性サンプルの装填

高剛性サンプルをシングル/デュアルカンチレバークランプに装填する場合は次のステップに従ってください。

1. 下の図のように、3本の締結中央ネジ(シングルカンチレバークランプの場合は2本)を緩めてください。
2. [DRIVE/ドライブ]キーを押して可動クランプを解放(浮動)してください。



- 可動あごを1つづつ順番に持ち上げ、サンプルを片側からクランプ面の間を通してスライドさせます。

メモ:物質の熱膨張率が大きい場合は、正確な結果を得るためにデュアルカンチレバークランプではなくシングルカンチレバークランプを使用してください。シングルカンチレバークランプを使用する場合はサンプルを熱電対に近接させるため後部固定クランプを使用してください。

- 固定クランプの締結ネジをしっかりと指で締めてください。
- 可動クランプの締結ネジをしっかりと指で締めてください。
- [DRIVE/ドライブ] キーを再び押してクランプをロックしてください。
- クランピングを最大にし、サンプルの変形を最小に抑えるには、トルクレンチでそれぞれの締結ネジを締めてください。推奨するクランピングトルクは、高モジュラス物質($E' > 5$ GPa)の場合で 1.1 N·m(10 in-lb)、熱可塑性のサンプル($E' \sim 1$ GPa)で 0.6 ~ 0.9 N·m (5 to 8 in-lb)です。ほとんどのエラストマーについては T_g より上の場合、指で締められる程度となります。
- 熱電対の位置がサンプルの下からおよそ 1 mm、横から 1 mm となるように調整してください。



注意:サンプルが電熱炉および加熱要素に触れないようしてください。

樹脂などの低剛性物質の装填 ファイバーグラス ブレード上の物質

ファイバーグラス ブレード上で、樹脂などの サンプルを分析するために、シングル/デュアル カンチレバー クランプを用いる場合は、8 mm デュアル カンチレバー クランプの使用を推奨します。クランプにサンプルを装填するには次のステップに従ってください。

1. 剛体サンプル(鋼のコンプライアンス サンプルなど)を用いて前述のセクションのステップ 1 から 6 までを実行してください。
2. 締結中央ネジを緩めて剛体サンプルを取り除いてください。
3. 可動あごを 1 つづつ順番に持ち上げ、クランプの面が閉じないようにペーパークリップなどの小さなものをあごの間に滑り込ませて支えてください。樹脂が可動あごに接着して開かなくなることを防ぐために、クランプの角面にアルミホイルを置くようにしてください。
4. 樹脂をブレード上に薄く均一に伸ばし、樹脂の装填されたブレード サンプルを準備します。
5. 準備したブレードをクランプの片側から注意してスライドさせます。
6. ペーパークリップなど、クランプ面に使ったものを取り外します。
7. 締結中央ネジをしっかりと指で締めてください。六角レンチを用いてネジをさらに 1/4 回転締めてください。
8. 热電対の位置がサンプルの下からおよそ 1 mm、横から 1 mm となるように調整してください。

サンプル長の測定

正確なモジュラス値を得るために、サンプルの寸法が正確に測られていることが重要です。

- デュアル カンチレバー クランプを使う場合、サンプル長は 2 つの固定クランプの間の長さから可動クランプの厚さを引いた長さによって定義されます。これは固定値(35 mm)となるため、検証しないで用いることができます。
- シングル カンチレバー クランプを使用する場合、サンプル長は固定クランプと可動クランプの間の長さによって定義されます。ただし、ドライブ シャフ g の柔軟性により、サンプルをクランプに締め付けた後に実際のサンプル長がわずかにデフォルト値からずれることがあります。サンプル長を正確に測るため、伸縮ゲージがアクセサリー ボックスに含まれています。次のセクションでは伸縮ゲージを使用する上で必要な手順を示します。

伸縮ゲージの使用方法

シングル カンチレバー クランプで伸縮ゲージを使って正確なサンプル長測定を行うには次のステップに従ってください。

- 本章の説明に従ってサンプルを準備し、装填します。
- つまみを反時計回りに 4 分の 1 回転ほど回してゲージの先端を緩めてください。図を参照してください。
- ゲージをクランプ間で横向きに、サンプルのすぐ上に挿入してください。

ゲージを固定した後、この長さをキャリパーで測定してください。



4. バネを内蔵したゲージの先端がクランプのあごに対してちょうど直角で、かつサンプルの中央になるようにゆっくりとゲージを回してください。柄を垂直に保ってください。
5. つまみを時計回りに回してゲージの先端をロックしてください。
6. ゲージを横に回して、クランプから外します。
7. 実際のサンプル長と等しくなった ゲージの長さをキャリパーで測定してください。装置パラメータを入力する際は測定値をサンプル長として用いてください。

試験の実施

装置および試験のパラメータを設定し、DMAにサンプルを装填すると、試験を実行する準備が整います。

シングル/デュアル カンチレバー クランプを使用して試験を実行する場合は、次のセクションの説明に従ってください。シングル/デュアル カンチレバーの試験に関係する以下の条件に注意してください。

- 熱可塑性樹脂および剛体エラストマーなど、物質の熱膨張率が大きい場合は、正確な結果を得るためにデュアル カンチレバー クランプではなくシングル カンチレバー クランプを使用してください。
- エラストマー サンプルを低温測定する場合は、最低温度でクランプを締め付ける必要があるかもしれません。これを行うには下記の方法に従ってください。
 - 使用するクランプを取り付け、較正を行ってください。
 - 最初の項目に平衡セグメントを含めた測定手順をプログラムしてください。

メモ:サンプルが設定された最低温度で温度が平衡に達することによる寸法の変化に対応するため、[詳細設定パラメータ] ウィンドウにある [メソッドの均衡後に再測定する] オプションを使用してください。このオプションはフィルム/ファイバー、圧縮、針入クランプにのみ適用されます。

- サンプルをロードしてください。
- クランプを締め付け、タッチスクリーンの [FURNACE/電熱炉] を押して電熱炉を閉じてください。
- メニューから [制御]-[温度に移動] を選択して低温側の開始温度を入力してください。[設定] ボタンをクリックしてください。これにより、ゆがみを引き起こすような力が加わることなく、サンプルが開始温度に達します。

メモ:設定温度は -180 ~ 20°C の範囲内とする必要があります。

- サンプルの温度を観測し、入力した温度に達するまで待ってください。

7. タッチスクリーンの[FURNACE/電熱炉]を押して電熱炉を開いてください。電熱炉が開いている間、GCAは自動的に停止して放出状態となり、電熱炉ヒーターは電源がオフとなります。
8. 注意して、すばやくクランプを締め直してください。



注意:サンプルまたはクランプを扱う際は、適切な工具を使用し、安全予防策を講じてください。サンプルおよびクランプは温度が高くなったり、低くなったりするため、負傷する危険があります。

9. タッチスクリーンの[FURNACE/電熱炉]を押して電熱炉を閉じてください。
10. [START/開始]を押してプログラムされた試験を開始してください。

試験の開始

試験を開始する前に、DMAがコントローラに接続されており、インスト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。DMA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じることがあります。

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、インスト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]機能は試験中のすべてのデータを破棄するのに対し、[STOP/停止]機能は試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。

サンプルの取り外し

試験が完了したら次のようにして サンプルを シングル/デュアル カンチレバー クランプから取り外します。

1. 取り外しを行う前にサンプルが室温に戻るのを待ってください。
2. [FURNACE/電熱炉] キーを押して電熱炉を上げてください。
3. [DRIVE/ドライブ] キーまたは[STOP/停止]を押して可動クランプをロックしてください。
4. 可動あごにはさまれたサンプルを固定している締結中央ネジを緩めて、サンプルを取り外してください。サンプルの残留物がクランプに固着している場合は、かみそりの刃、あるいは類似の工具を使用して削り取ってください。

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、インスト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、測定や電気回路の修理は行わないでください。

タッチスクリーンのクリーニング

DMA 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。

ヒューズの交換



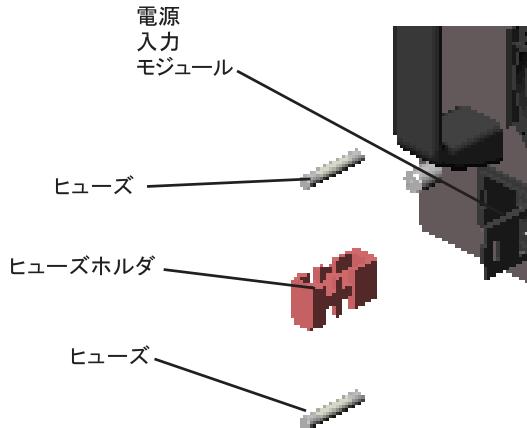
警告：必ず装置のプラグを抜いてから、ヒューズの検査または交換をしてください。

DMA ヒューズの交換

DMA 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 DMA の 部品。部品を注文する場合には、下の表と 85 ページの所在地リストを参照してください。

品番	説明
985011.901	DMA アクセサリー キット(以下の部品を含みます。)
280037.000	工具、トルクドライブレンチ
982161.902	サンプル、ABS (アクリロニトリルブタジエンスチレン) 6 cm (2.35 インチ) (5)
982161.903	サンプル、ABS (アクリロニトリルブタジエンスチレン) 3.5 cm (1.4 インチ) (5)
982165.902	サンプル、ポリカーボネート 6 cm (2.35 インチ) (5)
982165.903	サンプル、ポリカーボネート 3.5 cm (1.4 インチ) (5)
984308.001	サンプル、0.005 インチ較正用
984308.002	サンプル、0.010 インチ較正用
984308.003	サンプル、0.020 インチ較正用
984308.004	サンプル、0.030 インチ較正用
984308.005	サンプル、0.030 インチ x 0.75 較正用
982166.003	サンプル、0.125 コンプライアンス、長さ 6 cm (2.35 インチ)
982166.004	サンプル、0.125 コンプライアンス、長さ 3.5 cm (1.4 インチ)
205221.002	ヒューズ、10 Amp、250 V
900902.901	インジウム サンプル、温度較正用
900907.901	亜鉛、サンプル、温度較正用
983169.001	デジタル キャリバー B&S
270339.002	ウェイト 100 g
259508.000	真ちゅうピンセット
270962.002	伸縮ゲージ(17 mm シングル カンチレバー クランプ用)
205221.001	ヒューズ(6.3 amp, 250 V)
251470.025	イーサネットケーブル(7.7m [25 フィート]、シールド済み)
253827.000	電源コード 120 V

(表続ぐ)

品番	説明
985199.901	制御熱電対(長さ 88.9 mm)
985199.902	サンプル熱電対(長さ 127 mm)
980228.902	ガラス支え布(厚さ 0.205 mm、長さ 32.92 m)
984309.901	PETフィルムサンプル、長さ 3.5 cm (1.5 インチ) (10)
984310.901	イリジウム線材サンプル、長さ 3.5 cm (1.5 インチ) (10)
984313.901	PET糸サンプル、長さ 36 インチ
982165.904	ポリカーボネートサンプル(厚さ 0.794 mm、長さ 35.56 mm、5 個入り)
984309.901	ポリエエレンテレフタレート(PET)フィルム(10枚入り、長さ 38.1 mm)
984313.901	PET ファイバー(長さ 914.4 mm)
984054.001	ドライブシャフト
984003.901	DMA 電熱炉
984370.901	電熱炉導入口フェルール/バネキット
983164.001	較正サンプル 薄フィルムクランプ
280257.001	工具、六角レンチ 3/32 L ボールドライバ
280039.000	六角レンチ 7/64 0.25 ビット
984347.001	六角レンチ 1/16 L
270962.001	伸縮ゲージ(10 mm シングル カンチレバー クランプ用)
270962.002	伸縮ゲージ(17 mm シングル カンチレバー クランプ用)
270976.002	自動排出機能付きフィルタレギュレータ
270975.001	フィルタ エレメント
984350.901	エアーコンプレッサー アクセサリー
991400.902	ガスクーリング アクセサリー(GCA) - 自動タンク充填
984048.901	8 mm シングル/デュアル カンチレバー クランプ キット
984047.901	20 mm シングル/デュアル カンチレバー クランプ キット
984015.901	35 mm シングル/デュアル カンチレバー クランプ キット
984026.901	3 点曲げクランプ キット(長さ 5, 10, 15 mm)
984014.901	3 点曲げクランプ キット(長さ 20, 50 mm)
984018.901	平行板圧縮クランプ キット(15, 40 mm プレートを含む)

(表続ぐ)

品番	説明
984022.901	針入キット
984016.901	フィルム/ファイバー テンションクランプ キット
984023.901	特殊ファイバー テンションクランプ キット
984017.901	シアーサンドイッチ クランプ キット
985067.901	水中圧縮クランプ キット
985068.901	水中フィルム/ファイバークランプ キット

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pline(米国内)
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 France SARL
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 (営業およびアプリケーション)
ファックス番号:813 5479 7488 (営業およびアプリケーション)
電話番号:813 3450 0981 (サービスおよびアカウンティング)
ファックス番号:813 3450 1322 (サービスおよびアカウンティング)

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
Rydalmer NSW 2116
Australia
電話番号:613 9553 0813
ファックス番号:61 3 9553 0813

索引

C

Control Menu 24

D

Display Menu 26

DMA

- 交換用ヒューズ 81
- 較正 60
- 作動モード
 - 選択 66～67
- 部品 82
- 持ち上げ 17

L

LAN 49

T

TA Instruments
所在地 85

W

www.tainst.com 85

あ

圧力

エアーフィルタレギュレータ 44
空気圧力に関する警告 16

圧力リリーフバルブ 16

安全基準 10

安全性

水中クランプの使用方法 12, 17

持ち上げ 17

イーサネットケーブル

コンピュータを LAN へ接続する 49

イーサネットハブ

コントローラへの接続 49

装置への接続 48

イーサネットポート 39

イベントポート 39

ウェイト 31

エアーコンプレッサーアクセサリー (ACA) 16, 30

圧力リリーフバルブ 16

説明 28

取り付けのガイドライン 28

場所 28

エアーフィルタレギュレータ

許容圧力 16

空気供給源の最低要件 44

接続 41

電子タイマー 43

排出口圧力 44

エアーベアリング 41

エアーベーリングガス 43
接続 41

液体窒素 14
安全性 15

汚染 18

温度再現性 32

温度範囲 31、32

か

解説 35
開始
試験 78
装置 53

外寸 31

ガスクーリングアクセサリー (GCA) 45

ガスライン
接続 38

キャビネット 20

空気圧力に関する警告 16

空気供給源 42

空気冷却ライン
取り付け 45

クランプ 27
可動 27
固定 27
シングル/デュアルカンチレバー
作動範囲 69～71
サンプルの種類 64
サンプルの準備 68
サンプルの装填 72～74
説明 64
取り付け 55、57
取り外し 57
水中クランプの安全性 12、17
選択 63、64
テンション 27
トルク 73
ノンテンション 27
部品 27

クリーニング
タッチスクリーン 80

ケーブル
イーサネット 48
接続 38

交換用部品 82

較正 60、61
位置 60、61
ウェイト 60
荷重 60
クランプ 61
装置 61
ダイナミック 60
電気的 60
バランス 60

コントローラ
説明 19

コンピュータ
LAN への接続 49
イーサネットハブへの接続 49

さ

再梱包 35

最小プレロード荷重 32

最大荷重 32

作動範囲

 シングルカンチレバークランプ 70

 図の使用 71

 デュアルカンチレバークランプ 71

作動モード 66

サンプル

 エラストマー 77

 剛性 72

 残留物 79

 準備 68

 取り付け 68、72～74

 高剛性物質 72

 樹脂 74

 取り外し 79

 長さ 68

 長さの測定 75

サンプル

 分解 18

サンプル厚さ 32

サンプル長 31

サンプル幅 31

ジオメトリーファクター方程式 69

試験
開始 78
基本手順 59
拒否 89
実施 77
停止 78
手順 62

試験手順 62

試験の実行 62

試験の停止 78

湿気 37

シャットダウン
装置 54

周波数の範囲 32

主要機能キー 22

仕様 31
エアーコンプレッサーアクセサリー (ACA) 33
ダイナミックメカニカルアナライザー (DMA) 31

商標 3

シングルカンチレバークランプ
伸縮ゲージ 75

シングル/デュアルカンチレバークランプ
サンプルの準備 68
サンプルの取り外し 79
試験の実行 77
取り付け 55, 57
取り外し 57

伸縮ゲージ 75
測定 76

ステータスライン 22

接続

ガスライン 38
ケーブル 38

装置

アース 37
イーサネットハブへの接続 48
解梱 35
技術仕様 31
検査 36
交換用部品 82
再梱包 35
シャットダウン 54
取り付け 36、52
場所の選択 37
ポート 39
メンテナンス 80
持ち上げ 17

装置の設置場所 37

た

タッチスクリーン

Control Menu (制御メニュー) 24
Display Menu (表示メニュー) 26
クリーニング 80
主要機能キー 22

ダブルティル 55

タンデルタ 32

継手

冷却ガス 45

停止

装置 54

デュアルカンチレバークランプ

サンプル長の測定 75

伸縮ゲージ 75

電圧構成ユニット

取り付け 50

電源ケーブル

取り付け 52

電源スイッチ 52

電源入力モジュール 52

電磁適合性基準 11

テンション 27

電話番号

TA Instruments 85

等温安定性 32

動的変形 33

登録商標 3

特許 3

取り付け 36、52

エアーフィルタ レギュレータ 41

空冷接続 46

電圧構成ユニット 50

トルク 73

な

熱電対
位置決め 57

ネットワーキング 49

熱に対する安全性 15

熱膨張 77

ノンテンション 27

は

バルク貯蔵タンク 28

バルブ
空気供給 (エアーフィルタレギュレータ) 44
ソレノイド 44

ひずみ分解能 33

浸す液体 13、17

ヒューズ 81
DMA での交換 81

ファイバーガラス ブレード 74

部品 82

ブレード
ファイバーガラス 74

プログラム加熱速度 32

雰囲気 32

変位の範囲 32

法規則への適合 10

ポート 39

Com 139

Com 239

イーサネット 39

イベント 39

冷却ガス 40

ま

メンテナンス 80

モジュラス精度 32

モジュラス範囲 32

や

有害な生成物 18

ら

流体

水中クランプとの使用 13, 17

冷却ガス継手 45

冷却ガスポート 40

冷却ホース

取り付け 46

冷却率 32