

NETZSCH

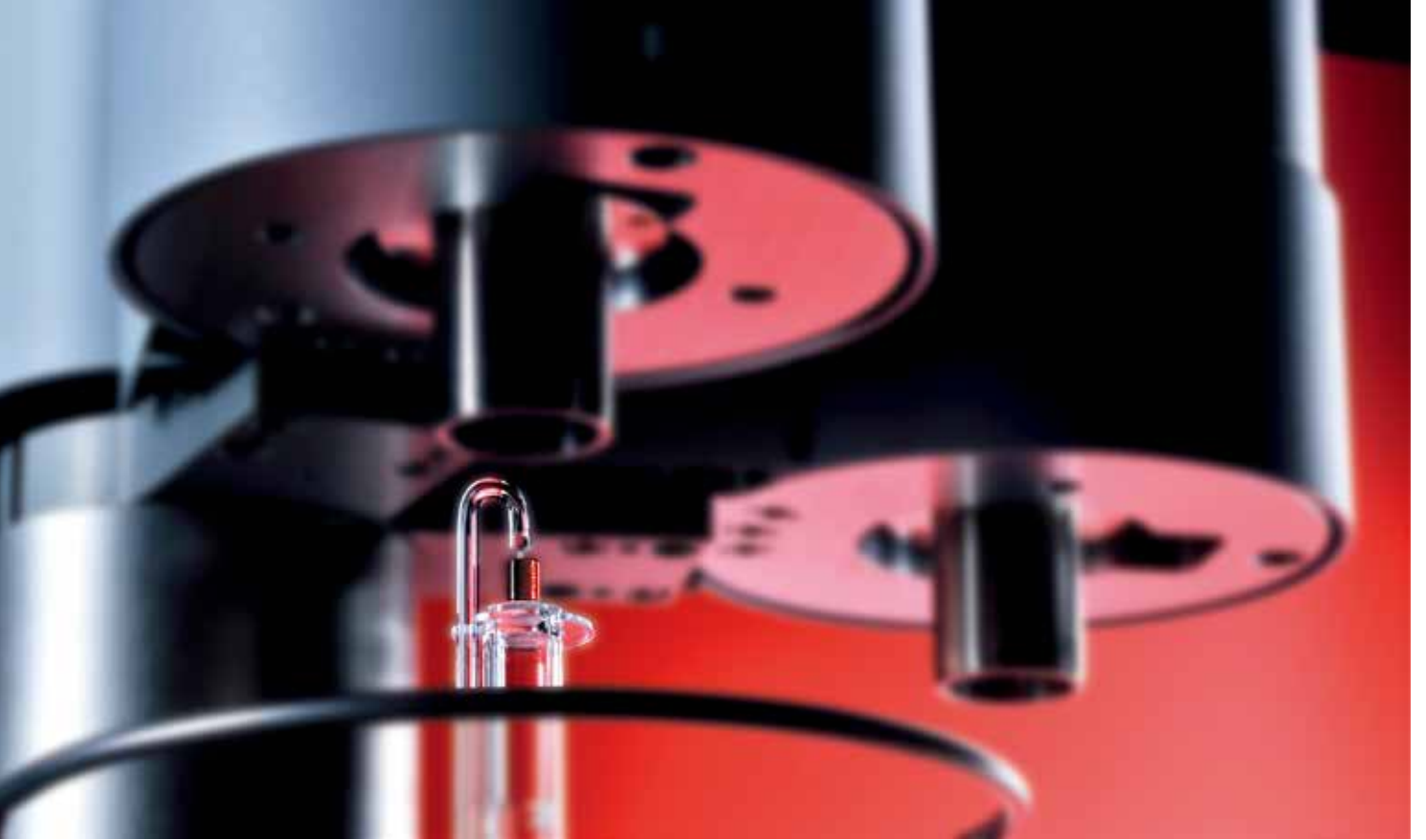
Proven Excellence.

TMA シリーズ

— 熱機械分析装置 —



Analyzing & Testing



Thermomechanical Analysis

熱機械分析

熱機械分析装置（TMA）は任意の荷重の下で、温度、時間、またはその両方の関数として、固体・液体・ペースト材料等の寸法変化を測定する手法です。これは同じくサンプルの寸法変化を測定する熱膨張測定と密接に関連しています。

多くの材料は加熱または冷却中に熱機械特性が変化します。例えば熱膨張に加えて相転移、焼結、軟化が起こる可能性があります。これによりTMAは様々な材料の組成、構造、製造条件、または用途の可能性に関する貴重な知見を得る事が出来ます。

TMAは研究開発から品質管理に至るまで利用されています。代表的な材料にはプラスチック、エラストマー、熱硬化性樹脂、複合材料、接着剤、フィルムと繊維、セラミックス、ガラス、金属などがあります。

関連規格：DIN 51005、ASTM E 831、ASTMD696、ASTM D 3386、ISO11359

TMAの測定項目

- 平均線膨張係数
- 熱膨張率
- 相転移温度
- 焼結温度
- 収縮ステップ
- ガラス転移温度
- 軟化点
- 体積膨張
- 密度変化
- 層間剥離
- 分解温度
- 焼結速度

TMA 402 Hyperion シリーズ

わずかな寸法変化でも検出可能

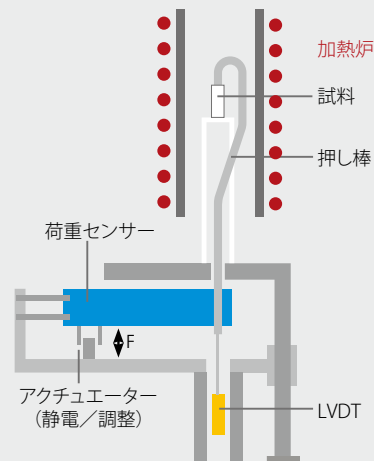
差動トランス (LVDT) は TMA 402 F1/F3 Hyperion の最も特徴的な構成要素です。このLVDTはナノメートルオーダー (0.125 nm) のデジタル分解能を有しており、わずかな寸法変化でも検出を可能にしています。

真空密閉構造の採用

TMA 402 F1/F3 Hyperion は真空密閉構造を採用しており、高純度不活性雰囲気または減圧雰囲気下での測定が可能です。装置内蔵型のマスフローコントローラー (MFC) はパージガスと保護ガスの最適なガス制御を提供します。(F3はオプション)

検出部恒温化により外部環境からの影響を低減

外部チラーにより荷重制御部や検出部を恒温制御 ($\pm 0.02^{\circ}\text{C}$) しており、炉からの伝熱や周囲の温度変動によるシグナルへの影響を極限まで低減しています。



選択したアタッチメント(圧縮、ペネトレーション、引張り、曲げ)に関係なく全ての寸法変化は検出棒を介して高感度差動トランス(LVDT)により検出し、デジタル信号に変換されます。石英またはアルミナの検出棒とそれに対応する支持管を素早く交換してシステムを最適化する事が可能です。



測定モードと試料ホルダー

荷重と変位の同時測定

サンプルへの荷重印加は電磁式を採用しています。これにより、ユーザーは 1 mN ~ 4 N (F3 : 1 mN ~ 3 N) まで 0.02 mN 刻みで任意に荷重を設定する事が可能です。特に低荷重での測定は繊維や薄いフィルム等荷重に敏感な材料の測定に有効です。

高感度荷重センサーは検出棒を介して加えられる荷重を継続的にフィードバック制御する事により、測定中に荷重が変化した場合にも素早く応答し設定した荷重をキープします。プリセット値のみを使用する装置とは一線を画します。

TMA 402 F1/F3 Hyperion は一定荷重または等速度荷重を標準搭載しています。最高機種である TMA 402 F1 Hyperion は更に多くの荷重モードを提供します。ステップ、三角波、矩形波、各種変調モード等様々な荷重モードでの測定が可能で、これにより弾性やクリープ係数などの粘弾性材料の測定にも対応する事が可能です。

荷重モード		F1	F3	F3 Polymer Edition
一定荷重		■	■	■
等速度荷重		■	■	■
ステップ		■	□	□
三角波		■	□	□
三角変調		■	□	□
矩形波		■	□	□
矩形変調		■	□	□
正弦波変調		■	□	□

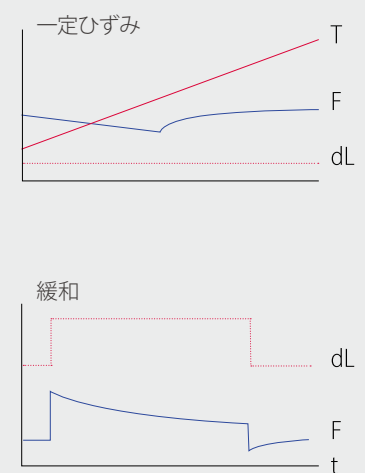
■ 標準構成 □ オプション

粘弾性特性測定 - 緩和 / クリープ / 応力 - ひずみ

TMA 402 F1/F3 Hyperion では、一定荷重での長さ変化を測定するだけでなく、変位 (dL) をコントロールして、それに対応する荷重を測定することもできます。

例えば応力緩和試験に应用すると、設定温度で試料を指定した量だけ延伸させることなどが可能になります。試験中に変形は一定に保たれ、荷重変化が記録されます。荷重は試料物質の緩和とともに連続的に低下します。最終的な応力 - 緩和の強さは指定期間後に測定された残留応力で決定されます。測定データは応力 - 時間のグラフで表すことができます。これにより応力 - 緩和挙動と、応力緩和率 - 時間の値の両方を把握できます。

変位コントロール



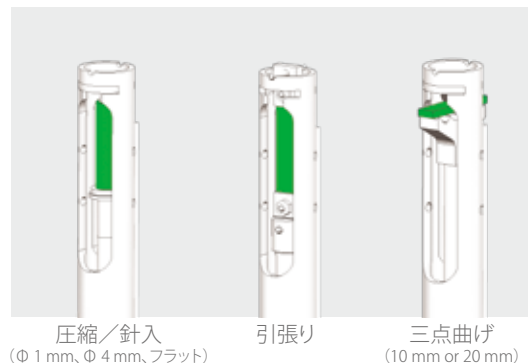
試料ホルダー

SiC炉／Cu炉／Steel炉／水蒸気炉 用

試料ホルダー（石英ガラス 測定温度範囲：-150℃～1100℃）



試料ホルダー（アルミナ 測定温度範囲：RT～1550℃）



IC炉用

試料ホルダー — 石英ガラス —



モジュール方式の採用

ダブルファーネス機構により1つの装置に2つの炉体を搭載する事が可能で、幅広い温度に対応しています。炉体の切り替えはもちろんユーザーで実施可能で切り替えにかかる時間はわずか数秒です。

発生ガス(EGA)分析への拡張

加熱中に発生するガスを分析する為にTMA 402 F1/F3 Hyperion をGCMS、QMS、FTIR に接続する事が可能です。

交換可能な炉体とサンプル熱電対による様々な測定に対応

炉体は様々なNETZSCH製の高温熱分析装置（STA 449 F1/F3 Jupiter、DSC 404 F1/F3 Pegasus など）と共用です。搭載可能な炉体の種類は継続的に増えています。これによりTMA 402 F1/F3 Hyperion は-150℃～1,550℃の温度域をカバーできます。この温度範囲で利用可能なサンプル熱電対（K熱電対およびS熱電対）を素早く簡単に交換できます。どの熱電対が付属しているかは装置が自動的に認識します。

粉末、ペースト、液体の測定

特別なサンプルコンテナを使用して粉末・ペースト・液体の膨張挙動を分析できます。これにより金属の融解による体積膨張なども測定可能です。浸漬時の膨潤挙動を測定する為のアクセサリもご用意しています。



粉末、ペースト、液体の測定用のアルミナ、サファイア、グラファイト製のサンプル容器

Proteus® ソフトウェア

各種応用ソフトウェア

- 密度測定
- c-DTA
- 温度変調
- 収縮速度制御
- Identify
- 反応速度論解析 (Kinetics Neo)
- ピーク分離 (Peak Separation)
- 各種GCMS・QMS・FTIR制御解析ソフトウェア

温度変調TMA

温度変調TMA測定では振幅と周期をセグメントごとに定義できます。解析ソフトウェアではTotal、Reversing、Non-Reversing、振幅と位相の決定を可能にし、マルチウィンドウで測定結果をグラフィック表示をします。Proteusはグラフをエクスポートしたり、データをASCIIファイルとして印刷またはエクスポートする機能も有しています。

Identify

- TMA曲線の識別と分類 -

Identifyデータベースは材料を検証する最新のソフトウェアです。

これにより特定のデータを他の個々のデータ（例えば品質管理におけるデータグループ）、または選択したライブラリの文献データと比較できます。ユーザーが作成したライブラリとクラスはIdentify内で編集または拡張できます。

1,000以上のエンTRIESで構成されている標準ライブラリにはポリマー、有機物、食品、医薬品、金属/合金、セラミックス、無機物、化学元素のDSC、Cp、TGA、およびDIL/TMAの測定データおよび文献データが含まれます。

データベースエンTRIESは様々な基準でフィルタリングが可能です。また異なるタイプの測定データであっても比較のために重ねる事が可能です。

TMA Proteus® ソフトウェア 対応機能

	F1	F3	F3 Polymer Edition
自動測長	■	■	■
荷重調整 (セグメント毎)	■	■	■
軟化点検出	■	■	■
密度測定	■	□	□
c-DTA®	■	□	□
荷重変調	■	□	□
温度変調	□	□	□
収縮速度制御 (RCS)	□	□	□
変位制御	■	■	■
レポート ジェネレーター	■	■	■
Identify (データベース)	■	□	□
自動解析	■	■	■

■ 標準構成 □ オプション

Automatic determination of
initial sample length in expansion,
penetration and tension modes!

TMA 402 Hyperion シリーズ

製品仕様

TMA 402 Hyperionシリーズ			
		TMA 402 F1 Hyperion / TMA 402 F3 Hyperion	TMA 402 F3 Hyperion Polymer Edition
加熱炉		Steel炉: -150 °C ~ 1000 °C SiC炉: RT ~ 1550 °C Cu炉: -150 °C ~ 500 °C 水蒸気加熱炉: RT ~ 1250 °C IC炉: -70°C ~ 450°C ※ その他 STA 449 F1/F3 Jupiter および DSC 404 F1/F3 Pegasusの炉体も選択可能	
昇降温速度		0.001 K/min ~ 50 K/min (加熱炉による)	0.001 K/min ~ 30 K/min
冷却装置		Steel炉およびCu炉: LN2もしくはVortex tube SiC炉: 強制空冷 IC炉: 電気冷却	IC炉: 電気冷却
測定モード		圧縮、ペネトレーション、三点曲げ、引張	
デジタル分解能/測定範囲		0.125 nm / 500 μm 1.25 nm / 5000 μm	
荷重範囲		F1 : 0.001 N ~ 4 N F3 / F3 Polymer Edition : 0.001 N ~ 3 N	
荷重分解能		< 0.01 mN	
荷重変調		0.0003 Hz ~ 1 Hz (可変) 波形: ステップ、三角波、矩形波、矩形変調、三角変調、正弦波変調 ※ F3 / F3 Polymer Editionはオプション	
サンプルホルダー		石英、アルミナ	石英
特別付属品		ペースト、パウダー、液体、ワックス、熔融金属、浸漬 他	
サンプルサイズ	圧縮 / 針入	石英: Φ 12mm × 30mmL アルミナ: Φ 10mm × 30mmL	Φ 8mm × 30mmL
	引張	30mm × 8mm × 1mm	30mm × 6mm × 1mm
	三点曲げ	24mm × 5mm	10mm × 5mm
測定雰囲気		不活性、酸化性、減圧、水蒸気他	不活性、酸化性、減圧
寸法 (W×D×H)		600 mm × 700 mm × 650 (900) mm	
重量		83 kg	
電源		単相200V 20A	

TMA 4000 SE/SA

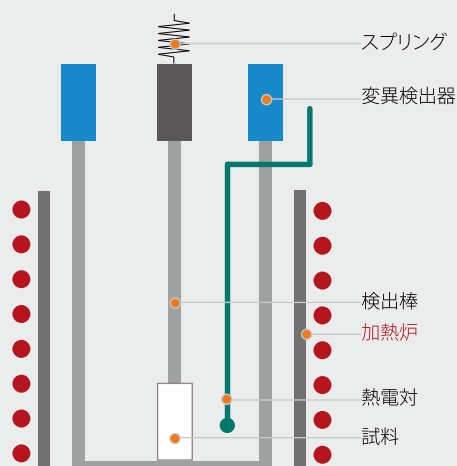
弊社では高感度モデルであるTMA 402 F1/F3 Hyperion 以外にも、国内で生産しているTMA 4000 SE/SAを提供しています。

この装置は主にポリマーの分野で使用される事の多い全膨張タイプ (SE) のほかに、金属やセラミックス等の分野で使用される事の多い示差膨張タイプ (SA) を選択する事も可能です。

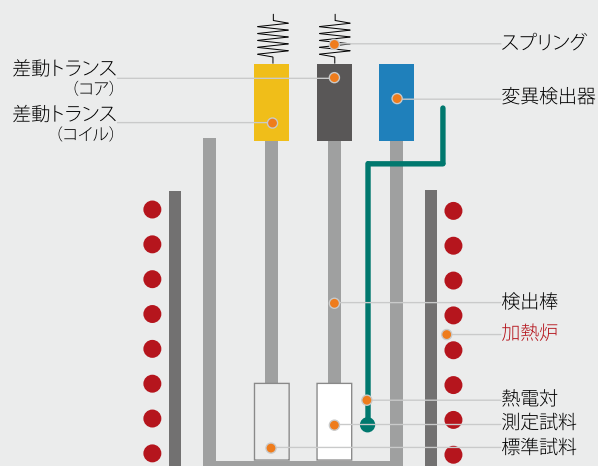
下図は全膨張タイプと示差膨張タイプの構造図です。



TMA 4000 SE (全膨張タイプ)



TMA 4000 SA (示差膨張タイプ)



多種多様なサンプルホルダー

圧縮、引張り、三点曲げ、ペネトレーション以外にも専用の粘弾性ホルダー、キュアー法等さまざまなホルダーをラインナップしています。



幅広い温度範囲

炉体交換により-150℃～1500℃までの温度範囲に対応する事が出来ます。これにより様々なアプリケーションに対応する事が出来ます。

微小荷重の測定

荷重印加には電磁式を採用しており、0.1 g の微小荷重でもノイズの無い正確な制御を可能にしました。これにより荷重の影響を受けやすい薄膜フィルムなどの評価を可能にしました。

真空密閉構造の採用

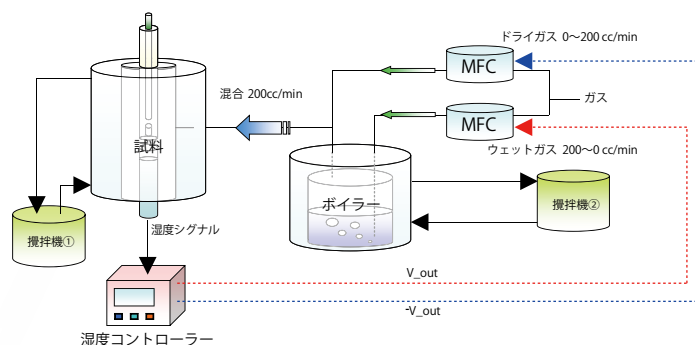
TMA 4000 SE/SA は真空密閉構造を採用しており、高純度不活性雰囲気下または減圧雰囲気下での測定が可能です。金属等の酸化しやすい材料の測定も可能です。

水蒸気雰囲気下での測定に対応

加熱炉内の相対湿度を制御可能な相対湿度制御型TMA、露点温度により制御された水蒸気を加熱炉内へ導入可能な露点温度制御型TMAへの拡張も可能です。

TMA 4000 SA/SE		
	TMA 4000 SE	TMA 4000 SA
検出方式	全膨張	示差膨張
温度範囲	-150℃～600℃/RT～1100℃/1500℃ ※低温炉の冷却装置はLN2もしくは電気冷凍機から選択可能 ※1500℃以上の温度については別途ご照会下さい。	
最小分解能／変位測定範囲	0.025 μm／± 2500 μm	
測定雰囲気	酸化性、不活性、減圧、真空置換、水蒸気 他	
昇温速度	20℃/min	
荷重範囲	±0.98 mN ～ ±4.9 N (0.98 mNステップ)	
測定モード	圧縮、引張、ペネトレーション、曲げ、粘弾性、キュアー	
荷重モード	一定荷重、荷重速度制御、定長応力、各種変調モード	
寸法 (W×D×H)	240 mm × 430 mm × 815.5 mm	
重量	40 kg	
電源	単相100V 20A	

水蒸気



正確な温度制御

相対湿度制御型TMAは外部チラーにより調整された恒温水槽型のチャンバーを採用しており、 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内の正確な温度制御が可能です。

正確な湿度制御

分流式の採用により、広範囲な湿度範囲全てにおいて正確な湿度制御が可能となり、相対湿度制御型の制度は $\pm 0.5\text{ \%RH}$ 、露点制御型で $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ を達成しました。また、急速な湿度調整も可能です。

温湿度制御のプログラミング

温度及び湿度の制御をプログラミング制御する事が可能です。これにより湿度ヒステリシスによる寸法変化の測定も可能です。

幅広い温度範囲

露点温度制御型TMAは抵抗炉を採用しており、水蒸気雰囲気下で $1,500\text{ }^{\circ}\text{C}$ までの測定が可能です。

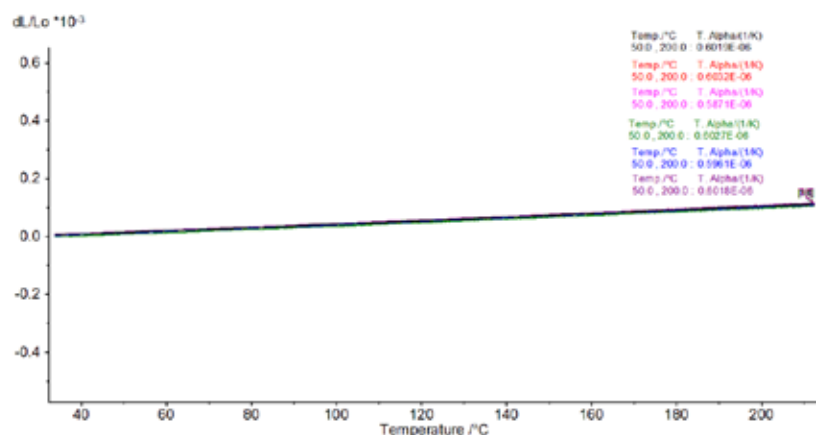
外部補給タンクにより長時間測定も可能

外部補給タンクへ水を補充する事で長時間の測定が可能になりました。

TMA 4000 SA/SE		
	相対湿度制御型TMA	露点温度制御型TMA
温度範囲	$5\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$	$\text{RT} \sim 1,500\text{ }^{\circ}\text{C}$
湿度範囲	$5\text{ \%RH} \sim 90\text{ \%RH}$	$\text{DP } -20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$
湿度安定性	$\pm 0.5\text{ \%RH}$	$\text{DP } \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$
測定雰囲気	$\text{N}_2 / \text{Air} + \text{水蒸気}$	
測定モード	引張、圧縮、ペネトレーション、粘弾性	
加熱速度	$0.5\text{ }^{\circ}\text{C/min}$	$20\text{ }^{\circ}\text{C/min}$
加湿速度	$5\text{ \%RH/min}$	

TMA 402 Hyperion シリーズ アプリケーション

石英のCTE測定における文献値と測定値の比較

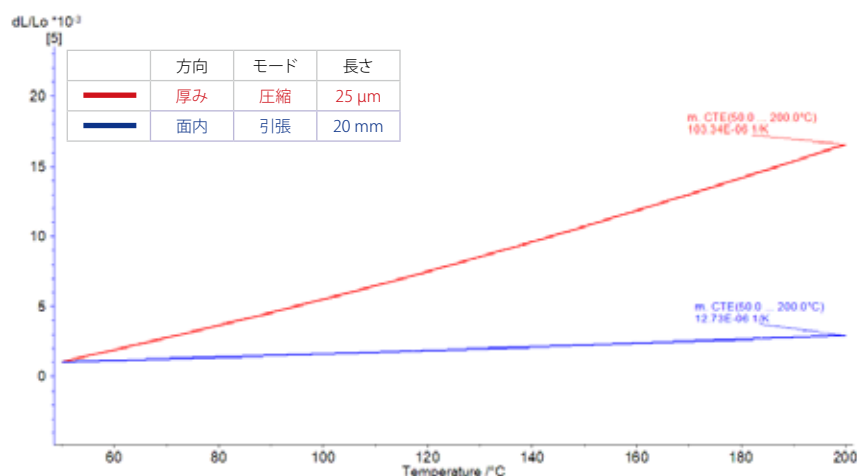


石英は化学的に安定であり、かつCTEが比較的小さい材料であることが知られています。そのためTMAの精度を確認するには適した材料です。

5回の測定の平均値は、 0.598×10^{-6} (1/K)、標準偏差は 0.006×10^{-6} (1/K)です。

また文献値の 0.602×10^{-6} (1/K)と差はわずか 0.004×10^{-6} であり、TMA 402 F1/F3 Hyperionの精度の高さを示しています。

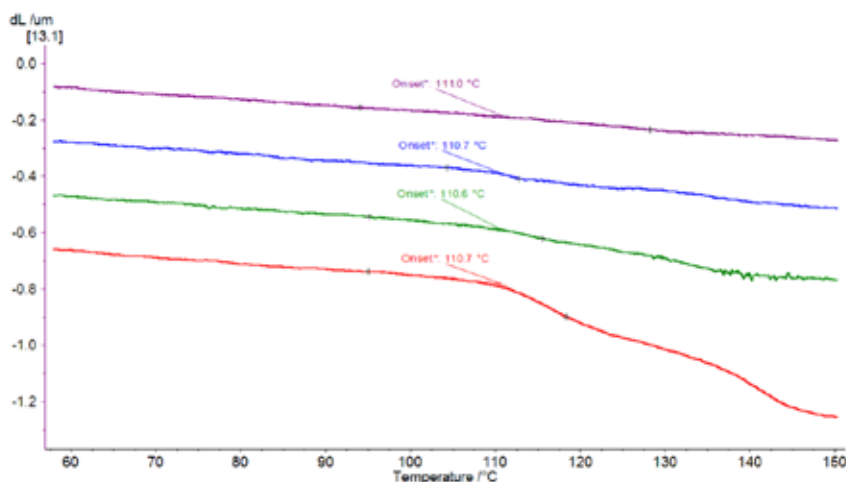
ポリイミドフィルムのCTE測定における厚み方向と面内方向の比較



ポリイミドフィルムは分子配向の影響により、方向による物性が異なる材料です。そのため面内方向と厚み方向でのCTEも異なる値を示します。特に厚み方向のCTE測定は膨張量の絶対値が小さいことから、実現することは困難です。しかし、TMA402 F1/F3 Hyperion では非常に高い分解能を有していることから厚み方向のCTE測定も実現することが可能です。

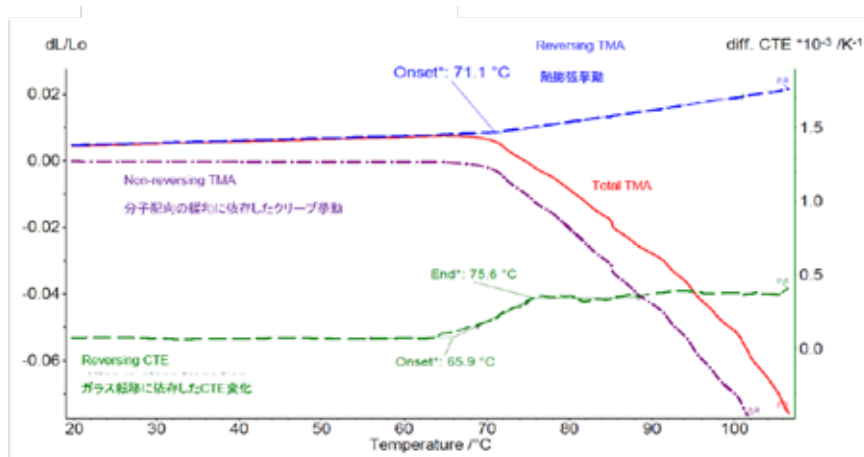
TMA 402 Hyperion シリーズ アプリケーション

ポリスチレン薄膜のTg測定



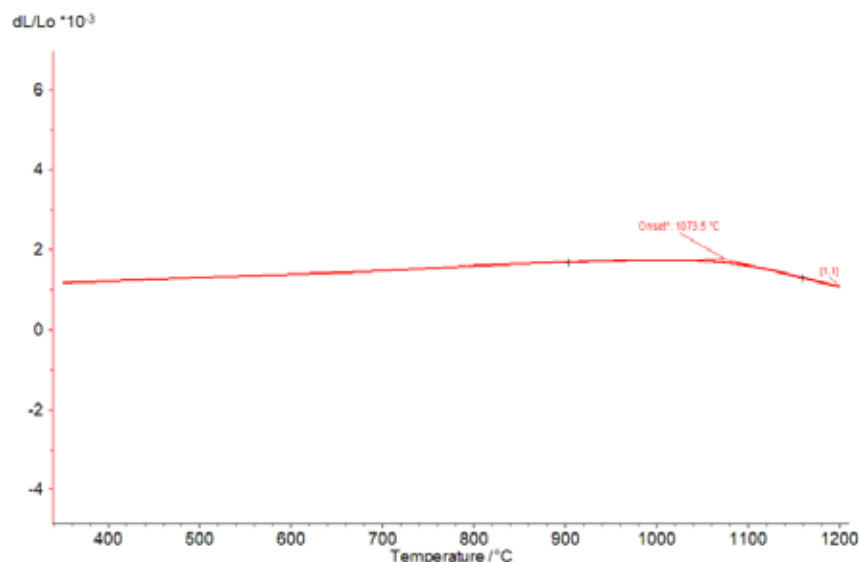
薄膜材料ではバルク材料とは様々な物性が異なることがあり、薄膜の状態でTgの挙動を観測することも求められます。しかし、薄膜ともなるとTgにおける挙動変化は小さく、観測することは困難なことが多くなります。TMA402 F1/F3 Hyperion では非常に高い分解能を有しているため、わずかな挙動変化も捉えることが可能です。50 nm ~ 400 nmの膜厚のポリスチレンの測定をしたところ、50 nm のTgを観測することは困難でしたが、100 nm までのTgを観測することは可能でした。

PETフィルムの温度変調測定(TM-TMA)



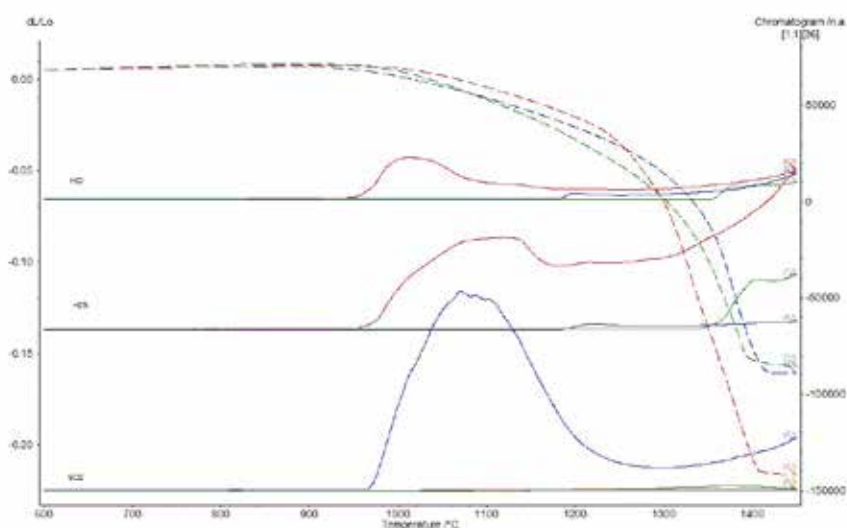
PETフィルムでは製造工程に依存して分子配向がなされています。そのため、ガラス転移に伴って熱膨張すると同時に分子配向の緩和が引き起こされて収縮します。TMA 402 F1/F3 Hyperion では温度変調測定を行うことが可能です。TMAにおける温度変調測定ではガラス転移や相転移などに依存した可逆的な熱膨張挙動と、分子配向の緩和などに依存した不可逆的なクリープ挙動などと分けて観測することが可能です。

カーボンシートの不活性雰囲気下における熱処理挙動



1,000℃以下の温度で炭素化されたカーボンシートなどの炭素材料には除去しきれなかった種々の末端官能基が不純物として含まれていることがあります。これをさらに高温の不活性雰囲気下で熱処理を行うことで不純物は除去されますが、それに伴い膨張・収縮といった形状変化を引き起こします。TMA 402 F1/F3ではアルミナ製引張りホルダーを有しており、かつ高純度不活性雰囲気下での測定が可能なので、カーボンシートの不活性雰囲気下における熱処理に伴った膨張・収縮挙動を測定することが可能です。

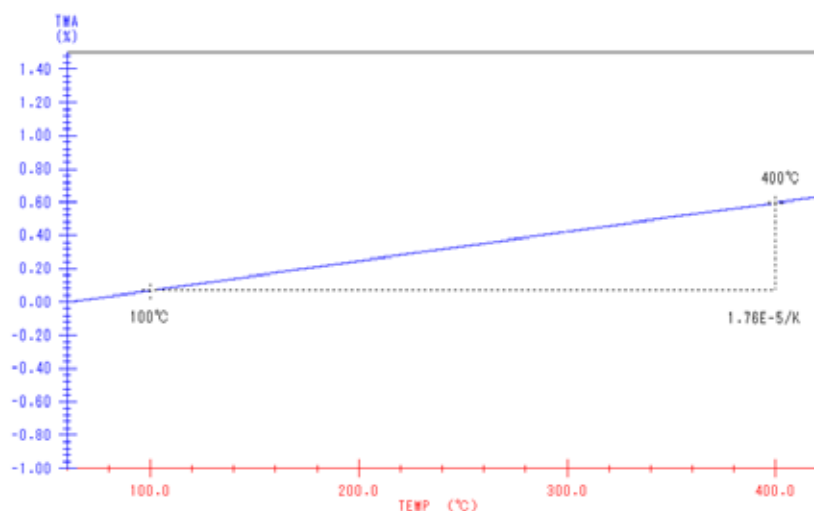
チタン酸バリウムのTMA-MS測定



種々のセラミックス製品における不純物は脱脂あるいは焼結といった工程で熱処理されることで分解・脱離除去されるものもあります。その挙動を把握することは製造プロセスを設計する上で有用です。TMA402 F1/F3 Hyperionでは、GCMS、QMS、FTIRに接続する事が可能であり、セラミックスの焼結挙動に伴った収縮挙動と共に発生されるガス成分の挙動を観測することが可能です。チタン酸バリウムをWET H₂/He, WET He, DRY H₂/He の3つの雰囲気条件でTMA-MS測定をしたところ、焼結に伴う収縮挙動と共に原料由来と考えられるHCl、H₂S、SO₂の発生挙動が観測されました。

アプリケーション

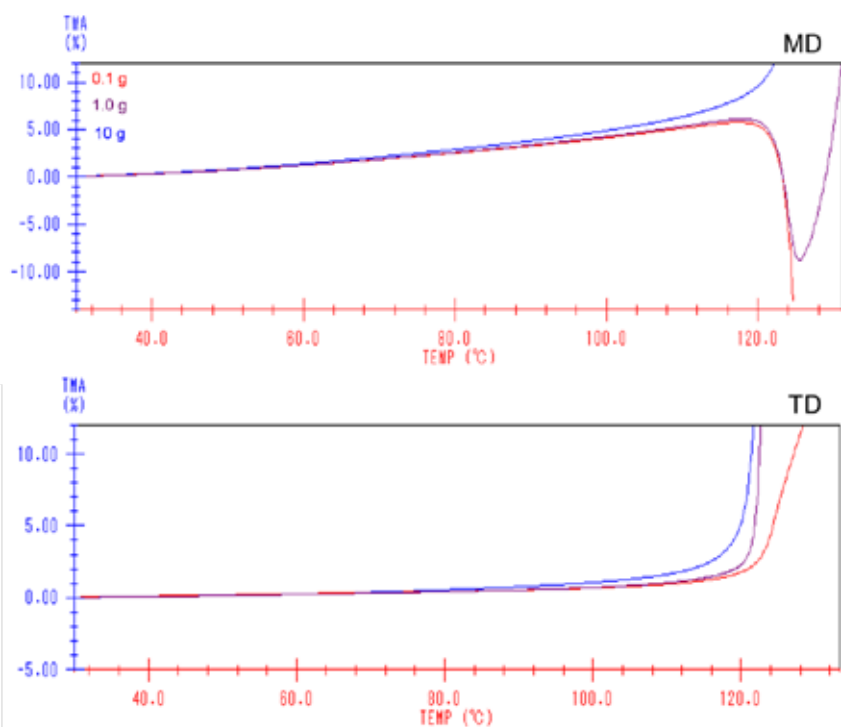
銅箔のCTE測定



銅などの金属は酸化性が高いため、安定的にCTEを測定するには高純度不活性雰囲気下で酸化を抑制しながら測定することが求められます。

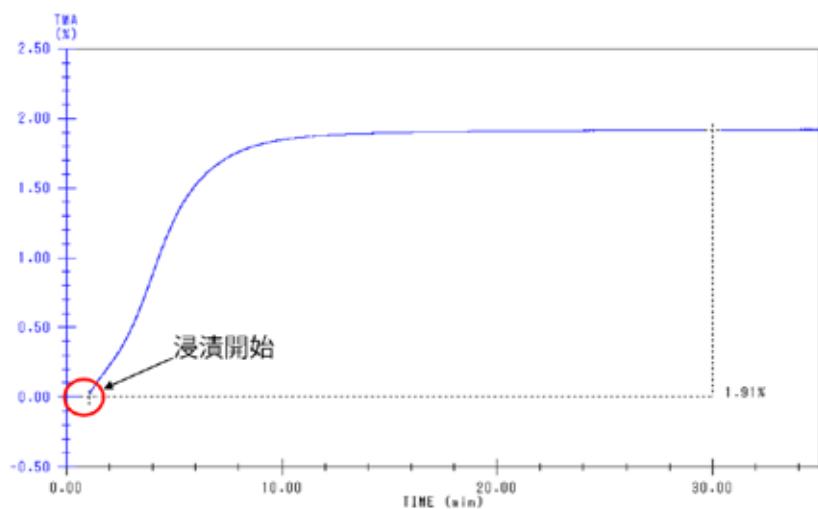
弊社のTMAシリーズではTMA 402 F1/F3、TMA 4000 SE/SA 共に真空密閉構造を採用しており、高純度不活性雰囲気下で酸化を抑制しながら測定することが可能です。そのため金属の測定であっても安定的に測定することが可能です。

高密度ポリエチレンフィルムの融解挙動における軸方向及び荷重依存性



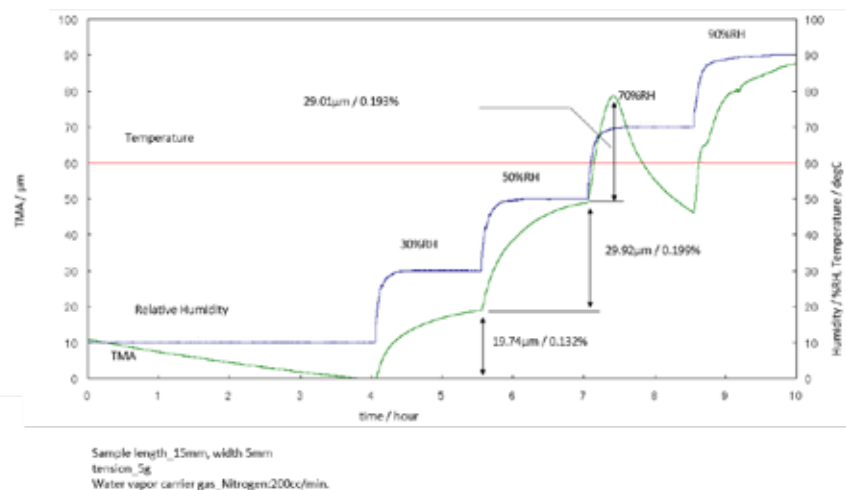
高分子フィルムは製造工程に依存して分子配向されることがあり、MDとTDで異なる物性を示すことがあります。それは融解により生じる軟化時においても異なる挙動を示します。高密度ポリエチレンフィルムの場合、TDでは引張り荷重によりそのまま引き伸ばされます。対してMDでは分子配向されていたことにより緩和しようと抗力が働き、引張り荷重の大きさに依存して異なる挙動を示します。TMA 4000 SE/SA では、0.1 g でも安定した荷重を維持することが可能であり、幅広い荷重依存特性を測定することが可能です。

水浴浸漬下におけるナイロンフィルムの膨張挙動



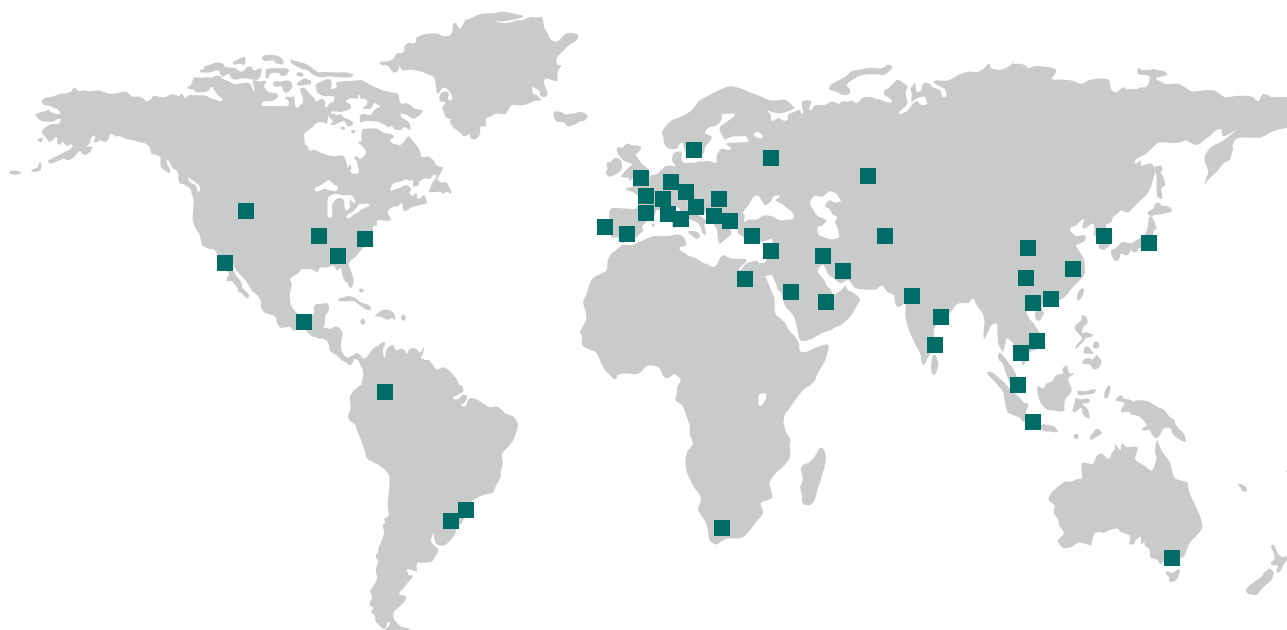
ナイロンフィルムは親水性が高いため、水浴に浸漬すると吸水して膨張します。TMA 4000 SE/SA では液浴に浸漬させて測定することが可能です。本測定例では水浴に浸漬させたときの材料の膨張挙動を示しておりますが、水のみならず有機溶媒やオイルなどの様々な液体が材料におよぼす影響を測定することが可能です。

偏光フィルムの吸湿膨張挙動



偏光フィルムはポリビニルアルコールを主体にトリアセチルセルロースなどの親水性の部材が用いられることが多く、周辺環境からの吸湿により膨張し、液晶ディスプレイなどにおいて問題を引き起こすことがあります。そのため温湿度制御下における測定が有用です。TMA 4000 SE では、チャンバー内の温湿度を正確に制御することが可能であり、温度のみならず湿度の影響による膨張・収縮挙動を測定することが可能です。

50 Sales and service locations in 37 countries
Production facilities in Selb, Germany, and Yokohama Japan.



- 価格は仕様や構成により異なります。
- 改良のため外観および仕様の一部を予告なく変更することがあります。

販売代理店

NETZSCH

ネッチ・ジャパン株式会社

営業本部・テクニカルサポートセンター

〒 221-0022 横浜市神奈川区守屋町 3-9-13
Tel : 045-453-1962 (代) Fax : 045-453-2248

大阪営業所

〒 532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島 3-23-15
Tel : 06-6308-5550 (代) Fax : 06-6308-5610



ネッチ・ジャパン
公式 HP



ネッチ・ジャパン
公式 facebook

発行日：2021 年 4 月 1 日