

NETZSCH

Proven Excellence.



熱機械分析装置 – TMA シリーズ

Method, Technique and Applications

Analyzing & Testing

Thermomechanical Analysis (TMA)

研究開発、シミュレーション、
および品質管理に最適

TMAの測定項目

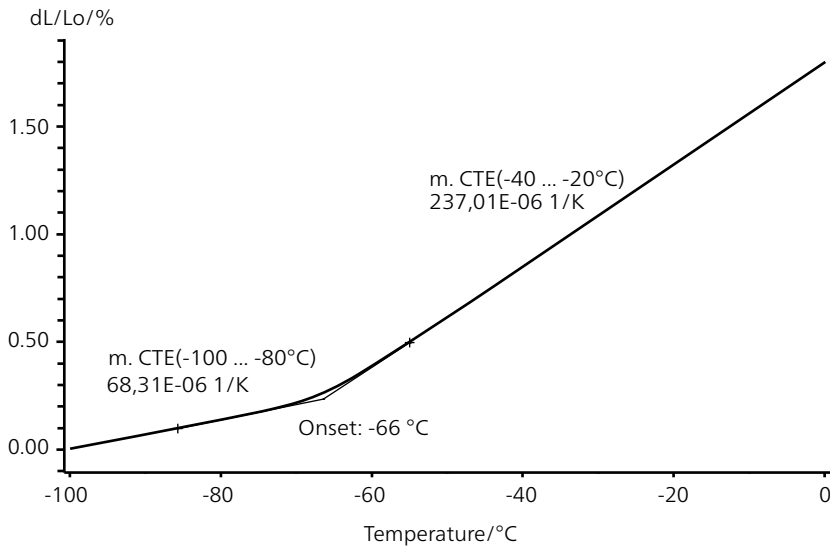
- 平均線膨張係数
- 熱膨張率係数
- ガラス転移温度
- 層間剥離
- 一定ひずみ
- クリープ
- 緩和
- 応力/ひずみ曲線
- 相転移温度
- 焼結温度
- 収縮過程
- 焼結速度論
- 軟化点
- 密度変化
- 体積膨張

TMA(熱機械分析)とは、一定の機械的な荷重を加えた状態で、温度や時間の変化に応じて、固体・液体・ペースト状の材料がどのように変形(寸法変化)するかを測定する手法です(DIN 51005、ASTM E 831、ASTM D696、ASTM D3386、ISO 11359 – Part1~3 などの規格に準拠)。

これは、非常に小さな荷重のもとで材料の長さの変化を測る「熱膨張計」(DIN 51045)と密接な関係があります。

多くの材料は、加熱や冷却によって性質が変化します。たとえば、単なる熱膨張に加えて、相転移、焼結、軟化などの現象が起こることがあります。TMAでは、変形、圧縮、貫入、引張り、曲げといったさまざまな測定モードで、こうした変化を捉えることができます。

TMAは非常に幅広い分野で活用されており、研究開発、シミュレーションの入力データ、品質管理など、多くの場面で役立ちます。主な対象材料は、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、繊維などですが、セラミックスやガラス、金属にも適用されることがあります。



エラストマー試料 (NR50) に対する膨張モードでのTMA測定:
石英ガラス製試料ホルダー、試料厚さ2mm、加熱速度5 K/分、ヘリウム雰囲気。

熱膨張

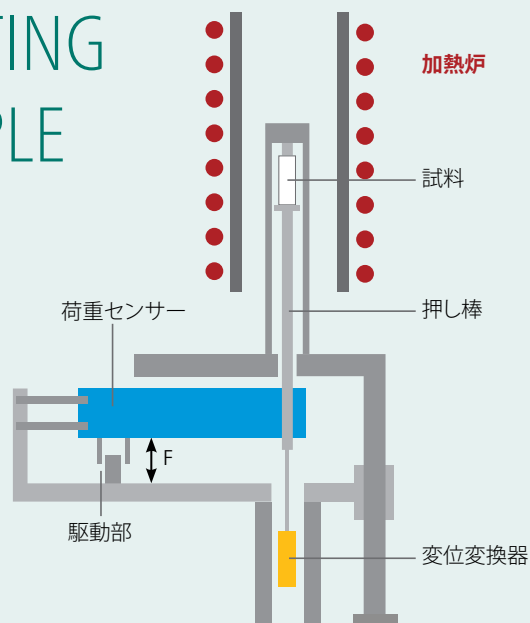
線膨張は、材料が加工中にどのくらい収縮・膨張するかを示す重要な指標です。

また、異なる材料を接合できるかどうか、相転移がどの温度で起こるか、熱膨張係数 (CTE) がどのタイミングで変化するかも把握できます。

この図は、NR50エラストマー試料の熱膨張の様子を、-100°Cから0°Cの範囲で示しています。測定の結果、ガラス転移温度 (T_g) は-66°Cであることが確認されました。これは、材料が硬くて脆い状態から、柔らかくて弾力のあるゴムのような状態へと可逆的に変化する温度を示しています。

TMA – THE METHOD PRECISELY DETERMINES DIMENSIONAL CHANGES

OPERATING PRINCIPLE



変形の種類 (膨張、圧縮、貫入、引張り、または曲げ) に関係なく、試料のわずかな長さの変化も、押し棒を通じて高感度な誘導式変位変換器 (LVDT) に伝えられ、デジタル信号として記録されます。

押し棒と、それに対応する石英ガラス製の試料ホルダーは、測定目的に応じてシステムを最適化でき、簡単かつ迅速に交換することが可能です。

TMA 512 *Hyperion*[®] *Select* and *Supreme*

製品性能と加工挙動に関する重要な情報を取得

Select

- -150°C ~ 1500°C (オプション1600°C)
- 加熱炉: イントラクーラー, SiC
- 荷重範囲: 0.001 N ~ 3 N
- Software: *AutoEvaluation*, ひずみ制御機能

ナノメートルレベルの微細な変化を検出

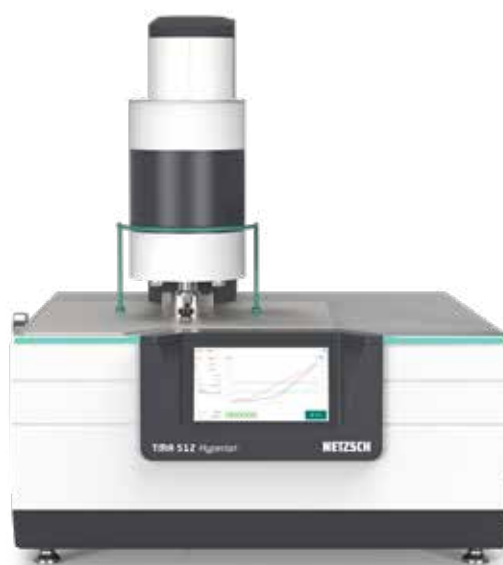
本装置の中核をなすのが、信頼性と実績のあるLVDT (誘導式変位変換器) です。ナノメートル領域の長さの変化まで検出可能で、デジタル分解能は0.125 nmに達します。これにより、非常に微細な寸法変化も正確に測定できます。

直感的な操作と視認性の高い表示機能

TMA 512 *Hyperion*[®]シリーズには、装置の状態を遠くからでもひと目で確認できるLEDライトバーを搭載。また、タッチディスプレイにより、測定の準備・監視・開始が*Proteus*[®]ソフトウェアと連携して直感的に操作できます。

他のNETZSCH装置との高い互換性

本装置に搭載される炉は、NETZSCHの他の熱分析装置(例: STA 509 *Jupiter*[®]、DSC 500 *Pegasus*[®])とも互換性があり、装置間での柔軟な運用が可能です。



炉タイプ	温度範囲
Steel*	-150°C ~ 1000°C
イントラクーラー対応	-70°C ~ 450°C
炭化ケイ素 (SiC)	室温 ~ 1500°C/1600°C
Copper*	-150°C ~ 500°C (湿度環境下で: 0°C ~ 100°C)
水蒸気*	室温 ~ 1250°C

* *Supreme* のみ

Supreme

- -150°C ~ 1600°C
- 加熱炉: イントラクーラー, Steel, Copper, SiC, 水蒸気
- 荷重範囲: 0.001 N ~ 4 N
- Software: *c-DTA, Identify, AutoEvaluation*, 温度および荷重変調機能, ひずみ制御機能



柔軟な温度範囲と雰囲気対応

交換可能な加熱炉により、装置はさまざまな温度範囲に対応でき、異なる雰囲気下での測定が可能です。デュアルファーネス (2炉) 仕様では、第二の加熱炉への切り替えが迅速に行え、数分で完了します。TMA 512 *Hyperion*® *Supreme* は、-150°Cから1600°Cまでの全温度範囲をカバーし、さまざまなガス環境、湿度、さらには水蒸気雰囲気下での測定にも対応可能です。

真空密閉型TMAシステムによる制御雰囲気下での測定

TMA 512 *Hyperion*®シリーズの各モデルは真空密閉型の構造を採用しており、高純度ガス雰囲気や真空条件下での測定が可能です。*Supreme*にはマスフローコントローラー (MFC) が1基標準搭載されており、最大で4種類のガスに対応できるようにアップグレードが可能です。これにより、パージガスや雰囲気ガス、ガス流量の切り替えが容易になり、柔軟なガス制御を実現します。

NETZSCHの *H₂Secure*

TMA 512 *Hyperion*®は、SiC炉および*H₂Secure box*との組み合わせにより、最大100%の水素濃度環境下での測定にも対応可能です。万全な安全プロトコルを備えており、高濃度水素環境下でも安全性を確保しています。(詳細は9ページをご参照ください)

冷却システム	雰囲気
空気 (受動式ファン) / 圧縮空気, LN ₂	不活性、酸化性、還元性、真空
イントラクーラー	不活性、酸化性、還元性、真空
空気 (受動式ファン)	不活性、酸化性、還元性、真空、水素
空気 (受動式ファン) / 圧縮空気, LN ₂	不活性、酸化性、還元性、真空、湿潤
空気 (受動式ファン)	不活性、酸化性、還元性、真空、水蒸気

Accessories

TMA 512 Hyperion® の特長 多彩なサンプルホルダーの選択肢

液体、熔融塩、金属 の測定も可能

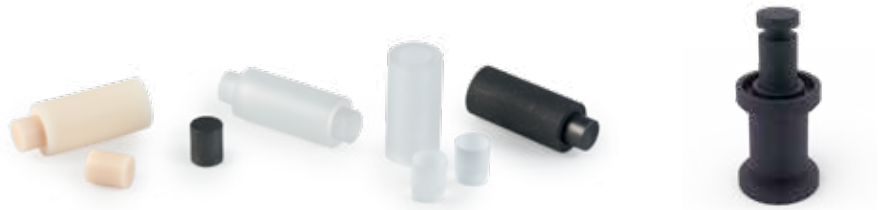
専用のサンプル容器を使用することで、粉末、ペースト、液体といった非固体試料の膨張挙動の分析が可能です。

また、金属の融点付近までの測定も対応しており、幅広い材料に対して高度な熱機械分析が行えます。さらに、溶媒膨潤測定用アクセサリや熔融塩専用の容器も用意されており、多様な応用に柔軟に対応します。

将来のアプリケーションにも対応 – 簡単に交換可能な多様なサンプルホルダー

TMA 512 Hyperion®では、試料の形状や分析目的に応じて、さまざまなタイプのサンプルホルダーを簡単に交換できます。熱膨張測定、侵入（貫入）測定、引張り試験に対応したホルダーに加え、3点曲げ測定用の押し棒や支持管も用意されています。

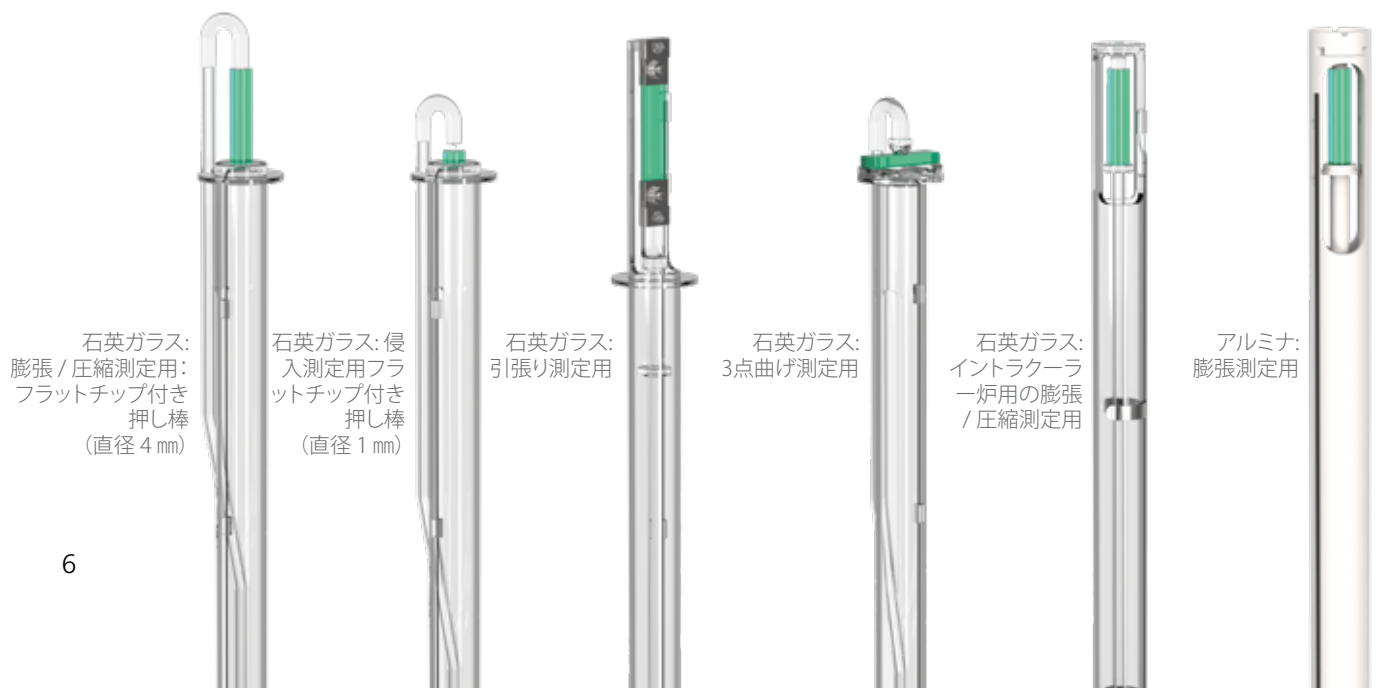
標準のアクセサリは石英ガラス製で、最大1100°Cまで対応。さらに、高温域での使用に適したアルミナ製ホルダーもラインアップされています。



粉末、ペースト、液体用の容器：アルミナ、サファイア、石英ガラス、黒鉛製

熔融塩用の
特殊試料容器

種類	試料寸法(最大)
膨張 / 圧縮、侵入（貫入）	直径:8 mm、長さ:30 mm / 直径:10 mm、長さ:30 mm / 直径:12 mm、長さ:30 mm
3点曲げ	長さ:24 mm、幅:5 mm、自由曲げ長さ:5 / 10 / 20 mm
引張り	長さ:30 mm、幅:6または8 mm、厚さ:1 mm



石英ガラス:
膨張 / 圧縮測定用:
フラットチップ付き
押し棒
(直径 4 mm)

石英ガラス: 侵
入測定用フラ
ットチップ付き
押し棒
(直径 1 mm)

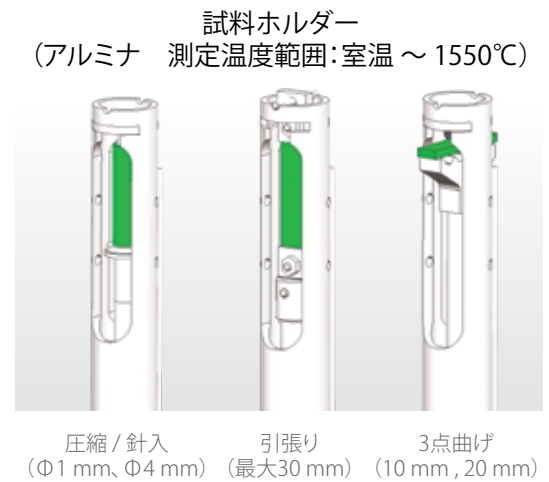
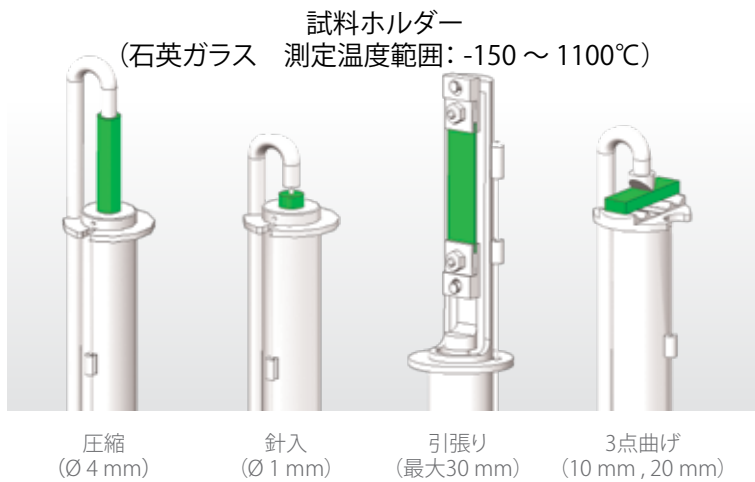
石英ガラス:
引張り測定用

石英ガラス:
3点曲げ測定用

石英ガラス:
イントラクーラ
ー炉用の膨張
/ 圧縮測定用

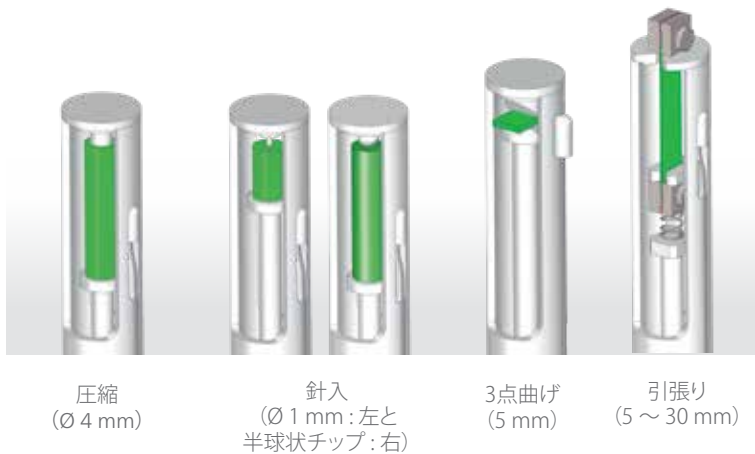
アルミナ:
膨張測定用

Copper、Steel、水蒸気、SiC炉用サンプルホルダー



IC炉用溶融シリカ製サンプルホルダー*

*他のTMA炉との組み合わせが可能



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

炉体は様々な高温熱分析装置 (STA 509 Jupiter) 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 512 Hyperion®は-150°C ~ 1,550°C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

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。



引張りモードで測定する際の試料準備用アライメントツール

湿潤雰囲気下での測定

環境影響のシミュレーション

TMA (熱機械分析) を湿潤な雰囲気下で行うために、2種類の炉が使用可能です。

水蒸気炉は、室温から最大1250°Cまでの温度範囲をカバーします。この炉は、加湿器または水蒸気発生器に接続することができ、水を蒸発させて蒸気を生成します。

Copper炉は、-150°C~500°Cまでの一般的なTMA測定に使用されます。この炉は加湿器と簡単に接続でき、最大500°Cまでの乾燥処理や、0°C~100°Cの間で制御された湿度環境を再現できます。さらに、TMA Proteus® ソフトウェアには湿度計算機が統合されており、利便性が高まっています。

加湿器

Copper炉または水蒸気炉と併用

- 湿ったガスと乾いたガスの混合により相対湿度を定義
- 最大露点: 80°C (モル濃度換算で47%に相当)
- 最小相対湿度: 5% (20°C時) (モル濃度換算で0.1%、または乾燥状態)
- 湿度ランプ / ステップのプログラミングが可能
- 運転中でも簡単に再充填が可能
- 湿度測定用のソフトウェアが統合済み

水蒸気発生器

水蒸気炉と併用

- 液体水を蒸発させて蒸気を生成
- 最大モル濃度100% (純蒸気)
- 希釈用に不活性ガスとの混合が可能
- 最小モル濃度: 5% (または乾燥状態)
- 気密性の高い水タンク付き



水蒸気発生器



TMA 512 Hyperion® に接続された加湿器

Hydrogen Research

H₂Secure の活用



NETZSCH が開発した *H₂Secure* コンセプトは、さまざまな水素濃度環境での測定を安全に実施するための完全なソリューションを提供します。

この柔軟性は、システムに組み込まれた包括的な安全プロトコルによって実現されており、複雑な酸化-還元サイクルの実行や、さまざまな条件下での反応速度論や材料挙動の高精度な解析を可能にします。

システム構成

- 1 水素ガス供給**
水素は、H₂ジェネレーターまたは水素ポンペから供給され、安全弁を内蔵したTMA背面の専用H₂ガス入口に接続されます。
- 2 最適化されたガス経路**
最大100%の水素濃度など、正確なガス濃度を維持しながら、保護ガス雰囲気を確保します。
- 3 ガス濃度の継続的モニタリング**
TMAの排気ガスフローを通じて、H₂およびO₂の濃度をリアルタイムで監視します。
- 4 *H₂Secure* Box**
ガスの流量制御信号を一元管理する中央通信ボックス。設定されたH₂またはO₂濃度の上限に応じて、ガス流の許可または制限を行います。



Proteus®

力の変調による 高度な材料解析

力と変位信号の同時測定

試料に作用する力は電磁的に発生します。これにより、変化する荷重条件下での測定でも迅速な応答が可能です。高感度な力センサー（デジタル分解能 <math>< 0.01 \text{ mN}</math>、最大力 $\pm 4 \text{ N}^*$ ）が押し棒を介して加えられる力を連続的に測定し、自動的に再調整します。この機能は、あらかじめ設定値のみを使用する他の装置と比べて、TMA 512 Hyperion®の大きな特徴です。

繊細な材料から硬い材料まで対応

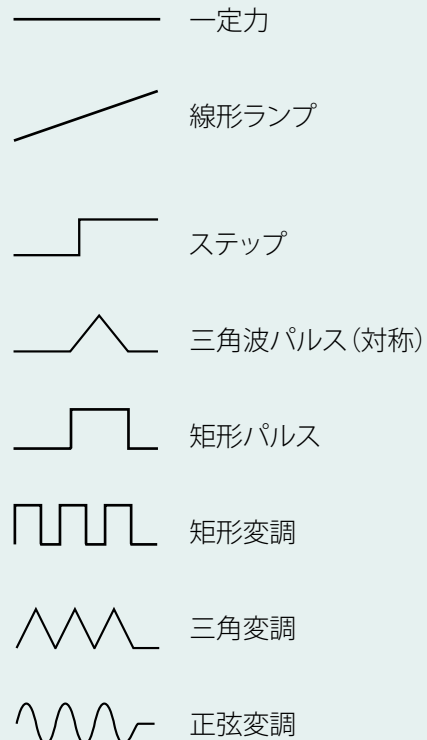
電子制御システムにより、力の設定値をmN（ミリニュートン）単位で細かく調整可能です。これにより、薄い繊維やフィルムなどの繊細な材料の測定も行えます。また、より大きな形状の試料には、TMA 512 Hyperion® Supremeを用いて最大4 N*の荷重をかけることが可能です。ソフトウェアを通じて試料にかかる力を変化させることができ、クリープ試験などの複雑なテストもシンプルに実行できます。

緩和、クリープ、応力/ひずみなどの 粘弾性特性の評価

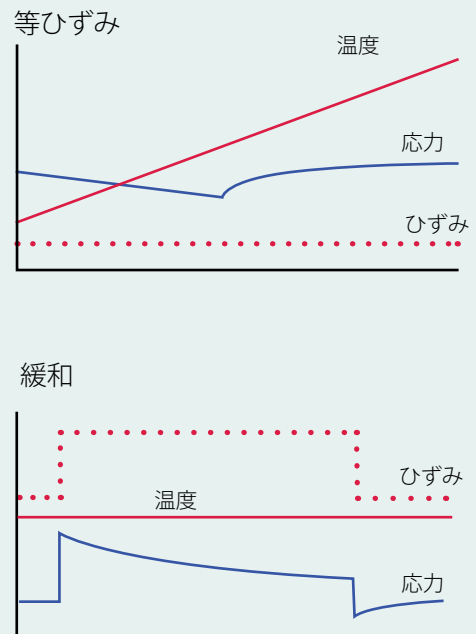
TMA 512 Hyperion®は、変位 (dL) を変化させ、それに対応する力を測定する機能を備えています。例えば、一定の温度で試料を特定の伸長量まで引っ張る応力緩和試験で使用可能です。測定中は変形量を一定に保ち、力の推移を測定します。材料の緩和により力は徐々に減少し、最終的に定められた曝露時間後に測定される残留応力によって応力緩和が決定されます。応力-時間のグラフから、応力緩和挙動や緩和率、緩和時間の値を読み取ることができます。

* Supreme のみ

力制御モード



変位制御モード



成果を高めるソフトウェア機能

密度測定

このソフトウェアオプションは、測定された熱膨張に基づいて試料の密度および体積変化を算出することができます。固体、液体、固体から液体への相転移など、さまざまな状態に適用可能です。

収縮速度制御 (RCS)

RCS機能は、TMA測定中に焼結速度を制御し、材料の微細構造や致密化を最適化するための精密な非線形加熱プロフィールを提供します。炉の温度プログラムは、試料に対してあらかじめ設定された焼結速度を達成するように制御されます。選択したRCSモードに応じて、炉の加熱速度は一定でなくなることがあります。試料の焼結挙動に応じて加熱が停止・再開されたり、連続的に調整されたりします。この測定温度プロフィールは、製造プロセスの最適化に役立ちます。

温度変調TMA

TMAにおける温度変調は、ガラス転移のような可逆的効果と、緩和や蒸発などの非可逆的過程を分離します。

焼結研究では、収縮と膨張を区別することが可能です。温度変調TMA測定では、線形温度プログラムに周期的な変調を重ねた温度変化を試料に与えます。一定の加熱速度に加えて、変調温度制御が行われます。

評価ソフトウェアは以下の算出を可能にします：

- 総変位量
- 可逆変位量および非可逆変位量
- 総熱膨張率(CTE)
- 可逆熱膨張率および非可逆熱膨張率(CTE)
- 振幅と位相

Proteus®は、多窓表示で結果曲線をグラフィカルに表示する機能を備え、グラフの出力、印刷、ASCIIファイルとしてのデータ出力が可能です。

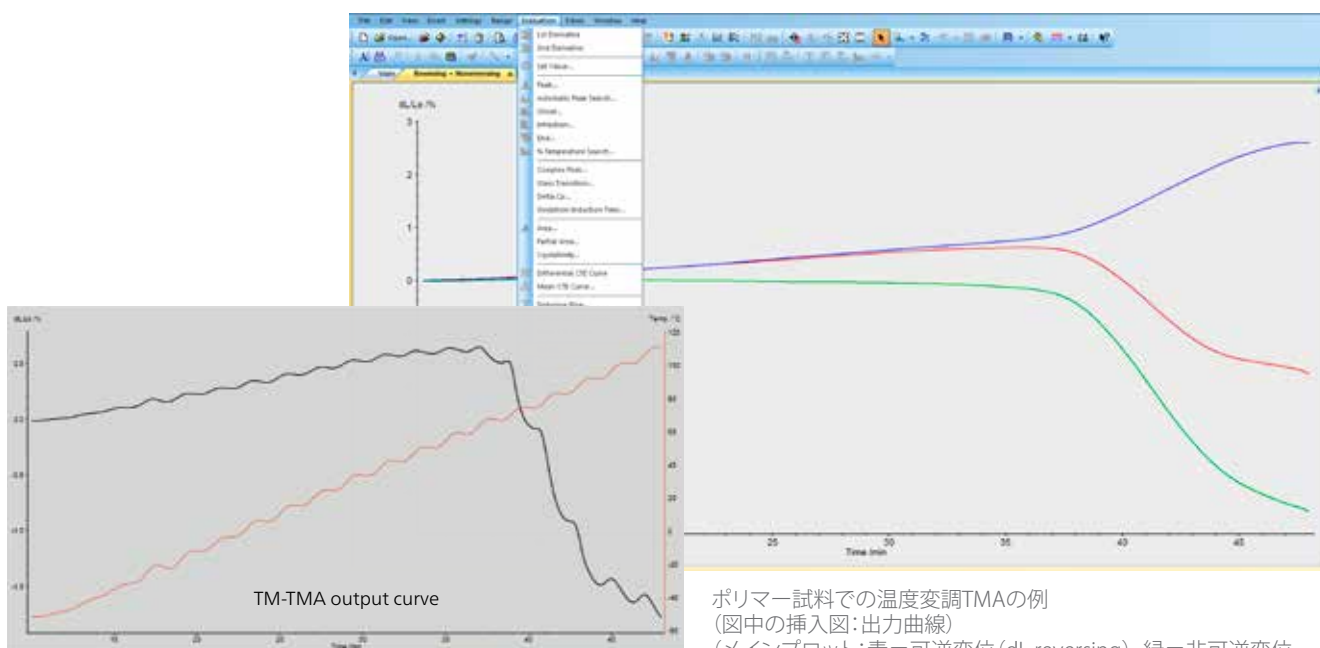
特許取得済み* c-DTA®

c-DTA® 信号により、長さ変化と吸熱/発熱現象の同時解析が可能です。温度校正にも使用されます。

*特許番号：DE102013100686

Kinetics Neo – 予測によるプロセス最適化

エネルギーコストの上昇と高品質なセラミックス製品への需要増加により、製造プロセスの最適化はこれまで以上に重要になっています。Kinetics Neoソフトウェアは、精度と効率を融合した最先端のソリューションを提供し、品質を損なうことなく時間と資源を節約し、セラミックス製造の革新を可能にします。



Proteus®

ワンクリックで信頼性の高い結果を簡単取得!

入力アシスタントで迅速に測定開始 - メソッドベースの自動評価機能付き

Proteus® ソフトウェアは、過去の測定ファイルから作成されたメソッドをワンクリックで新しい測定に適用できるため、作業効率が大幅に向上します。たとえば、参照測定 (リファレンスラン) の評価ステップをメソッドとして保存し、試料測定に自動適用することが可能です (測定後の適用もOK)。

さらに、ユーザーが定義した品質基準から逸脱した結果をソフトウェアが自動で検出する機能も備えています。

AutoEvaluation – ワンクリックで自動評価

AutoEvaluationは、NETZSCHが開発したインテリジェントな自動評価機能です。熱分析データ (測定曲線) の評価を、マクロに依存せず完全に自律的に実行します。これは大幅な作業効率化・時間短縮に貢献します。

AutoEvaluationは材料ごとの評価に特化した機能を搭載しており、たとえばポリマーを測定した際には、ガラス転移点の開始や軟化点のピークを自動で検出・評価します。

Identify – TMA曲線の識別・分類機能

Identifyデータベースは、測定曲線の識別や材料検証のための最先端ツールです。対象の測定曲線を、他の個別の曲線 (例: 品質管理用グループ) や、選択されたライブラリ内の文献データと比較することができます。ユーザーが作成したライブラリや分類グループは、Identify内で編集・拡張可能です。

標準ライブラリ (1100件以上のエントリーを収録) には以下の分野の測定・文献データが含まれます:

DSC (示差走査熱量測定)
c_p (比熱)
TGA (熱重量分析)
DIL/TMA (膨張・熱機械分析)

対象分野:
ポリマー、有機物、食品、医薬品、金属・合金、セラミックス、無機材料、化学元素

データベース内のエントリーはさまざまな条件でフィルタリング可能で、異なる測定タイプ同士でも重ねて比較表示できます。

LabV®*

- デジタルワークフロー
直感的なインターフェースと自動化されたワークフローで測定プロセスを効率化
- データプラットフォーム
あらゆる測定装置とITシステムを接続し、プロセス全体を統合管理
- AI搭載デジタルアシスタント
ラボで自然言語によるAI利用を可能にする初のデータプラットフォーム

* LabV® Intelligent Solutions GmbHは NETZSCH グループです。
www.LabV.io



Proteus® Search Engine

- データを効率的に管理
- 条件に基づいてデータに直接アクセスし、並べ替え
- ファイルを開かずに測定結果や解析内容のプレビューを素早く表示
- 必要なデータを迅速かつ簡単に取得
- 装置名、メソッド、オペレーター名、ファイル/信号の種類、日付、測定条件、評価された効果などの条件で検索可能

TMA Proteus® ソフトウェアの主な機能

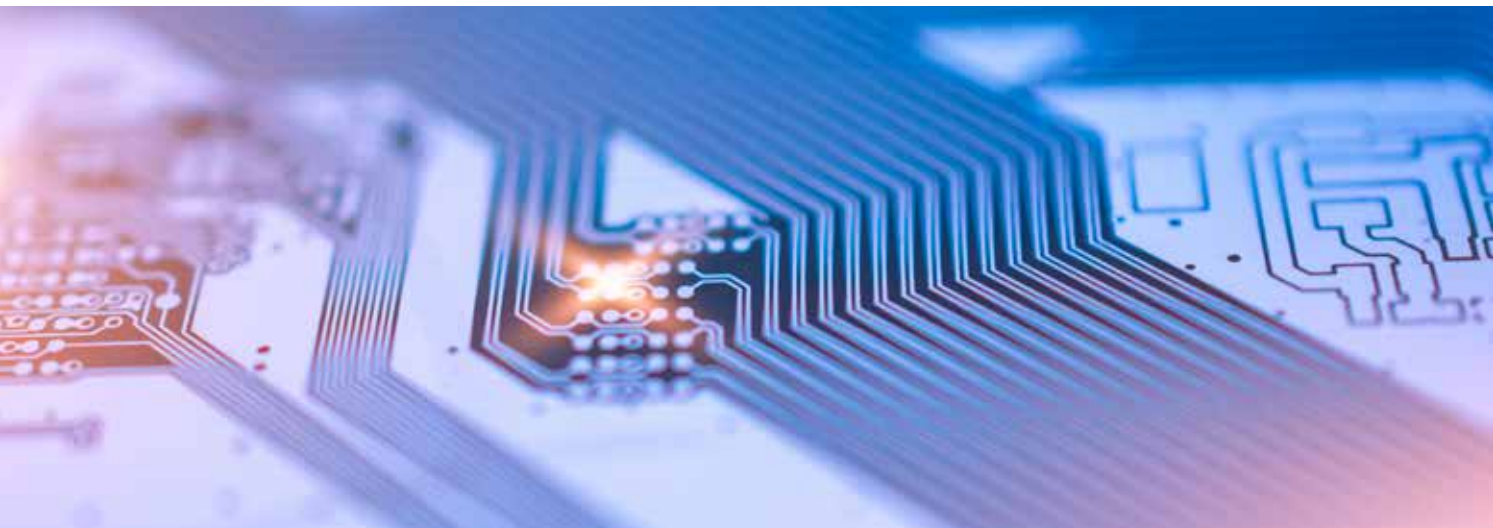
Select

Supreme

	Select	Supreme
レポート作成機能	■	■
軟化点検出	■	■
自動試料長さ検出	■	■
変位制御	■	■
荷重調整 / セグメント設定	■	■
Eco Mode	■	■
AutoEvaluation	■	■
Identify	□	■
c-DTA® (熱効果 / 温度校正)	□	■
荷重変調	□	■
温度変調	□	■
密度測定	□	□
収縮速度制御 (RCS)	□	□
Kinetics Neo	□	□
Proteus® Search Engine	□	□

■ 標準構成に含まれる
□ オプション (追加機能)

APPLICATIONS



複合材料における異方性挙動

熱硬化性樹脂および熱可塑性樹脂をマトリックスとする複合材料におけるガラス転移温度(T_g)は、TMA(熱機械分析)によって測定することができます。

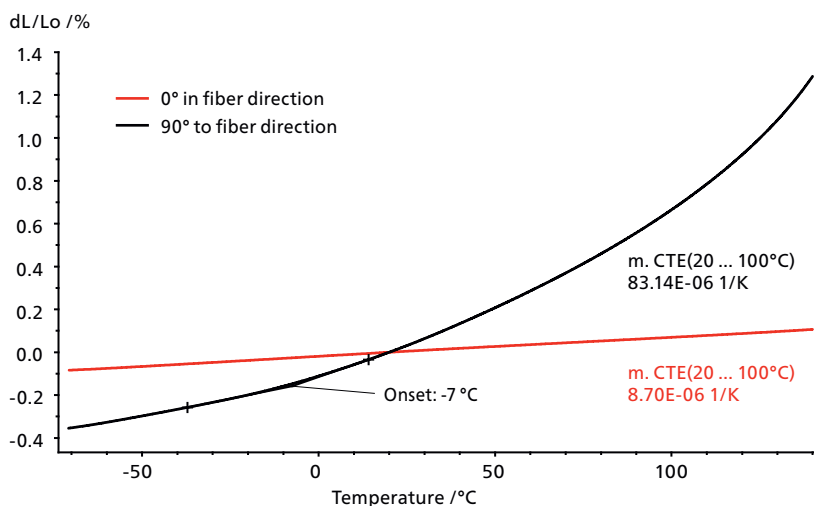
ガラス転移の開始点の検出は、熱硬化性材料の使用可能な上限温度を決定するうえで信頼性の高い手法です。

熱可塑性樹脂をマトリックスとする複合材料(例:PP-GF)では、 T_g は材料が軟化し始める温度領域を示します。

フィラーの異方性の程度や配向方向は、線形熱膨張係数(CTE)に大きな影響を与えます。

たとえば、一方配向の複合材料では、繊維方向のCTEは繊維自体の膨張特性に従います。

一方、繊維に直交する方向では、CTEはマトリックス樹脂と繊維の混合特性となり、繊維体積含有率の影響を受けます。

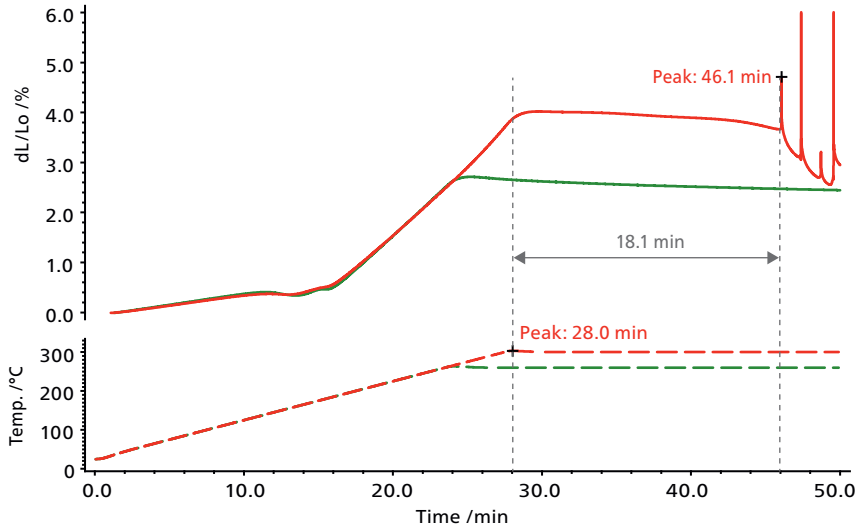


複合材料を2方向で測定: 試料長さ25 mm、昇温速度5 K/min、温度範囲-70°C~140°C、窒素雰囲気、膨張測定用の石英ガラス(fused silica)製サンプルホルダー使用

図中の赤い曲線は繊維方向での測定結果であり、ガラス繊維の低膨張特性が支配的です。繊維方向に対して90°で測定した試

料は、ポリプロピレン(PP)マトリックスの影響が大きく、CTEが高くなります。このため、PPの T_g はこの方向でのみ明確に観察されます。

機能的電子部品に適した材料の選定



FR4複合回路基板における層間剥離までの時間の測定
 IPC規格に基づく試料サイズ:6.35 mm²、測定前に105°Cで2時間乾燥、昇温速度10 K/min、窒素雰囲気、石英ガラス製サンプルホルダー使用、等温保持温度:260°Cおよび300°C

産業規格では、熱膨張、ガラス転移、軟化点の測定が、IPC規格に基づき求められています
 (例:IPC-TM-650 2.4.24.1「TMA法による層間剥離時間」)。

プリント基板製造において鉛フリーはんだへと移行したことで、はんだ材料の融点が上昇しました。その結果、熱負荷の増加によって基板や実装体の層間剥離が問題となりました。これに対応するため、 T_g の高いFR4基板への変更が行われるようになりました。

しかしながら、現在でも多くのFR4基板は汎用仕様で注文されており、材料特性にばらつきがあります。ガラス転移点に達すると、エポキシマトリックスの膨張率が増加し、それが繊維との界面剥離を引き起こ

し、製品不良の原因となる可能性があります。

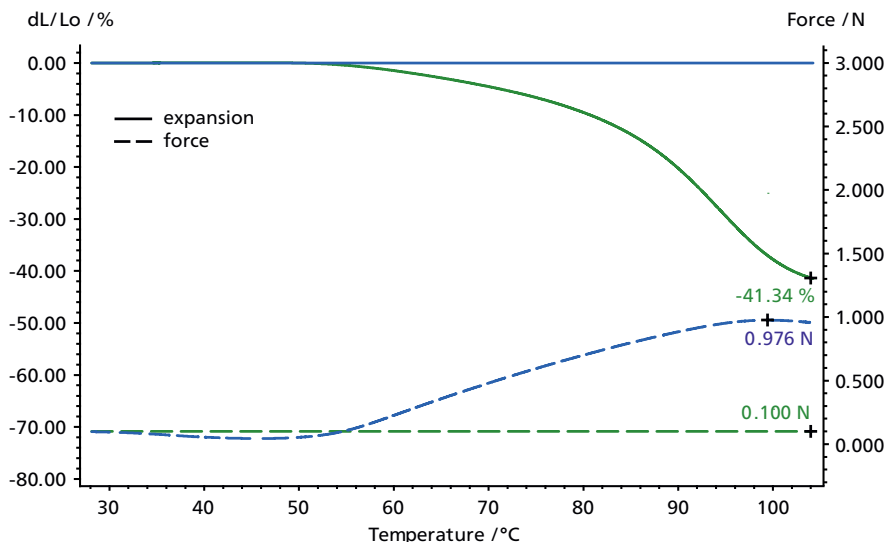
以下の図は、FR4複合材料に対して層間剥離までの時間を記録したTMA測定例です。2つの等温測定を実施し、1つは260°C(緑の曲線)、もう1つは300°C(赤の曲線)で実施しました。260°Cでは剥離は確認されませんが、300°Cでは18.1分後に層間剥離が検出されました。

熱膨張は電子製品の故障原因の主因である



劣化の始まりを示す典型的な変色:
 左:測定前、中央:260°Cで測定後、右:300°Cで測定後。
 目視ではいずれの試料にも剥離は見られませんが、TMA法は300°Cでの剥離を検出できる感度を有しています。

熱収縮チューブのテスト



熱収縮チューブにおけるTMA測定:一定荷重下(緑)および一定変位下(青)で実施。
加熱範囲:室温~120°C、雰囲気:N₂、試料長さ:青 25 mm / 緑 10 mm

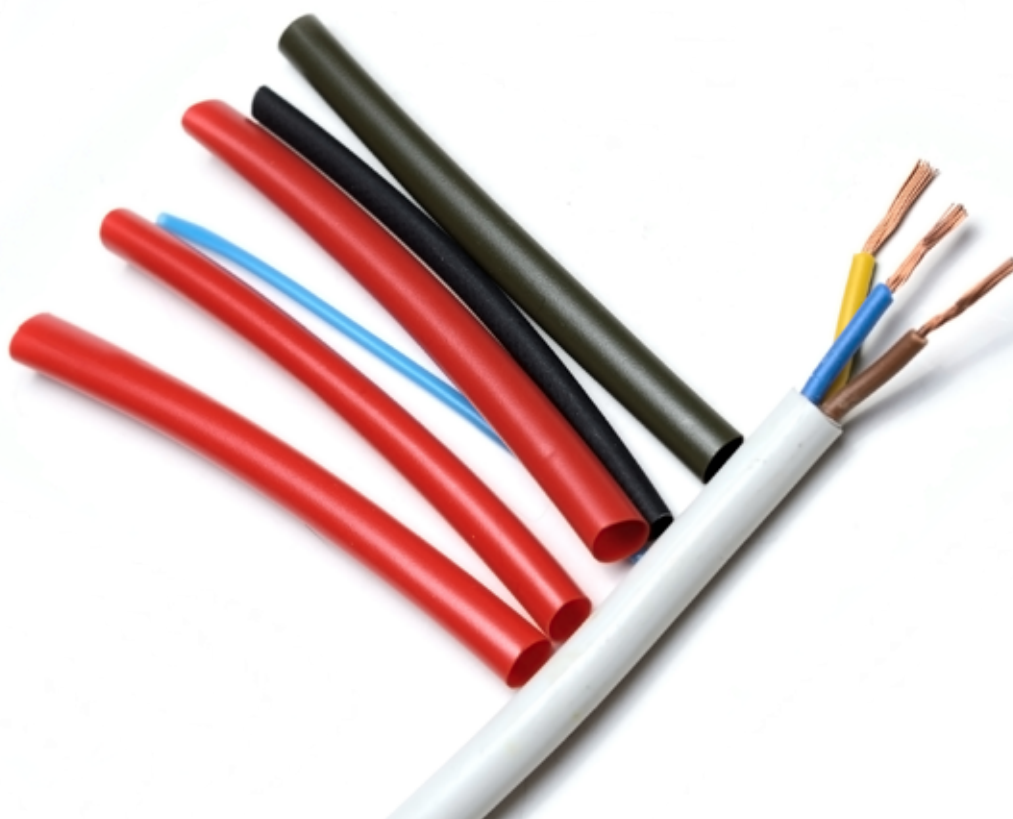
熱収縮チューブ(シュリンクスリーブとも呼ばれる)は、配線やケーブルの補修や絶縁に使用される材料です。ケーブルにチューブを通した後、熱を加えることで収縮し、密閉された状態を作り出します。

熱収縮チューブは本質的に伸縮性があり、加熱により形状が変化します。TMA(熱機械分析)を用いることで、材料が収縮を開始する温度、その収縮率、および収縮時に発生する力を把握することができます。

グラフは2つの試料を測定した結果を示しています:

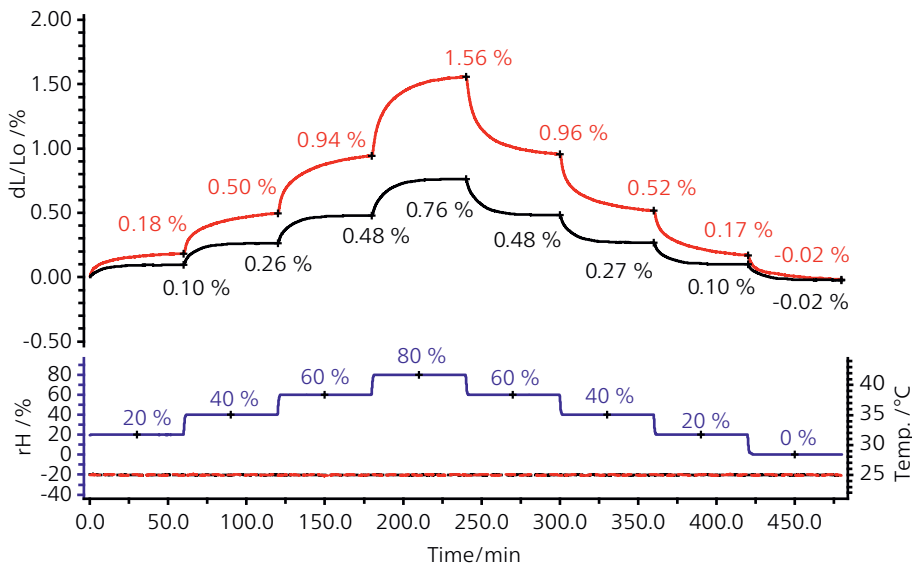
試料1(緑色の曲線)では、約60°Cから収縮を開始し、最終的に40%の収縮が見られました。

試料2(青色の曲線)では、変位を一定に保ち、発生する力を測定しました。その結果、最大0.976 Nの力が測定されました。



高分子材料における理想的な製造・使用条件の定義

バイオポリマーにおける吸湿挙動 – TMAによる可視化



定義された湿度条件下でのバイオポリマーTMA測定:
バイオポリマー1(黒線、デンプンなし)、バイオポリマー2(赤線、TPS20%含有)

デンプンは、バイオポリマーブレンドに広く使用される再生可能な原料です。コスト削減だけでなく、機械的・環境的特性にも影響を与えます。しかし、デンプンを含む材料は親水性が高いため、周囲の湿度の影響を受けやすいという性質があります。

そのため、吸湿によって材料の長さや体積にどのような変化が起きるかを理解することは重要です。

下図は、定義された湿度条件下で、2種類のバイオポリマーの長さ変化をTMAで測定したものです：

バイオポリマー1(デンプンを含まない)
バイオポリマー2(20%熱可塑性デンプン(TPS)を含む)

測定結果から、TPSの添加により吸湿量が増加し、膨潤および長さの増加が大きくなることが明らかになりました。

このような測定では、試料の前処理が特に重要です。バイオポリマーは乾燥状態ではもろく、取り扱いが困難です。

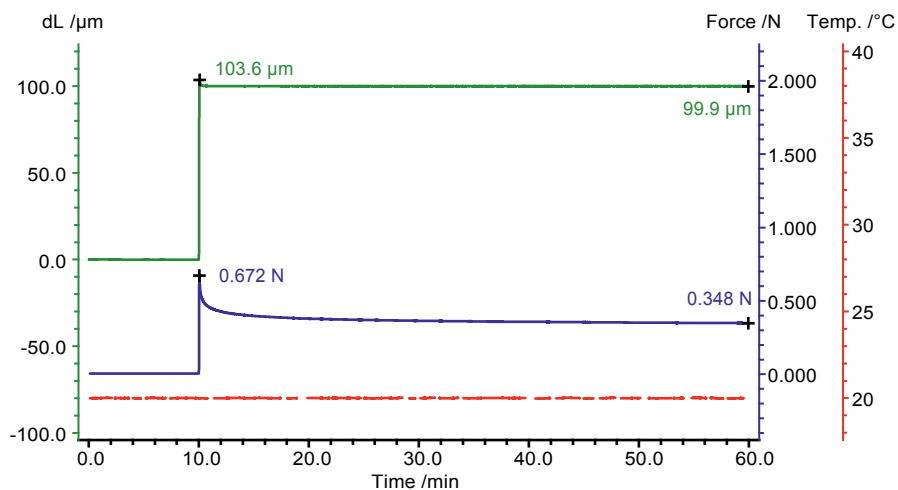
理想的には、測定開始時に乾燥状態であることが望ましく、そのためには一定の初期含水率を設定する必要があります。これは、試料の取り扱いのしやすさと再現性の高い分析のために重要です。



緩和 – 高分子フィルムにおける重要な材料特性

プラスチック包装は、柔軟性、軽量性、強度が求められます。さらに、必要に応じて不浸透性で、滅菌が容易であることも重要です。これらの特性は、使用される材料と製造条件によって決まりますが、材料の緩和特性を理解することも重要です。これにより、使用中の疲労や摩耗に対する耐性を予測することができます。

シュリンクフィルムは、加工中にあらかじめ伸ばされたフィルムが高温で緩和する傾向を利用して使われています。時間の経過とともに、シュリンクラップはクリープや応力緩和により緩んでしまう傾向があります。ここで示す測定では、試料に一定のひずみをかけ、その間の引張力の変化を測定しました。



LDPEフィルムの緩和測定、試料ホルダーは熔融石英製。
測定環境：室温、窒素雰囲気。試料サイズ：長さ10 mm、幅5 mm。





絶縁材料の熱膨張

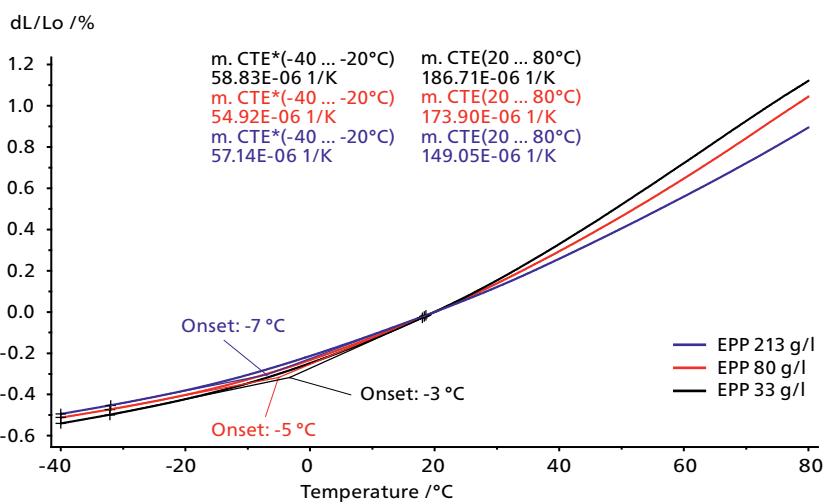
ポリマーフォームは、軽量でありながら優れた強度対重量比、優れた熱・音響絶縁性、良好なエネルギー吸収性が求められる用途で使われます。

建築や自動車業界で、EPS（発泡スチロール）やEPP（発泡ポリプロピレン）などの発泡フォームの利用が増加しています。

そのため、絶縁材料を選ぶ際に熱膨張特性は重要な品質基準となります。

材料の密度によって膨張挙動が大きく異なるからです。

最も密度の低いフォーム（黒色の曲線）が最も高い線膨張係数（CTE）を示しながらも、ガラス転移温度（ T_g ）はほぼ同じです。

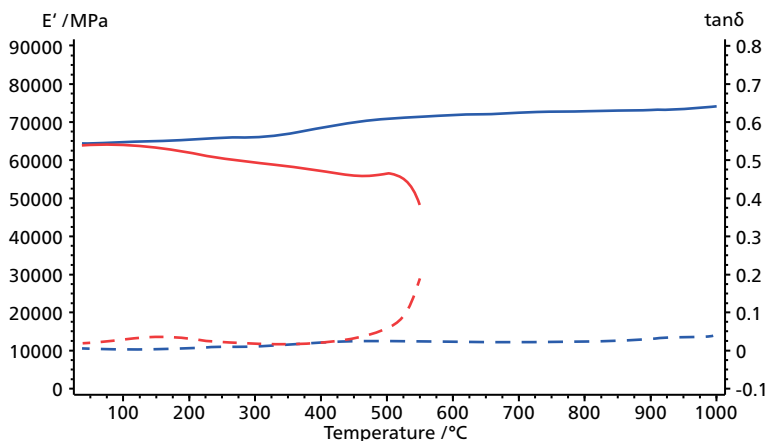


異なる密度の3種類のEPPフォームの膨張測定。
試料長さ: 20 mm、加熱速度: 5 K/min、測定範囲: -40°C~80°C、窒素雰囲気、膨張用試料ホルダーは熔融石英製、試料荷重50 mN。

Fused Silicaとフラットガラスの粘弾性特性の比較

Fused Silicaとフラットガラスに対するこれらのTMA測定は、3点曲げ測定法で室温からそれぞれ1000°Cと550°Cまで、加熱速度5 K/minで行われました。

ほとんどの材料で予想されるように、フラットガラス(赤い曲線)の弾性率は温度上昇に伴い低下し、約520°Cで材料の軟化点に達すると、剛性が急激に低下し、同時にtan δ(赤の点線)が上昇します。これに対し、Fused Silica(青の曲線)は温度が上がるにつれて剛性が増加します。

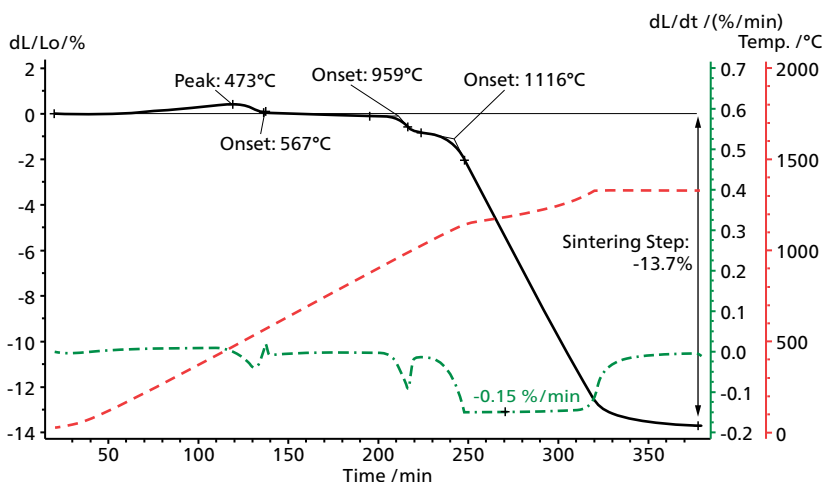


Fused Silica(青)とフラットガラス(赤)の粘弾性挙動。
力の変調:0.5 Hz、静的荷重:1.5 N、振幅:1.45 N、曲げ間隔:20 mm、試料厚さ:約1 mm、幅:約4.8 mm。実線は貯蔵弾性率E'、点線はtan δを示します。

収縮速度制御によるセラミックグリーンボディの致密化

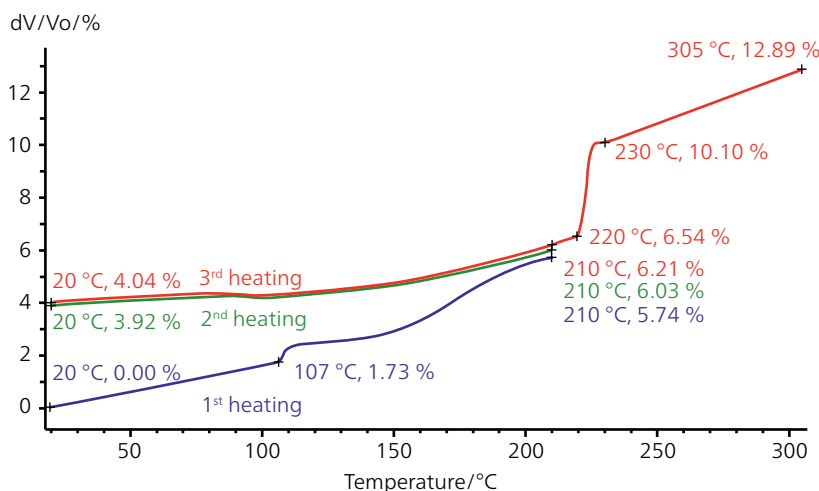
セラミックグリーンボディの焼結は、収縮速度制御(RCS)を用いて調査されました。炉の温度プログラムは、試料に対して事前に設定された焼結速度を達成するよう制御されます。今回の測定では、1040°Cから開始し、開始/停止モードで0.15%/分の焼結速度が設定されています。

長さ変化曲線(黒)では、473°Cでのカオリナイトの脱水水素化反応が、567°C(開始点)での石英転移と重なっています。959°Cの開始温度で追加の相転移が起こり、長さ変化曲線の1次微分(緑色)に215分でピークとして現れています。250分で焼結が始まり、一定の膨張率0.15%/分で進行。焼結工程は13.7%の収縮を示しています(黒曲線)。



拡張モードでのRCS測定(Al_2O_3 製サンプルキャリア)、SiC炉、室温から1350°Cまで。試料長さ約5.5 mm、直径6~7 mm。加熱速度5 K/min、1350°Cで60分間等温保持。RCS開始1040°C、開始/停止モード、閾値0.15%。

溶融塩 – NaNO₃-KNO₃混合物の準安定相を含む熱物理特性の分析



50 mol% NaNO₃ – 50 mol% KNO₃ 混合塩の体積変化の温度依存性 (3加熱サイクル) [*]



溶融塩用試料容器

塩系は、主に金属加工、原子力、太陽熱エネルギーなどの重要な産業分野で熱媒や化学反応物として注目されています。

NaNO₃-KNO₃系は、熱媒や濃縮型太陽熱発電 (CSP) プラントの熱エネルギー貯蔵 (TES) 材料としての潜在的な用途から広範な研究がされています。

SolarSalt混合物 (60% NaNO₃、40% KNO₃) は、多くのCSPプラントで使われており、その優れた熱物理特性が評価されています。

本研究では、50 mol% NaNO₃ と 50 mol% KNO₃ の混合物 (20 kNで24時間プレス) をグラファイト容器で測定しました。

溶融塩の測定は、その高い腐食性、クリープ現象、蒸発の可能性から困難です。

第1加熱サイクルと第2加熱サイクル

間で、相転移温度や体積変化に顕著な違いが観察されました (上図参照)。

第3加熱サイクルでは、混合物の融解が220°Cで確認されました。

これらの結果は、TMAが固体および液体相の体積変化を正確に測定できることを示しています。さらに、TMAはプレス塩ペレットの焼結挙動のIn situ観察にも利用可能です [*]。

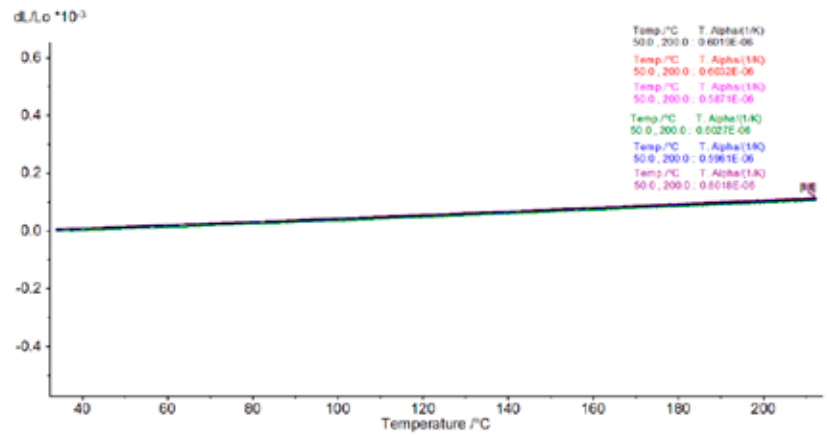
* 本研究の詳細および他の分析法 (LFA、DSC、XRD) との比較は、Creative Commons CC-BYライセンスのもとでJournal of Materials Research and Technology 誌2025年5-6月号 (Volume 36) にて公開されています (<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.03.128>) : 「準安定相を含むNaNO₃-KNO₃混合物の熱物理特性の包括的分析」、D. Sergeev 他。

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 512 Hyperion® の精度の高さを示しています。

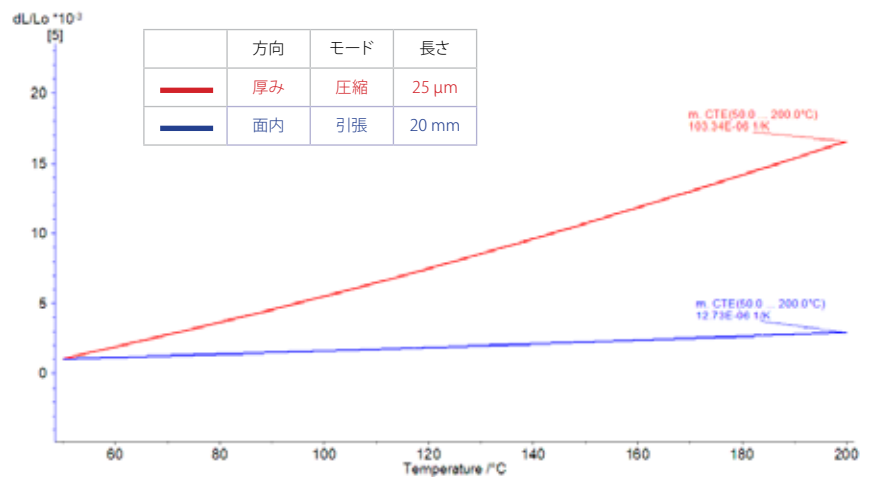


ポリイミドフィルムの CTE 測定における厚み方向と面内方向の比較

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。

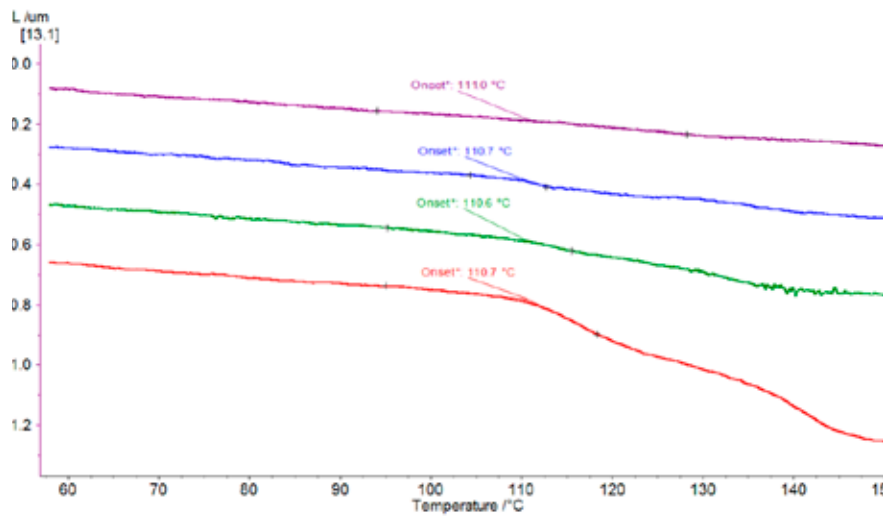
しかし、TMA 512 Hyperion® では非常に高い分解能を有していることから厚み方向の CTE 測定も実現することが可能です。



ポリスチレン薄膜の T_g 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 T_g 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 T_g 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。

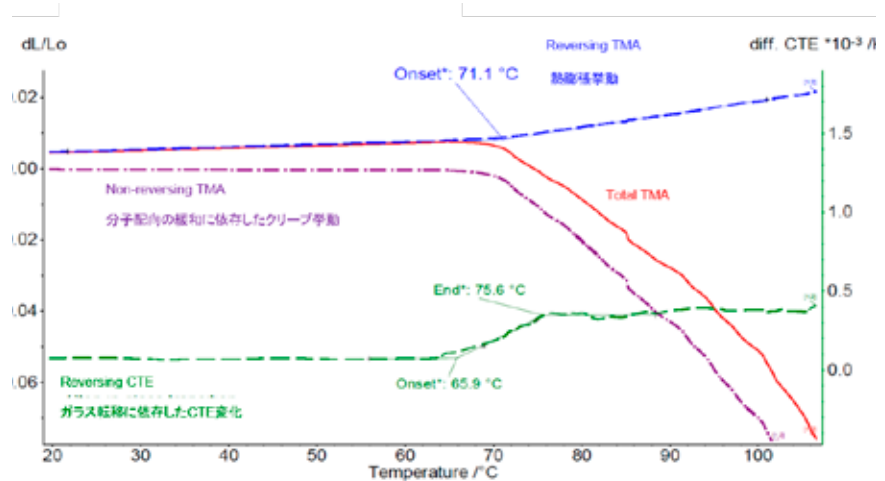
TMA 512 Hyperion®では非常に高い分解能を有しているため、わずかな挙動変化も捉えることが可能です。50 nm ~ 400 nmの膜厚のポリスチレンの測定をしたところ、50 nmの T_g を観測することは困難でしたが、100 nmまでの T_g を観測することは可能でした。



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 512 Hyperion®では温度変調測定を行うことが可能です。

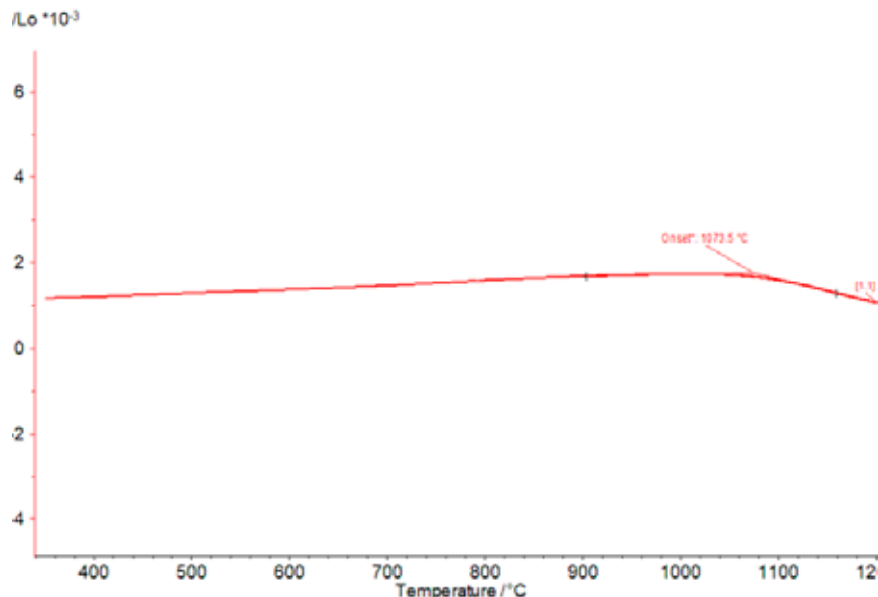
TMAにおける温度変調測定ではガラス転移や相転移などに依存した可逆的な熱膨張挙動と、分子配向の緩和などに依存した不可逆的なクリープ挙動などと分けて観測することが可能です。



カーボンシートの不活性雰囲気下における熱処理

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。

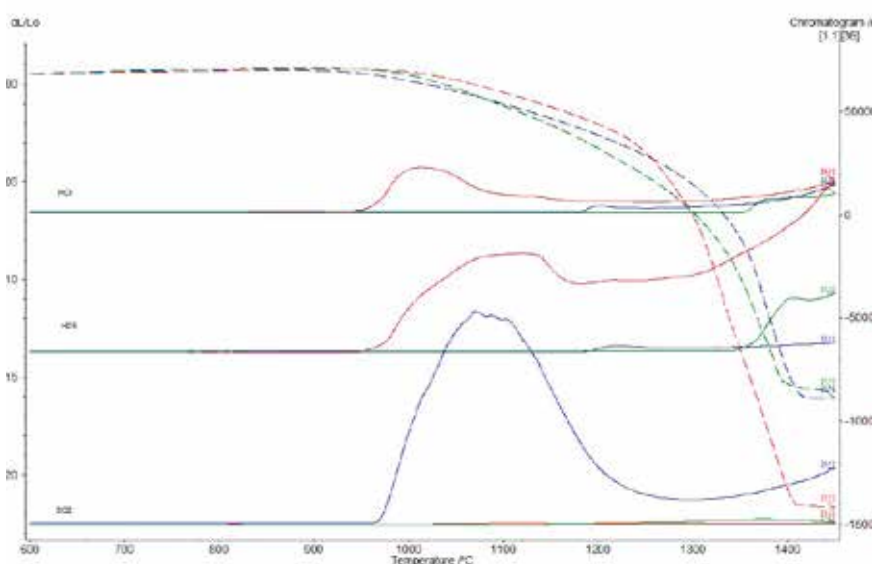
TMA 512 Hyperion®ではアルミナ製引張りホルダーを有しており、かつ高純度不活性雰囲気下での測定が可能なので、カーボンシートの不活性雰囲気下における熱処理に伴った膨張・収縮挙動を測定することが可能です。



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。

TMA 512 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。



TMA 512 Hyperion®

	Select	Supreme
設計	上部投入型	上部投入型
装置インターフェース	タッチディスプレイ	タッチディスプレイ
温度範囲	-150°C ~ 1500°C / 1600°C*	-150°C ~ 1600°C
測定範囲 / 変位分解能	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 500 μm (±250 μm) / 0.125 nm ▪ 5000 μm (±2500 μm) / 1.25 nm 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 500 μm (±250 μm) / 0.125 nm ▪ 5000 μm (±2500 μm) / 1.25 nm
炉昇降装置	単式・モーター駆動(双式はオプション)	双式・モーター駆動
炉の種類	<ul style="list-style-type: none"> ▪ IC炉(イントラクーラー使用) ▪ SiC炉 ▪ Steel炉 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ SiC炉 ▪ Steel炉 ▪ IC炉(イントラクーラー使用) ▪ Copper炉 ▪ 水蒸気炉
加熱・冷却速度	0.001 K/min ~ 50 K/min	0.001 K/min ~ 50 K/min
冷却システム	<ul style="list-style-type: none"> ▪ IC炉用インタークーラー ▪ SiC炉用ファン Steel炉用: <ul style="list-style-type: none"> ▪ 液体窒素冷却 ▪ ボルテックスチューブ 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ IC炉用イントラクーラー ▪ SiC炉用ファン Steel炉・Copper炉用: <ul style="list-style-type: none"> ▪ 液体窒素冷却 ▪ ボルテックスチューブ
雰囲気	不活性、酸化性、静的、動的、真空、還元性	不活性、酸化性、静的、動的、真空、還元性
湿潤雰囲気*	非対応	湿度、水蒸気
水素雰囲気*	対応	対応
ガス流量制御	3方向切替スイッチまたは1-/3-/4方向MFC*	1方向MFCまたは3-/4方向MFC*
測定モード	膨張、貫入、3点曲げ、引張り	
力および変位	力信号と変位信号の同時測定	
荷重範囲(試料への荷重)	0.001 N ~ 3 N (追加重りなし)	0.001 N ~ 4 N (追加重りなし)
力の分解能	< 0.01 mN	< 0.01 mN
交換可能なサンプルホルダーシステム	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fused Silica:最大1100°C ▪ アルミナ:最大1600°C 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fused Silica:最大1100°C ▪ アルミナ:最大1600°C
特殊サンプル容器	ペースト、粉末、液体、熔融金属、熔融塩、ワックス、浸漬測定用	
カップリング*	対応	対応
重さ	86 kg	
寸法(W×D×H)	600 mm × 600 mm × 650 mm	

* オプション

技術仕様

TMA 4000 SE/SA

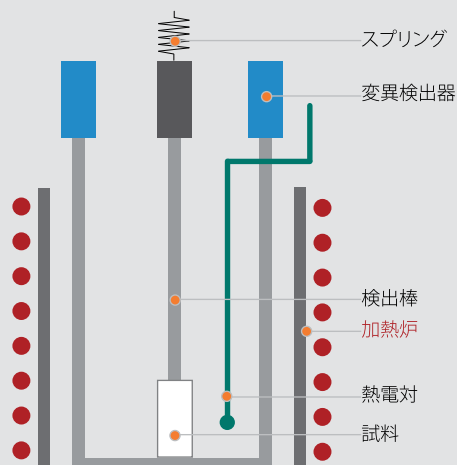
弊社では高感度モデルである TMA 512 Hyperion® 以外にも、国内で生産している TMA 4000 SE/SA を提供しています。

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。

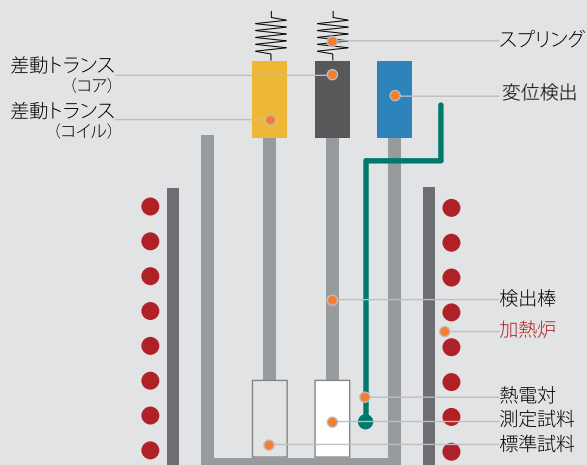
下図は全膨張タイプと示差膨張タイプの構造図です。



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、3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、キュアー等さまざまなホルダーをラインナップしています。



- ① 圧縮荷重
- ② 引張り荷重
- ③ ペネトレーション
- ④ 3点曲げ
- ⑤ 粘弾性
- ⑥ キュアー

① ② ③ ④ ⑤ ⑥

幅広い温度範囲

炉体交換により -150 °C ~ 1500 °C 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

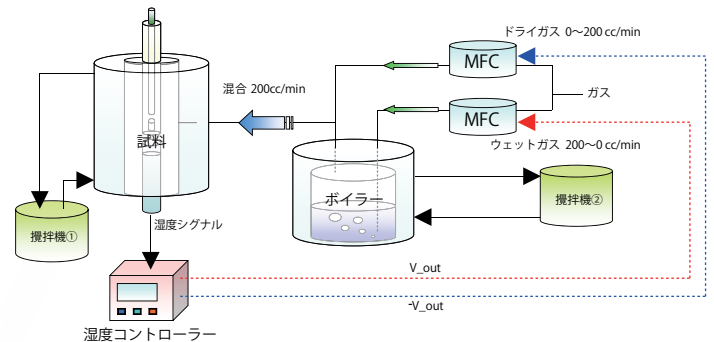
加熱炉内の相対湿度を制御可能な相対湿度制御型 TMA、露点温度により制御された水蒸気を加熱炉内へ導入可能な露点温度制御型 TMA への拡張も可能です。

TMA 4000 SE/SA		
	TMA 4000 SE	TMA 4000 SA
検出方式	全膨張	示差膨張
温度範囲	-150°C ~ 600°C (LN2冷却) / -50°C ~ 400°C (電気冷却) 室温 ~ 1100°C (空冷) / 室温 ~ 1500°C (空冷)	
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 °C/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	

各測定方法の試料サイズ

種類	試料寸法(最大)
圧縮荷重	直径:8mm、長さ:20mm
ペネトレーション	直径:8mm、深さ:5mm
引張り、粘弾性	厚さ:0.5mm、幅:5mm、長さ:20mm
3点曲げ	厚さ:3mm、幅:4mm、長さ:13mm
キュアー	容器サイズ:内径9mm、深さ:7mm

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、 ± 0.5 °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 ± 0.5 %RH、露点制御型で ± 0.5 °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 °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 SE/SA

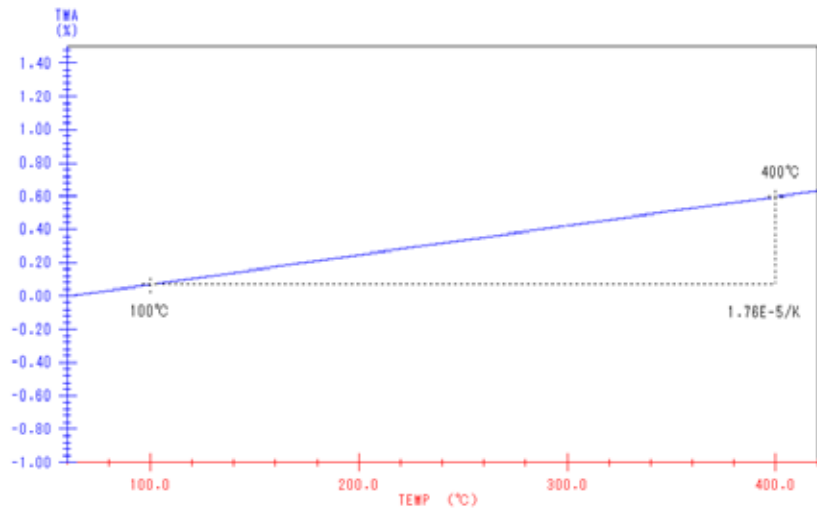
	相対湿度制御型 TMA	露点温度制御型 TMA
温度範囲	5 °C ~ 90 °C	室温 ~ 1,500 °C
湿度範囲	5 %RH ~ 90 %RH	DP -20°C ~ 85°C
湿度安定性	± 0.5 %RH	DP ± 0.5 °C
測定雰囲気	N2 / Air + 水蒸気	
測定モード	引張、圧縮、ペネトレーション、粘弾性	
加熱速度	0.5 °C/min	20 °C/min
加湿速度	5 %RH/min	

APPLICATIONS

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。

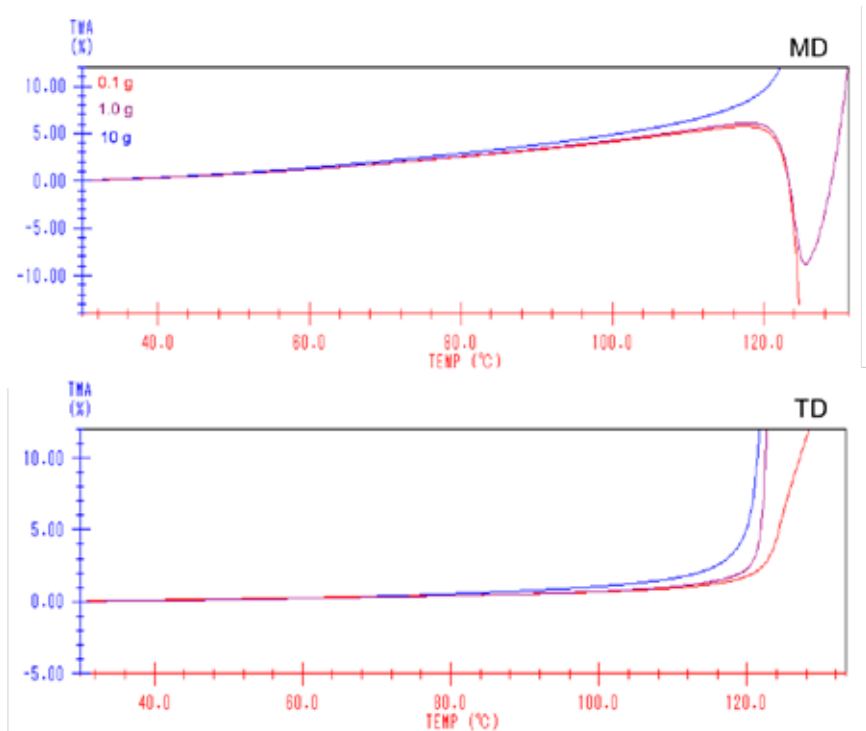
弊社の TMA シリーズでは TMA 512 *Hyperion*®、TMA 4000 SE/SA 共に真空密閉構造を採用しており、高純度不活性雰囲気下で酸化を抑制しながら測定することが可能です。そのため金属の測定であっても安定的に測定することが可能です。



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。

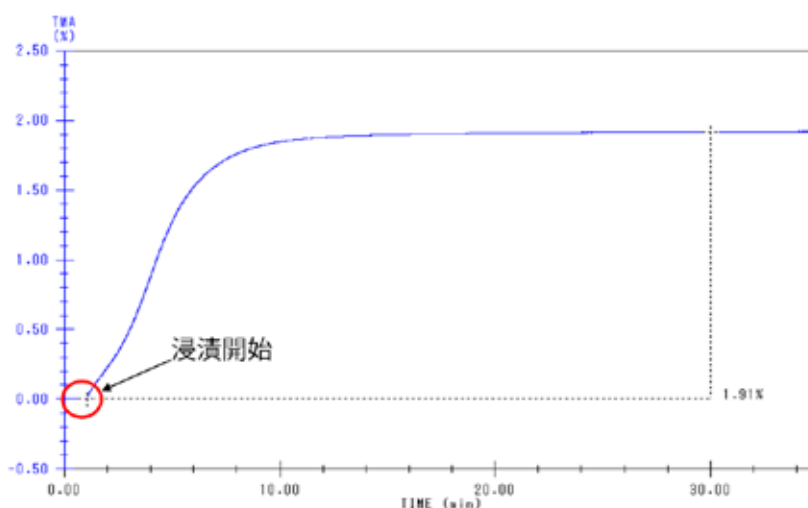


水浴浸漬下におけるナイロンフィルムの膨張挙動

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。

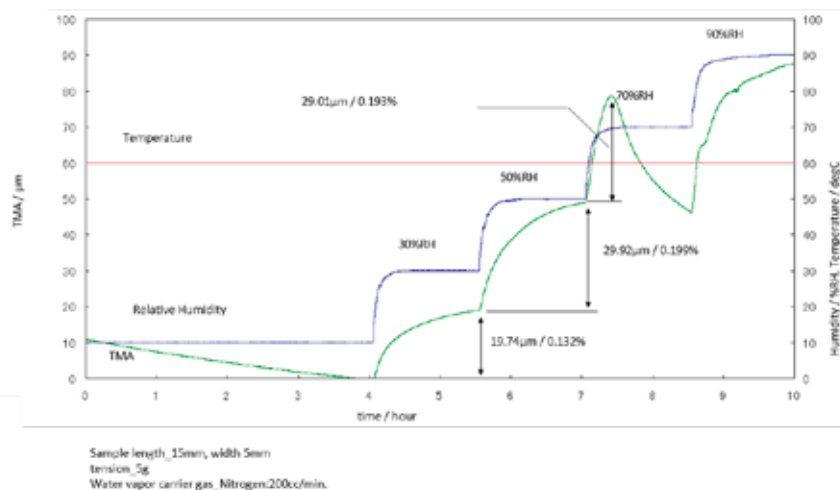
本測定例では水浴に浸漬させたときの材料の膨張挙動を示してありますが、水のみならず有機溶媒やオイルなどの様々な液体が材料におよぼす影響を測定することが可能です。



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。





NETZSCH社は販売前後において包括的なサポートと専門的で信頼性の高いサービスをご提供致します。NETZSCHの技術サービス部門とアプリケーション部門の有資格者はいつでもご相談に応じます。また、お客様のために作られた特別なトレーニングプログラムではご使用の機器の潜在能力を最大限に引き出すための方法を学ぶことができます。

オンライン、オンサイト、NETZSCHトレーニングセンターからお好きなトレーニング方法をお選びください。お客様の投資を維持・保護するために経験豊富なサービスチームが、ご使用機器の全ライフサイクルに渡ってサポートさせていただきます。

Expertise in SERVICE

テクニカルサポート



定期メンテナンス
修理



ソフトウェア
更新



装置入替



IQ/OQ
各種文書



トレーニング



基礎
セミナー



NETZSCH
オンライン
アカデミー



ラボ



アプリケーションサポート
依頼測定

NETZSCH Groupは、ドイツに本社を置く国際的なテクノロジー企業です。
事業部門は Analyzing & Testing (分析・試験)、Grinding & Dispersing (粉碎・分散)、Pumps & Systems (ポンプ・システム) に分かれており、それぞれが高度な専門業務を担い、ソリューションを提供しています。36か国の営業・サービス拠点に4000人以上のスタッフを擁し、世界中のお客様に専門的なサービスを身近にご利用いただいています。

わたしたちは高いパフォーマンス基準を自らに課しています。1873年からその正しさを証明し続ける、すべてにおいて卓越したパフォーマンスを提供する「Proven Excellence」をお約束します。

熱分析、熱量測定 (断熱・反応)、熱物性測定、レオロジー、耐火試験はNETZSCHにおまかせください。わたしたちは60年にわたるアプリケーションの経験、幅広いラインナップの最新装置、包括的なサービスを提供し、お客様のあらゆる要求を満たすだけでなく、あらゆる期待を上回るソリューションをお届けします。

Proven Excellence.

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



NETZSCH®

www.netzsch.com

発行日: 2026年7月1日