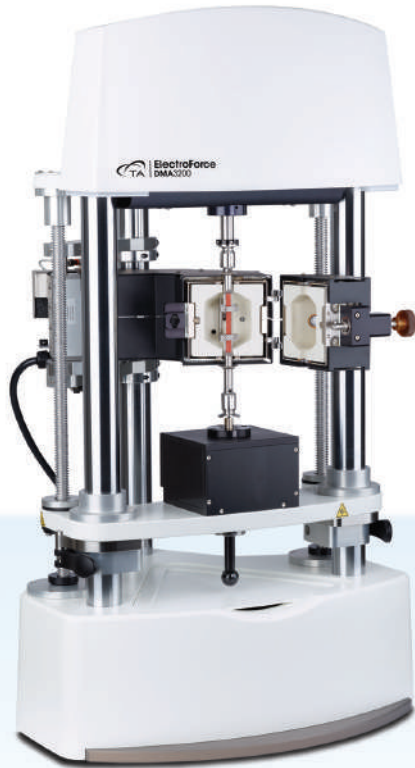


**DISCOVER** the WORLD'S FINEST  
DYNAMIC MECHANICAL ANALYZERS



**DMA** 粘彈性測定裝置 / 疲勞試驗裝置





■ Discovery DMA 850

■ ElectroForce® DMA 3200

■ RSA G2 Solids Analyzer

P 2

P16

P30

# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS |

## 動的粘弾性測定装置 DISCOVERY DMA 850

TAインスツルメントから、最も優れた動的粘弾性装置、**Discovery DMA 850**をご紹介します。世界でもっとも売れているDMAの卓越した技術と、DMAのあらゆる性能を向上させることにより、幅広い温度範囲で非常に正確かつ再現可能な測定を実現します。

**これまでになく容易に優れたDMAデータを取得できます。**

### 特徴と利点:

- 非接触式の低質量モーターが0.1 mN ~ 18 Nの継続荷重を実現し、軟らかい材料から高剛性の材料まであらゆる材料の測定に対応
- 摩擦のない低コンプライアンスエアベアリング設計により、荷重の感度と正確性を保証
- 独自のオプティカルエンコーダ技術により、25 mmの継続的な移動範囲で0.1 nm分解能を提供し、汎用性の高いテストを実現
- 新しいDirect Strain™と優れたオートレンジ調節機能により、幅広いサンプルの剛性と周波数レンジでいつでも優れたデータを提供
- 電熱炉および湿度-温度チャンバー、2つの環境システムにより、最も関連性の高いテスト環境で正確かつ反応の速い制御を実現
- 独自の電気冷凍機(ACS)が、液体窒素を利用せずに最大-100 °Cの制御冷却が可能
- 専用の、高剛性かつ低質量クランプは使いやすくデータの再現性を保証
- 新しく革新的なアプリ形式タッチスクリーンは簡単なOne-Touch-Away™機能を搭載し、これにより使い勝手が向上し、今までよりも容易に優れたデータを取得可能
- 優れたTRIOSソフトウェアは、初級者あるいは上級者用に設計された別々のテストインターフェースを使用して簡単な設定と実行を実現

### 高応答性のダイレクトドライブモーター

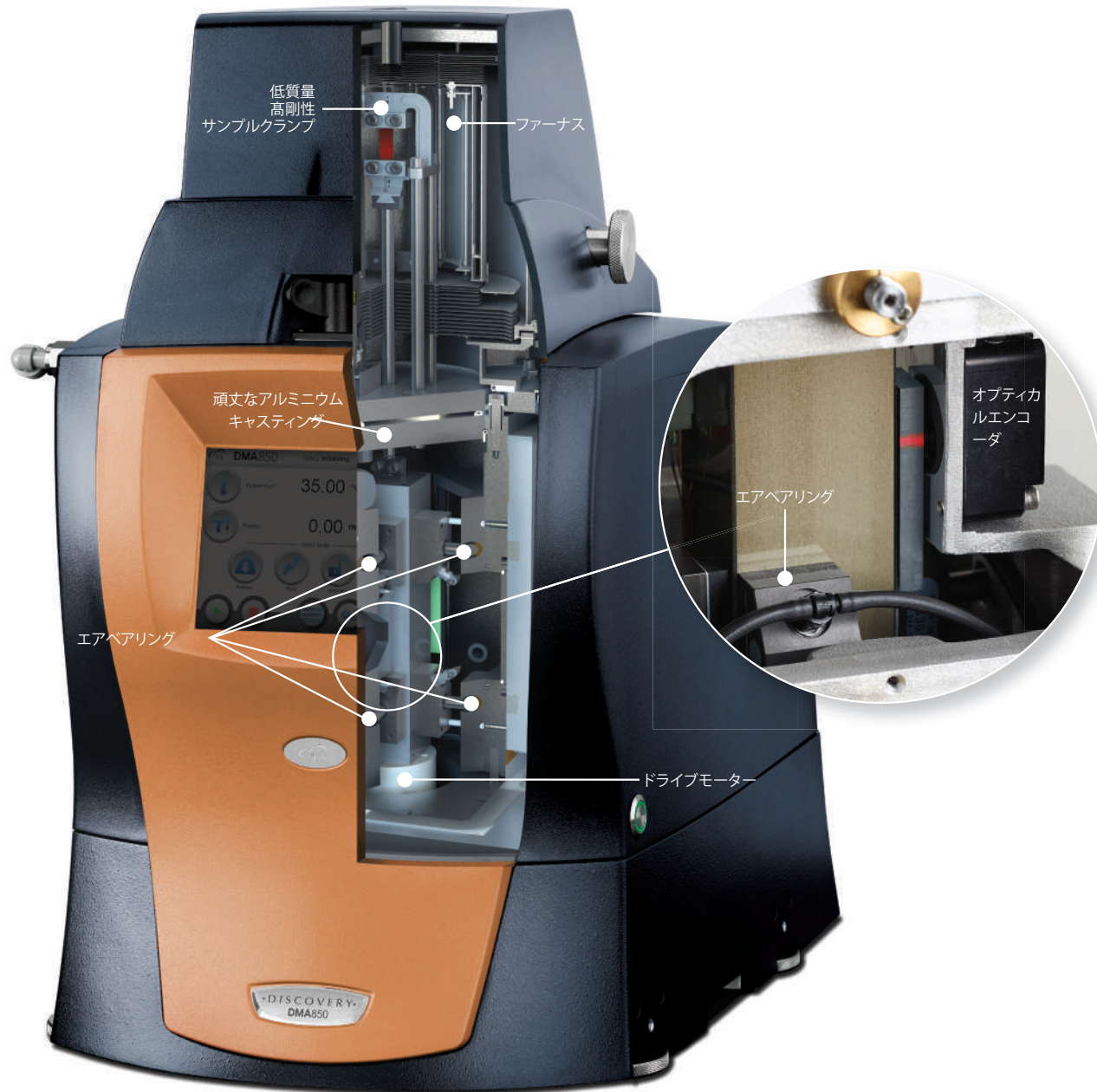
DMA850の非接触式モーターは、最長25mmの移動範囲における動的・静的変形に対応し、すべてのモードやクランプ位置において優れた制御能力を発揮します。このモーターは高性能かつ軽量の複合材料を使用しており、軸方向およびねじり方向の剛性を最大化しながらシステムの慣性を最小限に抑えます。高度な制御電子機器により、0.1 m ~ 18 Nの連続荷重範囲における最高速のモーター制御を実現。これにより、システムは、最高レベルの感度と精度で広範囲の材料特性を把握できます。このような正確な制御により、50msのステップ変位反応や応力制御精度の100倍の改善を含む 過渡応答の大幅な向上を提供します。高荷重または高分解能のどちらか一方だけを提供、あるいは直線移動用の独立した下部モーターを必要とする競合のモーター設計とは異なり、DMA 850は連続的な変位移動と高分解能荷重測定を実現します。

### 摩擦のない高剛性のエアベアリングサポート

非接触式ドライブモーターは、矩形のエアベアリングスライドに直接荷重を伝達します。このスライドは、8個の多孔性カーボンエアベアリングにより支持され、25 mmの低摩擦の変位を実現します。高度なエアベアリング技術をDMA測定に採用しているのは、TAインスツルメントだけです。

### 幅広い範囲に対応する高分解能オプティカルエンコーダ

オプティカルエンコーダは、回折格子による光の回折パターンに基づいて、競合の装置に使用されるLVDTに比べてはるかに幅広い範囲で優れた分解能を提供します。す。0.1ナノメータという優れた分解能により、非常に小さな振幅でも正確に測定できます。高度なモーター制御とオプティカルエンコーダの感度により、5 nmの変位の制御など、従来のドライブ技術よりも最大100倍小さい変位を測定できます。



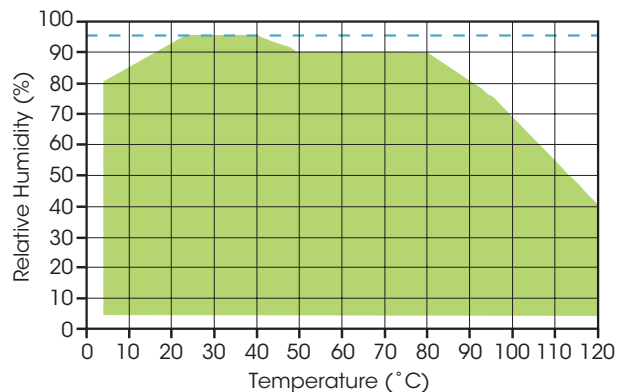
# ACCESSORIES | 湿度コントロールシステム

## 温度コントロールオプション(DMA-RHアクセサリ)

正確な環境システムは、DMA測定においてサンプル温度と相対湿度を正確に制御します。DMA測定向けに最適化されたカスタム設計の湿度・温度チャンバーは、幅広い動作条件で、安定した信頼性の高い温度・湿度制御を行います。このシステムは結露を防止します。これは、正確な相対湿度制御を不可能にする温度制御された環境で一般的に発生します。安定した応答性の高いペルチェ素子はサンプル温度を正確に制御し、キャリブレーションされたデジタルマスフローコントローラは、目標湿度を達成するために事前に加熱したガスを所定の比率で送ります。

**DMA-RH アクセサリは、幅広い温度と相対湿度範囲に対応します。**

温度範囲	5 ~ 120°C
温度正確度	±0.5°C
加熱 / 冷却速度	最大 ±1°C/min
湿度範囲	5 ~ 95% 動作範囲表を参照。
湿度正確度	5-90% RH: ±3% RH >90% RH: ±5% RH
温度変化速度 (増減ともに)	2% RH/min (fixed)



DMA-RHアクセサリは完全一体型ユニットであり、次のハードウェア コンポーネントが含まれます。

- ① サンプルチャンバーはDMAに直接取り付けられます。チャンバーのペルチェ素子は±0.1 °Cの精度で温度を制御します。サンプルチャンバーは標準DMAクランプ(引張り、カンチレバー、3点曲げ)を装着可能です。
- ② 加熱蒸気移送ラインは、結露を防止して正確な結果を得るために、加湿ガスの露点より高い温度で維持されます。
- ③ DMA-RHアクセサリには、サンプルチャンバーの温度と湿度を連続的に監視、制御する加湿器と電子装置が含まれます。



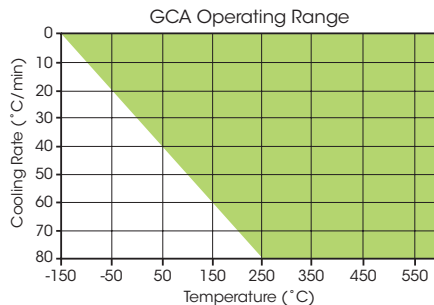
# ACCESSORIES | 冷却システム



## 液体窒素冷却装置 (GCA)

GCAは DMA 850 の測定範囲を  $-150^{\circ}\text{C}$  まで 拡張し、制御された液体窒素の蒸発から発生した冷却窒素ガスを使用します。タンクの自動充填が発生するタイミングをスキャン完了後に設定できます。

GCA はDMA 850の測定範囲全体 ( $-150\sim 600^{\circ}\text{C}$ ) において、急速または速度制御冷却を実現します。一般的に、最大冷却速度は設置されたクランプと サンプルの熱特性の関数です。下の図は、温度の関数としての速度制御冷却の一般的な範囲\*を示しています。



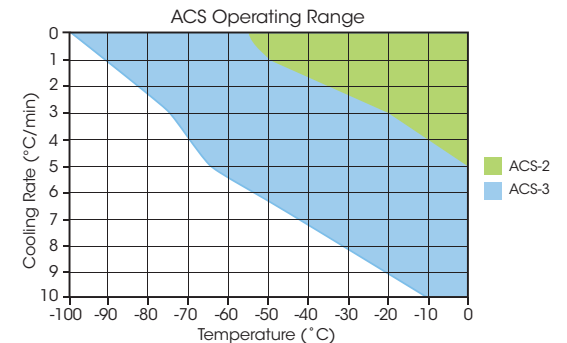
\*実際の性能は、ラボの条件と設置したクランプシステムに応じて若干異なる場合があります。

## 窒素パージクーラー (NPC)

NPCは低価格な冷却装置であり、 $-160^{\circ}\text{C}$ の低温におけるクラッシュ冷却と制御加熱が可能です。この革新的な設計は、液体窒素で満たされた2.5Lのデュワーに浸漬された熱交換器を通して窒素ガス(30 L/ min 2~8 bar)をファーンラスにパージします。コンパクトなサイズで必要なスペースを最小限に抑えたクラッシュ冷却機能は、低温度実験のスループットを向上させる理想的な選択肢になります。

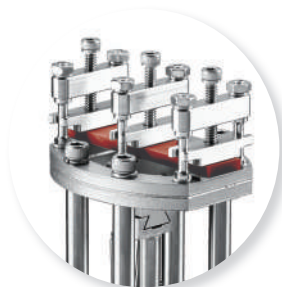
## 電気冷凍機 (ACS)

新しいACSモデルは、独自のガスフロー冷却システムで、液体窒素を利用しない低温テストが可能です。ACS-2およびACS-3の2つのモデルはマルチステージのカスケード式コンプレッサデザインを採用し、冷媒として圧縮空気(7bar 200 L/min)を利用します。ACS-2およびACS-3は、それぞれ $-50\sim -100^{\circ}\text{C}$ の低温で標準ファーンラスを備えたDMA850の測定が可能です。\*チラーシステムによって、液体窒素の使用とラボに関連する危険性を排除し、高い投資リターンを提供します。



# ACCESSORIES | クランプ

DMA 850はあらゆる変形タイプに対応するクランプを備えており、実際のプロセスや用途条件に近い状態で、様々なサンプルを正確に分析できます。各クランプは、正確性と使いやすさを考慮して個別に最適化されています。



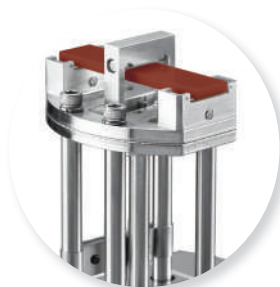
## デュアル/シングル カンチレバー

デュアル/シングルカンチレバー（クランプ）は、熱可塑性樹脂やその他高ダンピング材料（エラストマーなど）の評価に適した汎用モードです。サンプル長8、20、35mmに対応するカンチレバークランプは、デュアル/シングルで利用可能です。デュアルカンチレバーは、支持された熱硬化性樹脂の硬化測定に特に理想的です。



## 引張り

引張りクランプは、フィルムやファイバーの一軸変形向けに設計されています。オンレーション測定では、座屈や不要なクリープを防止するために一定または可変法によって静的荷重を適用します。新しく設計されたフィルムテンションクランプがクランプ機構を簡略化することで、使いやすさとクランプの均一性を向上させ、サンプルのすべりを効果的に防止します。ビジュアルガイドがフィルムサンプル位置調整の助けとなり、統合サポートがファイバーテストを簡略化します。



## 3点曲げ

3点曲げまたは自由曲げは、クランピングの影響を排除できるため、"純粋な"変形モードと見なされることが多いです。5、10、15、20、50 mmのサンプルに対応しており、様々なサンプルの剛性と検体サイズを測定できます。20、50mmのクランプで利用可能な独自の低摩擦ローラーベアリング設計が、テスト材料のねじれや設計が曲がりに対応することで、弾性率の正確性と再現性を改善します。



## シアーサンドイッチ

せん断弾性率Gを測定するために、サイズが等しい2つの同じ材料が固定プレートと可動プレートの間でせん断されます。このモードは、ゲル、粘着剤（PSA）、高粘度樹脂などの軟質材料に最適です。



## 圧縮

平行プレート圧縮の測定は、発泡剤やエラストマーなど低弾性率と中弾性率材料に最適です。また膨張や収縮の測定、粘着剤のタックテスト、ゴムOリングの圧縮などに利用できます。新しい自己調整機構が上部プレートと下部プレートの平行性を確保し、歪と荷重の均一性を強化しながらユーザーの関与を簡略化し、弾性率の正確性と精度を向上させます。標準的な圧縮キットには、直径15mmと40mmの平行プレートが付属しており、低剛性、中剛性のサンプルのバネ測定に対応するように設計されています。針入キットは、高剛性の材料と、半球状、1 mmの押込、6 mmプレートなどの小さいプローブによる局所測定に対応するように設計されています。

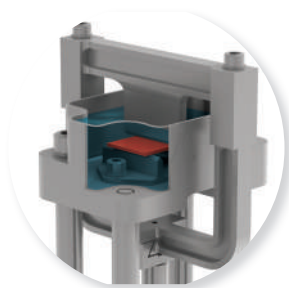


## パウダークランプ

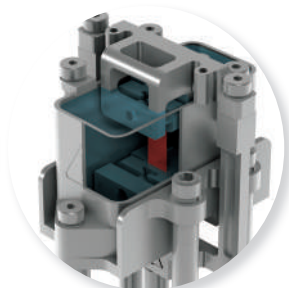
ルースパウダーの転移温度は機械的手法では測定が難しい場合があります。DMA 850向けの粉体アクセサリはデュアルカンチレバークランプと併用することで、機械分析の強化された感度と粉体特性評価のシンプルなサンプル準備を組み合わせて、ルースパウダーの転移温度を観察できます。

競合の装置設計に見られる複雑な組み立て手順がなく、箱から取り出すだけですぐに使用できるクランプを提供しているのは、TAインスツルメントだけです。

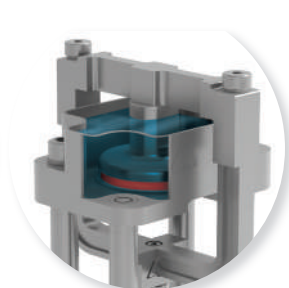




3点曲げ



フィルム



圧縮

## 浸漬クランプ

DMA 850用の浸漬クランプは、最大150 °C の液体環境における粘弾性特性の測定に最適なテスト環境を提供するよう設計されています。

- フルードリザーバー内のサンプルに近い位置に配置されている熱電対により、正確なサンプル温度を測定
- 不活性なステンレススチール製で、シールがないデザインにより、幅広い液体に対応
- 標準ファーンাসによる温度制御により、追加の循環装置や環境システムは不要

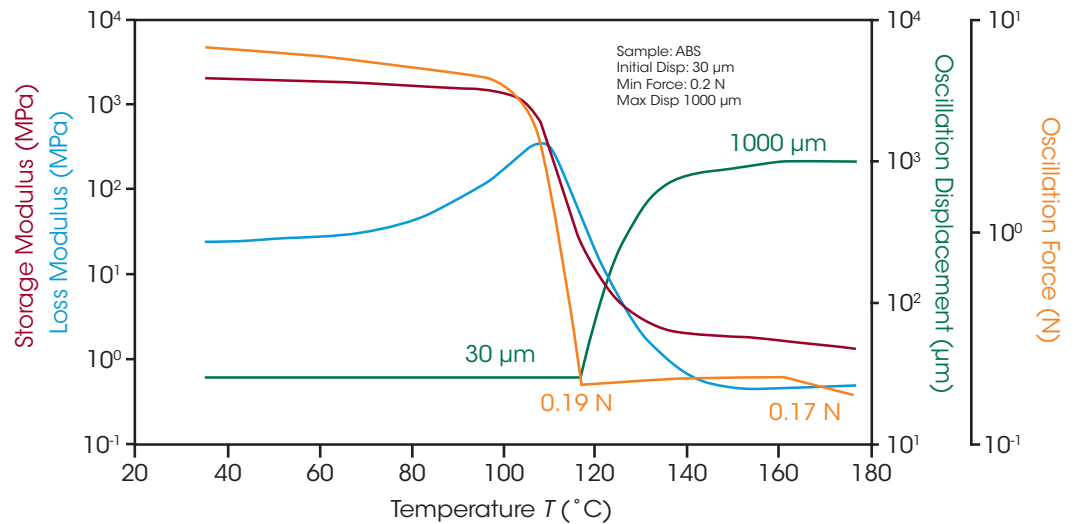
## 変形モードと サンプルサイズ

デュアル/ シングル カンチレバー	8/4* mm (長さ), 最大15 mm (幅), 最大5 mm (厚さ) 20/10* mm (長さ), 最大 15 mm (幅), 最大5 mm (厚さ) 35/17.5* mm (長さ), 最大 15 mm (幅), 最大5 mm (厚さ)
3点曲げ	5,10, または 15 mm (長さ), 最大15 mm (幅), 最大7 mm (厚さ) 20 mm (長さ), 最大15 mm (幅), 最大7 mm (厚さ) 50 mm (長さ), 最大15 mm (幅), 最大7 mm (厚さ)
引張り フィルム/ファイバー ファイバー	5 ~ 30 mm (長さ), 最大 8 mm (幅), 最大2 mm (厚さ) 5 ~ 30 mm (長さ), 5デニール (0.57 テックス) ~ 直径 0.8 mm
せん断	10 mm角, 最大 4 mm (厚さ)
圧縮	15 および 40 mm (直径), 最大10 mm (厚さ)
浸漬 引張り 圧縮 3点曲げ	15 mm 固定(長さ), 最大 8 mm (幅), 最大 2 mm (厚さ) 25 mm (直径), 最大10 mm (厚さ) 5, 10, または15 mm (長さ), 最大15 mm (幅), 最大7 mm (厚さ)

\*長さはデュアルカンチレバー/シングルカンチレバーの順

## 新しいIntelligent Auto-Ranging

材料の弾性率は、時間または温度の狭い範囲において、数桁変化する可能性があるため、プログラミングパラメータの選択によっては実験が成立したり破綻したりします。選択された変形が大きすぎる場合、過度なサンプルのクリープが生じる可能性があります。小さすぎる場合、荷重の感度が低下します。最新のIntelligent Auto-Ranging機能は、開始条件の選択を推測し、荷重と変位が、ユーザー指定の合理的な制限値内で自動的に維持できるようにします。実験をプログラムした後は、いつでも優れたデータを取得できます。

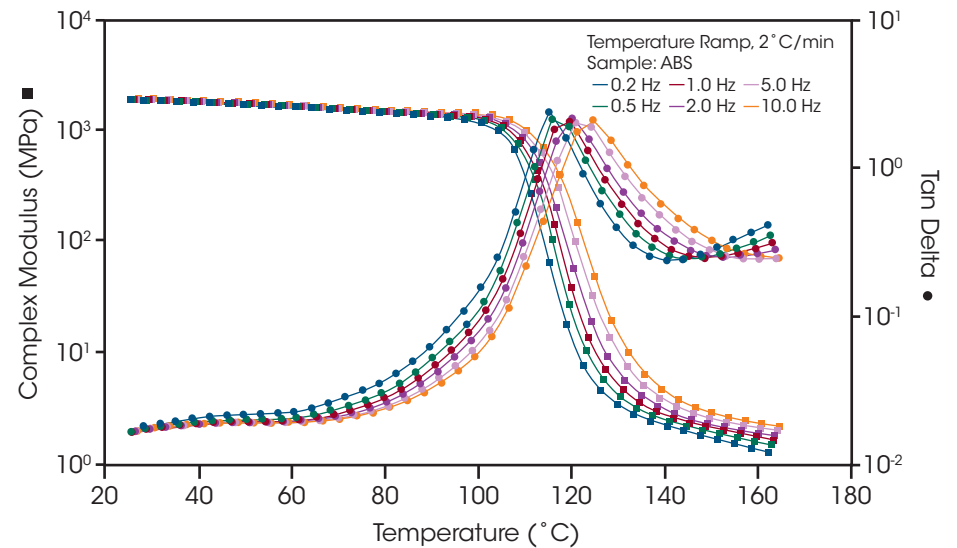


## 新しい DirectStrain

より高速なエレクトロニクス、すべての新しいデジタルシグナルプロセッサ(DSP)コントロール、改善されたドライブシステムにより、DMA 850は全く新しいタイプの歪制御が可能になります。DirectStrainは、例えば急激に変化する材料や、高周波数での軟質サンプル測定などの測定の難しいサンプルやテスト条件で、迅速で正確な測定を実現するリアルタイムの歪制御です。DirectStrainは、急速に変化するサンプルの転移中でも一貫したデータ収集を保証し、従来のDMA技術に比べて歪正確性を50倍向上させます。この例では、Directstrainにより、単一周波数の昇温で一般的な速度(2°C/分)の1つの実験において、6つの周波数での弾性率と  $\tan \delta$  を測定できます。

## DirectStrainの利点:

- ・迅速かつ正確な測定を実現するリアルタイムの歪制御
- ・歪正確性が50倍改善
- ・測定速度が35%向上
- ・反復制御手法に見られるオーバーシュートやアンダーシュートを回避
- ・高周波数での軟らかい試料の測定正確性を向上
- ・急速な昇温速度でも均一なデータ収集を実現

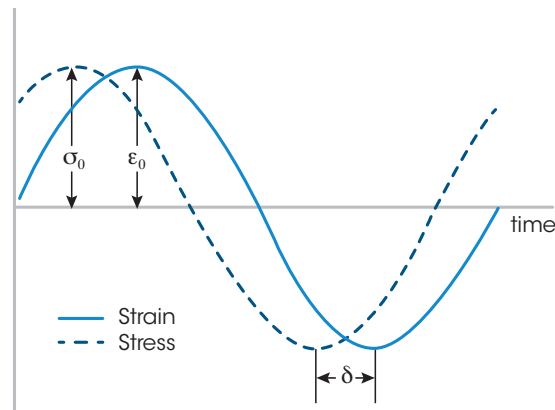


# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | APPLICATIONS

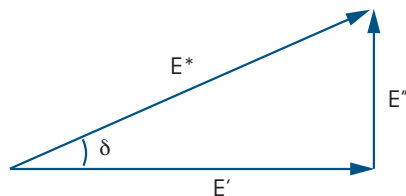
## 粘弾性測定

DMAは、温度、時間、湿度などの環境要因の関数として、材料の粘弾性特性の評価に利用されています。単純な弾性材料の場合、測定対象となる一般的な機械的特性は剛性やヤング率 (E) ですが、ポリマーや複合材料などのより複雑な材料は、このような値だけでは十分に表現できません。これらの材料は弾性だけでなく、粘性、ダンピング挙動も有しているため、粘弾性体として表現されます。

粘弾性特性を測定するために最も広く利用されているテストプロトコルは、小振幅振動です。この手法では、サンプルは固定された周波数と振幅 (歪) で、正弦波変形プロファイルに従って変形し、サンプルが変形に抵抗する際にかかる荷重 (応力) が測定されます\*。この実験で収集された情報は制御ソフトウェア上で使用され、重要な材料特性が生成されます。これらの特性は、変形に対する総合的な抵抗 (複素弾性率) と、弾性 (貯蔵弾性率) と粘性 (損失弾性率) を示す各抵抗のコンポーネントを表しています。振動実験は温度プロファイルと組み合わせて使用することが多く、ガラス転移、融解結晶化、硬化、経年劣化などの熱的事件の特性評価を行います。



材料の粘弾性特性は観測時間またはテスト周波数 (f) 関数であることが多く、十分な時間がある場合に多くの材料が緩和する傾向があることを反映しています。このため、材料の挙動を十分に分析するために、テスト周波数の範囲内で正確なデータを収集することが重要です。小振幅テストの場合、粘弾性特性は歪に依存しません。線形粘弾性領域として知られるこの変形領域は、分子構造を直接反映しており、製品の総合的な性能を推測します。一部の材料については、特に充填またはクロスリンクされたネットワークの場合、この線形粘弾性領域は非常に小さい場合があります。このため、再現可能かつ実行可能な、意義のある結果を出すためには、非常に小さい変形を制御することが重要です。



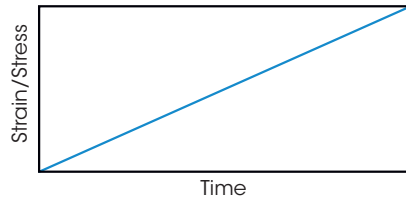
$\epsilon_0$	歪振幅
$\sigma_0$	応力振幅
$\delta$	位相角
$E^* = \sigma_0 / \epsilon_0$	複素弾性率 総合変形抵抗
$E' = E^* \cos \delta$	貯蔵弾性率弾性、 固体的抵抗
$E'' = E^* \sin \delta$	損失弾性率 粘性抵抗、ダンピング
$\tan \delta = E'' / E'$	ダンピング係数 ダンピング抵抗の弾性抵抗に対する相対量

\* Discovery DMA 850は歪制御でも応力制御でも同様に良好に制御でき、測定された材料特性は同一のものです。

## その他のテストモード

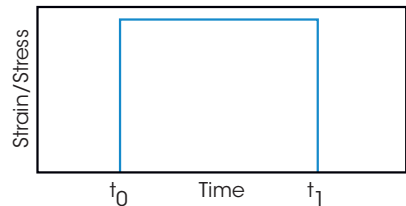
DMA 850は振動実験だけでなく、その他の幅広い変形のプログラムに使用することができ、材料特性評価に関する補足情報を提供したり、材料の機械的コンディショニングに対応します。

DMA 850の新しい機能により、任意のテストモードや制御タイプの組み合わせにより、1つの実験でこれらの変形タイプや振動プロトコルをプログラムできます。



### 応力 - 歪曲線

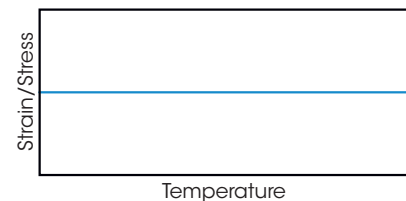
この典型的な実験は制御された荷重または歪で実施されることがあり、応力や歪の過渡曲線を生成します。これらの曲線は、主に弾性率と機械的故障の測定に使用されます。また、動的特性の評価前に既知の歪や応力履歴を加えるために使用されることがあります。



### クリープと応力緩和

過渡実験では、応力 (クリープ) または歪 (応力緩和) が瞬時的に適用されます。この刺激は、サンプルの変形や応力のモニタリング中維持されます。過渡実験では粘弾性の測定手段として振動プロトコルを補完し、特に長時間の緩和に適しています。これらのプロトコルは関連する用途条件のシミュレーションを行い、線形粘弾性領域外である可能性がある変形の再現に役立ちます。

このような過渡ステップの後は緩和ステップが行われることが多く、確認された変形がどの程度可逆的または不可逆的であるかを特定します。



### 等応力と等歪

等応力および等歪実験は、サンプルの加熱または冷却中に、検体に対する変形を継続的に維持します。この実験は、熱的に誘導される変化により発生する収縮または緩和プロセスの測定に使用されます。

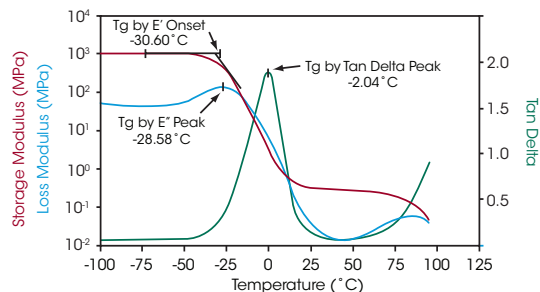
## DMA 850が測定する一般的な特性と挙動:

- 弾性率 (E)
- ずり弾性率 (G)
- 複素弾性率 ( $E^*, G^*$ )
- 貯蔵弾性率および損失
- 弾性率 ( $E', E'', G', G''$ )
- ダンピング特性 ( $\tan \delta$ )
- ガラス転移
- 副分散
- 融解および結晶化
- 軟化
- 緩和挙動
- 周波数の影響
- クリープと回復
- 応力緩和
- 時間/温度換算則 (TTS)
- 粘性流
- 動的疲労
- 衝撃強度
- 靱性
- 弾力性
- 応力-歪曲線
- 収縮力
- 複合材料
- 混合物の組成
- 相分離  
(ポリマー混合物、共重合体など)
- 材料欠陥
- 充填剤の影響
- 配向の影響
- 添加物の影響
- 経年劣化 (物理的または化学的)
- ゲル化
- 架橋反応
- 架橋密度
- マリンス効果

# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | アプリケーション

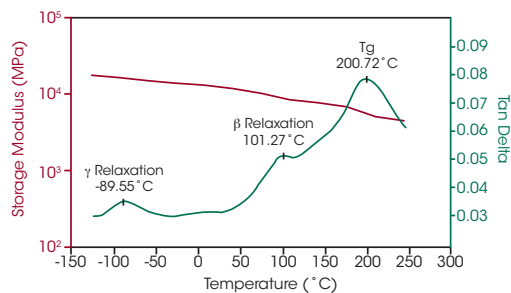
## 高分子材料のガラス転移温度(Tg)の測定

高分子材料の一般的な測定は、ガラス転移温度(Tg)です。Tgは様々な手法で測定可能ですが、DMAを用いて最も高感度な測定が可能です。右の図は、周波数1 Hzでの引張りクランプを用いた感圧接着剤の測定結果を示しています。Tgは、E'のオンセット、E''のピーク、またはtan δのピークによって測定できます。Tgのほか、様々な粘弾性パラメータの絶対値も有益です。



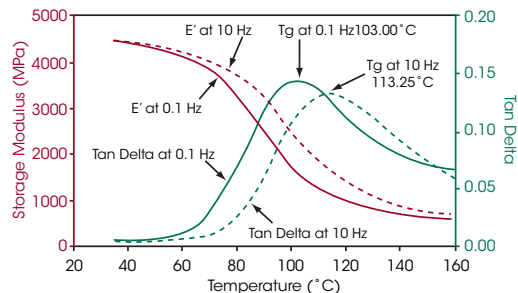
## ビニルエステルの副分散の測定

DMAは、βとγの副分散に対応する数少ない手法のひとつです。副分散は、側鎖内での回転だけでなく主鎖と共振する側鎖の動きからも起こります。副分散はTgより低温領域で、一般的には室温以下です。耐衝撃性やその他の最終用途特性に影響を与えるため、非常に重要です。このデータは3点曲げを使用して取得したものであり、剛性複合材料に対応することも示しています。



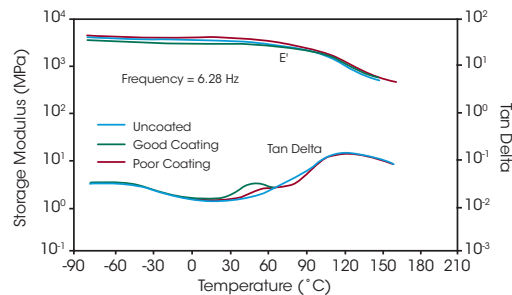
## ポリエチレンテレフタレート(PET)の粘弾性とガラス転移の周波数依存性

Tgには動力学が含まれるため、変形の周波数速度に大きく影響を受けます。テスト周波数が増加すると、より高温でのみ分子緩和が発生するため、右の図のようにTgが高温側にシフトします。また、転移において、tan δのピーク形状と貯蔵弾性率の傾きが影響を受けます。最終用途条件下では、転移の温度と周波数の依存性を理解することが重要です。



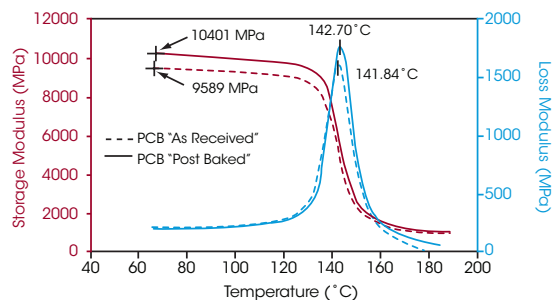
## フィルムに塗布された接着剤の影響の測定

この図は、DMAで3つのPETフィルムのサンプルの引張りを比較した結果を示しています。1つ目は性能が高い均一の接着剤層、2つ目は性能が低い不均一の接着剤層、3つ目は接着剤が塗布されていないサンプルです。接着剤による転移のピークは、「性能が高い」サンプルはtan δで約40°Cに見られる一方、「性能が低い」サンプルはそれよりもはるかに小さいピークを示しています。性能が高い・低いサンプルの特性を把握することで、塗布プロセスと最終製品の品質管理が可能になります。



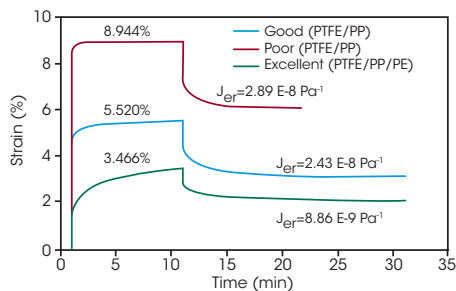
## プリント基板の特性評価

プリント基板(PCB)は、一般的に熱硬化性樹脂を染み込ませたガラスファイバー束で作られています。非常に少ない樹脂で作られているため、PCBのTg測定は難しい場合が多いです。この図は、シングルカンチレバーの曲げの典型的なPCBの結果を示しています。Tgは明確に検出されており、「未処理」と「加熱処理後」のサンプル間の差異は、弾性率の絶対値とTgに対するさらなる架橋の影響を明示しています。



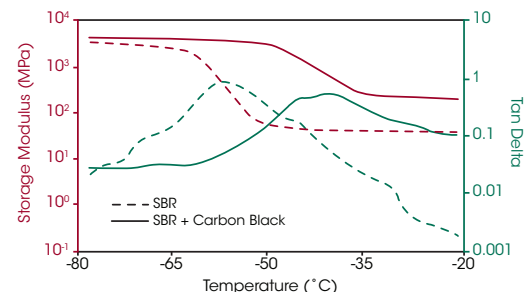
## クリープテストによるパッケージフィルムの特性評価

加熱成形過程において、フィルムは加熱された型に入れられ、希望の形に成形されます。クリープ回復実験により、安定した生成物を製造する能力を予測できます。この図は、引張りモードを使用したパッケージフィルムに関するデータを示しています。回復段階では、平衡回復コンプライアンス (Jer) を算出できます。Jer値が高い場合、サンプルのコンプライアンスが高いことを表します。これは、希望の形に成形する時、その温度においてその形を維持するための弾性が低いことを示します。



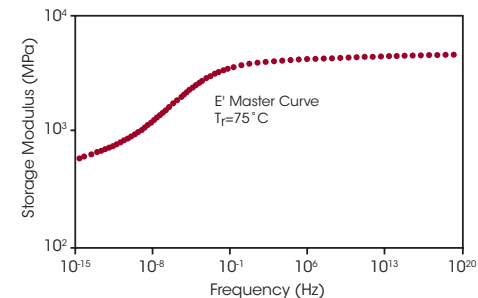
## エラストマー中のカーボンブラックの効果

もう一つの一般的な適用例は、粘弾性特性に対する充填剤と添加物の効果です。下の図は、カーボンブラックをSBRゴムに添加した場合の貯蔵弾性率 (E') と tan δ への効果を示しています。DMAのデュアルカンチレバーで実施されたこのテストの結果、カーボンブラックを添加したことにより貯蔵弾性率の絶対値が増加し、Tgが大幅に上昇しました。多くの工業用途において、材料特性に対する充填剤と添加物の効果を理解することは非常に重要です。



## 時間/温度換算則 (TTS) を用いた材料性能の予測

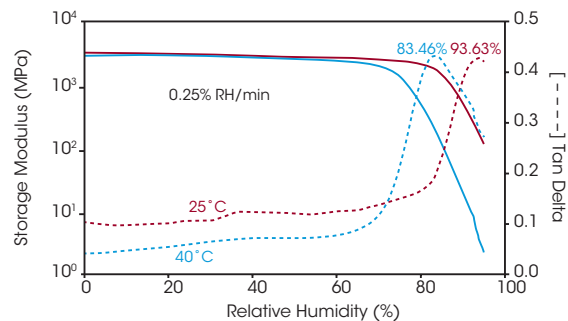
理論上で実証されているTTS手法は、装置の対応範囲外の周波数または時間スケールで材料の性能を予測するために用いられます。一般的に、温度範囲における一連の等温ステップホールド実験で、複数の周波数をスキャンすることでデータを取得します。リファレンス温度を選択し、データをシフトさせます。シフトファクタープロットが生成され、ウイリアムズ・ランドル・フェリー (WLF) がアレニウスモデルに適用されます。最後に、右の図のPETフィルムサンプルのように特定の温度でマスター曲線が生成されます。この手法により、非常に高い周波数 (短い時間スケール) または非常に低い周波数 (長い時間スケール) の特性を評価できます。



# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | アプリケーション

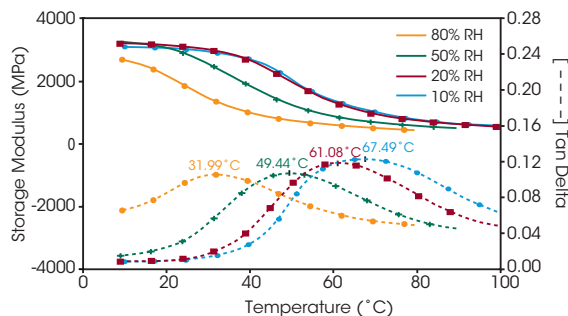
## 医薬品用ゼラチンカプセルの分析

ゼラチンカプセルは、医薬品および栄養サプリメントで広く使用されています。室温・低湿度の環境で保存されている間、ゼラチンは非常に安定しています。しかし、水と組み合わせると半固体のコロイドゲルを成形するため、粘弾性特性に大きな影響を与える可能性があります。このデータは、カプセル側壁から切り取ったゼラチンサンプルに対する25 °Cと40 °Cにおける相対湿度の増加の影響を示しています。相対湿度が上昇と、材料は複数段階の転移を経て、弾性率が80 % RH付近で著しく低下します。転移は、貯蔵弾性率と  $\tan \delta$  のシグナルで解析されます。



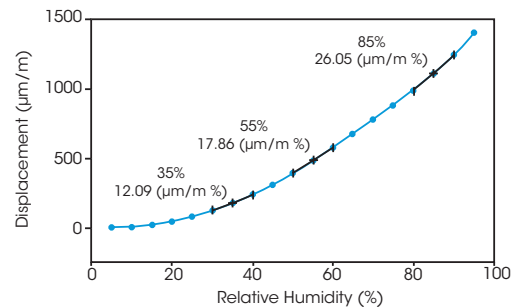
## ナイロン6のガラス転移における相対湿度の影響

ナイロン6は水によって強く可塑化されるため、粘弾性測定は周囲環境の相対湿度に依存します。この図のデータは、DMA-RHアクセサリを使用して測定したナイロン6のガラス転移に対する相対湿度の影響を示しています。サンプルは、様々な一定RH条件下で周波数1Hzのシングルカンチレバーモードで分析しました。このように粘弾性特性およびガラス転移は相対湿度によって著しく影響を受けることがわかります。



## 吸湿膨脹係数 (CHE) の測定

吸湿性とは、吸収または吸着によって周囲の環境から水分子を引き寄せる物質の能力として定義されています。材料の粘弾性に対する水分吸着の影響は、材料の寸法変化と周囲の相対湿度の変化との関係を示す定数である吸湿膨脹係数 (CHE) によって定量化できます。この図のデータは、DMA-RHアクセサリを使用して測定した、ナイロン6サンプルに対する相対湿度の影響を示しています。相対湿度が上昇すると、サンプルは膨張します。その結果として得られたグラフの傾きは材料のCHEに相当します。





# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | 仕様と特徴

仕様	
最大荷重	18 N
最小荷重	0.0001 N
荷重分解能	0.00001 N
周波数範囲	0.001 ~ 200 Hz
動の変形範囲	± 0.005 ~ 10,000 μm
歪分解能	0.1 nm
弾性率範囲	10 <sup>3</sup> ~ 3×10 <sup>12</sup> Pa
弾性率精度	± 1%
tan δ 感度	0.0001
tan δ 分解能	0.00001
温度範囲	標準ファーンナス: -160 to 600°C RHアクセサリ: 5 to 120°C

特徴	
標準	オプション
DMA Express とDMA Unlimited を含むTRIOSソフトウェア	標準ファーンナス
35 mm シングル/デュアル カンチレバークランプ	DMA-RH アクセサリ
新しいDirectStrainを含む歪制御	引張りクランプ
応力制御	3-点曲げクランプ
カラーアプリ形式タッチスクリーン	圧縮クランプ
無制限のテストシーケンス	パウダークランプ
TTS 解析	シアースンドイッチクランプ
歪掃引、周波数掃引、昇温 (単一周波数、多周波数)、温度ステップ (単一周波数、多周波数/TTS)、時間掃引、疲労	浸漬クランプ
歪制御: 応力緩和、応力緩和TTS、等歪	GCA
応力制御: クリープ、クリープ回復、クリープTTS、等応力	NPC
速度制御: 応力-歪曲線を生成する歪ランプと応力ランプ	ACS-2 または ACS-3
サンプルコンディショニング: 温度、適用荷重または変位	21 CFR 11コンプライアンス向けTRIOS Guardian

環境システム	温度範囲	加熱/冷却速度	パージガス
標準ファーンナス	-160°C ~ 600°C	20°C/min 加熱 10°C/min 冷却	空気、窒素、アルゴン、ヘリウム
DMA-RH Accessory	5°C ~ 120°C	± 1°C/min	湿度制御 5% ~ 95% RH

# HIGH FORCE FATIGUE | <粘弾性と疲労試験の融合>

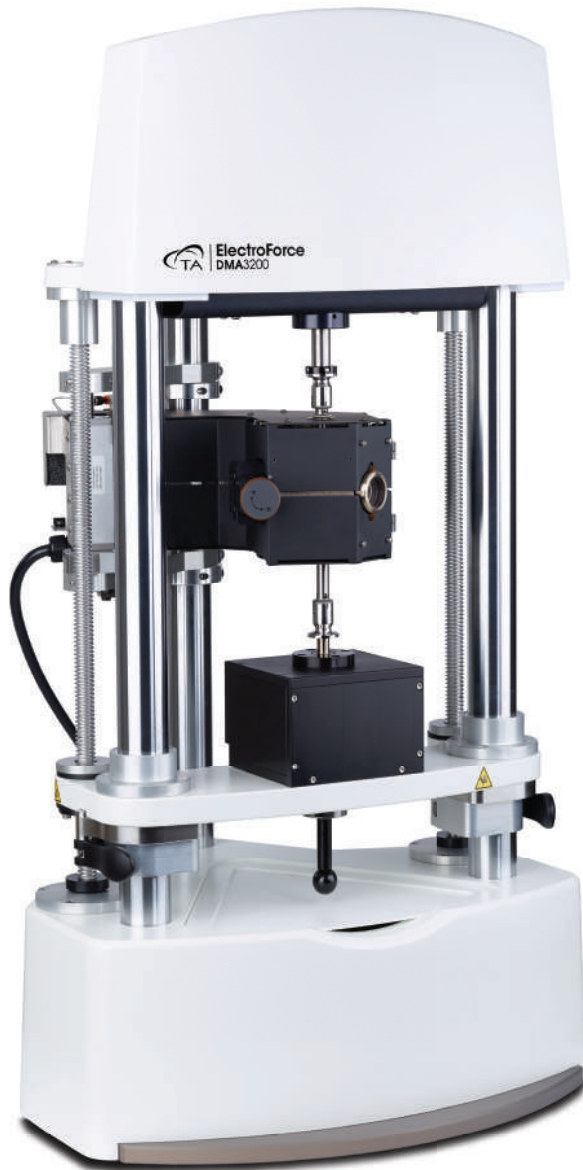
## 高荷重DMA/疲労試験 ELECTROFORCE® DMA 3200

材料は、日常的に使用される幅広い環境において、様々な機械的荷重および変形（応力と歪）を受けます。このため、航空宇宙、医療器械医療機器、アスファルト、自動車、エレクトロニクス、生体材料、エラストマー、複合材料、食品などほとんどすべての産業におけるほとんどのアプリケーションで、粘弾性特性は通常、材料の物理的および化学的特性の中で最も重要であると考えられています。

高品質かつ高性能の製品に対する需要の高まりから、このような材料の複雑な粘弾性の特性を理解し、信頼性、加工性および最終用途の性能を決定および保証することが非常に重要となります。固体および軟質材料のこの複雑な機械的挙動を理解するために科学者および研究者にとって重要となる2つの装置が、動的粘弾性測定装置 (DMA) と疲労試験装置です。DMAは、バリューチェーン全体にわたり多種多様な材料特性に対する構造特性解析を提供します。疲労分析は、製品の耐久性と信頼性につながる繰り返し荷重下における強度の情報を提供します。

TAインスツルメントは、単一のプラットフォーム上で卓越した高荷重DMAと疲労特性評価を実現する優れた高性能装置ElectroForce® DMA 3200を発表します。TAは唯一、特許取得済みの線形動作技術と世界トップクラスのDMA機能を、非常に要求の厳しいアプリケーション向けの汎用性の高い機械試験プラットフォームに融合させることができました。

**DMA 3200**は、数十年に及ぶ実績に基づいた最新の疲労試験と世界をリードする粘弾性測定技術を、汎用性の高い独自の試験プラットフォームに融合させました。特許取得済みの摩擦のないElectroForce®モーター技術、優れた機械設計、効率的な環境制御、様々なクランプシステムにより幅広いアプリケーションに対応する優れたデータ精度を実現します。



## 特徴と利点

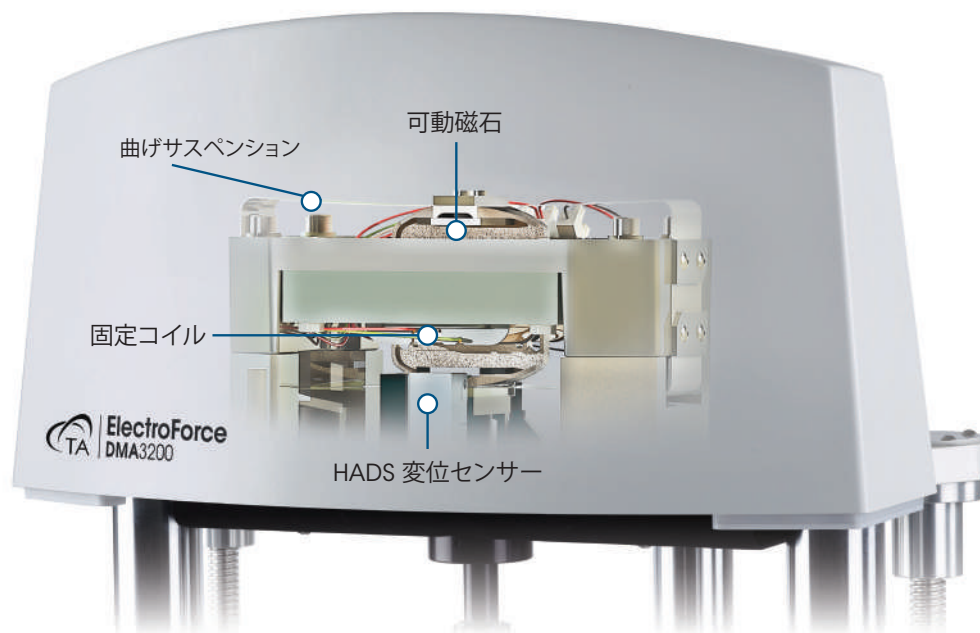
- 特許取得済みのリニアモーターと高分解能変位センサーが、幅広い荷重、変位および周波数に対する類まれな制御によって、優れたデータ精度を実現
- 業界で唯一10年間保証付きの非常に耐久性のある、摩擦のないモーターにより、メンテナンス不要で安心な操作が可能
- 500 Nという高荷重により、DMAと疲労分析においてより高い荷重レベルを実現することで、実際の条件下でより大きなサンプルや最終品の試験が可能
- フォースコンベクションオープン(FCO)により、-150 ~ 600 °Cの温度範囲で優れた制御と応答性を提供し、試験温度プロファイルにおける最高水準の正確性と柔軟性を実現
- -150 ~ 315 °Cの温度範囲に対応するラージサンプルオープン (LSO) は広々としたスペースを備えており、大きなサンプルや部品の試験に対応
- エアチラーシステム (ACS) は、液体窒素を利用せずに低温試験可能な独自のガスフローリングで、ラボの潜在的な危険性を排除しながら、驚異的な投資利益を実現
- 多様なフィクスチャーにより、幅広いサンプルサイズとジオメトリに対応し、試験の汎用性を高める
- 非常に頑丈な試験フレームとエアベアリングが、高剛性のサンプルにおける最高精度の結果を保証
- マルチカラーのステータスライトが、装置と試験の状態を明確かつ分かりやすく表示
- WinTest®とTRIOSソフトウェアパッケージにより、パワフルで使いやすい機器コントロールとデータ解析が可能で、実験計画における柔軟性を最大化

# TECHNOLOGY | DISCOVERY DMA 3200

## ElectroForce® リニアモーター

DMA 3200 には、特許取得済みのElectroForceリニアモーター技術が搭載されており、ひとつの装置で優れた性能とデータ精度を実現します。この独自のモーター技術は、高性能の希土類磁石と摩擦のない曲げサスペンションを組み合わせ、幅広い周波数および振幅に対して、正確性の高い荷重と変位制御を行います。DMA 3200モーターは、最大500 Nの荷重を出力し、1ミクロンから13 mmまでの変位制御を行います。静的および動的モードで試験を行うことができます。また、摩擦のない可動磁石設計を備えているため、移動する電線やベアリングの劣化など、他のモーター設計にみられる問題点を排除します。これは、ElectroForce疲労試験機における数十年におよぶメンテナンスフリーの稼動で数十億回のサイクルを実行可能な最高水準の耐久性と信頼性を誇る性能を保証します。

10年保証付きの、業界唯一のモーターです。効率的、静か、潤滑油なしで作動するモーター技術により、DMA 3200はラボから製造現場、クリーンルーム、オフィススペースにいたるまで、実質的にあらゆる場所で使用できます。



インジケータライト

上部ベアリング

テスト試料

高剛性フレーム

下部エアベアリング

頑丈な荷重センサー

## 高分解能オプティカル変位センサー

DMA 3200には、DMAと疲労試験に必要な大小の変形に対する純度の高い制御と測定を可能にする、高精度変位センサー(HADS) が搭載されています。HADSは、摩擦のない低ノイズの高速測定がナノメートル分解能で可能な高性能オプティカル機器です。サンプルと荷重軸の近くに設置されているセンサーは、コンプライアンスや熱膨張におけるエラーを最小限に抑えます。

## 交換可能な荷重センサー

高剛性・高帯域幅の荷重センサーが頑丈なフレーム基部に取り付けられており、試験範囲の柔軟性のために、センサーを交換できます。装置には標準装備として500 Nセンサーが付属しており、22 N荷重センサーは柔らかいサンプルテスト用の低荷重データを改善するためにオプションで追加可能です。

## 高い機械的剛性設計

機械的試験では、測定精度を確保するために、フレーム、接続部、サンプルクランプなどの高剛性の構成を備えた装置設計が重要となります。装置部品の変形、コンプライアンスを最小限に抑えることで、サンプル変形として現れてしまう変位測定誤差を軽減することができます。3200の高剛性設計は、優れたデータ精度を保証します。頑丈な3柱フレーム設計が軸および軸外の剛性を最大化し、テスト試料の上下にエアベアリングを使用することによりそれらはさらに強化されます。測定時にノイズや摩擦が発生する従来の回転ベアリングあるいは滑りベアリングとは異なり、エアベアリングは摩擦のないElectroForce®リニアモーターの高性能を維持できる利点があります。

## TECHNOLOGY | 環境システム



FCO 3点曲げクランプ

DMA 3200は、広範な試験要件を満たすための柔軟性を備える2つの環境システムのうちのいずれかを使用して構成できます。どちらのシステムも様々なクランプシステムを用意しており、液体窒素を利用しない低温試験用の独自のガスフロークーリングを備えたTAのエアチラーシステムに対応します。

### フォースコンベクションオープン, FCO

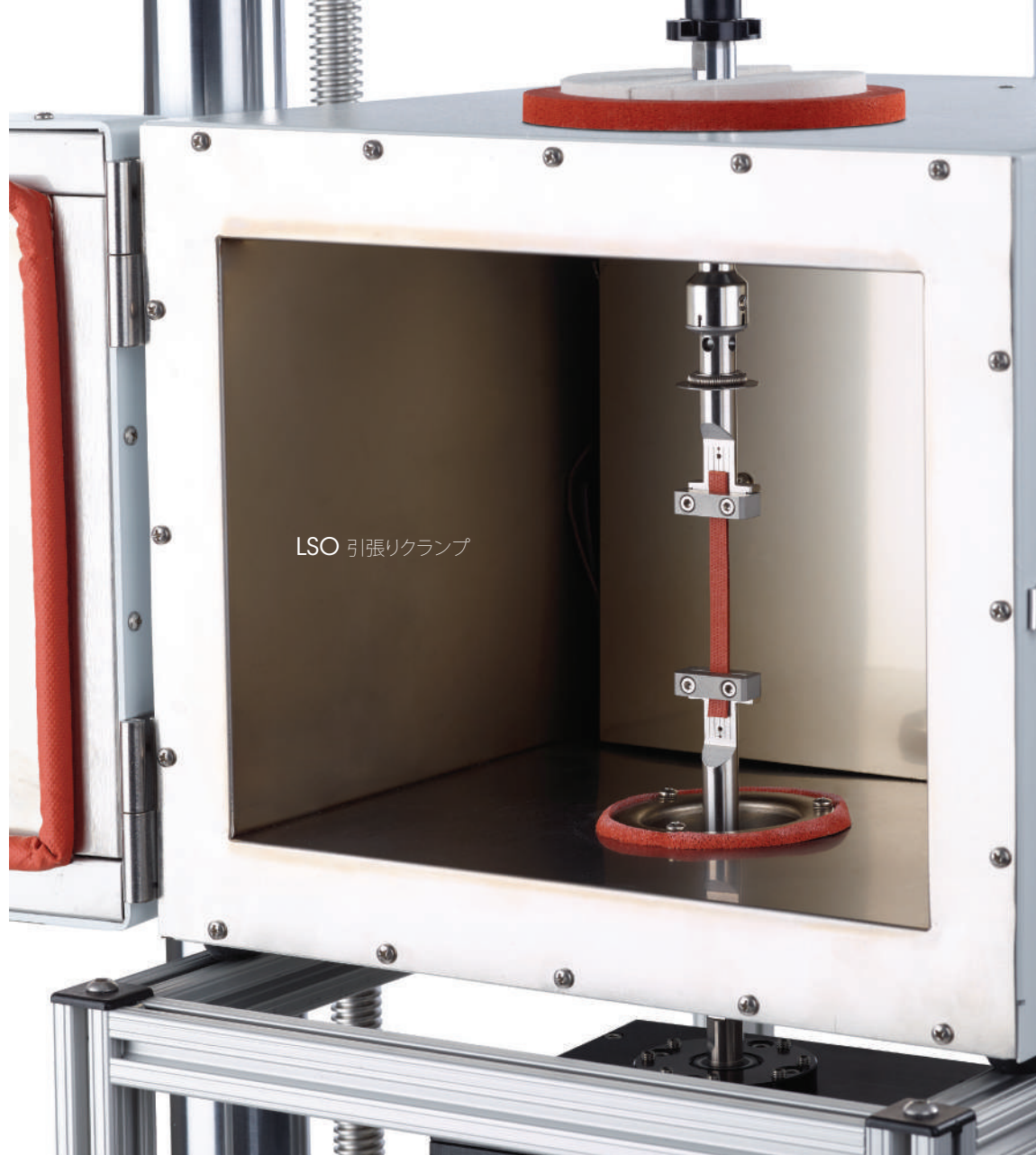
FCOとは、材料試験用の最高の温度機器であり、温度応答時間、温度均一性と温度安定性を最適化できるように設計されています。この優れたオープンは、最大60 °C/minの速度で加熱することができます。優れた温度安定性は、2台の電気抵抗式ガンヒーターを使用することで実現します。特殊な形状のオープンチャンバー内で互いに逆方向に回転する気流を生成し、-150 ~600 °C\*の温度範囲において温度安定性と均一性のためにガス混合の最適化を行います。FCOには、便利な長寿命の内部LEDランプと観察用の窓が標準で装備されています。オプションの液体窒素クーリングシステムは-150 °Cまでの制御が可能です。または、液体窒素フリーエアチラーシステムを使用して-100 °CまでFCOを冷却することも可能です。

### ラージサンプルオープン, LSO

LSOは広々としたスペースを備えており、大きなサンプルや部品に対応します。この設計では、空気は2つの抵抗素子を通して内箱に送られ、-150 ~315 °Cの範囲で温度を制御するために大容量キャビティ内の均一性を最適化します。LSOには、140mmx190mmの大きな観察用の窓と取り外し可能なドアが標準で装備されています。大容量のLSOは、独自のアプリケーション用にカスタマイズされたクランプでDMA 3200を構成するのに最適です。\*500 °C以上の試験には、高温用サンプルクランプが必要です。

## エアチラーシステム, ACS

エアチラーシステムは、液体窒素を使用せずに低温試験を行う独自のガスフロー冷却を提供します。ACS-2およびACS-3の2つのモデルはマルチステージのカスケードコンプレッサー設計を採用し、冷却媒体として圧縮空気 (7 bar, 200 L/min) を利用できます。ACS-2およびACS-3は、それぞれ-55 °Cと-100 °Cの低温でFCOの操作が可能です。LSOでは、ACS-2およびACS-3は、それぞれ-15 °Cと-50 °Cの低温で操作可能です。チラーシステムによって、液体窒素の使用とラボの関連する危険性を排除または軽減し、驚異的な投資利益をもたらします。



# TECHNOLOGY | 環境システム

DMA 3200には、幅広いサンプル剛性に対応する複数の変形モードを提供する、様々なサンプルのクランプシステムが搭載されています。標準クランプシステムは、引張り、圧縮、3点曲げ、クランプ曲げ、シアーサンドイッチを含み、FCOと使用可能です。17-4ステンレススチール製の標準のFCOクランプは最大500℃で使用可能で、オプションのクランプにより最大600℃まで対応できます。チタン製のLSOクランプシステムは大きなサンプルに対応でき、引張り、圧縮、3点曲げモードを使用できます。すべてのFCOクランプは、LSOと使用可能です。

FCO



## 3点曲げ

このモードでは、サンプルは両端と中央の3つの接触点の周囲で変形します。サンプルはクランプの影響を排除する支点により固定されずに支えられるため、純粋な変形のモードと見なされます。複合材料、セラミック、ガラス質および半結晶ポリマー、金属など、剛性材料の固体のバーの試験に適しています。



## 引張り

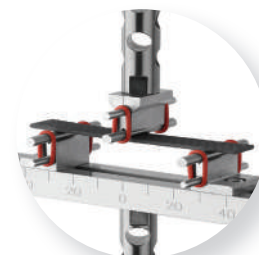
このモードでは、サンプルは上部と下部で固定され、引っ張られた状態で設置されます。引張りクランプは薄いフィルム、ストリップ、板、ファイバー、ファイバー束の引張り用です。



## 圧縮

このモードでは、サンプルは上部と下部の円形プレート間に挟まれ、さまざまな圧縮条件下で変形されます。圧縮は発泡体、エラストマー、ゲル、その他柔らかい固体など、多くの低～中弾性率材料に使用できます。

LSO

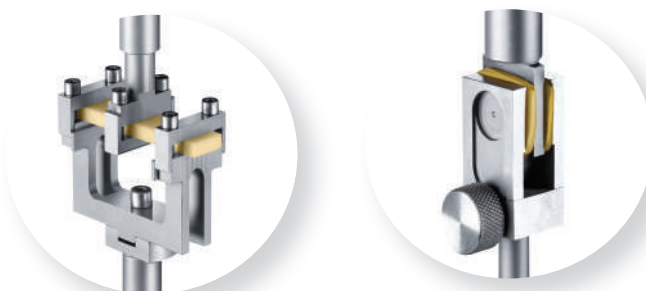


\*注:すべてのFCOフィクスチャーは、DMA 3200 LSO環境システムと互換性があります。アダプターが付属します。



## デュアルおよびシングルカンチレバー

支持点と変形点が機械的にサンプルに固定されるため、カンチレバーモードは「クランプ」または「サポート」曲げモードともいいます。デュアルカンチレバーでは、サンプルは両端と中央が固定されます。同じクランプがシングルカンチレバーとしても使用され、サンプルは一方の端と中央のクランプの間で固定されます。シングルカンチレバーによって、より短いサンプル長で試験できます。カンチレバーは熱可塑性樹脂とエラストマー、その他高ダンピング材料の汎用試験、および基板上的コーティングの転移測定に適しています。



## シアーサンドイッチ

シアーサンドイッチでは、サイズが等しい2つの材料が両端と中央のプレートの間で挟まれます。適用される変形はサンプルの厚さに平行で、変形は単純なせん断です。このモードは「ダブルラップシアー」と呼ばれることもあります。典型的な試験対象のサンプルにはポリマーメルト、発泡体、エラストマー、ゲル、ペースト、その他柔らかい固体、または高粘度液体が含まれます。

クランプ仕様	FCO* クランプサンプル寸法	LSO クランプサンプル寸法
引張り	最大長さ 35 mm, 最大幅 12.5 mm, および最大厚さ 1.5 mm	最大長さ 100 mm, 最大幅 12.7 mm, 最大厚さ 8 mm
圧縮	直径 8, 15, 25 mm プレート付; 最大厚さ 15 mm	最大直径 50 mm, 最大厚さ 100 mm (高さ)
3点曲げ	10, 25, 40 mm スパン 最大幅 12.8 mm, 最大厚さ 5 mm	10 ~ 100 mm 調整可能スパン. 最大幅 13 mm, 最大厚さ 10 mm
カンチレバー曲げ	最大長さ 38 mm, 最大幅 12.5 mm, 最大厚さ 1.5 mm	N/A
シアーサンドイッチ	サンプル厚さ 0.5, 1.0, 1.5 mm せん断表面 15 mm 角正方形.	N/A

# DMA 3200 | アプリケーション

## 動的機械分析 DMA

DMAとは、正弦波変形、応力または歪みをサンプルに適用し、粘弾性応答を測定する技術です。実験中、変形の周波数と振幅は一定に維持されるか、変化（掃引）させることができます。温度、周波数または時間の関数として、変形に対する材料の応答をモニタリングできます。DMAは粘弾性材料の複素弾性率( $E^*$ )、貯蔵弾性率および損失弾性率( $E'$ 、 $E''$ )、ダンピング( $\tan \delta$ )を含む様々な機械的特性を特定し、分子運動の検出と構造・特性の相関関係を構築します。

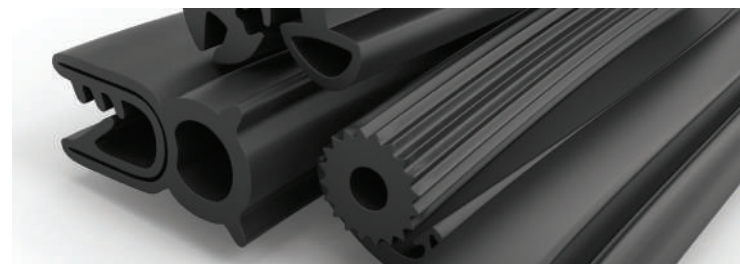
DMAの測定可能な材料特性および典型的なアプリケーション:

### 材料特性

- 弾性率 ( $E$ )
- 剛性率 ( $G$ )
- 複素弾性率 ( $E^*$ ,  $G^*$ )
- 貯蔵弾性率および 損失弾性率 ( $E'$ ,  $E''$ ,  $G'$ ,  $G''$ )
- ダンピング特性 ( $\tan \delta$ )
- 複素剛性 ( $K^*$ )
- 貯蔵剛性および損失剛性 ( $K'$ ,  $K''$ )

### 典型的なアプリケーション

- ガラス転移温度
- 二次転移
- 軟化および融解温度
- 時間/温度換算則
- 線形粘弾性領域
- ペイン効果
- マリンス効果
- 分子量/架橋
- 硬化評価
- 伝達性
- ヒステリシス
- 物理的または 化学的劣化
- 配向の影響
- 添加物の影響
- 衝撃強度



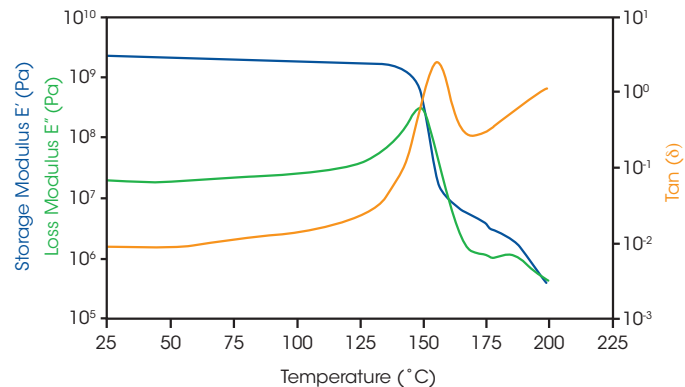
## 高荷重動的機械分析 DMA

DMA 3200の高荷重機能は、試験の荷重形態の幅を広げ、大きなサンプルや実際の部品の試験を可能にします。図は、高荷重DMA機能の例を示しています。

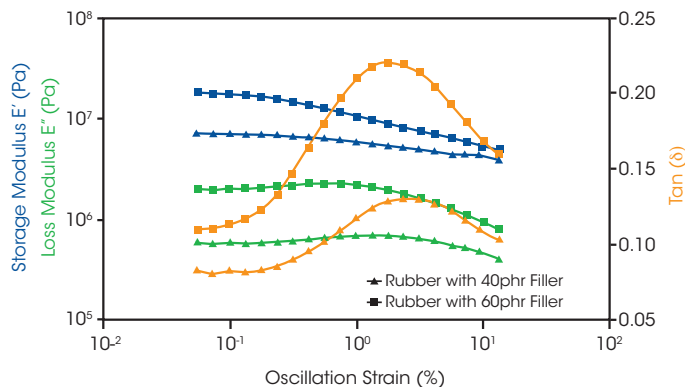
右上の図は、昇温速度3 °C/min、歪み0.4 %での、ポリカーボネート棒の結果を示しています。このサンプルの寸法は、厚さ1.6 mm、幅12.8 mm、長さ19 mmです。これらの結果は複数の面でのDMA 3200設計の性能を示しています。まず、DMA 3200の高荷重かつ高剛性な設計により、引張りモードでガラス領域またはガラス転移温度 (Tg) 以下で、このような厚さのポリマーのサンプルテストが可能となります。従来の低荷重DMA装置の設計では、荷重と剛性の両方が制限されるでしょう。このような結果は、引張りではなく曲げから得られることになるでしょう。次に、摩擦なしの設計が優れた低荷重感度を実現し、3桁に及ぶ弾性率の変化を伴うガラス転移の特性評価を行うことができます。

右下の図は、温度30 °C、周波数10 Hzで圧縮クランプを使用して試験した2つの円筒状のゴムサンプルにおける歪み掃引を示しています。サンプルの寸法は、直径10 mm、厚さ20 mmです。これらの2つのゴムサンプルには異なる量の充填剤が使用されています (40 phrと60 phr)。phrとは、ゴム重量100に対する各種配合剤の重量を示す単位です。充填剤の量が増加するほど、弾性率と弾性率の歪み依存性が高くなるのがわかります。試験中、歪み20%、5 mm相当を与えるために必要な荷重が60 Nに接近します。この結果は、DMA 3200の高荷重と優れた変位制御を示しています。

引張りでのポリカーボネート昇温



圧縮でのゴム歪み掃引



# DMA 3200 | アプリケーション

## 疲労および準静的試験

多くの材料、コンポーネントおよびデバイスは、使用中に繰り返し荷重を受ける状況にさらされており、この荷重によって材料の疲労が引き起こされます。この疲労は材料の挙動における大幅な変化を引き起こし、材料の総合的な性能に影響を与えたり、完全かつ壊滅的な破損を引き起こしたりする可能性があります。機械疲労試験は、材料、コンポーネントまたはデバイスが振動力、応力を受けた際に、どのように、そしていつ、破壊にいたるかについての情報を提供します。これらの材料の挙動に関する情報を利用することにより、信頼できる製品性能を保証するとともに、寿命を実証することができます。

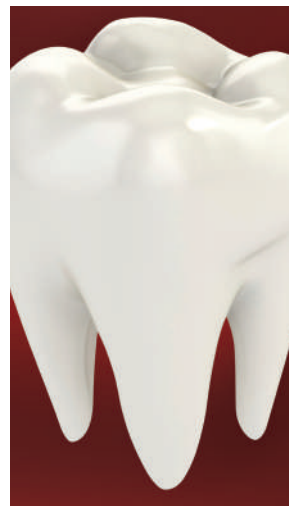
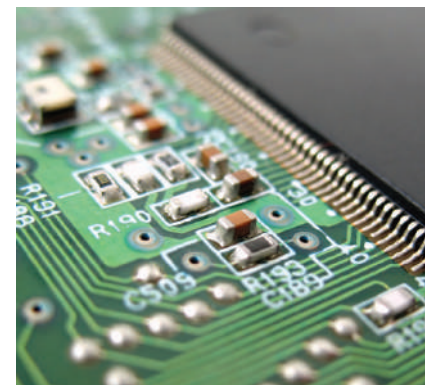
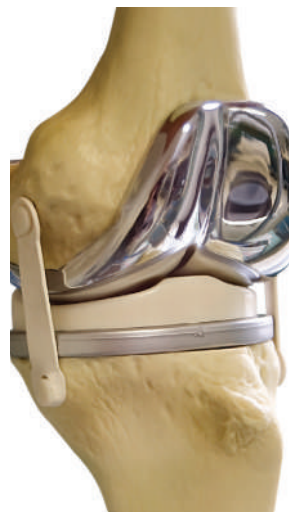
単調試験(引張試験)は、強度と変形応答を評価するために利用することもできます。この場合、単一の荷重試験で特性の測定を行います。DMA 3200は幅広い動的または静的強度評価に対応しながら、様々な材料、コンポーネントまたはデバイスの特性を測定できます。

### 測定例

- 弾性率 (E)
- 剛性 (K)
- 降伏強度
- 引張り強度
- 破断時伸び
- 疲労強度

### 強度研究例

- 加速寿命試験
- SN曲線の決定
- 機械的な劣化
- クリープと回復
- 応力緩和
- 引張り試験



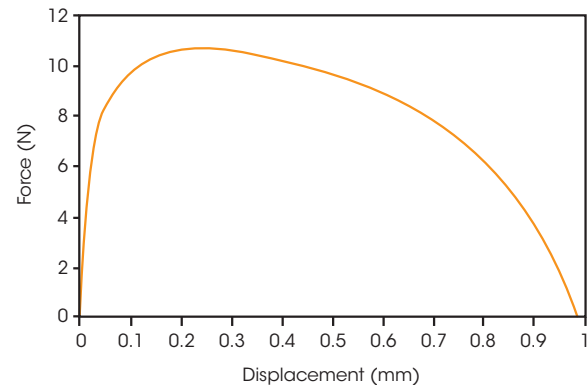
## 疲労および準静的試験を実現

DMA 3200の優れた柔軟性、駆動力、耐久性により、DMAをはじめとした様々な試験が可能です。幅広い速度と荷重により、疲労試験と準静的試験の両方に利用可能です。右の図は、これらの機能の例を示しています。

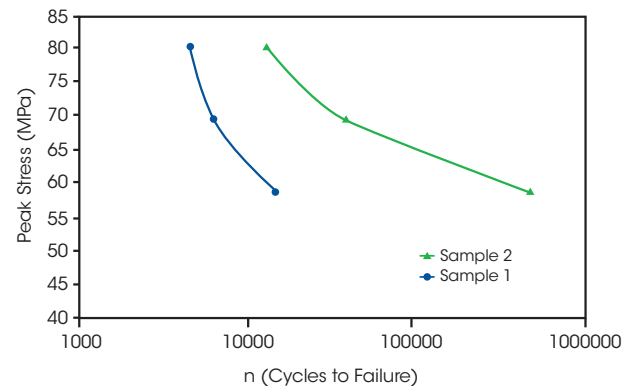
右上の図は、小さなはんだ棒に関する単一の片引き試験（引張り試験）を示しています。変位ランプは1分あたり1マイクロで制御され、温度は25℃で一定に保たれました。サンプルの寸法は、直径0.5mm、長さ2mmです。この試験では、長時間（この場合は14時間）変位をゆっくり、そして正確に制御する必要があります。試験開始時は、サンプルはプロットの左側に標準的な線形領域を示しプロットの真ん中と右側には非常に長い延性破壊が示されています。この試験はElectroForce<sup>®</sup>リアモーターの柔軟性を表しています。ElectroForceリアモーターは非常に高い動的性能を備えていますが、低速度で行われる正確な試験にも利用することができます。

右下の図は、熱可塑性エラストマーの疲労試験の結果を示しています。この曲線は、一般的に強度とサイクル数の関係を示す「SN曲線」と呼ばれています。SN曲線は、繰り返し荷重における材料やコンポーネントの寿命を、荷重レベルの関数として示し、特性評価を行うために使用される一般的なグラフです。応力が減少すると、サンプルに必要な破壊サイクル数が増加することがわかります。この試験では、DMA 3200が高サイクル試験にどのように使用され、高加速性と耐久性を利用しているかを示しています。

はんだにおける引張り疲労試験



2つの熱可塑性エラストマーを比較する疲労試験



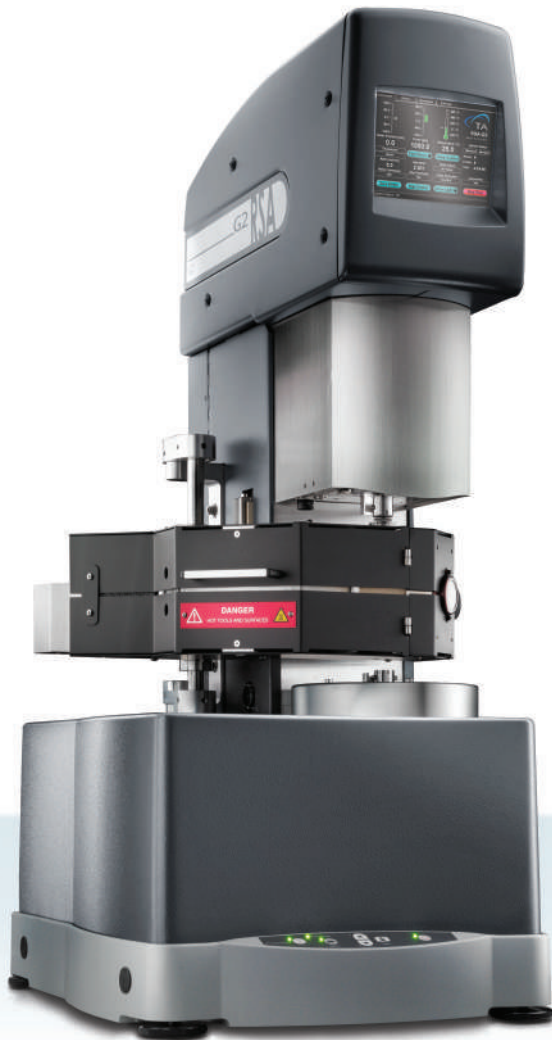
# DMA 3200 | 仕様

仕様	DMA	疲労/準静的
最大荷重	500 N	450 N
最小荷重 500 N センサー オプション 22 N センサー	0.2 N 0.025 N	5.0 N 0.22 N
荷重分解能 500 N センサー オプション 22 N センサー	0.006 N 0.00026 N	0.015 N 0.00067 N
動的変位範囲	±0.0005 ~ ± 6.5 mm	±0.002 ~ ± 6.5 mm
変位分解能	1 Nanometer	1 Nanometer
最大加速度	80 G	80 G
50 Hzにおける最大変位	± 6.5 mm	± 6.5 mm
100 Hzにおける最大変位	± 1.0 mm	± 1.0 mm
弾性率範囲	10 <sup>3</sup> ~ 3x10 <sup>12</sup> Pa	NA
弾性率精度	± 1%	NA
Tan δ 感度	0.0001	NA
Tan δ 分解能	0.000015	NA
周波数範囲	0.01 ~ 100 Hz	0.00001 ~ 300 Hz

オーブン仕様	FCO	LSO
最大温度	600 °C*	315 °C
昇温速度	0.1 ~ 60 °C/min	0.5 ~ 10 °C/min
冷却速度	0.1 ~ 60 °C/min	0.5 ~ 10 °C/min
等温安定性	± 0.1 °C	± 2 °C
内部寸法	高さ 70 mm x 直径 60 mm	191 x 200 x 200 mm

\* 注：標準サンプルクランプは、最大500 °Cまで対応。600 °Cの試験には、オプションのサンプル クランプが必要。

## SOLIDS ANALYZER | 動的粘弾性測定装置 RSA-G2



RSA-G2は固体の粘弾性分析において最高性能を有する測定装置です。モーターとトランスデューサが分離した歪制御型であり、変形のコントロールと応力の測定を独立して行います。従って最も純粋なデータをご提供します。最も正確なDMA測定値をご提供するとともに様々な測定(クリープ/リカバリー、応力緩和、歪一定、荷重一定、疲労試験、マルチウェーブ、アビタリーウェーブ、誘電熱分析等)が可能です。RSA-G2は先述の通り様々な測定モードを有しており、研究開発から品質管理まで幅広いアプリケーションに対応できます。高性能の本装置は歪制御型動的粘弾性測定装置の第四世代となります。正確な温度コントロールが可能なフォースコンベクションオープン、様々なサンプルの形や堅さに対応する豊富なジオメトリ、浸漬試験用ジオメトリをご用意しています。また、RSA-G2は誘電測定装置(DETA)として、独立測定や誘電測定と粘弾性測定の同時測定もできます。

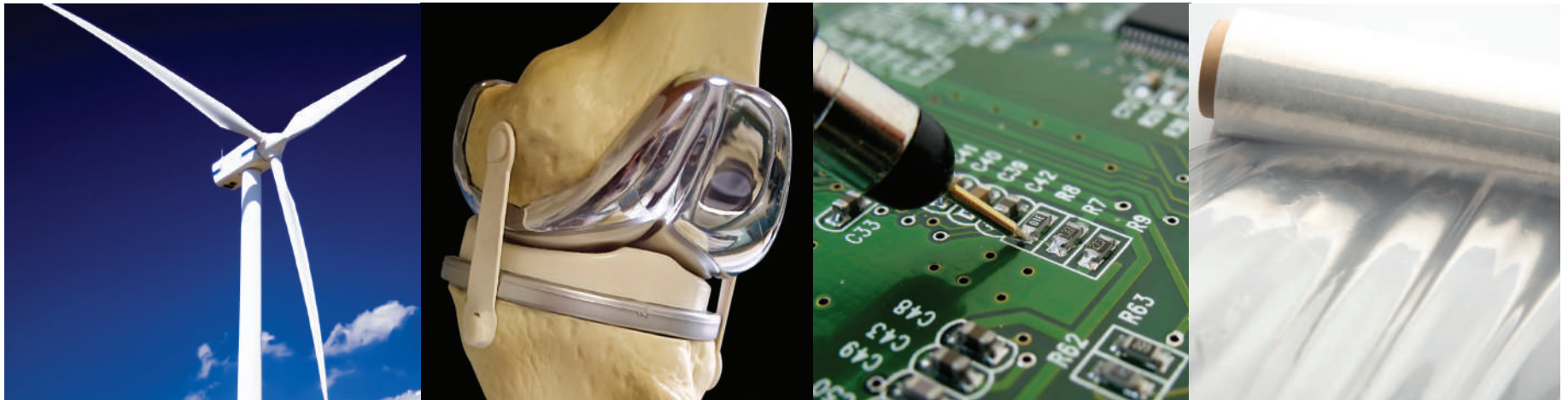


# SOLIDS ANALYZER | レオロジーの利点

様々な産業(航空宇宙、アスファルト、自動車、セラミックス、エラストマー、エレクトロニクス、食品、パーソナルケア、生物医学、塗料、製薬、金属等)で用いられる固体やソフトマテリアルは、日常的な場面の多種多様な環境条件下において機械的な変形(応力と歪)を与えられています。与えられた変形は自然界で静的または周期的なものかもしれませんが、環境が極端な温度変化、温度サイクル、水や油のように異なる液体にさらされた影響によるものかもしれません。高品質、高性能な製品への要望はますます増え、アプリケーション、製造能力、完成品の性能の安定性を保証し決定するためにこれらの材料の動的粘弾性性質が重要になります。RSA-G2は固体の複雑な挙動の特性解析や理解のための装置です。

## RSA-G2は研究開発から品質保証まで様々な分野で使用できますアプリケーション

- ヤング率 (E)
- 剛性率 (G)
- 複素弾性率 ( $E^*$ ,  $G^*$ )
- 貯蔵・損失弾性率 ( $E'$ ,  $E''$ ,  $G'$ ,  $G''$ )
- 減衰特性 ( $\tan \delta$ )
- 周波数の影響
- クリープ/リカバリー
- 応力緩和
- ガラス転移温度
- 二次転移
- 結晶化
- 軟化および融解温度
- 時間-温度換算則
- 分子量/架橋構造
- 相分離(ポリマーブレンド、コポリマー他)
- 複合性
- 劣化(物理的または化学的)
- 硬化挙動
- ゲル化
- 架橋反応
- 架橋密度
- 配向効果
- 添加剤の影響
- 弾力性
- 応力-歪カーブ
- 収縮力
- Mullins効果
- 動的疲労試験
- 衝撃強度
- 靱性

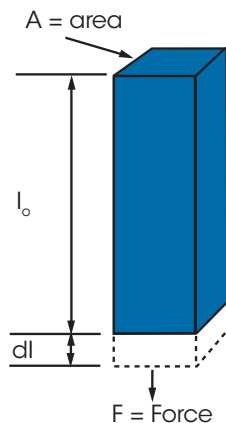


## 理論 | 固体の変形

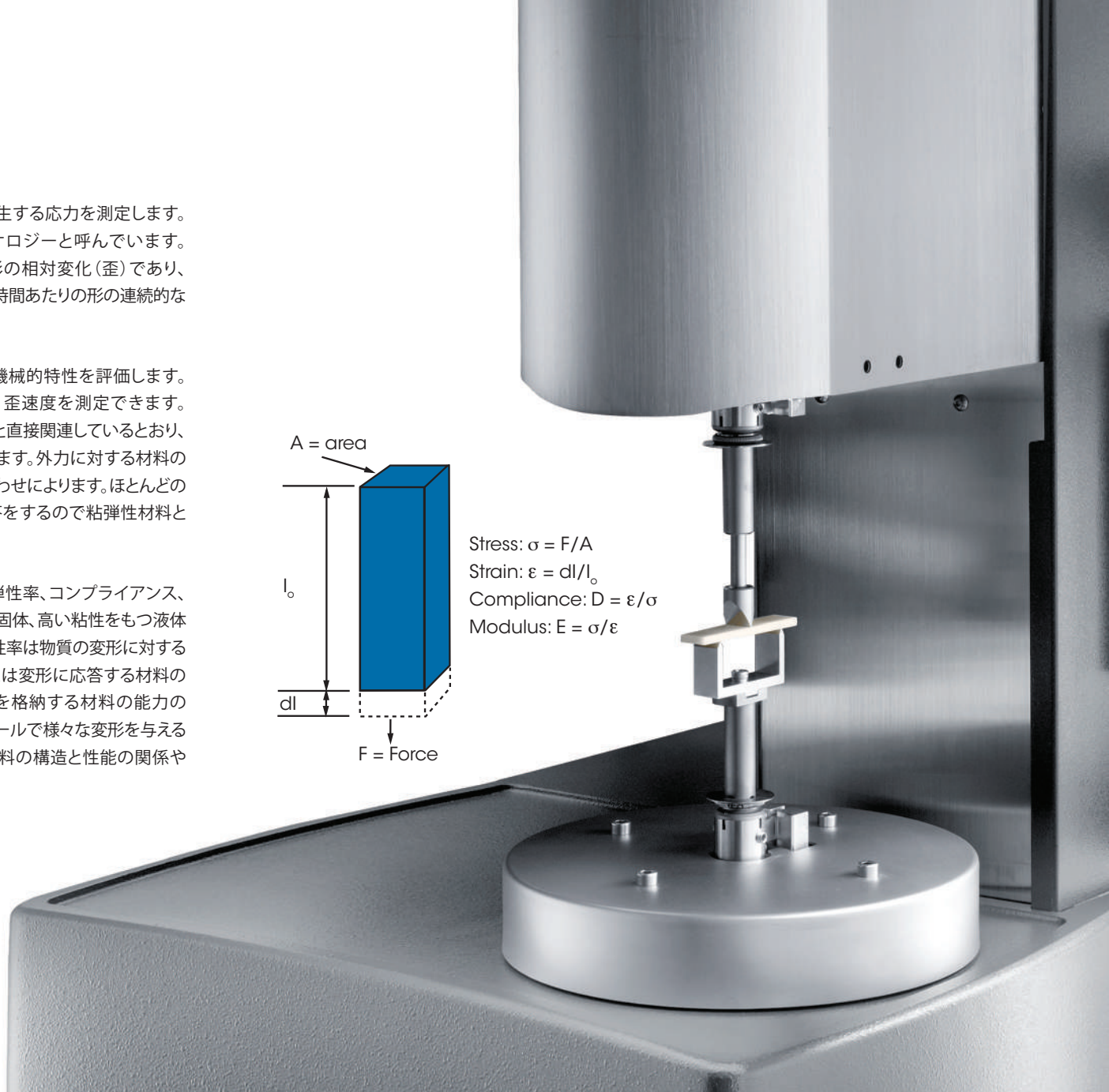
RSA-G2はサンプルへ機械的な変形を与え、発生する応力を測定します。材料の変形や流動の研究に関する科学をレオロジーと呼んでいます。変形は外力の影響（応力）下における物質の形の相対変化（歪）であり、フロー（流動）は外部応力の影響下における単位時間あたりの形の連続的な相対変化（歪速度）です。

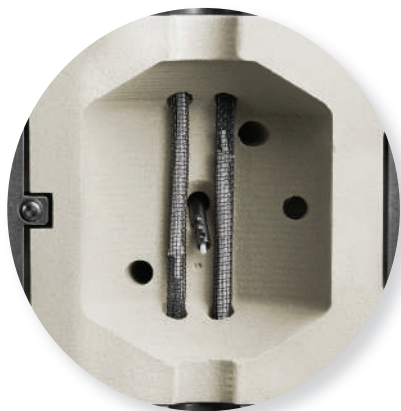
RSA-G2は引張り型レオメータであり、材料の機械的特性を評価します。材料の外部環境を制御して広範囲の応力、歪、歪速度を測定できます。レオロジーの別の定義として、レオメータの機能と直接関連しているとおり、応力-歪または応力-歪速度の関係の研究があります。外力に対する材料の応答は理想粘性体と理想弾性体の両者の組み合わせによります。ほとんどの商用材料は粘性・弾性挙動を組み合わせさせた応答をするので粘弾性材料といえます。

RSA-G2を使用して様々な材料のパラメータ（弾性率、コンプライアンス、弾性等）を求めることにより、硬い固体、柔らかい固体、高い粘性をもつ液体材料のレオロジーを研究することができます。弾性率は物質の変形に対する全体的な抵抗の測定値であり、コンプライアンスは変形に応答する材料の能力の測定値です。弾性は変形のエネルギーを格納する材料の能力の測定値です。RSA-G2は広い温度範囲と時間スケールで様々な変形を与えることができます。また、これらの材料について材料の構造と性能の関係や性能特性を十分に表現する物性値を算出します。



$$\begin{aligned}\text{Stress: } \sigma &= F/A \\ \text{Strain: } \epsilon &= dl/l_0 \\ \text{Compliance: } D &= \epsilon/\sigma \\ \text{Modulus: } E &= \sigma/\epsilon\end{aligned}$$



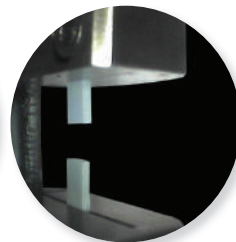
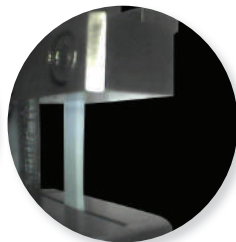


### 温度コントロール

RSA-G2の温度と環境コントロールは、フォースコンベクションオープン(FCO)によってなされます。FCOはエア/N2ガスの対流式オープンで、理想的な温度安定性と高速昇降温が可能であり、-150~600℃で容易に使用できるよう設計されています。最大昇温速度は60℃/minです。オプションの液体窒素冷却装置を使用すれば-150℃まで、メカニカルクーリングで-80℃まで温度を下げるすることができます。FCOはオープンチャンバー内に逆向きの循環気流を作る一対の元素ヒーターにより温度を安定させます。FCOはテストステーションの両側に設置することができ、寿命の長いLEDランプと観察用の窓が標準装備されています。

### FCO カメラビューアー

FCOは、オプションのカメラビューアアクセサリを取り付けることができます。カメラにはTRIOS 制御ソフトウェアで調整できる追加のライトやフォーカスコントロールが搭載されています。測定中の画像をリアルタイムにソフトウェア上で見ることができ、各データポイントごとに画像を保存できます。



### タッチスクリーン、キーパッド

このグラフィカルインタフェースにより、操作性が向上しました。ジオメトリのゼロ点調整、サンプルロード、温度調整等の対話型の命令を出すことができます。重要な装置ステータスや温度、ギャップ、応力、モーターポジション等の情報が表示されます。タッチスクリーンにより簡単に設定ができ、装置の状態も確認できます。装置下部のキーパッドで測定ヘッドの位置調整ができます。



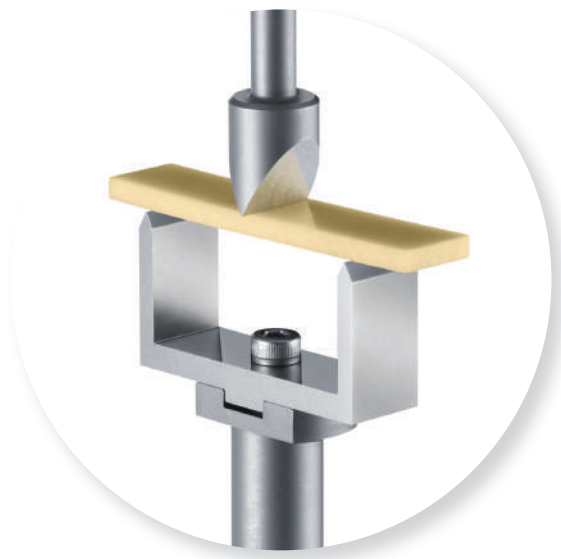
### 高速エレクトロニクスとデータ処理

トランスデューサとモーター制御のためのデジタル信号処理を行う新しい高速エレクトロニクスを装備しています。多くの製品がテストステーションと電源ボックスをひとつにまとめることによって経費を下げる中、RSA-G2ではこの2つの装置を分け、テストステーションにかかる熱や振動を防ぎました。これによりデータの感度を上げることができます。電源ボックスは過渡電流(8000 Hz以内)および振動(15000 Hz以内)測定用の完全に統合された高速データ取得ができます。高速データサンプリングは取得シグナルから高解像度の強度と位相差を提供し、動的測定中の自動解析もしくは測定完了後のフーリエ変換解析により高分解の高調波取得が可能です。振動測定中の応力(荷重)に存在する奇数次の高調波は、非線形応答の結果として現れます。3次、5次...のような奇数次の高調波との基本周波数の割合はシグナルとして計算して保存できます。加えて振動測定中のリアルタイム波形を表示することができ、各データポイントでの波形を保存できます。強度の比率と波の形と質は、非常に貴重なデータ整合性と検証ツールとなります。

# RSA-G2 ジオメトリ | CLAMPING SYSTEMS

## RSA-G2ジオメトリ

RSA-G2には様々な堅さのサンプルを測定するための変形モードを提供する多様なサンプルジオメトリがあります。フィルム、ファイバー、やわらかい泡、粘着剤(PSA)、熱可塑性物質あるいは熱硬化物質の棒状サンプル、弾性率の複合材料、金属、中程度以上の粘性をもつポリマーメルトの特性解析ができます。すべてのサンプルジオメトリは最大級の剛性を持つ17-4 pHのスチールで作られています。標準的なサンプルジオメトリは最高500℃まで使用可能です。600℃までの測定を行う場合、オプションのステンレスクランプが必要ですので、別途ご注文ください。

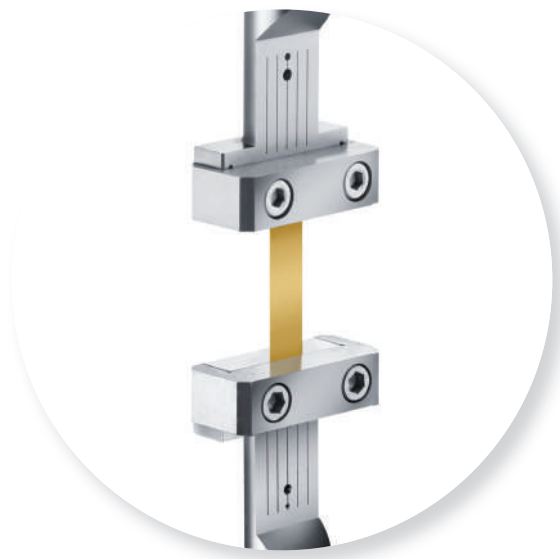


### 3点曲げ

3点曲げモードでは、サンプルを両端と中央の3点で接触した状態で変形させます。サンプルがジオメトリの影響を排除する3つの支点で支えられるため、変形の「純粋な」モードであると考えられています。複合材料、セラミックス、ガラス、半結晶ポリマー、金属、堅い材料の固体のバーをテストするのに理想的です。ジオメトリは装置キャリブレーション用としてRSA-G2装置本体に標準で含まれます。

サンプルサイズ:

長さ 10, 25, 40 mm, 最大幅 12.8 mm, 最大厚さ 5 mm



### 引張り(フィルム/ファイバー)

サンプルを上下固定した状態で伸長させます。引張りジオメトリは薄いフィルム(ゴミ袋、パッケージフィルム、個々のファイバーと繊維束のような)の伸張テストに最適です。

サンプルサイズ: 最大長さ 35 mm, 最大幅 12.5 mm, 最大厚さ 1.5 mm

### デュアル・シングルカンチレバー

カンチレバーモードは、支持ポイントと変形ポイントが機械的にサンプルを固定するので“クランプ”または“サポート”曲げモードとして知られています。デュアルカンチレバーでは、サンプルは両端と中央で締められます。同じクランプはシングルカンチレバー用としても使います。サンプルは片端と中央のジオメトリの間で固定されます。シングルカンチレバーはより短いサンプル長のテストが可能です。カンチレバーは一般的な熱可塑性樹脂、エラストマーや基板上のコーティングの転移の測定、その他の高ダンピング材料の測定に適しています。

サンプルサイズ：最大長さ 38 mm 最大幅 12.5 mm  
最大厚さ 1.5 mm



### 圧縮

サンプルを上下の円形プレートに挟み、圧縮させて変形を与えます。発泡剤、エラストマー、ゲル、その他の柔らかい物質（低～中程度の弾性率）の材料に適しています。

サンプルサイズ：プレート直径 8, 15, 25 mm 最大厚さ15 mm



### シアーサンドイッチ

シアーサンドイッチでは、2つの同じサイズの材料片を両端と中央のプレートの間ではさみ込みます。与えられた変形はサンプル厚さと同様に、結果の変形は単純なせん断歪です。ポリマーメルト、泡、エラストマー、ゲル、ペースト、他の柔らかい個体や高粘度の液体を含む典型的なサンプル測定ができます。

サンプルサイズ：厚さ 0.5 mm, 1.0 mm, 1.5 mm (中央のプレートを交換して対応) せん断表面 15 mm四方

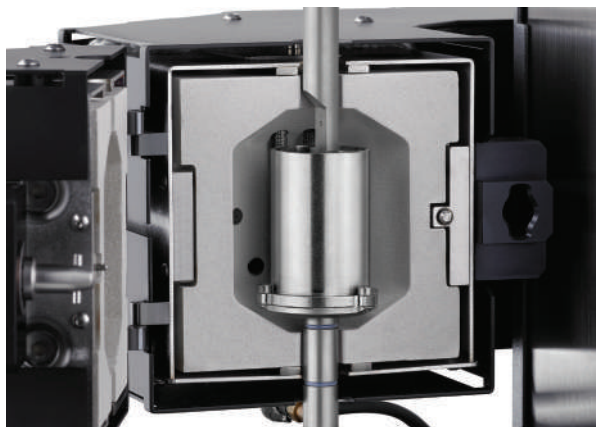


### コンタクトレンズ治具

ハードコンタクトレンズ用治具は、コンタクトレンズの特定の温度範囲で食塩水中の動的機械特性のテストのために設計されています。



# RSA-G2 浸漬測定 | CLAMPING SYSTEMS



RSA-G2浸漬測定システムは液体中での固体材料の測定が可能です。流体環境温度はフォースコンベクションオープンの標準コントロールループを回避し液体中に浸漬されているプラチナ抵抗温度計(PRT)によって直接測定されます。測定温度範囲は-10~200℃です。システムは引張り、圧縮と3点曲げのジオメトリを含みます。サンプルを囲むカップを取り外して簡単にサンプルローディングできます。

## RSA-G2 浸漬アプリケーション

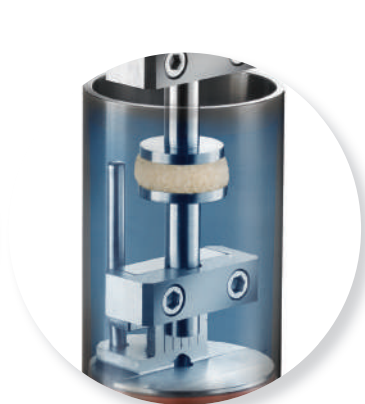
図1は空気中と溶剤中で測定した自動車のコーティングの温度ランプ測定での貯蔵弾性率、損失弾性率とtan δを示します。溶剤はコーティングの機械的性質に劇的な効果を与えます。水は材料を可塑化させる効果があります。ガラス転移温度は102℃から73℃と約29℃の低下が観察されます。

図2は3日間25℃の合成潤滑油に浸したエラストマーサンプルの周波数スイープを示します。丸1日、2日、3日浸したサンプルを測定しました。貯蔵弾性率E'は3日間で16%も減少しました。



**引張り**

<サンプルサイズ>  
最大長さ 25 mm  
最大幅 12.5 mm  
最大厚さ 1.5 mm



**圧縮**

<サンプルサイズ>  
直径 15 mm  
最大厚さ 10 mm



**3点曲げ**

<サンプルサイズ>  
長さ 10 mm, 15 mm, 20 mm  
(スパンピースを交換して対応)  
最大幅 12.5 mm  
最大厚さ 5 mm

図1: 自動車のコーティング剤への溶媒の影響

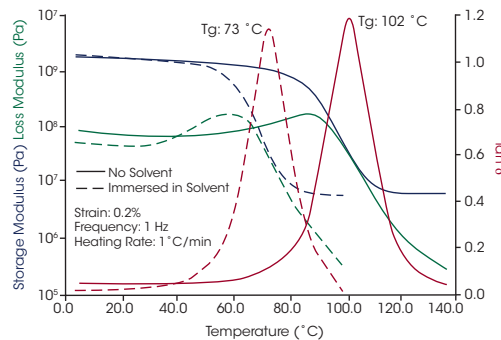
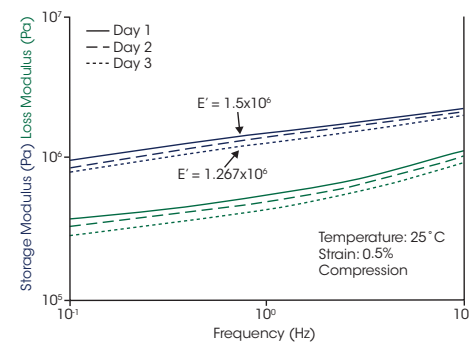


図2: 合成潤滑油中にエラストマー



# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | TESTING MODES & APPLICATIONS

## 温度ランプ

温度ランプとステップテストは一般的なDMA測定法です。温度を変化させて粘弾性特性を測定する技術は  $\beta$ ,  $\gamma$  転移同様、 $\alpha$  転移、ガラス転移温度  $T_g$  を得るための極めて感度が良い技術です。温度ランプでは等速昇温速度が適用されます。標準的な昇温速度は1~5 °C/分です。材料の応答は定義された時間間隔、線形領域内の振幅におけるひとつの、あるいは複数の周波数で観察されます。

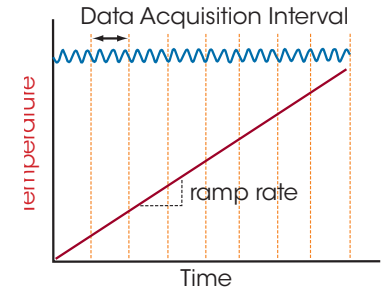
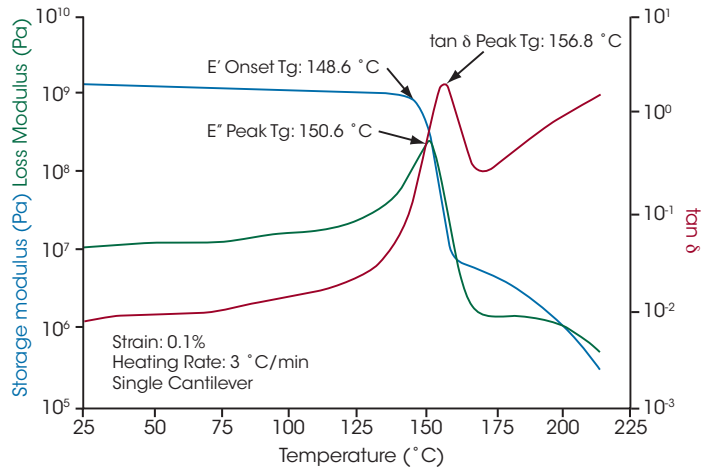


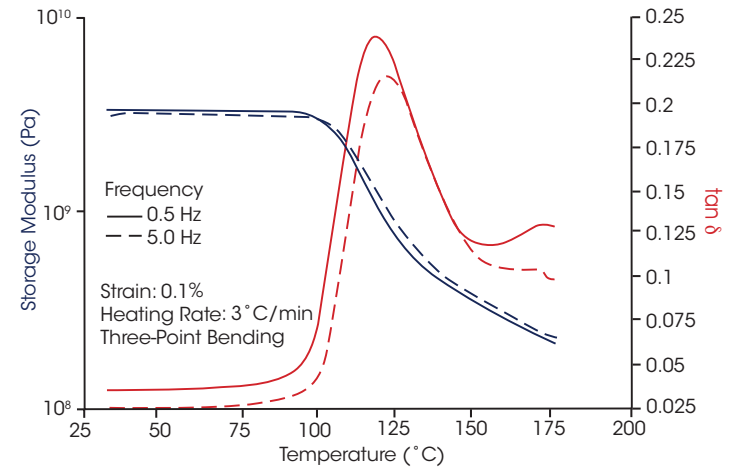
図4はシングルカンチレバーでポリカーボネートを温度ランプ測定した例を示します。ガラス領域からデータが始まり、融解まで測定できている点をご確認ください。複数のパラメータは  $E'$  の開始点または  $E''$  のピークまたは  $\tan \delta$  等、転移を決定するために使われています。転移が起こる温度は選択したパラメータに依存します。

図4: ポリカーボネートの温度ランプ



$T_g$  がキネティックコンポーネントを持っているため、変形の周波数(率)によって強く影響をうけます。周波数が増加すると分子緩和がより高い温度で起こるので、結果として  $T_g$  はより高い温度にシフトするでしょう。PPSのガラス転移の周波数依存の例を図5に示します。転移領域で  $\tan \delta$  の形と強度、貯蔵弾性率のピークと傾きが影響を受けていることをご確認ください。

図5: 様々な周波数でのPPSの温度ランプ



# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | TESTING MODES & APPLICATIONS

## 周波数スイープ

温度と歪を一定にして周波数を変化させていきます。図6はホモポリマーの粘弾性の特徴と周波数の関数としての  $E'$ 、 $E''$  の変化を示します。周波数は時間の逆関数となるので、固体の挙動に対する短時間の応答や液体の挙動に対する長時間の応答により曲線は時間依存の機械的な応答を示します。 $E'$  ( $G'$ )、 $E''$  ( $G''$ ) の大きさと形は分子の構造に依存します。RSA-G2シアーサンドイッチジオメトリを使って70 °Cで粘着剤を測定した例を図7に示します。0.1~100 Hzの限定した範囲で測定されました。この温度と周波数の範囲では、サンプルは平坦(プラトー)領域に達します。

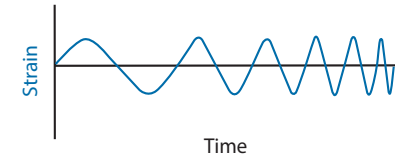


図6: ホモポリマーの粘弾性性質

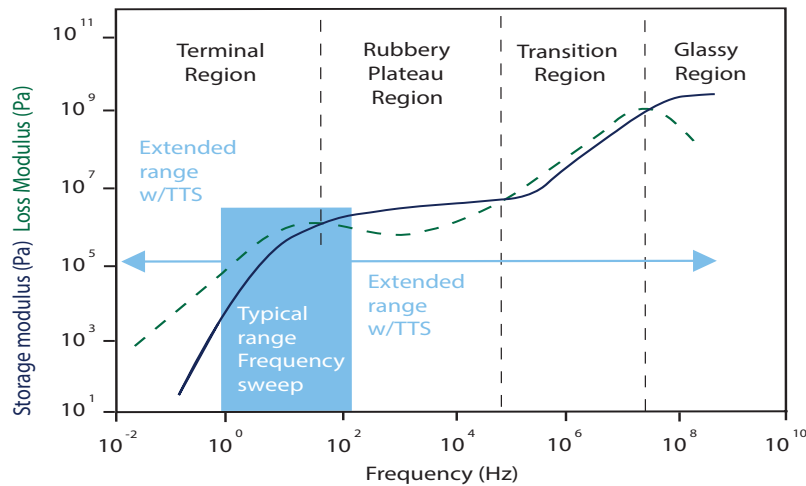
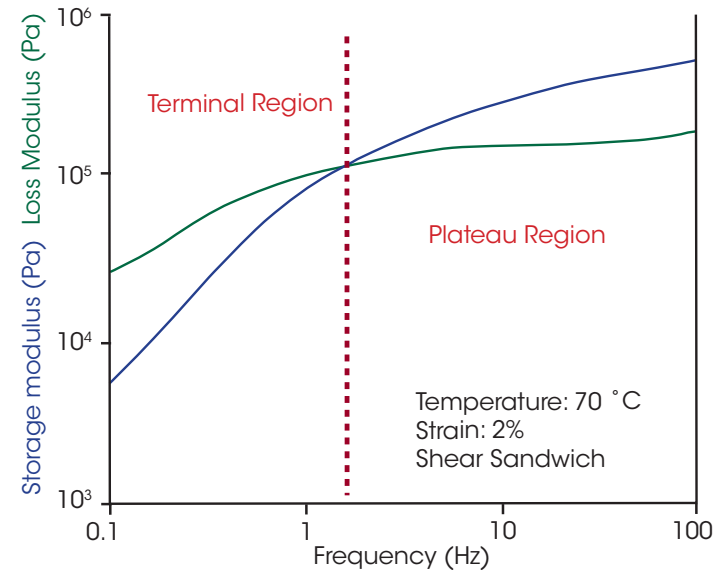


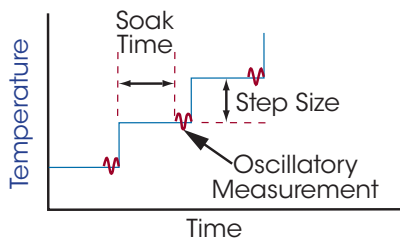
図7: PSAの周波数スイープ





## 温度スイープ

ステップとホールドの温度プロファイルが適用されます。それぞれの温度ステップにおいて、サンプルは材料中の温度が平衡になるまで十分な時間を与えられます。材料の応答は線形領域内の歪におけるひとつの、あるいは複数の周波数で観察されます。図8は40~80°Cの温度範囲での粘着剤の温度スイープの結果を示します。10°Cずつステップさせて0.1~100Hzの周波数範囲で測定しています。貯蔵弾性率は各10°Cステップで周波数の関数としてプロットされます。すべての周波数依存性データが同じ温度で集められるので、これは時間-温度換算則(TTS)の検討に最適です。



時間-温度換算則(TTS)は、広い温度範囲で周波数スイープを測定して周波数範囲を拡張させるために用います。図9は25°Cでのアクリロニトリルブタジエンスチレン共重合体(ABS)のマスターカーブを示します。この例では、2桁の周波数範囲が14桁に拡張されました。

図8:PSAの温度/周波数スイープ

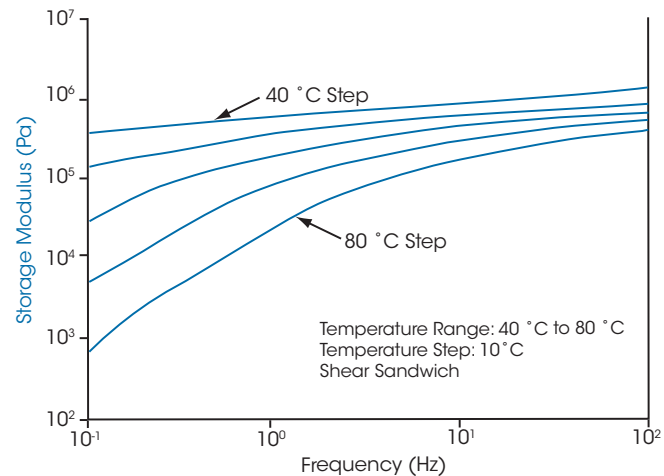
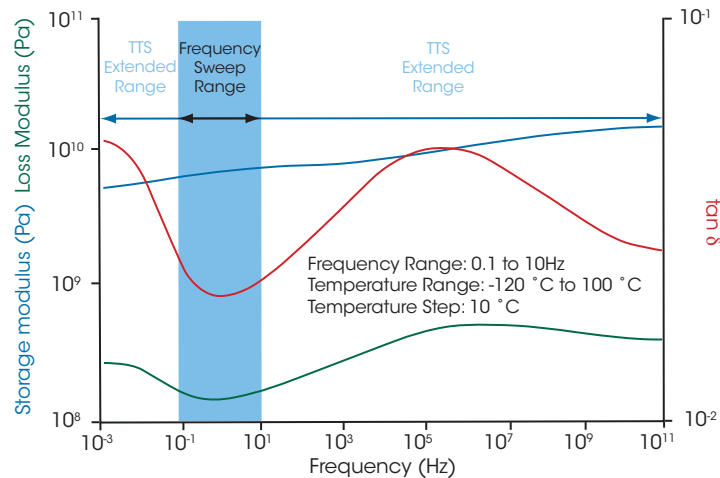


図9: 25 °C ABS時間-温度換算則



# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | TESTING MODES & APPLICATIONS

## タイムスイープ

温度、歪、周波数を一定にして粘弾性特性を時間関数として測定します。タイムスイープは硬化反応や疲労研究のような時間依存の構造変化に重要な情報を与えます。図10は二液混合エポキシで繊維ガラス束を固めたものをデュアルカンチレバージオメトリで測定した例を示します。測定開始すぐは貯蔵弾性率が低く、エポキシが硬化し硬くなるにつれて増加します。

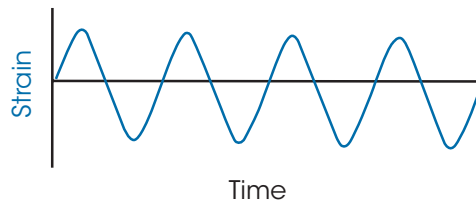
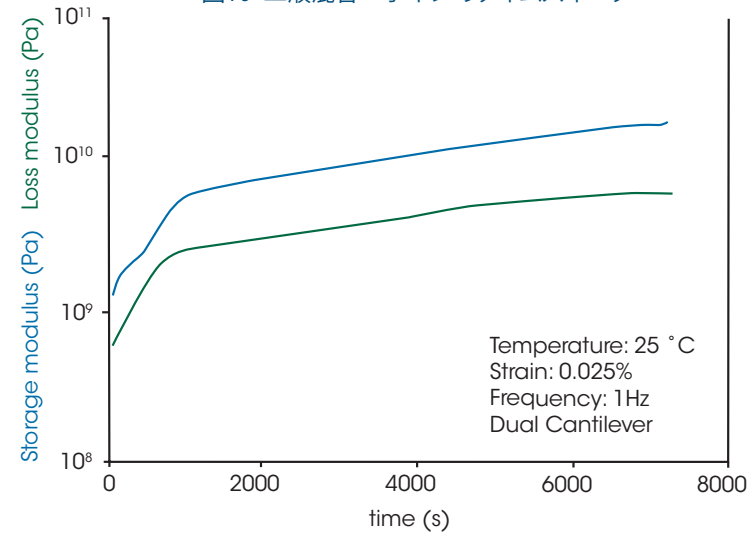


図10: 二液混合エポキシのタイムスイープ



## ステップテスト： クリープと応力緩和

応力緩和、クリープ/リカバリー等のステップテストは、サンプルの変形または応力が段階的に与えられるため、そのように名付けられています。両テストとも材料の粘弾性を測るための高感度な方法です。クリープ/リカバリーでは、 $t_1$ で一定応力がサンプルに与えられ、結果として生じた歪は時間とともに測定されます。 $t_2$ では応力がゼロになり、リカバリー(反動)歪が測定されます。クリープコンプライアンス  $D(t)$  は応力と時間依存性の歪から計算されます。応力緩和では瞬間的な歪がサンプルに与えられ、一定に保持されます。結果として生じる応力減衰は緩和弾性率  $E(t)$  あるいは  $G(t)$  を与える時間の関数として測定されます。

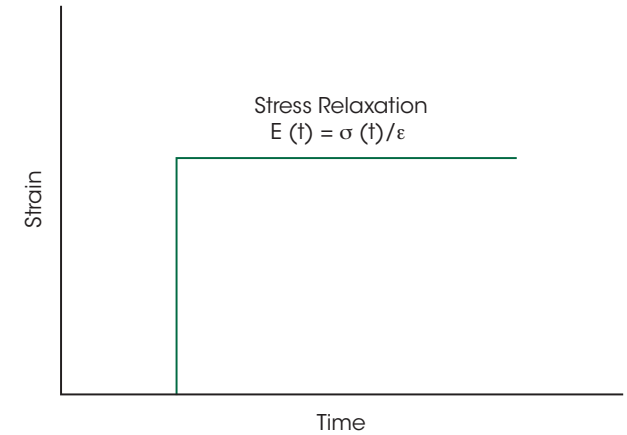
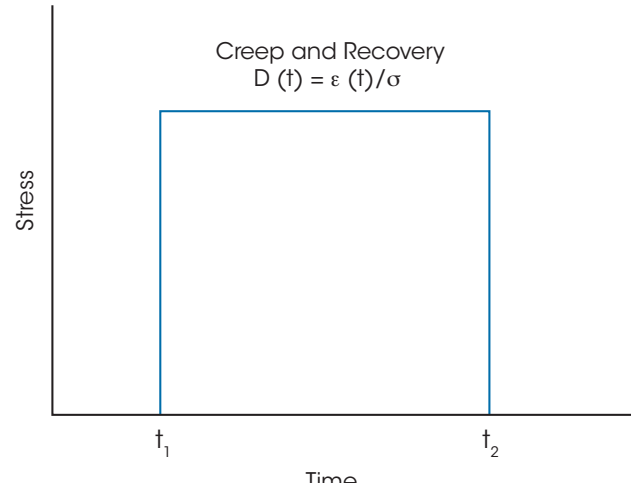


図11は圧縮での柔らかい泡材料のクリープ/リカバリーの例を示します。2,000 Paの応力が60秒間与えられ、歪の回復が60秒観察されました。

図12はシアーサンドイッチクランプ、25 °C、5% 歪でのPDMSの応力緩和弾性率を示します。 $G(t)$ は時間依存性の応力減衰を与えられた歪で割って計算され、材料の緩和時間を直接測定できる速くて容易な方法となります。

図11: 柔らかい泡のクリープ/リカバリー

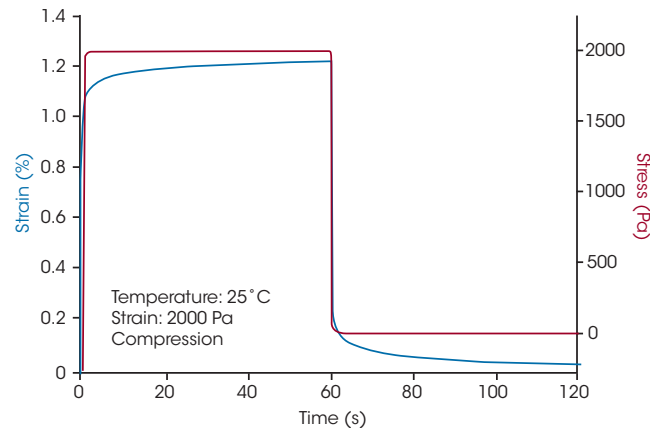
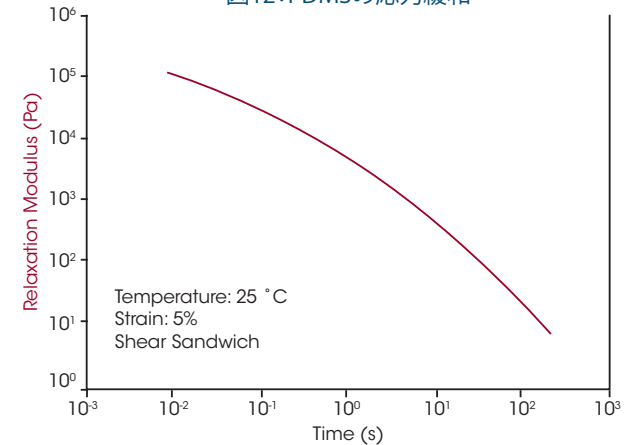


図12: PDMSの応力緩和



# DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS | TESTING MODES & APPLICATIONS

## 等歪と等応力テスト

歪あるいは応力が一定に保持され、等速の昇温速度が適用されます。これらのテストは固定荷重（応力）あるいは一定変形（歪）の条件下での機械的挙動の評価に有効です。図13は引張ジオメトリで測定したPETフィルムのサンプルを示します。応力一定、線形昇温直後に歪一定、線形降温とテストしています。図では応力一定でサンプルが加熱されやわらかくなるにつれ歪がより大きくなったことが観察されました。85 °Cで歪が一定に保持され、サンプルの温度が下がると、応力が大きくなります。これらの測定は形状記憶材料の特性解析に適しています。

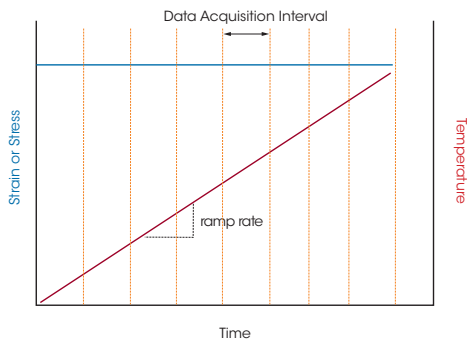
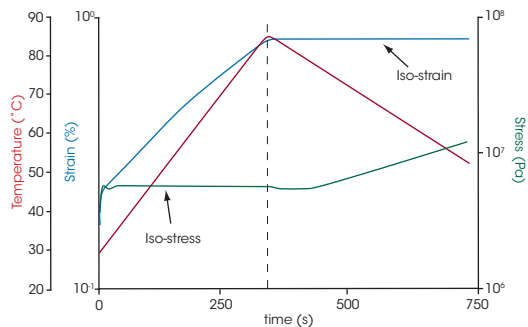


図13: PETフィルムの等応力・等歪測定

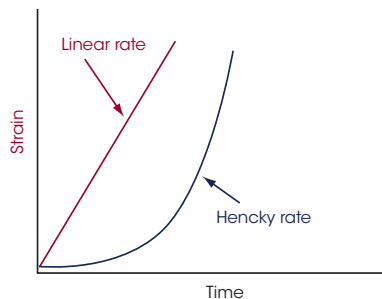


## 引張圧縮テスト

RSA-G2では装置のトランスデューサから独立して垂直に配置されたリニアスライドとステッピングモーターにより、最高のテストフレキシビリティをもって引張圧縮テストを行うことができます。サンプルは線形歪速度、Hencky歪速度、荷重、従来の応力-歪カーブを生成するための応力により変形を与られます。

図14はポリエチレンフィルムを25 °C、毎秒5 μmで伸張ジオメトリを使って測定した結果を示します。降伏値、最大引張り強度と破断点を伴う典型的な応力-歪カーブが観察できます。

引張圧縮テスト：歪速度制御



引張圧縮テスト：荷重/応力制御

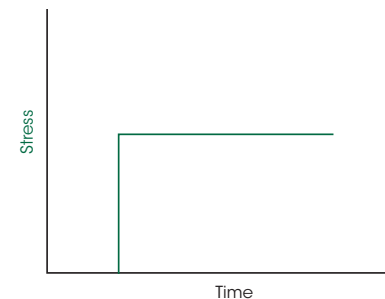
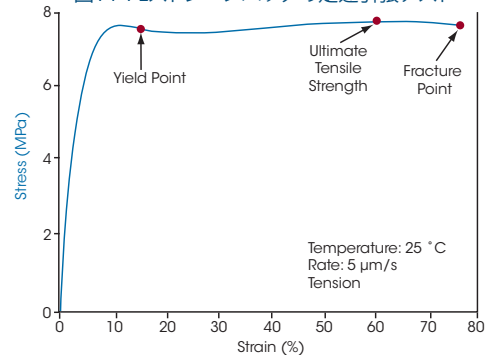
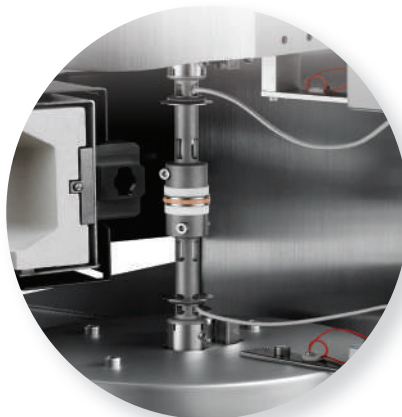


図14: PEストレージバッグの定速引張テスト



## 誘電熱分析

DETA (誘電分析) は、機械的な荷重(応力)に代わり振動電界(交流電圧)を使います。振動歪がサンプル中の蓄積電荷(Q)となること以外は動的機械分析と同様であり、材料の特性解析に有効な技術です。Qは $dQ/dt=AC$ として測定されます。DETAはサンプルが電荷(キャパシタンス)を格納またはそのパルクに電荷(コンダクタンス)が通過する程度を測定します。それはランダムな双極子の向きや移動性を反映します。この技術はとくにPVC,PVDF,PMMA,PVAのような極性材料の特性解析やエポキシ樹脂、ウレタンシステム等の素材の硬化キネティクスの観察に特に有効です。DETAにおいて利用できる周波数範囲は、従来の動的機械分析の測定範囲より広くなります(最大30 MHzまで)。



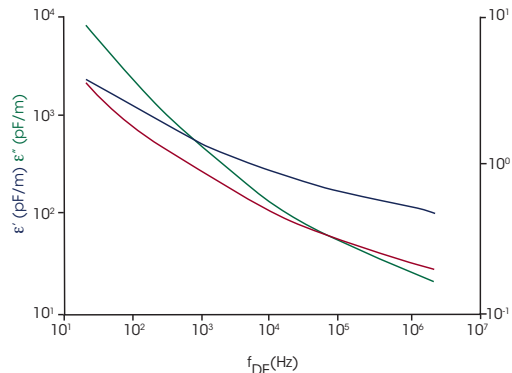
## ACCESSORY | 誘電熱分析アクセサリ

### RSA-G2 DETA 仕様

ジオメトリ	25 mm パラレルプレート
温度システム	FCO,コンベクションオープン
温度範囲	-150 ~ 350 °C
DE ブリッジインターフェース	IEEE Internal to Instrument
利用可能な誘電ブリッジ	Keysight Model E4980A; 20 Hz to 1 MHz; 0.001 to 2 Volts
	Keysight Model E4980A; 20 Hz to 2 MHz, 0.005 to 20 V

RSA-G2 DETAアクセサリはTRIOSソフトウェアを使用して標準的な実験を簡単にプログラムすることができます。実験は等温、単一あるいは複数の誘電周波数での等温タイムスイープテスト、1つあるいは複数の誘電周波数での温度ランプテスト、1つあるいは複数の誘電周波数での温度ステップ、ホールドテスト等が可能です。

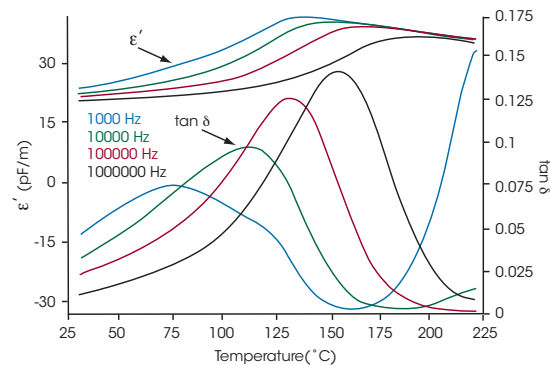
図15:ゴムの誘電周波数スイープ



### 周波数スイープ

図15は常温でゴムの誘電周波数スイープの例を示します。20 Hz~2 MHzの周波数範囲での貯蔵、損失誘電率とtan δを示します。

図16:PMMAのDETA温度ランプ測定



### 温度ランプ

図16は1 kHz, 10 kHz, 100 kHz, 1 MHzでのPMMAの温度ランプ例を示します。転移領域で周波数が増加するとε'が小さくなっていくことが確認でき、tan δの転移ピークは高温側にシフトしていることが分かります。

## 仕様 | RSA-G2



最小荷重	0.0005 N
最大荷重	35 N
荷重分解能	0.00001 N
ダイナミック変位幅	±0.00005 ~ ± 1.5 mm
歪分解能	1 nm
弾性率範囲	103 ~ 3 x 10 <sup>12</sup>
弾性率精度	± 1 %
Tan δ 感度	0.0001
Tan δ 分解能	0.00001
周波数範囲	2 × 10 <sup>-5</sup> ~ 100 Hz
温度コントロール	フォースコンベクションオープン
温度範囲	-150 ~ 600 °C *
昇温速度	0.1 ~ 60 °C/min
降温速度	0.1 ~ 60 °C/min

\*注：標準ジオメトリは最高500 °Cまでとなります。  
オプションのジオメトリで600 °Cまで測定できます。



- AMERICAS**
- New Castle, DE USA
  - Lindon, UT USA
  - Wakefield, MA USA
  - Eden Prairie, MN USA
  - Chicago, IL USA
  - Costa Mesa, CA USA
  - Montreal, Canada
  - Toronto, Canada
  - Mexico City, Mexico
  - São Paulo, Brazil

- EUROPE**
- Hüllhorst, Germany
  - Bochum, Germany
  - Eschborn, Germany
  - Wetzlar, Germany
  - Elstree, United Kingdom
  - Brussels, Belgium
  - Ettlen-Leur, Netherlands
  - Paris, France
  - Barcelona, Spain
  - Milano, Italy
  - Warsaw, Poland
  - Prague, Czech Republic
  - Sollentuna, Sweden
  - Copenhagen, Denmark

- ASIA & AUSTRALIA**
- Shanghai, China
  - Beijing, China
  - Tokyo, Japan
  - Seoul, South Korea
  - Taipei, Taiwan
  - Guangzhou, China
  - Petaling Jaya, Malaysia
  - Singapore
  - Bangalore, India
  - Sydney, Australia



tainstruments.com

## ティー・エイ・インストルメント・ジャパン株式会社

本社 〒141-0031 東京都品川区西五反田5-2-4レキシントン・プラザ西五反田6F

TEL(03)5759-8500 FAX(03)5759-8508

大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10新大阪トヨタビル10F

TEL(06)6303-6550 FAX(06)6303-6540

[www.tainstruments.com](http://www.tainstruments.com)

\*製品の仕様は予告なく変更される場合があります。ご了承ください。