

はじめに    ご注意

- 電極はセラミック製でもろく、強い衝撃をあたえると破損する恐れがあります。また経時変化で劣化もありますので、消耗品となっております。
- アームはゆっくりと向こう側まで持ち上げてください。おろすときもゆっくりとお願い致します。
- 室温での測定に限る M3TypeI では、USB 接続すると給電されますので、電源接続は不要です。
- オレンジの保護リングは、アーム落下によるセンサー破損を防ぐものです。外して使用します。
- アームストップ付属型の場合、輸送中のトラブル回避のため非接触として使用しています。

注) アーム先端の赤いランプが点灯している場合は、アームが一定距離で止まっていることを示します。  
測定時ではランプが消えるまでダイヤルを回してアームをさげ接触させます。

反対に**測定完了時には赤ランプが付くまでアームを持ち上げておいてください。**

○ M3 ソフトは汎用性を持たせているため、機種タイプによって一部に機能制限があります。

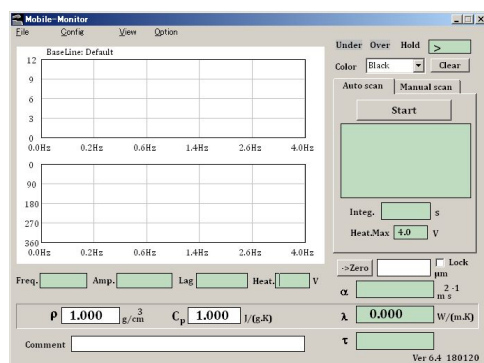
立ち上げ

(1) 添付 DVD(CD)にあるフォルダをウインドウズパソコンへ、コピーしてください。番号がついた EXE ファイルがメインソフトです。OS は XP , 7 , 10 など、いずれでも動作いたします。

(2) パソコン接続    本体を USB コードでパソコンと接続してください。この場合専用電源 ( 1.2V ) は不要です。

(3) 装置電源をオンし、ソフトを立ち上げてください。下記の表示が出ます。

パソコンと通信可能になった場合は、本体の液晶表示が「tc\_get」と変わります。不通の場合はアラートが出て接続できない場合は、下記の様になにもデータが現れません。厚みをゼロを押すと -999 になります。



画面の表示は View で変更できます。

(4) USB のポート認識は原則自動ですが、パソコン機種・ウインドウズのバージョンによって異なります。ドライバソフトは DVD にあります。必要に応じてインストールしてください。

通常ポートは自動認識しますが、ほかの外部機器とバッティングする場合は通信しないことがあります。

この場合は Option の「StartUp Setting」を開き、下図の左上 AUTO のチェックを外してください。ついで、本ソフト上で、左上のポート No を変更し、セーブしてソフトを終了し、再度立ち上げます。パソコン側のデバイスマネージャーでポート番号を確認することができます。

他の設定は出荷時に調整済みですから当面変更の必要はありません。ファイルは log. 名で自動作成され測定データが保存されます。ログはメインソフトがあるフォルダに自動的に作られます。ファイル名を変更しない限り、追記されます。変更は、必ず測定終了後に行います。測定中の名称変更またはデータの書き換えはトラブルになる可能性が発生します。必ずソフトを終了させてから行います。名前を変更した場合は、次の立ち上げ時に、新にログファイルが本体ソフトのあるフォルダに自動的につくられます。

PortNo	12	Retry	10
<input checked="" type="checkbox"/> AutoDetect			
IntegTime	10.00	FreqStep	1.00
StartFreq	1.00	StartVolt.	1.20
AmpMin	200.00	LimitVolt.	4.0
PhaseLag1	190.00	<input checked="" type="checkbox"/> TWG keep ON	
PhaseLag2	230.00	<input type="checkbox"/> ThermoSCR.	
Logging FileName	log.txt		
Save / Close	Cancel		

図1 StartUpSetting オート測定の条件設定画面（基準値，装置によってかわることがある）

(5) 電源投入後 10分程度以上において安定したところで、試料を入れないブランク状態で、マニュアルモードにし、付属の加重を乗せてください。測定に先立ちコメントにサンプル名，加重等の情報をメモ欄に書き込んでください。オートログにも反映されます。

チェックには、試料を入れずに必要なら荷重を乗せて、簡易型 (0.4V, from 4Hz to 81Hz, 10div, 10sect) または正規ベースライン取得型 (0.4V, freom 2 to 400Hz, 20div, 20sec) として測定します。これはウォーミングアップですので、測定開始の時に必ず行ってください。この際ベースライン（実線）と一致することを確認します〔図2はベースラインを再取得する時の条件ですので2~400Hz まで測定〕。途中で止めても構いません。測定中にサウンドで進行状態をお知らせすることもできます。ブランク測定が実線と一致しない場合は、表面にゴミがあるか汚れているかです。電極破損等の場合はなめらかな一本の線になりません。

実線は装置内の ROM に記憶したベースライン（デフォルト）で、立上げ時に自動的に呼び出されます。

本図は位相だけ表示していますが、Viewで振幅も表示するようにできます。各装置の出荷時初期データはDVDにあります。

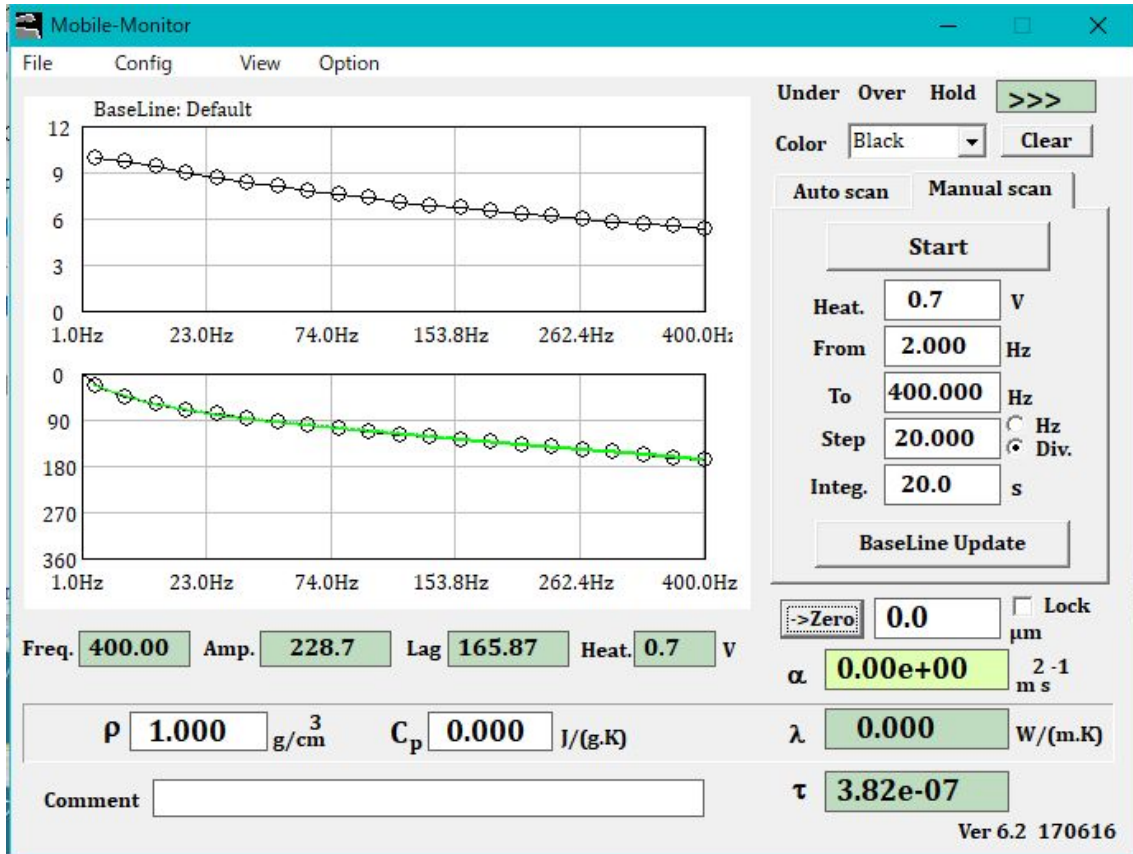


図2 ベースライン（標準）マニュアル

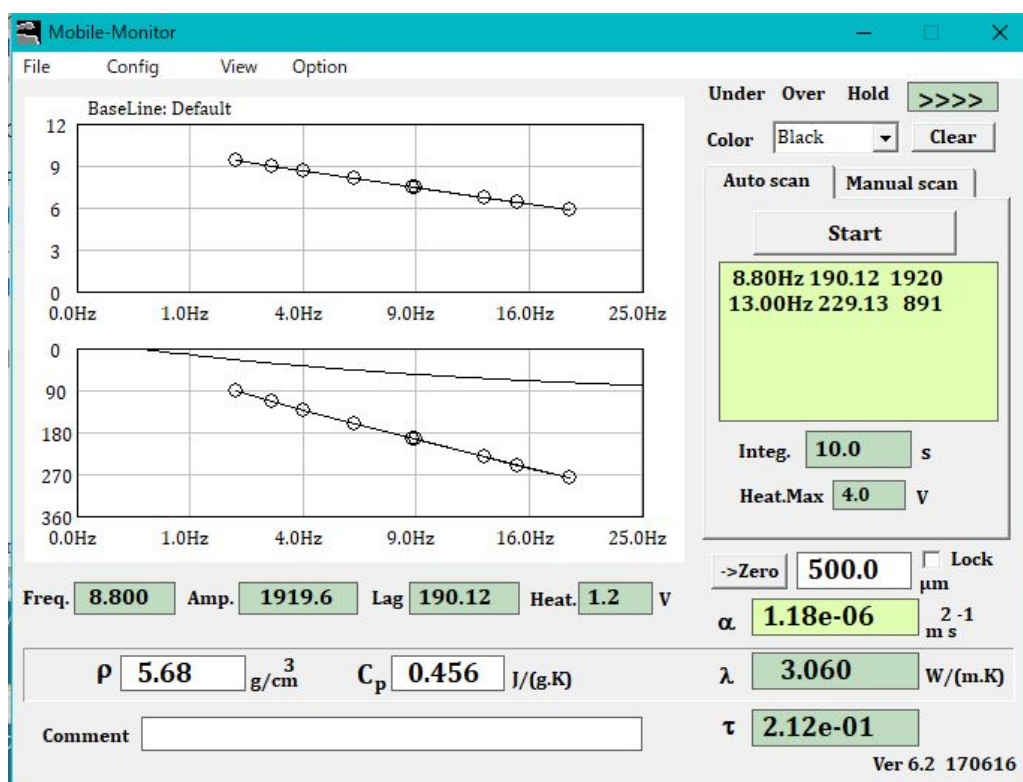


図3 ジルコニア測定例オート

(6) 本測定に入る前に、まずブランク状態で厚み計のゼロ点〔画面右中段〕をお忘れなく。

ゼロ点は使用する荷重でおこないます。

(7) アームを持ち上げ、中央の黒い点センサーが隠れるようにサンプルを入れて、アームをゆっくりおろします。その後荷重を乗せてください。アームの持ち上げは、手でゆっくり向こう側まで完全にあげてください。あるいは左手でペダルをおし、隙間から試料を入れて、指を離します。油圧が効いてゆっくりおろると思います。

(8) 最初に添付のジルコニア板を、オートモードで測定します。厚さは正確に 500 ミクロンです。若干のずれは P E T 保護膜の変形など影響で、時間変動もあります。また差動トランス方式なので環境温度変化などで時間的な変化があります。1%の誤差として 495-505 の間では変動します。

それ以上にずれた場合は再校正してください。

また厚みは別途、手入力も可能です。マイクロメータ値を使うなどですが、ロックすることもできます。

(9) オートでの結果は右の窓に表示されます。周波数、位相遅れ、振幅 (Am p) の順です。

周波数は、図1であたえてた位相遅れになる周波数を探り当てて表示します。実際の位相は指定値より若干ずれます。

3番目は振幅に相当する数で、1000前後が標準です。振幅 (Am p) はシグナル強度です。100以下はノイズが多い状態となります。接触が悪い、周波数が高すぎる、電圧が低すぎるなどで起こりますが、センサー・ヒーターの故障でも感度低下が起こります。

(10) ジルコニア測定中の画面でプロットが直線的になること、計算された熱拡散率が  $1.15 \sim 1.25 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ S}^{-1}$  付近になることをご確認ください。黒い実線は、ブランクのベースライン値で、センサー・ヒーター・界面抵抗・保護膜などに由来する位相遅れ分（装置定数）です。

電源投入後は自動的にデフォルトベースラインになります。特別なベースラインはパソコンに記憶しておくこともできます。

重要な結果は右下の  $\tau$  です。これはグラフの測定結果である傾きの二乗になります。ベースライン分は補正してあります。

別途測定される厚み値  $d$  として、 $d^2 = \alpha \cdot \tau$  の関係から熱拡散率  $\alpha$  を計算しています。熱伝導率  $\lambda$  は、キーボード入力した密度  $\rho$  と定圧比熱  $C_p$  と  $\alpha$  をかけて求めています。実測ではありませんのでご注意ください。

(11) 同一サンプルで同一測定（位置も変えずに）をオートで最低3回繰り返して同じような値になることを確認してください。大きく外れた結果は平均に加えないで取り除いてください。追加測定します。

また薄い金属箔、または厚い1mm以上のポリマーは、初期設定した条件では測定困難です。周波数範囲と印可電圧が変わりますので、ベースラインを変更します。最新情報はHPにあります。

(12) 結果が安定しない場合は、多くの場合接触に問題があります。位置を変えて再測定してください。汚れの影響が大きいためご注意ください。特に静電気による埃です。グリースの使用は接触をよくしますが、ごく微量にとどめて、あふれるほど使用しないでください。

また柔らかな試料で厚みが測定中に変化する試料も安定に時間がかかります。

(13) ベースライン、厚み計の再調整は随時出来ます。標準物質での測定結果がおかしいと思ったらご検討ください。ベースラインは近似関数（出荷時5次関数）で表現しています。100Hz以上では直線近似も可能です。測定試料によっては、できるだけ狭い周波数範囲で近似関数（ベースライン）決める方が、誤差を少なくします。

(14) 本機は、フィルム状試料測定を前提とした状態で調整済みです。周波数は2Hzから400Hz（装置によって異なることがあります）がデフォルトのベースラインになっています。オート測定での結果が、わずかでも両側にはみ出した場合は、ベースラインを変更するか、試料の厚さを変えてください。

#### より高度な使い方

**より正確**には、オートモードで得られた周波数範囲と電圧を、マニュアルモードに切り替えて図2右の欄に入力しなおし、(1V-3V), 20div, 20sec (30sec でもよい) で測定してください。全点を回帰して計算しますので、オートより精度はあがります。固体試料では、添付の分銅を使います。電圧を除いて同一条件でベースラインをとると、手計算（エクセル等）に便利です。試料が無いので、温度上昇が起きますので電圧だけ0.5V前後に減じてください。周波数範囲は、試料に依存しますが、低周波側が170-200°

になる時の値，高周波数側は，210-240° になる周波数が目安です．最初と最後の周波数は通常 2 倍程度の違いです．たとえば 2-200 Hz などと広い範囲での測定では熱拡散率値が正しくなりません．

熱拡散率を求めないベースライン測定の場合は単なる装置定数ですので，汎用性を持たせて広い範囲で測定してあります．

金属板などの硬い材料では 200 g でも測定可能ですが，センサーにアームを絶対に落下させないことが前提です．硬い材料ではそりがあると密着性がわるくなりますので場所を選びます．

**金属箔**のように伝導性のよい薄ものは，最適条件がオートで求まらないことが多くなります．まず，横方向への拡散のため見かけの熱容量が増大し信号が弱くなりますので，電圧を 2-3 V（アンプで 100 を切らないところまで増加させる）にします．この場合はマニュアルで，下の周波数と上の周波数が 2 倍弱になるように設定し，ベースラインからはっきりと離れている周波数帯を選びます．位相で 170° になる周波数になることもあります．得られた熱拡散率を，既知の純金属標準試料と比較して測定条件の妥当性をチェックします．周波数が 400Hz 以上になる場合は，マニュアルで 49-900Hz を入力し範囲としてマニュアルでベースラインを再取得しデフォルトにセーブします．

**厚物**ではまず無条件でオートモードで測定してみます．指定された下の指定周波数が 2 Hz 以下になる場合は，ベースラインを再定義して使います．標準では 1Hz 以下ではプロットが上方に振り切りますので，config 画面で右の下の方，PhaseShift に 60° を入れてください．グラフが全体に下方にシフトします．

0.4Hz-4 Hz 程度の範囲で，0.2Hz step, 50sec などとします，時定数 50 s 以上としてベースラインを取得しなします．この場合は，SetUp を呼び出し指定したオートでの Phase 指定値に 60° づつ足す必要がありますのでご注意ください．たとえば 190 なら 250 へ変更します．この位相シフトは，条件を通常測定に戻す場合はかならず変更に戻してください．取得したベースラインは名前をつけてセーブするか，デフォルトに入れておきます．なおデフォルトは何度でも変更してかまいません．

Micrometer		Machine Constant	
Thick. offset	266050.0	Fit.lin1	0.00
Thick. gain	0.00358	Fit.lin2	0.0
Thick. lin.	0.17000	Fit.lin3	0.0000
Thick. lin2.	0.00000	Fit.Type	1
<b>Blank</b>		Fit.Order(1-5)	5
lag **5	0.00178	PhaseShift(deg)	0.0
lag **4	-0.07776	Time lag (ns)	0.0
lag **3	1.31395	Heat_w OUT .ofs.	0
lag **2	-10.89524	Heat_w IN .ofs.	0
lag **1	53.21486		
lag **0	-22.13228		

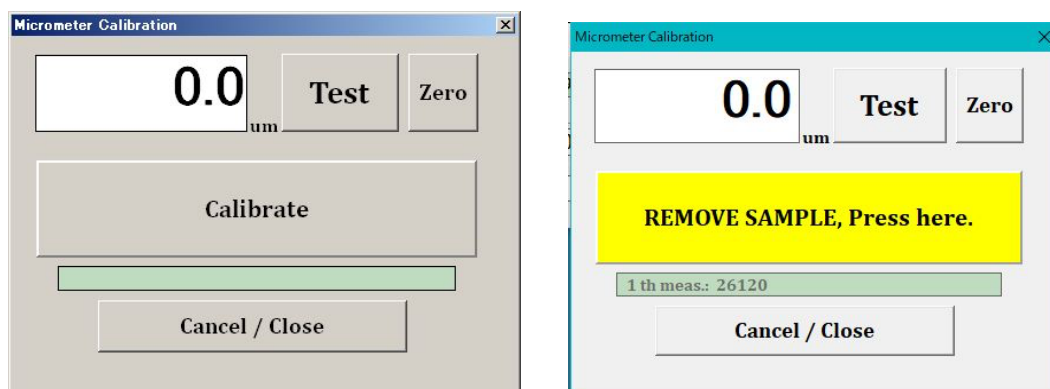
標準と違う場合は、別途パソコンに記憶させて、デフォルトを変更しない方法もあります。名前をつけて、保存し、呼び出して使う方法です。記憶したベースラインは左上のカラムから呼び出します。

電源を切って再立ち上げするとデフォルトにリセットされます。

#### 厚みの較正

厚みはいつでも較正できます。定期的に行うか、測定試料に近い厚みのもので較正してください。厚みは2mm程度まで測定可能です。出荷時調整は、標準添付の500ミクロンのジルコニア板です。校正には市販の金属製の厚みゲージをおすすめします。特に薄い試料の場合は、適当なものがないので標準試料を用意しておいてください。カプトンフィルム、ガラスなどをマイクロメータで測定しておいて使用するのも可能です。

較正は下記の画面が出ますので指示に従ってください。簡単です。



#### メンテナンス

(1) ベースラインがプロットの丸印半分程度以上ずれたら黄色信号です。汚れを確認し、めがねクロスなどでそっと拭いてください。エタノールでの拭き取りも問題ありません。ただし油分を完全にのぞくと却って接触がわるくなります。指紋を残すぐらいにします。センサーを指で拭ってかまいません。

(2) 保護膜などが経時変化することもありますので、(1)で効果がない場合は、ベースラインを再取得してください。デフォルトの設定条件は添付のDVDに入っています。ベースラインの妥当性は、標準物質（ジルコニアまたはじぶんでお決めになったもの）で再現するかどうかで行います。

#### 絶縁膜貼り込み

絶縁膜（PET4.5ミクロン厚）をセンサー側、ヒーター側共に張ってあります。紫外線硬化樹脂で固着してありますが、粉体・フィラーなどで汚れるかピンセットなどで破れることがあります。センサー部以外

でしたら、めくれた部分を取り除きます。それでも測定へ影響がでるようなら、貼替えの必要があります。

また、このデフォルトでつけた膜に加え、100Hz以下の測定すなわち100ミクロン程度以上のポリマーフィルム、粘着剤、粉体、500ミクロン程度の複合系などは市販のラップ（10ミクロン程度です）に真空グリースなどを極薄に塗り、ヒーター部（上部）センサー部（下部）に空気が入らないように丁寧に気泡を周辺へ追いやって貼ってください。ラップの材質は問いませんが薄いものほど感度が高くなります。当然厚みのゼロ点もベースラインも変動します。測定周波数は膜がないときより若干低周波数に移動します。

この方法は貼り込んだ膜などの位相遅れをベースラインとして除去できることを利用したものです。絶縁膜はガラス板でも、片面だけでも、金属板でも構いません。150ミクロンのカバーガラス2枚をベースラインとして測定し、間に接着剤200ミクロンなども測定可能です。周波数範囲や厚み計のゼロ点に注意してください（マニュアル参照）。適切な周波数帯探るために、測定試料をオートで測定してみます。そこで得た周波数でマニュアル測定、および本測定をするのがベストです。

### ベースラインについて

本装置はベースラインの決定が最重要です。取り直して結構です。測定条件は当面はDVDにある初期のベースライン図の条件でとりなおし、デフォルトに入れてください。適否の確認はジルコニア板でおこないます。

ベースラインの設定周波数範囲は全く任意ですが、試料測定に必要な周波数範囲を含むことが必須です。出荷時は原則的に2Hz以上で使うように設定されていますが、厚いもの、ガラス板などをベース材料にする場合は、2Hz以下になることがあります。HPのマニュアルにしたがって、測定条件を変更してください。また、周波数範囲は狭くした方がフィッティングはよくなります。積極的に変更して構いません。ただし、正しいかどうかは、標準試料で確認するほかありません。出荷時はジルコニア500 $\mu$ を添付していますが、周波数帯が限定させるので、自分で決めておかれることをおすすめします。

測定して、その標準物質と不一致ならば、ベースラインを何度でも取り直してください。ほこりが原因の場合があります。通常ベースラインは20divで行いますが、1点でもノイズが入ると、近似関数に影響します。特に最初の1点目が一番不安定です。数点測定してなめらかで無い場合は、中止して再測定してください。

絶縁保護膜を使用している関係で、季節・気温などで若干変動することがありますので、ベースラインの取り直しは重要な意味を持ちます。

特別の測定等は適宜ホームページに掲載いたします。 <http://www.ai-phase.co.jp>

質問先 [ai-tech@ai-phase.co.jp](mailto:ai-tech@ai-phase.co.jp)