

# 平成24年度 熱分析講習会 参加報告

技術第3班 米澤 文吾

## 1. はじめに

物質工学科が保持している熱分析装置に、示差走査熱量計(DSC-50)と示差熱・熱重量同時測定装置(DTG-60H)がある。本装置は学生実験、卒業研究における使用のみならず、最近では企業や大学等からの測定依頼が多くなっている。このような背景から、測定試料の種類や形状が多様化しているため、使用している装置の特徴を理解した上で、各々の試料に応じた正しい測定方法を習得する必要がある。また装置自体の経過年数が長いことから、精度向上のためのキャリブレーションやメンテナンス方法を学んだ。

## 2. 日程

開催時期：平成24年12月7日(金)

主催：株式会社 島津製作所

会場：京都 島津製作所

(グローバルアプリケーション開発センター)

## 3. 研修内容等

### 【午前：講義】

- 1)熱分析装置の種類と原理
- 2)最適測定条件の選択法
  - ・試料の採取方法と試料容器の選択
  - ・試料量と昇温速度依存性
  - ・キャリアガスの依存性
- 3)熱分析を用いた測定例・応用例  
(比熱測定、反応速度解析等)

### 【午後：実習】(使用装置：DSC-60)

- 1)装置のキャリブレーション  
(温度、熱量、DSC信号の補正)
- 2)試料の測定  
ポリエチレンテレフタレート(PET)  
スルファチアゾール  
でんぷん

## 4. 講習会に参加して

今回の講習会における講義・実習では測定時の最適条件の選択に関するノウハウが大いに参考になった。昇温速度の違いによってピーク面積の大小だけでなく、ピークトップの温度も異なることをデータにより確認することができた。また一般的に信号強度を大きくする際には試料量を増やすが、下図のように試料量を増やすとピーク面積が大きくなるのだが、ピークがブロードし、小さいピークが大きいピークに隠れる危険性があることが分かった。このことから試料量と昇温速度の両方を加味しながら行う必要があり、今後の測定に是非取り入れたいと感じた。

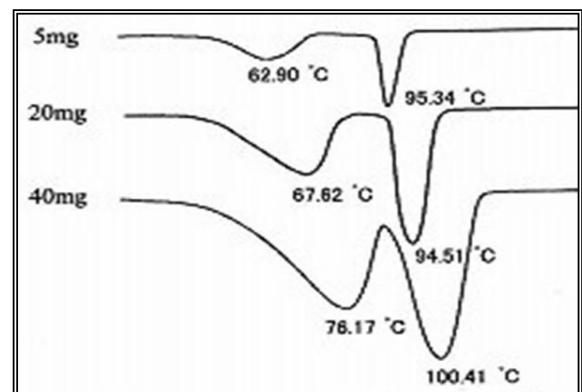


図. 試料(硫酸銅五水和物)量が熱曲線に与える影響

その他、試料容器のクリンプやシール時の注意点、今まで考慮していなかった参照試料量や、解析時におけるピークに引く接線の引き方等、実習を通じて多くの情報を吸収することができた。メンテナンスについてはクリーニング方法のアドバイスを頂き、ブランク測定を用いた熱信号のベースライン補正についても丁寧に質問対応して下さった。今回の講習会で習得した経験を今後の教育・研究等に大いに活かしていきたい。