

# 熱分析装置(TG-DTA、DSC、TMA)

## 1. はじめに

近年、樹脂材は様々な分野で利用され、新しい高性能樹脂も開発されている。それに伴い樹脂を分析する機会の増加が見込まれる。当社の樹脂に関する分析手法をみると、熱分解GC-MS(ガスクロマトグラフ質量分析計)やFT-IR(フーリエ変換分光光度計)を用いた部分分子構造の分析があり、化学的な構造の把握からおおまかな特性の推定や成分分析を行ってきた。

今回、樹脂分野の分析力強化として、温度変化に伴う諸特性の分析が可能な熱分析装置(TG-DTA、DSC、TMA)を導入したので紹介する。

## 2. 装置の概要

### 2.1 示差熱-熱重量同時測定装置(TG-DTA)

TG-DTAは、2つの物質の温度差を意味する示差熱と2つの物質の重量差を意味する熱重量を同時に測定する装置である。基準物質と試料を乗せる2つの試料ホルダを持ち、両試料ホルダにはそれぞれ温度センサーが設置されている。

試料周辺温度を変化させたときの基準物質と試料の温度差を示差熱信号、重量差を熱重量信号として出力し、それぞれの信号を試料周辺温度との相関図として表す。この相関図は試料の状態変化に伴い特徴的な形状を示す。その形状や温度から酸化温度、熱分解温度、脱水温度などを判定することが出来る。

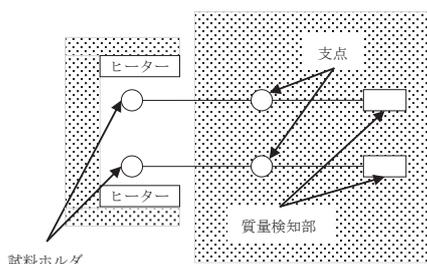


図1 TG-DTAの装置構成

### 2.2 示差走査熱量測定装置(DSC)

DSCは、2つの物質の温度差を意味する示差熱を測定する装置である。示差熱を測定している点では上記TG-DTAと同じであるが、ヒートシンクと呼ばれる熱良導体を介することで、より高精度な温度制御・測定が出来る。

を介することで、より高精度な温度制御・測定が出来る。

熱抵抗体と呼ばれる流れる熱量を測定するセンサーで、ヒートシンク-試料間、ヒートシンク-基準物質間の熱流量を測定し、熱流量が熱抵抗体の両端の温度差と相関があることから熱流量の差を利用して示差熱信号を出力し、この信号をヒートシンク温度との相関図として表す。その形状や温度から融解温度、結晶化温度、比熱、純度などを判定することが出来る。

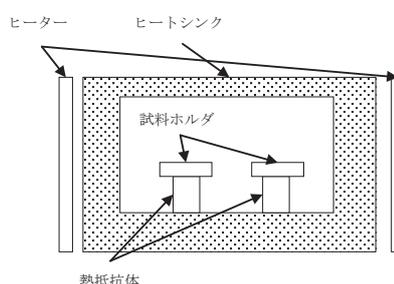


図2 DSCの装置構成

### 2.3 熱機械分析装置(TMA)

TMAは、試料の温度や荷重を変化させたときの変位を測定する装置である。プローブと呼ばれる治具を交換することにより、多くの項目を判定することができる。

変位が変位信号、荷重が強度信号として出力され、それぞれの信号を周囲温度との相関図として表す。その形状や温度、プローブの組合せを変更することで熱膨張率、熱収縮率、軟化点などを判定することが出来る。

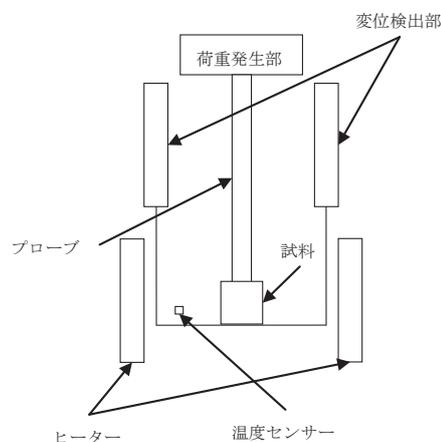


図3 TMAの装置構成

表1 各装置の仕様

項目	仕様		
	TG-DTA	DSC	TMA
装置名	TG-DTA	DSC	TMA
温度範囲(°C)	室温～1100	-150～725	-170～600
昇温速度(°C/min)	0.01～150	0.01～100	
試料サイズ	100 μL	95 μL	φ10×25mm
判定項目	酸化温度 熱分解温度 脱水温度 など	融解温度 結晶化温度 比熱 純度 など	熱膨張率 熱収縮率 軟化点 など

### 3. 今後の計画

熱分析装置の導入によって樹脂の温度変化によって引き起こされる特性評価が可能になった。

今後、成分分析の一助や樹脂製品の特性確認、金属を代替する樹脂の研究などに利用していく予定である。それによって、より信頼性の高い成分分析技術の獲得や軽量化・加工性の向上した材料の提案に繋げていく。



図4 各装置の外観(左から解析用PC、TMA、DSC、TG-DTA)