

【レポート】

「第8回熱分析基礎講座：DSCとTG-DTAの講義と演習」開催報告

「第8回熱分析基礎講座：DSCとTG-DTAの講義と演習 - 信頼性の高い測定のために -」が、2013年6月25日(火)に、首都大学東京秋葉原キャンパスの会議室において開催された。熱測定標準化作業グループが年に一度企画している本講座は、研究や開発の現場で働いている熱分析技術者に必要不可欠な基礎知識・技術を習得してもらうことを目的とし、初級レベルの内容となっている。今回もこれまで好評であったDSCとTG-DTAをテーマとして取り上げ、6名の方に参加いただいた。

基礎講座は午前10時から午後5時までの一日間のスケジュールで、午前は40分の講義を3講、午後は90分の演習を2講実施した。はじめに首都大学東京の吉田先生により、本学会の紹介も兼ねた開会の挨拶をいただき、引き続き吉田先生により「熱分析の基礎」の講義が行われた。熱分析の定義や一般的に使用される温度プログラム、熱力学の基礎法則、DSCを利用した結晶化試料の安定性の確認方法やTG-DTAによる高分子の速度論的解析などについてご説明をいただいた。次に産総研計測標準研究部門の阿部が「DSCの測定原理と解析法」の講義を行った。DSCの定義や測定原理、DSC測定でのベースラインやピーク面積及びピーク高さの意味、DSCに関する日本工業規格(JIS)の紹介、DSC測定で使用する標準物質などの説明を行った。午前の最後の講義は、神奈川大学の西本先生による「TG-DTAの測定原理と解析法」である。TGの定義や測定原理、各種TG装置の名称と構造、装置の温度校正方法と校正時の昇温速度依存性の事例、TG信号の校正法、TGの一般的な測定条件や熱分析に関するJISの紹介などのご説明をいただいた。

午後の演習は、DSCやTG-DTAの校正に関する実測データの解析を自分の手を動かして行うことにより、具体的な操作手順や解析時の注意点を理解してもらうことを目的としている。普段はコンピュータ上でほぼ自動で行われている解析を手動で行うことにより、解析に対する理解がより深まると期待される。まず、産総研の清水氏により「DSCの校正」に関する演習が行われた。DSCの温度校正・熱量

校正の必要性、DSCに関するJIS規格などの詳しいご説明いただき、DSC校正を行う際に注意すべき点や純金属等のDSC曲線の実例から融点や融解エンタルピーを求めるといった演習が行われた。また、本グループで主催したシクロヘキサンのラウンドロビンテストのご紹介もいただいた。次に西本先生により「TG-DTAの校正」に関する演習が行われた。午前の講義に引き続き、TG-DTAの校正時の注意点やTGに関するJIS規格などのご説明があり、温度校正の実際のデータからの温度の読み取り、実際のTG曲線から温度や質量減少の読み取りといった演習が行われた。最後に受講者の方にアンケートと演習課題の答案を提出していただき、本講座を終了した。

アンケートの結果では、会場とスケジュールについては、「満足」「丁度良い」との回答が多かったが、講義内容については「難しい」、料金設定については「高い」との回答が寄せられた。今後希望する内容としては、「解析方法について詳しい講義をしてほしい」という意見があり、今後の検討事項となった。参加者の主な使用装置は、DTA(5名)、TG(4名)、DSC(3名)、TMA(1名)、DMA(1名)の順となっており、複数の装置を使用されていることが伺えた。ひとつ印象に残ったのは、アンケート提出者全員が本講座を熱測定学会のHPで知った、と回答していることである。HPでの開催案内は非常に重要であると感じた。

今回の新たな試みとしては、午前と午後の最後に個別相談の時間を明確に設けたことである。午前に関しては、講義内容についての質問等があり、有効な時間であったと思われるが、午後に関しては、演習自体がいつでも質問できる体制であったため、改めて時間を設ける必要があるか、来年度は検討したいと感じた。毎年より良い講座になっていくよう、検討を重ねていきたいと考えている。

最後に今回の講座にご協力いただいた学会事務局、講師の先生方、受講者の皆様にこの場をお借りして厚く御礼申し上げます。

(標準化作業グループ 阿部 陽香)



熱分析基礎講座の講義風景



熱分析基礎講座の演習風景