

## D S C

金 網 久 明\*

## 1. はじめに

DSCということばは、よく知られているように、Differential Scanning Calorimetry および Differential Scanning Calorimeter の略である。日本語では示差走査熱量測定および示差走査熱量計である。前者は方法を意味し、後者は装置を意味する。DTA（示差熱分析）および DSC は熱分析の中で最もよく使われている測定手段であり、各種の分野で固体のガラス転移、結晶転移、融解、結晶化、酸化、熱分解、各種化学反応、さらに溶液状態での各種の熱的变化の測定に使われている。そして、物質の構造、物性の本質の解明、さらに、各種の応用工学や技術上の諸問題の研究に役立てられている。DTAでは、温度が一定速度で上昇あるいは下降する炉中におかれた試料と、測定温度範囲で熱的变化をしない基準物質との温度差 $\Delta T$ を示差熱電対で測定し、 $\Delta T$ を時間または温度を横軸として記録する。DTAでは、測定結果の熱量の定量的解析をするための理論的扱いには種々と問題があるが、装置の試料まわりが比較的簡単であるので、試作が容易である。このため、目的に応じて、種々と試作して行った研究が報告されている。一方DSCでは、基準側と試料側の温度が常に等しくなるように、両方の温度差を検出しながら、両方に取付けられたヒーターを働かせ、一定の速度で温度を上昇あるいは下降させる。基準側および試料側への供給エネルギー量の差を温度を横軸に記録する。一定温度に保った場合の試料の熱的变化も、基準側との供給エネルギー量の差として、その量を時間を横軸として記録し得る。DSCではエネルギー量を検出しているので、吸、発熱量の定量的扱いは比較的容易であるが、このDSC測定原理を満たす装置をつくることは容易でない。このためと思われるが、装置メーカー以外でDSCを目的に応じて試作し、研究を行なった報告は筆者の知る限り今のところ見当らない。市販DSCを目的に応じてつかいこなし、研究に役立たせている。DSCを用いて研究を行なう場合は、まず、目的にかなった機種を選定し、次に、これを如何に有効に正しく使いこなすかが問題となる。

国内外に各種のDSCが市販されているが、個々の機種

の特徴や、扱い方の詳細については各社のパンフレットや取扱い説明書を見て載ぐ<sup>\*\*</sup>ことにし、ここでは、機種による試料まわり、測定方式の大きな違い、DSC測定上注意すべき点、あるいは問題点等の一般的諸問題を筆者が体験し、また、見聞したことを中心に記述することにした。

## 2. 各種DSCの測定法の違い

DSCの測定原理についてはすでに述べたが、それを達成させる方法はメーカーによって違っている。次に、国外および国内の代表的DSC三種について、その測定法を述べる。

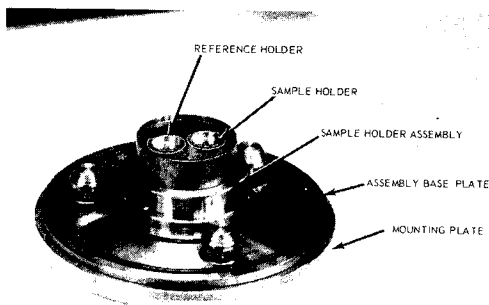


図1 A社製DSCの試料ホルダー部

A社のDSCでは、図1に示すような試料ホルダー部に組込まれた基準側および試料側の全く同様のホルダーの温度を、図2に示すようなブロックダイアグラムに従って制御している<sup>1)</sup>。制御システムは二つの別々の制御系から成立っている。すなわち、一つは基準側ホルダーと試料側ホルダーの平均温度の制御のためのものであり、もう一つは両ホルダーの温度差制御のためのものである。両ホルダーの平均温度はプログラムによって制御する。温度プログラムの信号は、一つは記録計の温度マーカーに送られ、これが横軸のスケールマークとなる。第2に、このプログラムの信号は基準側ホルダーおよび試料側ホルダー中に埋込まれた白金抵抗温度計からの平均の信号

\* 繊維高分子材料研究所：横浜市神奈川区沢渡4  
Hisaaki Kanetsuna: Research Institute for Polymers and Textiles

\*\* 機種の選定は、自分の研究しようとする諸条件にあった条件の実現可能な機種を選ぶ。

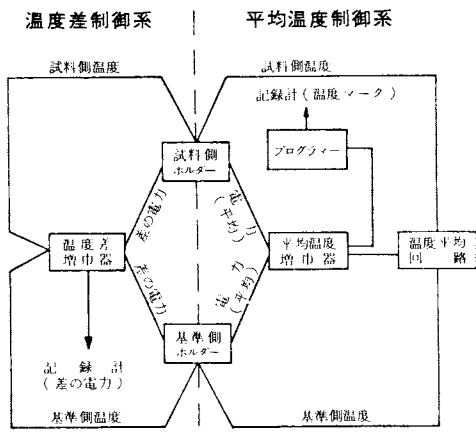


図2 A社製DSCのブロックダイアグラム

と比較され、両方の信号の差の信号が平均温度増巾器中で増巾される。もし、プログラムから出された信号の温度が基準側および試料側のホルダーの平均温度より高い場合は、より多くの電力が、抵抗温度計と同じように両ホルダー中に埋込まれたヒーターに負荷される。反対に平均温度がプログラムから出された信号の温度より高い場合は、両ヒーターへの電力は減らされる。このようにして両ホルダーの平均温度はプログラムから出される信号に追従する。

温度差制御系では、白金抵抗温度計で測定した基準側および試料側の温度を表わす信号を、その何れが大きいかを決定する回路に送る。そして、温度差増巾回路は、両者の温度差がなくなるように、基準側および試料側のヒーターに送る電力量の差の割当てをする。すなわち、これを達成させるため、一方の電力を増加させ、一方では他方の電力を減少させる。そして、この差の電力に比例した信号を記録計に記録する。得られたピークの積分が試料の吸、発熱量に相当するものである。より多くの電力が試料側ヒーターに供給されたか、基準側ヒーターに供給されたかによって記録計のペンのふれる方向が定まる。

A社DSCは測温に白金抵抗温度計を用いて、以上のような方式によって測定原理を満たしているのに対して、B社、C社では、測温に熱電対を使用し、その方式もそれぞれ異なっている。

B社のDSCは、図3<sup>2)</sup>のように、A社と同様に、試料ホルダーと測温体、ヒーターが一体となっているが、図のような熱電対で基準側と試料側の温度および両者の温度差を検出し、ヒーターを制御するようになっている。両ヒーターへの供給電力量の差および検出した試料温度を同時に記録する。A社とほぼ同様に、ホルダーの外界温

度の遮断、雰囲気ガスの流通のため、図のようなシールドが施されている。

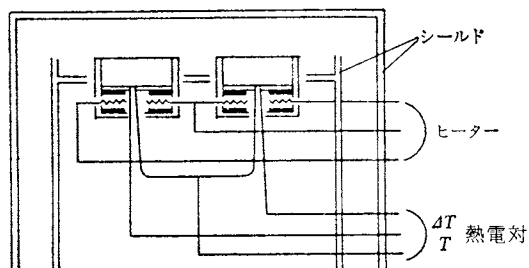


図3 B社製DSCの検出部

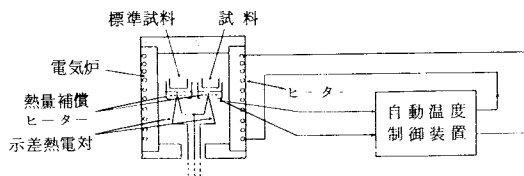


図4 C社製DSCの原理図

C社のDSCは、前二者と方式がちよっと異なり、図4<sup>3)</sup>のように、ホルダーを外部加熱炉に入れる。試料温度を検出しながらホルダーが一定速度で昇温あるいは降温するように外部加熱炉を制御する。ホルダーには図のように示差熱電対と熱量補償ヒーターが内蔵されており、基準側と試料側の温度差を検出しながら、補償ヒーターを働かせ両者の温度差がないようにする。基準側および試料側への供給電力量の差を記録計に記録する。また、測定した試料温度を同時に記録する。

### 3. 試料の設定

DSCの測定にあたって、試料を底が平らなアルミの試料容器につめ、アルミの蓋をし、クリンプして試料ホルダーに載せて測定する。試料ホルダーと試料容器を平らな面で接触させて実験する、ということ considering 試料の設定をしなければならない。すなわち、試料の熱的変化の応答が最もよくホルダーに伝わるように試料と容器、容器とホルダーとの接触を良好にすることが設定のポイントである。

試料の形状が粉末あるいは粒状の場合は、できるだけ細く、且つ粒度を揃え、試料容器の底に一様に入れる。たとえばブロック状の高分子物質の測定をする場合は、剃刀の刃で丹念に細く切断する。繊維状試料の場合は、剃の刃または鋏で切断し、あたかも粉末のようにする。嵩ばった状態で測定すると、ベースラインが不安定になり、そのため転移の起りはじめがわかりにくくなったり、たとえば、融解前後のベースラインの食い違いが大きくな

ったりする。フィルムの場合は容器に合せて鉄で切るか、パンチで打抜く。出来得れば重さねず一枚で測定する方がよい。このことに関しては試料量に関連して後述する。試料を容器につめクリンプしたならば、容器を平らな面の上のせ、指先で軽く押しつけて、容器の底と試料と蓋の密着を一層よくすると同時に、クリンプに際して容器の底が僅かに変形することがあるので、これを平らに直すといよい。但し、この場合、指先で押し過ぎると、容器の縁が不必要に潰れ、ホルダーに入らなくなる。このときは、もう一度クリンパーでクリンプし直すと言にもどる。

分解してガスが発生するとき、気相反応が予想される時、不活性ガスの置換に特に注意しなければならないときは、アルミの蓋に小孔を多数あけたり、不活性な材質でつくった金属網を蓋に使用する。

昇華性の試料や、液体の測定を行なうときは、密封形容器を使用する。通常の試料容器を使用すると、測定中昇温につれて徐々に昇華あるいは蒸発が起るので、その熱量がベースラインにあらわれ、測定結果を不明確なものにする。また、昇華または蒸発試料がホルダー部を汚し、その結果、ベースラインが不安定になるなど、次の測定にさまざまな悪影響をおよぼす。

#### 4. 温度補正

DSCによる測定に際して、試料の熱的变化が何度で起ったかを正しく知ることは非常に重要なことである。すでに述べたようにA社製DSCはプログラムの信号が温度として記録される。標準試料をつかって、記録計に記録された温度ができるだけホルダーの平均温度になるように調整をする。そして、正しい温度を知るために、さらに、標準物質を用いて温度補正をしておく必要がある。B、C社製DSCの場合は、試料ホルダーの温度を熱電対の起電力として記録計に記録する。測定温度範囲に応じて対応する起電力を記録計のフルスケールに合せておくと、必ず誤差を伴うので、この場合も標準物質を用いて温度補正をする。

標準物質として通常用いられる物質は安息香酸、In, Sn, Pb, Zn, (以上融点),  $K_2SO_4$ ,  $K_2CrO_4$ , (以上転

\* 昇華性のものや分解生成物などでホルダー部を汚すと、記述したようなことが起る。この場合ホルダー部をとりはずして丹念に溶媒で洗うか、温度を高く上げて一定時間保持して焼いてしまうといよい。このためにDSCの使用記録(測定物質、測定条件など)をとっておくと対策を立てるのに便利である。但し、最新の一桁感度の上つたDSCについては、試料ホルダー部をかってにはずして洗ったりしてはならない。この機種は僅かな汚れが影響するので、へんな分解物や、昇華物でホルダー部を汚すような実験は避けるべきである。もし満一汚すようなことがあったら、メーカーに相談した方がよい。

移温度)であり高純度である必要がある。標準物質のいくつかは各DSCメーカーで用意している。融点、転移点の温度検定をした標準物質を用意しているところもある。米国NBSから融点、転移点の温度検定をした標準物質を購入することもできる。

標準試料の試料容器への設定については、すでに試料の設定で述べた注意を必要とする。粉末にできるものは粉末にする。金属の場合は剃の刃で薄片に切り出して使用する。粉末または薄片を試料の設定で述べたようにして試料容器に密着させて測定をするが、一度融解させて、標準物質をさらに試料容器に密着させて再測定した方が一層精度のよい測定となる。試料量は測定する感度、昇温速度に応じて記録計からスケールアウトしない適量とする。試料量を精秤しておくことにより、その面積から熱量の基準にすることができる。

このようにして測定した標準試料の融解のDSC曲線は図5のように鋭い吸熱ピークとなる。ここで融点は融解曲線の立上り側の接線とベースラインの交点として決定する(低分子で純度の高い場合はこのようにして容易に融点を定めることができる)。

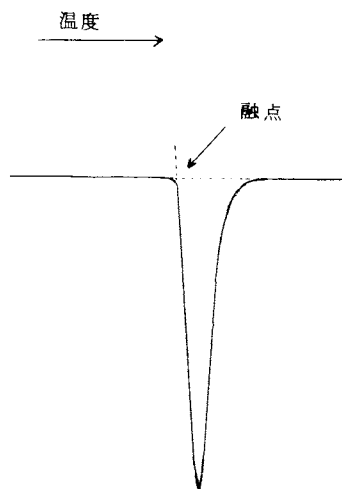


図5 標準物質の融解のDSC曲線から融点を決定する方法を示す模式図

通常の測定温度範囲で白金抵抗温度計の抵抗、あるいは熱電対の起電力は温度に対してほぼ2次式で近似されるから、測定しようとする温度範囲を考慮して3つ以上の標準物質を選び、読み取り温度に対する補正曲線をつくっておく。高分子物質を対称とする場合、安息香酸、In, Sn, Pbが多く用いられる。この場合SnがSuperheatingを起すといわれSnを標準物質として用いることが問題になったが、A社DSCについて共同測定を行ない、

次の結果が得られている<sup>4)</sup>

In, Sn, Pbの融点を前述のようにして求め、昇温速度を変えて実験を行ない、各昇温速度における読み取り温度に対する補正値を昇温速度 8°C/min の場合を基準（従って、この場合の補正値を0とする）として、各所で測定されたデータを整理しなおして、各昇温速度における補正値を算出すると、各測定者の数値が殆んど一致した。さらに、この各測定者の補正値の平均値を昇温速度を横軸としてプロットすると図6<sup>4)</sup>のようになった。すなわち、In, Sn, Pbのそれぞれについて直線関係が成立し、その直線はIn, Snについて殆んど一致し、Pbについて僅かに異なるのみであった。このことは、何れの場合も、上述したような融点の決定のしかたをするかぎり、昇温速度によって補正値が違ってくるのは、試料の熱的变化の試料ホルダーへの伝わり方を含め、試料の熱的变化に対する装置全体の応答の遅れのためで、Snの融点の昇温速度依存性について特に変わった現象が現われていないことを意味している。転移現象の昇温速度依存性を問題にする場合、Snを標準物質として使用することが当初懸念されたが、さしつかえないことが明らかにされた。また、このように試料の熱的变化に対する装置全体の応答の遅れがあるので、温度補正は使用する各昇温速度について行なわなければならない。

### 5. 熱的变化とその温度

前節のようにして温度の補正曲線をつくっておけば、たとえば低分子で、且つ、純度の高い試料の融点は、標準物質の場合と同様に、融解曲線の立上り側の接線とベースラインの交点の示す温度として決定することができる。これに対して、たとえば結晶性高分子の融解曲線では、その構造を反映して市広い融解曲線となり、その形も単純ではない。このため、融解曲線の形、融けはじめ温度 ( $T_{m1}$ )、融解のピーク温度 ( $T_{m2}$ )、融け終り温度  $T_{m3}$  で融解挙動を言い表わし、種々と議論をする。従って、この  $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$  を決定する方法が定まっていなければならないが、測定者間で必ずしも同一であるとは云えない。前述した共同測定<sup>4)</sup>において、共通試料としてポリエチレンの粉末試料（ハイゼックスミリオン）、フィルム（ジョーレックス6010）、プレート（ハイゼックスミリオン）を選び  $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$  を求めたが、その決定法は測定者により異なり、 $T_{m1}$ 、 $T_{m3}$  について5通り、 $T_{m2}$  について2通り、 $\Delta H$  について3通りの方法を採用していることが知れた。そして、このことが報告値のばらつきに大きく影響していることがわかった。そこで次のようにデータ整理の方法を統一することにした<sup>4)</sup>

融解曲線がベースラインよりあきらかにはずれる点を

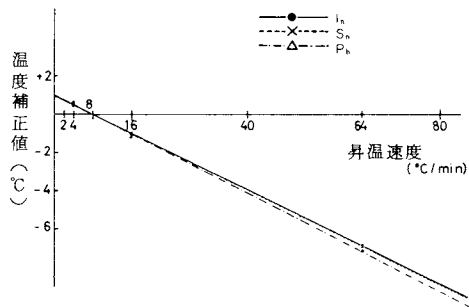


図6 標準物質 (In, Sn, Pb) を用いて決定したA社製DSCの温度補正値に対する昇温速度の影響

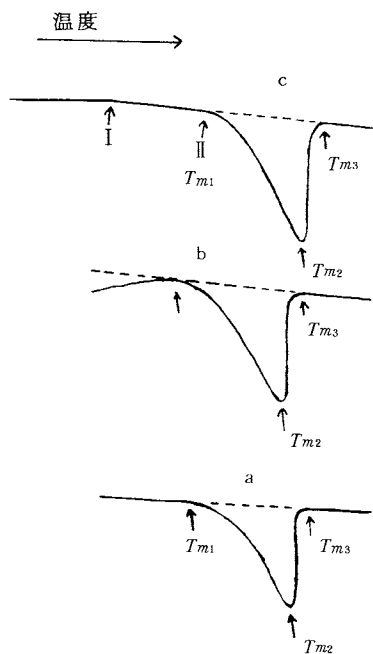


図7  $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$  を決定する方法を示す融解のDSC曲線を示す模式図

$T_{m1}(A_1)$ 、および  $T_{m3}(A_3)$  とする (図7-a)。

この方法によって  $T_{m1}$  が求められない場合は  $A_3$  で求めた  $T_{m3}$  より固体ベースラインに引いた接線の接点を  $T_{m1}(B_1)$  とする。但し、図7-bのような極端なデータが出た場合(融解前後のベースラインの狂いが大きい)はやりなおす。

また、 $A_1$  の方法により図7-cのIが求まりI  $T_{m3}$  を結んだとき、I II間でDSC曲線と直線I  $T_{m3}$  が全く一致したときはIIを  $T_{m1}$  とする (図7-c)。

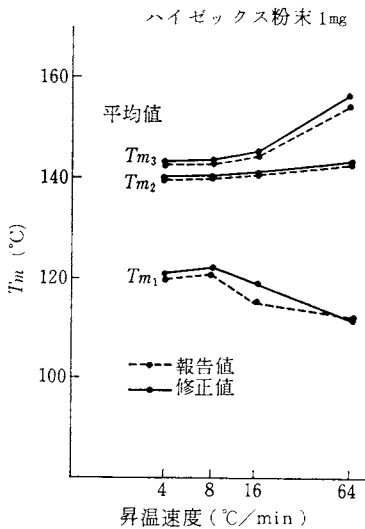
同様に  $T_{m3}$  より固体ベースラインに接線を引いたとき、この接線とI II間のDSC曲線が全く一致したときも同じ

くⅡを $T_{m3}$ とする(図7-c)。

$T_{m2}$ は融解曲線のピーク温度を読みとる(図7-a~c)。

$\Delta H$ は直線 $T_{m1}$ 、 $T_{m3}$ と曲線 $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ で囲まれた面積から算出する。

測定者により報告された値と整理方法を統一して同一のデータを整理しなおした後の値を比較し、それぞれの平均値および標準偏差 $\sigma$ を比較した\*。一例を図8に示した<sup>4)</sup>他のすべての測定例<sup>4)</sup>についても同様に、報告された値および整理方法を統一して修正した値の各々の平均値は余り変わらないが、標準偏差 $\sigma$ の値は修正値の方が小さい、特に $T_{m1}$ についてこのことが顕著にあらわれていた。 $T_{m1}$ についての一例を図9に示した。



		$\sigma (T_{m3})$			
SS		4	8	16	64
報告値		1.8	0.8	0.9	4.1
修正値		0.8	0.5	1.1	2.7
		$\sigma (T_{m2})$			
SS		4	8	16	64
報告値		0.9	0.7	1.0	1.0
修正値		0.8	0.5	0.8	1.0
		$\sigma (T_{m1})$			
SS		4	8	16	64
報告値		14.7	8.3	12.0	11.7
修正値		7.2	3.9	3.6	6.1

SS: 昇温速度 (°C/min)

図8 ハイゼックスミリオン粉末1mgについて、各測定者の $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ (報告値および修正値)の平均値および標準偏差 $\sigma$ の昇温速度による変化

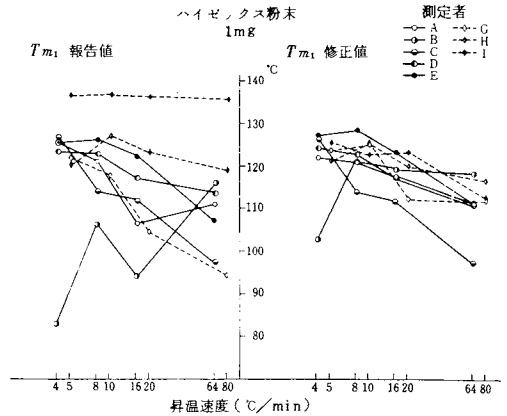


図9 ハイゼックスミリオン粉末1mgについて、各測定者の $T_{m1}$ の昇温速度による変化

以上の共同測定<sup>4)</sup>の結果、正しい温度補正を行ない、データの整理のしかたを統一すれば、各測定者の値がかなりよく一致することが明らかになった。

以上のことからわかるように、純度のよい低分子物質の融解の場合のように単純な熱的变化を示さない場合の熱的变化を示す温度を表示する場合は、DSC曲線の如何なる点をその温度としたかを明示しなければならない。

### 6. 昇温速度、試料の形状、試料量、処理、測定者、機種の測定値におよぼす影響

正しい温度補正を行ない、得られたDSC曲線から統一された整理方法に従って熱的变化を示す温度を求めた場合、この値に昇温速度、試料の形状、試料量、処理、測定者、機種が求めた値のばらつきや測定値にどのような影響をおよぼすかを、既述の共通試料の共同測定で検討した<sup>4)</sup>\*\* 既述のように、測定した試料はポリエチレンで、得られた融解曲線から $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ および融解熱 $\Delta H$ を求めて解析した。上述のような因子は、純度のよい低分子物質の融点などを求める場合には、試料の形状を除いてあまり考慮しなくてもよいと思われるが、高分子の融解のように単純な熱的变化を示さない場合には十分な

$$* \text{ 標準偏差は } \sigma = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{N}}$$

X: 測定値,  $\bar{X}$ : 全平均値, N: 測定の数により算出した。

\*\* 19ヶ所が参加し、第1回ポリエチレンの種類、試料の形状、量、処理法の異なる9種について4つの昇温速度(4°C/min~80°C/min)について $N_2$ ガス中で、第2回に選出された一種の試料で3つの機種について7つの昇温速度(1.25°C/min~80°C/min)について $N_2$ ガス中で行なった。

考慮が必要となる。

### 6.1 測定値のばらつきにおよぼす影響<sup>4)</sup>

- i. 各機種とも各 $T_m$ を比較すると、行なったすべての場合について、 $T_{m2}$ が最も標準偏差 $\sigma$ 値が小さくばらつきが少い、次が $T_{m3}$ で、 $T_{m1}$ の場合が最も大きい $\sigma$ 値を示した。
- ii. 昇温速度 $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 以下の方が、これより昇温速度の速い場合より $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ のそれぞれの $\sigma$ 値が小さい。1機種について昇温速度 $5\sim 10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ に $\sigma$ の極小値がみられた。
- iii. フィルムは重ねない方が、フィルムより粉末の方が各 $T_m$ とも $\sigma$ 値が小さくなる。
- iv. 試料容器中で熔融、結晶化処理をすると、融解前後のベースラインの食違いがなくなるなど安定したDSC曲線が得られるが、 $\sigma$ の値はあまり変らない。
- v.  $\Delta H$ の値は実験範囲内で試料量の多い方が $\sigma$ 値が小さかった。

### 6.2 測定値におよぼす各種因子の影響<sup>4)</sup>

測定値におよぼす各種因子を分散分析した結果、次のことがわかった。

- i. フィルム、粉末の各試料、これを試料容器中で熔融結晶化処理した試料の何れの場合も $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ のそれぞれに対して昇温速度および試料量が高度に有意であり\*、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ に対しては両者の交互作用がある。行なったすべての実験範囲内で、昇温速度の増加とともに、各試料とも、その平均値について、 $T_{m1}$ は低下し、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ は高くなった。高くなり方は $T_{m2}$ より $T_{m3}$ の方が大きい。これらの傾向は試料量の多い方が著しい。 $T_{m2}$ および $T_{m3}$ に対しては昇温速度および試料量との交互作用があり高度に有意であることは、昇温速度の増加とともに、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ の平均値が高くなるが、その傾斜が試料量により異なることと一致する。試料量の多い方が傾斜が急であり、試料量が多く、昇温速度が速いと、特に融解の遅れが出ることがわかる。 $T_{m2}$ より $T_{m3}$ の方にその影響が大きくあらわれる。他方 $T_{m1}$ については昇温速度と試料量との交互作用がみられない。
- ii.  $\Delta H$ に対しても昇温速度および試料量が高度に有意である。分散分析の結果はこのようになった。 $\Delta H$ の平均値も昇温速度の増加とともに増加する傾向がある。実験にあたって注意を必要とする。
- iii. 各値に対して、測定者の影響はフィルムの場合より

\* 試料の構造が関係している場合もあるが、行なったすべての試料について昇温速度が有意であった。なお、高分子のsuperheatingについてはたとえば文献5) 6)を参照されたい。

粉末の場合の方が少い。

- iv. 粉末試料の場合、試料容器中で熔融、結晶化処理を行なうと、処理前よりも各 $T_{m1}$ 、 $\Delta H$ に対して測定者の影響がかえって有意になる。測定者の影響のなかに、処理の測定者による差が入ってしまうことが一因として考えられる。フィルムの場合は、処理しない場合と、処理した場合のいずれの場合にも測定者の影響があるが、その差は区別しにくい。
- v. 処理の影響は構造変化を反映して、各値に対して有意になる。
- vi.  $T_{m1}$ 、 $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ のそれぞれに対して、機種の差、昇温速度が高度に有意であり、両者の交互作用がある。しかし、 $T_{m2}$ に対して、機種の差がないとはいえないが、極めて近い値が各機種について得られる。 $T_{m3}$ は昇温速度 $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ までは各機種の値は極めて近い。 $T_{m1}$ は $T_{m2}$ 、 $T_{m3}$ に比較してばらつきが大きく、各機種について得られた値は一応一つの集団に入っている。
- vii.  $\Delta H$ に対しても、機種の差、昇温速度が高度に有意であり、両者の交互作用がある。しかし、 $\Delta H$ もばらつきが大きく、各機種により得られた値は一応一つの集団に入っている。

## 7. 測定雰囲気

測定雰囲気はDSC測定において非常に重要な問題であるが、この影響を見落すことがある。たとえば、酸化の影響を防ぐため不活性ガス中で実験を行なう。この場合、十分不活性ガスを流して酸素を追い出してから昇温する必要がある。ごく当然のことであるが、多孔性で粒度が小さい試料を扱う場合に特に注意しなければならない。融解とごく僅かな酸化が重なって融解前に僅かな発熱が認められることがある。不活性ガスを通して実験しているので、酸化は起っていないという先入観のため酸化を気付きにくくする。このようなとき、たとえば $30\text{ cc}/\text{min}$ の流速で $30\text{分}\sim 1\text{時間}$ 不活性ガスを流してから(すでに述べたように、試料容器の蓋に多数の小孔をあけておくか、反応を起さない金属網を蓋にする)昇温し実験すると、この発熱が全く消えることをしばしば経験する。

## 8. おわりに

以上、各種のDSCの測定法の違いの概略、測定上考慮すべき一般的諸問題について述べてきたが、高分子の一例を例にせざるを得なかった。DSCは各種の専門分野で種々の物質を対称として利用されている。測定にあたって、すべての分野で、その特有の対称物について、それぞれ特別に考慮しなければならない測定上の問題点があるものと思われる。これらについてはさらに専門書<sup>7)</sup>を

参照して載きたい。

最後に、DSCを用いて実験をする場合、試料の設定を上手に行なうこと、正しい温度補正を行なうこと、そして、測定値に影響をおよぼす各種因子を十分考慮して実験条件を定め、結果の発表に際しては、使用機種、試料の種類、形状、量、処理、昇温速度、測定雰囲気を明記し、さらに、得られたDSC曲線の何如なる点を熱的变化を示す温度としたか、そのデータの整理方法を明記することを望む次第である。

#### 文 献

- 1) Perkin Elmer: Instructions on differential scanning calorimeter
- 2) 高分子学会編：高分子測定法，構造と物性上 P. 153 培風館（1973）
- 3) 高分子学会編：高分子測定法，構造と物性上 P. 178 培風館（1973）
- 4) 金網久明：熱・温度測定と熱分析 1972年版 P. 93 ~ 113 科学技術社（1972）
- 5) E. Hellmuth and B. Wunderlich: J. Applied Physics **36** 3039 (1965), E. Hellmuth, B. Wunderlich and J. M. Rankin, J. R.: Applied Polymer Symposia, No. 2, 101 (1966), F. N. Liberti and Bunderlich: J. Polymer Sci., Part 2 **6**, 833(1968), M. Zaffe and B. Wunderlich: Kolloid-Z. U. Z. Polymere **216-217**, 203 (1967), M. Jaffe and B. Wunderlich: Thermal Analysis **1**, 387 (1969)
- 6) 金網久明：高分子 **22** 269 (1973)
- 7) たとえば高分子学会編：高分子測定法，構造と物性上 P. 181 ~ 248 培風館（1973），神戸博太郎編：熱分析 - 原理と応用 - 講談社 近々発行

---

## Bulletin of Thermodynamics and Thermochemistry ご購読のおすすめ

上記“Bulletin”は、IUPACの物理化学部・化学熱力学および熱化学委員会から、Michigan大学Westrum教授をEditorとして、毎年一回発行されています。発行のおもな目的は、世界の化学熱力学研究者の間の研究成果の相互コミュニケーションをよくすることにあり、また、化学熱力学・熱測定分野での世界中の研究室の年々の研究成果（とくに未発表のもの）を調査・分類して、毎年の文献リストとともに掲載する年報で、最近は生化学の分野にも力を注いでいます。世界中の研究室から情報提供を受けて、そのほとんどを網羅して居り、わが国でも、熱測定学会に設けられたBTT作業グループが、国内の情報収集に全面的に協力しています。また、

索引（物質索引）が完備しているので、きわめて重宝なものであり、この分野の最新の情報を得るためになくはない存在となっています。関係の研究者にとって有用であるので、ご購読をおすすめします。

1974年版（No. 17）まで既刊。ミシガン大学出版局に直接注文しても購読できますが、下記にも多少の部数が（バックナンバーも）取揃えてあります。御希望の方には1部4,500円程度（送料とも）でお届けしますので、お申し出下さい。

連絡先： 東京都文京区本郷7-3-1 (〒113)  
東京大学工学部原子力工学科 高橋洋一

### 「熱測定」購読のおすすめ

日本熱測定学会の会誌「熱測定」は、年4回発行されます。内容としては、総説、講座、資料、トピックス、研究ノート、レポート、論文紹介、プロフィール、国際会議や海外の学会活動およびプログラム等を掲載しております。

本学会の正会員、維持会員には無償で1部配布いたしますが、皆様方の研究室、図書室、図書館等には是非一部づつお備え下さるようおすすめいたします。定価（1部）1,000円。日本熱測定学会事務局までお申込み下さい。