

授が招かれて、化学熱力学の諸問題という特別講演を行った。個人会費は1万リラである。AFCAT notizieと

いう会報の第1号が昨年12月に刊行され、このほど手許に届いたので紹介する。

プラスチックスの熱分析の国際標準化の動き

電総研エネルギーシステム部 小沢 丈夫

国際標準化機構 (International Organization for Standardization; ISO) の中でプラスチックスを取り扱う第61専門委員会[†] (Technical Committee 61; TC61) には、熱分析の作業グループがある。それは Subcommittee 5 (SC5, 物理化学的性質) に属する Working Group 8 (WG8, 热分析) である。最近、このグループから相ついで2つの国際規格の提案がなされた。それは結晶性高分子の融点測定に関する規格とプラスチックスの熱重量測定に関する規格である。

結晶性高分子の融点測定に関する規格は、Draft Proposal 3146 Determination of the melting temperature of semi-crystalline polymersである。この規格は、結晶性高分子の融解挙動を観察する方法として3種をあげている。すなわち、形状変化に基づく方法—目視による形状変化の観察、光学的変化に基づく方法—偏光顕微鏡による複屈折消失の観察および熱分析に基づく方法—DTAとDSCである。前二者に対しては、校正用標準として試薬19種(インジウム、スズおよび有機物；1-メントール42.5°Cよりフェノールフタレン261.5°Cまで)があげられているが、DTAとDSCについては、NBSより頒布されているICTAのCRM^{*}があげられている。

DTAとDSCに用いる試料は、粉末、フィルムまたは繊維が勧告され、試料量は50mg以下とされている他、形状も規定されている。測定項目は、補外開始温度とピーク温度であり、それぞれ、融解開始温度と融解終了温度とされている。また、CRMによりデータを校正するすることが規定されている。

高分子の熱重量測定に関する規格は、Draft Proposal 7111 Thermogravimetric analysis of polymersである。熱重量測定は、同種の高分子の熱安定性の相対比較に使え、工程管理、材料評価にも利用可能であろうと述べられている。しかし、材料規格や品質管理には用いるべきでなく、そのデータが長期安定性に直接関連しない

として、この方法を意義づけている。

熱天秤の校正には、ICTAの標準化委員会のMagnetic Reference Temperature Standard^{*}が引用されている。試料量、50mg以下、空気気流、50ないし100ml/分、

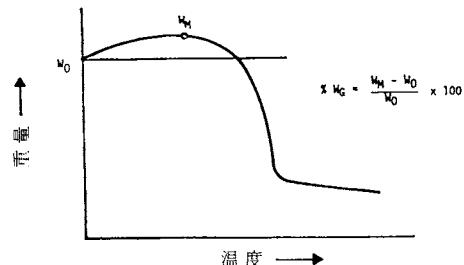


図1 初期重量増加(W_G)の求め方

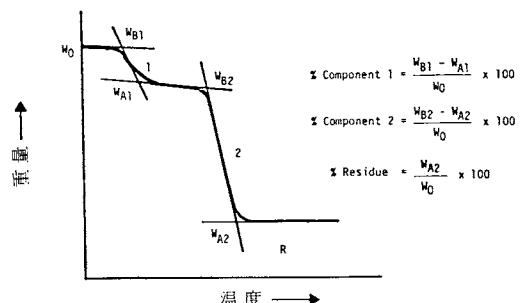


図2 重量減少率と残渣(R)の求め方

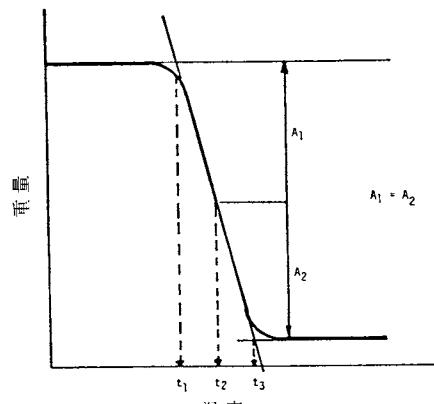


図3 分解温度の求め方

[†] 国内で審議を委託されている機関は、日本プラスチック工業連盟である。

^{*} 国際熱分析連合(ICTA)の標準化については、熱測定6巻2号別冊(1979)を参照されたい。

表1 塩化ビニール樹脂(Vipla G)粉末のTG国際共同実験結果(ISO, 1977)

全測定値から 極値を除いて		t_1 °C 平均値 255 a 254 b	t_2 °C 平均値 273 a 275 b	t_3 °C 平均値 425 a 422 b	% W _G 平均値 14.5 a 16.8 b
国	測定機器	a又はbか らの偏差	a又はbか らの偏差	a又はbか らの偏差	a又はbか らの偏差
西ドイツ	N	249 -6 -5	259** -14 -16	423 -2 +1	18 +3.5 +1.2
	L	263** +8 +9	280 +7 +5	430 +5 +8	18 +3.5 +1.2
ハンガリー	D	248 -7 -6	270 -3 -5	415 -10 -7	10** -4.5 -6.8
ポーランド	D	260 +5 +4	280 +7 +5	420 -5 -2	15 +0.5 -1.8
米国	Du Pont	258 +3 +4	275 +2 0	423 -2 +1	16 +1.5 -0.8
ソ連	P	253 -2 -1	271 -2 -4	438** +13 +16	10** -4.5 -6.8
bからの偏差		-6—+4 10°C	-5—+5 10°C	-7—+8 15°C	1.8—+1.2 ±15
測定の確度		±2°C/100°C	±1.8°C/100°C	±1.8°C/100°C	±8.9%

**除外したデータ

昇温速度、 $5 \pm 1^\circ\text{C}/\text{分}$ と規定されている。また、試料形状は、粉末または切断等により 0.1 mm 以下にすることが規定され、揮発成分測定では、 0.05 mm 以下とされている。測定項目は、図1に規定される初期重量増加、図2に示されている各反応の重量減少率、初期重量に対する残渣の割合および図3に規定された t_1 、 t_2 、 t_3 の3温度点である。

規格の提案に先立ち、初期重量増加、 t_1 、 t_2 、 t_3 につ

き、国際共同実験が行われた。その結果の一例が、表1に示されている。この表で明らかなように、さまざまな要因が測定に影響するにもかかわらず、結果は比較的よく一致していると言えよう。

これらのDraft Proposalは、審議に直接参加している各国(Pメンバー)の郵便投票を経て、Draft International Standardとなり、さらにISO全参加国の郵便投票により、International Standardとなる。

【会員の頁】

東原秀和(京都大学工学部工業化学教室)

昭和54年1月23日より約1年間、日本学術振興会フランス国派遣研究者として留学、昭和55年2月15日帰国。

留学先：フランス国立科学センター固体化学研究所
(Bordeaux)

主な研究テーマ：遷移金属元素フッ素化合物の合成と物性—結晶構造と磁気的、電気的性質—

木村二三夫(大阪市立大学理学部)

昭和55年2月20日より約2年間の予定でカナダNRC(National Research Council)へ留学。

留学先：Division of Chemistry, NRC
Dr. G. C. Benson

テーマ：Alcohol-Hydrocarbonの熱測定

馬場義博(大阪工業大学一般教育)

昭和55年5月1日より約1年間の予定でアメリカ留学。
留学先：Dept. of Materials Science and Engineering
University of Florida
Prof. C. L. Beatty

テーマ：Biopolymer Solutionの熱力学について

佐多敏之(東京工業大学工業材料研究所)

昭和55年4月1日付で東京工業大学工業材料研究所長に就任。