

DTA, DSC によるポリマーの試験規格 (ASTM)

渡 辺 寧*

DTA および DSC が高分子材料の熱分析に広く利用されている。試験法規格として制定されている ASTM 規格を紹介する。他の ISO 規格, JIS 規格にはこれらの試験法はまだ制定されていない。

ASTM D 3418-75 “Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Thermal Analysis” は DTA および DSC を用いた熱分析によりポリマーの転移温度を測定する試験法規格である。DTA および DSC は物質の温度プロファイルを迅速に測定する方法として利用することができ、特にポリマーの転移現象の測定方法としては適していると述べている。さらにこれらの方法によって、市販のポリマーの鑑別、ある場合にはポリマー混合物の成分の鑑別が可能である。また転移温度に影響する、酸化分解、熱硬化性樹脂の硬化過程のような化学反応の結果を研究する手段として利用できる。これらのことから仕様書による受入れ検査や研究に有用である。

一次転移温度の測定は次の方法による。試料 5 mg を準備する。窒素雰囲気中で次の熱サイクルにより測定を行う。①試料の熱履歴を除去するため融点より 30℃ 高い温度まで 10℃/min で昇温する。②この温度で 10 分間保持する。③ 10℃/min で結晶化ピーク温度より 50℃ 低い温度まで降温する。④ 10℃/min で融点より 30℃ 高い温度まで昇温する。このときの昇温曲線を記録する。⑤この温度で 10 分間保持する。⑥ 10℃/min で降温する。このときの降温曲線を記録する。以上により④の操作による記録から融点を、⑥の操作による記録から結晶化温度を求める。

ガラス転移温度の測定は次の方法による。試料は 10 mg から 20 mg を準備する。一次、二次転移の両方を測定する場合はそれぞれの試験で新しい試料を使用する。①試料の熱履歴を除去できるのに十分な温度まで 20℃/min で昇温する。②この温度で 10 分間保持する。③転移温度より 50℃ 低い温度まで急冷する。④転移が完了する温度まで昇温する。このときの昇温曲線を記録し、これからガラス転移温度を求める。(図 1 参照)

ASTM D 3417-75 “Standard Test Method for Heats of Fusion and Crystallization of Polymers

by Thermal Analysis” は DSC により融解熱および結晶化熱を測定する試験法規格である。この規格による測定方法は次の通りである。5~10 mg の試料を 0.01 mg まで秤量する。30 ml/min の窒素ガス中でセルに試料を入れる。窒素雰囲気中で次の熱サイクルにより測定を行う。①融点より 30℃ 高い温度、または熱履歴を除去できるのに十分に高い温度まで 10℃/min で昇温する。②この温度で 10 分間保持する。③ 10℃/min で試料の結晶化ピーク温度より 50℃ 低い温度まで降温する。④融解の吸熱曲線の面積が 30~60 cm² になるように X 軸 (温度)、Y 軸 (mcal/s) の感度を選定する。⑤ 10℃/min で昇温し、このときの昇温曲線を記録し、融解熱 (ΔH_f) の計算に使用する。⑥融点より 30℃ 高い温度で 10 分間保持する。⑦ 10℃/min で結晶化ピーク温度より 50℃ 低い温度まで降温する。このときの降温曲線を記録し、結晶化熱 (ΔH_c) の計算に使用する。これにより試料の吸熱、発熱曲線の面積と、試料の一次転移温度に近い温度に融点があり、融解熱が既知の標準物質を用いて同じ条件で測定した面積から試料の融解熱および結晶化熱を求める。

これらの試験法において、装置の温度、融解熱を校正する標準物としては次のものを使用するよう示されている。

標準物質	融点 (°C)	融解熱 (kJ/kg)
安息香酸	122.4	142.04
インジウム	156.4	28.45
すず	231.9	59.50
鉛	327.4	22.92
亜鉛	419.5	102.24

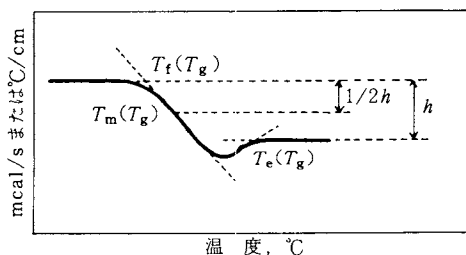


図 1 ガラス転移温度

* 繊維高分子材料研究所 第 3 部物理化学研究室