

〈熱測定応用研究の頁〉—第50回を迎えて—

## 工業材料の熱分析 —現場研究者の—経験論— (要約)

Thermal Analysis of Industrial Materials  
-Opinions of a Practical Thermal Analyst-  
(Summary)

十時 稔

### 1. はじめに

本頁は、本誌の編集委員会の意向の下に、当学会の作業グループの一つである熱測定応用研究グループが担当して寄稿を依頼しているものであるが、Vol. 10 (1983年)のNo. 1に第1回が掲載されてから、本稿で第50回に至っている。因みに初回の寄稿者は、小沢丈夫博士(現、ダイセル株)である。この区切りのよい時を機会に、今までご寄稿いただいた方々、寄稿者をご推薦下さった上記の研究グループ員をはじめとする学会員の方々、また、ほとんど口出しすることも無しに暖かく見守って下さっている編集委員会の方々に、歴代の主査を代表して深く感謝するものである。しかし、実の所、筆者はこのタイミングでの執筆を意識的にねらっていたのではなく、たまたま、当てにしていた原稿が締切間際になってだめになって困った揚げ句の発意であることを告白しておく。勿論、上記の謝辞は常日頃から思っているものである。

さて、私事で恐縮であるが、筆者は今年の4月で会社生活満25年を迎える。入社時に合成繊維の熱収縮機構の解明という研究テーマを与えられ、その推進の必要上1年半後にDSCを使うことになった。最初の1年半も、今で言うTMA測定を行っていたと見なせるので、熱分析生活も満25年ということになる。25年といえば、若年研究者にとっては気の遠くなるような歳月であろうし、この道の諸先輩にいわせれば、まだまだ駆出しの鼻たれ小僧時代ということであろう。筆者も後者を自覚しているものであるが、どうい

うか昨秋まで続けに2回、熱分析の経験論を現場研究者の立場から書く機会が与えられた<sup>1)</sup>。筆者もそのように見られる年になったかと、苦笑しながらお引受けしたことを思い出す。そして、本稿はその要約である。上記のような事情で執筆を決心せざるを得なくなったわけであるが、第50回、25年、経験論、という組合せから、何らかの必然性を感じないわけではない。また、本稿は、内容はともかく、表題自体は本頁の主旨に合ったものと信じている。

### 2. 熱分析の特徴

筆者は、熱分析の特徴として、経験的に次の4つを挙げる<sup>2)</sup>。

(1) 測定が難しい、(2) 解析が難しい、(3) 情報がマクロ的、(4) 熱走査性。最初の2つは、筆者が熱分析の二重苦と呼んで短所に位置付けているものである。3番目は使い次第で短所にも長所にもなり得る特徴として、4番目は熱分析ならではの長所として位置付けている。以下、各項目について簡単に説明する。

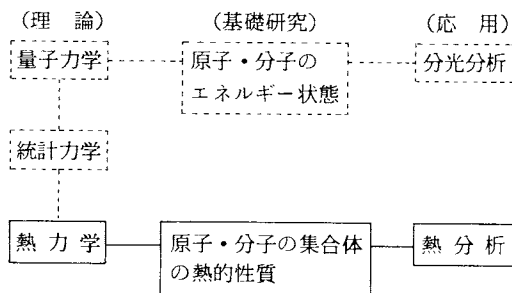
(1) 測定が難しい：具体的には、安定したベースラインとノイズのない良質なチャートを得ることの難しさ、そのために装置を常時良好な状態に維持しておくことの難しさ、加熱破壊テストと接触測定との組合せにありがちな再現性の悪さとゴーストシグナルの発生、などがあげられる。しかも、一度に走査する温度幅の広さや温度レベル自体の苛酷さも考慮すると、室温・非破壊・非接触測定分光分析において波長を振ることとは全く意味合いが違うことが理解されよう。

(2) 解析が難しい：Table 1は、熱分析と基礎学問の関係を、分光分析と対比させて示したものである。ここで筆者は、熱分析では基礎研究(科学)とその分析的応用(技術)の間の障壁が高いために、左から右への移転を現場の熱分析担当者が自分で行なうことはかなり困難であること、場合によっては基礎研究自体を自分で行なって新たな解析法を作る必要があることを指摘したい。要は、熱分析には標準解析マニュアルなどは無いに等しいと覚悟しておくべきである。原報<sup>2)</sup>では、熱分析の大御所であるテネシー大 Wunderlich 教授の類似発言も引用している。また、筆者らが作成した解析法の例も示している<sup>2,3)</sup>。

(3) 情報のマクロ性：これは、Table 1に示したように、熱力学が原子・分子の集合状態を相手にすることからくるものである。原子・分子を直接制御する高度科学技術時代にあつて、分析情報がマクロ的である

(株) 東レリサーチセンター：天津市園山3-3-7  
〒520

Table 1 熱分析と基礎学問の関係



ことは致命的な欠点であると思われがちであるが、“木を見て森を見ず”のたとえどおり、マクロな見方もそれなりの価値があると言いたい。ものごとの大筋を見誤らないので、状態認識には欠かせない分析法といえる。深刻化する地球環境汚染問題の解決にも、熱力学または熱的分析法が重要な指針を出してくれるのではないかと密かに期待している者である。原報<sup>1)</sup>では、熱分析がマクロ情報を提供する典型例として、DSCによる純度分析を紹介している。さらに、別の原報<sup>2)</sup>では、酸化物超伝導物質の超伝導状態の認識に比熱測定が決定的な役割を果たした例も紹介している。しかし、何もマクロな見方を強弁するつもりはなく、現在、物性の分野では、ミクロとマクロの中間領域のメゾスコピックといわれるところ（数千以下の原子しか存在しない物質系）が、向う20年間の最も刺激的な領域であるといわれていることを参考にすれば、これからは、ミクロとマクロを融合させた見方、すなわち“木も森も見る”態度が必要であるような気がしている。この両面的な見方は、系の熱力学安定性が、エンタルピーとエントロピーのバランスで決るとする熱力学第2法則の教えの影響であろうか。

(4) 熱走査性：筆者は、熱分析の最大の特長は、チャートの横軸が製品の製造工程に直結している点にあると考えるものである。今日、あらゆる製品の製造工程においては、部分的にしろ必ず熱エネルギーが使われており、したがって、熱分析装置の中で生産現場（含研究開発現場）を再現しつつ分析情報が引出せるといって、他の分析手法にない利点を有しているからである。具体例として、原報<sup>1,2)</sup>では、熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂のDSC測定と樹脂製品の製造・加工工程を対比させて、その類似性をいくつか説明している。その中で、筆者にとって思い出深いのは、延伸配向ナイロン繊維を張力下で熱加工する工程において、融点

以上の温度に加熱しても繊維が融けないという、生産現場にとっては常態的な事象を不思議に思い、DSCで融点測定をする際にも、ある工夫をして張力下で試料を昇温したところ、果せるかな、従来知られている融点より高い温度位置に見事な融解ピークが観察されたという経験である。この時以来、筆者は、生産現場の模擬としての熱分析の比類なき特長を意識し続けている。なお、上記の観察結果は、筆者なりの高分子結晶の融点の概念<sup>3)</sup>をうち立てるきっかけになったことを付記しておく。

### 3. 私の方法論

たとえ情報がマクロ的であろうと、生産現場に密着させた形で分析ができるという特長の上に立てば、他の分析法よりも熱分析の方が、積極的、攻撃的な取組みが可能なはずである。筆者は、これを問題解決型熱分析と呼んでいる。Table 2はその具体例である<sup>2)</sup>。また、Table 3は、そのための方法論を筆者の経験にも

Table 2 問題解決型熱分析の具体例

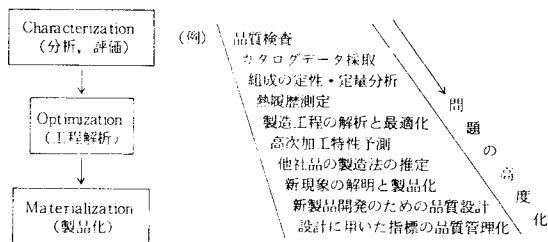
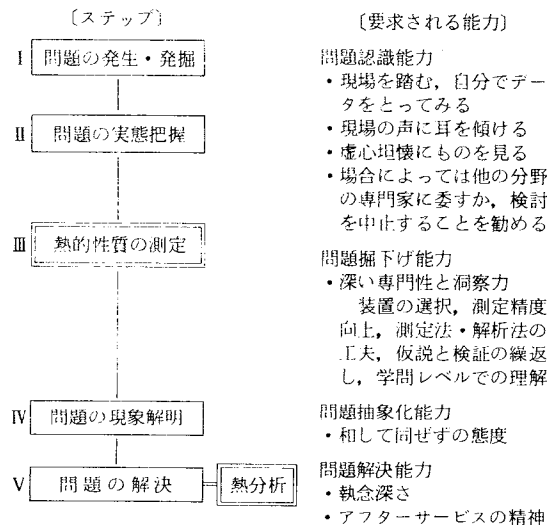


Table 3 問題解決型熱分析の方法論



とづいてまとめたものである<sup>1,2)</sup>。この中で、左欄のステップ III が普通の意味の熱分析に相当しようが、ここでは敢えて、問題解決に当たるステップ V を熱分析と規定している。右欄は自明であろうが、徹底した生産現場密着主義を採るのは当然として、測定・解析法の工夫、和して同ぜずの態度、執念深さとアフターサービス精神なども、他の分析法よりも比重が高いように感じられる。ただし、筆者がこの方法論をいつも実行しているわけではなく、行き詰まったときの立ち戻るべき原点として活用している程度である。

最後に、生産現場密着主義が採れる熱分析には、それを進めるに当たって、非常に得な一面があることを指摘しておきたい。それは、“事実は小説より奇なり”の言葉にあるように、厳しい現場で現われる現象には、それが正常現象、異常現象（トラブル）を問わず、机上では想像できないような刺激的かつゆるぎない事実がたくさん含まれているということである。前項で触れた高分子配向結晶の融点上昇もその一例である。すなわち、現場は常に、熱分析の研究テーマを教えてくれ、そのテーマの展開の過程をチェックしてくれ、そして研究成果を公平に評価してくれる良き指導者なのである。生産現場は、熱分析屋にとってまさに宝の山なのである。

#### 4. おわりに

最初へのべた事情があるにしろ、本頁の担当責任者という立場を利用して、いささか身勝手な書き方をさせていただいたが、その内容は、原報<sup>1)</sup>でものべているように、25年間熱分析に関わってきた現場研究者が、最近の熱分析装置の普及の目覚しきを見るにつけて、一度は書いておきたかったことである。少しでも熱分析に携わったことのある人であれば、内容の当否は別として、このような切り口の書き方にご賛同いただけるものと信じている。熱分析には、本稿でのべたような主張をしなければ存在自体が怪しくなるような無力と、おもわずそのような主張をしたくなる魔力と、そしてその主張に十分耐え得るだけの魅力とが混在しているように感じられて仕方がないのである。敢えて、熱測定の専門誌で公にして、諸兄弟のご批判を仰ぐ次第である。本頁の発展的継続を願ってやまない。

（原報<sup>2)</sup>の別刷りをご希望の方は、著者までご請求下さい。）

#### 文 献

- 1) 十時稔, 材料技術 **8**, 252 (1990); **8**, 322 (1990).
- 2) 十時稔, ポリファイル **27** (10) 49 (1990).
- 3) 石切山一彦, 十時稔, 熱測定 **14**, 125 (1987).
- 4) 十時稔, 川口達郎, 熱測定 **12**, 2 (1985).