

## TG-DATの現状と問題点について

新潟大学教養部 増田芳男

### はじめに

同一の試料を色々な手段で分析することは、信頼性の高い情報を得るのに役立つ。TGも多くの技法と組み合わせられて利用されているが、特にTG-DTAはTGとDTAの同時測定が可能な技法として広く普及し、市販のTG装置の中心となっている。TGまたはDTAのどちらに重点を置くかによって、TG-DTAに対する問題意識も変わってくると思われる。ここでは、普段TGを主体的な装置として使用し、それを補完する手段としてDTAを使用している筆者が、最近のTG-DTA装置について感じていることを述べ、皆さんの御批判を仰ぎたいと思う。

### ドリフト

TG-DTA装置では、天秤系が構造的に大きくならざるを得ないので、TG単体装置に比べて浮力、対流等の影響を受け易い点が指摘されて来た。しかし、最近、浮力、対流等のドリフト要因をキャンセルできる差動型TG-DTA装置が開発されてからは、かなり安定したTG曲線が得られるようになってきたというのが実感である。著者が実際使用している差動型TG-DTA装置についてみれば、昇温速度(40K/min以下)やガス流量を(100ml/min以下)変えてもドリフトが小さく(従来の数分の1程度か?)、ブランクテストを頻繁に行う必要がなくなった点はユーザーとしては嬉しいことである。また、真空下での測定では、従来熱分子流効果によるドリフトが問題であったが、差動型の開発によってかなり安定した測定ができるようになってきていると思う。

ドリフトの中で、最も対策が難しいのは室温変動に伴うドリフトではなからうか。メーカー側では、装置の素材とその熱物性等の吟味に注意を注いでおられることではあろうが、長時間、微量の試料で高感度測定を行う場合には問題となってくる。現状では数10 $\mu$ g/°C程度は仕方のないことであろうか、この点に関する検討と対策が望まれる。ユーザー側で取り得る唯一の対策は、装置を室温変動の少ない場所に設置することであろう。

### 試料量

試料内の温度分布がない理想的な測定条件で測定を行

うため、試料の量を少なくしたマイクロタイプが最近主流の装置となっている。著者等は通常の測定では、数mg~数10mgの試料で測定している。いずれにしても高感度測定を行う場合は、上で述べたドリフトに細心の注意を払う必要がある。ブランクテストによって実際の変化量とドリフトとの関係をチェックしておくことが大切である。

### 温度の校正について

最近のTG-DTA装置では、測温用熱電対と試料容器とが接触したものが多く、温度の校正が容易に行えるようになってきているのが特徴であろう。In, Pb, Sn, Al...等の標準試料を用い融点を測定し、文献値と実測値の関係を2次曲線や3次曲線で表して温度を校正するソフト等を備えた装置もあって、温度の校正も楽に行えるようになった。

### 最近の話題

TG-DTAにMS(質量分析装置)やFTIR(フーリエ変換赤外分光光度計)を組み合わせた分析が、盛んに行われるようになってきた。これらの装置で、TG-DTA装置から発生するガスをリアルタイムで分析するためには、天秤内のデッドスペースの問題や、ガス配管の問題も考慮する必要がある。特にMSの場合には分解ガスによるセルの汚染の問題が、今後の検討課題といえよう。

### おわりに

日頃から筆者が最近のTG-DTA装置について感じていることを述べた。マイクロタイプが主流であるTG-DTA装置を使用して、マイクロ測定を行うためには、「なるべく室温を一定に保ち、ブランクテストをきちんとやる」ことであり、月並みな言い方になるが、「機器分析の基本に立ち戻る」ことが肝要ということである。本稿はワークショップ"TG(DTA)/MS(FTIR)を中心とした、加熱時発生ガス分析の最近の動向と問題点"で話した内容に一部加筆したものである。小論をまとめるに当たり、マックサイエンス(株)の高橋一好氏から色々御教示頂いたことに対し、厚く御礼申し上げたい。