

レポート

第11回国際熱測定会議(11th ICTAC)報告

1. 概況

標記の会議が、1996年8月12日～16日の5日間、米国 Philadelphia 市西郊外の Pennsylvania 大学と Drexel 大学 (隣接) にて行われた。米国での開催は1968年の Worcester (Massachusetts) での第2回以来2度目である。因みに、標記会議は1965年に第1回が開催されているので、今回で30年以上の歴史を持つ国際会議に成長したことになる。

今回の組織委員長は Pennsylvania 大学物質構造研究所の Dr.MaGhie が務め、組織委員には NATAS (北アメリカ熱分析学会) の主要メンバーが名を連ねている。今年は、毎年行われている NATAS 会議を中止して当会議に取り組んだとのことである。参加者は44ヶ国から約600名、発表件数は466件で、いずれも例会の約50%増となった。開催地がアメリカ合衆国ということで世界中から研究者が集り易かったこと、今年の NATAS が中止になったことで北米からの参加者も多かったこと、今回からカロリーメトリーが会議の対象に加えられたこと、などによる効果と思われる。日本からの参加者も20名を越えており、大変心強く感じられた。

例年どおり、会議に先立って2日間にわたって ICTAC の評議員会が開催され、ICTAC の運営全般 (執行部人事、会計報告、各種科学委員会の見直し、総会の議題、次回の開催地の決定、など) に関する協議、議決が行われた。総会での承認事項も含めて、ごく主要なものを下記する。

(1) 執行部人事: この4年間会長を務められた Dr.Ozawa が任期満了にて退任され、前会長として執行部に残留。後任は前副会長の英国 Leeds Metropolitan 大学の Prof.Charsley。また、4年後の会長含みの副会長には、前科学委員会の議長である仏国 CNRS (Marseille) の Dr.Rouquerol が就任。

(2) 会費関係: ICTAC の会議に正規の登録料を支払った参加者は自動的に会員として登録され、向こう4年間の会費は登録料から充当される (まだ有効期間を残している者にはそれが加算される)。新たな入会者の4年間の会費は100スイスフラン (約9000円)。

(3) 常設科学委員会とワーキンググループ: Nomenclature, Standardization, Publication, Award, Congress Organizing, Education, Geoscience, Kinetics, Liaison, Advanced Materials*, Environmental Sciences*, Polymers*, Fine Organics and Pharmaceuticals*, TMDSC*, CRTA*。

科学委員会の議長にはドイツの Dr.Gmelin が、新設の TMD-SC 委員会の会長には、Prof.Wunderlich が就任した。

(4) 第12回の開催: 西暦2000年8月14日～18日に、Denmark の Copenhagen で、Dr.Sorensen を組織委員長として開催されることに決定。対抗馬は無かった。

ICTAC Award は Tennessee 大の Prof.Wunderlich が、35才以下を対象とした Young Scientist Award は広島大学の Dr.Koga が受賞。日本から受賞者が出たことはご同慶の至りである。

最後になったが、この4年間会長として見事な采配を振られた Dr.Ozawa に、日本人会員を代表して心から感謝の念とご慰労を申し上げる次第である。偏狭といわれるかも知れないが、Dr.Ozawa の会長就任は、得てして欧米中心の ICTAC における日本の地位向上に測り知れない影響があったことを、評議員としての立場上痛感している。なお、小職も2期8年の日本代表評議員の任期を満了し、後任を都立大の Dr.Yoshida にお願する手筈になっている (後者は日本熱測定学会総会承認事項)。語学上の障害その他の事情により極めて不満足な活動しかできず、皆様に種々のご迷惑をおかけしたことをお詫び申し上げるとともに、小職の不できを補ってあまりある Dr.Yoshida の存分なご活躍を期待申し上げます次第である。

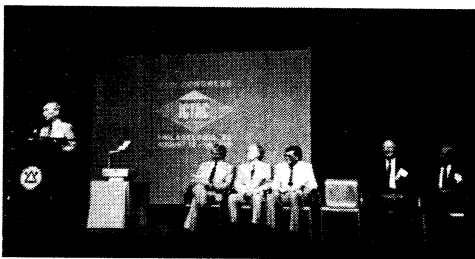
付記: 1997年の NATAS (Virginia)、1998年の ESTAC (Hungary) の 1st Circular を持ち帰ったので、必要な方はご請求下さい。

(東レリサーチセンター・十時稔)

2. ダイナミック DSC

このセッションは、月曜日の午前2件と午後7件、火曜日の午前5件の講演があり、火曜日の午後には、「温度変調 DSC」と題するワークショップがあった。この会議としては、ダイナミック DSC についての発表件数が急増した。これは、NATAS により運営されたことに依っている。この学会の会議では、伝統的にダイナミック DSC に関する多くの発表がされており、Reading 氏の最初の発表も1992年に開催された NATAS 会議であった。この他にダイナミック DSC についての発表は、Wunderlich 氏の ICTA-TA Instruments 賞の受賞講演の中で、また、ポスターセッションで8件、他のセッションで8件の発表があった。ダイナミック

DSCの提案以来4年になるが、この会議を通して、原理についての研究、その応用の可能性について、さらに応用した研究の発表があったが、まだ胎動期にあるという感想をもった。Wunderlich氏の言によれば、DSCが出てきたときの状況に似ているということである。名前についても多くの議論があり、ダイナミックDSCの他にTemperature Modulated DSC, Modulated Temperature DSCなどがある。Temperature Modulated DSCは現在多くの研究者によって使われており、将来はこれに落ち着くのではないかという印象をもった。Reading氏によれば、Modulated Temperature DSCの方が、彼の学んだ英語からすると正しいということである。原理についての研究は、Aubuchon氏、小澤氏、Cao氏、Wunderlich氏、私等が論じたが、その考え方の骨格においては共通の部分があるが、多くの未解決の問題が残っており、とくに、検討すべき課題として2つある。1つは、非線形現象を伴う場合で、動的機構を線形応答すると見なし得るかどうかということと、温度に対して熱容量が急に変化するときに交流温度振幅が大きいために起きる非線形効果がある。前者については、高分子の融解現象の解析に適用できるかどうかを明らかにすることが当面の課題である。後者については、いかなるカロリメトリでも問題となるところで、温度振幅をできるだけ小さくして測定する以外に方法はない。もう1つは、交流温度測定によって得られる熱容量の測定精度である。ある程度の精度では容易に測定できるが、高精度の測定のためには、装置の各パラメーターについて標準的なDSCの場合と同じような考え方では十分でない。また、熱容量の測定精度に関連して、交流温度測定は外からの雑音に対して影響を受け難く、精度を上げることができるという指摘もあった。応用の可能性と関連するが、高分子のガラス転移、融解転移において、熱容量スペクトルの測定が行われている。低周波数領域に限られること、原理から複素熱容量測定のための条件を検討する必要があることなどの問題がある。



開会の挨拶をされる小沢会長、すぐ右隣は実行委員長の Dr. MaGhie, その隣は副会長 (新会長) の Prof. Charsley

応用した研究では、高分子ブレンド系における各状態の分析等についての発表があった。とくに、ワークショップでの van Mele 氏の発表ははじめ、樹脂の硬化機構の研究は目を引いた。ワークショップでは、これと Schawe 氏の複素熱容量に関する理論の発表に続いて、パネル討論があったが、発表と討論が十分に噛み合わなかったこともあって、司会の Reading 氏の思惑通りにはならなかったようである。現在のところ、ダイナミックDSCは高分子分野で多く用いられているが、この測定結果の解釈では、高分子における物性の新しい側面からの研究の内容が含まれており、門外漢には難しいところがある。もっと単純な系への応用も、この測定法の理解を深める上で有効であろう。

(名古屋大学・八田一郎)

3. 有機・高分子関係

例年の NATAS 会議において発表件数が多い分野で、今回もご多分にもれず全発表の約1/3を占めていた。とりわけ、高分子関係は"Copolymers and blends", "Thermosets polymers", "Polyolefines", "Polymer degradation", "Polymer properties"の5セッションに加え、ダイナミックDSCのセッションでの発表も多かった。高分子関係の特別講演は、十時稔氏の"Melting behavior of ultrafine crystallites - Polymers and Ice"と Vincent Mathot 氏 (DSM, オランダ) の "Thermal properties of polyolefines in relation to structure and morphology" で、その講演内容は会議中に開催された二つのワークショップとも深い関係があった。ICTACにおける高分子分野の関心を象徴する内容なので、その点を述べたい。

十時氏は、構造固定法による "Zero-entropy-production" 融点と定長拘束法による分子配向を反映した融点から、通常のDSC測定で得られる高分子の融点が分子の再配列、融解結晶化などの複雑なプロセスを経過した結果であることを前半で解説し、後半では人工腎臓の分離特性を支配する中空繊維の多孔膜の孔サイズ分布を、水の融解曲線から定量する方法を述べた。熱分析が企業の現場での多くの問題に対応できる点で、会社関係の参加者の関心を集めていた。ICTACの高分子ワーキンググループ (座長: Prof. Seferis, Washington 大学) が行ったワークショップでは、企業サイドのさまざまな問題にどの様に熱分析を活用するかが全体のテーマであった。企業からの参加が多い NATAS 会議の特徴を意識したワークショップで、熱測定討論会でも新しい分野からの参加を呼びかける上で参考になるだろう。今後の NATAS 会議などを利用して、特定テーマでのワークショップが開催されそうだが、その成果をどの様に NATAS 以外のメンバーに戻すかが問題であろう。

Mathot 氏は、ポリエチレンやポリプロピレンを中心としたオレフィン系高分子の構造と物性との関係を述べた。多様

な状況で利用するために、物性をコントロールする目的でさまざまな一次構造を持つオレフィンが合成され、結晶化度や結晶形態まで成形加工段階で制御できるようになってきた。構造と物性さらに形態との橋渡しをするのが、熱分析とりわけ熱容量のデータであると言うのが彼の主張である。転移の温度やエンタルピーに熱容量データを加えた熱分析は、さらに踏み込んだ議論を可能にするだろう。この点に関連して"Sem-crystalline polymers - Two phases or three?"と題したワークショップでは、結晶性高分子の熱力学的特性を理解する上で従来の二相モデルでは不十分で、結晶、非晶に加えて『第3の相』を考える必要があることが、熱分析のみならず誘電測定、核磁気共鳴測定、X線散乱などの結果を交えて議論された。この『第3の相』は"constrained"あるいは"rigid"と言った形容詞の付く非晶相で、Prof. Wunderlichの主張する"Condis phase"と性格的には同じである。しかし、『第3の相』が熱力学的な中間相あるいは液晶として認められるには、さらに多くの実験データの積み重ねと議論が必要である。

環境とリサイクルの問題を反映して、Polymer degradationセッションでの発表が前回から急増している。とりわけ、今回はTG/DTA/MS, TG/DTA/GC, TG/DTA/FT-IRが汎用の装置として用いられたことが特徴である。

(都立大・吉田博久)

4. 動力学的解析ならびに無機関係

Kinetics関係のセッションは8月12日午前および午後設定された。8月12日の午前には、今回ICTAC-Parkin Elmer Young Scientist Awardを受賞された、古賀信吉氏(広島大)の受賞講演"Phisico-Geometric Kinetics of Solid-State Reactions by Thermal Analyse"をかききりに2件の講演があり、午後には8件の講演がなされた。また、13日には冒頭に、Metler Award-NATASを受賞されたMichael E. Brown教授(南アフリカ)の受賞講演"Steps in a Minefield - Some Kinetics of Thermal Analysis"が大ホール(Mandel Theater)に一杯の聴衆を集めて行われた。この他、ポスターでもKineticsに関連する研究発表は20件程なされた。Kinetics Workshopは、8月16日午後開催され、日本からは古賀信吉氏と筆者が参加した。Chairman. J. H. Flynn 博士の挨拶の後、1) A diskette of data upon which to perform kinetic analysis by favorite methods; by M. Brown, 2) The presentation of kinetic data on solid state reactivity; by D. Dollimore, 3) Influence of experimental conditions on kinetic parameters of gas-solid reactions; by M. Macienjowski, 4) The kinetics of the dehydration by means of thermal analyses and microscopic observation; by Y. Masuda, 5) Working CR-TA data in order to obtain the kinetic parameters of het-

erogeneous decompositions; by E. Segalなどのショートスピーチの後、質疑応答があった。そして、今回以後もJ. H. Flynn氏をChairmanとすることを決めて散会した。

Inorganicセッションは8月13日午後から8月16日の午後までわたって(ただし、8月14日午後はExcursion)開催された。オーラルによる22件の講演が登録された他、ポスターによる研究発表が行われた。その内容は、ガラス状態とその緩和、無機化合物の相転移、分解反応および脱水反応、金属錯体、合金等と多岐にわたる内容であった。しかし、キャンセルも多く、それに伴うプログラムの変更が目立ったことは残念であった。筆者が座長をつとめたセッションでも、7件の講演が登録されていたにもかかわらず、6件がキャンセルという状態であった。欠席者の多くは東ヨーロッパや東南アジア諸国の研究者で、経済的な問題が大きな理由であるというよううなうわさを耳にし、国際会議を円滑に運営することの難しさを痛感させられた。

(新潟大・増田芳男)

5. 生物ならびにカロリーメトリ関係

Biologicals/Life Sciencesセッションは3日目に行なわれ、講演12件、ポスター講演は約14件が予定されていたが、いくつかの取り止めがあった。生物系分野の中でも、演題内容は変化に富んでいたが、Wales Aberystwyth大学のDr. Kempらが行なった、チャイニーズハムスターの卵巣細胞株の野性株および遺伝子操作株の熱流束の比較は、膜電位感受性色素R123を用いたミトコンドリア活性評価と細胞増殖に伴う生成熱の測定を組み合わせた研究であり、大変興味深い講演であった。こうした細胞レベルでの熱測定分野がこれからはますます発展することを期待したい。Calorimetryセッションは3日目にワークショップがDr. Wadso, Dr. Kemp, Dr. Hansenらによって先行しておこなわれ、4~5日目に渡り、講演23件、ポスター発表が約十数件が発表された。Calorimetryは今回新たに設けられたセッションと聞いているが、さまざまな観点からの開発者の講演はどれも大変関心を持って聞いた。特に、Dr. LewisらのNanocalorimetryに関する発表では、Calorimetryの μW から nW オーダーへの発展の必要性およびNanocalorimetryの可能性を講演され、これからナノテクノロジー分野や生命科学分野から期待されるCalorimetryと思われた。ただ、測定者の立場からは、試料調製の大変さを予感する講演でもあった。余談であるが、今回のポスター会場は一つの演題スペースは十分であったようだが、照明が不十分で、薄暗いところに張られたポスターもあり、気の毒であった。また、演題の取り止めも少し目立った。

(岡山理科大・青木宏之、児玉美智子)