

## 【レポート】

## 「第4回熱分析基礎講座：DSCとTG-DTAの講義と演習」開催報告

6月30日（火）に独立行政法人産業技術総合研究所秋葉原サイトの会議室において「第4回熱分析基礎講座：DSCとTG-DTAの講義と演習 一信頼性の高い測定のために一」を開催した。参加人数は10名であった。

本講座は研究・開発現場で働いている熱分析技術者に必要不可欠な基礎知識を習得してもらうことを目的に、日本熱測定学会の標準化作業グループが中心となって企画している。今回は第1回からテーマとしてきたDSCに加えて、第3回のアンケートで要望の多かったTGについてもとりあげた。DSCとTG-DTAの二つのテーマについて講義を通して熱分析や測定原理などの基礎を学び、演習を通して装置の校正方法や測定における注意点を習得してもらうことを目指した。

基礎講座は一日で収まるスケジュールで、講義と演習をそれぞれ2講じた。午前10時の首都大学東京の吉田氏による開会の挨拶に引き続き、同氏により最初の講義である「熱分析の基礎」が行われた。熱力学の基礎まで含めた熱分析技術全般の講義で、代表的な熱分析法とその適用例などの説明が行われた。神奈川大学の西本氏により二講目の講義として「DSCとTG-DTAの測定原理と解析法」が行われた。各測定法で校正すべき物理量についての校正方法や校正に用いる標準物質、実際に校正を行う際の注意点などの説明が行われた。

昼食休憩をはさんで午後は演習が行われた。まずは産総研の清水が「DSCの校正」に関する演習を行った。DSCの校正を行う理由や注意事項、校正用標準物質に関する説明や熱測定標準化作業グループが主催したシクロヘキサンのラウンドロビンテストの紹介の後、DSC校正に関する演習が行われた。午前の講義や前半の説明に基づきDSC校正を行う際に注意すべき点の確認や、純金属等のDSC曲線の実例から融点や融解エンタルピーを求めるといった演習が行われた。最後は神奈川大学の西本氏による「TG-DTAの校正」に関する演習が行われた。TG-DTAの測定原理や測定時の注意事項、TG-DTAおよびTG単体での校正方法などの簡単な講義の後、TG-DTAに関する演習が行われた。TG-DTA測定時の注意事項の確認や、実際のTG曲線からの温度や質量減少の読み取りといった演習が行われた。近年の熱分析装置であれば測定結果の解析もほぼ自動で行われるが、その解析プログラムを使用する場合でも、相転移温度や相転移エンタルピー、重量変化を解析プログラムに頼らずに定量する場合でも、基本的な部分は同じであり、どのような手順を踏んでいるかを理解することは、データ解析を行う上でも重要であると考えられ



基礎講座の講義風景

る。最後に全体討議・総括を行った後、アンケートと提出できる方には演習課題答案を提出してもらい、本講座を終了した。演習課題答案を提出した方には、事務局より添削結果とともに修了書が送付された。

今回の参加者が携わっている業務内容としては研究・教育が半数を占め、依頼測定・受託研究および材料開発・評価もあった。参加者が使用している主な装置はDSC（8名）、DTA（4名）、TG（4名）となっており、今回の講座には測定法について基礎を学ぶことや基礎技術の向上を期待して参加された方が多かった。参加者の中には通常業務での問題点解決を期待する人もおり、全体討論の時や講座後にも熱心に講師に質問される方もあった。アンケート結果では、会場・スケジュールについてはほぼ満足、講義の程度についても半数以上の方に丁度良いとのご回答を頂いたが、難しいとの回答も寄せられた。料金設定については、高いとの回答が半数以上であった。アンケート結果には「実務的で非常に参考になった」、「演習は非常に良かった、より充実してほしい」といったコメントもいただいた。今後希望するテーマとしては「TG-DTA計測のノウハウやアプリケーション（速度論的解釈や定量分析など）」、「医薬品の熱分析データの解釈に関して（多形など）」、「中級者のための熱分析」、「発生気体分析の基礎講座」、「参考書に載っていない、さまざまな熱測定事例について」が挙げられ、この中には、熱測定講習会の中ですでに実施されているテーマもあった。

今回の参加者は10名と前回の12名を若干下回ったが、今回の経験を生かして内容および勧誘方法の改善を進め、開催を継続できればと考えている。

（熱測定標準化作業グループ 清水由隆）

## 【レポート】

## 応用熱測定講習会（身近に生きる熱測定）報告

本学会主催の講習会が2009年8月26日（木）、27日（金）に東京都市大学（旧武蔵工業大学）世田谷キャンパス、3号館311号室（講義）、メモリアルホール（実習）にて開催されました。今回はテーマを医薬品・食品・化粧品に限定して応用熱測定講習会として、1日目に講義、2日目に実習という2日間のプログラムで行い、新たに持ち込み試料による技術相談という試みを設け、総数8名（実習6名）の受講者にご参加頂きました。

1日目午前中最初の「医薬品の熱分析」では、米持悦生先生（東邦大）より、製剤設計への応用について、原薬の物理化学的性質、製剤の安定性・溶解性等の講義がありました。医薬品製剤の熱力学的な基礎から結晶化の応用まで興味深い内容でした。続くテクニカルノウハウ1では、パーキンエルマー・ジャパン、リガク、ブルカー・エイエックスエスより各社の最新技術による医薬品関係の解析例をご紹介頂きました。午後の「化粧品と熱分析」では、岡本亭先生（資生堂）より、乳液・クリーム・ワックス製品の熱分析、エマルションの生成プロセスに対する油分の影響、新しい製材設計への熱分析の応用等の講義があり、化粧品の製品設計において熱分析が重要な役割を果たしているものと感じました。続くテクニカルノウハウ2では、ティー・エイ・インストルメント・ジャパン、日本サーマル・コンサルティングより化粧品関係を含めた最新の解析例をご紹介頂きました。1日目最後の「食品と熱分析」では、西成勝好先生（大阪市大）より、澱粉の糊化と老化の熱分析、多糖類・タンパク質の熱分析、油脂のDSCについて講義がありました。食品分野において、熱分析や粘弾性から非常に有益な情報が得られることが理解され、時折ジョークも交え、初心者にもわかりやすい、興味深い内容でした。

続くテクニカルノウハウ3では、エスアイアイ・ナノテクノロジーより食品関係の新しい解析例をご紹介頂きました。個別相談や持ち込み試料による技術相談は、2日目の実習時間を利用して講師（米持、岡本、西成）が対応しました。

2日目は、午前から午後まで医薬品、化粧品、食品のグループに別れ、参加7社の協力の下、実習が行なわれました。医薬品の熱分析（米持先生）には3名が参加し、カルバマゼピン、シクロデキストリン等を試料として、TG-DTA、DSCにより結晶多形や溶媒和物の確認を行いました。化粧品の熱分析（岡本先生）では2名が参加し、化粧品に用いられる原料や界面活性剤/高級アルコール/水系、クリームについてのDSCを行いました。食品の熱分析（西成先生）では2名が参加し、澱粉の糊化や多糖類・タンパク質、油脂のDSCを行いました。また、各メーカー担当者からは、装置の取り扱い方や注意点を含めた実習説明を行なって頂きました。最近注目されているナノサーマルアナリシスも展示され、新技術に触れることが出来ました。今回は参加者が少ないこともあり、マンツーマンに近い実習を行うことができ、非常に教育効果の高いものでした。特に、今回新たに設けた持ち込み試料による技術相談は、1件だけでしたが、受講生や講師の方からは評判の良いものでした。

昨年来の社会的不況のわりには受講者に恵まれたものと幹事一同感謝しております。これは、熱測定・熱分析に携わる方々の意識の高さの表れでもあり、本講習会の社会貢献としても重要であることを、改めて認識しました。

最後に、幹事、学会事務局、開催大学関係者の方々、講師の先生方、熱分析機器メーカー各社、受講者の皆様に、この場をお借りして厚く御礼申し上げます。

（企画幹事 飯島正徳）



米持先生による医薬品の講義



西成先生による食品の実習

## 第63回熱測定講習会報告

さる9月14、15の両日、近畿大学本部キャンパス（東大阪市）の38号館マルチメディアルームと31号館実験室において「第63回熱測定講習会 初心者のための熱分析の基礎と応用 ―熱分析の基礎と高分子・医薬品・食品・蛋白質への応用―」が開催されました。従来の高分子と医薬品における熱分析に加えて、複雑な混合系であります食品の熱分析の講義と、蛋白質の熱分析に関します講義と実習が行われました。

第1日目の午前中は木村隆良先生（近畿大学）に「DTA・DSCの基礎」と「TGの基礎」、午後からは西成勝成先生（大阪市立大学）に「食品の熱分析」の講義をお願いしました。熱分析機器テクニカルノウハウとして、熱分析機器メーカーによる解析例の提示の後、最後に神山匡先生（近畿大学）に「生体高分子の熱分析」の講義をしていただきました。

第2日目の午前中は米持悦生先生（東邦大学）に「医薬品の熱分析」、石切山一彦先生（東レリサーチセンター）に「高分子の熱分析」の講義をしていただきました。両日とも、各講師の丁寧かつ充実した講義に対して、全体質問も多くなされました。同日午後は熱分析装置を用いた実習を行いました。石切山一彦先生と米持悦生先生に実習講師をお願いし、高

分子材料のDSC測定、医薬品のDSCおよびTG-DTA測定についての実習を行いました。高分子と医薬品の実習は従来から行われてきたものでありますが、今回は新たに「生体高分子の熱分析の実習」として、神山匡先生に代表的な球状タンパク質の水における熱分析実習をお願いしました。

各実習の内容は、試料のサンプリングから測定およびデータ解析を一通り行うものでありますでしたが、講師の先生方には種々の工夫をしていただきまして、受講者に満足していただきました。また今回の生体高分子の熱分析ではDSCを用いましたが、講師、受講者からITCに関する需要が企業の現場で高まっているとの意見をいただきました。

今回の講習会には講義の参加者が26名、実習の参加者が21名と、前年度に比べて減少しました。不況により、企業の教育予算減少が影響されたものと考えられますが、各方面への告知の早期化、講習会開催の時期、曜日など検討すべき点があります。

最後になりましたが、今回の講習会にご協力いただきました講師の先生方、熱分析メーカー各位、事務局と受講者の皆様にはこの場をお借りしまして深く御礼申し上げます。

（企画幹事 藤澤雅夫）



## [レポート]

# 第45回熱測定討論会報告

### [全体について]

初秋の首都大学東京南大沢キャンパスにおいて、第45回熱測定討論会が、同大学の吉田博久教授を実行委員長として開催された。講演数はシンポジウムを含み口頭発表76件、ポスター発表61件であり、さらに3件の特別講演と1件の受賞講演があった。「環境・調和・エネルギー」と「ナノ材料・ナノ計測」のシンポジウム及び「ミニシンポジウム企業」の3つのシンポジウムが企画された。熱測定シニアの企画による日本熱測定学会市民公開講座が開催され多くの市民の参加があった。学会の今後の活動を考える上で重要な企画であったといえよう。また恒例となった「若手の会」も開催された。

会期中に日本熱測定学会通常総会が開催され、活動・会計状況が報告され、次年度の活動方針・予算が決定された。奨励賞の受賞式と名誉会員の推薦も行われた。

(第45回熱測定討論会実行委員会)

### [特別講演]

会期中、3件の特別講演が行われた。

1件目は、Anasys InstrumentsのVice President Kevin Kjoller氏による“Nano scale Thermal Analysis”が1日目の午前最後の講演として行われた。走査型プローブ顕微鏡(SPM)のナノスケール位置決め技術と広義のMEMSによるカンチレバー上の微小加熱源作成技術により、ナノスケールの軟化点計測技術とAFMと同様の方法で軟化点のマッピングが示された。SPMの応用としての本技術領域の過去の試みから現在に至る技術進歩、加熱源から試料への熱移動の空気の影響を含む解析、昇温速度、カンチレバーのクリーンアップの具体的方法等の説明があった。また、マクロの熱分析では比較的困難な、WeatheringによるPETの違いなど、広範囲の応用データが示された。技術の発展形態として、ラマン技術との組み合わせ、リファレンスをもち、カンチレバー温度の変化を観測するnano-DSCの可能性が示された。

SPMの発展形態の技術であると同時に熱分析技術でもある本技法は進歩途上の技術である。ナノスケールの熱分析技法の進化と本技法が新しい有益な分析手段としての地位を築くことを期待したい。(SIINT・寺本芳彦)

討論会第2日目の9月29日11:10～12:00に首都大学東京国際センター長の井上晴夫先生による「分子系ナノ包接環境と光機能発現」と題する2件目の特別講演が行われた。反応という手段で物質変換を実現するのが化学であり、今や数千



特別講演

万種類にも及ぶ化合物が自由自在に合成されているように思えるが、井上先生のお言葉をお借りすれば、思い通りの化合物を思い通りに作りあげることに我々はまだ確たる法則を得るまでに至っていない。たとえば不斉合成反応では実に巧妙に特別な結合を作ることができるように見えるが、プラスチック内の反応において我々がその反応素過程を思い通りに制御しているわけではない。井上先生は自然を理解し、自然を学び(真似び)、そして自然を超えるという広い視野から、分子系(分子でない)のナノ包接環境を設定し、そこで「反応場」、「反応空間」、「機能発現」に着目して主として光合成反応により、反応制御を試みて来られた。ナノ層状化合物に有機カチオンをインターカーレートして微小空間を作ることで特異な反応制御が可能であることなど、実例を挙げて素人にも分かり易く興味深いお話をされた。その背景には地味ではあるが本質的に重要な熱力学の役割があることも示唆された。(阿竹 徹)

3件目として、中澤康浩氏(大阪大学教授)による講演“緩和型熱測定による分子性化合物の強相関電子物性 — 超伝導、金属絶縁体転移、スピン液体 —”が3日目午後最初に行われた。年毎に興味深い発表をされており、纏まった形で背景思考を聞くことができるものと、多くの会員が待ち望んでいた。その意味で最終日の午後という設定をもったいなく予感していたが、多くの聴衆があり、期待通りの内容で素晴らしいものとなった。分子性導体である電荷移動塩の基本構造、測定に緩和法を用いる合理性、さらに系の振舞の多様性と面白さが語られた。芸術品にも見える研究成果の背景には、何でも完璧にやり遂げるという氏の性向だけではなく、

乗り移った感じで分子の特性と回り分子との遣り取りを把握する氏の理解と思考があることを認識した。超伝導体のギャップ構造、s型・d型の波動関数、相内電子特性の不均一性、化学的圧力印加、スピン液体、等の展開はその実証であり、一つの像として描かれている。また、微視的エネルギー準位を知る方法として、一般には分光法を思い描き易いが、分子・電子相関を問題とする系では熱測定、特に精密な熱測定が主要なものであることを理解させる、教育的で貴重な講演であった。(東工大・小國正晴)

### 【受賞講演】

会期最終日の午前に、奨励賞の受賞講演が行われた。本年度の奨励賞受賞講演は、物質・材料研究機構生体材料センターの川上巨作氏による「熱測定を利用した医薬品化合物の結晶/非晶質物理状態評価」であった。医薬品の溶解性・吸収性に大きな影響を及ぼす結晶多形転移現象の評価にDSCを利用した場合、観測される転移温度と熱力学転移温度にズレのある場合があること、さらにこのズレの評価には、温度変調DSCや溶媒媒介転移の利用が有効であることを明らかにした。また、非晶質医薬品の安定性の評価については、常用されているDSCではなく等温カロリメータを利用することにより、緩和課程の直接評価が可能であることを明らかにした。川上氏は、医薬品の効果は原薬の物理状態によって大きく影響を受けるため、結晶形・結晶性などの物理状態制御が重要であること。さらに、医薬品の評価手段として、熱分析は、感度の高さや測定手段の柔軟性から、最も有用な方法のひとつであると述べられた。川上氏の研究は、製薬企業での経験を生かした実用的な医薬品の評価に熱分析を駆使したものであり、応用研究として非常に有意義のものであった。(東邦大学・米持悦生)

### 【ミニシンポジウム 企業】

初日の午後に行われたこのセッションでは企業で扱っている実材料を対象とした4件の発表が行われた。いずれもこれまで本討論会ではほとんど発表されていない対象物であった。中村(資生堂リサーチセンター)はTG-MS, TG-IR測定によって、化粧品中のシリコーンパウダーなどこれまで難しかった有機粉末の定性・定量分析データが簡便に得られることを報告した。真鍋(住友電装)らは、PBT, PA6などの高分子材料の熱履歴推定法として、微分DSC曲線の立ち上がり温度から熱処理温度が、吸熱ピークトップ温度から熱処理時間を推定することが可能なことを示した。辻井(パーキンエルマージャパン)は大阪ガスおよび京都工繊大との連名で、1年以上にわたる温水用架橋ポリエチレン管の劣化の進行をDSCで測定し、温水による内表面の酸化劣化を簡便に把握できることを発表した。安井(パナソニックモバイルコミュニ

ケーションズ)らは鉛フリーはんだの凝固時のDSCと接続強度ばらつきへの影響を検討し、プリント基板のめっき層材質、はんだ付け条件による凝固時のDSC挙動のばらつきが落下衝撃強度に影響することを報告した。いずれの発表も熱分析の簡便性と有効性を確認したものであり、今後ともこのような発表が増えることを期待する。(リガク・岸 證)

### 【ミニシンポジウム 環境調和材料・エネルギー】

2日目の午前と午後A会場で開催された。発表件数は午前3件、午後4件であった。午前のうち2件はキーノート講演であり、初めに加藤先生から近年オゾンを始めとする光化学オキシダントの警報発令頻度が増加しているという事実が示された。また大気化学反応の理解のため大気中の物質のOHラジカルの反応性を直接測定する取り組みと装置について詳解された。次いで棟方先生から固体酸化物型燃料電池の低温作動化を目指した研究の報告があり、電極構造を三次元的に規則配列多孔(3DOM)化することで、電極中のガス拡散性が向上して反応過電圧を低減できるという結果が示された。一般講演では、先ず橋本から交流温度波を利用した可搬式で迅速測定が可能な熱伝導率測定法の提案があり、断熱材の施行現場での測定に有益とのことであった。笹島らは3DOM構造化したシリカー高分子コンポジット固体電解質膜の含水状態をDSCによって調べ、自由水がほぼなくなっているという結論を得た。古島らはリチウムイオン二次電池の正極の熱安定性をTPD-MSにより調べ、熱分解反応の活性化エネルギーを算出した。福井らは珪素含有ポリマーの熱分解により合成したSi-O-C複合材料をリチウム電池用電極に適用し、NMR測定の結果から複数のリチウム吸蔵サイトがあると報告した。また筆者らはリチウムイオン二次電池の正極の熱分析結果について個々の熱分解反応を分離する試みを紹介した。キーノート講演も含め全体中2件が燃料電池、3件がリチウム電池に関する研究であり、昨今の電池研究の注目度の高さが窺われた。(産総研・齋藤喜康)

### 【シンポジウム ナノ材料・ナノ計測】

シンポジウム「ナノ材料・ナノ計測」ではキーノート講演2件、一般講演7件が行われた。キーノート講演2件を含む前半の4件は高分子の結晶化に関するものであった。流動場や高圧状態となる実際の成型プロセスでの結晶化メカニズムを理解するための様々な試みや、結晶化誘導期の構造形成や延伸プロセスでのシシカバブの崩壊過程などナノスケールで起きる現象の解明について紹介された。また微量のステレオコンプレックス結晶が造剤剤としての振る舞うのではなくネットワーク構造を形成するために結晶化を促進していることや、非常に高速冷却すると従来には報告されていない新しい結晶化メカニズムの存在が示唆されるなどの新しい見解が

提案され、活発な議論が行われた。高分子球晶の融点分布測定と薄膜の軟化温度測定を nano-TA を用いて行った発表も行われた。詳細は割愛するがいずれもナノスケールでの熱測定の有効性が垣間見える興味深い発表であった。高分子の相分離構造に関する発表が3件行われた。ミクロ相分離構造やゴムブレンドのAFM計測から熱や疲労などによる構造変化や物性変化について興味深い結果が得られており、活発な議論が続いた。本シンポジウムによりナノ材料・ナノ計測において熱測定の重要性の認識がよりいっそう高まったものと思われる。(首都大学東京 山登正文)

### [有機高分子]

このセクションでは1日目に10件の発表があった。午前中は、DSCによる合成繊維の融解挙動から高分子結晶の特異性に関する研究、高分子球晶の高次構造の熱拡散率の絶対値と分布測定の有効性を示したミクロスケール熱拡散率測定に関する研究、TG-DTA-PIMSの開発とその有効性を実証した研究報告であった。午後は、ポリエチレンラメラ中の結晶とガラスに関する研究、メチルセルロースのゲル化に関する研究、オキサアルカノールおよびオキサアルカン酸の融解挙動からオキサアルキル鎖の融点低下効果を明らかにした研究、液晶物質BBOAの相挙動と熱容量に関する研究、棒状液晶分子である4'-アルキル-4-イソチオシアナートビフェニルの圧力下の相転移に関する研究、トルエンとメチル基重水素化物の熱容量測定に関する研究、2,6ジプロモトルエンとメチル基重水素化物の熱容量測定から部分水素化メチル基の配向秩序化に与える影響を明らかにした研究報告であった。いずれもセクション名にあった「有機・高分子」物質の熱測定に関する研究報告であったが、測定法に関する研究、物質の熱的性質に関する研究と非常に広範な内容であった。いずれの研究発表でも、活発な討論がなされた。(長崎大・飯島美夏)

### [熱測定基盤 (1)]

熱測定の基礎に関するセッションである。1日目午前中で開始時間がやや遅めに設定されており、3件の報告があった。1件目には、菅原、木村、小川(東京電機大)により、2成分溶液の高温高圧下における熱力学的性質を、高精度に測定するための装置開発をテーマとした研究報告がなされた。圧力は温度と並ぶ基本的熱力学量であり、熱力学的性質の温度圧力依存性は物質理解の基本である。発表者らのグループは測定装置を一度組み上げたが、安定性等に不満足な点があり、再度構造設計から検討し直して今回発表の装置を製作したとのことである。このような丁寧な研究に目を向けることは、非常に重要であることを忘れてはならない。2件目は、報告者のグループであるが、原田、八尾、猿山(京工繊大)による、ガラス転移への応用を目的とした、温度変調誘電測定

法の開発と測定結果の報告であった。ガラス転移温度域における、温度刺激に対する緩和時間の緩和という発想を実験的に検討し、肯定的な結果が得られた。その物理学的意味については今後の検討課題である。3件目は、阿部(産総研)による比熱容量の標準物質に関する検討報告であった。標準物質の重要性は言うまでもないことであるが、既定の標準物質には入手困難等の問題もあり、常に新たな標準物質の検討が必要である。本研究はそのような考え方に基づいたものである。阿竹氏(東工大)から出された、実験データを十分に生かして更に詳細な検討をというコメントは、この研究の重要性を示したものと報告者には感じられた。

(京都工繊大・猿山康夫)

### [熱測定基盤 (2)]

1日目午後3件の報告が行われた。澤田ら(メトラ・トレド)は光透過方式に画像観察機能を付加した自動融点測定方法を提案し、有色物質や発泡性物質でも信頼性の高いデータを簡便に得られることを示した。森川ら(東工大)は、赤外線カメラによる2次元熱分析法により高分子球晶生成の温度上昇を定量化するとともに、変調レーザー光を用いた温度場での結晶化の例を示した。続いて、森川らは、*n*-アルカンC<sub>23</sub>H<sub>48</sub>の回転相内のRV-RI転移が温度波を用いた熱拡散率測定により、鋭敏に検出されることをX線構造解析との比較から明らかにした。以上熱測定基盤では測定法と標準物質について計6件の討論が行われた。測定法のセッションが熱測定基盤としてより幅広く熱測定の基礎を討論する場となって数年が経過すると記憶する。より活発な研究報告と議論が進展することを期待してやまない。(東工大・森川淳子)

### [溶液液体 (1), (2)]

1日目の午前に行われた講演は、産総研・筑波大のグループによるイオン液体の低温熱容量に関する報告、東京電機大・東大物性研のグループによるメチルセルロース水溶液の熱容量と熱ゲル化に関する報告、群馬大のグループによる1,2-ヒドロキシステアリン酸溶液のゲル化と誘電分散測定に関する研究の3件の報告があった。いずれも実用されている材料やそのもととなる物質に関する基礎研究であり、興味深い内容であった。午後の3件はBritish Columbia大を中心とするグループによる講演であり、はじめの講演ではアセトンとアセトニトリル水溶液を扱っており、次の講演では2-butoxyethanolと水の系を扱っている。いずれも水溶液の基礎的で重要な特性が実験によって示された。最後の講演はイオン液体に関する講演であった。(神奈川大・西本右子)

### [溶液・液体 (3)]

このセッションでは、構造異性体間、光学異性体間、塩

水溶液とアルコール、蛋白質溶液とDNA溶液、の混合エンタルピーの精密測定をベースにした計4講演が行われた。 $\alpha$ - $m$ - $p$ -異性体間の混合過剰エンタルピーを16種のベンゼン置換体について、分子間相互作用の観点から系統的に整理・検討した発表、R体とS体の極性溶媒溶液の混合エンタルピーの溶媒依存性から溶媒効果と分子認識について検討した発表、古賀（共同研究者）の提案した1P-probe法を用い酢酸ナトリウム水溶液中のイオン周りの水和構造を議論した発表、低温ショック蛋白質と1本鎖DNAの結合性とその温度依存性を得られた熱力学量から明らかにした発表である。試料調整、データ解析とその解釈等について、活発な議論が行われた。（東京電機大・山室憲子）

### 【磁性・錯体（1）（2）】

2日目の午前と午後に行われたこのセッションでは、無機化合物や分子性化合物、電荷移動錯体の磁性に関する5件の発表と有機（超）伝導体の電子物性に関する2件の発表、および水を吸蔵する金属錯体の相挙動に関する1件の発表の合計8件の発表があった。緩和法や交流法による磁場下や圧力下での微小結晶試料の熱容量測定では、最近の物性物理におけるホットな話題の一つである量子スピ液体に関する話題や、低温側に超伝導転移、高温側に磁気相転移を示す初めての有機伝導体に関する発表など、興味深い内容が目押しであった。特に注目されたのは、 $S = 1$ 反強磁性ダイマー無機化合物の50 Tまでの超強磁場下での熱容量および磁気測定によるスピギャップ状態から磁気秩序状態へのクロスオーバーに関する発表で、非常にユニークな研究であり、発表後多くの活発な質問が飛び交うほど興奮を覚える発表内容であった。（阪大・宮崎裕司）



懇親会

### 【生体・医薬・食品】

本セッションでは、生命科学に関わる熱測定・熱力学の報告6件と、医薬品開発に関わる報告2件があった。生物は開放系・非平衡系であり、またその多重階層システムが本質を成すと考えられる。細胞内の個別反応の研究の解明が進むにつれ、明らかになる反応機構の精巧さに驚かされるが、逆に生命現象の全体はますます見えて来なくなる。現在あるすべてが40億年の生物進化の結果として、地球生態系の中において歴史的に自己組織化されてきたものであり、その文脈においてはじめて、個別化学物質の形成、反応も理解されるべきであることが生命科学の特質といえる。低温ショック蛋白質（城所ら）、LEA蛋白質（古木ら）、DNA-オリゴアルギニン凝集体形成（根木ら）の研究は、いずれも生物進化のkeyとなる課題に密接に関わっており、更なる展開が期待される。熱力学は、物質の変化・発展の普遍的原理を示すものである。ツメガエル発生熱測定（長野ら）は生物システム全体を熱力学的に捉えようとする試みであり、散逸構造維持についての発表（天谷）は生命現象理解のための原理的な貢献を示した。さらに、生物システムの熱力学的理解が持続可能な社会の実現に向けて示唆に富むものであることが示された（天谷）。医薬品開発関連では、包装化合物による医薬品の安定化（村上ら）、製剤における粉体混合の簡易測定法としての熱浸透率測定の実用（佐藤ら）が発表された。

（阪大・長野八久）

### 【金属・無機】

「金属・無機」のセッションでは、研究対象材料は多岐に渡っているものの、いずれも熱分析の重要性を示す発表がなされ、午前中は他会場の参加者が多かったためか10名程度の参加者であったが、午後は30名を超す参加があった。

まず原子力関係の材料に関する名古屋大、福井大の共同研究の講演があり制御棒材料、 $\text{HfH}_2$ の相図の提案および共晶塩の蒸気圧測定が報告された。日大からは熱分析の結果と高分解能放射光X線回折の結果を併用、低熱膨張材料の相転移について確実な知見を得たことが報告された。続いて $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ から $\text{GaN}$ を形成する反応機構を、TGを用いて解析した結果および反応モデルの提案が北大から報告された。首都大を中心とするグループからは金ナノ粒子の合成機構についてX線吸収測定と質量分析から解析した結果が報告され、焼成雰囲気による反応機構の相違および粒径への影響が示された。阪大、麻布大からはアンモニウム塩の相転移を量子力学の立場から解析を試みた野心的な研究が報告され、会場から多くの質問がなされた。東大を中心とするグループからは、新超伝導体 $\text{KO}_2\text{O}_8$ について熱容量測定と高分解能中性子回折測定を実施し、超伝導転移温度以下の相転移機構を検討した結果が報告された。最後にリラクサーと強誘電体の固溶体



ポスター会場

および水素吸蔵合金として注目されている金属ガラスの熱容量測定からの知見が東工大を中心とするグループから報告された。(日大・橋本拓也)

#### [ポスターセッション]

ポスターセッションは討論会第1日目の午後に奇数番号、第2日目の午後に偶数番号に分かれて計61件の発表が行われた。セッションの開始前から多数の参加者が集まり、熱のこもった議論が行われていた。発表内容の内訳は、基盤研究6件、液体・溶液11件、無機10件、有機7件、高分子19件、環境・生体・医薬・食品8件であった。また、研究に使われている装置としてはDSCが21件(内TMDSCが5件)で圧倒的に多く、TGが7件(内TG-DTAが4件)、緩和型熱量計、微小熱量計、等温滴定型熱量計(ITC)、X線等がそれぞれ4件となっている。中には、これらの測定手を組み合わせた同時複合測定もあった。

恒例のポスター賞「芙蓉賞」には、第1日目：P21 木村友泰他(広島大院)「炭酸カルシウム多形の選択的合成と熱的挙動」と第2日目：P56 菊池達朗他(首都大院)「Poly(4-methyl-1-pentene)の結晶化挙動」が選ばれ、第2日目の夕方に開催された懇親会の席上で表彰状の授与が行われた。今回の討論会では、前回と同様に審査委員による選考が行われたが、今後もこのポスター賞が若手研究者の啓発や学会の発展につながることを期待したい。(東京都市大・飯島正徳)

#### [若手の会]

若手の会は大学から企業まで幅広い若手参加者間の交流を得ることを目的として20名程度の参加者と10件程度のポスター発表を行った。今回は世話人である私の確認漏れにより当日までポスターセッションを行うことが伝わっておらず皆様にご迷惑をかけたことをお詫びします。また、急な案内にも関わらずポスターを掲示して頂いた皆様にこの場を借りてお礼を申し上げます。上記の様に急な展開となってしまったが、1時間強という短い時間の中でポスター発表と共に活発

な議論もすすみ有意義な時間であった。

私自身は今回で6,7回目の参加であるが、回数を重ねる毎に知り合いが増えていくことを実感する。こうしたことが学会へ足を向けやすくするものであると思うので、今後とも若手の会がその役割を果たし続けていくものであると期待している。最後に、今回の若手の会の準備・運営にあたり首都大学吉田研究室の吉田先生をはじめ学生の皆様に多分な協力を頂いたことをこの場を借りて感謝いたします。

(若手の会世話人 山田 武)

#### [シニアの会企画 市民公開講座]

学会活動の内容を広く社会的に知ってもらうため、市民公開講座「熱エネルギーを考える一快適な環境を目指して」を実施した。開催は初日9月28日13:30~15:30に12号館104教室で行った。まず、開会挨拶は、吉田博久実行委員長から「熱の世界への招待」の題目で、首都大学東京の紹介、熱測定の意味と歴史、熱力学第1法則と第2法則などの簡単な紹介が行われた。ついで、(株)リガクの岸証氏から「私達の日常生活と熱・温度の関わりー省エネ・エコから研究開発まで」の題目で、正体がわかりにくい「熱」と上手に付き合うために大切な熱の伝わり方(3種類)を日常生活のわかりやすい事例で基礎説明、身近な例から熱の伝え方と逃がし方をエコガラス、半導体素子などで説明、チョコレートの熱分析例などが紹介された。最後に、日本女子大学の多屋淑子教授から「宇宙船内服開発と熱・温度」で、研究に至る経緯、宇宙船外服の仕組み、宇宙船内服の研究と開発成果(衣服素材の開発、パターン、縫い目のない縫製技術など)が地上での高齢者・障害者・病人の生活などにも応用できることが紹介された。参加者は83名にのぼり、終始真剣にPPTを見ながらメモをとる人が目立ち、大変に盛況であった。

(藤枝修子)



市民公開講座



## 【レポート】

6th International Discussion Meeting on Relaxations  
in Complex Systems (6IDMRCS)

ローマの空港に着くと、鼻の先に湿った空気と熱気の手厚い歓迎を受けた。空港内に標識は少なく、日本のうらさいほどの標識が海外訪問者の負担を軽くしている、と感じた。ローマ中心部までの地下鉄では、駅員は英語が通じず、乗換の駅を聞き取るのに一苦労した。ローマの中心に位置するテルミニ駅は、イタリア各地への急行列車が発着する大きな駅で、多くの人々が急ぎ足で行き来する。駅構内は、現代的できらびやかな衣服や本や食料品店が並ぶが、外壁はシンプルで色彩感もなく、ムッソリーニ時代の香り漂う作りが覆い、新旧混然とした町の縮図を表していた。テルミニ駅からは二駅でコロッセオなどローマ帝国の遺跡を訪れることができ、紀元前の時間が直ぐ側に伸びている。

会場であるローマ・サビエンツァ大学までバスを利用する。乗車券は、1ユーロ（約130円）で、75分以内乗降自由、バス以外にもメトロや路面電車も同時に利用可能で、日本の交通機関に比べ、格段に安い。その分、サービスは低い。バス内で次のバス停のアナウンスや表示はほとんどなく、初日は降りるべき場所を人に尋ねて確認するしかなかった。英語は通じなかったが、近くの人に停車場を書いた地図を示すと、快く教えてくれた。翌日、同じバスを利用して大変驚いた。全く別の経路を通して、大学の前に停車し、筆者を困惑させた。乗客の数が運転手に文句を言っていたが、半数は涼しい顔をしていた。イタリア人のおおらかさを肌で感じる体験であった。

6IDMRCSは8月30日から9月4日までの6日間、多くは5会場同時進行の形で開催された。この国際討論会は1990年以來3～4年毎に、Ngai博士(米国海軍研究所)を中心にヨーロッパ各地で開催され、緩和現象に関するあらゆる分野の研究者が集まる場となっている。5会場のうち一番大きな1会

場を除いて冷房設備が無く、蒸し暑い教室で汗をたらたらと流しながらのエコを重視した、健康的な会場であった。参加者は700名以上（日本から40名程度）、30分の口頭発表は1名1発表に限られ、口頭発表330件、ポスター発表310件に登った。ポスター発表に対して、特定の時間が割り当てられず、貼ったままで、e-mail等での情報交換・討論が推奨されたのは残念であった。

討論会では、本会元会長阿竹徹氏の東工大定年をお祝いし、氏の複雑系・緩和現象の研究への貢献を称える特別セッションがSchick氏（Rostock大学）と小國を組織委員として設けられた。口頭発表はすべてが招待講演で21件、ポスター発表は10件あった。今日の課題と熱測定役割を提示したAngell氏の講演に始まり、計算、光散乱、X線構造解析、誘電・力学緩和、NMR、熱測定等を用いた報告があった。対象は、分子性液体、高分子、セラミクス、金属等多岐に亘った。中澤氏のスピン液体、Schick氏のチップ熱量計を用いた結晶化の研究など、熱測定の有効性を如実に示す幾多の報告は印象的であった。阿竹氏が講演の最後を飾った。氏の出生から始まり、数々の立派な研究の足跡が述べられ、満場の称讃を浴びた。最後に、Schick氏から、阿竹氏の貢献を称え、セッション開催を記念する楯が贈られた。セッション終了の夜には、35名が参加して、レストランStella Marisで懇親会が開催された。筆者は、予定参加者数超過の件から店主と話を始めたが、「イタリアーノを出せ」との一言で、全く役立たずに終わった。幸い、イタリアから参加いただいたTombari氏のお陰で、料理は難なく出された。懇親会は、大いに盛り上がり、Ngai氏の得意の喉によるイタリアの歌で締め括られた。

（東京工業大学 渡辺 啓介、小國 正晴）



## 【レポート】

## 2009年NATAS (North American Thermal Analysis Society) 年会報告

第37回 Annual Conference of NATAS (北米熱測定連合) は2009年9月20日-23日の間、テキサス工科大学を中心とした学園都市である米国テキサス州ラボックにて開催された。会場は、ベースとなるHoliday Inn ホテルから歩いて1分のLubbock Memorial Civic Centerであった。初日20日は18時のウエルカムレセプションを兼ねたポスターセッションで幕開けとなった。2日目からは、例年通り朝8時からの招待講演・受賞講演に続き、以下の17のセッションに分かれてオーラルセッションが開催された。Advances in Instrumentation and Methods (17件), Amorphous Materials and Phases (11件), Biopolymers, Biomaterials, and Food Science (20件), Combustion (14件), Elastomers (5件), Energetics and Hazards (37件), Fast Scan and Modulated DSC (10件), Inorganic Materials, Nanoporous Materials and Ceramics (8件), Kinetics (29件), Molecular Modeling of Thermal Properties (7件), Nanocalorimetry and Local Thermal Analysis (18件), Nanocomposites (12件), Rheology (21件), Semicrystalline Polymers: Honorary Session for Vicent Mathot (13件), Thermal Conductivity (6件), Thermosets (7件), Ultrathin Films, Nanoconfinement, and Surfaces (12件)。Energeticsは例年発表件数が多く、今年も3日間にわたった。

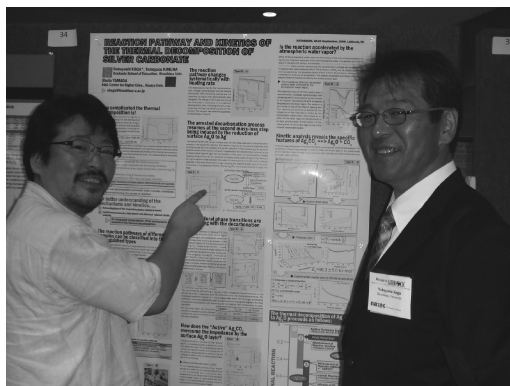
Advances in Instrumentation and Methodsセッションでは、招待講演者として古賀信吉教授 (広島大学)、津越敬寿博士 (産総研)、Mei-Han Wang博士 (東京工芸大) が講演した。古賀教授は「Controlled Rate EGA-TG and Humidity Controlled TG as applied to Thermal Decomposition of

Inorganic Solids」と題し、無機固体の熱分解における雰囲気と試料表面の反応に焦点を絞った。特に自生雰囲気の影響も考慮しなければならないCO<sub>2</sub>とH<sub>2</sub>Oの共存下での炭酸塩の分解は、両者の競合反応となり、空気中のCO<sub>2</sub>とH<sub>2</sub>Oがそれぞれ反応を抑制したり促進したりすることを示した。津越博士は、スキーマインタフェースを用いたIA-QMSを用いた自作EGA装置の応用とその改良、Wang博士は高温X線反射率測定 (XRR) と高温X線回折 (XRD) の有機ELへの応用を講演し、活発な質疑応答がなされた。他にもDSCとTMAを用いた多層薄膜の分析から水分計のための標準試料にいたるまで、多岐にわたる話題が提供された。なお、他のセッションでは、Energeticsで吉野氏 (横浜国大 三宅研)、Kineticsで古賀氏 (広島大学) および大久保氏 (エスアイアイナノテクノロジー) の発表があった。

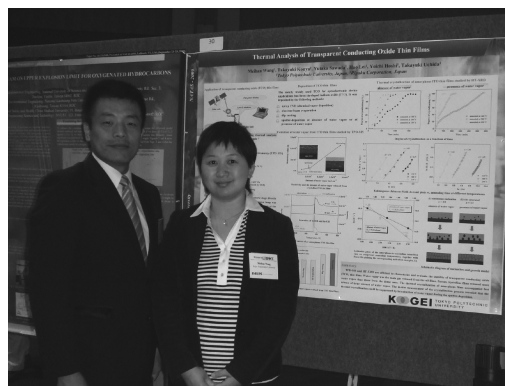
NATASのMettler-Toledo賞はFlorida State大学のProf Rufina G. Alamo (演題「Quiescent Crystallization of Model Poly (propylenes) :Role of Defect Microstructures」) に、Netzsch-NATAS FellowはDr. Roger G. Blaine (元TA Instruments) とDr. David E.G. Jones (名誉研究員, Canadian Explosives Research Laboratory) に授与された。また、2日目の夜は、要旨集の表紙を飾った地元 Cap Rock Wineryの見学を兼ねたReceptionパーティーがおしゃれに開催された。

第38回年会は2010年8月15-18日、ペンシルバニア州フィラデルフィアのUniversity of PennsylvaniaのHouston Hallでの開催が決まっている。(http://www.natasinfo.org/)

(ソニー湘北短大 小棹 理子)



ポスター発表の古賀教授 (右, 広島大) と津越博士 (左, 産総研)



ポスター発表のMeihan Wang博士 (右, 工芸大) とご主人のHao Lei博士 (工芸大)