

【レポート】

「第7回熱分析基礎講座：
DSCとTG-DTAの講義と演習」開催報告

2012年6月26日(火)に、首都大学東京秋葉原キャンパスの会議室において「第7回熱分析基礎講座：DSCとTG-DTAの講義と演習 - 信頼性の高い測定のために -」が開催された。本講座は、研究や開発の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・技術を習得してもらうことを目的に、年に一度、標準化作業グループが企画している。今回も、これまで好評をいただいているDSCとTG-DTAをテーマとして取り上げ、7名の方に参加いただいた。

基礎講座は午前10時から午後5時までの一日間のスケジュールで、午前は40分の講義を3講、昼食休憩をはさんで、午後は90分の演習を2講実施した。はじめに首都大学東京の吉田先生により、本学会紹介も兼ねた開会の挨拶をいただき、引き続き吉田先生により「熱分析の基礎」の講義が行われた。「熱分析の基礎」では、熱分析の定義や一般的に使用される温度プログラム、結果の解釈の際に有用な熱力学の法則、DSCを使用した場合の結晶多形を有する場合の相の安定性の確認法やTG-DTAを使用した速度論的解析などについて説明が行われた。次に産総研計測標準研究部門の阿部氏により「DSCの測定原理と解析法」の講義が行われ、DSCの定義や測定原理、DSC測定で検出できる主な現象、DSC測定でのベースラインやピーク面積及びピーク高さの意味、DSCに関する日本工業規格(JIS)の測定条件の比較および各JISで紹介されている代表的な解析方法、一般的な試料容器やDSC測定で使用される標準物質などの説明が行われた。午前中最後には、神奈川大学の西本先生により「TG-DTAの測定原理と解析法」の講義が行われ、TGの定義や測定原理、各種TG装置の名称と構造、校正に対する注意事項や、温度校正方法や実際の校正に用いる相転移温度の昇温速度依存性、TG信号の校正法、一般的なTG測定条件や測定時の注意事項、熱分析に関するJISの紹介やTGを用いた速度論解析や複合熱分析による発生気体分析などの説明が行われた。



熱分析基礎講座の受講風景

昼食休憩をはさんで午後には演習が行われた。まず、産総研の清水が「DSCの校正」に関する演習を行った。DSCに校正が必要な理由や校正時の注意事項、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。午前の講義や演習前半の説明に基づき、DSC校正を行う際に注意すべき点や純金属等の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。次に西本



熱分析基礎講座の講義風景

先生により「TG-DTAの校正」に関する演習が行われた。TG-DTAの校正時の注意点や測定条件の違いによる実際の測定結果の変化の実例の紹介、TGに関する規格の紹介などの説明と実際のTG曲線から温度や質量減少の読み取りといった演習をおりまぜながらすすめられた。演習問題としては、DSCやTG-DTAの校正に関する一般的な注意事項および実測データの解析を設定している。特に後者では、普段はコンピュータ上でほぼ自動で行われている解析を自分の手を動かして行うことにより、具体的な操作手順や解析時の注意点を理解してもらうことを期待している。最後に今回の講座の内容や日頃の業務に関する質問の受け付けを含めた全体討議および総括を行い、午前中講義のみを受講された1名を除く6名全員に演習課題答案を提出してもらい、本講座を終了した。

最後に今回の講座にご協力いただいた学会事務局、講師の先生方、会場をご提供いただきました首都大学東京の関係者の皆様、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。(標準化作業グループ 清水 由隆)

第69回熱測定講習会開催報告

本学会主催による第69回熱測定講習会が2012年8月30日(木)、31日(金)に京都府立大学で開催された。1日目は講義、2日目は実習と同協力熱分析機器メーカー関係者による熱分析技術の紹介「テクニカルノウハウ」という内容で実施した。開催当日は、企業や大学、公的試験研究機関から、主に西日本の広い地域から延べ27名の方々が参加された。

1日目の講義は当学合同講義棟2階講義室で5科目各70分の設定で行われ、名古屋市工業研究所の小田(筆者)による挨拶と受講生への注意事項伝達に続いて始まった。最初の講義は「化学熱力学の基礎」と題し、大阪大学の長野八久先生より、熱力学法則の普遍性、溶解現象などの反応系、多成分系の相図等の例示を通じて、熱力学の諸法則と関連事項を分かり易くご説明下さった。次いで京都工芸繊維大学の猿山靖夫先生(本学会会長)からは「高分子の熱分析」と題し、高分子独自の物理化学的性状から多重融解、ガラス転移や温度変調法による熱分析を、DSCによる測定データの解釈を軸に分かり易く講義されていた。

昼休みを挟んだ午後は、「無機系材料の熱分析」と題した湘北短期大学の小棹理子先生からの講義に始まり、DTAやTGの装置原理、表題関連のJIS規格から速度論解析・熱分解・耐熱性評価等品質管理に関わる応用までご説明下さった。次に、東邦大学の米持悦生先生からは「医薬品の熱分析」と題して、原薬の物理化学的性質や製剤の安定性・溶

解速度の評価等、熱測定による製剤設計への応用例を通じた実践的な講義が行われた。1日目の最後の「生体分子（蛋白質）の熱分析」と題した大阪大学の内山進先生からの講義では、蛋白質溶液用 DSC と ITC（等温滴定熱量計）の装置原理から蛋白質の構造と熱変性や分子間相互作用まで、丁寧に説明下さった。

尚、休憩時間では多くの受講生から講師へ盛んに個別質問されており、受講生の熱測定への関心の高さが窺われた一方、質問者に比して時間が短かったようである。

2日目は、当学1号館の1階と2階の実験室2室で行い、実習2課題を挟んで「テクニカルノウハウ」を前半と後半に分けるという設定で進めた。即ち午前中がテクニカルノウハウ3件に続き実習1課題目、昼休みを挟んで午後が実習2課題目に続きテクニカルノウハウ3件という時間編成で進めた。

実習は、高分子、医薬品、無機系材料、生体分子の各熱分析の延べ4課題中、受講生の選んだ2課題に取り組む形で行われた。1課題115分で、実習参加の受講生は21名であった。特に希望人数の多かった実習課題では熱分析装置ごとにグループ分けする形で、1グループ当たり3〜4名と密度の高い実習を進めることができた。

「高分子の熱分析」では、猿山先生と東レリサーチセンターの石切山一彦先生の指導の下、ティー・エー・インストルメント・ジャパン（DSC）、パーキンエルマージャパン（DSC）及び日本サーマルコンサルティング（局所熱分析装置）の3社のご協力により、飲料用 PET ボトルの各部位から切り出した試料を用いて、ボトルの製造過程における各部位の熱履歴の相違がガラス転移や結晶化の発現に及ぼす影響を、DSC 測定から調べる実習に加え、更に ABS など非相溶性ブレンド樹脂の相分離した各所での熱特性の違いを局所熱分析の実習からご体験頂いた。「医薬品の熱分析」では、米持先生の指導の下、リガク（TG-DTA）、島津製作所（DSC）、SII ナノテクノロジー（DSC）の3社のご協力により、カルバマゼピン等を試料として医薬品原剤の結晶多形の DSC 測定と同水和物の脱離過程の TG-DTA 測定を行い、原剤性状や製剤設計に関する熱分析法をご修得頂いた。「無機系材料の熱分析」では、筆者の下、メトラ・トレドとブルカーAXS 両社のご協力により、DSC を用いた硝酸塩の固相転移の観測を通じて物質の相変化に関する熱分析法をご体得頂いた。「生体分子の熱分析」では、京都府立大学の織田昌幸先生の指導の下、GE ヘルスケアジャパン（DSC）とティー・エー・インストルメント・ジャパン（ITC）両社のご協力により、DSC 測定による抗体試料の熱安定性評価と ITC 測定を通じた抗原相互作用の解析法をご修得頂いた。



実習風景

メーカーの担当者の方々には、各課題について装置の扱い方や注意点、試料調製法のノウハウやデータの解析を含めた実習説明のご協力に併せ、テクニカルノウハウのご講演の場も含めて各社独自の熱分析技術をご紹介下さった。特に普段の実務に即した熱分析課題を選んだ受講生には、本講習会が実験上のノウハウやデータ解析に関する理解を更に深める良い機会になれば幸いである。一方、平素の実務とは異なる課題を選んだ受講生には、熱測定の応用範囲が広汎な点を認識して下さい、自ら携わっている実務内容を軸に知見を広げていく良い機会になればと願いたい。個別質問と同様、実習の機会も活発な討論が行われ、総じて受講生の熱測定に関する意識が高く、主催者として緊張感を持って運営に携わることができた点に企画幹事一同感謝している。但し、個別質問の設定が時間的に不十分だった点と、2日目の当日配布資料の周知が不徹底だった点については主に運営に携わった筆者の不善によるものとご容赦いただきたく、次回以降の当講習会の運営では改善されることを願いたい。

最後に、会場関係で多大なご協力を頂いた織田昌幸先生、生命環境科学研究科大学院生の田中君と元木さん、同研究室の学生諸氏をはじめ、特段繁忙な時期の中、講義・実習のご担当・ご協力を快諾下さった先生方、機器メーカー関係者方、及び準備に際し助言を下された学会事務局におかれては、この場を借りて厚く謝意を表する。

（企画幹事 小田 究）

第50回熱測定ワークショップ開催報告

9月13日に横浜市立大学鶴見キャンパスにおいて、等温滴定熱量測定（ITC）の解析に重点をおいた第50回熱測定ワークショップを開催した。ITCは装置の高感度化および測定に必要な試料の少量化に伴って、蛋白質を標的とした創薬において幅広く利用されるようになってきた。簡便にデータが得られるようになってきた一方で、解析データの正確な解析や誤差評価についてはまだまだ未開発の部分が多いのが現状である。そうした状況のもと、近年、NIHのSchuck博士を中心に分子間相互作用解析プログラム SEDPHAT が開発され、精度が高く確実な解析手法の開発が大幅に進みつつある。



第50回熱測定ワークショップの様子

そこで、今回、Schuck博士を中心に NIH から3名テキサス大学から1名、プログラム開発を進めている研究者を講師として日本に招き、ワークショップを開催した。米国からの参加者1名、スウェーデンからの参加者1名、および

台湾からの参加者 2 名、の海外からの参加者 4 名を含め、全部で 30 名の参加者があった。午前中にミニシンポジウムを設け、長岡技術科学大学の城所俊一博士から 2 段階結合モデルを中心とした解析方法、東京大学医科学研究所の津本浩平研究室の Caaveiro 博士から低分子創薬での利用、およびテキサス大学の Brautigam 博士から SEDPHAT を用いたベースラインの正確な設定による正確な解析方法、について最新の研究成果が発表された。

午後は全員がラップトップ PC を用いての SEDPHAT の講習会が行われた。

シンポジウムおよび講習会を含めワークショップは全て英語での進行であり、SEDPHAT ワークショップとしても初めてのアジア地域での開催であったが、終始活気があり、参加者も最先端の解析を習得するといった目に見える成果をあげるなど、成功裏に終わった。(企画幹事 内山 進)

第 22 回 ICCT(International Conference on Chemical Thermodynamics) 会議報告

第 22 回の ICCT が 2012 年 8 月 5 日から 10 日の日程で、ブラジル、リオデジャネイロ州のブジオスで行われた。日本から見れば地球の裏側、真冬のブラジルでの開催だったが、学会関係の先生を中心に 15 名程度の参加があった。前回の 2010 年の ICCT は、昨年残念ながらご逝去された阿竹徹先生が代表となり、筑波国際会議場で開催された。天皇皇后両陛下のご臨席を賜り、本学会の全面的な協力のもとで行われたことは会員の皆様の記憶に新しいのではないかと思います。その会議のインパクトの強さと、日本の基礎研究への理解の高さは、冒頭のオープニングセレモニーでも IACT 会長の A. Goodwin 先生から指摘されていた。2 年たった今回は、UNICAMP, Brazil の Watson Loh 先生が代表をつとめ、南半球で、初めての開催となる。また第 67 回の Calorimetry Conference とのジョイント開催のかたちになり、こちらも北米を離れ初めて南半球で初開催ということになる。ブラジルは大きな国土と約 2 億の人口（ともに世界 5 位）をもつ大国で、21 世紀に入り大きく経済発展している国である。科学技術に関わる人材育成も国をあげて取り組んでおり、大量の理工系留学生の海外派遣も計画されている。当然、エネルギーや熱の科学、熱測定技術にも強い関心が寄せられており、オープニングセレモニーの後の Carlos Henrique de Brito Cruz 先生の講演ではブラジルにおけるガソリンとエタノールの併用、バイオマスの利用の現状や問題点、将来展望などが紹介された。

会議は、毎朝、異なったテーマで行われる plenary レクチャーの後、Biothermodynamics, Ionic liquids, Thermodynamics of Materials, Energetics and Database, Phase equilibria, Energy, Modeling and Simulations, Thermal Studies of Phase Transitions, Pharmaceuticals, Drug Development のセッションにわかれて 5 日間、活発な議論がなされた。会期中の 9 日には、IACT, CalCon のボードメンバーであり、また故阿竹先生の友人でもあるフランスの Blaise Pascal 大学の J.-P. E. Grolier 先生が中心になり“New Development of Thermal Analysis and Calorimetry including High Temperature and Pressure”という内容で阿竹先生の追悼セッションが行われた。阿竹先生と交流のあった世界の研究者が集まり、高圧、高温など難しい条件下での開発も含めた、様々な熱測定手法の開発、装置開発に関する報告が行われた。半日のセッションだったが 20 分講演が 7 件あり、各講演者が、阿竹先生との思い出なども紹介しながら講演された。先生の人間的な魅力、熱測定にかける情熱をしのぶことができ

た。日本からは、筑波大学の齋藤先生が断熱型熱測定の日における現状と阿竹先生の貢献について報告され、東工大の川路先生が 3 ω 法による熱測定開発について、中澤は緩和法や微小試料での圧力下熱測定について講演した。またセッション関連分野のポスター発表も第 2 日目の夜 (17:40-19:30) に行われ、どのポスターの前でも活発な議論がなされていた。

ICCT ではセッションの初日の朝に、Rossini レクチャーが行われる。今回の講師は、North Carolina 州立大の K. E. Gubbins 先生であり、ナノ空間での凝集相の構造形成に関するレクチャーであった。また会議冒頭で、次回の Rossini レクチャーは NIST の Michael Frenkel 先生に決まったことも報告された。Calorimetry Conference の Huffmann 賞はドイツの Wittenberg 大学の Alfred Blume 教授、J. M. Christensen 賞はバイオカロリーメトリー分野で活躍されている Makhatadze 博士がそれぞれ受賞された。また、会期中のビジネスミーティングで筑波大学の齋藤一弥先生が Board メンバーに選出された。



会議会場の正面玄関でとった参加者の集合写真



阿竹先生追悼セッションで挨拶される J.-P. E. Grolier 先生

ブジオスの町は、大都市リオデジャネイロから東方に 190 km 離れた大西洋につきでた小さい半島にある。日本の観光ガイドなどにも殆ど掲載のないところである。我々が目にするブラジルの地図では殆どリオデジャネイロの一部に見えるが、日本でいえば東京 - 静岡程度の距離である。もともとの豊かな漁師まちであるが、現在は、美しいビーチをもつ保養地として観光客がリゾートに訪れており、南半球の冬にあたる 8 月でも 15~27 °C くらいであり、真夏の日本と比べると非常に快適な気候であった。美しい景観と治安の良さが魅力であり、最近度々、国際会議が開催されるようである。昼間に営業していないレストランが夜

20:00 を過ぎると急に繁盛しだし、夜の 24:00 を過ぎても人通りがあるような場所であった。現地、実行委員会の取り計らいでゆったりとしたプログラムの中で充実した 5 日間を過ごすことができた。最終日の空港への輸送が急なストライキのため 2 時間繰り上がるなどのトラブルもあり、あらためて外国では何がおこるか分からないことも感じた。

2014 年の第 23 回の ICCT は、アフリカ大陸に渡り南アフリカで開催される。また来年の 68 回目の Calorimetry Conference は北米に戻りアメリカ東海岸で行われることが決定しているので最後にご報告しておきたい。

(大阪大学 中澤 康浩)

北米熱測定学会 (NATAS) 報告 —小棹理子先生, NATAS Fellow 受賞—

第 40 回北米熱測定学会 (North American Thermal Analysis Society) が 2012 年 8 月 12 日 (日) ~15 日 (水) に米国フロリダ州オーランドの Buena Vista Palace Hotel & Spa において開催された。会場のホテルは、ウォルト・ディズニー・ワールド・リゾートに隣接しており、会議もリラックスした雰囲気で行われた。本学会からは、小棹理子先生 (ソニー湘北短大)、澤田豊先生 (東京工芸大)、西本右子先生 (神奈川大学)、津越敬寿氏 (産総研)、と筆者の 5 名が参加した。

初日は、夕方に Opening Reception とポスターセッションがあり、口頭発表は 2 日目からの 3 日間にわたり、4 セッションが同時進行する形式で行われた。発表数は、総数 215 件 (招待講演 22 件、ポスター発表 48 件) であり、ポスターセッションを含めて以下の 20 セッション () 内は発表件数) に分かれていた。

- Advances in Instrumentation and Methods (11 件)
- Biomaterials/ Bio-inspired Materials (7 件)
- Crystalline, Liquid Crystalline, and Semi-Crystalline Materials (9 件)
- Energetic Materials and thermal Hazards (18 件)
- Fast Scanning and Nanocalorimetry (9 件)
- General Poster Session (32 件)
- Glasses and Amorphous Materials (8 件)
- Honorary Session for Bernhard Wunderlich (17 件)
- Kinetics (9 件)
- Localized Thermal Analysis (7 件)
- Pharmaceuticals (7 件)
- Polymer Nanoconposites and Hybrid Materials (8 件)
- Polymer Stability, Degradation and Flammability (11 件)
- Professional Enhancement (3 件)
- Rheology and Viscoelasticity (7 件)
- Simultaneous and Combined Techniques (7 件)
- Student Poster Session (16 件)
- Thermal Transport and Conductivity (11 件)
- Thermosetting Materials (7 件)
- Ultrathin Films, Nanoconfinement, and Surfaces (11 件)

セッション数が多く、かつ熱物性、伝熱分野の領域までカバーするような内容も含まれており、充実した発表が伺える。本学会からの参加者は、小棹先生が世話役を務める Advances in Instrumentation and Methods のセッションで発表を行った。

3 日目の 14 日の夜、会場であるホテル内のホールで Banquet と NATAS 2012 Award の授賞式が行われ、小棹先生が日本人で初の NATAS Fellow を受賞された。NATAS Fellow とは、'The NATAS Fellows Award recognizes a history

of distinguished scientific achievement, a significant technological accomplishment, and/or outstanding scholarship in the field of thermal analysis. All NATAS members are eligible.', 長年にわたり、熱分析の分野において科学的な業績、技術的に高度な達成、卓越した学識を示した NATAS 会員に対して与えられる、大変名誉な賞である。小棹先生には、今後も益々のご活躍をお祈り申し上げると共に、長年のご功績をたたえ、栄えあるこの度の受賞を心からお祝い申し上げます。

バンケット終了後に、NATAS40 周年と NETZSCH50 周年祝賀会が同ホテルの高層階で開催された。会場では、シャンパンとデザート、生演奏が振る舞われ、窓からはディズニー・ランドの花火を見ることができて、参加者は十分に楽しむことができた。宴もたけなわ、という頃に、NATAS の学会歌? が生演奏とともに歌われ始め、参加者の中には踊り始める人もいた。'NATAS~, NATAS~ !!' とみんなで陽気に歌う姿は、この学会の仲の良さを感じさせ、とても印象的だった。



NATAS Fellow 表彰盾



Banquet の様子。

前右から小棹先生、西本先生、阿部、中央奥が津越氏

初めて参加した NATAS であったが、想像していたよりもみなさんフレンドリーで打ち解けやすく、かつ発表内容も豊富で充実しており、もう一度参加したい会議のひとつとなった。

本学会も、2013 年に創設 40 周年を迎え、2014 年の討論会時には、討論会開催 50 回と合わせて、記念行事が計画されている。NATAS の学会歌? に魅せられた本学会参加者の間では、創設記念として学会歌を作り、みんなで合唱するのも悪くないという話題になった。是非この場をお借りして、ご提案したい。(産業技術総合研究所 阿部陽香)