

レポ<sup>o</sup>ート

## 第 70 回熱測定講習会開催報告

本学会主催による第 70 回熱測定講習会(初心者のための熱分析の基礎と応用)が、2013 年 2 月 27 日(水)、28 日(木)に早稲田大学西早稲田キャンパス 62W 号館 1 階大会議室・56 号館 0403 実験室で開催されました。1 日目午前・午後と 2 日目の午前前半、午後後半に講義、午前後半と午後前半に実習という 2 日間のプログラムでした。企業および大学から受講生 25 人(実習 20 人)の方々に参加いただきました。今回は初心者の方々に基礎的なことを理解いただけるような講義内容にすること、実習対象材料は高分子と医薬品のいずれか一つを選択いただき、実習をじっくりやっていただけ配慮しました。

1 日目午前中の最初は、首都大学東京の吉田博久先生から「熱分析の基礎その 1 熱分析を行うために必要な基礎知識」と題した講義をしていただきました。講義の内容は、熱測定と熱分析、熱・温度・熱容量、エンタルピー・エントロピー・ギブスエネルギー、相転移・相図、ガラス転移・緩和現象、DSC の標準物質からなる基礎的なものでした。午前中の後半には、リガクの有井忠氏から「熱分析の基礎その 2 TG, TG-DTA の原理、何がわかるか、注意点」が、また午後前半には日立ハイテクサイエンスの市村裕氏から「熱分析の基礎その 3 DSC, DTA の原理、何がわかるか、注意点」が講義されました。メーカーを代表する二人の講師からは、装置の原理、測定条件の違いによる影響、測定上の注意点、測定データの読み方などが実例を交えながら具体的に紹介されました。午後後半には、神奈川大学の西本右子先生から「熱分析の基礎その 4 装置の校正」と題した講義が行われました。熱分析では温度やエネルギー校正を定期的に行うことが不可欠ですが、それに用いる標準物質とその供給機関、校正時の測定条件や注意点、測定データが示されました。

2 日目の実習のための予備講義と実習は、早稲田大学山崎淳司先生のご尽力で 56 号館 4 階の広い学生実験室で行うことができました。実習対象材料に高分子を選択された方々には、東レリサーチセンターの石切山一彦氏から「高分子の熱分析」と題して、高分子の DSC, TG 測定でどんなことがわかるか、測定上の注意点、関連する JIS 規格の紹介などが行われました。実習対象材料に医薬品を選択された方々には、東邦大学の米持悦生先生から「医薬品の熱分析」と題して、熱分析・熱測定の製剤設計への応用のための医薬品原薬の物理化学的性質の評価、処方設計のための医薬品製剤の安定性評価、医薬品の溶解性の予測などが講義されました。

実習には DSC 5 台、TG-DTA・TG-DSC 計 2 台を使用しました。高分子を選択された方々は、午前中後半は DSC を、午後前半は TG-DTA または TG-DSC の測定を計 3 時間行いました。DSC の実習では PET ボトルの胴体部、飲み口部、底部の 3 箇所からサンプルを切り出して測定し、違いを比較検討しました。TG-DTA・TG-DSC の測定ではシュウ酸カルシウム 1 水和物、炭酸カルシウム入りポリエチレン袋を測定し、減量率を求めました。医薬品を選択された方々は、午前中後半は TG-DTA・TG-DSC の測定を、午後前半は DSC の測定を計 3 時間行いました。DSC の実習では 3 種類のカルバマゼピンを測定し、結晶多形および擬似結晶多形

の DSC 曲線の違いをみました。TG-DTA・TG-DSC の測定では  $\alpha$ -および  $\beta$ -シクロデキストリンの減量挙動の差をみました。実習終了後は 62W 号館大会議室に移動し、高分子および医薬品の実習で測定した結果の補足説明が実習講師およびメーカーから行われました。

午後後半には、東京工業大学森川淳子先生から「新しい熱分析・熱測定手法の紹介」と題して、温度変調法、局所・マイクロ熱分析法、高速熱分析法、イメージング法の原理とデータ紹介が行われました。これは森川先生と筑波大学の齋藤一弥先生との共著「日本分析化学会編 分析化学実技シリーズ 機器分析編 13」(2012 年 11 月、共立出版から出版)の内容の一部で、熱測定講習会では今まであまり取り上げられなかった内容が多く含まれています。

本講習会の最後には熱分析メーカー 6 社からテクニカルノウハウおよび新しい応用例の紹介が行われました。

最後になりましたが、講習会開催にあたりご尽力いただきました早稲田大学山崎淳司先生、安井万奈先生、物理化学実験室島田剛様ならびに年度末の多忙な中にもかかわらず実習装置の設置と測定にあたっていただきました熱分析メーカー各社の方々には厚く御礼申し上げます。また講師の先生方にはわかりやすい資料の作成・講義にご尽力いただきましたこと、また少ない時間の中でテキストを用意いただきました学会事務局にもこの場をお借りして御礼申し上げます。(企画幹事 岸 證, 本多 英彦)



講義風景



実習風景