

レポ[○]ート

第 72 回熱測定講習会開催報告

本学会主催による第 72 回熱測定講習会(初心者のための熱分析の基礎と応用)が、2014 年 3 月 3 日(月)、4 日(火)に早稲田大学西早稲田キャンパス 55 号館 N 棟 1 階第 2 会議室・56 号館 04-04 実験室で開催されました。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した。企業および大学から受講生 13 人の方々に参加いただきました。

今回は初心者の方々を対象に、基礎的な理論・原理の確認と、それを熱測定に活用するイメージの構築を目標に企画を行いました。熱力学と測定条件の関係から講義をはじめ、装置の構造と測定の仕方について扱うとともに、高分子とナノサイズ粒子の熱測定ノウハウまで解説が行われました。高分子については実習も行い、PET を試料として基本的な測定・解析方法を学んだ後、“ポリマーコーティング材”の測定と解析を行いました。初心者を対象としている講習会ですが、参加者の多くは業務に直結するスキルを身に付けることを期待されていることが多く、スムーズに業務へ適応できる基礎から実践までの講義と実習を行いました。熱測定結果の解釈には試料ごとにノウハウが必要です。しかし、“ポリマーコーティング材”や“ナノサイズ粒子”は市販品として広く用いられている材料にも関わらず、その基礎分析手法が解説されることは多くありません。これらの内容は他では学べない貴重なものとなりました。

実習では熱分析メーカー 7 社(島津製作所、ティエ・エイ・インストゥルメント・ジャパン、ネッチ・ジャパン、パーキンエルマー・ジャパン、日立ハイテクサイエンス、メトラ・トレード、リガク)のご厚意により、装置をお借りし、試料作製から解析までの一連の実験を行いました。測定は講習会のための簡易測定ではなく、液体窒素や冷却器による冷却制御を行うとともに、窒素雰囲気下で行われる本格的なものでした。受講者は稼働している 7 台の装置を見学でき、最後にそれぞれの装置から得られた結果を集めて比較検討まで行える内容となりました。

以降に、各テーマの概要について報告させていただきます。最初は、企画幹事 昭和大学の本多英彦から「(熱測定の基本事項)熱力学によるエネルギー表示と熱伝導の扱い方」と題した講義をさせていただきました。平衡条件を前提とした熱力学を、熱測定に適用するときの限界と注意点、それを克服するための同時測定や反応速度論的扱いの例を紹介させていただきました。

次に、日立ハイテクサイエンスの市村裕氏から「(装置と原理)DSC, DTA の原理と測定上の注意点」が講義されました。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。測定例は JIS 規格に基づくもので、非常に実用性の高いものでした。市村氏には昨年開催された第 70 回講習会でも同様のご講演をいただき、非常に好評でした。今回も非常に分かりやすく解説していただきました。

1 日目後半は、試料に依存する測定例と解析についてのノウハウを主とするものとなりました。高分子の講義は、東京都市大学の飯島正徳先生にお願いし、「(測定の具体例)

高分子の熱分析」と題する、融解・結晶化、ガラス転移の扱い方はもちろん、冷結晶化やラメラ融解など高分子試料でみられる特長的な結果と解析法を解説いただきました。また、相転移付近で観測される複数の現象を分離するための、TM-DSC を用いるアプローチ方法についても紹介いただきました。

講義の最後は首都大学東京の武井孝先生による「(ナノ粒子への応用例)粒子サイズ効果と熱測定」でした。粒子サイズを小さくしていくと影響が大きくなる表面エネルギーの解説と、融点降下などの物性変化の測定例、また、吸着熱や浸漬熱の測定・評価法の実例紹介など、基礎から応用までご講義いただきました。ナノサイズ粒子の熱測定をテーマとする講演は非常に珍しいため、この講義を受けるために講習会を受講された方も複数いました。

実習前半は高分子試料を用いた基礎実習で、前日に続き東京都市大学の飯島正徳先生から「(基礎実習)PET の融解、結晶化とガラス転移」と題して、PET ボトルから作成した試料の測定と解析が行われました。講義で紹介された熱測定結果が、実際に得られる内容でした。また、内部の飲物の違いにより、異なる要求で作成されたボトルの熱測定結果を比較検討するなど、製品評価に関するノウハウの詰まった実習でした。

午後は複数の吸発熱ピークから試料に含まれる物質を特定する応用実習が行われました。ネッチ・ジャパンの木下良一氏による「(応用実習)ポリマーコーティング材の DSC 曲線 一材料の種類と熱処理の違い」です。3 種類の包装材について測定が行われ、含まれる素材を結果から分析するとともに、分析のためには熱測定だけでなく、素材のバックグラウンドやデータベースが有効であること、また、それをどのように解析に活かすかなどの講義も行われました。

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。メーカー各社から、測定についての提案や熱測定と組み合わせることで有用な装置や手法の紹介がありました。

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をお貸しいただき、測定にあたっていただきました熱分析メーカー各社の担当の方々に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 本多 英彦, 吉場 一真, 宮崎 裕司, 松木 均)