

## 【レポート】

## 第9回熱分析基礎講座：DSC・DTA・TG・TMAの講義と演習 開催報告

「第9回熱分析基礎講座：DSC・DTA・TG・TMAの講義と演習—信頼性の高い測定のために—」が、2014年6月24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開催された。熱測定標準化作業グループが年に一度企画している本講座は、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とし、初級レベルの内容となっている。今回は前回のDSC、DTA、TGに加えてTMAについてもテーマとして取り上げ、16名の方に参加いただいた。

本講座は午前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30分の講義を4講、午後は65分の演習を3講実施した。はじめに首都大学東京の吉田先生から本学会の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る「熱分析の基礎」の講義が行われた。熱分析の定義や一般的に使用される温度プログラム、熱力学の基礎法則、DSCを利用した結晶化試料の安定性の確認方法やTG-DTAによる高分子の速度論的解析などについてご説明をいただいた。次に産総研の阿部が「DSC・DTAの測定原理と解析法」の講義を行った。DSC・DTAの定義や測定原理、実際の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、日本工業規格（JIS）の紹介などの説明を行った。3番目の講義は広島大学の古賀先生による「TGの測定原理と解析法」である。TG装置の構成と動作原理、TG-DTAの温度校正、測定条件、ベースライン補正、解析方法などについてご説明をいただいた。午前の最後の講義は、神奈川大学の西本先生による「TMAの測定原理と解析法」である。TMAの原理や測定モード、測定条件、特殊測定の例などのご説明をいただいた。

午後の演習は、各装置の校正に関する実測データの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目的としている。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手動で行うことにより、解析に対する理解がより深まると期待される。まず、産総研の清水氏により「DSC・DTAの校正」に関する演習が行われた。DSCの温度校正・熱量校正の必要性、DSCに関するJIS規格などをご説明いただき、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。また、本グループで主催したシクロヘキサンのラウンドロビンテストのご紹介もいただいた。次に、古賀先生より「TGの校正と速度論解析」についての演習が行われた。実際の解析時の注意点などをご説明いただきながら、キュリー点法によるTGの温度校正、Ozawa法による速度論解析に関する演習が行われた。最後に西本先生により「TMAの校正と応用例」に関する演習が行われた。午前の講義に引き続き、TMAの校正時の注意点やTMAに関するJIS規格などのご説明の後、実際のデータからの融解温度の読み取り、実際のTMA曲線から線膨張、線膨張率を計算するといった演習が行われた。演習の回答は、後日学会事務局に提出・添削後、修了書とともに受講者に返送することとして、本講座を終了した。

アンケートの結果から、受講者の主な使用装置は、TG-DTA（7名）、DSC（6名）、TG（6名）、TMA（3名）、DTA（2名）、TG-DTA-MS（2名）、DMA（1名）であった。会場とスケジュールについては、「満足」「丁度良い」との回答が多かったが、講義内容については「丁度良い」と「難しい」が半々であった。希望する内容としては、「高温熱物性」「相転移に関する熱物性」「高分子材料の評価」などが挙げられており、今後の検討事項となった。

今回の新たな試みとしては、2点ある。まず1つ目は、前回実施時のアンケートの意見を取り入れ、料金を下げたことである。今回のアンケート結果では、料金設定について「丁度良い」との回答が多く、改善している傾向が伺えた。2つ目は、関連する学会に協賛を依頼したり、機器メーカーの方にご協力をお願いして、本講座の案内を広く告知したことである。それらの効果があり、今回の参加者数は前回の2倍以上であった。今後も、熱分析の分野で基礎的な知識を身に付けていただく講座として、より多くの方に参加してもらえるように、努力していきたい。

最後に今回の講座にご協力いただいた学会事務局、ネッチ・ジャパン株式会社、講師の先生方、受講者の皆様にご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 阿部 陽香）



基礎講座の講義風景



基礎講座の演習風景

原稿種別