

## 【 レポート 】

## 「第 11 回熱分析基礎講座：DSC・DTA・TG・TMA の講義と演習」開催報告

「第 11 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、2016 年 6 月 23 日 (木) に、キャンパス・イノベーションセンター 広島大学東京オフィス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、前回に引き続き DSC, DTA, TG, TMA をテーマとして取り上げた。当日は、15 名の方にご参加いただいた。

本講座は、午前 10 時から午後 5 時までの一日間で、午前に 30 分の講義を 4 講、午後 65 分の演習を 3 講実施するスケジュールになっており、熱分析の要点を短期間で学ぶことができる。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 測定で得られるデータの解釈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、校正に関する実測データの解析を行うことにより、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。今回から、ノート PC (Excel インストール済) を持参された参加者にデジタルデータをお渡しして、PC を使った演習形式を試みた。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 校正を行う際に注意すべき点や純金属等の温度校正・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 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、当日又は後日学会事務局に提出していただき、添削結果と修了書を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、受講者の専門は「研究・教育」又は「材料開発・評価」が多く、主な使用装置は DSC (12 名)、TG-DTA (7 名)、TMA (5 名)、DTA (4 名)、TG (3 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」との回答が多く、講義内容についても「丁度良い」という回答が多かった。しかしながら、演習については、「難しい」という回答が多く、PC 形式についても、「使わない使わなくても良い」という回答が 7 割以上であった。実際に PC 形式で行なってみると、作業時間が増えるため、問題を理解するための時間が十分に確保できず、そのことが「難しい」という感想につながったのではないかと推測している。PC 形式を新たに導入したことで、より実際の解析に役立つ演習を目指したのだが、思っていたより容易ではないようで、次回は今回の経験を踏まえ、改善を図りたいと考えている。今後も熱分析の基礎的な知識を身に付ける講座であるとともに、講師の先生方に気軽に質問できる場として、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。

最後に本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。