

## 【 レポート 】

## 第 77 回熱測定講習会開催報告

第 77 回熱測定講習会は、2016 年 8 月 23 日 (火) ~24 日 (水)、大阪大学 (吹田キャンパス) の産学連携本部研究施設 A 棟で開催されました。今回の講習会は「熱分析の基礎と高分子材料・医薬品への応用」をテーマとして、初日に講義、2 日目は実習という、従来よりなじみのある形式で行われ、企業および大学から 12 名 (うち実習 11 名) の皆さんが受講されました。今回は、熱分析の主要な活躍の場である高分子材料と医薬品の 2 分野を選び、主として初心者を対象とする講習を企画しましたが、前回のアンケートでも要望の高かった「温度変調 DSC」を講義でも実習でも取りあげた点が特徴と言えましょう。

初日の講義は A 棟地階の研修室で行われました。京都工芸繊維大学の辻井哲也先生の「熱分析の基礎」では、DSC、TG および TG-DTA の原理を講じていただきました。数々のノウハウの開陳に受講者の興味も刺激され、熱容量の測定で温度スweepが狭い方がよいのはなぜ? といった質問が出ていました。続いて同じく京都工芸繊維大学の猿山靖夫先生に、今回のメインでもある「温度変調 DSC の基礎と応用」を講義していただきました。従来の DSC で観測されていた熱流を reversing heat flow と non-reversing heat flow に分離すると、いかに情報が豊かになるか、また従来型ではできないタイムベースの擬等温測定で何が判るのか、具体例を交えて丁寧にお話しいただきました。昼食をはさんで午後のひとつ目の講義は、東レリサーチセンターの石切山一彦先生による「高分子材料の熱分析」でした。高分子材料の融解やガラス転移が DSC でどのように観測されるのか、高分子材料の組織構造との対応を示しながら解説いただきました。中でも、ZEP (zero-entropy production) 融点や Boyer-Beaman 則といった、高分子特有の性質も紹介いただき、他ではなかなか聞くことの適わない貴重な機会となりました。午後の二番手は塩野義製薬の鑄物将明先生で、「医薬品の熱分析」をご講義いただきました。日本薬局方に収載されている熱分析法から、TG-DTA と DSC を用いた結晶多形や水和物の熱挙動を具体例にそって紹介されました。また、溶解性向上の目的で多用されるようになった非晶質製剤の安定性の評価に熱分析が重要な役割を果たしていることも解説いただきました。初日最後の講義は、大阪大学の宮崎裕司先生による「熱量測定」でした。ここまでの講義で扱われたダイナミックな測定法である熱分析とは対照的に、スタティックで熱平衡を意識した測定法である精密熱量測定は、熱力学との対応をとりやすい手法です。得られた熱量 (熱力学量) の統計力学的解釈を通じて分子論的情報を抽出できることを、磁性体や分子の置換基の再配向などを例にとって説明していただきました。



写真 1 講義風景

2 日目の実習は A 棟 1 階のセミナー室で行われました。受講者は 2 クラスに分かれ、ふたつの実験テーマ「高分子材料の熱分析」と「医薬品の熱分析」を午前と午後で交代して履修しました。「高分子材料の熱

分析」は京都工芸繊維大学の猿山靖夫先生にご指導いただき、(1) 高分子と金属の融解の比較 (ポリエチレンと In を試料とした DSC 測定)、(2) 高分子の履歴依存性と冷結



写真 2 実習風景

晶化に伴う変化 (急冷 PET を試料に用いた DSC 測定)、(3) 熱流の分離 (急冷 PET を試料に用いた温度変調 DSC 測定)、(4) 高分子のガラス転移におけるエイジングの効果 (エイジングしたアタクチック PS を試料とした DSC 測定) の実習に取り組みました。「医薬品の熱分析」の実習指導は初日に当該内容の講義をされた塩野義製薬の鑄物将明先生にご担当いただきました。行った実験は、(1) Carbamazepine 結晶多形ならびに水和物の評価 (結晶多形・水和物の DSC 測定、水和物・無水物の TG-DTA 測定)、(2) Enantiotropy 型化合物の DSC 測定 (Furosemide と Sulfathiazole の DSC 測定)、(3) 非晶質製剤の DSC 測定 (Naproxen, Flufenamic acid, Indomethacin の結晶化傾向、20% Sucrose 凍結液のガラス転移点測定) の 3 テーマです。装置をご提供いただいた熱分析機器メーカーは、島津製作所、ティー・エイ・インストルメント・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、メトラール・トレド、リガク (五十音順) ですが、各社のエンジニアの懇切なサポートの下、充実した実習体験を得られて受講者は満足していた模様です。また、午前と午後の実習の間には、各社からテクニカルノウハウの紹介がありました。初日の講義でも各所で“森を見る”熱分析と“木を見る”構造的手法の併用が重要であることや近年における複合熱分析の発展に触れられてきましたが、テクニカルノウハウではまさにその最新の複合熱分析機器の活用例がムービーなどで判りやすく提示され、興味を集めていました。

実習修了の後、2 日間の講習に触発されて多数の疑問点をノートにまとめた受講者が順番待ちで猿山靖夫先生に個別相談に応じていただき、たいへん喜んで帰途につかれました。今回の講習会は広報が遅れたこともあって、十分な数の受講者を集められなかったのですが、反面、講習の密度が高く受講者には好評だったようです。

最後になりましたが、大阪大学大学院工学研究科の内山進先生・横山雅美先生には会場手配から電子天秤の提供に至るまで、ご多忙の中で大変お世話になりました。また、熱分析機器メーカー各社の皆さまには、装置のお手配をはじめ、実習での細やかな操作説明やテクニカルノウハウのご紹介など、多大なご協力をいただきました。心より感謝いたします。そして、講師の先生方には、講義資料の作成・講習会当日の解説に加え、丁寧な実習指導、さらには受講者からの個別質問にも長い時間を割いてご尽力いただきましたこと、深く感謝いたします。また、慣れない運営をしっかりとサポートいただい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 中野元裕, 鳥越秀峰, 川上亘作, 辰巳創一)