

【 レポート 】

「第 12 回熱分析基礎講座：DSC・DTA・TG・TMA の講義と演習」開催報告

「第 12 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、2017 年 6 月 22 日（木）に、近畿大学東京センター大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、前回に引き続き DSC, DTA, TG, TMA をテーマとして取り上げた。当日は、9 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、午後に 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。次に近畿大学の木村先生による「DSC・DTA の測定原理と解析法」の講義が行われた。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、測定上の注意などについて説明がなされた。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、神奈川大学の西本による「TMA の測定原理と解析法」であり、TMA の原理や測定モード、測定条件、特殊測定の例などの説明を行った。

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。前回に続いて、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行った。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。最後に西本が「TMA の校正と応用例」に関する演習を行った。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である。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」が多く、主な使用装置は DSC (6 名)、TG-DTA (3 名)、TMA (2 名)、DTA (2 名)、TG (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、「丁度良い」が 3 名に対し「難しい」という回答も 4 名あり、PC 形式については「適切である／どちらでも良い」という回答が多かった。昨年の反省が少し活かされているようではあるが改善点は残されている。テキスト内のスライドが小さい、テキストと講義の対応がつけにくい、質疑応答の時間を多く取ってほしい、講習時間内で完結したい等の希望もあり、今後の課題としたい。

今回新たに会員になられた方も 4 名あった。今後も熱分析の基礎的な知識を身につ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近畿大学、学会事務局、ネッチ・ジャパン株式会社、講師の先生方、受講者の皆様にこの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 西本右子)



基礎講座の演習風景

レポート