

## 1.概要

示差走査熱量測定装置 (DSC)はサンプルを加熱、冷却または一定温度に維持したときにサンプルと基準物質に流入または流出する熱流が、温度の関数として測定されます。

DSCにより試料を測定することで温度プログラムに応じた試料の吸熱と発熱を検出できます。そのデータを解析することにより反応温度、反応熱量だけでなく比熱容量、結晶化度、硬化度、酸化誘導時間の評価が可能です。

また製造処理条件の検討や最適化および不良原因調査の一環として行う熱履歴評価にも有効です。

## 2.特長

- 数mg～数十mgの微量試料で測定可能
- 雰囲気(N<sub>2</sub>、Air、He、Ar、O<sub>2</sub> など)を各種目的、内容に合わせて調整可能
- 測定温度範囲と等温、昇温、冷却速度を調整した温度プログラムでの分析が可能

## 3.装置外観

示差走査熱量測定装置 メトラー・トレド (株) DSC823<sup>®</sup>型



試料量	数mg～数十mg
測定温度範囲	-150°C～700°C
精度	±0.2°C
昇温速度	0～100°C/分 最小0.01°C/分
冷却速度	0～50°C/分

## 4.主な用途

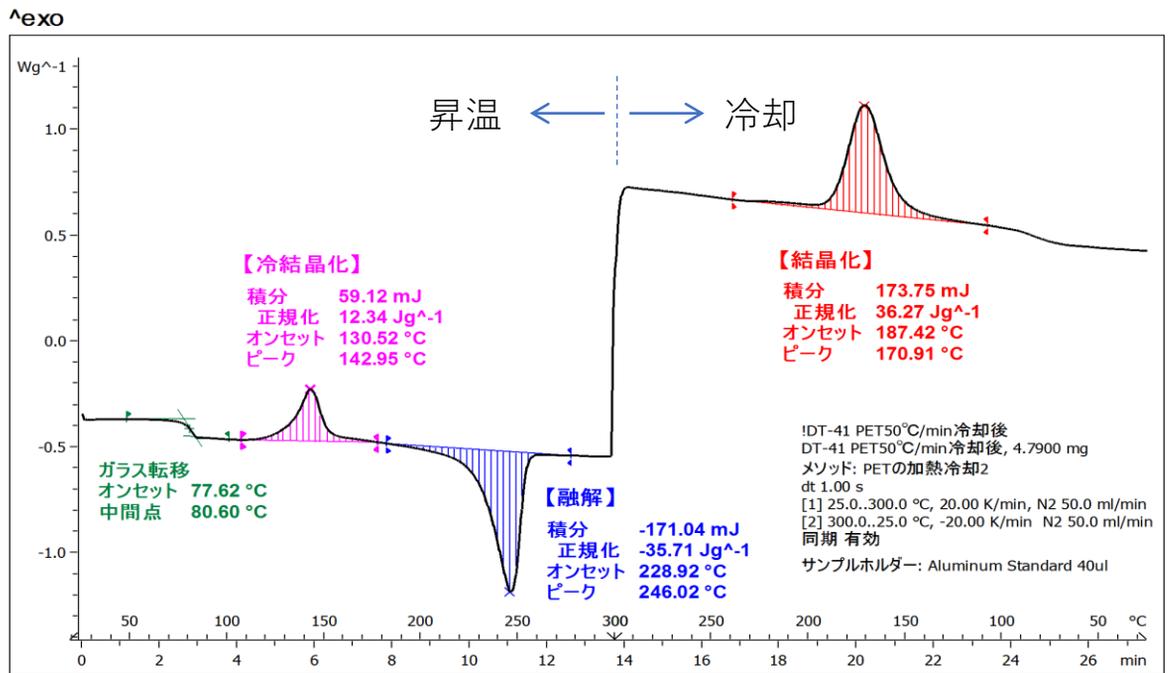
有機材料、金属材料、セラミックス、グリース、オイル、食品などの固体、液体試料の評価

## 5.主な分析依頼

- 融点、融解熱量および沸点、気化熱の分析
- 結晶性樹脂の結晶化度評価
- 酸化誘導時間 (OIT)の分析
- ガラス転移点の分析
- 熱硬化性樹脂の硬化度評価
- 熱履歴調査

## 6. データの解析

熱可塑性樹脂であるPETを参考にDSCにより検出できる代表的な反応を示します。



PETの加熱・冷却による挙動

## 7. 反応概要と測定の目的・効果

### 【ガラス転移】

非晶質部分は温度が低いと分子運動性が低く（ガラス状態）、温度が高くなると運動性が大きくなります（ゴム状態）。その境目をガラス転移点（以下T<sub>g</sub>）と言い、非晶質の量が多いほどベースライン高さの変化が大きくなります。このT<sub>g</sub>は非晶質樹脂の耐熱性を評価するうえで重要なパラメータとなります。

低温では固いガムが口の中で柔らかくなったり、タイヤが低温ではスリッしやすくなるのはガラス転移の身近な例です。

### 【冷結晶化】

冷結晶化は結晶化による発熱現象です。融解後、急速に冷却され結晶化する時間がなかったサンプルに生じます。つまり冷結晶化は結晶性樹脂の未結晶分であり結晶化度を評価するうえで重要なパラメータです。

### 【融解】

融解は固体から液体（溶融状態）への相転移です。この融解は結晶質部分が加熱により壊れて流動性を示すようになるために起こる反応です。この熱量および温度を調査することで結晶性樹脂の耐熱性や結晶化度を評価できます。

### 【結晶化】

結晶化は溶融状態から冷却していく際に分子鎖が再配列し、秩序ある結晶構造となる反応です。冷却速度を変えることにより結晶化度は変化します。結晶化温度や結晶化の温度依存性を評価することにより製造条件を決めるための有効なデータを得ることができます。