

温度変調示差走査熱量測定

愛媛ラボラトリー 堀 仁美

1 はじめに

材料は、温度変化によって加工特性、強度、製品寿命などの物性が変化する場合があります。このため、材料の開発や品質管理、加工条件の最適化を行ううえで、熱特性を理解し、物性を制御していくことが重要となります。

示差走査熱量測定（DSC：Differential Scanning Calorimetry）は、一定の温度プログラムによって熱を与えた時の基準物質と試料の温度差を、温度の関数である熱流（ヒートフロー）として検出する手法です。DSCは、物質の融解といった熱による状態変化、結晶化やガラス転移のような構造変化、硬化、酸化、比熱などが評価できます。当社では、温度変調測定が可能な熱流束型DSCにより、高分子、金属、セラミックスといった幅広い材料の熱挙動を評価できます。

2 温度変調DSC

一般的なDSC測定は、時間に対して直線的に温度変化するプログラムを採用します。一方で、温度変調DSCは、周期的に温度の上げ下げを繰り返しながら昇温します（図1）。温度変調DSCでは、一般的なDSCに相当するトータルヒートフローから、周期的な温度変化に追従できるリバーシングヒートフロー（比熱成分）と、追従できないノンリバーシングヒートフロー（キネティック成分）に分離します（表1）。一般的なDSCでは、材料の性質によって同じ温度域で複数の現象が観測され、個々の現象を明らかにできない場合があります。温度変調測定でそれぞれの現象に由来するシグナルに分離することで、

材料の熱物性を詳しく分析できます。例えば、高分子材料において、同じ温度域で重なっていたガラス転移とエンタルピー緩和のシグナル変化を分離でき、ガラス転移の正確な評価が可能となります。

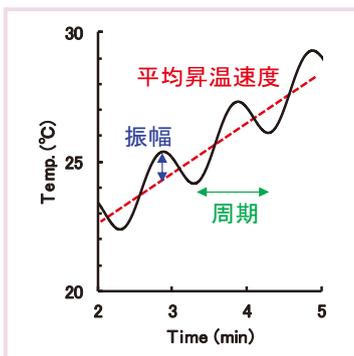


図1 温度変調DSCの昇温イメージ

3 事例 ポリビニルアルコールのガラス転移評価

水を溶媒として含むポリビニルアルコール（PVA：Polyvinyl alcohol）を温度変調DSC測定しました（図2）。トータルヒートフローで、20℃付近からブロードな吸熱反応が検出されました。試料に残存していた水の蒸発によるものです。40℃付近で微弱なシグナルの変化が見られましたが、吸熱ピークに重なっており、トータルヒートフローだけでは詳細な熱挙動が分かりません。

一方、リバーシングヒートフローで、40℃付近でガラス転移由来のベースラインのシフトが確認されました。温度変調DSCにより、水の蒸発とガラス転移を分離でき、PVAのガラス転移の評価が可能となります。このように、水分を含む材料でも高分子の構造変化を知ることができます。

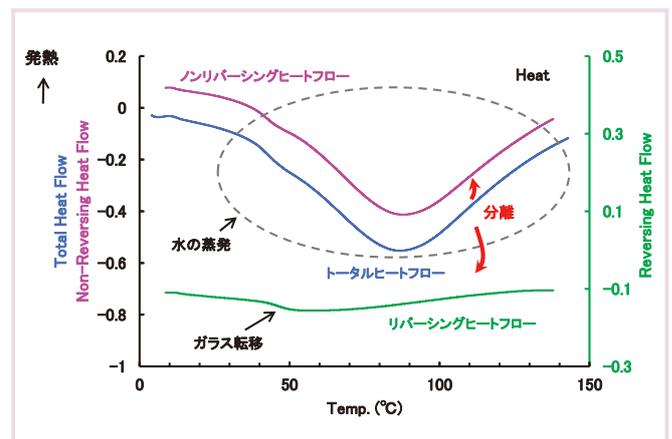


図2 PVAの温度変調DSCチャート

4 おわりに

近年、軽量化や機能性向上を目的として、添加剤や炭素繊維、ガラス繊維を加えた、付加価値が高い高分子材料の開発が進んでおり、材料によっては単純な熱挙動を示さない場合があります。基本的な熱物性の評価に加えて、複雑な熱挙動の評価にも対応した本技術を提案することで、お客様の課題解決をサポートします。



堀 仁美
(はなわ ひとみ)
愛媛ラボラトリー

表1 温度変調DSC測定から得られる三つのヒートフロー

トータルヒートフロー	全熱流。一般的なDSCで得られるヒートフローと同じデータとなる。
リバーシングヒートフロー	トータルヒートフローの比熱成分。融解、熱容量、ガラス転移などが比熱成分にあたる。
ノンリバーシングヒートフロー	トータルヒートフローのキネティック成分。トータルヒートフローからリバーシングヒートフローを差し引くことで得られる。結晶化、エンタルピー緩和、熱硬化、蒸発などが、キネティック成分にあたる。