

# 熱分析(TG/DTA測定 ,DSC測定)の紹介

大阪事業所 磯崎 道子

## [概要]

熱分析は金属・セラミックス等の無機物質から高分子材料, 医薬品等の有機化合物にいたるまで広範囲な材料を対象とし, 各種物性の変化をみることができます。

また, 製品の規格分析にも取り入れられ, 製品の安定供給の一助となっております。



具体的には下記に示すような現象を捕らえることができます。

## TG/DTA (示差熱重量同時測定装置)

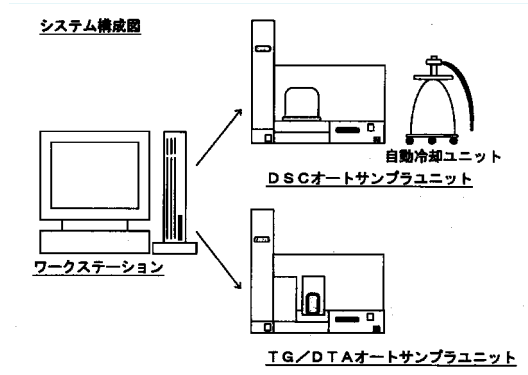
物質および基準物質の温度を調節されたプログラムに従って変化させながら, その物質の質量を温度の関数として測定し, 同時に基準物質との間の温度差を温度の関数として測定する技法であり, 少量 (mg 単位) の試料の水分量, 灰分量の測定や空気雰囲気下, 不活性雰囲気下 (窒素) での分解, 酸化, 耐熱性などの評価が可能です。

## DSC (示差走査熱量計)

物質および基準物質の温度をある一定の温度プログラムに従って変化させながら, その物質と基準物質に対するエネルギー入力の差を温度の関数として測定する技法であり, 融解, ガラス転移, 熱履歴, 結晶化, 硬化, 熱変成などの評価が可能です。

## [構成]

今回導入しました熱分析装置「EXSTAR 6200R」は下記に示すようにオートサンプラーがついており, 終夜運転が可能となりました。また, 液体窒素で冷却することにより, DSC測定では -150 から低温測定が可能です。



## [測定例]

- (1) 医薬品の結晶多形 (DSC), 水和物 (TG)
- (2) 高分子 (ポリマー) のガラス転移点, 融解・結晶化 (DSC), 熱分解 (TG)
- (3) 無機物の水和物, 結晶水 (TG)

次に例を示します。

シリコンゴムのTG/DTA測定結果; 図 - 1

試料の分解が約300 で始まって発熱反応が起こり, 約600 では試料の約50%が分解していることがわかります。

シリコンゴムのDSC測定結果; 図 - 2

試料は -127 付近にガラス転移が起こり, -102 付近で結晶化 (発熱), -43 付近で融解 (吸熱) が起こっていることがわかります。

試料 (医薬品原料) のDSC測定結果; 図 - 3

試料をn = 4で測定した結果であり, 補外融解開始温度 (Tim), 融解ピーク温度 (Tpm), 補外融解終了温度 (Tum) および熱量も再現性よく測定できることがわかります。

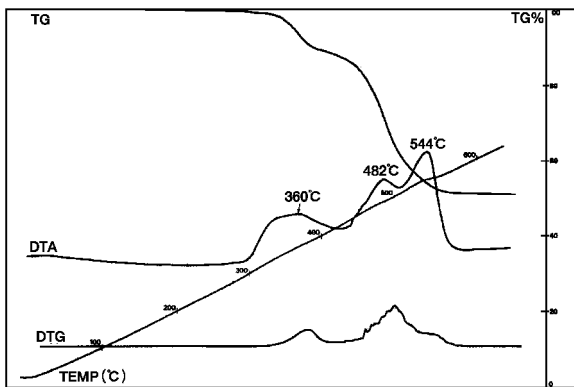


図 - 1 シリコンゴムのTG/DTA測定 (試料量: 10mg, 昇温速度: 10 /min)

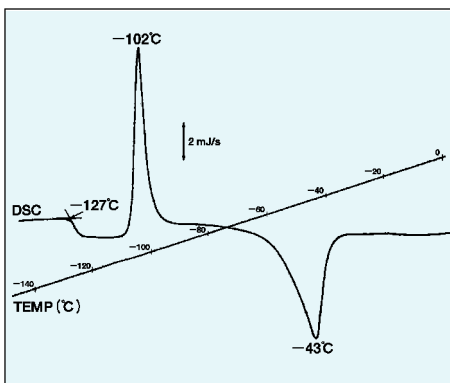


図 - 2 シリコンゴムのDSC測定 (試料量: 15mg, 昇温速度: 10 /min)

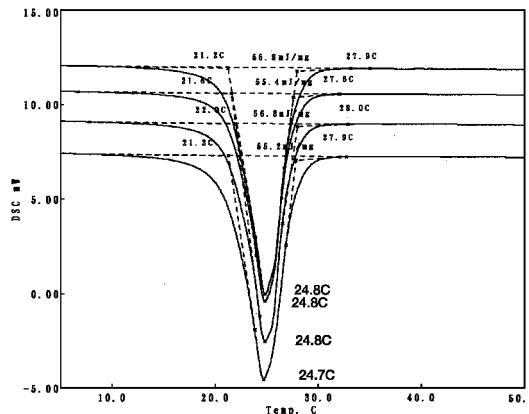


図 - 3 試料のDSC測定 (試料量: 10mg, 昇温速度: 5 /min)