

● 示差走査熱量測定を用いた高分子材料の評価

TN505

Characterization of Polymers with Differential Scanning Calorimetry (DSC)

[概要]

示差走査熱量測定 (Differential Scanning Calorimetry: DSC) 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 (Heat Flow) として検出する手法です。DSC は、物質の融解のような単純な熱による状態変化から、結晶化、ガラス転移のような構造変化、硬化、酸化、比熱なども評価できます。当社では、熱流束型 DSC を所有しており、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。今回は、高分子材料の DSC データの事例をいくつか紹介します。

[事例1] ポリエチレンの熱履歴の評価

ポリマーは、熱履歴 (材料が受けた温度変化の履歴) によって、結晶の状態が変化することが知られています。異なる温度で熱処理したポリエチレン (Polyethylene; PE) の 1st Heat (1 回目の昇温) の DSC チャートを Fig. 1 に示します。縦軸は熱流 (Heat Flow) で、上向きは発熱 (Exo.) を、下向きは吸熱 (Endo.) を表しています。1st Heat は熱履歴を反映したデータとなります。熱処理していない試料と比較すると、熱処理した試料の DSC ピーク形状は異なることがわかります。熱処理した試料では、熱処理温度付近に吸熱ピーク (Fig. 1 の黒矢印) が見られました。これらのピークは熱処理により生成した結晶の融解によるものと考えられます。熱処理温度に対して、吸熱開始温度をプロットしたグラフを Fig. 2 に示します。プロットした 3 点は直線関係に近く、例えば同じ材料において、異なる熱履歴をもつ材料を測定することで、DSC データから温度履歴をある程度推定することができます。

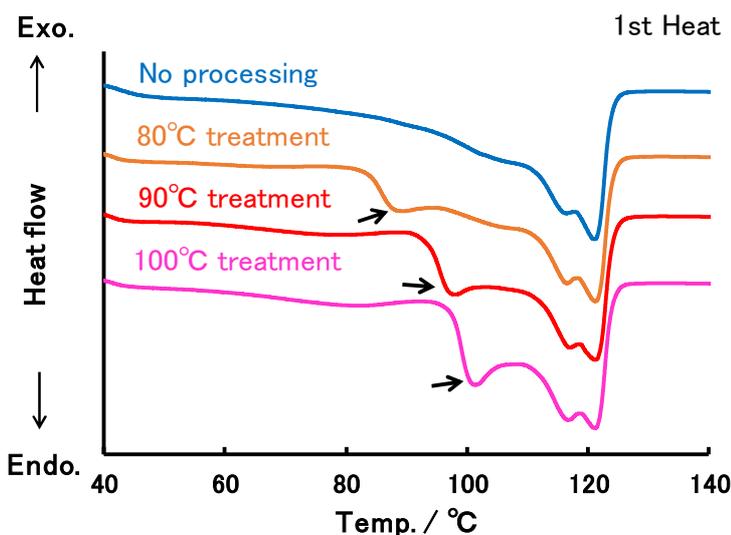


Fig. 1 DSC curves of PE in the 1st heating run

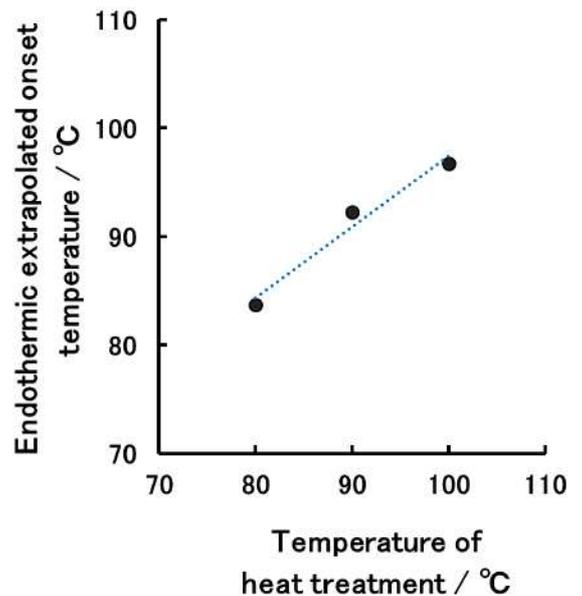


Fig. 2 The relationship DSC signal and heat treatment

## [事 例 2] 異なる分子量のポリスチレンのガラス転移評価

異なる分子量のポリスチレン (Polystyrene; PS) のガラス転移を DSC で評価した結果を Table 1 に示します。Fig. 3 に 2nd Heat (昇降温サイクルにおける 2 回目の昇温) の DSC チャート、Fig. 4 に横軸を分子量、縦軸をガラス転移温度でプロットしたグラフを示します。2nd Heat は、熱履歴を揃えたデータとなり、材料本来の性質を反映した挙動を確認できます。分子量が大きいほど、ガラス転移温度が高温側に検出されました。非晶性高分子の代表である PS は、分子量が大きいほど分子鎖の絡み合いがより複雑になるため、ガラス転移温度が高温側に検出されたと考えられます。このように、異なる分子量の高分子材料を DSC を用いることで、分子量と高分子構造の関係を考察する情報が得られます。

Table 1  $T_g$  (2nd Heat) dependence of molecular weight (PS)

$M_w$	$T_g$ (°C)
5970	88.7
18100	101.0
37900	104.5

$T_g$ : Temperature of midpoint glass transition

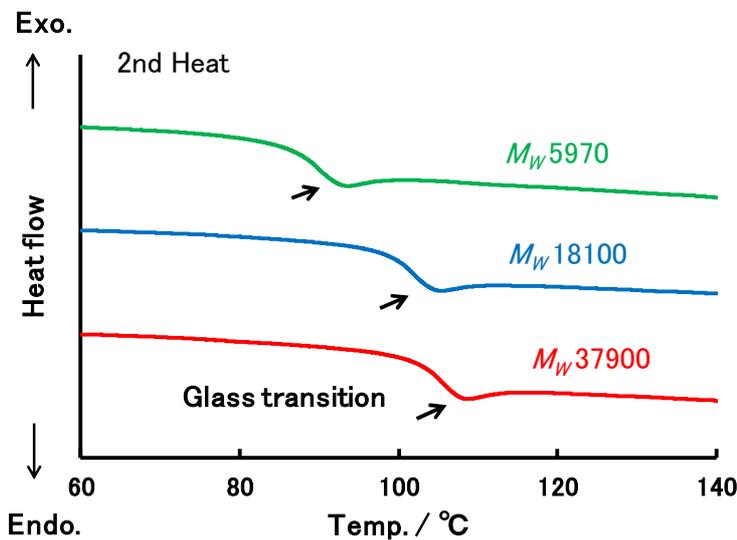


Fig. 3 DSC curves of PS in the 2nd heating run

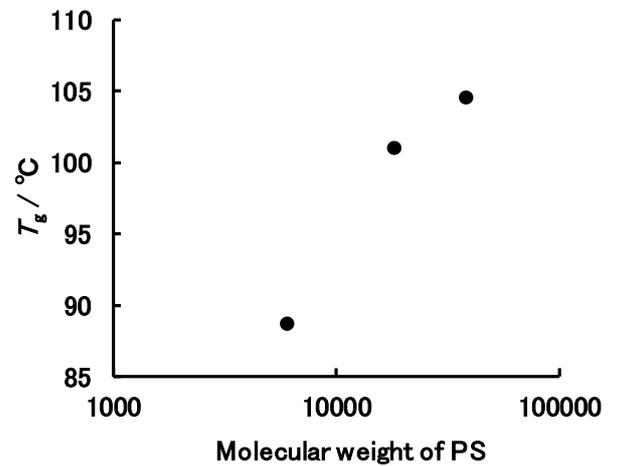


Fig. 4 The results of  $T_g$

### [キーワード]

結晶化度、熱特性、相転移、示差走査熱量計