

科学分析支援センターにおける 熱分析装置の維持管理と分析支援業務について

○黒土 優太^{a)}

^{a)}埼玉大学 研究機構 総合技術支援センター

1. はじめに

埼玉大学 科学分析支援センターには、示差熱重量分析装置（Thermogravimetry-Differential Thermal Analyzer: TG-DTA）および示差走査熱量計（Differential Scanning Calorimeter: DSC）の2台の熱分析装置が設置されており、学内外の研究・教育に広く利用されている。筆者は昨年度から装置担当となり、装置講習、メンテナンス、依頼測定に対応している。本発表では、科学分析支援センターに設置されている熱分析装置の概要を紹介するとともに、日常的に実施している維持管理業務および分析支援業務について紹介し、これからより充実した支援を行うための展望をまとめた。

2. 装置概要

表1に科学分析支援センターに保有する熱分析装置の概要を示す。TG-DTAは試料の加熱・冷却時における質量変化と示差熱を同時に測定し、熱分解特性や溶解などの熱的性質を評価することが可能である。装置には上皿式差動型天秤を搭載し、測定パンによって異なるが大気、窒素雰囲気、酸素雰囲気、真空中で1500℃まで測定可能である。また、付属装置として質量分析計（Mass Spectrometer: MS）が接続されており、加熱中に脱離や熱分解によって発生したガス成分を測定することが可能である。一方、DSCは試料と標準物質の熱流差（吸熱・発熱）を測定し、融解や結晶化、ガラス転移などの熱的特性や反応熱を評価する装置である。冷却系には液体窒素を用いており、-150℃から500℃までの範囲で測定可能である。

これらの装置は学部4年生、大学院生、教職員に開放されており、利用申込に基づいて個別に利用講習を実施している。また装置利用支援に加え学内外を対象とした依頼分析にも対応している。R7年度は両機器あわせて、延べ18名に装置講習を実施し、依頼分析については学内外で計13件に対応した。

3. 維持管理とトラブル対応

熱分析装置を安定して運用するため、日常的な維持管理として炉の状態確認および温度校正を実施している。検出部（サンプルホルダーやセンサー部）の維持では、利用者に測定前後の検出部付近の写真を撮影してもらい、クラウド上で保管・管理することで、検出部の汚染や異常の早期発見に役立っている。検出部の汚れは、窒素雰囲気下での測定時に有機物が不完全燃焼することで発生する煤が主な原因であり、汚染が確認された場合には大気雰囲気下で空焼きを行うことで除去している。温度校正は、年1回の定期校正に加え、測定結果や装置状態に異常が認められた際にも実施している。TG-DTAでは、インジウム（In）、スズ（Sn）、アルミニウム（Al）、金（Au）を標準試料として用い、空気および窒素雰囲気下で融点を測定することで温度校正を行っている。また、DSCでは、アダマンタン（C₁₀H₁₆）、ビスマス（Bi）、インジウム（In）、スズ（Sn）、亜鉛（Zn）の融解測定により温度校正および熱流束校正を行っている。さらに、TG-DTAではオートサンプラーや天秤の調整などのトラブル対応を行い、測定精度と装置の安定稼働を維持している。

4. 今後の展望

今後の展望として、さらなる装置の有効活用のために TG-DTA と MS を組み合わせた TG-DTA-MS 測定環境の確立を進める。TG-DTA による質量変化および示差熱測定に加え、発生ガス成分を MS で分析することで、熱分解機構や反応挙動をより詳細に評価できる分析環境の構築を目指す。

また、DSC については、温度変調 DSC (Temperature Modulated DSC : TMDSC) などの応用測定への対応を進める。温度変調 DSC では、通常の DSC 測定では分離が困難な熱流成分を解析することで、ガラス転移、比熱変化、融解や結晶化挙動などの熱的現象をより詳細に評価することが期待される。

これらの高度な測定技術の導入により、従来の熱物性評価に加えて、材料開発や機能性評価に対応可能な分析支援体制の充実を図るとともに、学内外における幅広い分析要望に柔軟に対応できる環境の構築を目指し、熱分析装置の利用範囲の拡大および分析サービスのさらなる向上につなげていく。

表 1 装置概要

	示唆熱重量測定装置 (TG-DTA)	示差走査熱量計(DSC)
型式	STA2500 Regulus	DSC214 polyna
メーカー	NETZSCH	NETZSCH
導入年度	2021 年度	
測定可能温度	r.t.~500°C (Al パン) r.t.~1500°C (Pt パン、Al ₂ O ₃ パン)	-150°C~500°C (Concavous パン (Al))
昇温降温速度	0.001~50°C/min	0.001~500°C/min
雰囲気	大気・窒素	窒素
装置	上皿式差動型天秤 オートサンプルチェンジャーつき	オートサンプルチェンジャーつき
利用区分	学部生：○ 博士前期：○ 博士後期：○ 教職員：○	
依頼測定	学内：○ 学外：○	
活用事例	化合物の熱安定性の評価や構造評価	融点やガラス転移点の測定
備考	TG からの脱ガス分析機構として TG-MS と TG-GCMS を付属 (MS : JMS-Q1500GC (JEOL)) MS 条件 : イオン化 【EI】 , 測定範囲 【m/z 10~1000】 , 雰囲気 【He】 ※MS は依頼測定のみ対応	