

## TG/DTA 装置を用いた試料中の水分量変化観察

○田中 一朗、藤崎 聡美

岩手大学 技術部 理工学系技術部 理工学系第三技術室

## 1.はじめに

岩手大学の全学共同利用装置の一つに熱分析装置(示差熱・熱重量同時測定装置:現・(株)日立ハイテクアナリシス製 TG/DTA 7300)があり、令和5年4月より本報告者(田中)が測定指導・維持管理等の業務を担当している。装置の管理運用上、日常的には依頼のあったサンプルの測定とデータ提供がメインとなるが、今回、測定および解析のスキルアップを狙い、共同発表者(藤崎)が自身の研究対象としている新蓄放熱材料「ハスクレイ<sup>®</sup>(以下、「ハスクレイ」)」を用いて学内連携による共同測定を行った。本稿はこれら一連の報告となる。

## 2.測定方針

100℃以下の低温廃熱の回収及び再利用を目的として産業技術総合研究所(AIST)の鈴木グループが開発した新蓄放熱素材「ハスクレイ」<sup>1)</sup>がある。ハスクレイは無機の多孔質材料であり、水分を吸着すると放熱、乾燥させると蓄熱状態に戻り、繰り返し使用することができるため、高性能吸着剤として注目されている。ハスクレイは吸着性能でグレードを分けており、高グレードのものは水分の吸着率がより高いことが分かっている。そこで今回、十分に吸湿させた状態のハスクレイ(以下、サンプルA・サンプルB)に対しTG/DTA測定を行い、「測定時の重量変化は水分離脱にのみ由来する」と仮定して水分離脱に関する評価を行うこととした。

測定に先立ち、サンプルA・サンプルB共に十分加湿したものを使用した。吸湿前後の重量から算出した吸湿率は、サンプルAが69.2%、サンプルBが56.5%であった。測定はφ5mm、高さ2mmのAlパンを用い、およそ5mg程度を測り取って行った(図1)。一般に試料量が少ないほうが、ピーク分解能が高くなる傾向がある。また測定試料が固体粉末であり、少量で熱容量が小さければ、参照側は基準物質を載せない空のAlパンのみで測定可能となり測定操作が簡略化できる。



図1 測定サンプルの例

測定温度プログラムの加熱レートは10℃/minで加熱上限は600℃(サンプル側実測)、炉内雰囲気として空気を選択、雰囲気ガス流量は100ml/minで行った。

## 3.測定データ解釈

実際の測定データ例を図2に示す。吸湿率から考えて、加湿された水分がすべて離脱すると、TGデータでは約59%、約64%となることが想定される。実際のDTAデータに外挿を試みたところ、サンプルA、サンプルBともに交点は100℃付近の値となり、またその温度でのTGデータは54.2%、57.7%であった。

測定にあたってのサンプル計量値に比べ、測定開始時に装置の計量機能で確認した値は明らかに減少していたことから、加湿されたハスクレイからは室温環境下でも相当な速度で水分の離脱が起こっていると考えられる。測定にあたって、その水分離脱を最小限にとどめることができれば、TGデータとして得られるだろう水分離脱の割合は、理論値に近づいていく可能性がある。

実際の用途では常温から大きく離れた温度帯での使用は想定されていないが、100℃以降での測定データ

