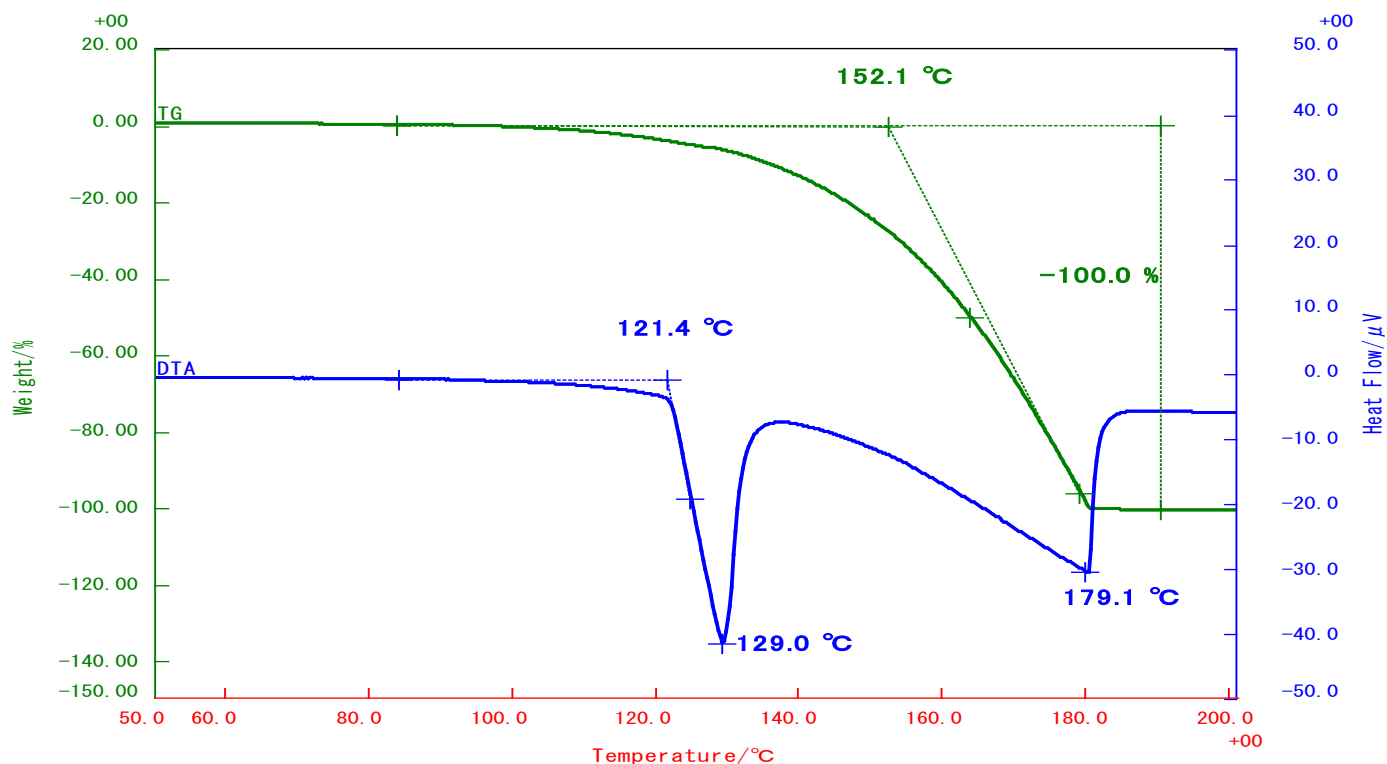


TG-DTA 測定データ集

株式会社 リガク

熱分析事業部

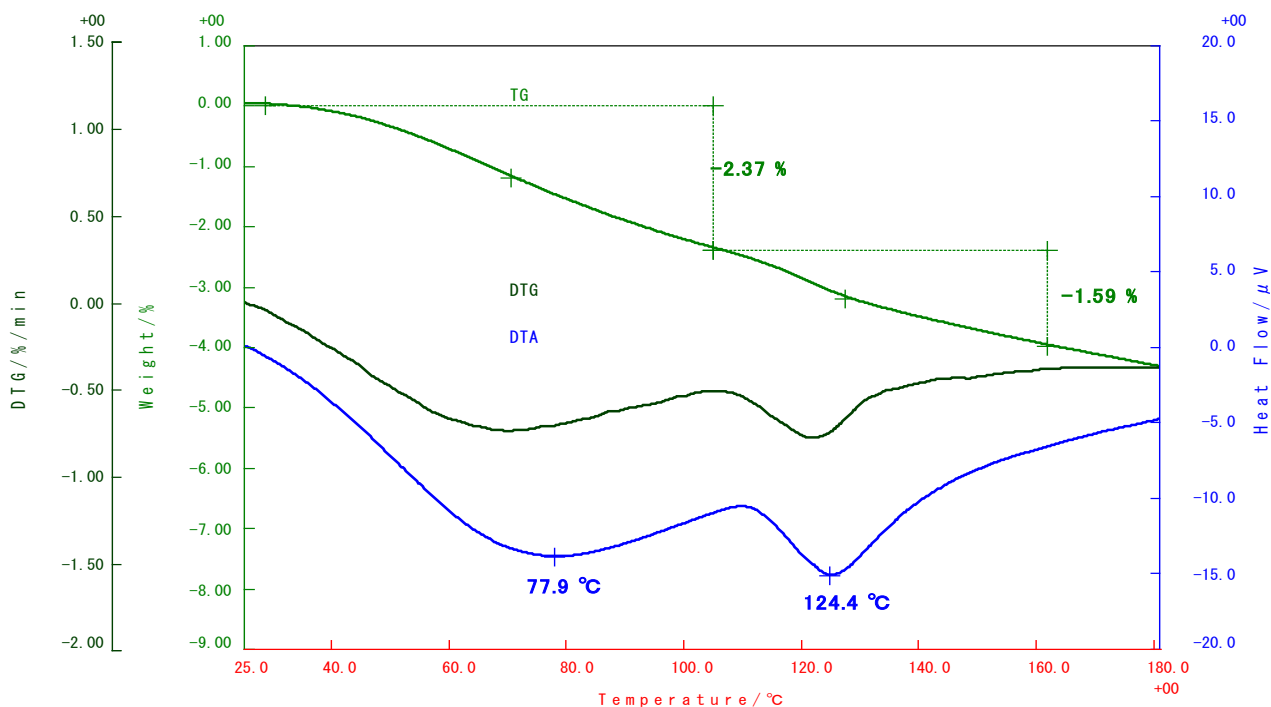
①安息香酸の昇華・融解・蒸発



安息香酸のTG-DTA測定結果です。

121°C付近に安息香酸の融解による吸熱ピークが見られますが、それに先立って90°C付近から減量を伴う吸熱ピークが始まっています。これは安息香酸の昇華によるものであり、融解後には蒸発による減量を伴う吸熱ピークが見られます。このように安息香酸では、昇華、融解、蒸発が連続している起こることがわかります。

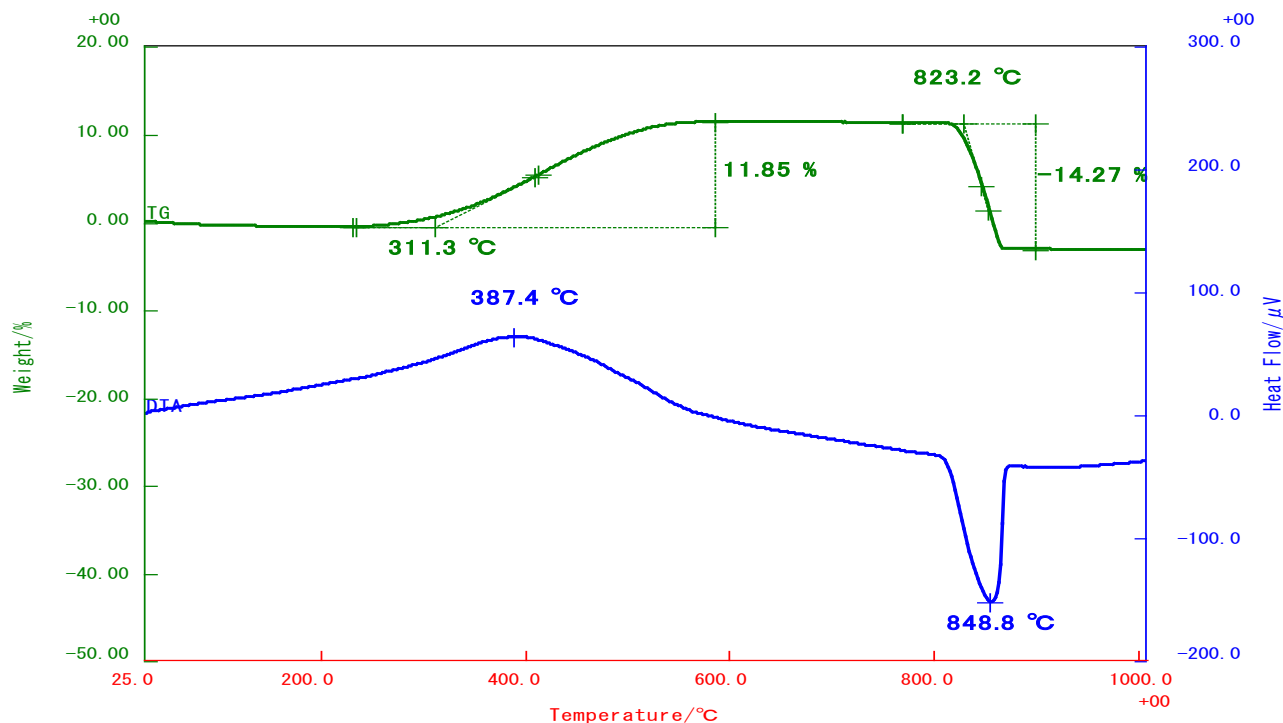
②アルミナ系粉末の脱水



アルミナ系粉末の TG-DTA 測定結果です。

水は結合状態によって脱水温度が異なります。この試料の測定結果では室温付近と 100℃ 付近の 2 つの温度域で、脱水による吸熱ピークを伴う減量が見られます。このことから、この粉末には結合状態の異なる 2 種類の水が含まれていることがわかります。

③Pd 粉末の酸化・還元

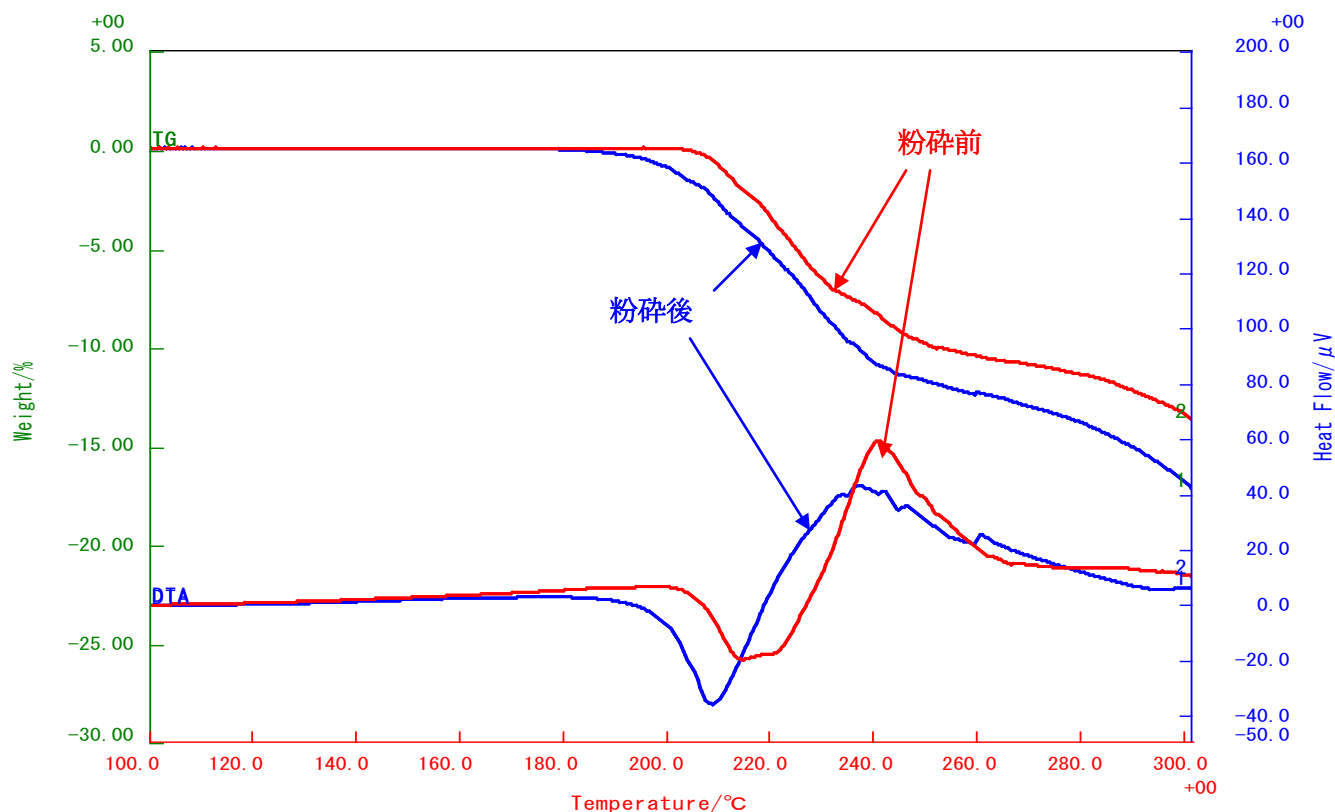


金属パラジウムのTG-DTA測定結果です。

200°C付近から酸化による発熱ピークを伴った増量が見られます。また、800°C付近から還元による吸熱ピークを伴った減量が見られます。

このように金属パラジウムは加熱することにより酸化しますが、より高温で還元されることがわかります。

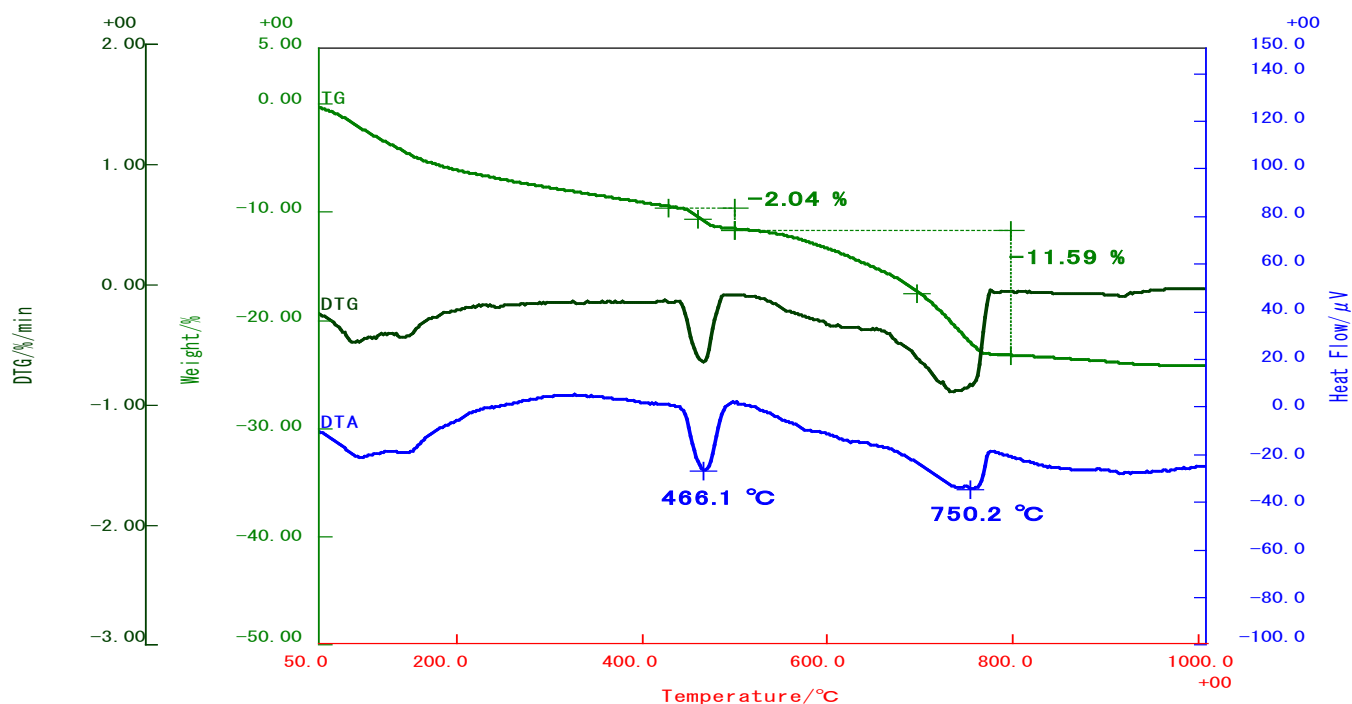
④スルファミン酸のメカノケミカル効果



スルファミン酸のTG-DTA 測定結果です。

スルファミン酸をオリジナルの状態に測定した結果（粉碎前）と、乳鉢で 30 分間粉碎した試料を測定した結果（粉碎後）を比較しました。粉碎後の試料は、粉碎前に比較してより低温から分解が始まり、230°C 付近の発熱ピークの大きさにも違いが見られます。このように粉碎という機械的なエネルギーを試料に加えることによって、試料の熱挙動に違いが現われることがあり、メカノケミカル効果と呼ばれます。

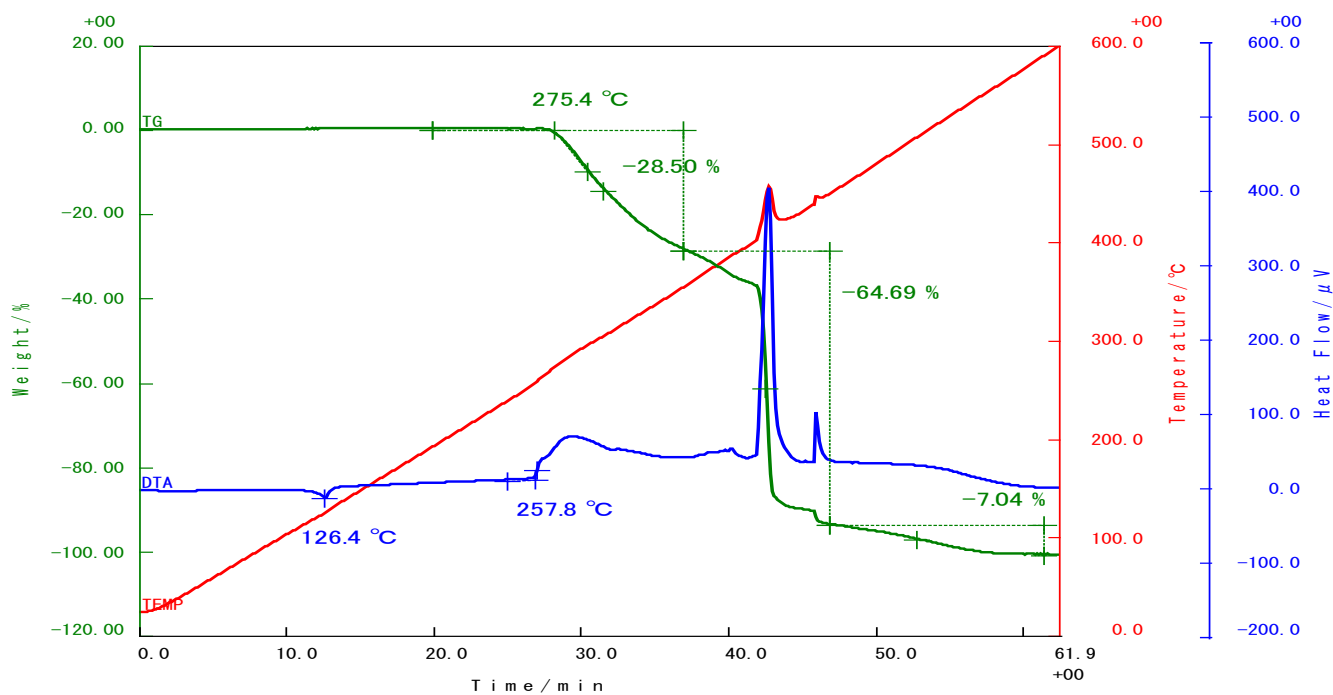
⑤セメント中の無機物の定量



セメントのTG-DTA 測定データです。

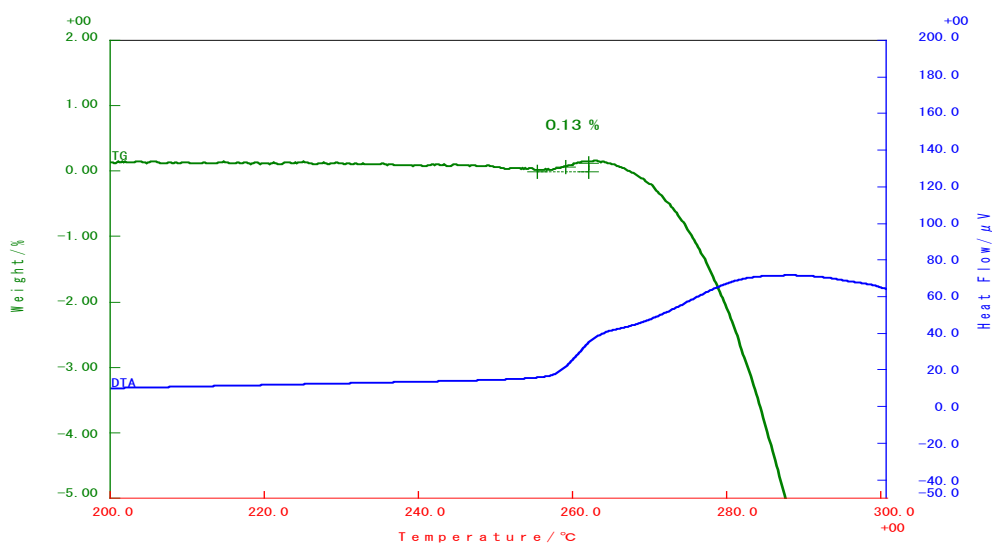
450°C付近から $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の脱水による吸熱ピークを伴う減量が見られます。その後 500°C 付近から 800°C 付近までに CaCO_3 の脱炭酸による吸熱ピークを伴った減量が見られます。これらの減量値より、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の含有量は全体の約 8.4%、 CaCO_3 は約 26.3%と計算されます。

⑥HDPE の熱分解

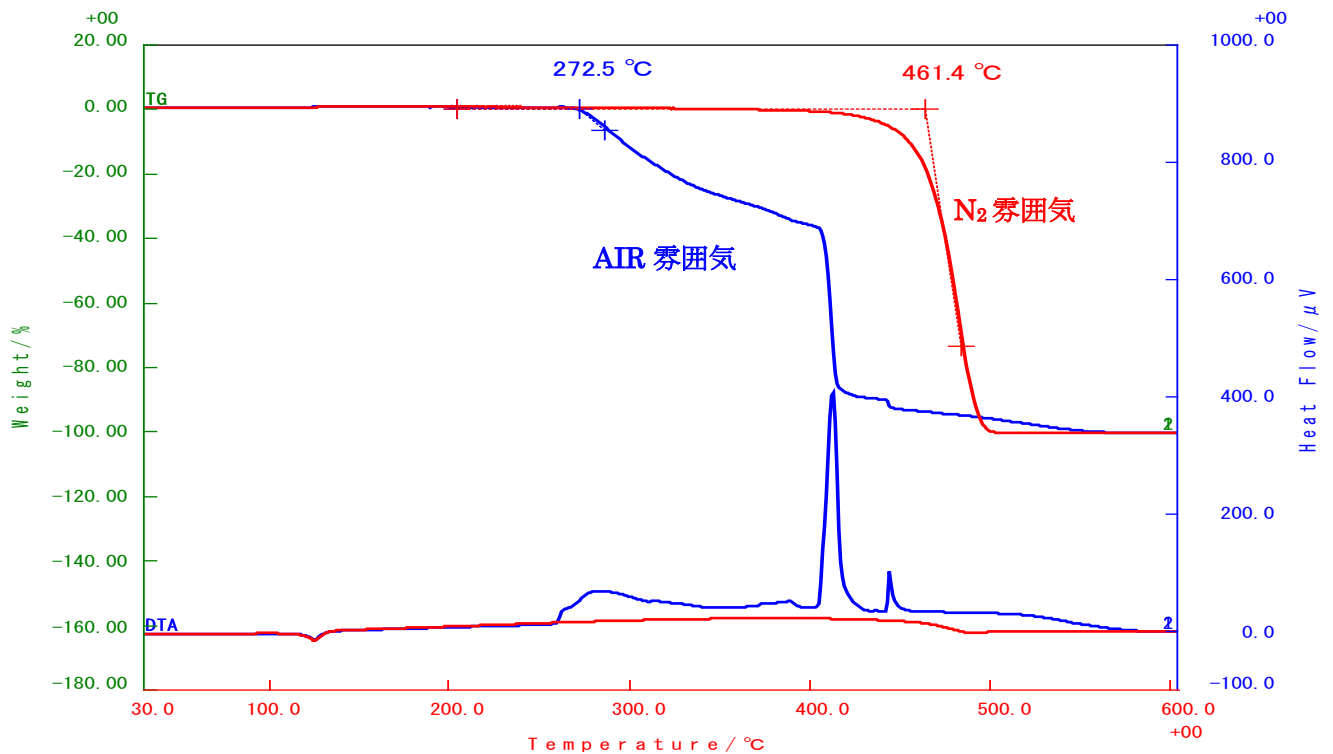


HDPE の TG-DTA 測定結果です。

126℃付近に融解による吸熱ピークが見られます。250℃付近から酸化分解による段階的な減量が見られ、それに対応した発熱ピークが DTA においても現われています。



また、拡大プロットにて確認すると、酸化分解直前に表面酸化による酸化増量が確認できます。

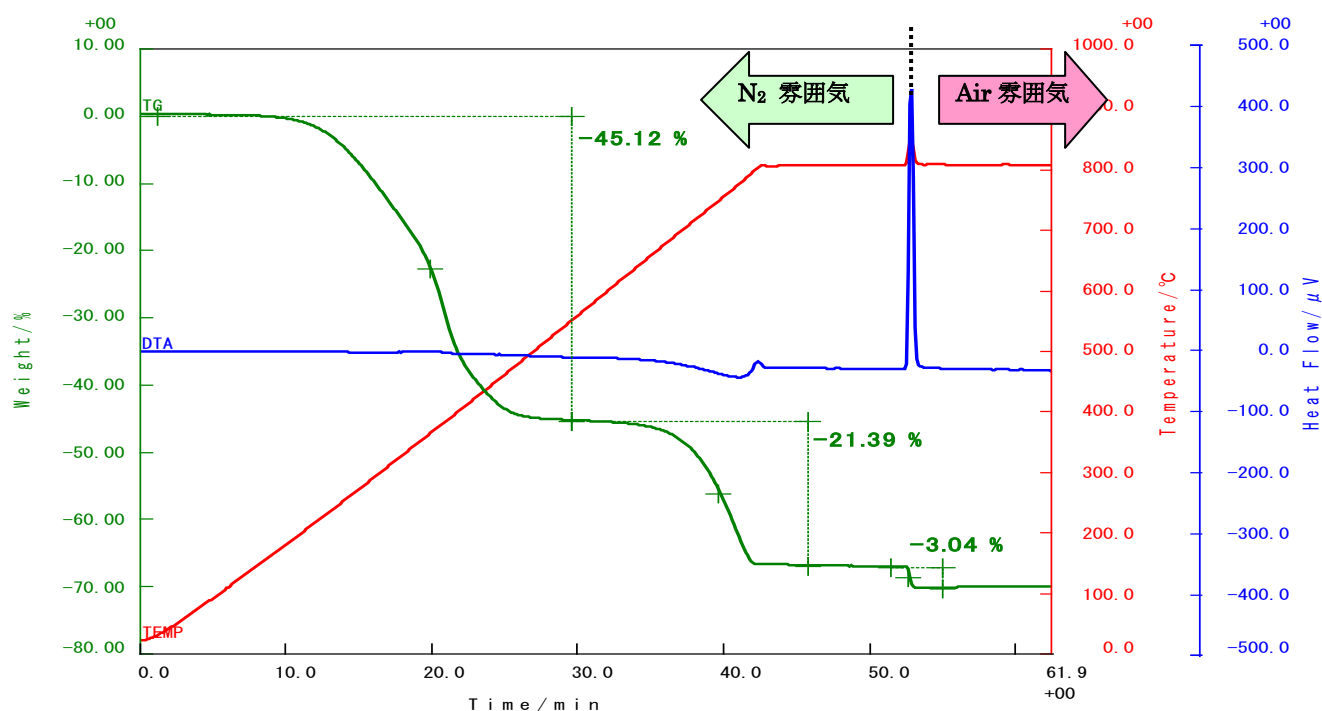


HDPE の AIR 雰囲気と N₂ 雰囲気での TG-DTA 測定結果です。

AIR 雰囲気では 250℃付近から酸化分解していますが、N₂ 雰囲気では酸素が存在しないので 400℃付近から分解による減量と吸熱ピークが見られます。

また、AIR 雰囲気では段階的に減量（酸化分解）しているのに対し、N₂ 雰囲気では1段階で分解が進行していることが分かります。ポリエチレンの酸化分解は酸化することで酸化分解が進行するため、酸素との接触条件等によって段階的に進行しますが、無酸素状態での分解は単純な分子鎖の切断によって進行するため、酸化分解より分解温度は高く、1段階で分解が進行しています。

⑦ゴム中のカーボン分の定量



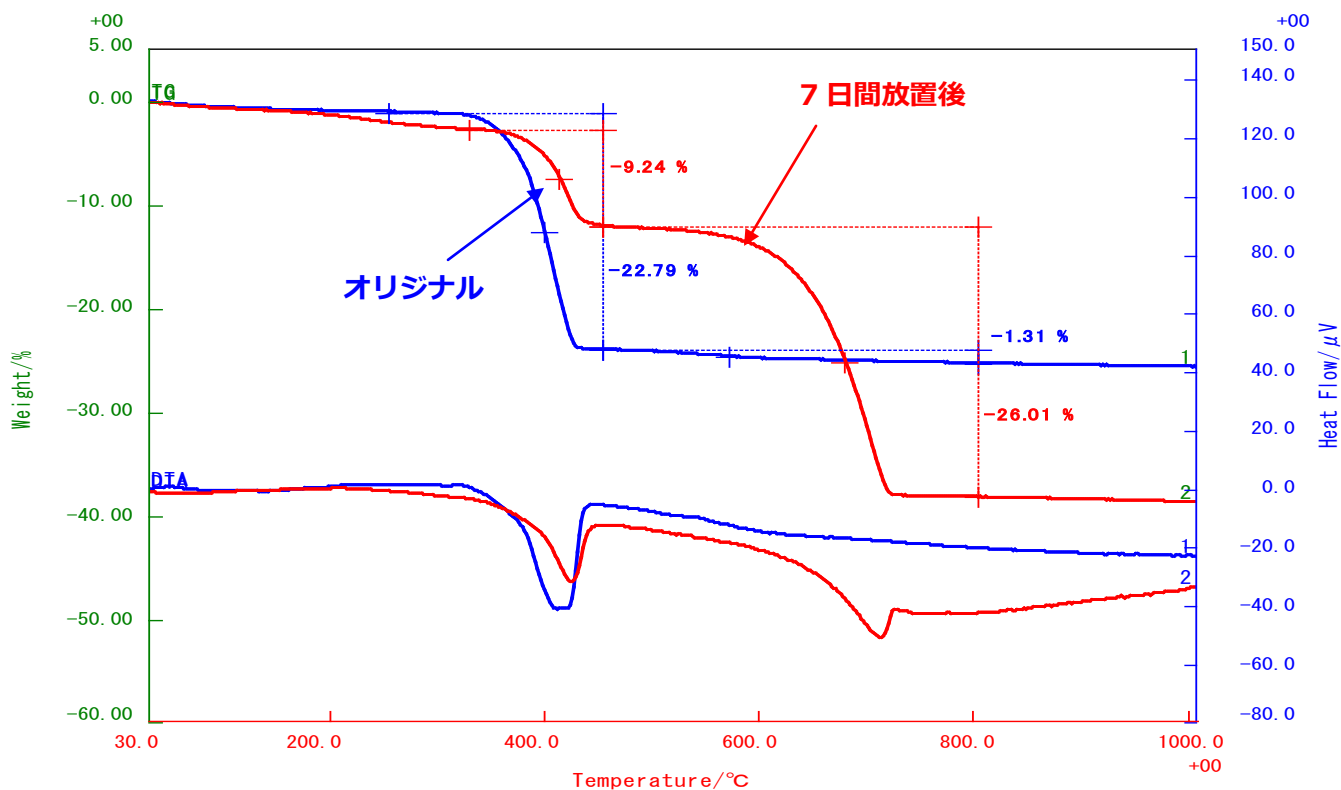
ゴム中に含まれるカーボン分の定量を行った結果です。

まず、800℃まで窒素中で昇温し、分解成分のみ分解させます。上記結果では200℃付近から45%、600℃付近から21%の分解による減量が確認できます。

その後800℃で温度ホールドし、雰囲気気を空気に切り替えると、燃焼による発熱ピークを伴う3%の減量が見られ、この減量が添加されているカーボンブラックの量に相当します。なお、カーボンブラックの定量方法には上記のような高温での温度ホールドにて雰囲気気を切り替える方法（方法①）と、窒素中で分解させた後、窒素中でそのまま降温し、空気雰囲気気に切り替えて再昇温する方法（方法②）がありますが、ゴム中に含まれる樹脂が分解時にカーボンを生成するような場合は後者（方法②）のプログラムが使用されます。この場合、再昇温過程では燃焼が2段階で見られ、低温で見られる燃焼は樹脂のカーボン化によるカーボン、高温で見られる燃焼が添加されているカーボンブラックの燃焼となります。

※ 上記データでは、200℃からの減量は樹脂の分解、600℃からの減量はフィラーとして添加されている炭酸カルシウムの脱炭酸による減量となります。ゴム製品にはこのように樹脂とカーボンブラック以外にフィラーが添加されている場合がありますので、注意が必要です。

⑧ Ca(OH)₂の炭酸化



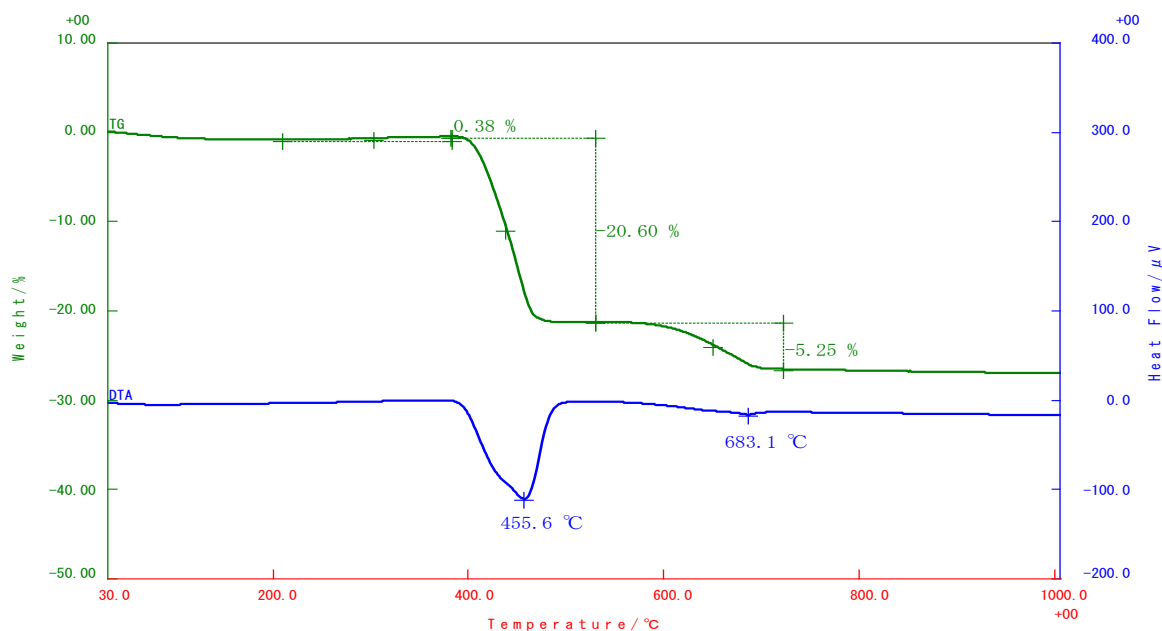
Ca(OH)₂のTG-DTA測定結果です。

密栓した状態から取り出した試料の測定結果 (original) では400°C付近に脱水による吸熱ピークを伴う減量 (-22.8%) が見られます。

25°C 60%RHの状態 で7日間放置した後測定した結果 (7days) では400°C付近の脱水による減量が少なくなっており (-9.2%)、600°C付近に減量 (-26.0%)が見られます。これは、放置している間に空気中のCO₂を吸収しCa(OH)₂の一部がCaCO₃に変化することにより400°C付近の脱水による減量が少なくなり、600°C付近のCaCO₃の脱炭酸による減量が起こることを示しています。

また、original測定結果においても600°C付近にわずかに減量 (-1.3%)が見られており、保存中において一部炭酸化が進行していることが考えられます。

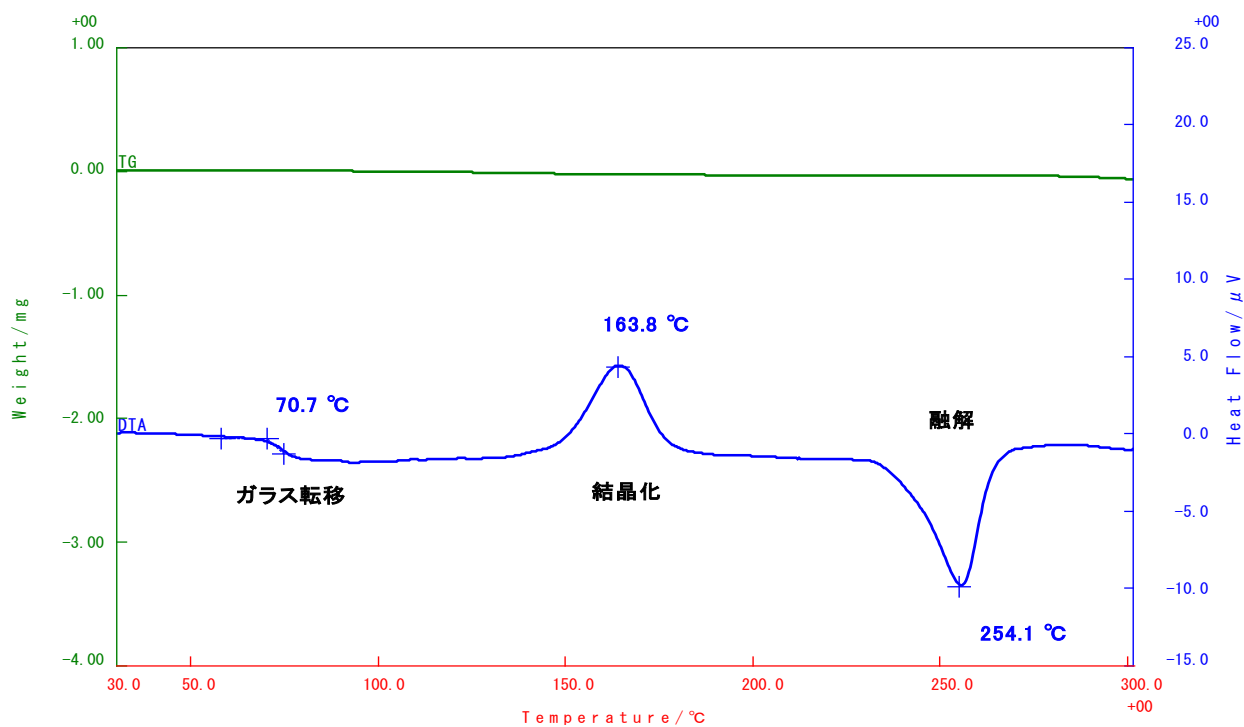
⑨ 空気雰囲気中における $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の熱挙動



$\text{Ca}(\text{OH})_2$ の Air 雰囲気での TG-DTA 測定結果です。400°C 付近に見られる $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の脱水による減量(-20.6%)以外に、200°C 付近から増量、600°C 付近に吸熱ピークを伴う減量が確認されています。これは測定中に $\text{Ca}(\text{OH})_2$ が雰囲気 (Air) 中の CO_2 と徐々に反応して CaCO_3 に変化する炭酸化に伴う増量が 200°C 付近から見られ、生成した CaCO_3 が 600°C 付近で脱炭酸を起こしています。

このように、空気中には N_2 、 O_2 以外に CO_2 や水蒸気(湿度)も含まれているため、試料によっては注意する必要があります。

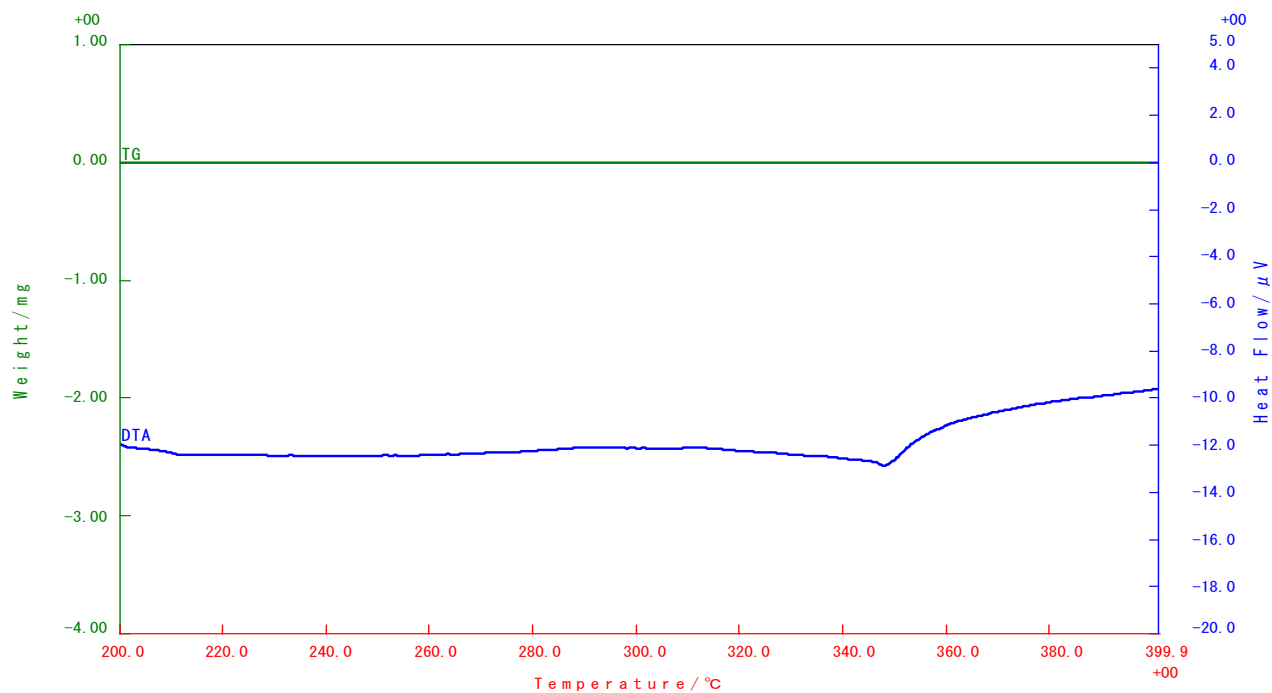
⑩ 非晶質 PET のガラス転移、結晶化、融解



非晶質 PET (Polyethyrenetelephthalate) の DSC 測定例です。

昇温に伴い、70°C 付近にガラス転移によるベースラインのシフト、160°C 付近に結晶化による発熱ピーク、250°C 付近に融解による吸熱ピークが見られます。

⑪ Niの磁気変態



室温で強磁性を示す Ni は、350°C付近で、常磁性に変化し、磁気変態と呼ばれます。
この時、DTA はブロードな吸熱ピークを示し、この温度を、キュリー温度と呼びます。