

株式会社有沢製作所 分析かわら版

No.6

発行:分析グループ
2018.01.14

◇物質は熱によって色々変化しますが、それを分析する方法(熱分析)について紹介いたします。

1. 熱分析 とは・・・

物造りをする際に、使用する材料の特性を知る事は非常に重要です。

例えば、ペットボトルにお湯を入れたら縮んでしまった・・・という経験はありませんか？。アイス飲料とホット飲料の入っているペットボトルは、同じポリエチレンテレフタレート樹脂で作られていますが、耐熱性が異なります。

ホット飲料用のペットボトルは、熱処理し耐熱性を高めてあるのです。

このような熱による変化を定量的に捉える手法が熱分析で、何を知りたいかにより、分析方法が異なります。以下に代表的な熱分析を3種紹介します。

こんなに縮んでしまいました



ホット飲料用 アイス飲料用

図1. 熱湯入り 500ml ペットボトル

2. TMA、DSC、DMA*1)

ICTAC^{*2)}の定義やJIS規格^{*3)}では、熱分析は「物質の温度を一定のプログラムに従って変化させながら、その物質のある物理的性質を温度の関数として測定する一連の技法の総称」とされています。

*1) TMA(Thermo Mechanical Analysis) : 熱機械分析
DSC(Differential Scanning Calorimetry) : 示差走査熱量測定
DMA(Dynamic Mechanical Analysis) : 動的粘弾性測定

1測定で粘性、弾性の2つの弾性率(E', E'')が得られます。

表1. 一般的特徴

分析法	TMA : 熱機械分析	DSC : 示差走査熱量測定	DMA : 動的粘弾性測定
物理的性質	長さの変化	熱量の出入り	応力と歪み⇒弾性率
チャートの見方			
得られる情報の例	接線の交点 : ガラス転移温度 (Tg) ^{*4)} チャートの傾き : 線膨張係数 チャートの変化 : 熱膨張・収縮 膨張・収縮の開始温度	接線の間中点 : Tg 発熱ピーク : 結晶化、酸化、硬化 吸熱ピーク : 熱分解、融解、脱水 ピーク面積 : 状態変化の熱量	チャートの変化 : 貯蔵弾性率=E' (弾性) : 損失弾性率=E'' (粘性) E''/E' のピーク : Tg

*2) ICTAC(International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry) : 国際熱分析連合

*3) JIS(Japanese Industrial Standards) : 日本工業規格

*4) 高分子のような材料では、分子鎖がほとんど動かない状態から動き始める温度を言う。

3. TMA : 熱機械分析

TMA は、試料に一定の荷重*5)を掛けながら温度を変化させて、試料の寸法変化を測定する方法です。一般的には、変化した長さを変化率として示します。

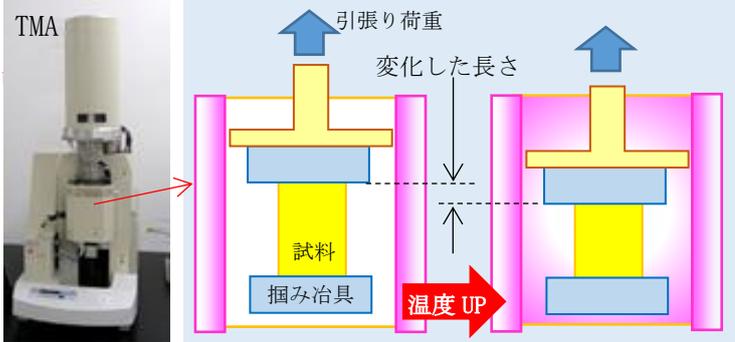


図 2. TMA:引張りモード

<分析事例：ペットボトル>

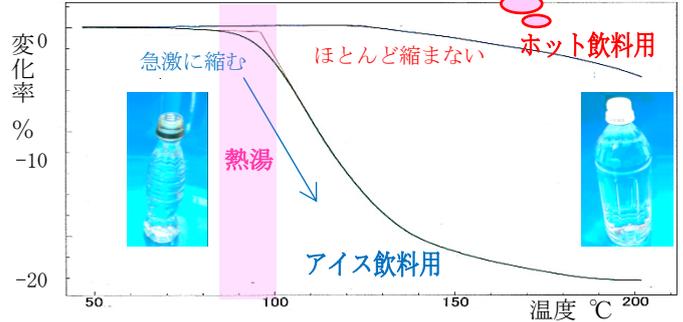


図 3. ペットボトルの TMA チャート

※TMA のチャートから、アイス飲料用のペットボトルは、熱湯を入れると縮む事が分かります。

熱処理で縮まない材料になっています

ホット飲料用

急激に縮む

ほとんど縮まない

熱湯

アイス飲料用

4. DSC : 示差走査熱量測定

DSC は、基準試料と測定試料に同じ熱量を与えて、試料間に生じる温度差から熱量の出入りを測定する方法です。試料の吸熱や発熱から試料の状態変化を把握する事が可能です。

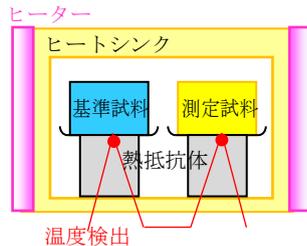


図 4. DSC:熱流速型

<分析事例：ペットボトル>

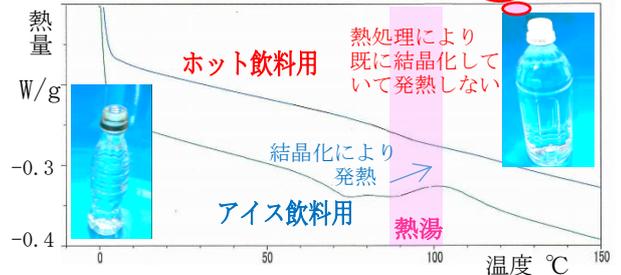


図 5. ペットボトルの DSC チャート

※DSC のチャートから、ホット飲料用のペットボトルは、熱処理により結晶化されている事が分かります。

熱処理で結晶化してました

ホット飲料用

熱処理により既に結晶化していて発熱しない

結晶化により発熱

アイス飲料用

熱湯

5. DMA : 動的粘弾性測定

多くの物質は、粘性*6)と弾性*7)の性質を併せ持つ粘弾性物質です。

DMA は、試料に振動(動的荷重)を加え、応力と歪みを継続的に測定する事で、粘性と弾性の動的弾性率(E'', E')

を求める装置です。2つの値の比(E''/E')からは Tg が得られます。

- *6) 液体の変形を抑制する性質。
例：瓶から蜂蜜がゆっくり落ちる粘り具合。
- *7) 固体の戻ろうとする性質。
例：固体ゴムが変形後、元に戻ろうとする力。

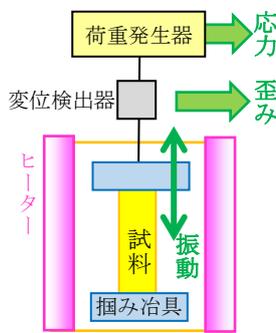


図 6. DMA:引張りモード

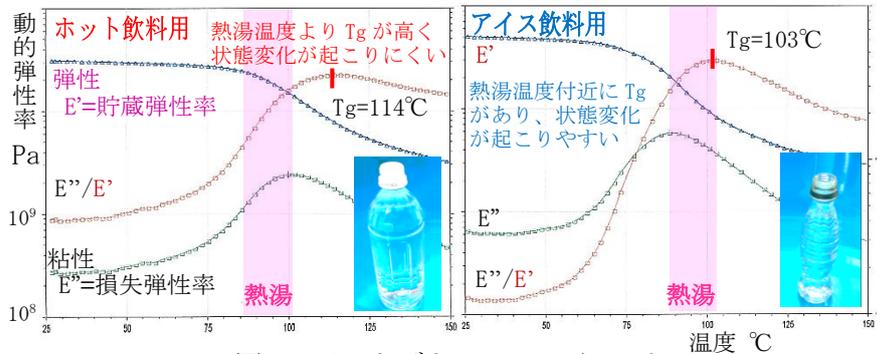


図 7. ペットボトルの DMA チャート

ホット飲料用 熱湯温度より Tg が高く状態変化が起こりにくい

弾性 E'=貯蔵弾性率 Tg=114°C

E''/E'

粘性 E''=損失弾性率 熱湯

アイス飲料用 Tg=103°C

熱湯温度付近に Tg があり、状態変化が起こりやすい

E''

E''/E'

熱湯

この様に材料特性を事前に把握し、製品設計に活かす事で、理想の製品開発を効率良く行う事が可能です。