

目 次

分析機器解説シリーズ (14) . . . . .	2
高性能熱分析装置の応用	
お知らせ . . . . .	5
・工学分室所管及び登録機器について	
・昭和 61、62 年度センターおよび工学分室幹事	
・集中法粉末 X 線回折装置用グラフィック・ソフトウェアについて	

分析機器解説シリーズ(14)  
高性能熱分析装置

総理工 森 永 健 次

最近中央分析センターに導入された熱分析装置について、その仕様、原理、応用例を簡単に述べる。構成は、高性能サーマルコントローラとしてSSC575、高温型示差熱分析装置としてDTA30、示差走差熱量計としてDSC20である。

1.仕様と原理

サーマルコントローラ	SSC575
プログラム速度	0.01 /min ~ 99.99 /min
プログラムモード	固定モード 3種類 組立モード 50ステップまで組立可能
プログラムホールド時間	0 ~ 999.9 min
データストア	3チャンネル×10,000点
寸法	450(W) × 600(D) × 330(H)mm

サーマルコントローラは、コントロール部とデータロガー部に分けられ、前者は温度制御を行い、後者は出力信号を内部メモリにストアする。また後者のプレイバック機能により、メモリの内容を任意のスケールでレコーダに再出力できる。

コントロール部は、上記のように固定モードに加えて50ステップまでの組立モードによる測定も可能とするので、加熱して等温保持、加熱・冷却の反復、その他複雑なヒートパターンによる測定などを、広い温度範囲、広範囲の昇温・降温速度について行うことができる。これがこの装置の大きな特色である。また2種類までのガスを独立に流量制御できる。

DTA30

温度範囲	室温 ~ 1,500 (常用1,300)
プログラム速度	0.01 /min ~ 99.99 /min
DTA測定レンジ	10 $\mu$ V/FS ~ 2,000 $\mu$ V/FS (FS:フルスケール)
試料量	最大 100 $\mu$ l
寸法	360(W) × 350(D) × 455(H)mm

DTA30の構造をFig.1に示す。サンプル、リファレンスはそれぞれ検出器を介してヒートシンクとつながっている。サンプルで発生した熱量は熱伝導により検出器を通してヒートシンクに流れる。そのときのサンプルとリファレンスの温度差を検出するヒートシンクの構造は試料に対する対流、輻射の影響が極めて小さいものになっているので、ノイズレベルおよび高温での感度低下を最小限におさえている。

試料を入れる容器は、アルミ、銀、または白金製であり、測定温度範囲、試料の特性により適宜使い分ける。

#### D S C 20

温度範囲	- 150 ~ 600
プログラム速度	0.01 / min ~ 99.99 / min
最高感度	0.4mJ / s / FS (0.1mcal / s / FS) (FS : フルスケール)
試料量	最大 100 $\mu$ l (非密封容器使用時) 最大 15 / $\mu$ l (密封容器使用時)
寸法	210 (W) $\times$ 350 (D) $\times$ 284 (H) mm

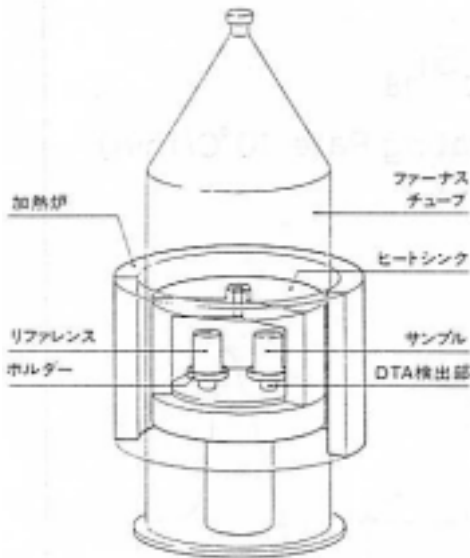


Fig. 1

D S C 20 の構造を Fig.2 に示す。これはサンプルとリファレンスに供給される熱流の差を検出する熱流束型 D S C である。サンプルおよびリファレンスは検出器を通してヒートシンクから加熱冷却される。ヒートシンクはサンプルに比べて大きな熱容量をもっており、均熱的に温度制御されている。従ってサンプルおよびリファレンスに流れ込む熱流はそれぞれヒートシンクとの温度差に比例する。

試料を入れる容器はアルミ製で、密封型と非密封型とがある。密封型は、熱分析中に発生する気体を外へ逃がさないことが必要な時に用いられ、内圧 50 気圧まで耐えることができる。

#### 2. 測定例

D S C 20 を用いて行った非晶質合金  $Pd_{82}Si_{18}$  の測定の例を以下に記す。温度範囲を室温から 500 とし、10 / min で昇温した。試料約 20mg を密封型容器に入れ、容器(アルミニウム)が酸化しないようにアルゴンガスを流しながら測定した。この試料はガラス合金であり、350 付近でガラス転位による吸熱ピークが、またその高温側で結晶化による発熱ピークが現れた。その様子を Fig.3 に示す。

この発熱ピークの面積から求めた結晶化熱量の値は 32J / g である。

この他にも次のような使用例が考えられる。たとえば従来の T T T (time-temperature-transformation) 図は、一度融解した試料を融点以下に急速降温した後、等温保持し、結晶化までの時

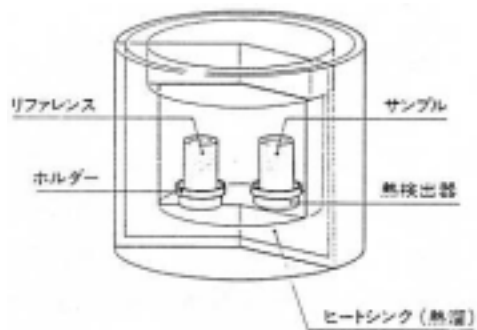


Fig. 2

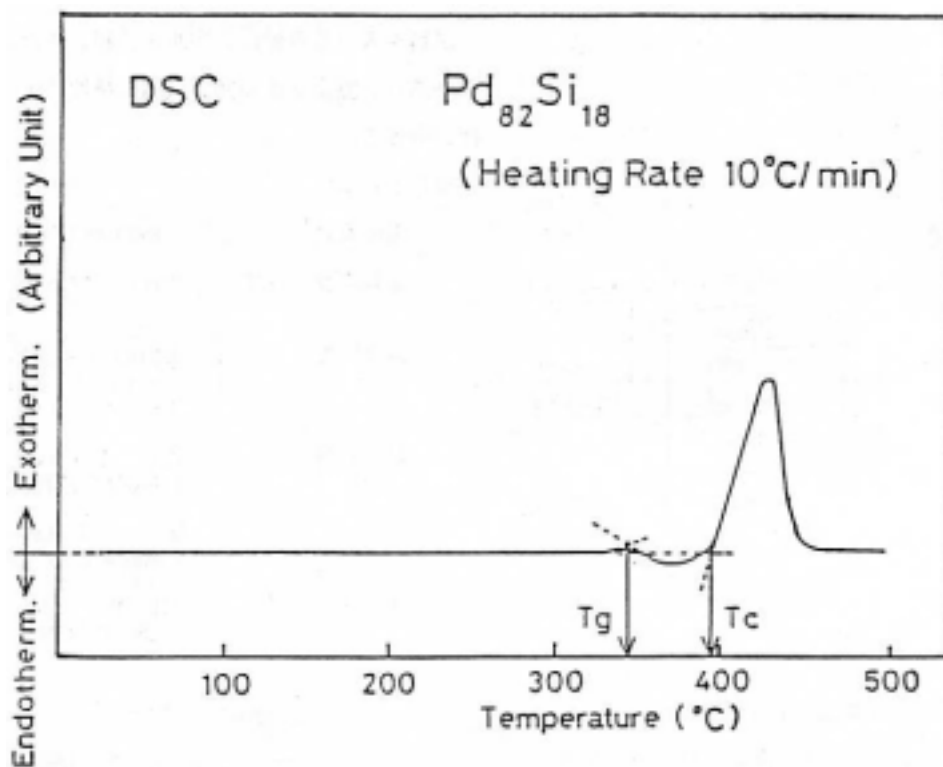


Fig.3

間を測定して決定したものである。この処理が不可能な試料（例えば非晶質合金など）では、低温側から昇温して結晶化温度以下で等温保持することにより、いわゆる下からのT T T図を作製することが一つの試料評価になる。この種の測定も本装置で容易に行うことができる。また、ある変態が可逆的であるのか不可逆的であるのかを明らかにし、もし可逆的であるなら、昇温・降温での相違の有無を調べることも本装置のプログラム機構で容易に行える。

このように本装置により多様な熱分析を行い、さまざまな角度から試料を評価することが可能になるものと期待される。

\*\*\*\*\* お 知 ら せ \*\*\*\*\*

工学分室所管及び登録機器について

下記の通り利用料金の設定、新規登録などがありましたので、お知らせ致します。

1. 金属中水素分析装置（昭和60年度設置）

型 式：(株)堀場製作所 EMGA - 1110 形

利用料金：校 正 A：1000 円 / 回

B：600 円 / 回

測 定 A：600 円 / 件

B：300 円 / 件

2. 走査型電子顕微鏡（登録機器）

型 式：明石製作所製 MSM - 6 型

利用料金： A：3000 円 / 件

B：1000 円 / 件（新規）

3. 新規登録

イオンシンニング装置

型 式：(株)エイコーエンジニアリング IE - 20

利用料金： A：2000 円 / 件

直読式自動旋光計

型 式：柳本 OR - 50 型

利用料金： B：300 円 / 時間

4. 登録取消

ストップフロー分光光度計

型 式：ユニオン技研製 RA - 1300 型

磁化率測定装置

型 式：自 作

質量分析計

型 式：日本電子製 JMS - 07 型

昭和 61・62 年度センターおよび工学分室幹事

センターおよび工学分室の幹事会幹事が以下のように決まりました。

九州大学中央分析センター幹事会幹事

幹事長	センター長	教授	岡崎	篤
幹事	工学部	"	高木	誠
	大学院総合理工学研究科	"	山添	昇
	"	"	沖	憲典
	歯学部	助教授	小西	圭介
	生産科学研究所	"	森	章
	中央分析センター	"	川上	弘泰

九州大学中央分析センター工学分室幹事会幹事

幹事長	分室長	教授	加藤	昭夫
	( 応 )	"	谷口	宏
	( 工分 )	"	石橋	信彦
	( 合 )	"	松田	勲
	( 合 )	助教授	松田	義尚
	( 鉄冶 )	教授	林	安德
	中央分析センター幹事	"	高木	誠

集中法粉末 線回折装置用グラフィック・ソフトウェアについて

上記装置のグラフィック・ソフトウェアを購入しましたので、これに関する講習会を 11 月に行う予定にしております。詳細は追ってお知らせします。