

## 熱重量示差熱分析装置 (TG-DTA)

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、その物質のもつ物理的性質の温度依存性を測定する一連の技法の総称と定義されている。TG-DTAはその技法の一つであり、試料の温度を一定のプログラムに従って変化または保持させながら、その試料の質量および熱量を温度または時間の関数として測定する方法である。<sup>1)</sup>

図1および表1に当財団設置のTG-DTAの外観写真と主な仕様を示す。本装置は白金パンあるいはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>パンに充填された試料とリファレンス（主にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）を同時に加熱し、両間で生じた重量および熱量の差をデータとして出力している。得られたデータより、各温度で起きた反応または転移を推測することができる。



図1 TG-DTAの概観写真

表1 TG-DTAの主な仕様

天秤方式	水平差動型
測定温度範囲	RT~1300°C
昇温速度	~40°C/min
雰囲気	Air、N <sub>2</sub> 、O <sub>2</sub> 、Ar、CO <sub>2</sub> ただし、フロー
測定容器	PtおよびAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

### 参考論文

1) 畠山立子: Netsu Sokutei 33(3)p.127-133(2006).

### TG-DTAの校正

#### ①熱重量変化の校正

図2にCaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oの測定結果を示す。CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oは昇温することで式(1)~(3)の反応により重量減少が起こる。定期的に各反応での重量減少率をチェックすることが好ましい。更に、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの温度に対して安定な物質を測定し、ベースラインを補正することにより、精度が上がる。

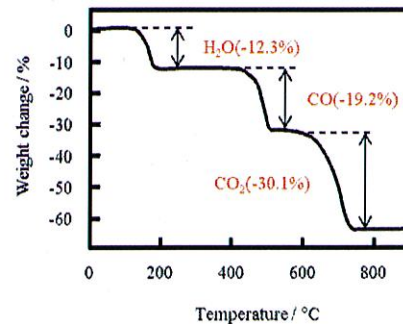


図2 CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oの熱重量変化率

- (1)CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>O→CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>+H<sub>2</sub>O
- (2)CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>→CaCO<sub>3</sub>+CO<sub>2</sub>
- (3)CaCO<sub>3</sub>→CaO+CO<sub>2</sub>

#### ②熱量変化および測定温度の校正

図3にPdおよびZnの測定結果を示す。固体から液体への変化は吸熱反応である。定期的に各金属の融点における吸熱量（融解熱、図3の凹部面積）をチェックすることが好ましい。合わせて、融点を接線法から算出し（図3中の赤線交差点）、温度校正も行う。更に、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの温度に対して安定な物質を測定し、ベースラインを補正することにより、反応箇所が明確になる。

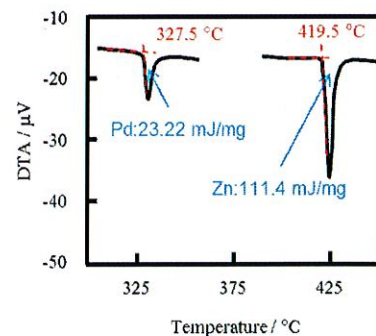


図3 PdおよびZnの熱量変化

当財団ではTGは空のPtパンを測定することで、DTAはIn、Sn、Pd、Zn、Al、Ag、Auを測定することで各温度での誤差を近似式により補正している。

(研究員 前田 朋之)