



TG-DTAの基礎から、TG-MSとTG-FTIRへの応用まで、 測定ノウハウをお伝えします！

2024年9月5日

株式会社リガク アプリケーションラボ

細井宜伸



本日の内容

1. TG-DTA
2. TG-MS、TG-FTIR
3. 測定ノウハウ

1. TG-DTA

熱重量-示差熱分析 TG-DTAの定義

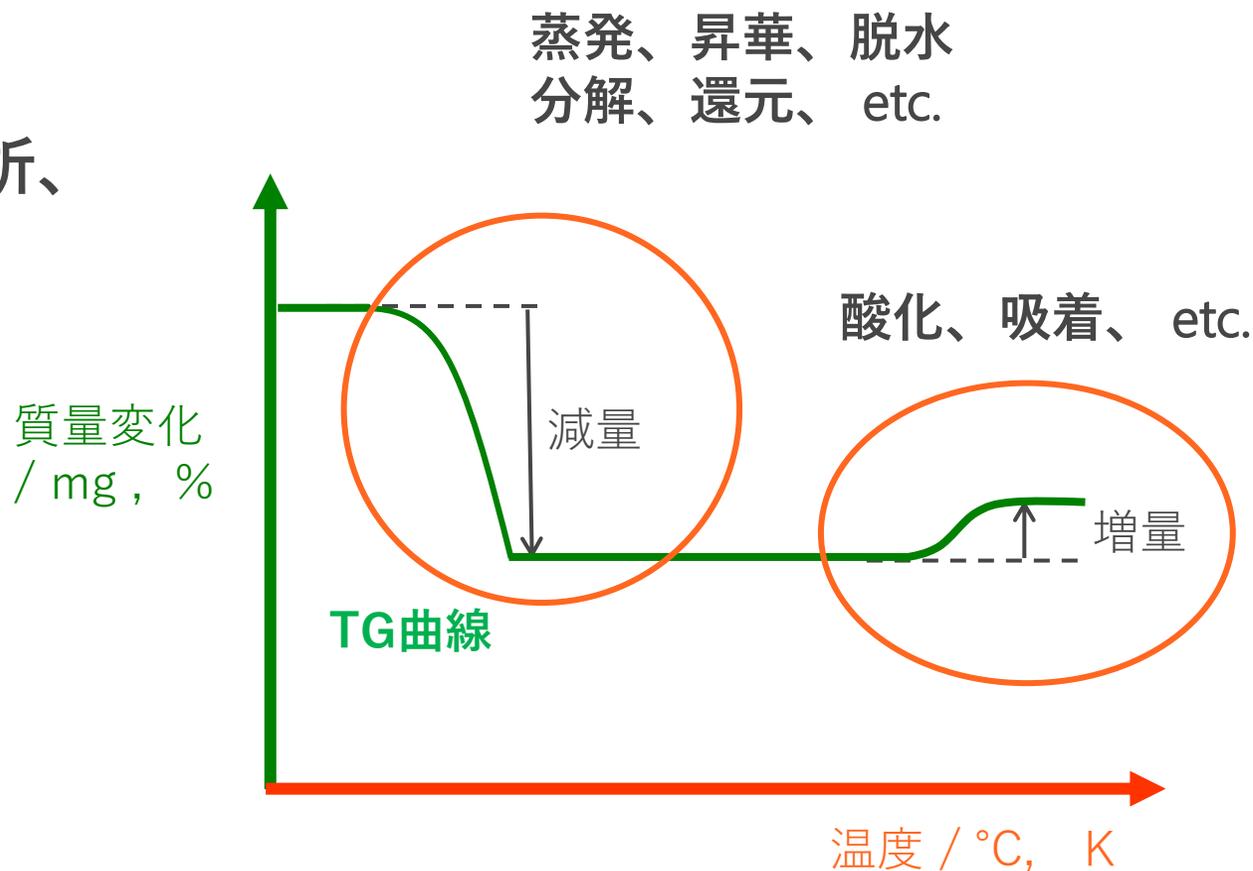
温度を定められたプログラムに従って変化させながら、試料（あるいはその反応生成物）の質量変化と測定試料と基準試料の温度差を温度の関数として測定する一連の技法

海外だとSTAと呼ばれることも多く、最近では日本でもSTAと呼ぶ機会が増えています。

熱重量測定(TG)

<用途>

分解、脱水、酸化などの温度解析、
付着水や結晶水の定量など

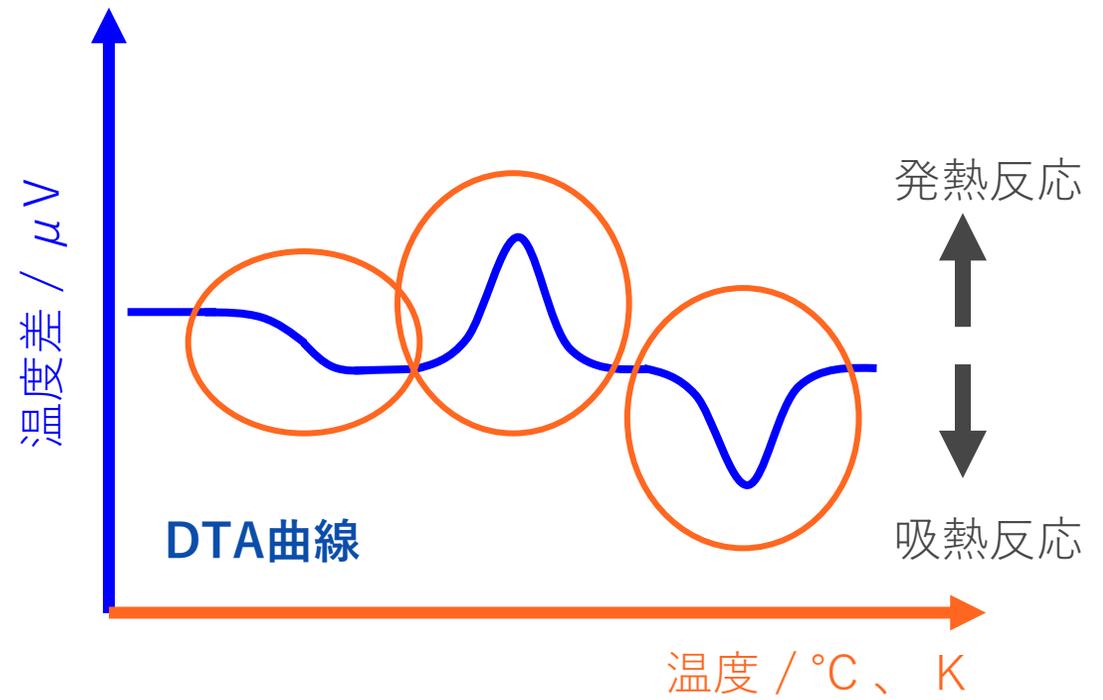


示差熱分析(DTA)

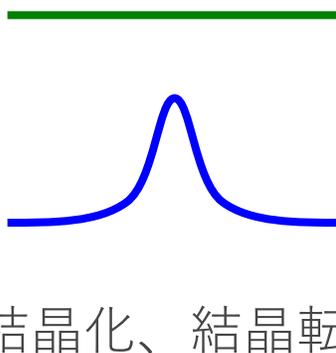
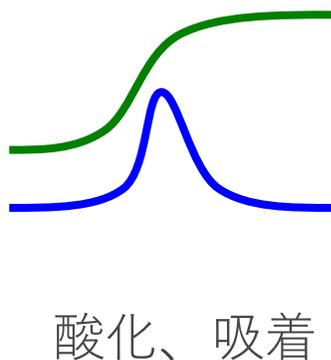
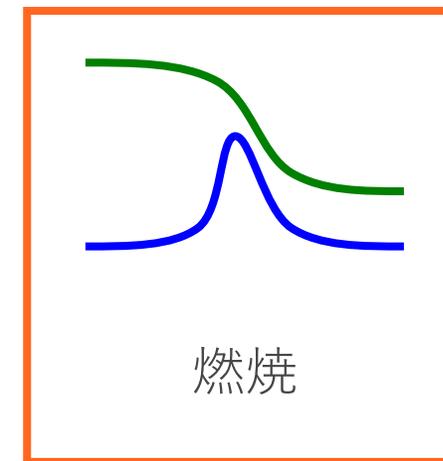
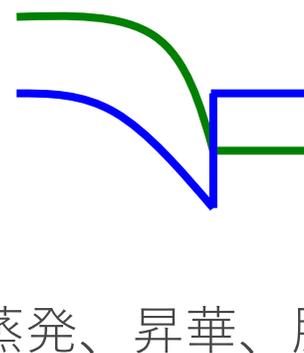
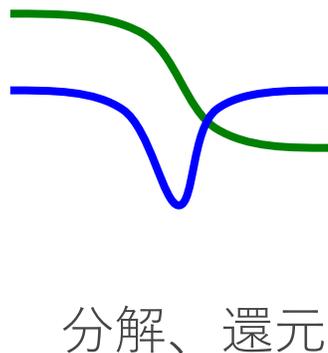
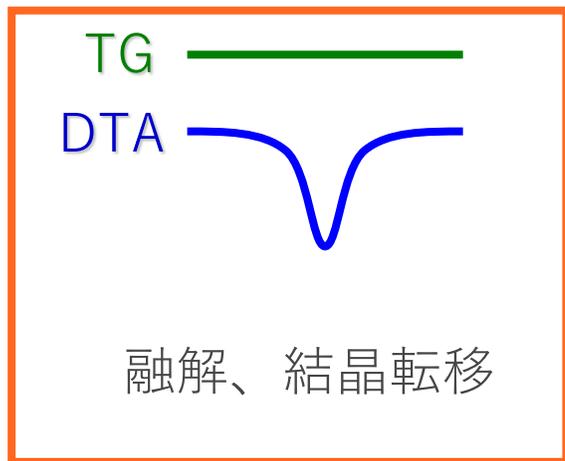
<用途>

試料の融解挙動、脱水温度
分解、燃焼の確認

発熱ピーク
融解 転化 燃焼 脱酸 分解 etc.



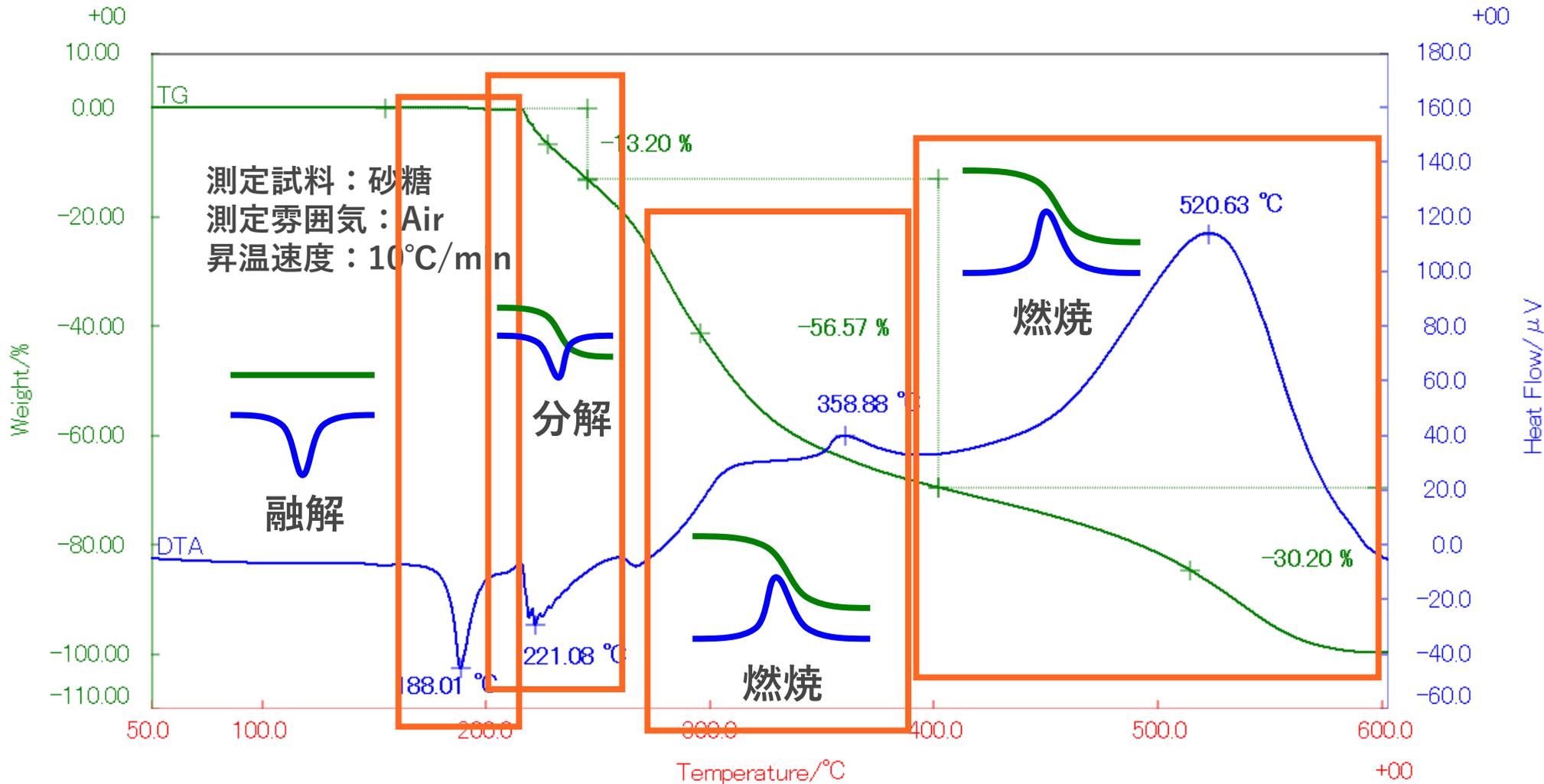
TG-DTAから反応を特定できます



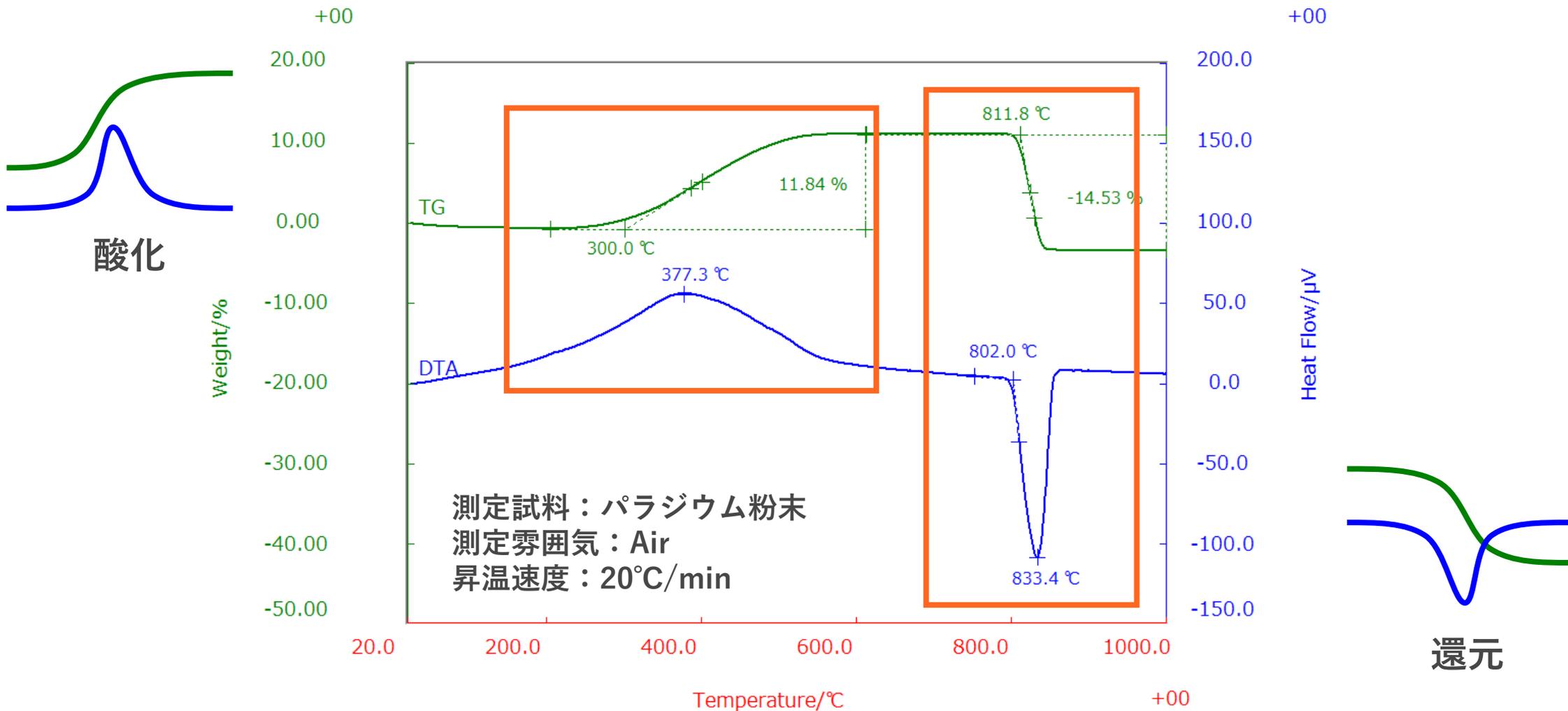
TG-DTA 装置外観



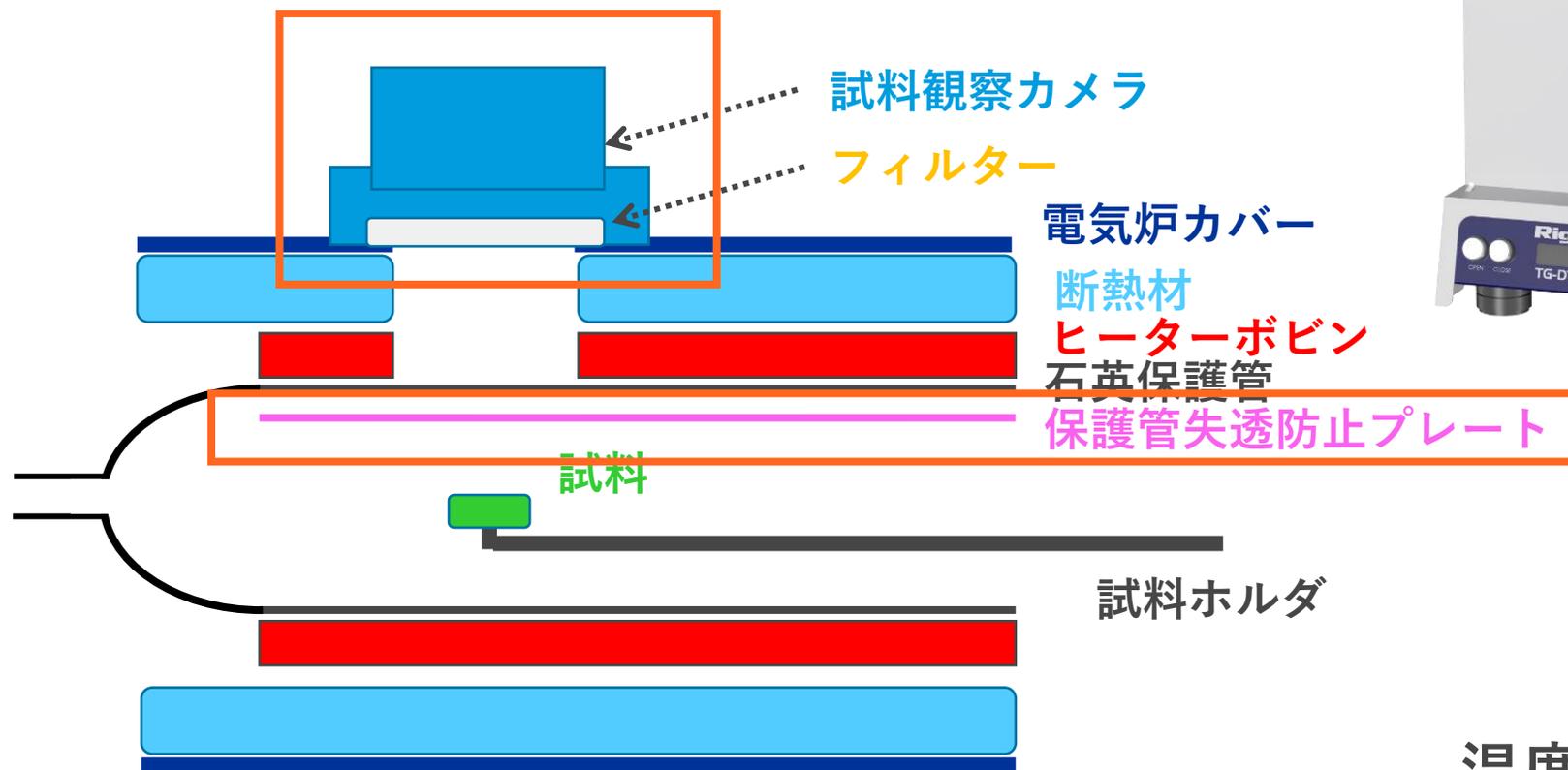
砂糖のTG-DTA測定



パラジウム粉末のTG-DTA測定



試料観察TG-DTA



カメラ

画素数：最大500万画素
接続：USB2.0
照明：落射型LED照明

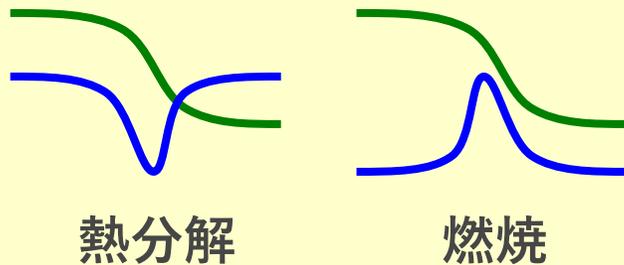
温度範囲：RT~1000°C

2. TG-MS、TG-FTIR

TG-DTAとMS、FTIRを組み合わせて...

TG-DTA

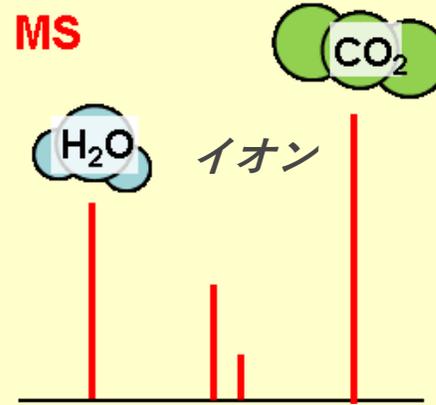
重量変化、吸発熱反応を確認



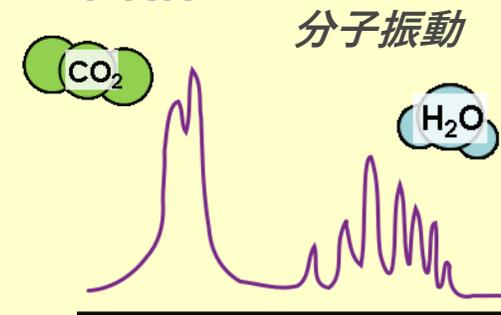
熱分解、燃焼など、どのような反応が起きているか分かります。



MS

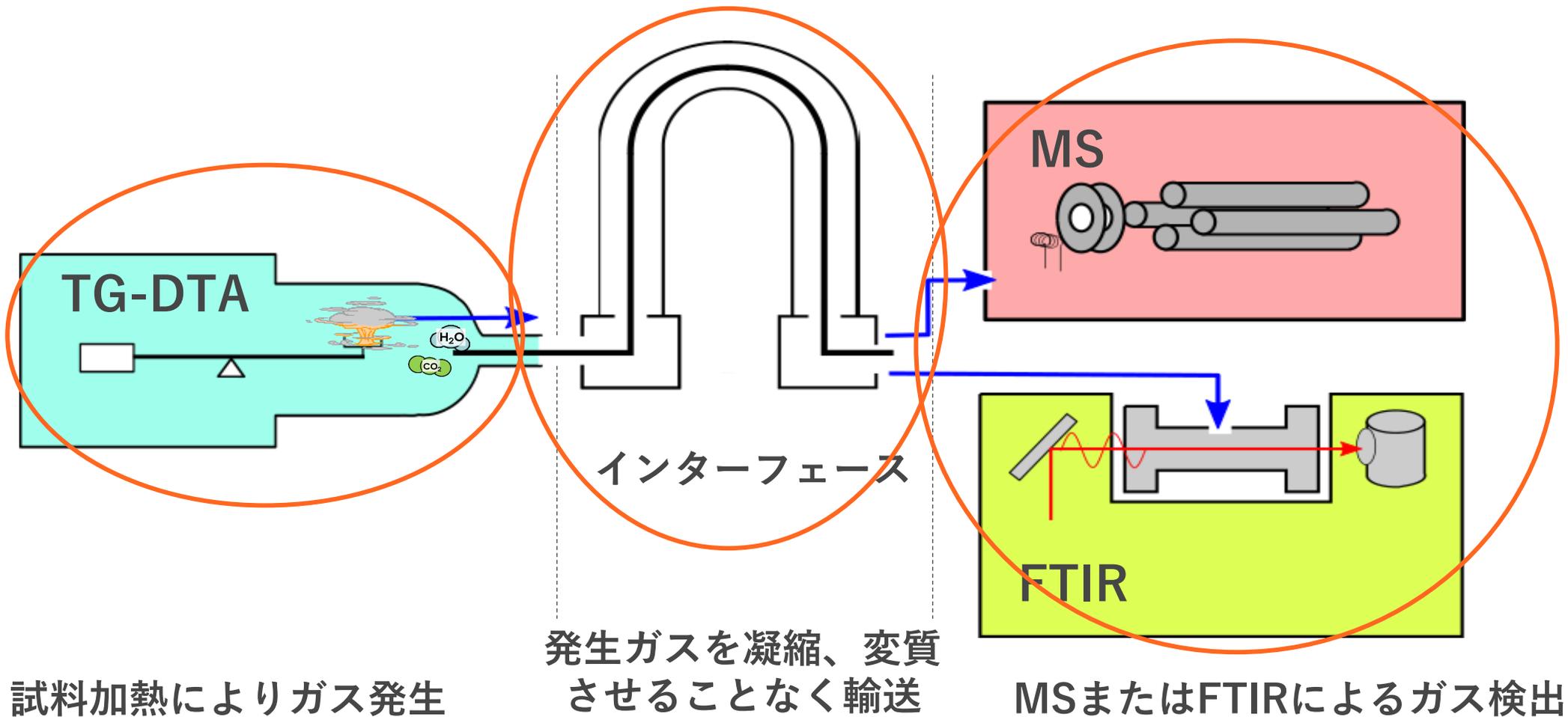


FTIR



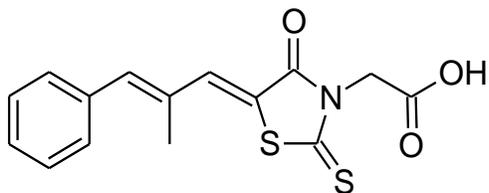
反応生成物を特定できます。

TG-MS、TG-FTIRの基本構成



TG-MS: 医薬品の乾燥減量試験

エパルレスタット



<測定条件>

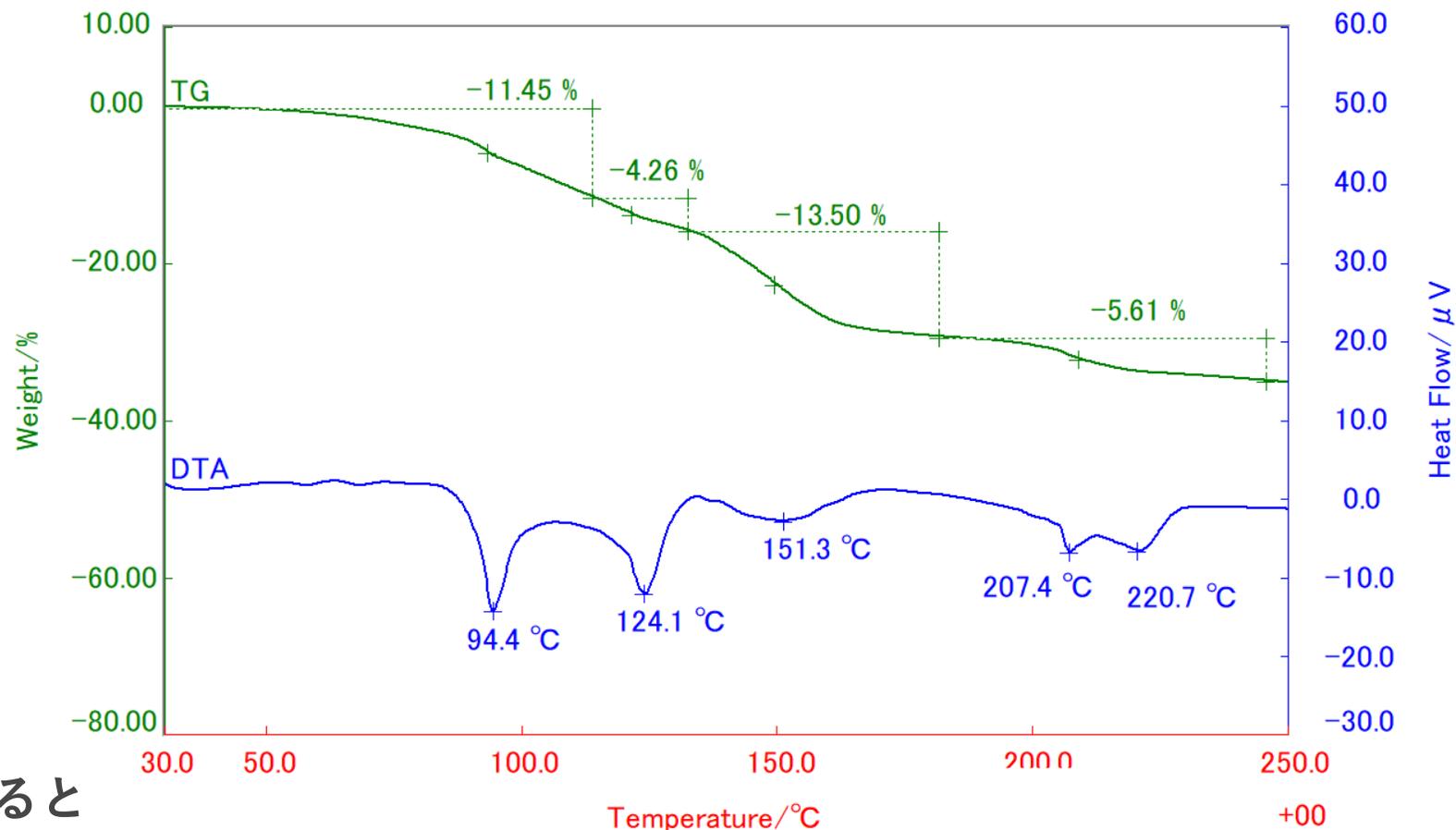
12 mg

20°C/min昇温

He雰囲気

イオン化法：EI

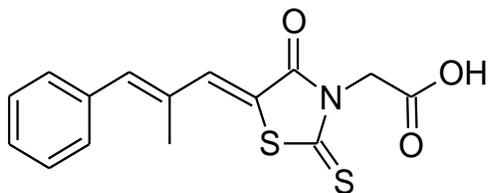
エパルレスタットを加熱すると
多段階の減量が確認されました。



試料ご提供：星薬科大学薬学部薬品物理化学教室 米持悦生教授

TG-MS: 医薬品の乾燥減量試験

エパルレスタット



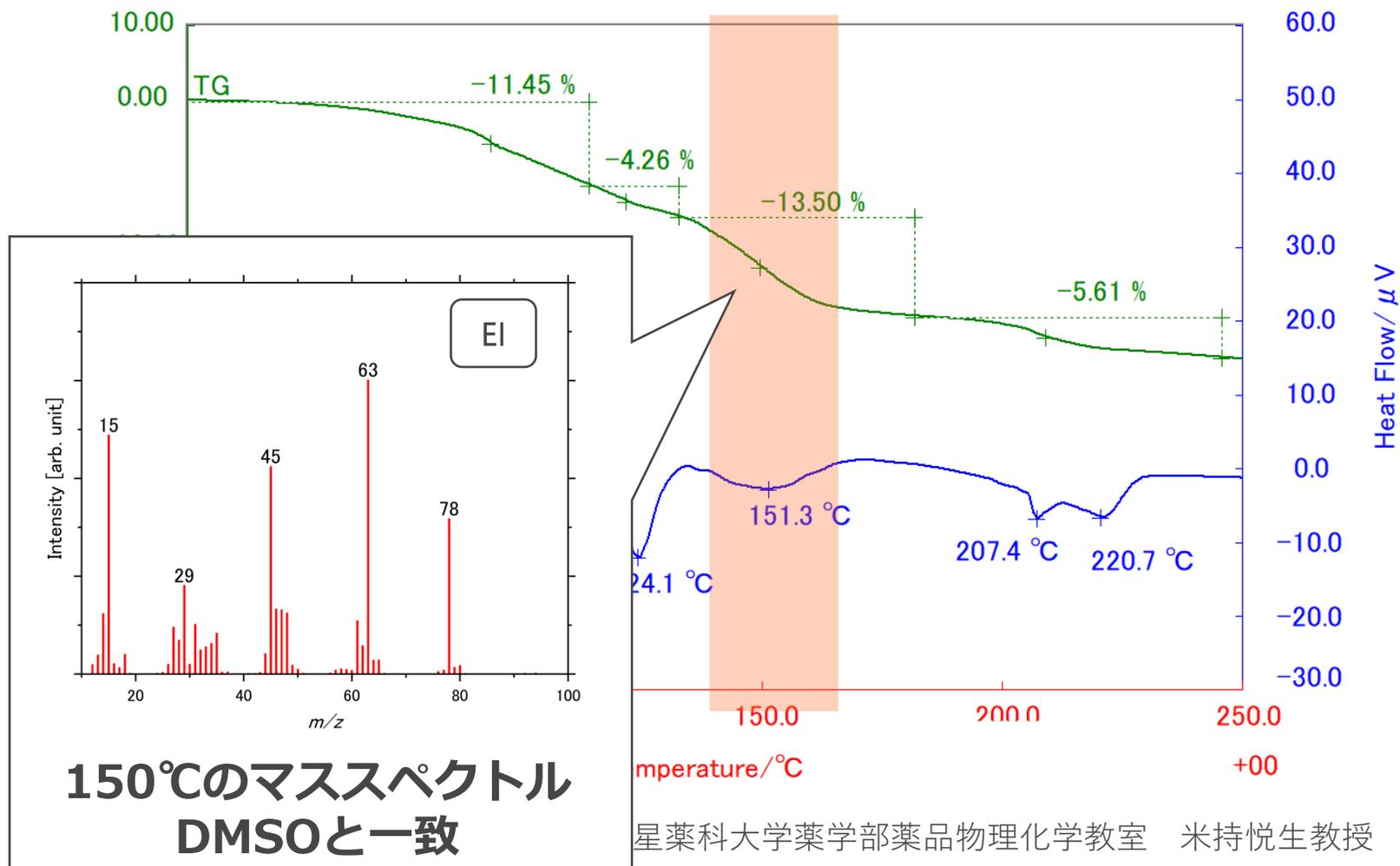
<測定条件>

12 mg

20°C/min昇温

He雰囲気

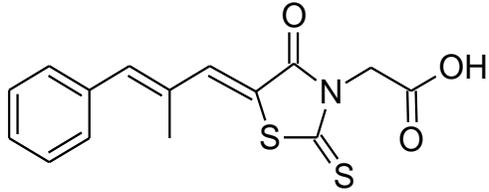
イオン化法：EI



星薬科大学薬学部薬品物理化学教室 米持悦生教授

TG-MS: 医薬品の乾燥減量試験

エパルレスタット



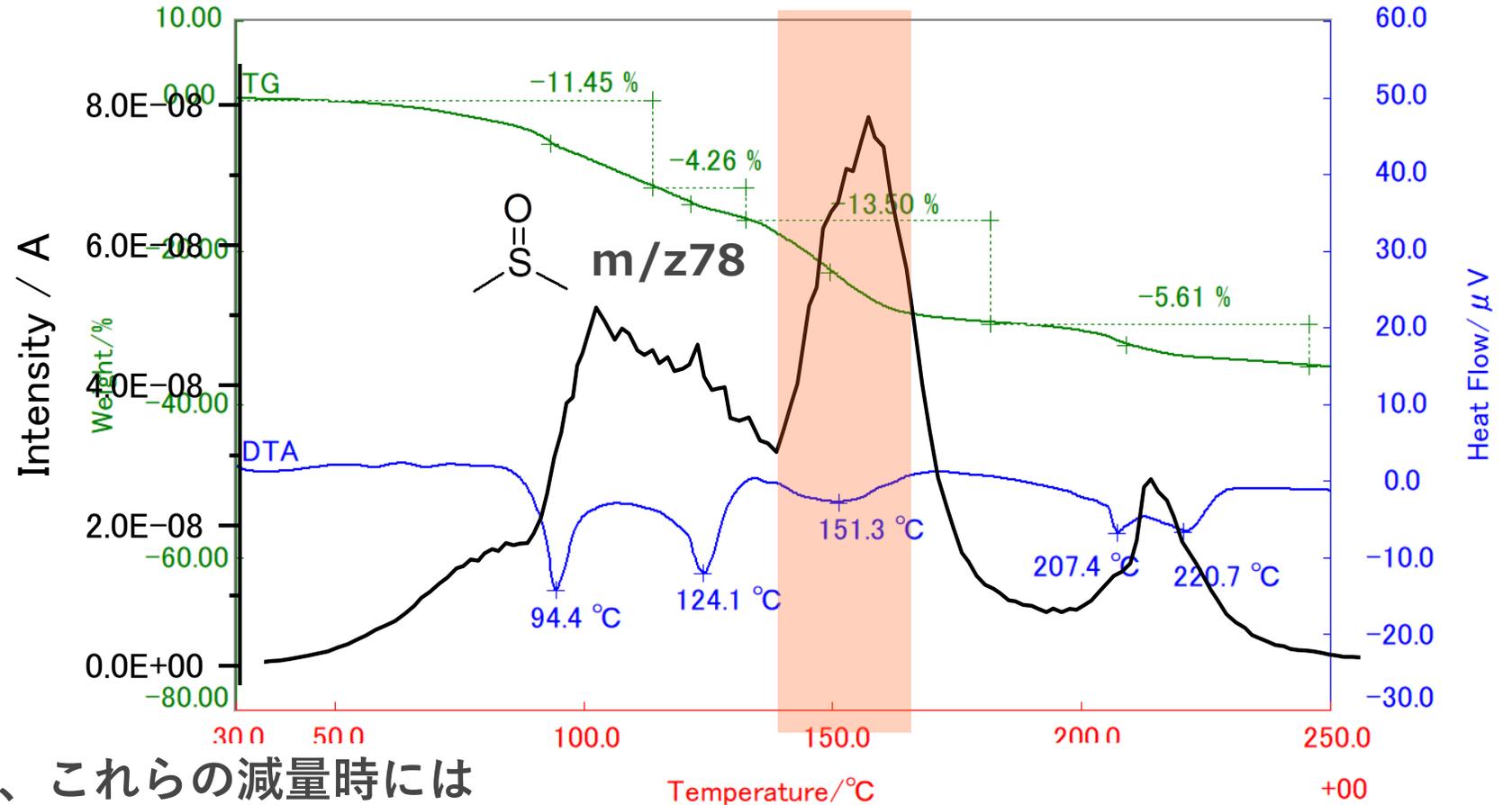
<測定条件>

12 mg

20°C/min昇温

He雰囲気

イオン化法：EI

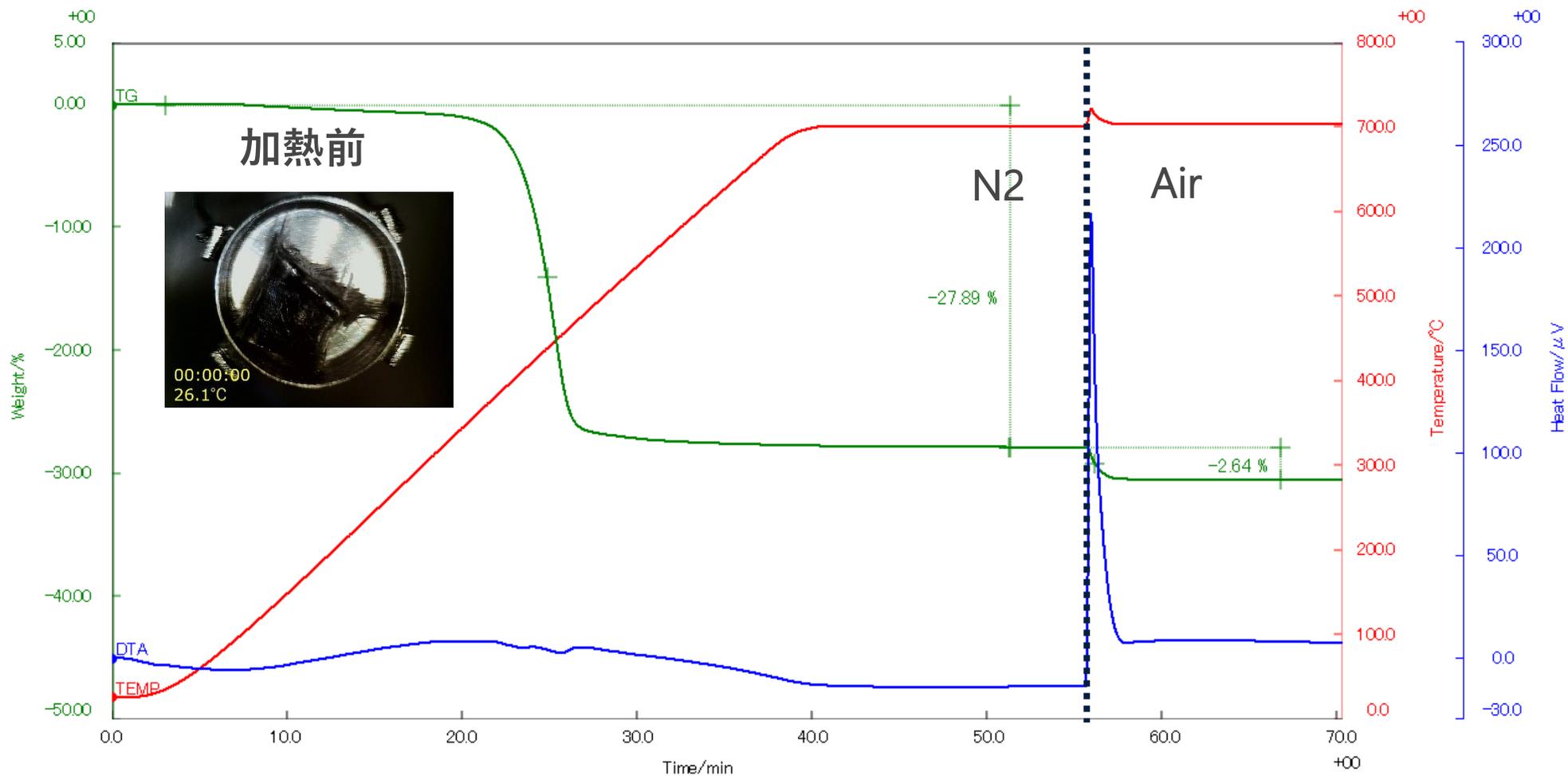


多段階の減量が確認され、これらの減量時にはDMSOが脱離していることがわかりました。

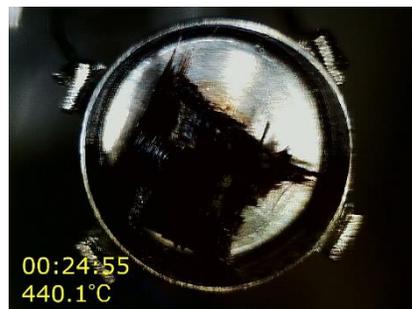
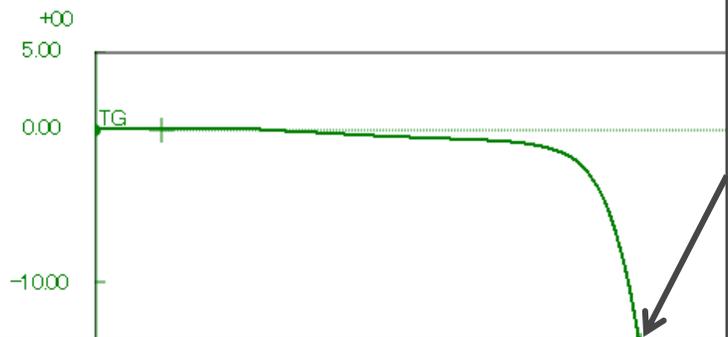
試料ご提供：星薬科大学薬学部薬品物理化学教室 米持悦生教授

TG-FTIR: FRP分解・燃烧

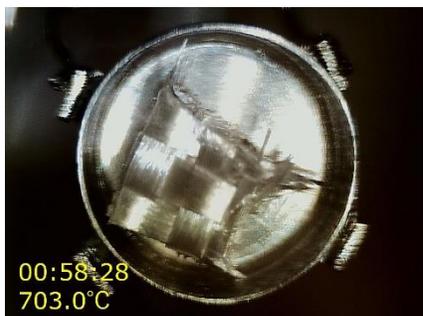
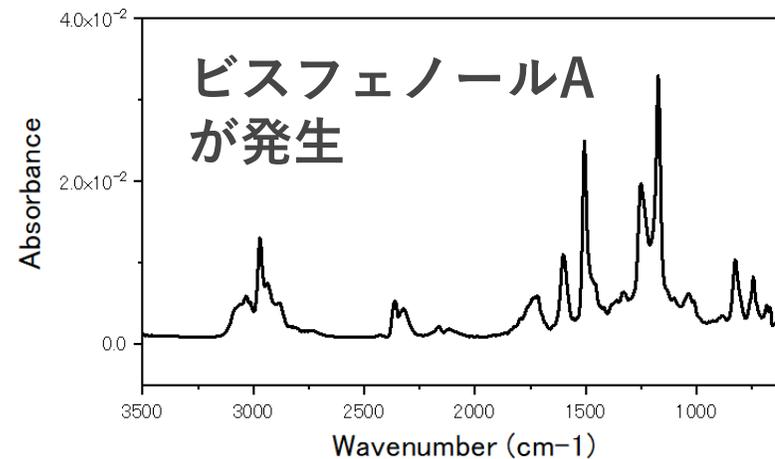
FRP : Fiber Reinforced Plastics



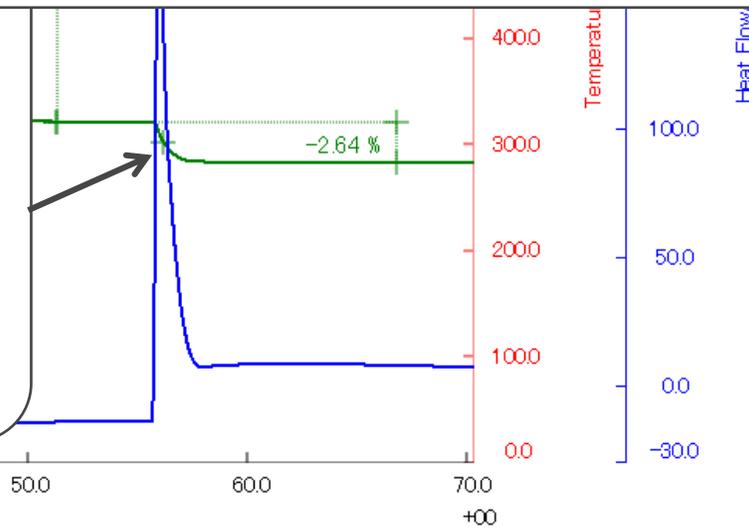
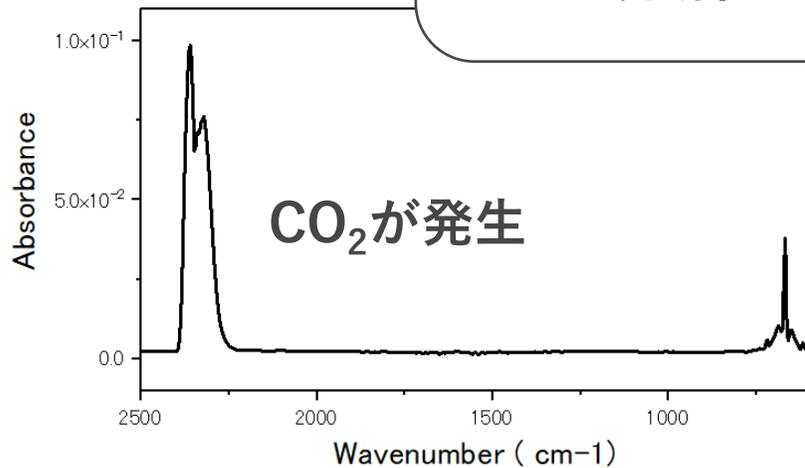
TG-FTIR: FRP分解試験



分解



燃焼



TG-MS、TG-FTIRの比較

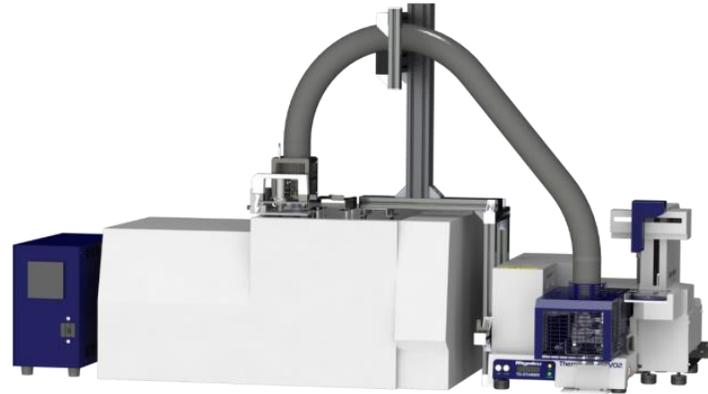
Parameters	TG-MS	TG-FTIR
検出感度	◎ FTIRの10~100倍	△
スキャン速度	◎ GCMSなら1 s以下でもOK	△ 10 s程度
定量性	○~△ キャピラリー、スキマーの条件でガス取り込み量 が変化する、MS強度が変化しやすい	◎ 全量ガスセル導入、吸光度一定
測定雰囲気	△ Heベースの制限有	◎ 汎用TGと同じ雰囲気OK
メンテナンス	△ 真空部分のメンテナンスが若干複雑	◎ 構造が単純

リガクのTG-MS、TG-FTIRのラインアップ



Thermo Mass Photo

一体型でユーザーフレンドリー
使い勝手良好なメンテナンス性



TG-DTA/GC-MS

高分子量の有機ガスの定性
既設装置での組み合わせ



TG-FTIR

N₂や空気雰囲気での測定
既設装置での組み合わせ

3. 測定ノウハウ

TG-DTA測定における測定条件

容器に試料が入ればどんな条件でも測定可能！

より良い測定条件や注意点は？

TG-MSやTG-FTIRの測定条件は基本的にはTG-DTAと同じ

基準試料

サンプリング

測定雰囲気

基準試料

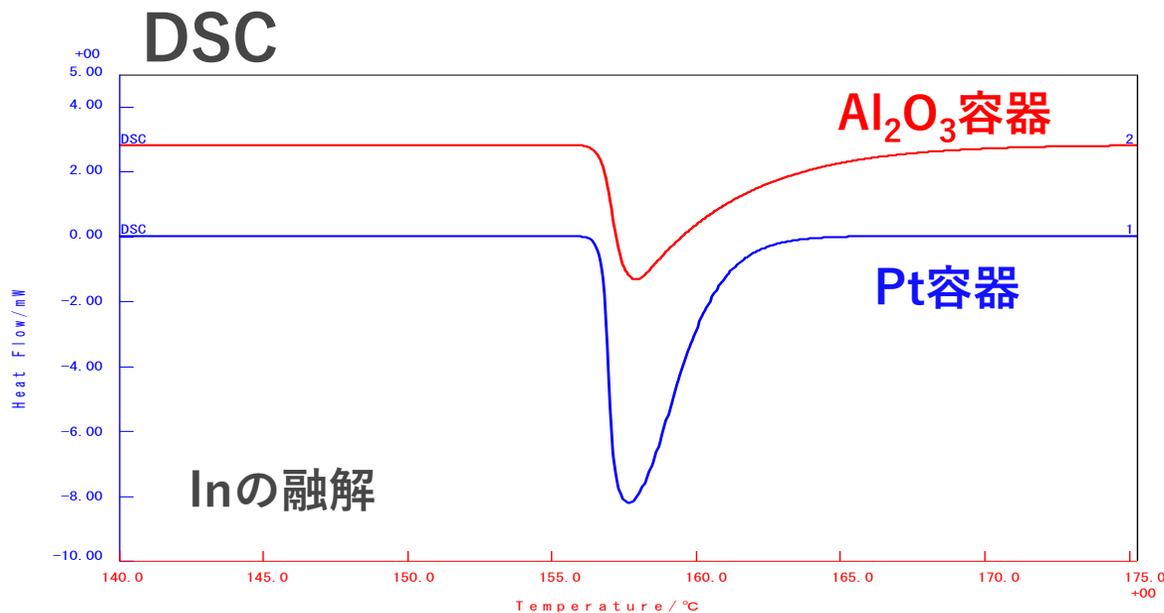
試料量

昇温速度

試料容器

容器の材質は測定温度範囲、試料との反応性で絞られます。

材質	最高使用温度
Al	500°C
Pt	1500°C
Al ₂ O ₃	1500°C

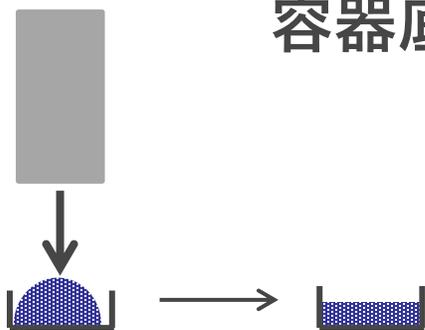


DTA、DSCでは金属容器が有利

サンプリング

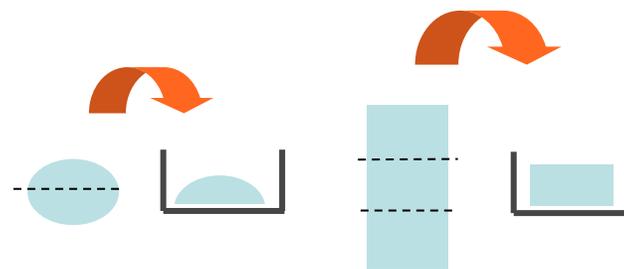
試料と容器の接触が良くなるようにします。
底面に広く密着する形状が望ましい。

金属の棒などで押すことで、
容器底面に広く密着させます。



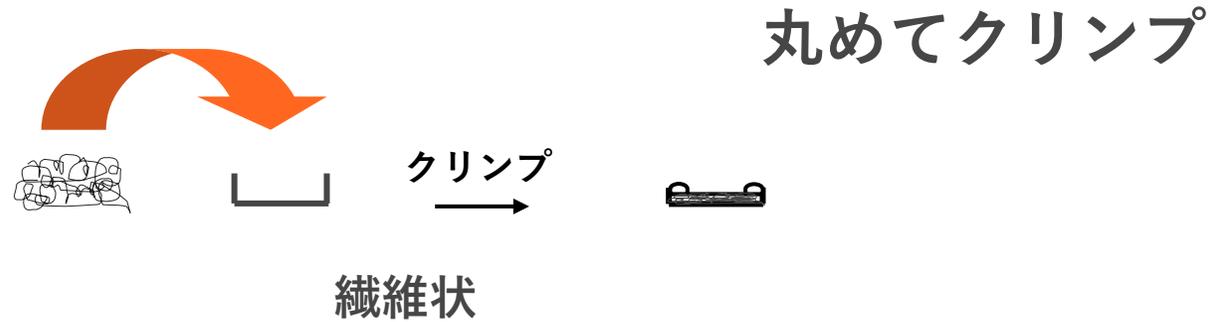
粉末試料

容器底面に平らな
カット面を接触

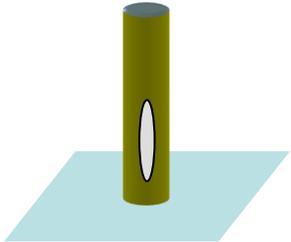


ペレットやブロック

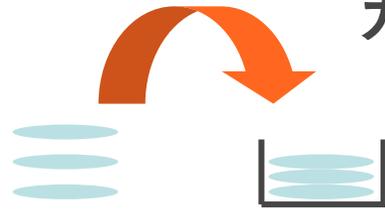
サンプリング



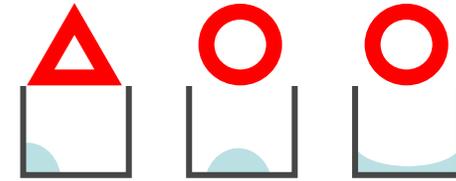
打ち抜きポンチ



ポンチで打ち抜きます。
カッターで切断

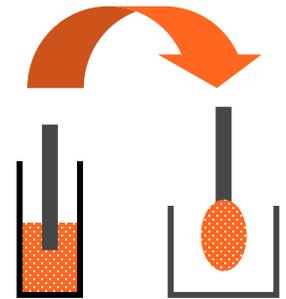


シート



中心に滴下

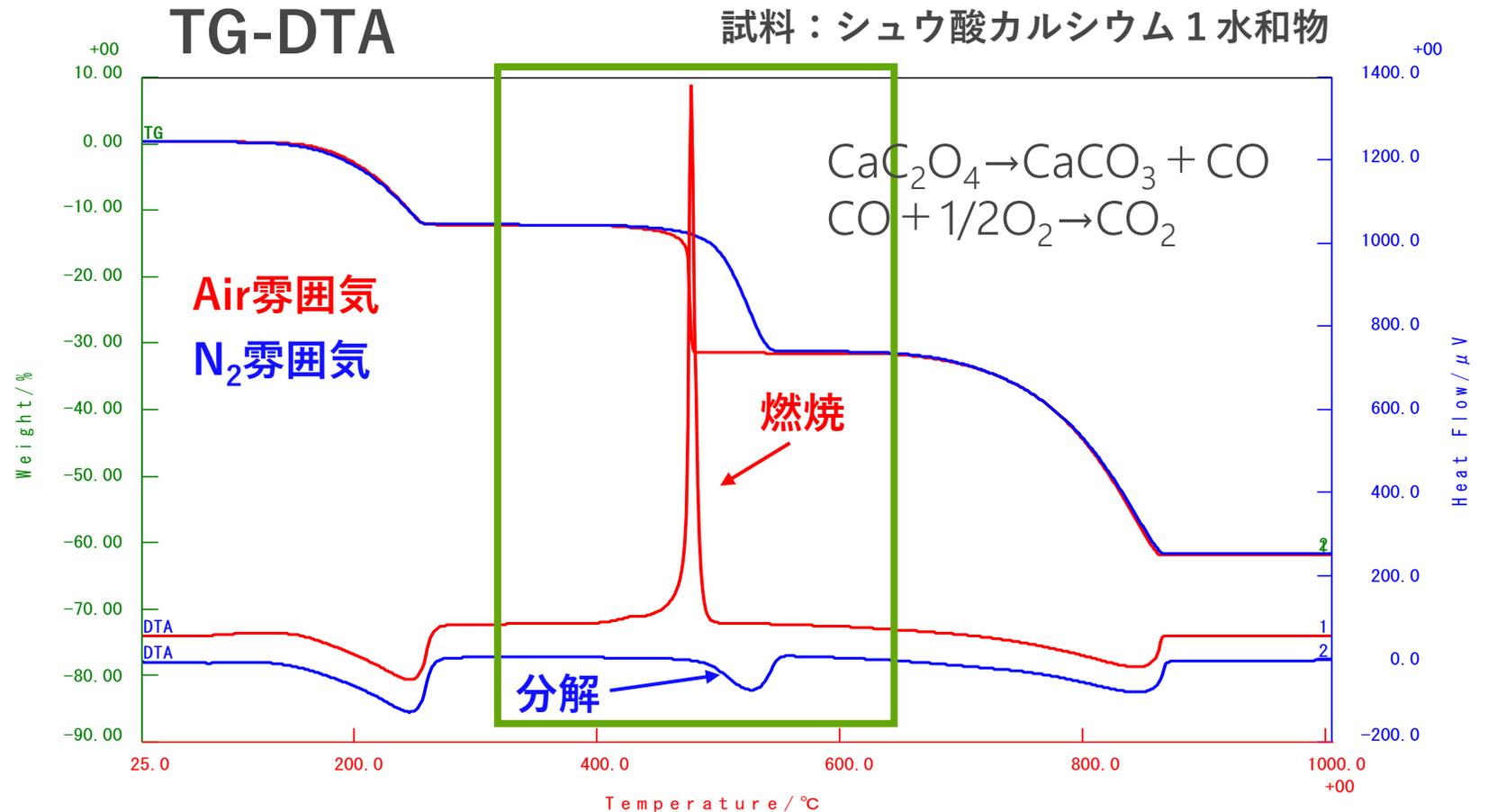
液体試料



測定雰囲気

- 酸化、燃焼をみたい
→Air雰囲気
- 酸化、燃焼を抑えたい
→不活性雰囲気
(N₂、Arなど)
- 流量は数10 mL/min～
数100 mL/min

目的に応じて選択します。



基準試料

目的：測定試料との熱容量差を小さくします。

- 測定温度範囲で変化のない物質

一般的にはアルミナ粉末($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)を使用

(金属試料の場合はPtの板を使用する場合があります。)

- 目安として基準試料の量は試料と同程度

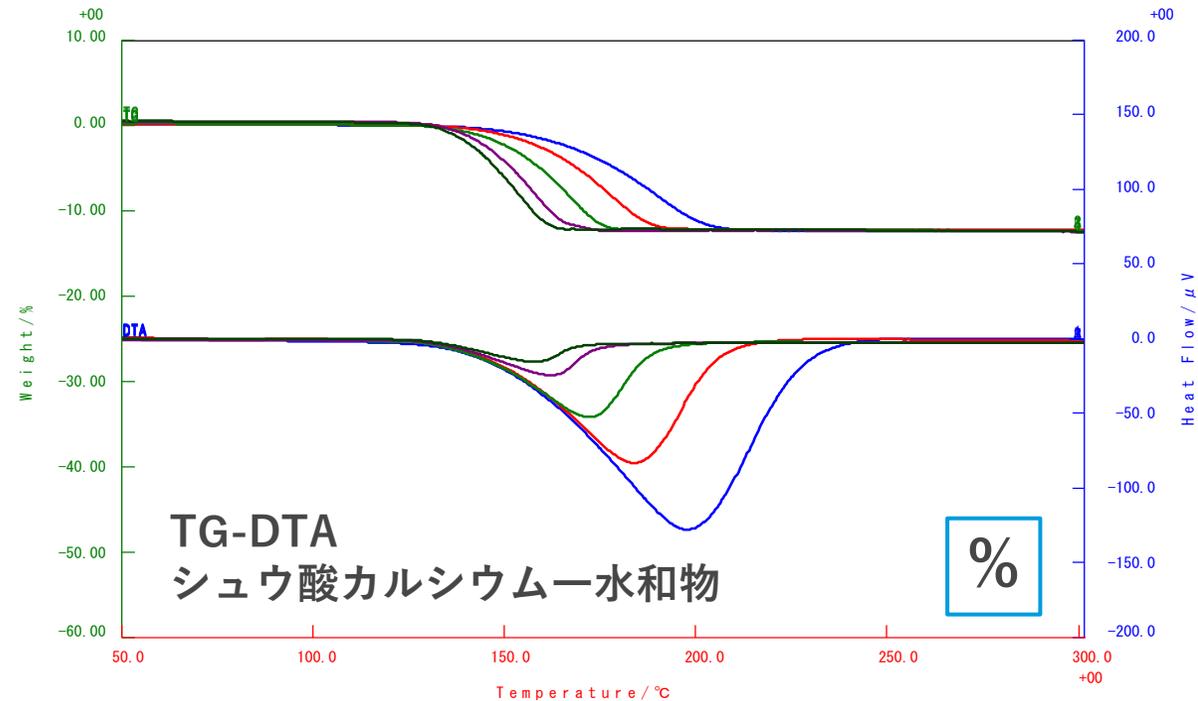
試料量

数mg～数100mgで測定

試料量依存性：試料量が多いほど・・・

- ・ 反応温度は高温側にシフト
- ・ 変化量（減重量、ピーク面積）は大きくなる
- ・ 変化率（減量率）は同じ

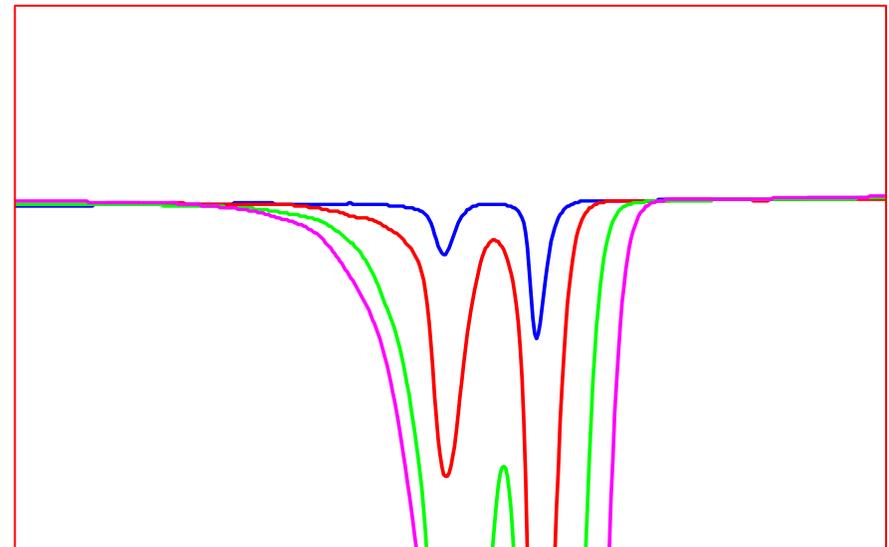
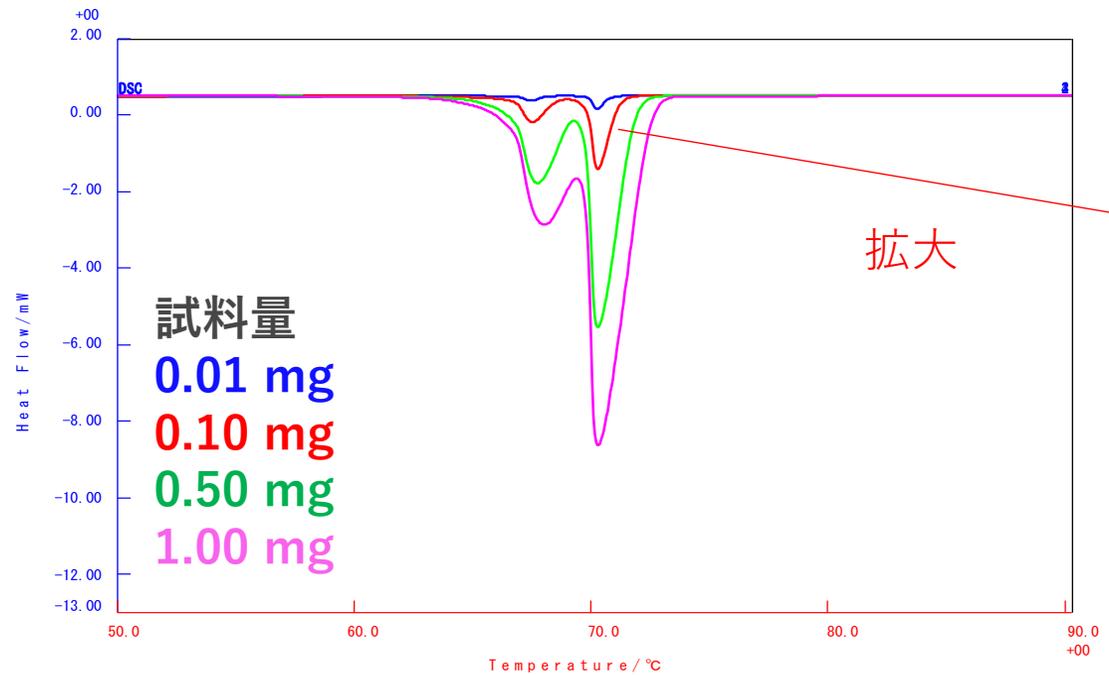
試料量
 1 mg
 2 mg
 5 mg
 10 mg
 20 mg



試料量

試料量を少なくすれば分離分解能は上がります。

(例) ドトリアコンタン DSC



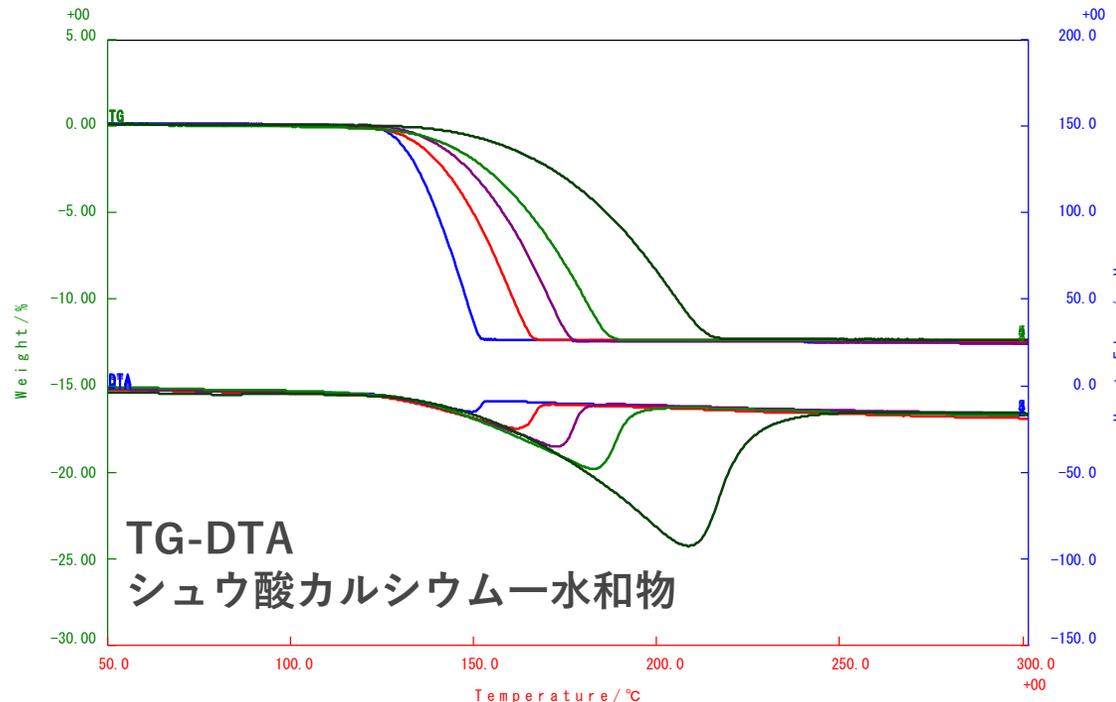
昇温速度

5°C/min～20°C/minで測定

昇温速度依存性：昇温速度が速いほど・・・

- ・ 反応温度は高温側にシフト
- ・ 変化量、変化率(TGの減量値や減量率)に影響はない
- ・ DTAのピークハイトが高くなる

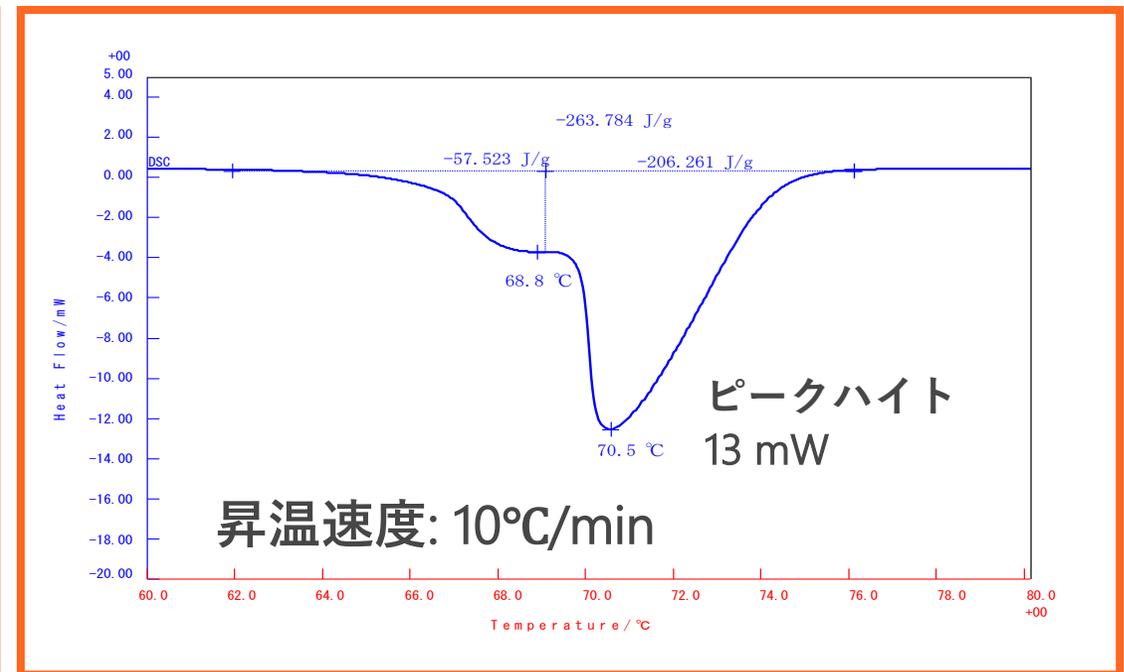
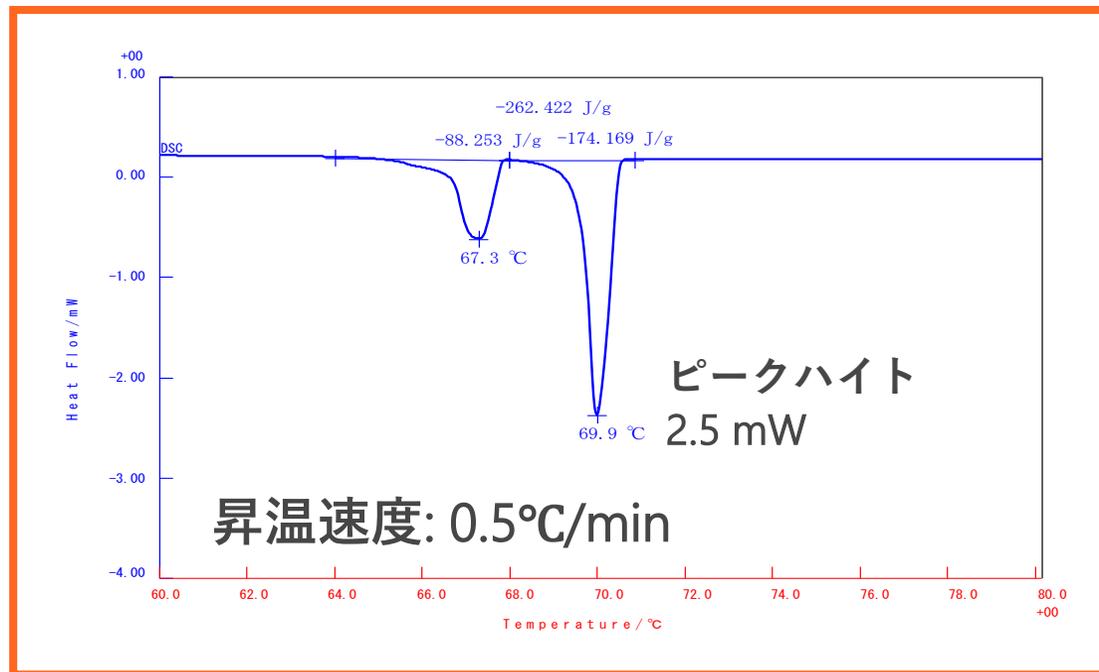
昇温速度
 2°C/min
 5°C/min
 10°C/min
 20°C/min
 50°C/min



昇温速度

昇温速度を遅くすれば分離分解能は上がります。

(例) ドトリアコンタン DSC



試料量

昇温速度

分解能を上げたい！



- ◆ 試料量を少なくする
- ◆ 昇温速度を遅くする

感度を上げたい！
小さな変化を判断したい！



- ◆ 試料量を多くする
- ◆ 昇温速度を速くする

測定条件依存性があるので、
試料の結果を比較する場合は必ず“**同じ条件で測定**”



総括

1. TG-DTAからどんな反応が起きているのかがわかります。
2. TG-MSやTG-FTIRでは、TG-DTAではわからない反応生成物まで調べることが可能です。
3. 測定条件でデータが変化することに注意してください。



お問い合わせは

株式会社リガク

プロダクト本部



042-545-8111

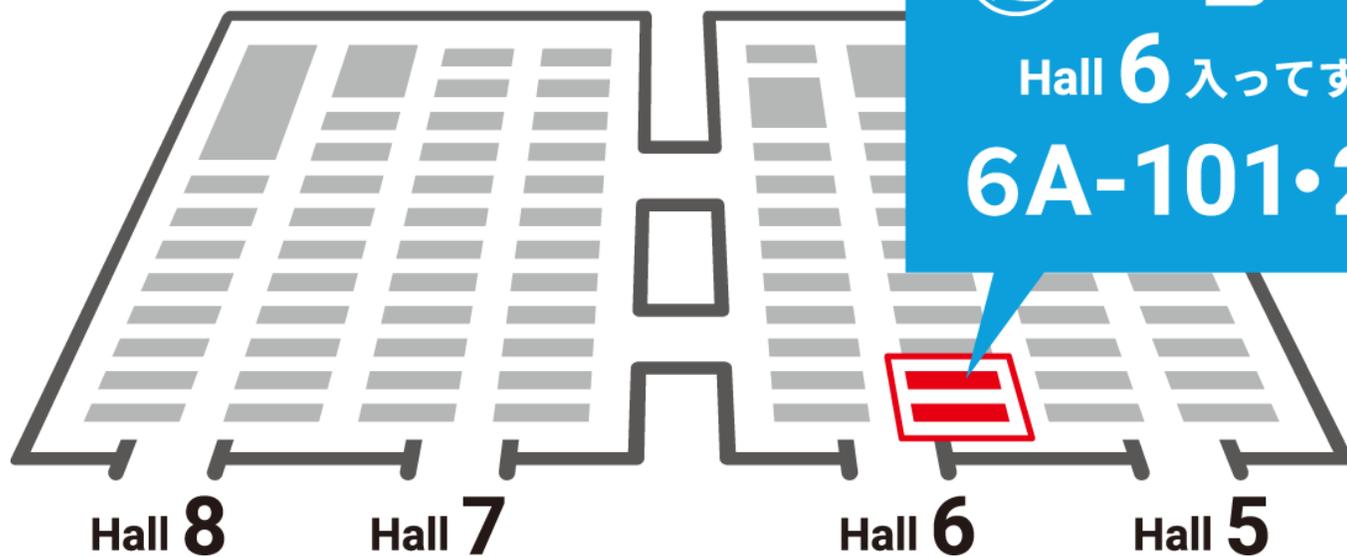


info@rigaku.co.jp



www.rigaku.com

是非リガクブースへ
お立ち寄りください！



 Rigaku
Hall 6 入ってすぐ！
6A-101・201



