

試料観察示差熱天秤

Thermo plus EVO2

試料観察 TG8121



1. はじめに

TG-DTAは、熱分析の技法の一つで、一定の温度プログラムに従って試料の温度を変化させた時に試料の重量変化 (TG) と基準試料との温度差から吸熱反応・発熱反応 (DTA) を測定する技法です。脱水や分解などによる重量変化の量や融解や転移などの吸発熱反応温度を測定することができます。

今回、Thermo plus EVO2シリーズにラインナップされた試料観察TG 8121は、従来のTG-DTA測定を行いながら、試料直上に設置されたCCDカメラによって試料画像を同時に観察できるシステムです。

2. 特長

2.1. 目で見える

従来のTG-DTAでは測定中の試料の形状変化を見ることができませんでしたが、試料観察TG8121ではTG-DTA測定結果に、試料の画像を合わせて確認することが可能となりました。これにより、融解による試料形状の変化や、転移による色の変化、分解による試料の発泡や体積収縮など、反応に伴った試料の挙動を目で確認することが可能となります。

TG-DTA測定結果だけでは現象の把握が難しかった挙動に対して、試料の形状変化を観察することで、より多くの知見が得られることが期待されます。

2.2. 様々な観察条件設定

試料画像は設定したインターバル (1秒～) で保存されます。画像保存は温度範囲、時間、出力値など様々な条件により設定が可能となっています。

また、画像データには温度と時間が同時に記録されるので、表示画像を見るだけで何度の試料画像かを確認することができます。

2.3. 解析方法

Thermo plus EVO解析ソフトを使用することで、試料画像を連続再生し、試料の変化を動画として確認可能です。再生速度は変更可能 (×1～) なので、長時間の測定結果も速やかに再生表示できます。

TG-DTA測定結果に任意の温度での画像を貼り付けたり、範囲を指定したりすることで、解析画面上に連続画像を出力することも可能です。

また、画像内の試料の測長や任意点でのRGB表示、試料画像を並べて比較表示などの解析処理が可能です。

2.4. オートサンプルチェンジャー

オートサンプルチェンジャーの接続も可能となっており、多試料の試料観察測定も無人で連続測定が可能です。

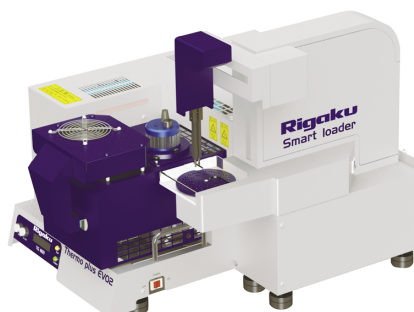


図1. オートサンプルチェンジャー付試料観察TG8121.

2.5. 簡便なメンテナンス

CCDカメラと電気炉はユニット化（試料観察アタッチメント）されているため、従来のTG-DTAの電気炉部を試料観察アタッチメントに交換することで試料観察測定が可能となります。使用中のThermo plus EVO2 TG8120, 8121への付加や、測定目的による電気炉の使い分けも簡単に行うことが可能です。

また、試料からの発生ガスによる石英保護管の失透についても、石英保護管を回転することで同一保護管で3回まで測定可能です。また、あらかじめ失透が予測される測定では、失透から石英保護管を保護する交換可能なアタッチメントを使用することで対応できます。

3. 測定結果

ポリエチレンテレフタレート（PET）の試料観察TG-DTA測定結果例です。

DTAでは70℃にガラス転移によるベースラインのシフトが観察されますが、試料形状に変化は見られま

せん。

その後、結晶化による発熱ピークが150℃に見られ、試料は透明から白色に変化していることが観察像からわかります。

次に、融解による吸熱ピークが250℃に見られ、試料は再び、透明となり、流動する状態が観察できます。

融解後の試料は徐々に酸化によって黄色く変色してゆき、気泡が発生し、400℃を超えると試料は激しく発泡し、ノイズ状のDTA曲線となり、その後燃焼してゆく様子が観測されます。

4. おわりに

試料観察TG8121によって、従来では見えなかった測定中の試料の形状変化を見ることができるようになりました。今まで知りえなかった試料の反応中の状態を確認できることで、測定結果の判断や解釈に有効であると思われます。

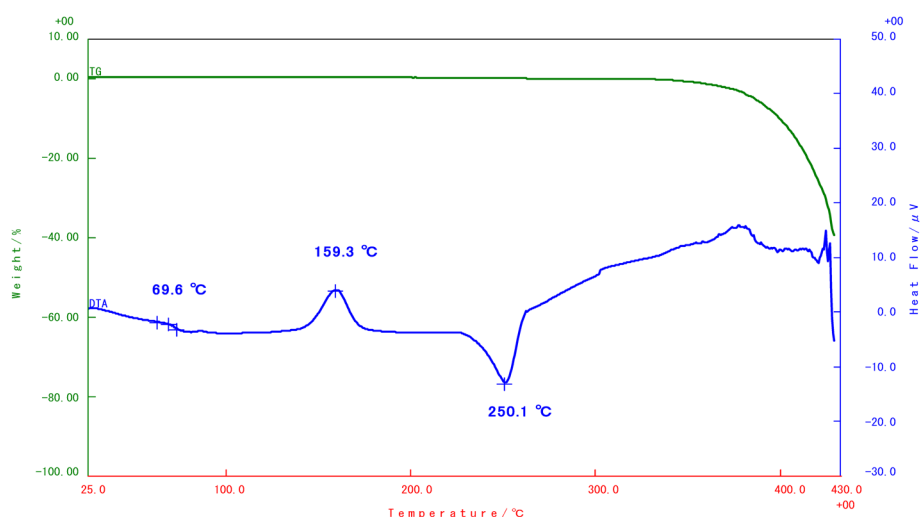


図2. ポリエチレンテレフタレート TG-DTA測定結果.

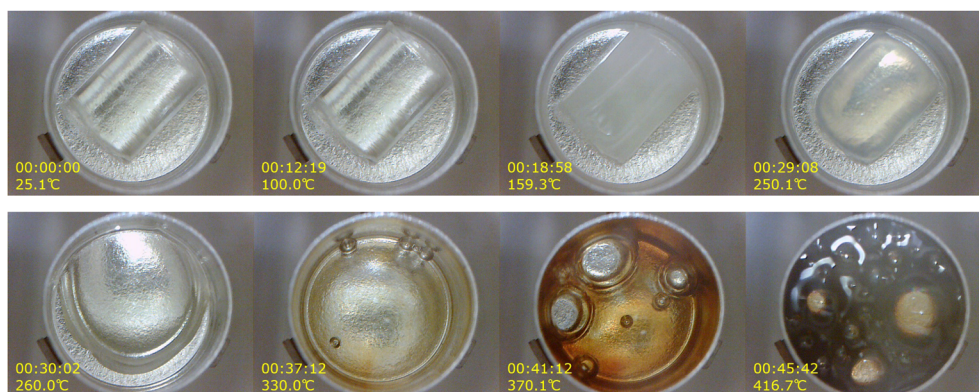


図3. ポリエチレンテレフタレート 試料画像.