産業廃棄物（セラミックス、樹脂）における熱分析装置の応用*

岸

証**

Application of Thermal Analyzers to Industrial Waste Ceramics and Plastics

Akira KISHI

1. 熱分析とは

口の中の温度でとろけるチョコレート、大気圏突入の猛烈な摩擦熱にも耐える宇宙往還機外壁材、いずれも熱分析装置・熱物性測定装置が大きく寄与している例である。

表1には、主要な熱分析技法で得られる情報の代表的な例を示す。

2. 最近の熱分析装置の動向

新素材の研究開発、商品化の進展に伴って、微量試料ですむ手軽な分析手段として、熱分析装置が急速に普及してきた。従来、測定が難しかった試料や、得られなかった情報を欲しいという要求もますます強くなっている。これらの市場動向に対して、熱分析装置メーカーでは、マルチタスク化、高感度・高精密化、他の分析手法との複合装置化などを進めている。以下にセラミックス、樹脂分野での新しい装置の例を紹介する。

3. 収縮速度制御熱膨張計

従来の加熱速度制御焼結法では、所定の温度まで昇温後、一定時間保持して焼結するため、理論密度の80～90%にも達する昇温過程での収縮はほとんど制御されず、微細構造の制御は最終的な焼結温度と保持時間に依存している。

一方、収縮速度制御焼結法は、収縮速度を直接制御し、一定の収縮速度が得られるように、加熱速度を制御する。このため、過剰な熱エネルギーを加えたり、不必要に昇温速度を大きくしないですむため、粒成長が抑制された緻密な組織が得られ、マイクロクラックや閉気孔も少なく、相対密度95%以上の焼結体が得られる。

この熱膨張計は、未知粉末の最適焼結温度の決定、抗折試験片の作成、構造用および電子用セラミックスのマイクロ構造や粒界制御の研究に最適で、高性能・高機能セラミックスの研究開発のスピードアップに寄与する。

次図は、酸化鉄 FeO の収縮速度制御焼結例で、800～1200℃を毎分0.1%の収縮速度で制御したもので

表1 主要熱分析技法で得られる情報

	吸 熱	発 熱	圧 縮 加 重 法	引 張 り 加 重 法	ベネトレーション法
物理 変 化	結 晶 転 移 融 解 昇 華 蒸 発 磁 気 変 態 ガラス転移	凝 固 結 晶 化 発 熱 転 移 吸 着	(主に固体物質の) 膨 張 係 数 膨 張 率 収 縮 率 軟 化 ガラス転移 結 晶 化 体積変化を伴う転移	(フィルム・繊維の) 膨 張 係 数 膨 張 率 収 縮 率 軟 化 ガラス転移 結 晶 化 転 移	軟 化 ガ ラ ス 転 移 融 解 結 晶 化 粘度 (10 ⁷ ～10 ¹¹ ポアズ)
	脱 水 分 解 解 離 還 元	酸 化 燃 焼 硬 化	応 力 緩 和 配 向 融 解	転 移 応 力 緩 和 配 向 延 伸 融 解	SS・TMA 法 ストレス・ストレイン曲線 硬 化 軟 化 疲 労

* 平成3年11月21日本会第87回例会において発表

平成3年10月9日受理

** 理学電機(株)熱分析事業部

ある。

4. 示差熱天秤—質量分析計複合装置 (TG/DTA-GC/MS)

熱分析は、定量的な物理化学的情報を広い温度走査条

件下で得られるという特長を持っているが、化学反応の直接情報には欠けるという弱点がある。TG/DTA と GC/MS を複合装置化することで、双方の弱点を補完し、微量試料で質的に新しい情報が得られることへの期待が高まっている。理学的 TG/DTA-GC/MS は、トラップモード（熱天秤による発生ガスを冷却トラップ後、フラッシュヒートして GC で分離し、各ピークについて MS で定性分析する）と、ダイレクトモード（熱天秤からの発生ガスを、リアルタイムで直接 MS に導入し、着目しているイオンの強度が温度および重量変化とともに変化する様子を観察する）の2つが使用できる。

下記には、アクリル樹脂の熱分解の TG/DTA 曲線および点 1, 2, 3 における発生ガスの質量スペクトルを示す。質量スペクトルのライブラリサーチの結果から、点 1, 2 では MMA（メタクリル酸メチル）が、点 2 ではスチレンが発生することがわかった。

特定温度の質量スペクトル