

# 熱分析装置の維持管理業務

○髙原 綱吉

大阪大学 産業科学研究所 技術室

## 1. はじめに

熱分析装置は、材料の温度を変化させた際の物性評価に用いられ、測定する物性に応じて様々な種類がある。大阪大学産業科学研究所総合解析センターでは、3台の熱分析装置を所管しており、利用者支援を行っている。本発表では、これらの装置の維持管理業務について紹介する。

## 2. 機器の概要

3台の熱分析装置の仕様を表1に示す。また、これ以降は各装置について表1に示した呼称を用いる。

表1 装置の仕様

	装置の種別	呼称	モデル名	設定温度範囲
1	熱重量-示差熱同時分析装置 Simultaneous thermal analyzer	TG-DTA	TG8120	室温～1250℃
2	示差走査熱量計	高温型 DSC	DSC8270	室温～1500℃
3	Differential scanning calorimeter	低温型 DSC	DSC8230	-125～450℃

装置はいずれもリガク社製で、2010年に導入された。ただし、低温型 DSC は 2022年に学内の別部局から当センターに移管されたものである。

## 3. 維持管理業務の概要

熱分析装置に関する日常的な業務は、目視による試料ホルダー等の汚染や変形の有無のチェックや、標準試料を用いた温度センサーの状態確認、試料容器のような消耗品の在庫管理、利用者対象の講習会や測定立会い、トラブル対応等がメインである。また、部品の汚染、劣化、故障が生じたときは、クリーニングや交換等のメンテナンス作業を自前で、あるいはメーカーに依頼して行う。さらに、必要に応じて機器周辺の環境整備を行っている。

## 4. 装置トラブル事例

TG-DTAにてポリマー材料の昇温中に生じた不具合を紹介する。7 mg のポリマー試料を TG-DTA で室温から 300℃まで昇温中、280℃付近で急激に重量減少が見られた。測定終了後、試料を取り出そうとしたところ、スライド式炉体ドアの開閉操作ができず、プログラムエラーが生じた。その後、強制オープン動作により、ドアを開いたところ、試料が容器の縁を越えて大きく膨らんでいることが分かった(図1)。急激な重量減少は、膨張した試料が炉体内の上部に接触し、試料ホルダーを強く押し下げていることが原因であった。また、規定の範囲外の重量減少により、安全装置が働き、炉体ドアの操作が制限されていたと考えられる。対策として、試料量を減らし、本来必要な温度である 200℃までの昇温に留めることとした。



図1 膨張した試料

## 5. 環境整備の事例

### ・TG-DTA のガス排出設備の設置

TG-DTA では、試料の加熱に伴う分解や脱離により何らかのガスが発生することがある。発生ガスは装置外にそのまま排出されるが、それにより装置の周辺で悪臭を感じる事が度々あった。また、成分によっては人体に有害な成分が発生ガス中に含まれることが懸念される。そこで、装置から排出されるガスを速やかに屋外に排気する設備を設置した(図2)。これにより測定時に発生するガスによる異臭や有害成分曝露のリスクを避けることができた。



図2 TG-DTAのガス排出経路

### ・低温型 DSC の窒素ガス排出設備の設置

低温型 DSC は、液体窒素から気化させた冷窒素ガスを加熱炉周辺に流すことで、室温以下の測定を行うことができる。冷却に使用された窒素ガスはそのまま装置外に排出されるため、排気口近くで作業する際、窒息事故が生じる可能性があった。そこで、装置の窒素ガス排出口に PTFE ホースを用いて、こちらも屋外に排出する経路を設けた。これにより、装置周辺での安全性を向上させることができた。

## 6. 熱分析装置における課題

低温型 DSC で室温以下に温度制御する際、ノイズのようなピークが観測されることがある(図3)。原因は、試料室内や試料に吸着した水の影響が考えられる。対策として、試料導入後の窒素ガスによる試料室内のパージ時間の延長や、一旦 100℃以上に加熱してから降温することを検討しているが、まだ解決には至っていない。

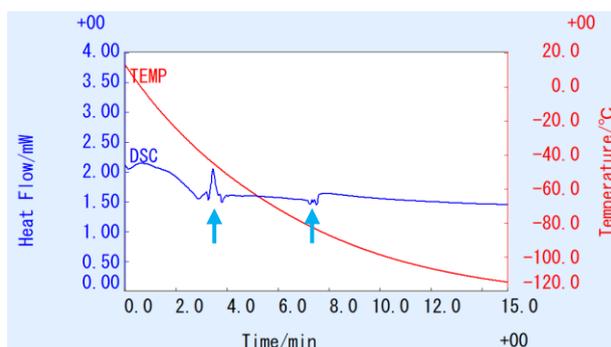


図3 低温測定時のDSC曲線

## 7. おわりに

熱分析装置の維持管理業務について、事例を交えて紹介した。同様の装置を担当している方々と情報共有やご意見等賜ることができれば幸いである。