

プラスチックの TG-DTA 測定について

1. はじめに

TG-DTA (thermogravimetry – differential thermal analysis) は、熱分析の一種で、所定の温度プログラムで基準物質と試料の温度を変化させながら、試料の質量変化と、試料の状態変化に伴う吸発熱を同時に測定する装置です。物質の融解や凝固などの状態変化では、吸熱や発熱は見られますが、質量変化は見られません。一方、結晶水の離脱や分解反応では、吸発熱と共に質量変化が見られます。TG-DTA 測定を行うことで、プラスチックの熱分解挙動を把握したり、プラスチック中の無機物含有量やゴム中のカーボン量を調べることができます。

また、同種のプラスチックでも、分子量、分子量分布、架橋密度等の違いで熱分解挙動に差が生じるため、TG-DTA で熱分解挙動を比較することで、試料間の劣化具合を比較することができます。ここでは、未使用の洗濯ばさみ(ポリプロピレン製)と、サンシャインウェザーメータによる耐候性試験(1480時間)後の同製品について、TG-DTA 測定を行い、熱分解挙動を比較しました。

2. 測定事例

図1に TG-DTA の装置外観と試料を載せる部位の写真を示します。当センターの装置は水



図1 TG-DTA 装置外観 (左上) と試料を載せる部位 (右下)

平型天秤の構造で、基準物質と試料をそれぞれ白金製の試料容器に採取し、天秤ビームの先端に載せます。試料は、1~20mg と少量で測定できます。

TG-DTA の測定は、窒素ガスフローの雰囲気下で、毎分 10°C で 600°C まで昇温しました。また、耐候性試験前後の試料は、製品の表面から採取しました。図2に TG-DTA 測定結果を示します。耐候性試験前の試料は、300°C 付近まで質量変化はなく、300°C から急激に質量減少が始まっているのに対し、耐候性試験後の試料は、測定開始直後から徐々に質量が減少していることがわかります。これは、耐候性試験で試料に照射される紫外線や水、環境中の酸素などにより高分子鎖が切断され、分子量の小さい物質が生成し、低温で揮発したためと考えられます。また、吸発熱を示す DTA 曲線に着目すると、どちらの試料においても融点を示す吸熱ピークが見られました。耐候性試験前後の試料の融点を比較すると、163°C から 147°C へと低温側に大きくシフトしました。

このように、TG-DTA 測定で質量減少挙動や融点を測定することにより、試料の劣化具合を調べることができます。

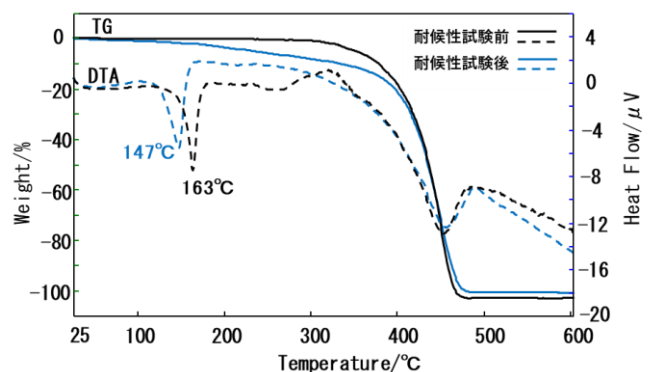


図2 TG-DTA 測定結果

3. おわりに

当センターでは、TG-DTAを始め、DSC(示差走査熱量測定)、TMA(熱機械分析)等の熱分析を依頼試験(有償)にて行っております。ぜひ、ご利用ください。



産業技術センター 化学材料室 高橋勤子 (0566-24-1841)
 研究テーマ : 高分子の物性評価
 担当分野 : 高分子材料