

# 温度変調 DSC について

## 1. はじめに

示差走査熱量測定 (DSC) は繊維や樹脂、無機材料など、幅広い材料の熱特性を評価できる分析手法です。融解や結晶化などの熱の出入りを伴う反応が何度で起こるかを測定します。ここではその応用手法である温度変調 DSC について紹介します。

## 2. 温度変調 DSC

温度変調 DSC は通常の DSC に温度の変調を加えた測定方法です。図 1 に示すように、通常の DSC では温度を一定の速度で変化させ測定を行います。温度変調 DSC ではそこに正弦波を加えたプログラムで温度を変化させます。

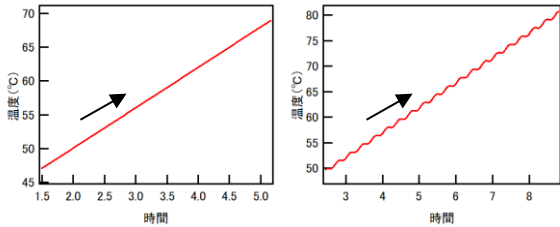


図 1 通常の DSC と温度変調 DSC の温調例

材料の熱特性には、表 1 に示すように温度変調に追随する成分 (可逆成分) と追随しない成分 (不可逆成分) があります。通常の DSC ではこれらは 1 つのグラフに重なって表示されますが、温度変調 DSC では分離が可能です。従来は大きなピークに隠れて見えなかった熱特性の観測が可能となる場合があります。

表 1 DSCにおける可逆・不可逆成分の例

可逆成分	ガラス転移など
不可逆成分	結晶化・硬化・エンタルピー緩和・脱水など

模擬試料として、ポリ乳酸を主成分とする 3D プリンター用フィラメント (以下フィラメント) に、ABS 樹脂もしくは PET 樹脂を混合した材料の、通常の DSC および温度変調 DSC の測定結果を示します。図 2 に示す通常の DSC では A に吸熱反応のピーク、B に発熱反応の大きなピークが見えます。これは主にフィラメント由来

のピークです。図 3 に、温度変調 DSC で可逆成分及び不可逆成分に分離した結果を示します。温度変調 DSC により、今まで大きなピークに隠れて見えなかった ABS 樹脂のガラス転移点、PET のガラス転移点が測定できています。

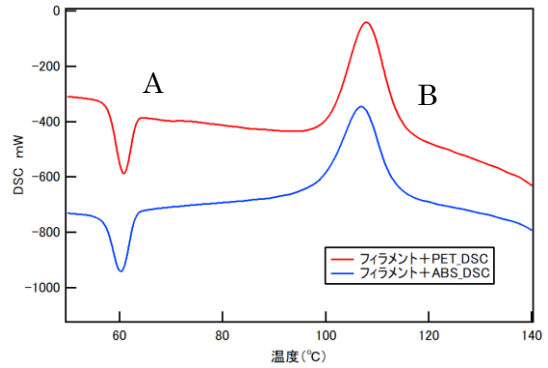


図 2 通常の DSC による測定

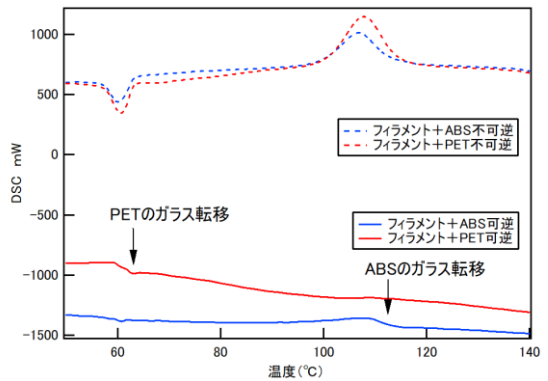


図 3 温度変調 DSC による測定

複合材料など、複数の材料が混在する物質において DSC のスペクトルはより複雑になるため、温度変調 DSC は今後さらに有用となります。新しい材料にも対応するため、今後も測定手法の幅を広げるよう取り組んでいきます。

## 3. おわりに

三河繊維技術センターでは繊維・樹脂材料に関する、熱分析をはじめとする各種分析から試作等までの総合的な支援を行っております。お気軽にご相談ください。

## 参考文献

- 1) 福田徳生: あいち産業科学技術総合センターニュース 2012年2月号