

試料観察型熱分析装置が導入されました

1. 熱分析装置とは

熱分析装置は、数 mg 程度の試料で、加熱もしくは冷却した場合の重量変化や熱変化、熱エネルギー量が測定できます。

熱分析装置は複数の種類がありますが、今回、試料観察型熱分析装置として示差熱天秤 (TG-DTA: Thermogravimetry - Differential Thermal Analysis) と、示差走査熱量計 (DSC: Differential Scanning Calorimeter) が当センターに導入されました (図 1)。

TG-DTA は加熱に伴う重量変化と、試料内部で発生する熱変化を測定します。食品分析では、水分の蒸発に加えて、融点の測定、油脂の酸化温度の測定、カラメル化などガス発生を伴う反応を測定する場合などに利用できます。

DSC は、加熱、冷却した際の試料内部で発生する熱変化を TG-DTA よりも精密に測定し、そのエネルギー量が測定できる装置です。食品分析では、油脂などの融解開始温度と融解終了温度の測定、結晶構造の転移温度の測定、でん粉の糊化温度の測定、比熱容量の測定などに利用できます。



図 1 導入された試料観察型熱分析装置

2. 試料観察型熱分析装置について

当センターに導入された装置は TG-DTA、DSC とともにリアルタイムで試料が観察でき、測定中は 1 秒ごとに自動撮影され、撮影された画像は TG-DTA 及び DSC のグラフに連動して連続再生できます。

本装置の TG-DTA は TG レンジ $\pm 0.1 \sim \pm 250$ mg、DTA レンジ $\pm 1.5 \sim \pm 1000 \mu V$ 、最大昇温速度 $20^\circ C / 分$ 、最高温度 $1000^\circ C$ の能力があります。試料観察は $800^\circ C$ まで可能です。

また、DSC は DSC レンジ $\pm 100 mW$ 、最大昇温速度 $100^\circ C / 分$ 、最高温度 $725^\circ C$ の能力があります。試料観察時は最大昇温速度 $20^\circ C / 分$ 、最高温度 $300^\circ C$ まで分析可能です。

3. 実際の観察例

TG-DTA で測定、観察できる食品の一例として、水分の蒸発、物質の融解、カラメル化反応を連続的に観察できる、ショ糖飽和溶液を試料とした測定結果を示します (図 2)。緑色のグラフが加熱に伴う重量変化 (TG 曲線)、青色のグラフが熱変化 (DTA 曲線) を表します。また、写真は各温度での撮影画像です。

試料を加熱すると、始めに沸点まで水分の蒸発による重量減少が測定されます。

沸騰が始まると重量減少とともに、気化熱による吸熱ピークが測定され、試料にも沸騰が観察されます (画像: $120^\circ C$)。

水分が蒸発し終わるとショ糖は再結晶し、TG 曲線、DTA 曲線は一定値で測定されます (画像: $150^\circ C$)。

温度がショ糖の融点に到達すると、重量変化が生じない吸熱ピークが測定され、ショ糖の融解が観察されます (画像: $180^\circ C$ 、 $190^\circ C$)。

さらに加熱することでカラメル化が生じ、重量減少、吸熱ピーク、画像では褐変の進行が観察されます (画像: $200^\circ C$ 、 $210^\circ C$ 、 $220^\circ C$)。

このように本装置の導入で、重量変化と熱変化に加えて、状態変化の画像情報を得ることができるようになりました。

4. おわりに

試料観察型熱分析装置の利用可能性は多種多様であると考えられます。当センターでは県内企業の皆様の要望を聞きながら、試料観察型熱分析装置の活用を進めて参ります。

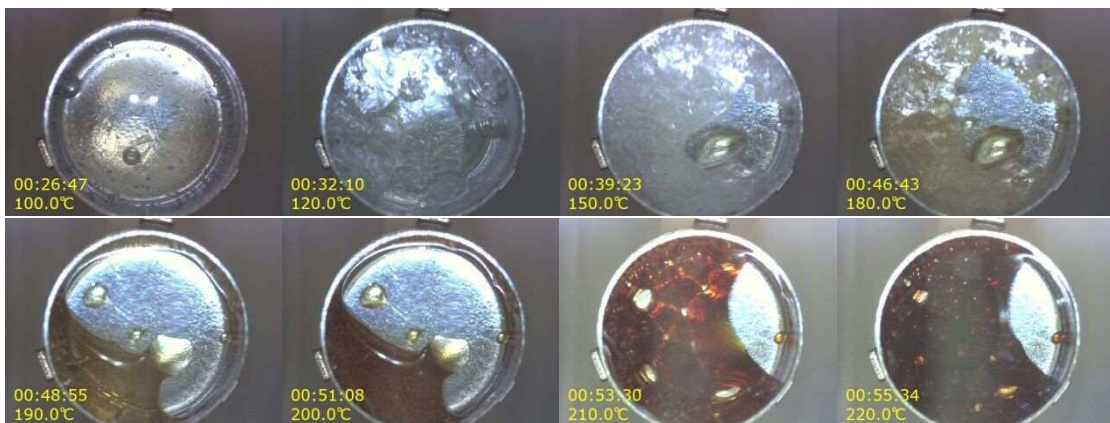
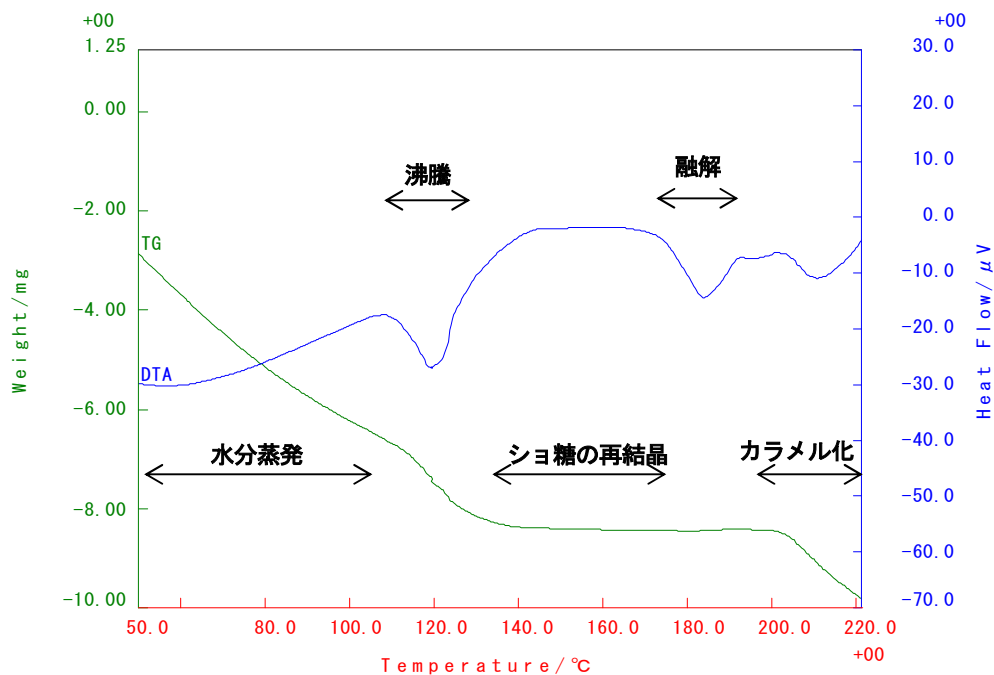


図2 ショ糖飽和 (20°C) 溶液の試料観察 TG-DTA 分析
昇温速度：5°C/min

保蔵包装技術室：半谷朗

研究テーマ：MALDI-TOFMS を用いた酵母の迅速同定の検討

担当分野：農産加工食品

編集・発行

あいち産業科学技術総合センター食品工業技術センター 平成28年12月16日発行

住所 〒451-0083 名古屋市西区新福寺町2-1-1

TEL (直通) 総務課 052-325-8091 発酵バイオ技術室 052-325-8092

分析加工技術室 052-325-8093 保蔵包装技術室 052-325-8094

FAX 052-532-5791

URL : <http://www.aichi-inst.jp/shokuhin/> E-mail: shokuhin@aichi-inst.jp