

熱重量・示差熱同時測定(TG-DTA)の紹介

1.熱重量・示差熱同時測定(TG-DTA)とは

TG-DTAとは、試料及び基準物質の温度をプログラムに従って変化させながら、試料の重量変化測定(TG)及び試料と基準物質の温度差を測定する示差熱測定(DTA)を同時に行う手法です。

試料の水分量、灰分量測定や分解、酸化、耐熱性などの物性評価が可能です。さらに反応速度試験(活性化エネルギー算出)や促進劣化試験(劣化前後の熱物性比較)にも応用可能です。

2.原理

①TG: Thermogravimetry (熱重量測定)

重量変化が起こると、メインビームが傾きます。その動きを元に戻すようにコイルに流す電流を制御します。流した電流は重量変化に対応しているので、電流の変動を重量変化として出力します。

②DTA: Differential Thermal Analysis (示差熱分析)

試料ホルダーに設けられた熱電対により、試料・基準物質^{※1}の測温を行います。検出された温度差をDTA信号として出力します。

※1 基準物質・・・測定温度域に吸発熱のない物質(空容器や α -アルミナ)

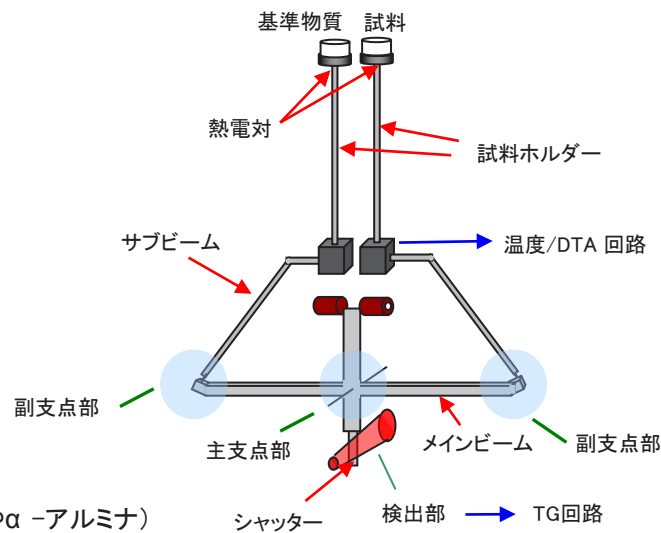
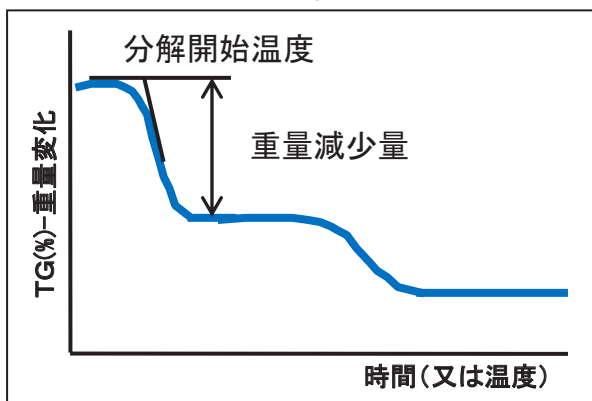


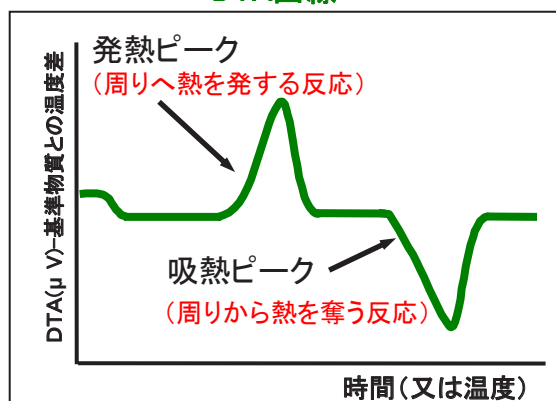
図1.原理図

TG曲線



TG曲線からは、試料から離脱、分解気化した成分の減少量や、試料への吸着や酸化等で起こる重量の増加量を計測できます。
また、分解温度や酸化温度の評価が可能です。

DTA曲線



DTA曲線からは、生じた反応が発熱なのか吸熱なのかを評価することができ、反応の由来を推定できます。
またTG曲線と合わせて、試料の変化(現象)を詳しく解析することが可能です。

図2.TG曲線とDTA曲線

熱重量・示差熱同時測定(TG-DTA)の紹介

3.装置特長

- 縦型の差動型示差熱天秤により低ドリフト※2、高感度かつ低温・高温でも安定した測定
※2 ドリフト: 温度上昇によるTG-DTA信号の変動
- 真空置換によるガス置換(残存酸素の影響が少ない測定が可能)
- 減圧下での測定(上限温度1000℃)
- 水蒸気発生ユニットにより水蒸気導入下※3での測定(上限温度1000℃)
※3 相対湿度とは異なります(M-1306 水蒸気導入TG-DTA測定参照)



図3. 使用容器写真



図4. 装置外観(TG/DTA2000SA)

4. 装置仕様

(1)装置名	ブルカー・エイエックス㈱製 TG-DTA2000SA
(2)天秤方式	上皿式差動型示差熱天秤
(3)測定項目	熱分解、燃焼分解、酸化、脱水 等
(4)温度範囲	室温～1300℃(水蒸気導入測定、減圧測定は1000℃まで)
(5)昇温速度	通常10℃/min (1℃/hr～30℃/min 設定可能) (水蒸気導入測定、減圧測定は最大20℃/min)
(6)測定レンジ	TG ±0.1～200mg DTA ±1.5～1000μ V
(7)測定雰囲気	窒素、アルゴン、疑似エア、水蒸気制御(窒素・空気)、減圧下
(8)使用容器(図3)	アルミニウム製(上限温度500℃)、アルミナ製、白金製
(9)試料形状	容器(内径約5mmφ)に入る大きさに試料調製(※4)
(10)試料量	通常10～20mg程度 (上限は、容器重量込で1g)

※4 試料の加工等、
お気軽にご相談下さい

5.測定事例

- [HRM-1628 TG-DTAによるゴムの劣化度評価](#)
- [HRM-1221 TG-DTAによるゴムの組成調査](#)
- [HRM-1306 水蒸気導入TG-DTA測定](#)
- [HRM-1410 TG-DTAによる活性化エネルギー算出](#)

