

DSC(示差走査熱量計)による高分子の結晶化度測定

1.概要

示差走査熱量測定(DSC:Differential scanning calorimetry)とは、測定試料と基準物質の温度をプログラムに従って変化させていき、その過程での両者の温度差を計測することで、試料への熱の出入り(吸熱・発熱)を定量的に測定する手法です。融解、ガラス転移、熱履歴、結晶化、硬化、キュリー点、酸化安定性、熱変性などの分析に利用できるだけでなく、比熱測定や純度測定に応用できます。

高分子の結晶化度は機械強度、密度、熱的性質などに大きく影響しており、高分子の性質を考察する上で結晶化度を評価することは重要です。また、結晶化度は製品の反りや変形、割れや白化等の不良の原因にも挙げられ、それらの不具合解析手法の一つとしてもDSCによる結晶化度測定が有効です。

(※通常製品などには添加剤などが含まれている事から、相対的な結晶化度評価となります。)

結晶化度(%) : 高分子中の結晶領域が占める割合

$$= (\text{測定融解熱量} / \text{完全結晶体融解熱量}) \times 100$$

完全結晶体融解熱量:100%結晶時の融解熱量

2. 結晶化度測定 of 試料条件

対象試料: 結晶性高分子

試料形状: 最大5mmφ × 2mmH以下

試料量: 10 mg程度

※試料の加工等、お気軽にご相談下さい。



図1 装置外観(DSC200F3 Maia)

3.測定事例

高分子の結晶化度測定～冷却条件による結晶化度の違い～

ポリエチレン(HDPE)約10mgを加熱融解させ、急冷したサンプルと徐冷したサンプルを作成しました。DSC測定を行い、それぞれの融解熱量(J/g)から結晶化度(%)を算出し差を確認しました。(表1)

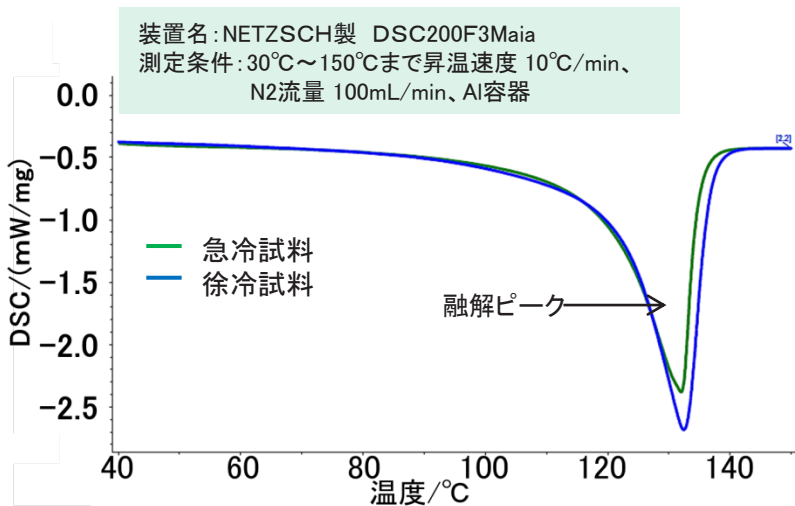


表1 測定結果

	急冷	徐冷
融解熱量(J/g)	152	176
結晶化度(%)	52	60

ポリエチレン(HDPE)完全結晶体融解熱量文献値 293(J/g)
 (TA Instrument社データより)

急冷試料のほうが結晶化度が低い結果となりました。一般的に結晶性の高分子は溶融状態から急冷すると結晶性が低くなり、徐冷すると結晶性が高くなります。測定結果からも、同様の結果が得られた事から、DSCにより結晶化度の相対比較を行う事が可能です。

図2 ポリエチレン(HDPE)のDSC曲線

同じ原料であっても、冷却過程の違いや保存状態によって結晶化度に影響が生じ物性が変化します。製品の評価や、トラブル解決は、ぜひ弊社にご相談下さい！