

# 高感度熱分析装置の試作

浜野智子<sup>\*1)</sup>、重松宏志<sup>\*2)</sup>、瓦田研介<sup>\*1)</sup>、飯田孝彦<sup>\*1)</sup>、小沼ルミ<sup>\*1)</sup>

## 1. はじめに

一般に物質は温度によっていくつかの相をとり、それぞれの相により物性が異なることが多い。このため各種の物性測定を行う前には対象物質の相関係をあらかじめ明らかにすることが必要である。近年、熱分析装置は研究開発の現場から品質管理まで様々な分野で用いられ、実験装置も市販化されてきている。熱分析装置が幅広い分野で使われているのは、相変化や反応などの熱的な変化の検出を通して材料の性質を簡便に比較的精度良く測定できるためである。しかしながら、汎用の熱分析装置で十分満足されているわけではなく、より微小な熱変化を検出するために、感度の向上が求められるようになってきている。このようなニーズに応えるため本研究では-50 から 150 の温度範囲において  $\mu\text{W}$  オーダーの感度をもつ熱分析装置を試作したので報告する。

## 2. 装置の試作

製作した熱分析装置の概要を図1に示す。本装置の特徴は熱起電力の検出感度向上のために熱起電力検出器にサーモジュールを用いたこと、サンプル付近の熱安定性を向上させるために加熱用ヒーターの熱が直接サンプル部に影響しないようにセラミック製の板材をはさんだ構造を採用している点である。

室温以下の測定を行う際には装置を冷却する必要がある。冷却方法としては液体窒素等を用いる方法が一般的であるが、これらの冷却方法を用いた場合、熱分析装置の他に液体窒素の供給設備等が必要になり装置を導入できるユーザーが限られてくる。本装置では恒温槽を用いて冷却を行うことにより一般の家庭用電源のみで室温以下の測定も可能である。

また装置の安定性の評価を行うために、サンプルの温度が一定になるように制御を行い、その際の熱流束の安定性について評価を行った。

## 3. 結果・考察

装置の安定性の評価を行うために、サンプル部の温度を一定に保ち、そのときのサンプル部の温度及び熱起電力を調べた。測定例として -50 の測定結果を図2に示す。温度の安定性は  $\pm 8\text{mK}$ 、熱起電力のベースラインの安定性は  $\pm 0.4\ \mu\text{V}$  であることがわかった。

## 4. まとめ

-50 から 150 の温度範囲において  $\mu\text{W}$  レベルのピークが検出可能な高感度熱分析装置を試作した。今後は有機エレクトロニクス材料や生体材料等高感度の熱分析が必要な分野への応用を検討する予定である。



図1 熱分析装置（試料室部）

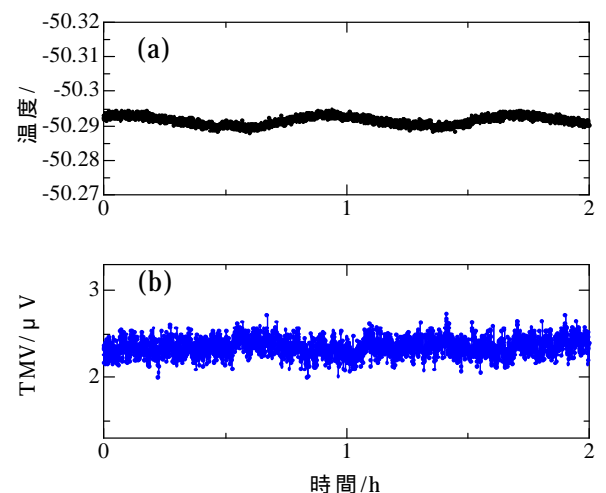


図2 温度及び熱起電力安定性

(a) 温度安定性

(b) ベースライン安定性

\*1) 資源環境グループ、\*2) エレクトロニクスグループ