

# 高速カロリメーターを用いたナノグラムの熱重量測定法 (nano-TG)

従来の熱重量測定(TG)は適用できる昇温速度が小さいため、昇温中に熱分解が進行してしまい、短時間で進行する熱分解挙動を調べることができなかった。高速カロリメーター(FSC)を用いることにより、ナノグラムの試料に対して高温保持中の熱重量測定を行う新規手法(nano-TG)を確立した。高温におけるナノグラムのポリプロピレンの熱酸化分解挙動を調べた事例を紹介する。

## 高速カロリメーター(FSC)の概要



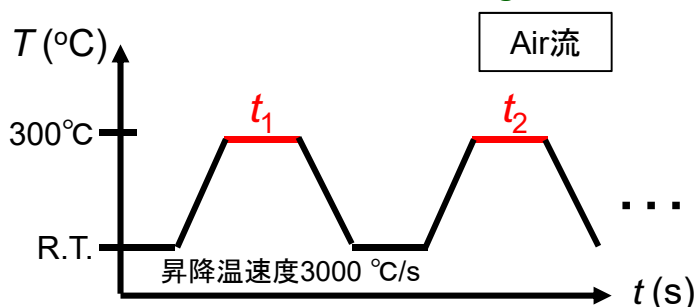
昇温速度	~10000 °C/s
冷却速度	~ 6000 °C/s
試料量	10 ~ 300 ng

微小熱センサによりngオーダーの試料を熱分解速度よりも高速で昇降温させると、熱反応の進行を完全に抑制することができる [1-2]

[1]Y.Furushima, Thermochim. Acta 677(2019)79-84.  
[2]Y.Furushima, R.Ota, T.Ohkawa, Thermochim. Acta 694(2020)178804.

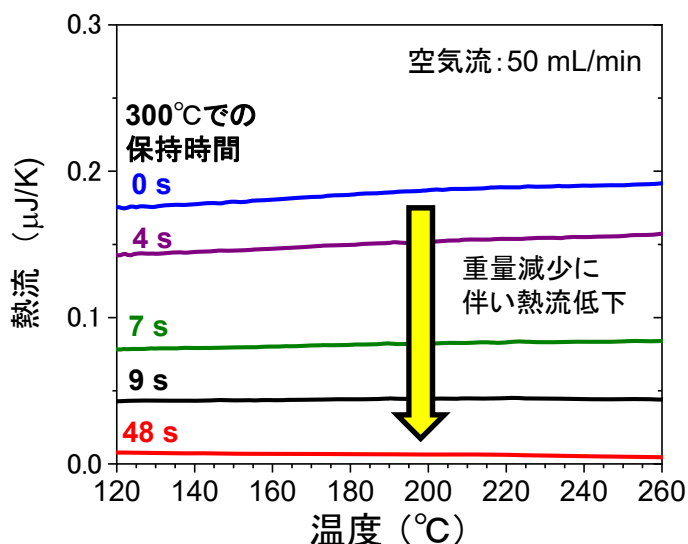
## FSC測定手順

試料: ポリプロピレン(PP)  
試料量: 20 ng



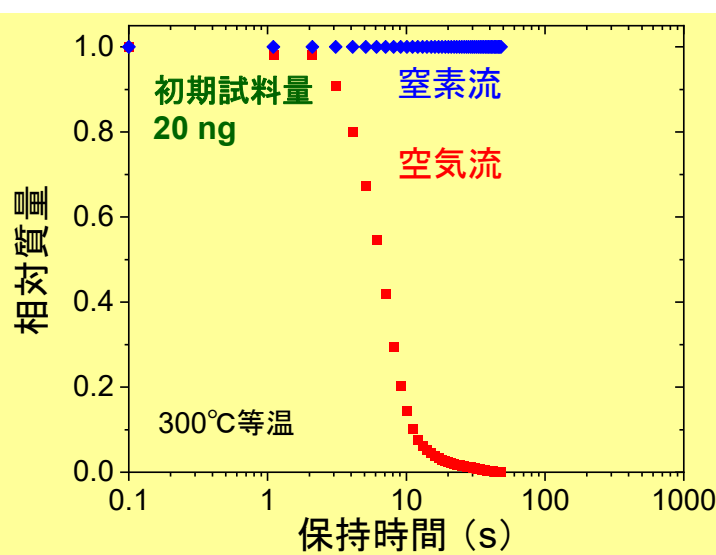
等温保持中のみ熱分解が進行し、その間に試料重量が減少する。昇温→等温→降温の測定を繰り返すと、減量に伴い、FSC曲線(熱流)の値も低下する。この現象を利用し、ナノグラム試料のTG曲線を取得することが可能。【特許出願中】

## 300°Cにおける保持時間とFSC曲線(冷却過程)



300°Cでの累計保持時間が長いほど熱酸化分解が進行し、重量減少によりDSC曲線(熱流)がベースライン(ゼロ)に戻る

## 300°C等温中の熱重量曲線 (nano-TG曲線)



規格化した熱流の時間変化はTG曲線に相当  
300°C保持中のPPの重量変化を取得可能  
(汎用TGでは300°C Air中のPPのTG曲線は取得不可)

- ・汎用熱分析では対応できない高速昇温かつ高温での熱分解挙動のデータを取得し、実状に近い熱安定性が評価可能
- ・汎用TGで測定できない微量試料の等温TG曲線を取得でき、高分子不純物、コンタミ・不良品解析の知見が得られる