

熱分析(TG-DTA)

TG-DTA は、一定の温度上昇から試料の質量変化を測定する装置 (TG(熱重量分析)) と、試料と基準物質との温度差を測定する装置 (DTA(示差熱分析)) から構成されています。TG と DTA を組み合わせ、同時に測定することによって、試料の質量変化と化学的・物理的な反応を見ることができます。

原理

TG-DTA は、主に加熱炉・検出部から構成されています(図1)。試料と基準物質を天秤に乗せ、一定のプログラムによって温度を変化させます。DTA では、曲線が下向きのピークとして現れる吸熱反応と上向きのピークとして現れる発熱反応を見ることができます。吸熱反応としては、分解・脱水等、発熱反応としては、燃焼・酸化・吸着等の熱挙動が見られます。

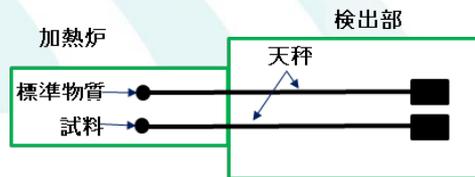


図1 TG-DTAの概略

グラフの解説

図2のグラフは風化した普通ポルトランドセメントを測定したものです。400°C付近では DTA 曲線は吸熱反応による下向きのピークがあり、TG 曲線は減量していることが分かります。この温度では、水和物の脱水反応 ($\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \uparrow$) が起きています。また、700°C付近では DTA 曲線は吸熱反応による下向きピークがあり、TG 曲線は減量していることが分かります。この温度では脱炭酸の反応 ($\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2 \uparrow$) が起きています。

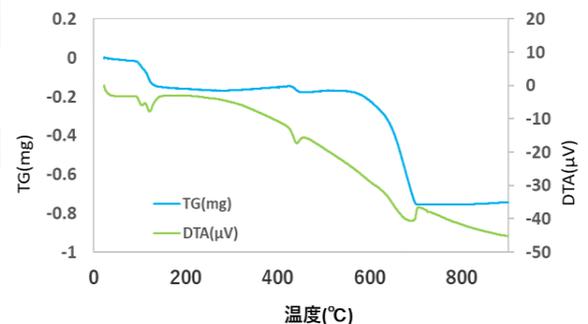


図2 セメントの分析結果

主な分析例

セメント分析

硬化コンクリートの分析(中性化試験)



熱分析 (DSC)

DSC(示差走査熱量分析)は、試料と基準物質をヒートシンク(熱良導体からなる熱溜)で加熱し吸熱・発熱した時に生じる温度差を測定する装置です。DTAでは吸熱・発熱反応の熱挙動の測定のみですがDSCでは温度差を熱量差に換算することによって定量分析ができます。

原理

DSCには熱流束と入力補償の2種類があり、当社では熱流束DSCを使用しています(図3)。DSCは、主に試料ホルダー・ヒートシンク・熱抵抗体・検出器(熱電対)から構成されています。試料と基準物質をヒートシンクで加熱し熱抵抗体を介して熱電対でそれぞれの温度を測定します。

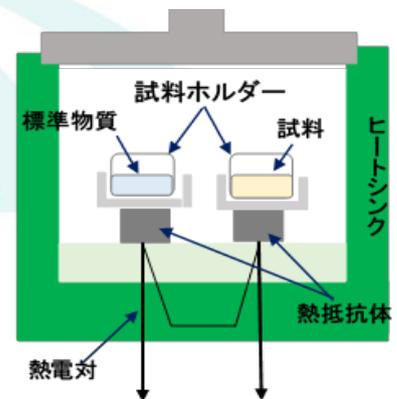


図3 熱流束DSCの概略

グラフの解説

図4のグラフは二水石膏を測定したものです。150°C付近の吸熱反応による下向きピークは、二水石膏が半水石膏になる脱水反応($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O} + 1.5\text{H}_2\text{O} \uparrow$)が起きています。180°C付近の吸熱反応による下向きピークは、半水石膏が無水石膏になる脱水反応($\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 + 0.5\text{H}_2\text{O} \uparrow$)が起きています。検量線を引くことによって未知試料のピーク面積から石膏の半水化率を算出します。

主な分析例

石膏の分析(半水化率の算出)

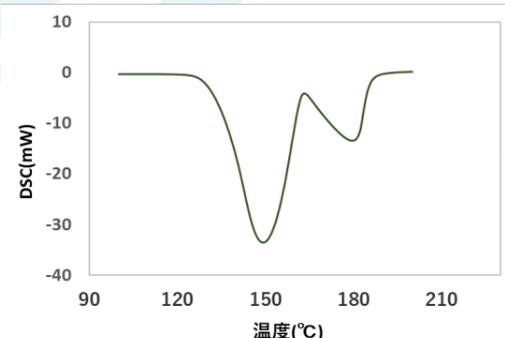


図4 二水石膏の分析結果