温度変調DSCとは？

Mother Lake 滋賀県

従来DSCの課題

- 従来のDSCで得られるヒートフローは、ある温度・時間におけるすべてのヒートフローの和
- そのため、ガラス転移とエンタルピー緩和のように、同じ温度帯に起こりうる事象はシグナルが重なる場合が多く、その解析が困難

温度変調DSCとは？[1)]

- 加熱と冷却を小さな振幅で繰り返しながら、平均的に昇温（降温）して測定する手法
- 通常のDSC曲線に相当するヒートフローの和を可逆的な成分と不逆的な成分に分離可能
  - 可逆成分の例　：ガラス転移、融解、熱容量
  - 不可逆成分の例：エンタルピー緩和、結晶化、脱水、硬化、融解

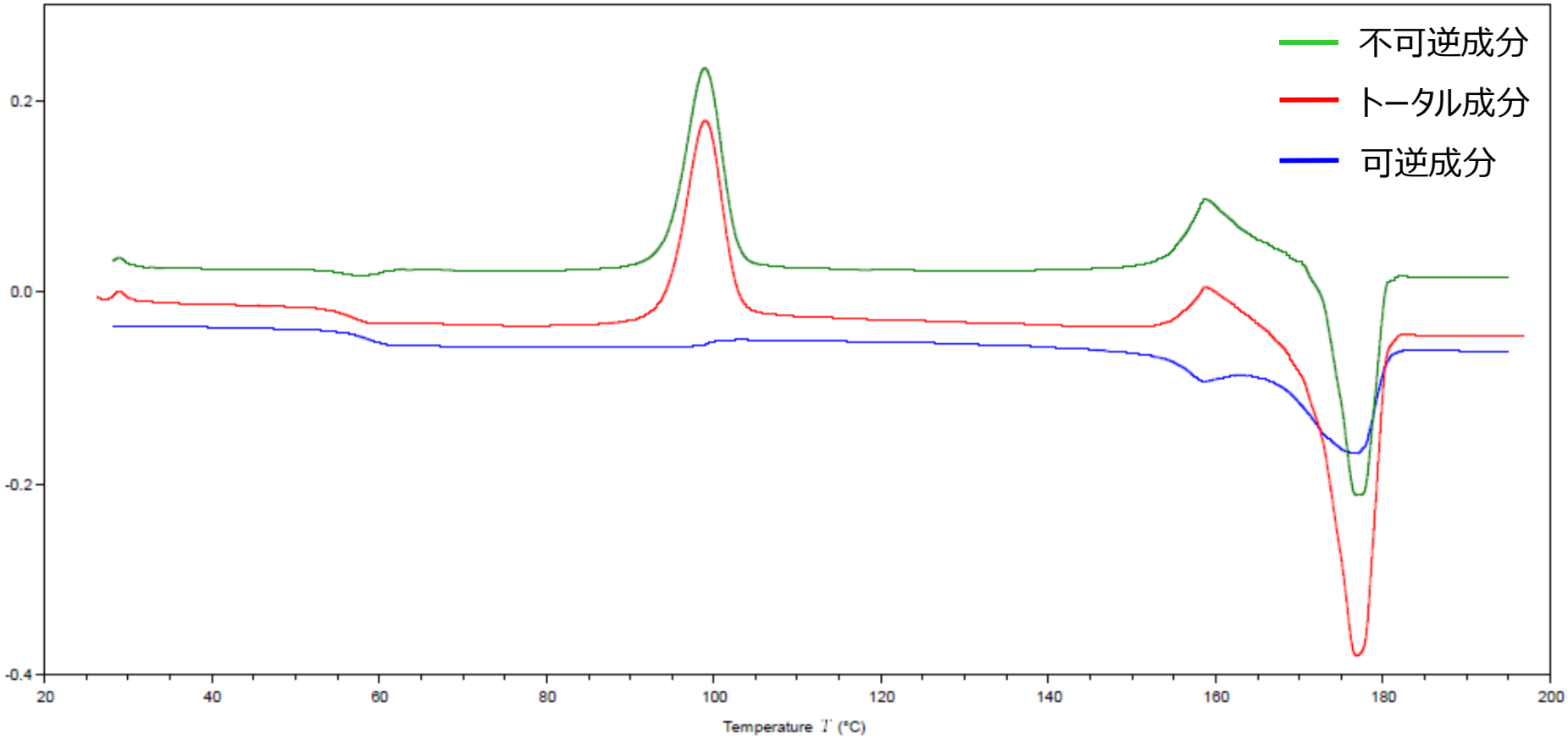
1)http://cs2.toray.co.jp/news/trc/news_rd01.nsf/0/2DFDD2B849375D2349257D5E0010A272

温度変調DSCの測定例を紹介します

温度変調DSCによるポリ乳酸の特性解析

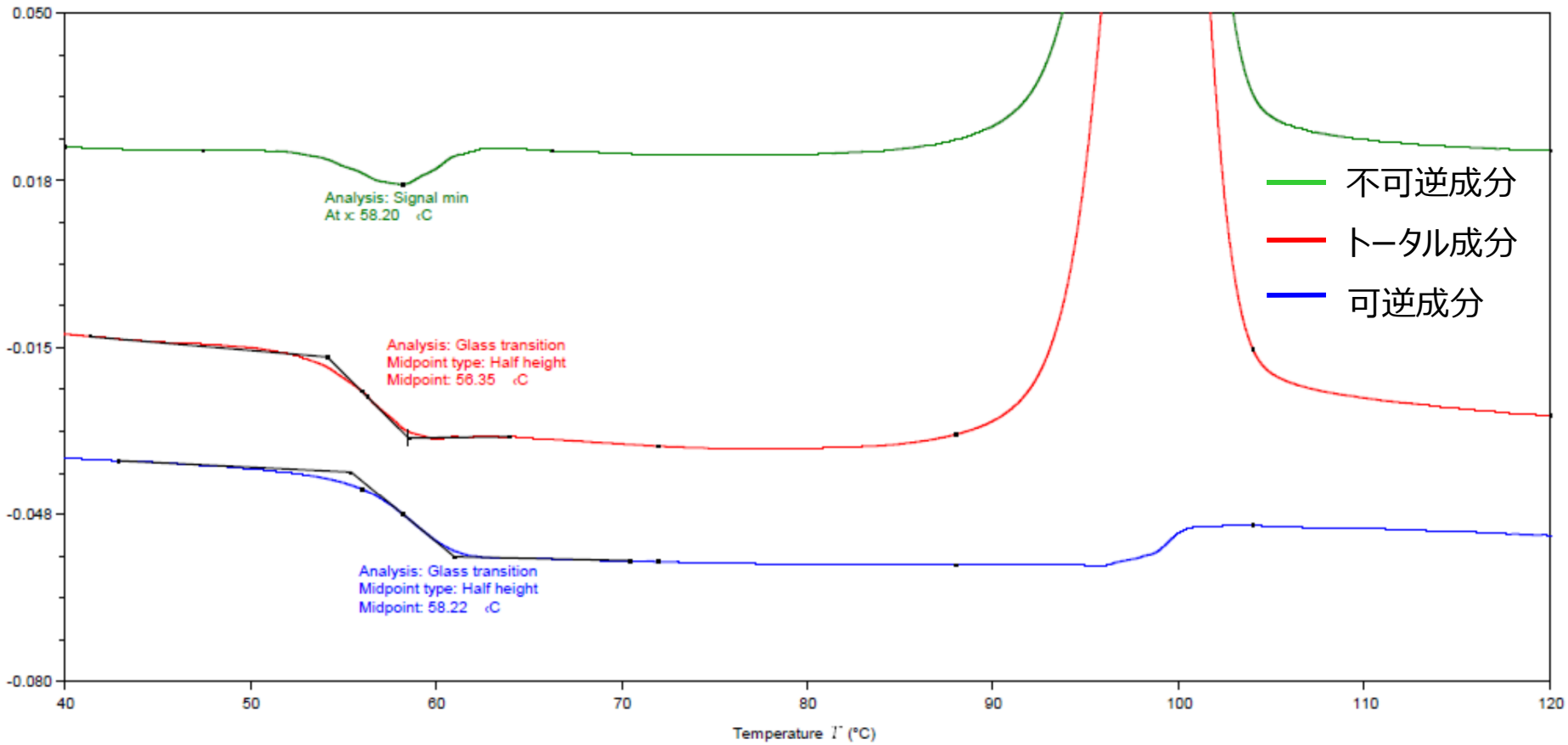
サンプル

- 結晶性ポリ乳酸ペレット
- 前処理：DSCおいて、220℃まで昇温・溶融後、25℃まで-150℃/minで急冷
- 測定条件
  - 変調周期：60sec
  - 変調振幅：±1℃
  - 昇温速度：2℃/min



温度変調DSC測定結果（全体）

温度変調DSCによるポリ乳酸の特性解析2

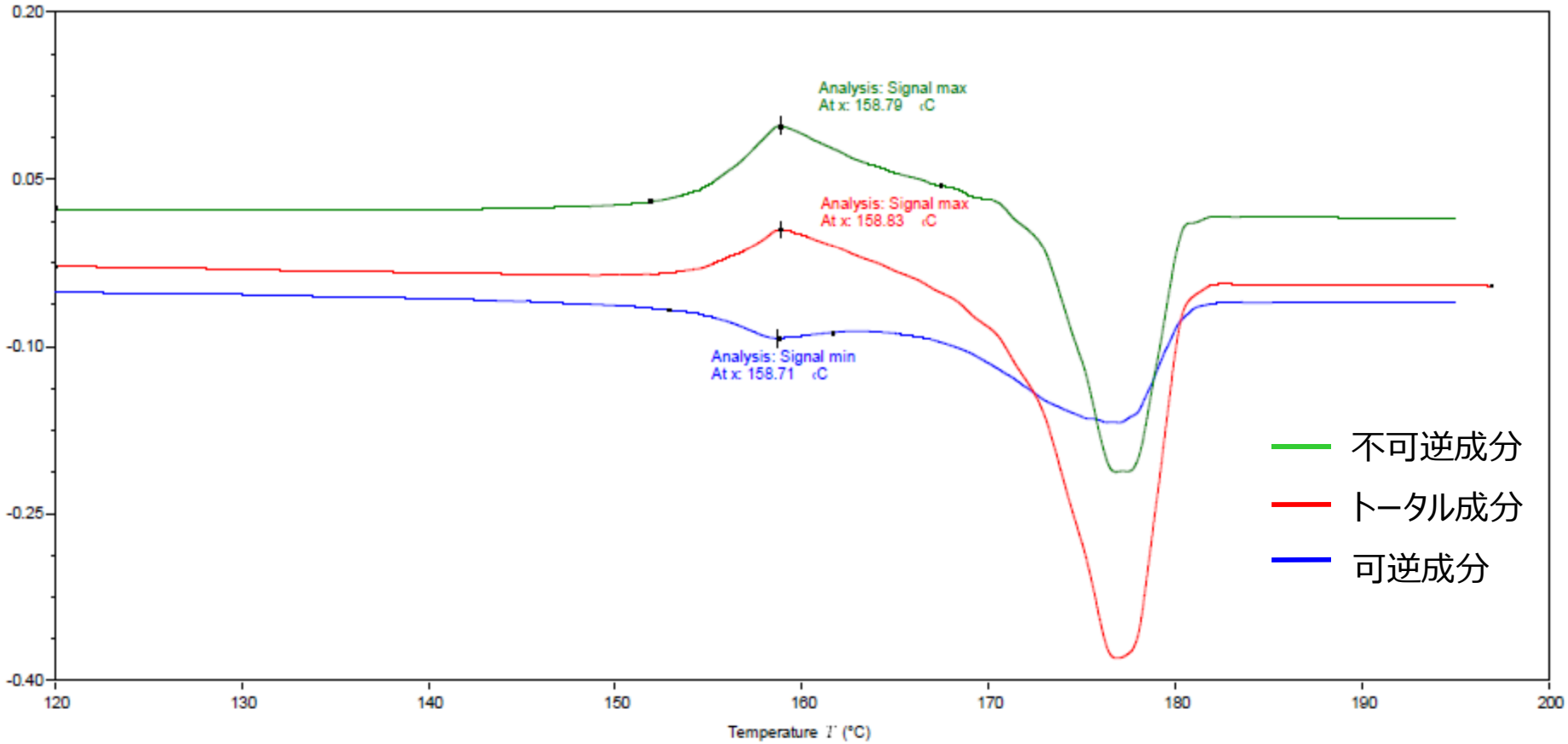


温度変調DSC測定結果（拡大1）

データから読み取れること

- 溶融急冷後すぐの測定であるが、エンタルピー緩和（不可逆成分）を検出
- トータル成分から検出されたガラス転移温度は可逆成分のものより少し低温側に検出。これは、エンタルピー緩和による吸熱挙動が影響を及ぼしたものと考えらえる。
- 結晶化温度（100℃）近傍で可逆成分のベースラインがさらに変化。これは、結晶化による分子の束縛が主要因と考えられる。

温度変調DSCによるポリ乳酸の特性解析3



温度変調DSC測定結果（拡大2）

データから読み取れること

- 可逆成分に検出された2種類の吸熱ピークは、形態の異なる2種類の結晶構造の融解に相当
- 低融点（159℃）結晶の融解後、速やかに新たな結晶が形成。既に存在した高融点結晶と併せ、これらが全て178℃で融解

このように、従来のDSCより多くの情報を得ることが可能です。
ぜひご利用ください！