入門講座

分析機器の正しい使い方

# 熱 分 析

津 越 敬 寿

# 1 はじめに

熱分析は、JIS K 0129 にて「物質の温度を一定のプ ログラムによって変化させながら、その物質のある物理 的性質を温度の関数として測定する一連の方法の総称 (ここで、物質とはその反応生成物も含む)。」と定義さ れる<sup>1)</sup>。国際熱分析連合(International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry: ICTAC) では TA group of techniques in which a property of the sample is monitored against time or temperature while the temperature of the sample, in a specified atmosphere, is programmed.」<sup>2)</sup>と定義され、JIS K 0129と同一内容と なっていたが、2014年の IUPAC Recommendations に The study of the relationship between a sample property and its temperature as the sample is heated or cooled in a controlled manner.」3)と改訂された。いずれ にしても、測定対象が「物理的性質」や「property」と され, 分析種 (analyte, 分析対象成分ともいう)<sup>4)5)</sup>の 定性分析4)5)や定量分析4)5)を行う他の機器分析手法と は、異なる取り扱いと言える。ここで、JIS K 0050 の 「6 化学分析の種類」では「6.3 定量分析」項に 「6.3.7 熱分析」として挙げられているが、熱分析で分 析種の定性・定量を行わないことも多い。

熱分析装置は、基本的に、検出部、温度制御部、データ記録部からの構成と大別される。検出部は、ヒーター、試料台、検出器(試料温度および測定目的による試料の物理的性質)からなる。温度制御部は、検出した試料温度に基づき設定されたプログラムに従うようヒーターの温度を制御する。データ記録部は、検出部からの各種信号を記録し、また現在の装置では温度制御と解析まで含めてコンピュータで行えるように構成されている。

熱分析は、測定する試料の物理的性質により複数の手法に定義される。熱流差を検出する示差走査熱量測定 (differential scanning calorimetry: DSC), 温度差を検出する示差熱分析 (differential thermal analysis: DTA), 質量 (重量)変化を検出する熱重量測定 (ther-

Appropriate Usage of Analytical Instruments—Thermal Analysis.

mogravimetry: TG), 熱脱離/分解物を検出する発生気 体分析 (evolved gas analysis: EGA), 力学的特性を検 出する熱機械分析(thermomechanical analysis: TMA) および動的粘弾性測定(dynamic mechanical analysis: DMA) に大別される。ここで、TGはTGA (thermogravimetric analysis) とも呼ばれることがあるが, 術語学的には語数の少ない方を推奨するのが通例であ る。また、DTAとTGは、一部例外はあるが、同一の 装置で同時に測定可能となっていることが多い。EGA は検出に質量分析法 (mass spectrometry: MS) を用い た EGA/MS と赤外分光法 (infrared spectroscopy: IR) を用いた EGA/IR (FTIR も含む)が主であるが、ガス クロマトグラフィー (gas chromatography: GC) を用 い EGA/GC (-MS) の構成もある。また、EGA 装置 として2000年以降に単能機が見られるようになったも のの、多くは TG/DTA と EGA/MS がカップリングさ れ、TG/MSとして知られる。真空中で試料加熱を行う 昇温脱離ガス分析 (thermal desorption spectroscopy: TDS) も EGA の一手法である。

# 2 熱分析の各手法

#### 2·1 DSC

測定試料の発熱や吸熱を伴う相転移や融解などの変化を、試料の温度変化に伴って起こした際の基準物質との熱流の差として検出するのが、DSCである。「一定の熱を与えながら、基準物質及び試料の双方の温度を測定し、試料の状態変化による吸熱及び発熱を定量的に測定する方法」と定義される。一定の熱を与えながら、基準物質及び試料の双方の温度を測定し、試料の状態変化による吸熱及び発熱を定量的に測定する方法であり、測定原理に基づき、熱流束 DSC と入力補償 DSC に分けられる。

熱流束 DSC は、DTA を定量することで発展した手法であり、従って図1に示すように同一の加熱ヒーター内に、基準物質と測定試料がセットされる。加熱や冷却による温度変化に伴い相転移や化学反応が起きるとき、試料が吸熱を示すと基準物質に対して試料温度は下がり、発熱を示すと逆に試料温度は上がる。この基準物

*568* ぶんせき 2017 12

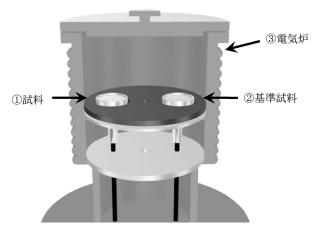


図 1 熱流束 DSC の構造 (㈱パーキンエルマージャパン提供)

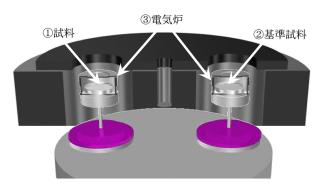


図 2 入力補償 DSC の構造 (㈱パーキンエルマージャパン提供)

質との温度差を測定し、DSC 曲線がプロットされる。 DTA よりも測定エネルギーの定量性を向上させるため、装置構造上の工夫や数学的補正が為される。測定の 装置構成は DTA の項で述べる。

入力補償 DSC は、基準試料と測定試料の温度差をゼロにするために必要なエネルギーを、測定試料用のヒーターに流す電流として検出・測定する。従って、図2に示すように、基準試料用、測定試料用のそれぞれに独立した電気炉が配置される。試料に吸熱反応が起きた場合、それにより温度が下がらないように測定試料用のヒーターにより多くの電流を流し、基準試料との温度差が生じないようにする。この二つのヒーターに投入する電流値の差で、DSC 曲線がプロットされる。

歴史的には入力補償 DSC が最初に開発されたが、その後熱流束 DSC も増え、特殊な測定など一部の例外を除き、現在では熱流束 DSC が広く普及している。図3に、DSC 曲線が表す一般的な熱挙動の例を示す。

# 2.2 DTA

測定試料の温度変化に伴い、試料内での物理変化や化 学変化に起因する熱変化を基準物質との温度差として検 出する手法が DTA である。「試料及び基準物質の温度 差を、温度の関数として測定する方法」と定義される。

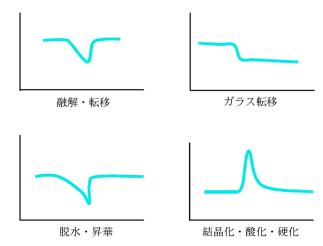


図3 DSC 曲線における一般的熱挙動

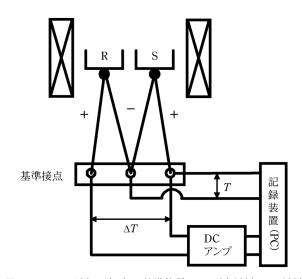


図 4 DTA の測定回路(R:基準物質、S:測定試料、T: 試料 温度、 $\Delta T$ : 温度差)

原理的には上述の熱流束 DSC と同じである。

温度の測定には熱電対が用いられる。熱電対は、2種類の異なる金属(あるいは合金)からなるワイヤを接合したもので、接合した点である"接点"において、温度に応じた起電力が生じる。従って、起電力すなわち電圧を測定することで温度に換算することができる。10種以上の熱電対が、測定温度範囲や特性に応じて使い分けられるが、DTA(後述のTG/DTAも含む)では、Pt-Pt/Rhが用いられることが多い。DTAの測定回路を図4に示す。

#### 2.3 TG

TGは「試料の温度を一定のプログラムによって変化 又は保持させながら、その試料の質量を温度又は時間の 関数として測定する方法」と定義される。名称が熱重量 測定とされ、英語も Gravimetry が用語に用いられる が、試料に温度変化を与えたときの質量変化を測定する 手法である。化学変化による脱水、分解、酸化、還元な

ぶんせき 2017 12 **569** 

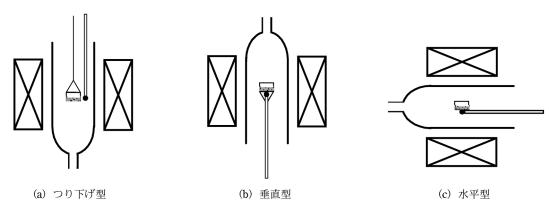


図 5 TG 装置構成の方式

ど、また物理変化による蒸発、昇華、吸着、脱離などによる質量変化を測定し、そのため比較的定量性に優れると言える。熱天秤とも呼ばれる TG は、日本発の測定法<sup>6)</sup>である。

図5に、TGの装置構成の方式を示す。つり下げ型は 高感度測定に有利とされ、垂直型や水平型に分けられる 差動型は温度上昇に伴う見かけの重量変化が小さいとさ れる。

## 2.4 TG/DTA

「1 はじめに」で述べたように、TGとDTAは同一の装置で同時に測定されるようになっていることが多い。 TG曲線とDTA曲線の組み合わせで、表1に示すように、様々な熱挙動を判定することが可能である。

## 2.5 EGA

EGAは「試料の温度を規定のプログラムに従って変化させながら、その試料から発生する揮発性生成物(ガス)の種類及び量を温度の関数として分析する方法」と定義され、熱分析の中で分析種の定性・定量を主目的とする手法である。特に、EGA/MSでは、マススペクトルによる発生気体成分の同定とピーク強度からの定量が行われ、TG/MSにおいては気体成分発生時の重量減少を組み合わせた定量が可能である。

## 2·6 TMA および DMA

TMAは「試料の温度を一定のプログラムに従って変化させながら、圧縮、引張り、曲げなどの非振動的荷重を加えて試料の変形を温度の関数として測定する方法」と定義され、DMAは「試料の温度を一定のプログラムに従って変化させながら、振動荷重の下での試料の貯蔵弾性率と損失弾性率とを、時間、温度、振動周波数に対して測定する方法」と定義される。測定対象が「試料の変形」や「貯蔵弾性率と損失弾性率」であることからわかるように、通常の分析化学で取り扱うことは少なく、本会の分析化学誌でのキーワード検索でも3報のヒットのみで1974年以降の論文は見られない。

表1 試料の熱挙動と TG/DTA 曲線

熱挙動	TG	DTA	熱挙動	TG	DTA
熱分解		$\neg$	昇華・ 蒸発		7
燃焼		\_	転移・ 融解		$\neg $
酸化		\_	結晶化		_\_
還元			ガラス 転移		

## 2.7 その他の熱分析

上述の大別のほか、いくつかの亜種がある。

試料を加熱する際の昇温速度を一定にしない手法が速度制御熱分析であり、「試料の特性値の変化速度が、一定のプログラムに従って変化するように温度制御を行う熱分析法」と定義され、熱分析すべてに適用できる。 TGを例にすると、質量変化速度をパラメーターとして試料の温度を制御するものであり、一定の質量変化速度(通常は質量減少)となるように温度をコントロールする手法がある。他方、設定したある質量変化速度を超えると一定温度とする等温制御を行い、質量変化速度が設定した変化速度より小さくなると昇温し、温度制御が階段状となる手法などもある。

局所熱分析は、試料表面の局所で行う熱分析であり、例えば、ヒーターを内蔵した原子間力顕微鏡 (AFM) のカンチレバーによって試料表面を局所的に加熱し、温度に対するカンチレバー変位をプロットすることによって、融解及びガラス転移に伴う軟化を検出する局所熱機械熱分析などがある。

近年、試料観察が可能な熱分析装置が市販されている。既存の熱分析装置に取り付けることも可能な、試料観察オプションとしても販売されている。試料の光学観察が可能となったことによって、それまでには得られなかった多様な情報を得ることができる。ポリエチレンテレフタレートを試料とした測定例を図6に示す。Air 雰囲気のほうが低温で茶褐色に変色し始めていることが観

*570* ぶんせき 2017 12

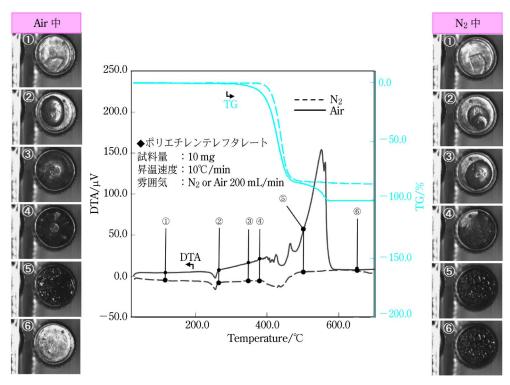


図 6 試料観察型 TG/DTA による測定例(㈱日立ハイテクサイエンス提供)

察でき、また Air 雰囲気の 600 ℃ では完全に分解しているが、窒素雰囲気では黒色の残留炭素の存在が確認できる。 TG 曲線や DTA 曲線での変化量の最も大きいところと画像観察での変化とが一致しない場合もあり、今後の応用例拡大が期待される手法である。

## 3 実際の測定における注意点

DSC, TG, DTA, EGA を対象に解説する。

## 3・1 装置の立ち上げ

最近の装置は  $1\sim$ 数個のスイッチを入れると自動で起動するものが多く,すぐに使えると思っているユーザも多いように見受けられる。熱分析に限らないが,電源投入から装置が安定するまでには相応の時間がかかる。温度測定が要の熱分析では,室温変動の影響を受ける場合もある。例えば長期休暇後に使用する際には特に,室温の安定を確認した後に測定開始することが推奨される。装置が安定したら,必要に応じて温度校正1)を行うとよい。標準物質や高純度(99.99%以上)金属(In, Sn, Pb, A1等)などの融点を主に利用する。測定時に使用する昇温速度で測定するのが望ましい。もし 0.5% の差があったとしたら,その前の測定データと 0.5% 以内の議論は無意味である。

#### 3・2 ベースライン

試料測定前にベースラインを確認しておくことは重要である。試料,基準物質の双方のセルに,同量の基準物質をセットする。比熱容量の解析のため,DSCでは測

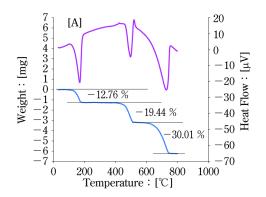
定に用いる同材質の空セルのみとすることも多い。基準物質には、多くの場合、アルミナ粉末が用いられる。試料測定の際と同雰囲気、同昇温速度とし、つまり測定条件を同一とすることでブランク測定となり、ベースラインを得ることができる。このベースラインには、装置由来のピークやノイズが現れる。試料測定ではベースラインを差し引くこと(ブランク補正)で、試料に起因する挙動がデータとして得られることになる。

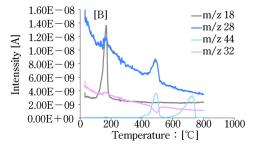
TG においては、昇温に伴うドリフト量をブランク測定で確認でき、質量変化のより正確な測定のための補正を行える。ドリフト量とは装置由来の変化量であり、昇温に伴う浮力の変化などに起因する。ドリフトが見られる場合には、ブランク測定を複数回行い、TG 測定結果の定量的解釈のために、ドリフトの量とその再現性を確認する必要がある。また、TG の質量校正について、JIS K 0129 に化学はかり用分銅を用いた校正について記載されている。簡単に行える方法では、日本薬局方に記載されているシュウ酸カルシウム一水和物を測定する方法もある。

- ①  $CaC_2O_4 \cdot H_2O \longrightarrow CaC_2O_4 + H_2O \uparrow$
- $\bigcirc$  CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>  $\longrightarrow$  CaCO<sub>3</sub> + CO  $\uparrow$
- $3 \quad CaCO_3 \longrightarrow CaO + CO_2 \uparrow$

の反応において、計算上では①で 12.34 %、②で 19.18 %、③で 30.14 % の重量減少となる。実際の測定結果と比較することで確認が可能である。TG/MS の場合、MS において発生ガスそれぞれのサーモ MS イオングラムのピークが重量減少中に検出される。図 7 に実際の

ぶんせき 2017 12 5**71** 





[A] DTA 曲 線(上)と TG 曲 線(下), [B] 各 m/z 値におけるサーモ MS イオングラム。リガク製 ThermoMass による。高純度 He をキャリアーガスとし, $20\,^{\circ}$   $min^{-1}$  にて昇温した。

図 7 シュウ酸カルシウムー水和物の TG/MS の測定例

測定例を示す。TGの減少率は理論値と良く合致しているが、水の減少率がやや多いのは、試料保存時の吸湿が考えられる。同時測定されるDTA 曲線にて、各反応時の吸熱が見られる。さらに質量分析におけるサーモMS イオングラムにおいて、 $H_2O$ 、CO、 $CO_2$  が検出される。なお、図7に示した測定では、試料セット後のバックグラウンド低減を十分待たずに測定開始しているため、残留 air に起因して $N_2$  (m/z 28) と $O_2$  (m/z 32) が徐々に低くなっており、さらに上記②で発生したCO が系内の $O_2$  により直ちに酸化され $CO_2$  が検出され、その際の $O_2$  強度が低くなっているのがわかる。

DSC においては、試料の熱的変化が不可逆反応の場合、1回測定した同一試料の2回目の測定を行い、2回目測定結果をブランクデータとして差し引くと1回目の測定で得られた不可逆な反応を解析できる。

#### 3・3 基準物質と試料

基準物質には、測定温度範囲内で熱的変化のない物質、一般的には $\alpha$ - $Al_2O_3$ 粉末を用いるが、AlやPt などの金属プレートを用いることもある。基準物質の量は、セルの半分から8分目や試料量と同量にすることが見受けられる場合があるが、基準物質と試料の双方の熱容量が等しくなる量とするのが良い。熱容量に差があると、昇温開始時や昇温速度を変化させた際の、熱容量差や昇温速度に比例したベースラインのシフトが、DTA にも DSC にも発生し、データ解析を困難にする。

また、基準物質を装置内にセットしたままにしておく

表 2 試料容器の材質,使用最高温度および使用形状

材質	使用最高温度	形状
アルミニウム	500 ℃	開放,クリンプ,シール
石英	1000 ℃	開放
白金	1500 ℃	開放
アルミナ	1500 ℃	開放

ことも見受けられるが、場合によってアルミナ粉末が吸湿していることもある。装置外に保管しているアルミナ粉末も同様であるが、アルミナが吸湿していると、昇温中に脱水(減量と吸熱)が起こるため、見かけ上試料側に増量と発熱が起こる。もちろん、試料変化ではない。これは、測定前に空焼きすれば防げるが、上述のブランク測定が空焼きを兼ねることもできる。TG/MS測定していると、増量して発熱している間、MSで $H_2O$ ピークを得るという、摩訶不思議なことになる。

基準物質や試料をセットする試料容器は、測定温度範 囲、試料との反応性などでその材質を決定する。代表的 には、Al, Pt,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ , SUS などが用いられる。 測定対象によっては、他の材質の容器を用いることは当 然ある。Pt 容器は試料の反応に対し触媒作用を示すこ とがある。均熱体がなくイメージ炉の赤外線で試料容器 を直接加熱する機構の装置では、赤外線吸収しにくいア ルミナでは昇温が難しい。筆者の場合は、熱伝導と赤外 線吸収と触媒作用排除や、試料と容器の反応などを踏ま え Pt セルの内寸に合わせて接触を確保したアルミナ容 器をPtセル内に挿入して使用したこともある。試料容 器の形状には、開放、クリンプ、シールなどがある。材 質と使用最高温度と形状について、表2にまとめた。 TGやEGAでは開放型多く使われるが、DSCにおいて はクリンプ型を用いることが一般的である。また、試料 容器底面が温度センサーである熱電対に接触する機構が ほとんどのため、試料容器底面が平滑であることには注 意を要する。試料容器底面が平滑でないと、DTA や DSC において疑似ピークが出たり感度が低下したりす ることもあり、TGや EGA では試料変化の温度のずれ に繋がる。

試料形状も測定結果に影響することがある。試料と試料容器底面との接触具合により、試料の温度変化の熱電対への伝わり方が変化する。従って、試料容器底面に試料が広く密着していることが望ましい。また、試料形状の違いが反応の進行の違いに繋がることもある。試料表面から反応が進行する場合、表面積の大きな粉末試料と表面積の小さいブロック試料では反応する量や反応進行の速度が異なってくる。同じ粉末試料でも粒径分布に依存する。TGやEGAでは熱分解による発生気体の流出にも影響し、ピークのブロードさやテーリングに繋がる。

粉末試料を金属製の棒で押し付け、試料容器底面への

接触と充填密度を上げることもあるが、機械的な力を加えることで結晶形やその他の性質を変化させてしまうこともある。

ブロック試料の切断や粉砕の際は, 試料に熱が加わらないようにしなければ測定前に熱履歴を与えることになり, 状態変化した後に測定することになる。

試料量は、通常、数 mg から数十 mg の範囲で選択する。試料量を多くすると、ピーク強度は大きくなるが、分解能は低下し、またピークは高温側にシフトする。この現象は熱伝導性の低い試料ほど顕著となる。

#### 3.4 測定雰囲気

不活性ガス雰囲気で測定することが多い。通常、数百  $mL min^{-1}$ 以下の流量で、 $N_2$ 、Ar、He をフローする。測定中は流量を変えずに一定とする。TG においては、ガスフローさせない静止雰囲気での測定もある。その他、Air、 $O_2$ 、疑似大気( $He+O_2$  など)を用いて酸化性雰囲気とする場合、 $H_2$  などの還元性雰囲気とする場合、ハロゲン系ガスを用いる場合、水蒸気添加する場合、真空下とする場合など、測定目的による。

ただし、フローガスと試料容器や装置材料との反応性によっては、爆発の危険性、反応ガスの毒性に注意しなければならないこともある。装置内のみならず、実験室内の排気が適切でない場合、例えばフローガスに用いた $H_2$ が室内(天井付近)に溜まり、引火・爆発する危険もある。

#### 3·5 昇温速度

一般的に多く見られる設定は、 $2\sim20\,^{\circ}\mathrm{C}\,\mathrm{min}^{-1}\,\mathrm{o}$ 範囲である。試料量と同様に、昇温速度を大きくすると単位時間当たりの変化量は大きくなり、ピーク強度は大きくなる。しかし、分解能は低下し、測定する挙動全体が高温側にシフトする。DTA や DSC で微小な変化を検出するために、昇温速度を大きくすることが有効なこともある。また、測定対象の熱的挙動が昇温速度依存性を持っていることもあり、昇温速度を変えた測定が必要な場合もある。

## 4 用 語

Terminology (術語学と訳される) は科学的議論を行う際には、基本中の基本とされ、用語を定義通りに使うことは重要である。

熱分析において、いくつか取り上げるべきことがある。 reference material は、熱分析分野では2種類ある。 一つは標準物質、もう一つは基準物質である。 reference を参照でなく標準や基準と訳すことで、その目的を現す使い分けをしている。しかし、前者について熱分析分野に限らないが、国際学会などで日本人の発表に「standard material」としたものを筆者は数度見たこと

があり、そういった混乱の一因のようにも感じる。国際計量用語 VIM(ISO/IEC Guide 99:2007)を翻訳した標準仕様書 TS Z 0032:2012(有効期限は 2018 年 8 月 19 日まで)には、reference を含む用語は 9 種類あるが、standard reference data(標準参照データ)を含めてreference material 以外の reference はすべて参照と訳されている。基準物質のほうの誤用は見たことがないし、十分普及しているので拙速に変える必要性は感じないが、例えば熱的不活性物質(thermally inert material)などと用語の変更があれば、より明確に区別できるはずである。

脱着の用語が脱離の意で使われることがある。吸着の場合は「吸われて着く」とそのままの状態を表すが、脱離「脱げて離れる」に対し脱着「脱げて着く」は意味をなるしていない印象である。訓読みしてみると、用語の正確な意味の一端を覗けるかもしれない一例にも感じる。

最近、サーモグラムを熱分析曲線と誤用する例が増えてきたように感じる。クロマトグラムはクロマトグラフィーより得られるデータであるように、サーモグラム(thermogram) はサーモグラフィー(thermography)より得られるデータ(図 8)である。つまり、赤外線放射量を測定し温度分布とした画像がサーモグラムであり、熱分析用語ではない。thermogramの英語でのdefinition<sup>7)</sup>は、同様の解説であるし、ICTACの用語に関する文書<sup>2)3)</sup>でもthermogram は取り上げられていない。

EGA/MS (TG/MS も含む) において、ある m/z 値のピーク強度を時系列 (定速昇温なら温度に変換可能) にプロットしなおした曲線を、マスクロマトグラム (mass chromatogram) と呼んでいる例も見られる。GC を介さず加熱炉 (あるいは TG) と MS を直接接続している場合、横軸が時間としても GC のリテンションタイ



日本アビオニクス (株)の製品情報ウェブサイトより引用。 http://www.avio.co.jp/products/infrared/lineup/ir-thermo/tvs2 00iss\_tvs500iss/

図8 サーモグラムの一例

ぶんせき 2017 12 *573* 

ムではない。従って、これも誤用と言える。

TG/MS は、ほとんどの場合「ティージーマス」と呼ばれる。日本質量分析学会用語集では、MS をマスと読まないようにとしているが、mass spectrometry の略が MS であるように、日本語での $\overline{Y}$  スペクトロメトリーの略であるから、マスは真っ当な略語である。これも、例えば「TOF-MS」とすべき表記を「TOF-MASS」などとしている誤用があり、発音が同じための混乱による行き過ぎのように思う。

#### **5** おわりに

熱分析における分析機器の使い方として注意点をまとめるのは、他の分析法でも同様なことはあるが、どんな試料のどんな特性を測るかで異なってくることが多いということがあり、同じ手法でもやってみなければわからないというのは初学者にはハードルになるように思う。しかし、ごく基本的なことはここに記したので、もう一歩踏み込んだ解説もぜひ読んで頂きたいと思う。また通常の教科書や解説に書いてないことを良くまとめたウェブサイト®もあるので、本稿と重複する部分もあるが、参考になると思う。筆者も、執筆内容の確認のために参考になった。その他、熱分析装置各メーカーのウェブサイトにも参考となる解説は多くある。

また、TMA と DMA は測定法の紹介のみとしたが、本会の分析化学誌の J-STAGE 全文閲覧で「熱機械」で検索しても 1971 年に解説 1 報, 1974 年に報文 2 報

の計3報しかなく、紙面の都合もあったためご容赦頂きたい。

謝辞 種々のデータ等を提供頂いた、㈱リガク・有井 忠氏、 ㈱パーキンエルマージャパン・鈴木俊之氏、㈱日立ハイテクサイエンス・西山佳利氏、丸山純夫氏、㈱神戸工業試験場・三島 有二氏に深謝します。

#### 文 献

- 1) JIS K 0129:2005
- 2) ICTAC "For Better Thermal Analysis and Calorimetry" "3rd Edition", (1991).
- 3) T. Lever, P. Haines, J. Rouquerol, E. L. Charsley, P. Van Eckeren, D. J. Burlett: *Pure Appl. Chem.*, **86**, 545 (2014).
- 4) JIS K 0050: 2011
- 5) JIS K 0211:2013
- 6) K. Honda, Sci. Rept. Tohoku Univ. 4, 97 (1915).
- 7) 例えば、http://www.dictionary.com/browse/thermogram (2017年9月29日、筆者最終確認)
- 8) 熱分析屋さんのつぶやき http://www.perkinelmer.co.jp/tabid/1971/Default.aspx (2017年9月29日, 最終確認)



津越敬寿 (Takahisa Tsucoshi) (国研)産業技術総合研究所物質計測標準研究部門 (〒305-8563 茨城県つくば市梅園1-1-1中央第3)。東京理科大学大学院理学研究科博士後期課程化学専攻修了。理学博士。≪現在の研究テーマ≫発生気体分析の高度化とその応用、技能試験運営のマネジメントシステム。≪趣味≫飲み歩き、子供に遊んでもらうこと。

## =原 稿 募 集

創案と開発欄の原稿を募集しています

内容:新しい分析方法・技術を創案したときの着想, 新しい発見のきっかけ,新装置開発上の苦心と問 題点解決の経緯などを述べたもの。但し,他誌に 未発表のものに限ります。

執筆上の注意:1) 会員の研究活動,技術の展開に参考になるよう,体験をなるべく具体的に述べる。物語風でもよい。2) 従来の分析方法や装置の問題点に触れ,記事中の創案や開発の意義,すなわち主題の背景を分かりやすく説明する。3) 図や表,当時のスケッチなどを用いて理解しやす

くすることが望ましい。4)原稿は図表を含めて 4000~8000 字(図・表は 1 枚 500 字に換算)と する。

◇採用の可否は編集委員会にご一任ください。原稿の 送付および問い合わせは下記へお願いします。

〒141-0031 東京都品川区五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号 (公社)日本分析化学会「ぶんせき」編集委員会 〔電話:03-3490-3537〕

*574* ぶんせき 2017 12