XIII.熱分析法

1 基礎

1） 概要

熱分析は、温度の関数として物質の物理的性質の変化を測定する一連の方法である。

熱分析法には、**熱重量測定法（TG）、示差熱分析法（DTA）、示差走査熱量測定法（DSC）**がある。これらの測定法を組み合わせて、相変化、化学組成変化及び純度などの測定が可能となり、**結晶多形や溶媒和結晶の判別ができる。**

2） 種類

（1）熱重量測定法（TG）

TG は、熱天秤を用いて、試料を一定の速度で加熱又は冷却させたときの質量変化を測定する。質量変化を伴う蒸発、分解、酸化、還元、吸着等の物理的・化学的変化に応用されるが、**質量変化を伴わない融解などの変化は検出することができない。**

（2）示差熱分析法（DTA）

DTA は、加熱炉を用いて試料と**基準物質（α−アルミナ）**を加熱あるいは冷却したときに生じる両者間の温度差（吸熱または発熱）を測定する方法である。なお、基準物質のα−アルミナは**通常の測定温度範囲内で熱変化をしない。**

（3）示差走査熱量測定法（DSC）

DSC は、示差熱分析法に**熱量測定**を加えたものである。試料と基準物質の温度差がゼロになるために必要な熱量を測定する。試料が吸熱した場合はヒーターを駆動したときの熱量、試料が発熱した場合は電力を加えたときの熱量を測定している。

2　熱分析法のグラフ

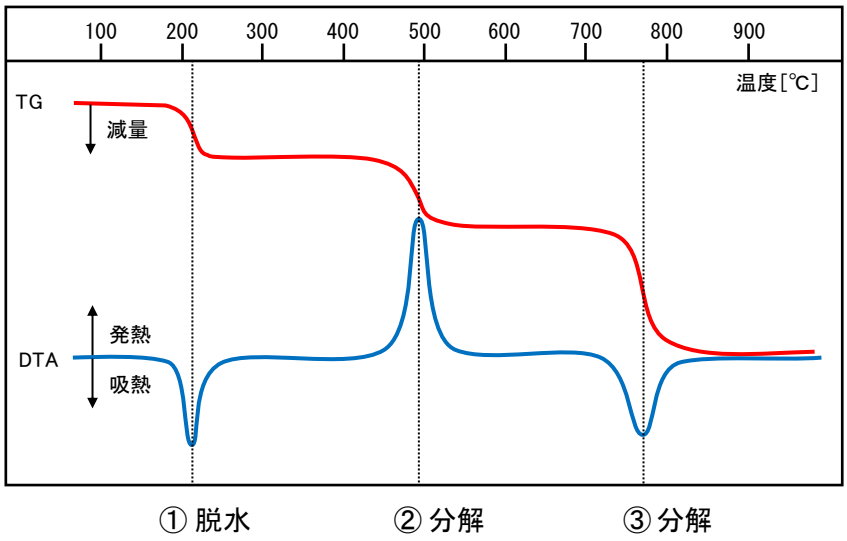
1）　TG 曲線と DTA 曲線

測定結果に正確性の高いシュウ酸カルシウム一水和物（$CaC_2O_4・H_2O$）の結果

① $CaC_2O_4・H_2O \longrightarrow CaC_2O_4+H_2O$　（脱水）

② $CaC_2O_4 \longrightarrow CaCO_3+CO$　（分解）

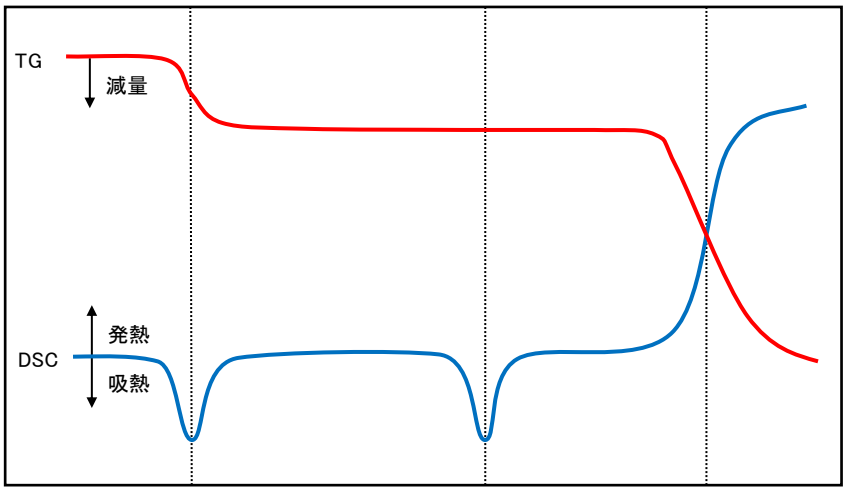
③ $CaCO_3 \longrightarrow CaO+CO_2$　（分解）



① 脱水　② 分解　③ 分解

2）　TG 曲線と DSC 曲線

測定温度内に融点を有する水和物結晶の結果



T_1（脱水）　T_2（融解）　T_3（分解）　温度[℃]