SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

示差走査熱量計 DSC-60A Plus
示差熱・熱重量同時測定装置 DTG-60A

# オートサンプラとテンプレート機能を用いた樹脂の測定と自動解析

川口 惇史

## ユーザーベネフィット

- ◆ オートサンプラを使用することで、測定、解析、レポート作成、出力までの一連の作業を自動化することが可能です。
- ◆ テンプレート機能による自動解析は、複雑な温度プログラムで測定されたデータにも対応できます。
- ◆ オートサンプラを用いることで、測定開始後でも試料の追加や緊急試料への対応などが柔軟に行えます。
- ◆ オートサンプラは装置本体の購入後に後から追加することも可能です。

## ■はじめに

示差走査熱量計DSCや示差熱・熱重量同時測定装置TG-DTAなどの熱分析装置は高分子材料や医薬品、無機物など幅広い試料の物性評価に利用されています。品質管理用途などで多くの試料を測定する場合、オートサンプラを利用することで安定した分析を実施することができ、生産性を向上させることができます。

本稿ではオートサンプラを用いた熱分析装置の測定事例として、DSC-60A Plusを利用した樹脂の測定事例をご紹介します。DSC-60A PlusおよびDTG-60Aにはオートサンプラが搭載されており、最大24個の試料の自動測定が可能です。また、テンプレート機能や出力機能を活用することで、測定、解析、レポート作成、出力までの一連の作業を自動化することが可能です。図1に示すように、これらの装置のオートサンプラは装置内部に格納されており、省スペース化にも寄与します。

図1　DSC-60A Plus (左) とDTG-60A (右) の外観
赤枠部がオートサンプラ

## ■分析試料

ポリプロピレンペレットを測定に用いました。試料を1~2 mm角にカットし、5 mg秤量してオートサンプラ用アルミニウムクリンプセルに入れ、蓋を入れて測定に用いました。同様のセルを合計3つ用意し、オートサンプラ測定に用いました。カット後のポリプロピレンとオートサンプラ用アルミニウムクリンプセルの外観を図2に、測定条件を表1に示します。

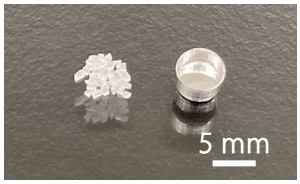



図2　カット後のポリプロピレン (左) と
オートサンプラ用アルミニウムクリンプセル (右) の外観

表1　測定条件

| | | |
|---|---|---|
| 装置 | : | DSC-60A Plus |
| セル | : | オートサンプラ用アルミニウムクリンプセル |
| 昇降温速度 | : | 20 ℃/min |
| 温度条件 | : | 室温 → 200 ℃ → 25 ℃ → 200 ℃ |
| 雰囲気 | : | 窒素 50 ml/min |

## ■オートサンプラを用いたポリプロピレン3点の測定

オートサンプラを用いた測定を実施する場合、LabSolutions™ TAソフトウェア上で専用のテーブルに測定条件を入力する必要があります。温度プログラムやファイル情報などの一般的な項目に加えて、「セット/除去温度」や「測定終了後の処理」、「出力」、などを設定することができます。

「セット/除去温度」では図3に示すように、「試料セット温度条件」と「試料除去温度条件」を入力します。例として、「試料セット温度条件」が25℃ ±10℃ 1分の場合、次の試料の測定を開始する際に、装置温度が15~35℃の範囲に入り、1分経過したら次に測定するセルをトレイからセンサにセットするという条件になります。「試料除去温度条件」はセンサからセルを除去する際の同様の条件です。目的の変化が高温で生じる場合、室温付近のデータは不要な場合があります。これらの項目を活用することで、装置が室温に戻るのを待たなくても次の測定を始めることができ、測定間の待ち時間を短縮して生産性を向上させることができます。

図3　「セット/除去温度」設定画面

「測定終了後の処理」では図4に示すように、「信号のシフト」や「軸の単位」、「テンプレート」の設定を行います。「信号のシフト」では「開始点を0に合わせる」を選択することで、測定後のデータにオフセットがかかり、開始点が0になります。これによりすべての測定のデータの開始点を揃えることができます。「軸の単位」ではデータのX軸とY軸の単位を設定することができます。「テンプレート」はデータの自動補正、自動解析に関する項目です。すでに同様の試料を測定して補正や解析を実施したデータを「テンプレート」で参照し、「補正内容を反映させる」や「解析内容を反映させる」にチェックマークを入れておくことで、測定が終了したデータに対して、参照されているデータ内で実施されている補正や解析がすべて自動で実施されます。

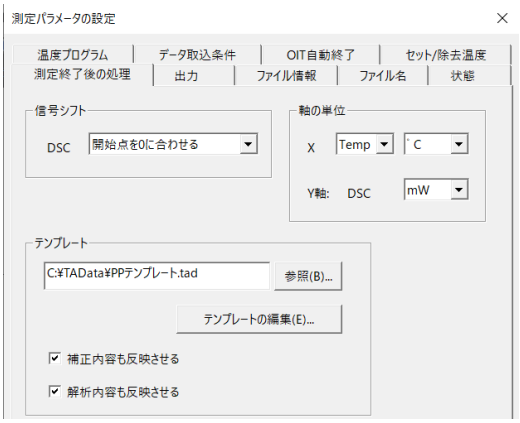



図４　「測定終了後の処理」設定画面

「出力」では図5に示すように、「印刷」や「アスキーファイルに保存」にチェックマークを入れることで、測定終了後のデータの印刷やテキストデータ等への変換を自動で行うことができます。テンプレート機能と組み合わせることで、測定から解析、レポート作成、出力までの一連の作業を全て自動で行うことが可能です。

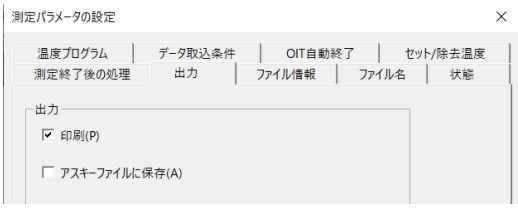



図５　「出力」設定画面

図6に本測定のテンプレートに用いた解析済みのポリプロピレンのデータを示します。本測定と同じ試料を表1と同様のプログラムで測定し、横軸を温度表示にしています。本来、本測定のように昇降温を繰り返す測定の場合、得られたDSC曲線は横軸を温度表示にすると昇降温の3本の曲線が繋がったままでループしてしまいます。しかし、LabSolutions TAではループしたDSC曲線の低温側の端と高温側の端をカットし、昇温2回と降温1回の3本のDSC曲線に分けて表示してそれぞれ解析することができます。

また、昇温1回目のデータでは融解ピークの頂点温度、降温1回目のデータでは結晶化ピークの頂点温度、昇温2回目のデータでは融解ピークの頂点温度と融解熱量を120℃～180℃の範囲で求めています。

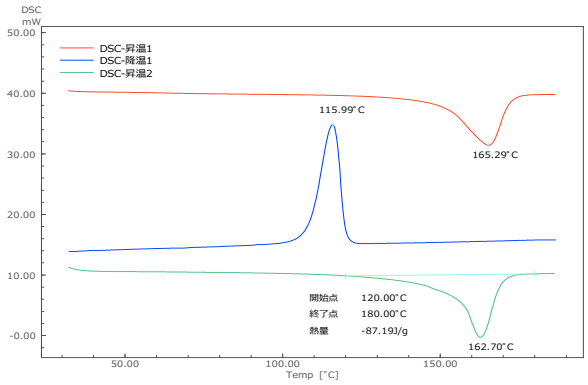



図６　テンプレートに用いた解析済みの
ポリプロピレンのDSC曲線

図7~9にオートサンプラの3回の測定結果を示します。

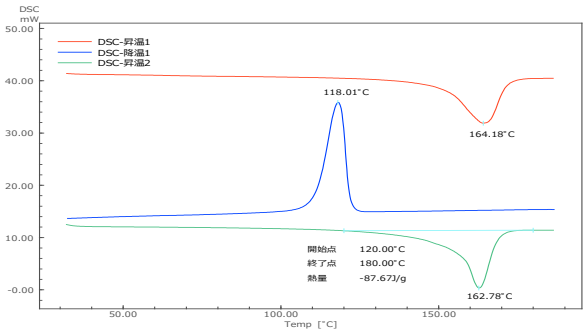



図７　1回目の測定結果
※各曲線の上下の位置のみ手動で調整しています

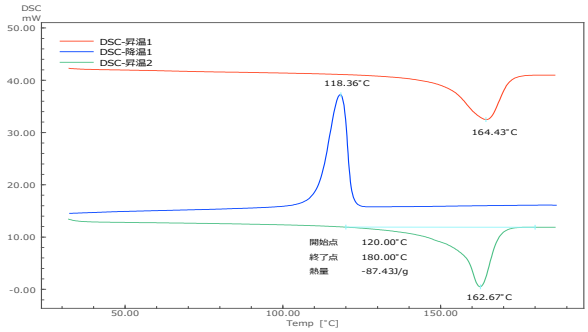



図８　2回目の測定結果
※各曲線の上下の位置のみ手動で調整しています

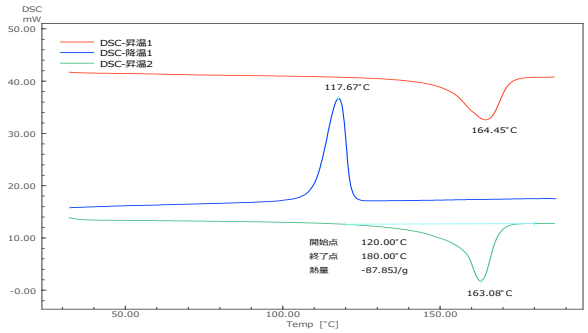



図９　3回目の測定結果
※各曲線の上下の位置のみ手動で調整しています

図7~9より、テンプレート機能を用いたことで、得られたDSC曲線は図6と同様に3本に分けられてそれぞれ解析が実施され、各曲線の色の変更や凡例の表示等が自動で実施されて体裁が揃えられていることがわかります。また、各ピーク頂点温度や融解熱量を確認すると、3回の測定が再現性良くできていることがわかります。このように、オートサンプラによる測定とテンプレート機能を用いることで、DSC測定を再現性良く行い、データ解析までの一連の流れを効率的に実施することができます。

## ■まとめ

DSC-60A Plusのオートサンプラを用いてポリプロピレン3点の測定を行いました。LabSolutions TAのテンプレート機能を用いることで、昇降温を実施したデータを3本の曲線に分け、自動で解析することができました。本機能や出力機能等その他の機能を用いることで、DSCやTG-DTA測定の生産性を向上させることができます。

LabSolutionsは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

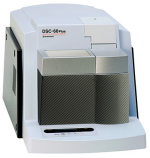
株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/　01-00990-JP　初版発行：2025年 7月

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2025

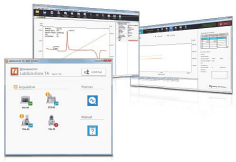
アンケート

## 関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



DSC-60 Plusシリーズ
示差走査熱量計

DTG-60/60Hシリーズ
TG/DTA同時測定装置



LabSolutions™ TA
熱分析装置用ワークステーション

## 関連分野

- 石油・化学工業
- プラスチック - 石油・化学工業
- ゴム - 石油・化学工業

- 価格お問い合わせ
- 製品お問い合わせ
- 技術お問い合わせ
- その他お問い合わせ