

Technical Note テクニカルノート pDSC-05 12-12-27

Title: 落下式熱量計方式による比熱測定 その2

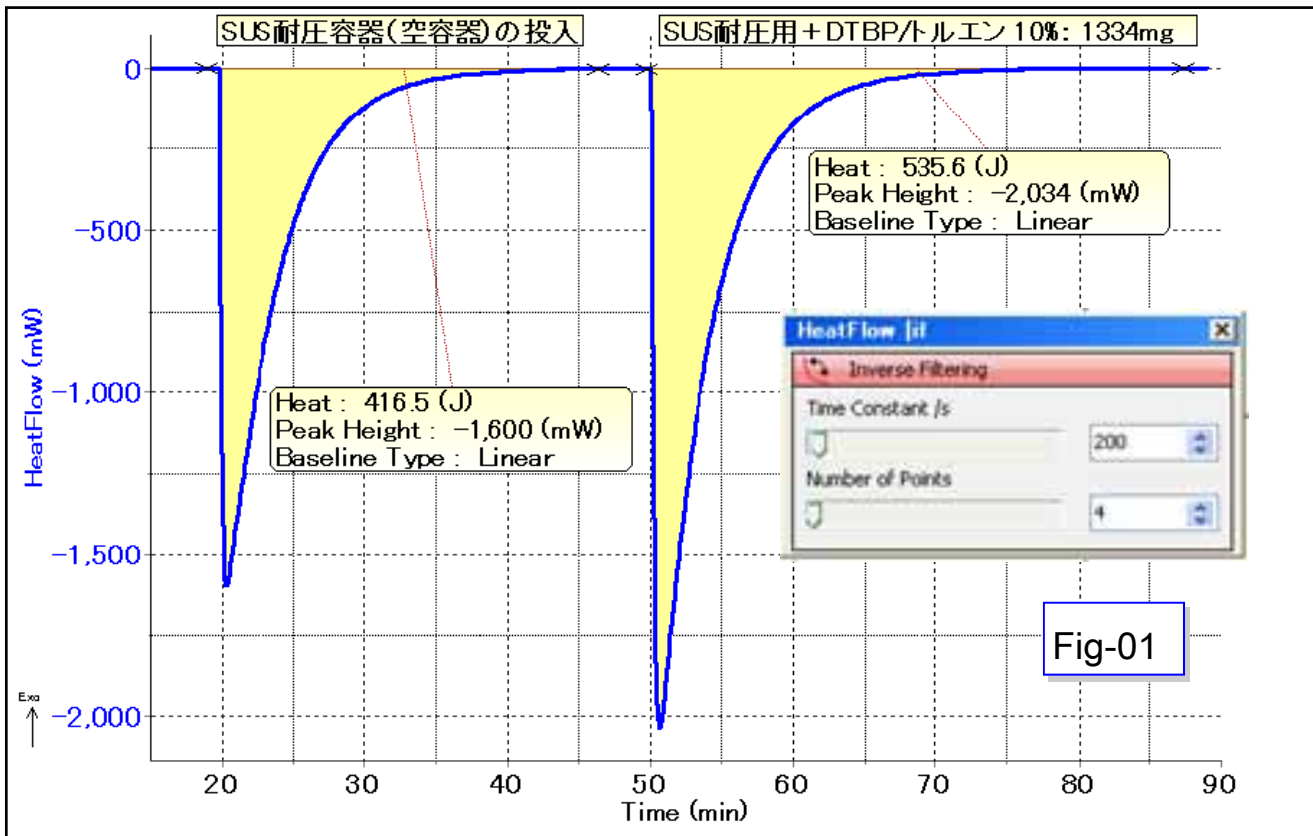


Fig-01

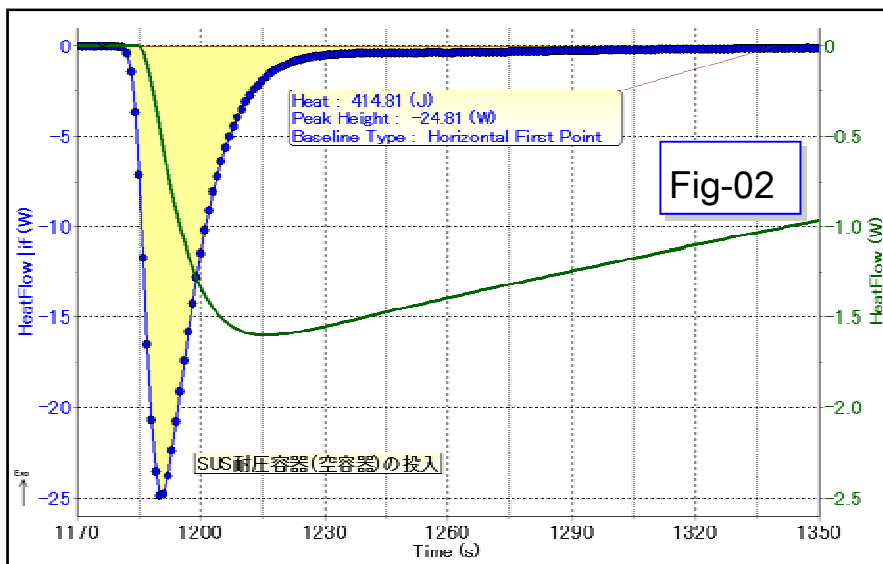


Fig-02

Fig-01の左の測定データは SUS耐圧容器(空容器)のみを投入します。ピークが収斂したら空容器を抜き取ります。

Fig-01の右の測定データは DTBP/トルエン10wt% 1334mgが充填されたSUS耐圧試験容器を投入します。ピーク積分値 から積分値 を差し引けば、測定試料のみの比熱容量に起因するピークとなります。

空容器と測定試料を充填した容器を同時に投入する示差方式では が同時に検出され - の熱流成分だけが検出されます。

この測定では測定原理を説明するために示差方式ではなく、測定試料側に空容器と測定試料容器をそれぞれ投入しています。

SUS耐圧容器では時定数は  $\tau = 200\text{sec}$  になっています。  
Fig-02は  $\tau = 200\text{sec}$  でオリジナル曲線(緑色曲線)を時定数補正し、得られた曲線が青色曲線です。ピーク高さが  $24.81/1.6 = 15.5$  倍になり、ピークが収斂するまでの時間も20minから1.5minになっています。

落下式比熱測定では時定数補正をする必要はありません。ただし落下式比熱測定データからp-DSCで測定したときの時定数を得ることができます。これはSuperCRCのテクニカルノートでスパイク法と呼称していた測定方法です。

Technical Note テクニカルノート pDSC-05

12-12-27

Title: 落下式熱量計方式による比熱測定 その2

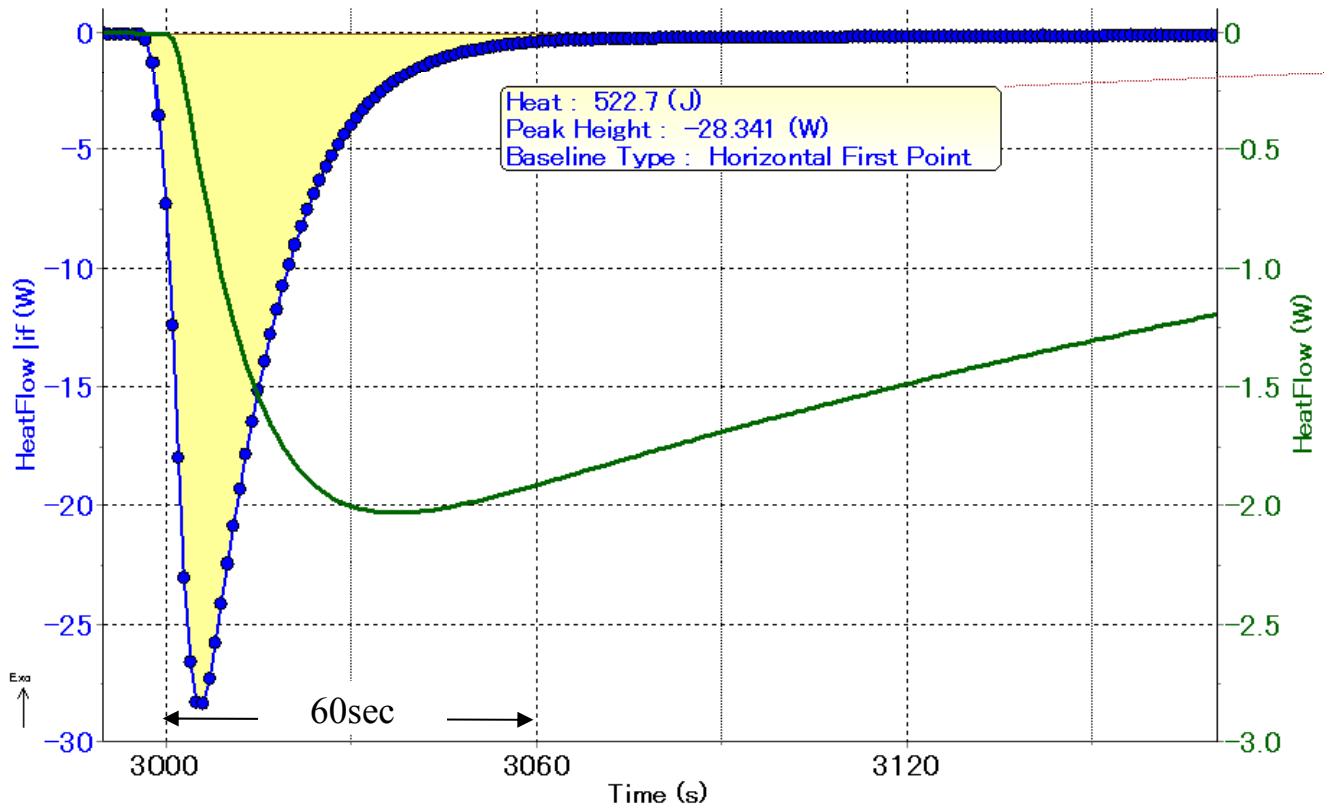


Fig-03はDTBP/Toluene 10wt% 1334mgを充填したSUS耐圧容器と投入したときの時定数補正データです。  
 空容器のピーク積分値  $H(\text{empty}) = 416.5\text{J}$   
 測定試料容器のピーク積分値  $H(\text{sample}) = 535.6\text{J}$   
 測定試料のみの積分値  $H(\text{pure}) = H(\text{sample}) - H(\text{empty}) = 119.1\text{J}$   
 DTBP/Toluene 10wt%の比熱 $C_p$ は  
 $C_p = H(\text{pure}) / (\text{温度差}\Delta T \cdot \text{試料重量}W_g) = 119.1 / (50.7 \times 1.334) = 1.76 \text{ J/g K}$  となり文献値(推定値)の1.750J/g Kに近い値です。

SUS耐圧容器とバイアル瓶のどちらが $C_p$ 測定に適しているか？

結論はどちらを使ってもOKです。  
 SUS耐圧容器は200℃まで密閉できるので  
 高い蒸気圧の測定試料にも対応可能です。

ガラスバイアルは容量4~5mLと大きく  
 測定精度が高くなります。  
 使い捨て使用が可能です。  
 80~90℃以下の温度で使用可能です。



ガラスバイアルのみ(空容器)の時定数 $\tau$ は165sec  
 測定試料に水を3.7g充填したときの時定数 $\tau$ は300sec  
 水を4.2g充填したときの時定数 $\tau$ は360sec  
 トルエンを3.489g充填したときは $\tau = 205\text{sec}$ ,