

Technical Note テクニカルノート pDSC-09

12-12-29

Title: DSC/圧力同時測定システムの配管経路

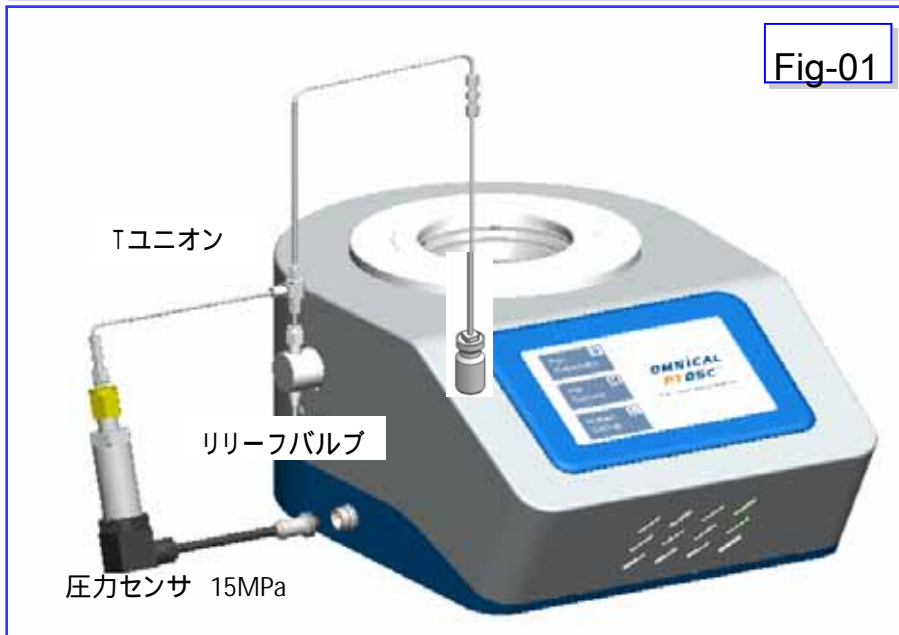


Fig-01

pDSCは密封容器によるSC-DSCと圧力同時測定が可能です。耐圧容器内部の高圧ガス圧力を直接圧力センサに配管して得られます。この場合忘れてならないことは、圧力センサは室温環境にあるということです。

測定試料が熱分解して圧力上昇するだけでなく、試料に含まれる反応溶媒の蒸気圧が上昇します。一方配管経路は室温環境にあるので、溶媒ガスが冷却され凝縮して液化します。配管経路の空間に測定試料が還流する現象が起きます。例えば水の水蒸気圧を測定する場合、配管経路内容積が大きければ、そこに測定試料の水が還流して耐圧容器内部には測定試料が消滅して圧力値は上昇しません。

正確な圧力を測定するために重要なことは

配管経路内容積を最小化。

配管経路にシリコンオイルを充填し内容積を最小限化。次ページFig-04に配管経路の内容積を示します。

耐圧容器の圧力が仕様以上に上昇して耐圧容器が破裂するようなトラブルを避けるため、pDSCには電磁リリースバルブが付属しています。

pDSCの操作プログラム上でリリース動作圧力値を設定することにより、圧力上昇を防止することができます。このリリースバルブ（ASCO小型2方向電磁弁1/8インチ）はINとOUT側の圧力差が最大5MPaまで設定することができます。



Fig-02

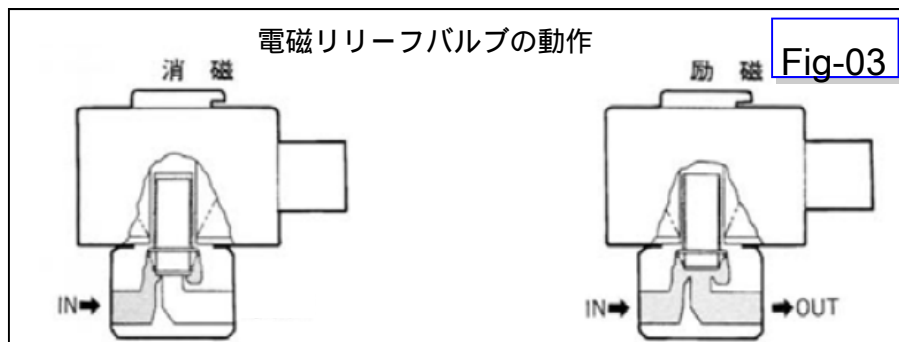


Fig-03

圧力センサ 1/8インチオスに変換 1/8・1/16デューサ

1/16チューブ

配管系統が1/16インチになるようにしています。

Technical Note テクニカルノート pDSC-09

12-12-29

Title: DSC/圧力同時測定システムの配管経路

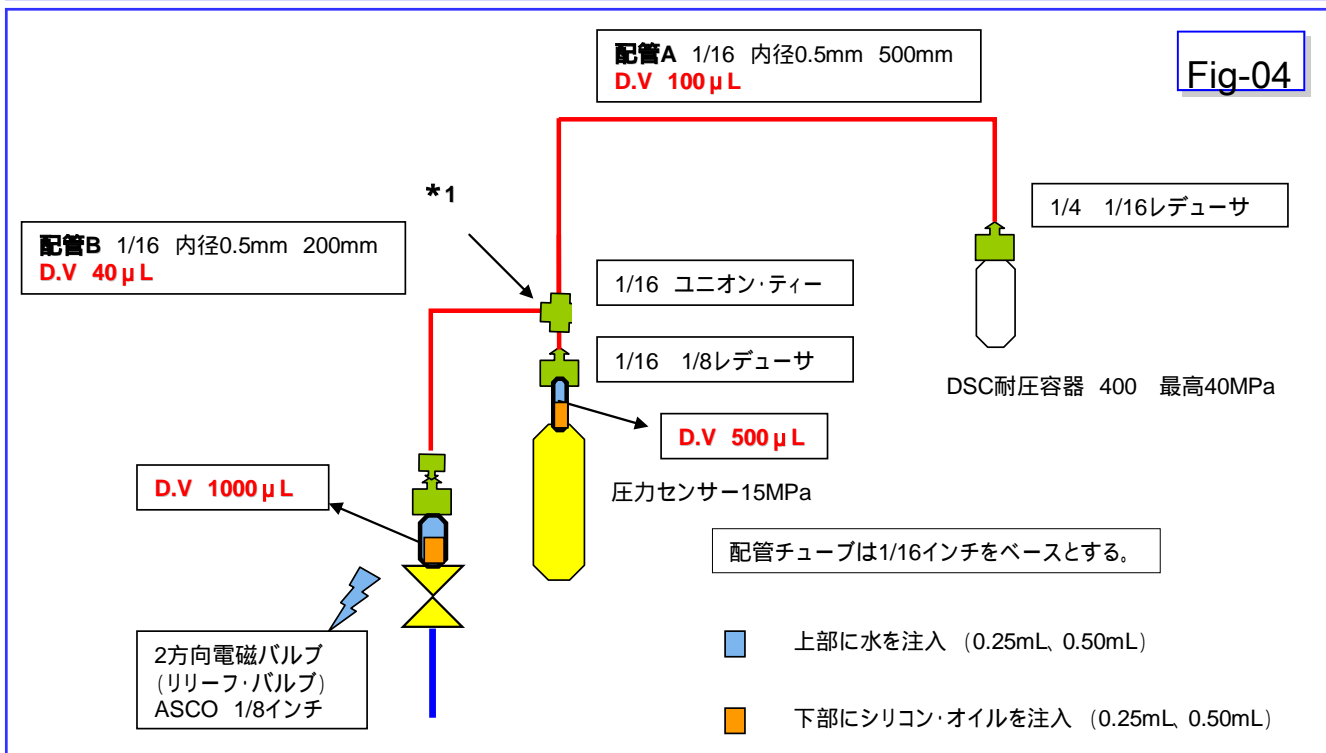


Fig-05は標準耐圧容器と高耐圧容器です。高耐圧容器はpDSC 熱流検出器との熱接触を標準容器と同一にするために真鍮製スリーブを取付けています。

Fig-4のイラストは配管経路のシリコンオイルを充填箇所を示しています。内容積が大きい順で言えば

電磁リリーフバルブ 1000µL
圧力センサー 500µL

1/16インチチューブは500mmLで100µL程度です。1/16インチ内径0.8mmを使用すれば500mmLの内容積は250µL程度です。圧力測定精度は耐圧容器サイズが大きければ大きいほど(経路容積)/(耐圧容器容積)の比が小さくなり配管経路の還流による影響が小さくなります。配管経路容積を最小化することにより1.2mL・高耐圧容器でも圧力同時測定が可能です。

なおFig-04ではシリコンオイルに加えて水を充填しています。理由は分解ガスがシリコンオイルに溶けることを防止するためです。

40MPa/400 高耐圧容器はもともとこの仕様範囲ではガス漏れを起こさないSC-DSC用密閉耐圧容器として開発されました。また圧力センサーの配管経路の容積を最小限にすれば圧力同時測定が可能であることも確認されました。