

Technical Note テクニカルノート

No. TN-02R '08-07-01

Title: 入力補償式は大きな吸・発熱反応にシャープな応答が可能です。

熱分析装置のDSCは熱流束型(Heat Flux)と入力補償式(Power Compensation)の方式がよく知られています。小型反応熱量計SuperCRCに熱分析装置のDSCと似た伝導型ヒートフロー方式に加え、入力補償式が登場しました。ヒートフロー方式は標準型SuperCRCと呼称し、入力補償方式を高速型SuperCRCEと呼称します。

高速型の入力補償方式は、検出器内部に補償ヒータがあり、測定サンプル側と基準サンプル側の間に温度差($T_r - T_j$)があると、サンプル側温度が基準温度と同じ温度になるように補償ヒータで加熱・冷却の制御をします。この補償ヒータに流れる電力(mW)をヒートフロー信号として記録します。

標準型のヒートフロー式は測定サンプルとヒートシンクの間にあるサーモパイル(熱流検出器)の微小な温度差を検出し、この熱流を電力(mW)に換算して記録します。いずれの方式でも正確な吸・発熱による熱量を測定することができます。それではこれら2つのSuperCRCはどこが違うのでしょうか

その違いを一口で表現すれば、熱流信号の応答速度(時定数)の違いです。

ヒートフロー式であれ、入力補償式であれ、いずれの検出器も時定数を持っています。より複雑な構造の入力補償式検出器の熱容量が大きいのですが、補償ヒータによるアクティグ制御により見かけの熱容量が小さくなる結果、時定数が小さくなります。時定数が小さければ、吸・発熱反応による熱流信号の応答が良くなり、より高速反応に対してトラッキングできるようになります。

さらにSuperCRCにはDynamic Correction機能はInverse Filterと呼ばれる時定数補正機能があります。

入力補償方式の高速型SuperCRCであれ、オリジナルの熱流信号は時定数による熱の遅れがあります。オリジナル信号を時定数補正することにより、熱流信号の応答を改善することができます。測定サンプルが0グラム、ガラス・バイアルのみの場合、ダイナミック補正をすると、それぞれの時定数は
標準型SuperCRC 2.4min
高速型SuperCRCE 1.3min になります。

高速型SuperCRCはより早い反応プロセスをトラッキングする基礎研究に向くシステムです。一般的には使用目的では標準型SuperCRCが適しています。

入力補償方式を採用したSuperCRCEが登場しました。入力補償式の特長である“高速応答”により、高速な反応プロセスをより忠実にトラッキングすることができます。

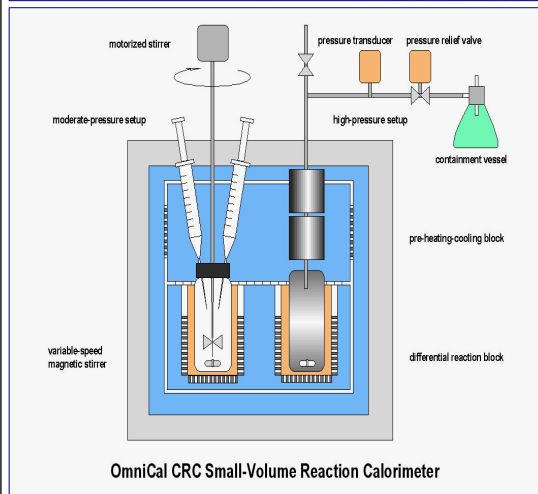
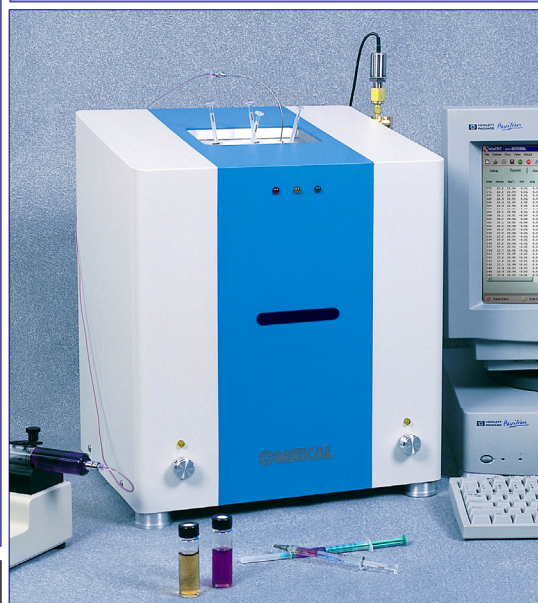


Fig-2: 従来のSuperCRCの検出部の断面図です。SuperCRCEには熱流検出用のサーモパイル(ペルチェ素子)と入力補償ヒータとして機能するペルチェ素子の2つが装備されています。時定数補正用ヒータはサーモパイルの上に位置しています。(Fig-2には記載されていません。)