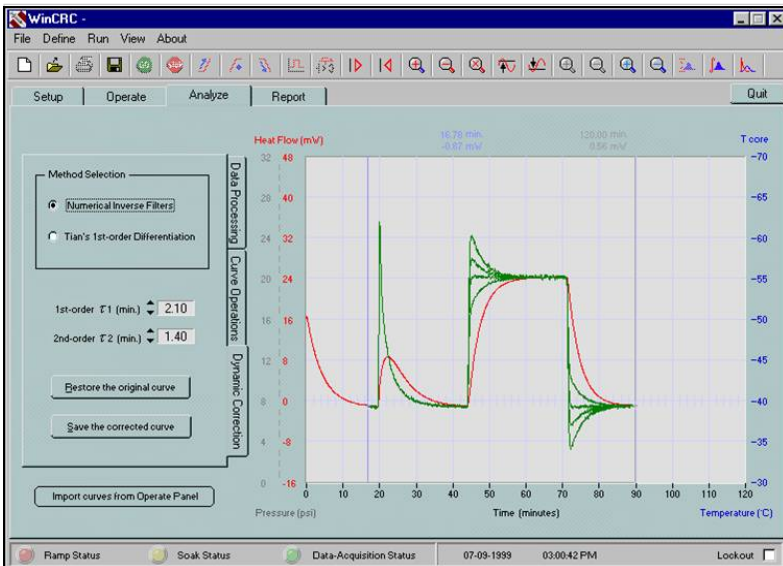


Title: 熱流信号の時定数補正 (τ 補正) について



赤ラインがオリジナル信号、緑ラインが τ 補正後の信号です。

時

定数補正を行うには2つの前提条件;①②があります。

①校正ヒータからの熱がリアクター内部のサンプルに良く伝達されるようにするため、マグネチックスターラによる攪拌が必須条件です。

その理由は時定数の校正用ヒータがリアクターの内部ではなく、リアクターの円筒面の中央部～上端部の外壁に位置しています。このためサンプルから一定熱量が発生しているkと等価な状況にするため、校正ヒータから発生する熱をすばやく、サンプルに伝達することが時定数の校正に不可欠な条件となっています。

②サンプルが液体(あるいは液体+固体)であること。

①の条件を満たすにはサンプルが液体であることが必須条件です。もともと小型反応熱量計として開発設計されているので、通常の実験のサンプルは液体+液体または固体の粉末となります。一般に無機、有機物質の粉末の熱伝導率は小さいので、粉末のみの反応を測定する場合、リアクター内部で温度分布が生じやすく、また攪拌することも不可能です。言い換えると校正ヒータの熱がサンプルに速やかには伝達されないこととなります。

OmniCalの反応熱量計は液状サンプルに対する攪拌機能とリアクタが小型であるために、リアクター内部の温度分布が極めて小さいことが特長です。

粉末サンプルのみでの測定の場合、“SuperCRCの時定数補正機能”は正確には機能しないことに留意してください。

SuperCRCには“Inverse Filter機能”があり、熱流信号の時定数を小さくすることが可能です。

この熱流信号の時定数はガラスバイアル容器の熱容量とサンプルの熱容量により変化します。

SuperCRCは実際に測定している実験条件下で、時定数補正用の校正ヒータにより、一定電力をリアクターに供給することができ、この曲線から時定数補正値を決定することができます。

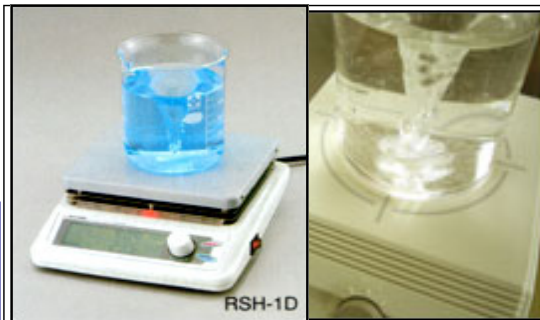


Fig-1; OmniCalの小型反応熱量計はマグネチックスターラを装備しています。合成プロセス中はリアクタ内部の液面は上の写真のように渦によって液面が上昇します。

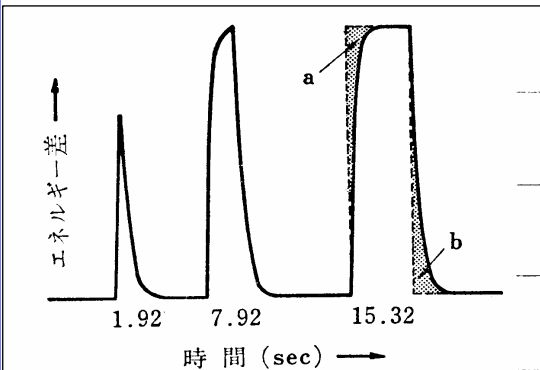


Fig-2; DSCではサンプル容器に一定出力の熱を与えても検出される熱信号は応答の遅れがあります。CRCでも同様に熱的な応答の遅れがあります。この時定数をできるだけゼロに近づけ、元の波形に戻す補正を τ 補正といいます。

このテクニカルノートについての質問はメールで下記までお問い合わせください。

株式会社パルメトリクス テクニカル・ラボ kaneko@palmetrics.co.jp