

Technical Note テクニカルノート No.TN-11 '06-01-24

Title:マルチリアクタInsight-CPRの仮想DSC方式について

熱分析のDSC(示差走査熱量計)をご存知の方は、なぜReactMaxやInsightが物理対称な基準サンプルのある双子型でなく、1つのリアクターで熱量が測定できるかと疑問に思われるかもしれません。

熱分析のDSC(示差走査熱量計)やTian-Calvet伝導熱量計はいわゆる双子型で物理的に対称な基準サンプルと測定サンプルがあり、両者の熱流の差を検出することで熱量を測定しています。

伝導熱量計は①ヒートシンクと③の試料容器の間に置かれた②熱電堆(サーモパイル)またはペルチェ素子を通して熱流を測定します。

OmniCalの小型反応熱量計では熱流は微小な温度差でも大きな起電力が検出できるペルチェ素子のSeebeck(ゼーベック効果)による起電力を利用しています。

③の試料容器での発生熱のすべてをペルチェ素子を経由して熱溜(ヒートシンク)に熱を伝導させることができれば、ペルチェ素子を通して熱流が試料容器内部での単位時間に発生する発生熱(W)といえます。

$$W = S \times C \times \Delta T \quad \Delta T: \text{①と②間の温度差, } S: \text{断面積, } C: \text{熱伝達係数}$$

(注:上記の式は他の補正項を無視し、単純化しています。)

装置の調整検査プロセスで、試料容器の位置に電気ヒータにより一定の電力Wを一定時間流してエネルギーを加えるジュール熱校正により、熱流を示す起電力 ΔT をW(ワット)に置き換えています。

OmniCalはペルチェ素子をリアクターの底面だけではなく、側面にも配置し、全周囲から熱流を計測する技術を小型反応熱量計に織り込みました。熱分析と違って、反応熱量計では反応プロセスを測定する場合、等温測定となるので、熱溜温度も一定温度に保持されるため、①②③のシンプルな構成でも比較的短時間の反応熱量を正確に求めることが可能です。

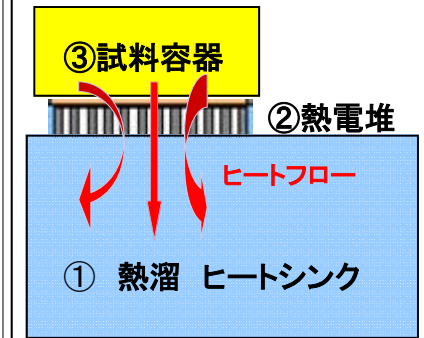


Fig-01

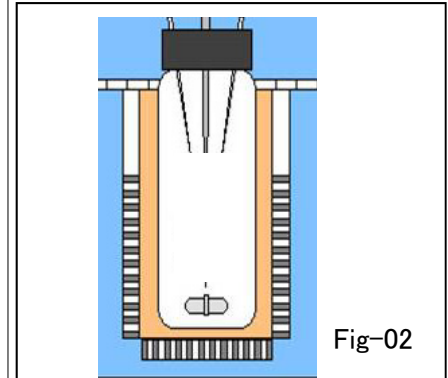


Fig-02

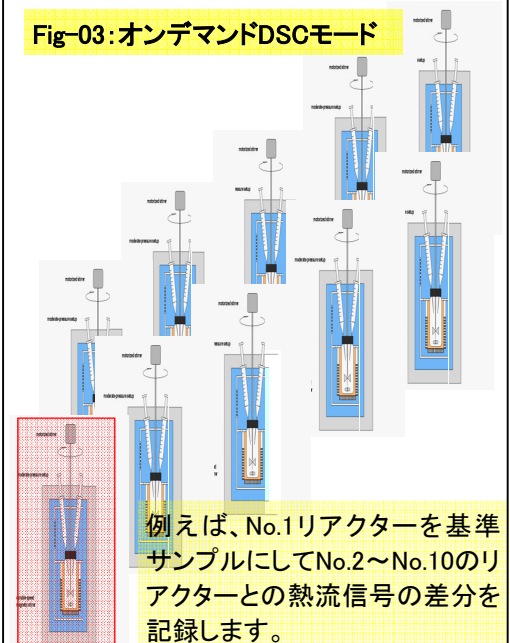
試料容器が長い円筒形の場合、側面にも熱電堆が必要です。

一方、長時間にわたる小さな発生熱量を正確に測定するには、双子型伝導式熱量計のデザインのように、基準試料と測定試料の熱流の差を測定し、熱溜のわずかな温度の揺らぎによるドリフトの影響や、その他の熱流がドリフトを起こす要因をキャンセルさせる示差方式が有利です。OmniCalの小型反応熱量計;SuperCRCは熱分析示差走査熱量計のように物理対称に基準サンプルを持つ示差方式を採用しています。

ReactMax やInsightでは物理示差方式を採用する代わりに、仮想示差方式を採用しています。“仮想”という意味は、Insightの場合、プログラム操作上で、10個のリアクターの任意のリアクターを基準サンプルに設定します。この場合、測定データは基準サンプルの熱流信号が差し引かれた熱流信号が得られます。

このような機能をオンデマンドDSCモードと呼称しています

Fig-03: オンデマンドDSCモード



例えば、No.1リアクターを基準サンプルにしてNo.2~No.10のリアクターとの熱流信号の差を記録します。

一口メモ:

ペルチェ素子には電子冷却用素子と熱流検出用素子の2種類があります。OmniCalは熱流検出器に高価な熱流検出器用を使用しています。

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 さやま研究室 info@palmetrics.co.jp.