

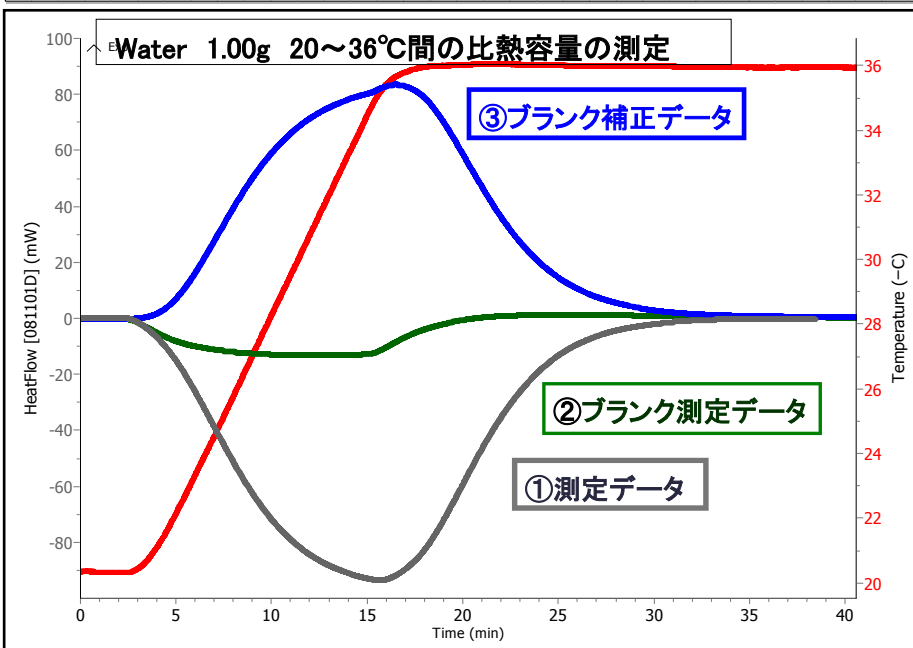
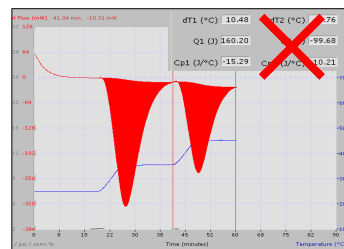
Technical Note テクニカルノート No.TN-59 '09-03-31

Title: SuperCRC+AKTS/Calistoによる比熱容量決定

SuperCRCのバイ・ステップ法によって得られた測定データから比熱容量を求める場合、ブランク・データの補正が必要です。

WinCRC-TurboのCp決定解析プログラムにはこの機能がありません。*1

新しく登場したAKTS/Calistoにはブランク・データ補正機能があり、この機能を使うことにより、1mLの少量サンプルでも比熱容量が正確に求めることができますようになりました。



バイステップ法によるCp測定例

測定条件

装置: SuperCRCE

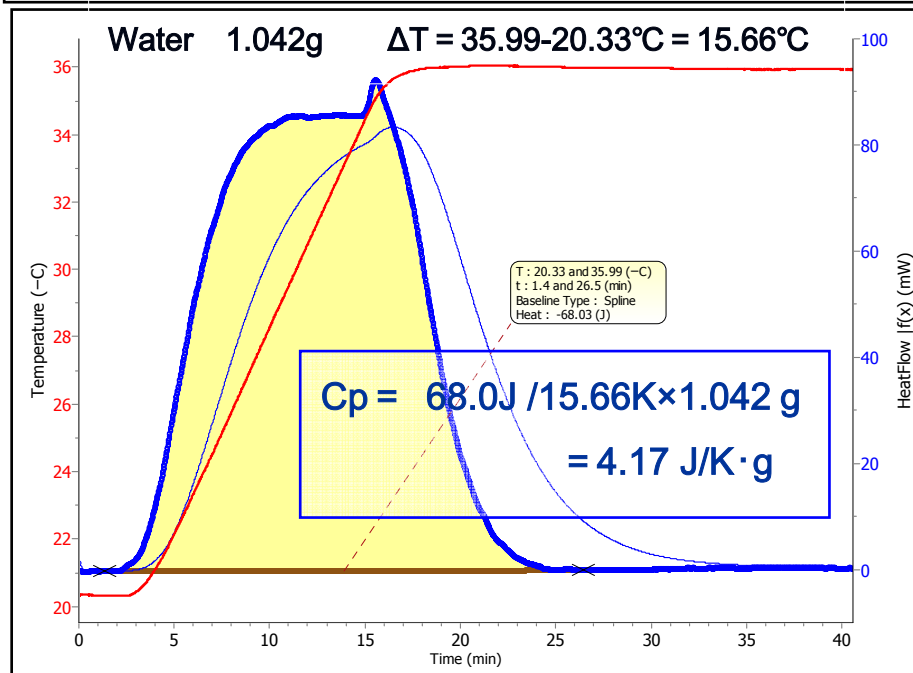
測定サンプル: 水 1.042g

温度ステップ幅: 約15.66°C

20.3°Cから0.8K/minで36.0°Cまで昇温し、そこで等温保持する。

- ①: サンプル測定データ
- ②: ブランク測定データ (空バイアル: 空バイアル)
- ③: ②-①

AKTS/Calistoによる **subtract** 機能によるブランク補正



AKTS/Calisto によるCp計算

* ③のブランク補正済みデータを時定数補正します。(実際にはCp計算における時定数補正は不要です。)

* 20.33°Cの起点と35.99°Cの終点の間のピークを積分します。

* 得られたΔH=68.0Jを試料重量gと温度差Kの積で除算しCpはJ/K·g単位の値になります。

AKTS/Calistoでは起点、終点の温度が0.01°Cまでの読取値となります。この測定法では温度読取精度が一番大きな誤差要因になるので0.01°Cまでの読取が重要です。

*1 WinCRC-Turbo Version1. 3のCp測定解析プログラム機能は現在、削除されています。このためテクニカル・ノート No.TN-12 は廃版とします。

Technical Note テクニカルノート No.TN-59 '09-03-31

Title: WinCRC-turboのCp測定プログラム

比熱容量の決定

比熱容量(Cp)決定の伝統的な方法は“post-run”あるいは“by-step”と呼ばれる手法です。この測定方法は熱分析装置DSC;示差走査熱量計やSuperCRC(双子形伝導熱量計)などのように基準サンプルと測定サンプルを持つシステムで採用することができます。

Cp測定のための加熱プログラム“T0温度保持—昇温(約10℃)—T1温度保持”を基準サンプル側は空のままとして、測定サンプル側のみ試料をセットして測定します。次のブランク測定では、どちらにもサンプルをセットせず空容器(ガラスバイアル)のまま、同じ加熱プログラムで測定します。

T0からT1におけるCp値の平均値を求めるには、
 サンプル測定で得られたピーク; $\Delta Q1$ と
 ブランク測定で得られたピーク; $\Delta QB1$ の差を求めます。

温度T0からT1間の平均の比熱容量Cpは

$$Cp = (\Delta Q1 - \Delta QB1) / W \cdot \Delta T1 \quad \text{で求めることができます。}$$

このように比熱容量を求めるには測定データ(signal1)とブランク測定データ(signal2)からsignal1-signal2のsubtract(差し引き機能)によるブランク補正が必須です。

熱分析データ処理ソフトウェア(AKTS/Galisto)を使うことにより、ブランク測定データの補正が可能です。

またCp測定にはブランクデータ補正が不要なドロップ法があります。ドロップ法の利点は高精度で測定時間が短くて済みます。ただし専用の治具が必要です。詳細はテクニカルノートNo.TN-19を参照してください。



比熱容量測定の実誤差

- ①温度スキャンから得られるピーク積分値
 - ②サンプル重量
 - ③T0からT1の昇温幅(℃)
- となるので

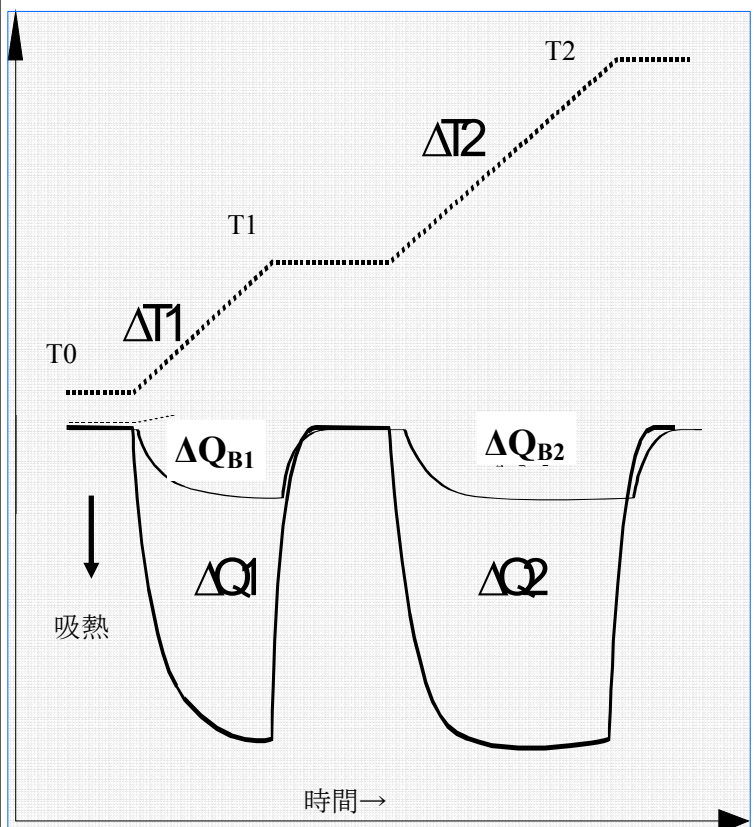
実験条件としてサンプル量を10.0g程度、昇温幅 ΔT を10℃とし、温度幅 ΔT の読み取り精度を $\pm 0.01^\circ\text{C}$ 、試料重量を $\pm 0.01\text{g}$ まで読み取るようにすれば、30-40℃付近ならCp値は約2%程度の精度が期待できます。

SuperCRCの場合、測定時間は

- ①T0のヒートフロー信号の安定時間: 30分間
 - ②T0からT1までの昇温時間: 15分間
 - ③T1のヒートフロー信号の安定時間30分間
- 測定時間は合計で約1.5時間ぐらいです。

加筆

別途、空バイアルによるブランク測定を行って ΔQB を求めておき、サンプル測定結果に対して ΔQB 値を補正する必要があります。



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