

Title : pDSC, pDSC II 用 耐圧容器

Fig-01



Fig-02



上蓋のテーパ面にシール材としてPTFEシールテープを巻付けます。

Fig-03



上蓋となる部品として耐密結合用のテーパプラグを採用しています。Fig_01の事例と同様ネジ山部分をシール材としてPTFEシールテープを巻付けます。

Fig-04



Fig_01、Fig_02は mL-サイズDSC pDSC II (OmniCal社Houston USA)に使用する同社製の耐圧容器 (内容積1.5ml)です。pDSC IIの特長はDSC信号と圧力信号が同時測定できることです。圧力測定をしない場合は耐圧容器の蓋はプラグで密封し、密封セルDSCとして測定します。mgスケールの密封セルDSCでは、測定サンプル量は数mgですが、pDSC IIでは測定サンプル量が数100mgとなるため、分解ガス発生による圧力上昇に対して耐圧性能が要求されます。旧pDSCの標準耐圧容器の耐圧は5MPaでしたがpDSC IIの標準耐圧容器は1最大15MPaになりました。サイズは外口径12.0mm、内口径9.0mm (肉厚1.5mm) セル高さ30.0mm 底の肉厚1.2mm 容積は公称1.5mLです。

圧力シールとしてPTFEシールテープを使用しているため、PTFEの耐熱性能260℃まで使用可能です。300℃ぐらいまで昇温しても短時間であればシール効果がありますが、冷却時にPTFEが融点以下になるとPTFE体積が収縮し、圧力漏れを起こします。

当社でも数年前にこれを似た耐圧容器を試作しています。内容積1.5ml、外口径11.7mm、内口径8.4mm、セル高さ38.5mm、内容積が1.5mL、シールにPTFEシールテープを利用して耐圧性能28MPaの耐圧容器を試作しました。耐圧性能は測定サンプルを200μL封入し、280℃のオープンで2時間保持して、冷却後の耐圧容器の重量変化がないことを確認しています。

測定サンプルが固体(粉体)、液体の場合は、試料容量をどうするかが重点項目ですが、リチウムイオン電池関連の測定サンプルの場合、容器の内口径と高さが重要です。pDSC II用の耐圧容器としては内口径9.0mm、外口径12.0mm、重量18~19gを基準とした試作設計が可能です。ただしこの場合はPTFEシール材を使うことから最高温度は260~280℃となります。

一方、280℃以上、400℃ぐらいまでの高耐圧密封容器とするにはメタルシールが不可欠です。

一般的な配管材料のダブル・フェラルやプラグを使用する耐圧容器はすでに当社でSUS316製の最高温度400℃、40MPa仕様で3種類のサイズが用意されています。

Title : pDSC, pDSC II 用 耐圧容器

Fig-05



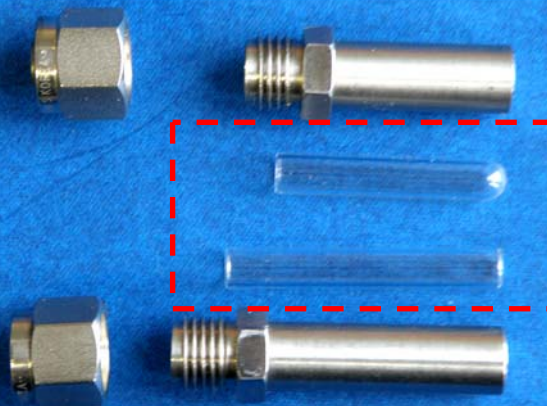
Fig-06



Fig-07



Fig-08



Fig_05は左から内容積 1.2、1.0、0.8mLで400℃・40MPa 上蓋は配管接続のプラグやナット、ダブルフェラルを使用します。上蓋は汎用パーツが使用できるので、圧力測定をする場合、上蓋部分の保守交換が容易になることがメリットです。デメリットは使用する配管材料の選択枝が限られ、その結果、耐圧容器の重量が大きくなります。なおpDSC IIに使用できるのは1.0mLサイズのみです。旧pDSCはすべてのサイズが使用できます。

配管材料の供給メーカはSwagelokが有名ですが、当社のこの高耐圧容器に関する限り。Fig_06の赤破線枠のフェラルのテーパー当り面の角度はBMT社のSuperLokのフロントフェラル1/4インチの形状に合わせて製作されています。

Swagelokの1/4インチサイズと若干、異なるためか、高い圧力でわずかですが圧力漏れを起こすことがあります。

そのため、この耐圧容器と密着する接合部だけはSuperLok製をお使いください。

1/4インチプラグと1/4インチナット用ダブルフェラルは当社からの供給が可能です。

それ以外のフィッティング(異径ジョイントや1/8インチ,1/16インチ用配管材料)はSwagelokやどのメーカでもお使いになれます。

なおSuperLok(BMT社 韓国)のWebsiteは<https://www.superlok.com/eng>です。

Fig_08は上が1.0mL,下が1.2mLサイズです。赤破線枠はNEG_日電理化ガラス社のガラスチューブです。1.0mL耐圧容器の長さは口径6mm、長さ33mmのガラスチューブが耐圧容器に挿入できること、また1.2mL耐圧容器は口径6mm、長さ40mmのガラスチューブが挿入できる条件で決められています。

有機合成プロセスにおいて反応槽の内壁がガラスコーティングされているように、測定サンプルが高温状態で金属容器の金属イオンと反応することを避けることが目的です。ただしガラスチューブの上端は開放であり、耐圧容器・上端部も金属内壁とは接触しているので完全に遮断してはいません。

次ページにガラスチューブが反応を抑制する効果を紹介します。

Title : pDSC, pDSCII用 耐圧容器

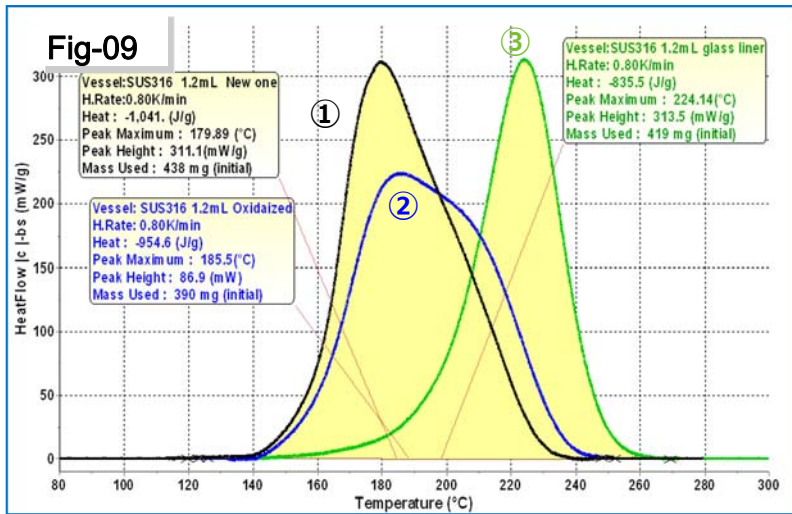


Fig-09はSUS316・耐圧容器、容量1.2mLを使用した昇温速度：0.8K/minのpDSC測定データです。

- ①は新品の耐圧容器を使用した場合
- ②は耐圧容器を基準サンプル側として空容器で数回、昇測定使用した耐圧容器で容器の内壁が幾分、酸化している場合
- ③は新品の耐圧容器にガラスチューブに測定サンプルを充填し、耐圧用に挿入した場合

反応開始温度、ピーク温度、発熱量が変化していることが分かります。このように金属容器の影響を受ける測定試料に対してはサンプルチューブ（ガラスチューブ）の使用が有効な場合があります。

使用可能なガラスチューブは2種類あり、1.0mL耐圧容器には R-6S (L=33mm), 1.2mL耐圧容器には R-6M (L=40mm) を使用します。日電理化ガラス(株)から購入可能です。

耐圧容器にガラスチューブを挿入するアイデアは安全工学 291 Vol. 47 No. 5 (2008) 過酸化水素の危険性評価における容器材質の影響を参考としました。文献は下記からダウンロードが可能です。

https://www.jstage.jst.go.jp/article/safety/47/5/47_290/_pdf/-char/ja

高耐圧容器は時定数が大きいため、DSC測定データから発熱速度を解析する場合、時定数補正する必要があります。



サンプルチューブ 口形状:直口(W/O Rim)規格価格表 ※価格は令和5年

商品コード Code No.	品名 Products	価格(円/本) Price (¥/Item)	サイズ(mm) Size				内箱入数 (本) No.in Pkg
			外径 O.D.	全長 L	肉厚 T	内径 I.D.	
107001	R-6S	43	6	33	0.6	4.8	100
107002	R-6M(平底)	44	6	40	0.6	4.8	100

Table-01 各耐圧容器の概略仕様

Fig_No	メーカー	容量	耐圧・温度	材質	内壁口径と長さ	時定数 (150~350°C)
Fig_01	OmniCal	1.5mL	15MPa・260°C	特殊鋼	8.9φ×18mm	TC=45~60s
Fig_03	パルメトリクス	1.6mL	15MPa・260°C	SUS316	8.4φ×29mm	
Fig_05①	パルメトリクス	1.2mL	40MPa・400°C	SUS316	6.4φ×40mm	T.C=60~75s
Fig_05②	パルメトリクス	1.0mL	40MPa・400°C	SUS316	6.4φ×33mm	T.C=55~70s
Fig_05③	パルメトリクス	0.8mL	40MPa・400°C	SUS316	6.4φ×27mm	

これらの耐圧容器はpDSC用だけでなく、分解ガスの測定をする場合に広く応用可能な容器です。

サイズなど一部使用の変更にも対応が可能ですので、info@palmetrics.co.jp までお問い合わせください。

Title : pDSC, pDSC II 用 耐圧容器



プラグ

継手ボディを固定し、指締め位置からプラグを1/4回転まわします。

サイズが1/16インチ、1/8インチ、3/16インチ、2mm、3mm、4mmのSwagelokチューブ継手の場合は、プラグを1/8回転まわしてください。



パルメトリクス製SUS316_400℃_40MPa耐圧容器の上蓋は1/4インチプラグです。締付け手順は“指締め位置からプラグを1/4回転（時計方向に90°まわします。）この手順を間違えて、1/2回転まで廻すと、Plug側と耐圧容器側のネジ山が破損します。測定後に開栓して再使用すると1/4回転では適正な締付にはなりません。要は再使用が不可能になります。逆に締付が緩い場合、例えば1/8回転で締付けすると、圧力漏れを起こします。

pDSC用耐圧容器や耐圧容器セッティング治具を供給しています。
簡単な操作で適正なトルクでプラグ蓋を締め付けます。
測定終了後は分解ガスの発生により耐圧容器内圧力が高圧になっています。
開栓治具はこの内部圧力を安全に開放させることができます。



YouTube で p DSCで測定後の耐圧容器を開栓する様子をご覧になれます。

<https://www.youtube.com/watch?v=y3qlk30mAlc>