

Title: DSC/圧力同時測定システムの配管経路

テクニカルノート内容が更新されています。

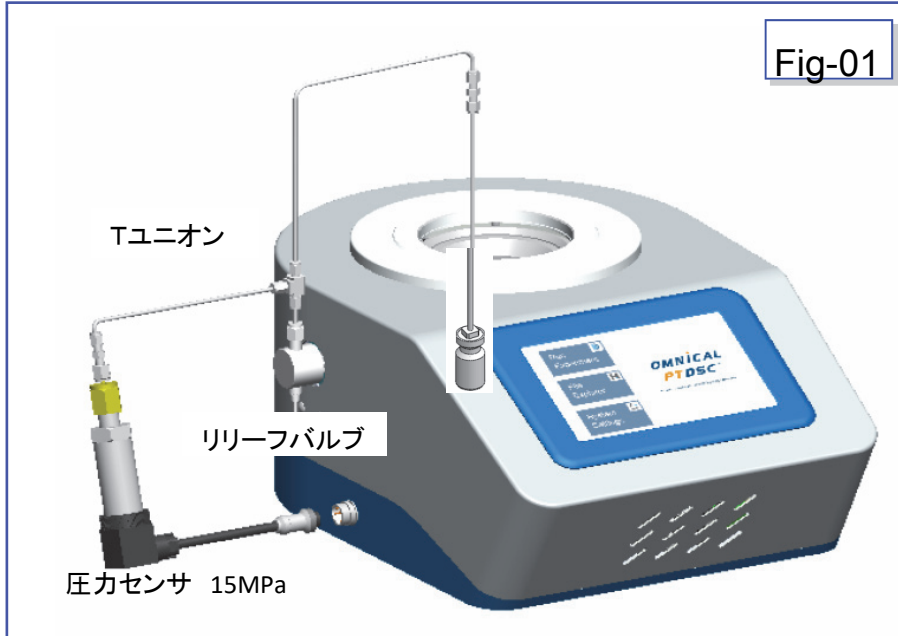


Fig-01

pDSCは密封容器によるSC-DSCと圧力同時測定が可能です。

耐圧容器内部のガス圧力を直接圧力センサが感知して圧力信号が得られます。この場合忘れてならないことは、圧力センサは室温環境にあるということです。

測定試料が熱分解して圧力上昇するだけでなく、試料に含まれる反応溶媒の蒸気圧が上昇します。一方配管経路は室温環境にあるので、溶媒ガスや分解ガスが冷却され、凝縮液化すると圧力は低下します。配管経路の空間に分解ガスや分解物が還流する現象が起きます。

例えば水の測定試料として水蒸気圧測定すると配管経路内に、測定試料の水が還流します。配管容積が大きければ耐圧容器から測定試料の水(全量)が配管部に移動する結果、水蒸気は消滅して圧力値は上昇しません。

正確な圧力測定するために重要なことは

- ①配管経路内容積を最小化。
 - ②配管経路にシリコンオイルを充填し内容積を最小限化が不可欠です。
- 次ページFig-04に配管経路の内容積を示します。

耐圧容器の圧力が仕様以上に上昇して耐圧容器が破裂するようなトラブルを避けるため、pDSCには電磁リリーフバルブが付属しています。操作プログラム上でリリーフ動作圧力値を設定することにより、圧力上昇を防止することができます。

このリリーフバルブ(ASCO小型2方向電磁弁1/8インチ)はINとOUT側の圧力差が最大5MPaまで設定することができます。

しかしこのリリーフバルブの空間容積が大きく、分解ガスがここで凝縮することになるので圧力測定の精度が低下します。



Fig-02

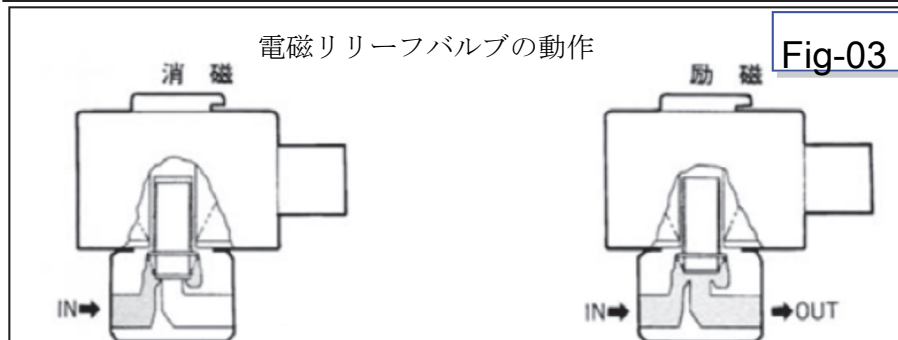


Fig-03

圧力センサ→1/8インチ オスに変換→1/8・1/16デューサ→1/16チューブ のように配管経路が1/16インチチューブで構成されることが不可欠です。
ただし1/16インチチューブは、2、3回の測定で分解物で目詰まりを起こしやすく、取扱いには細心の注意が必要です。

Title: pDSC/圧力同時測定システムの配管経路

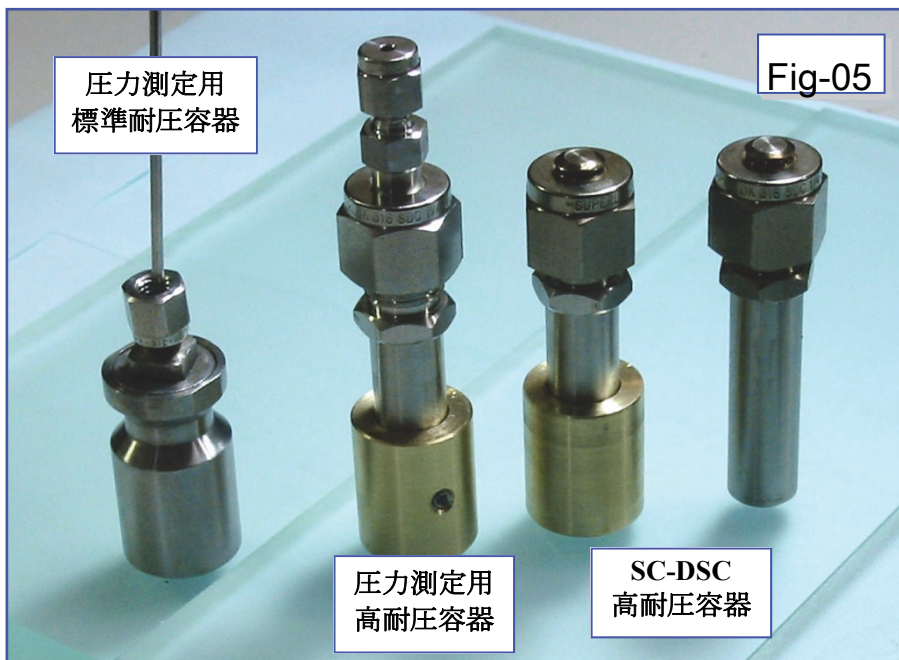
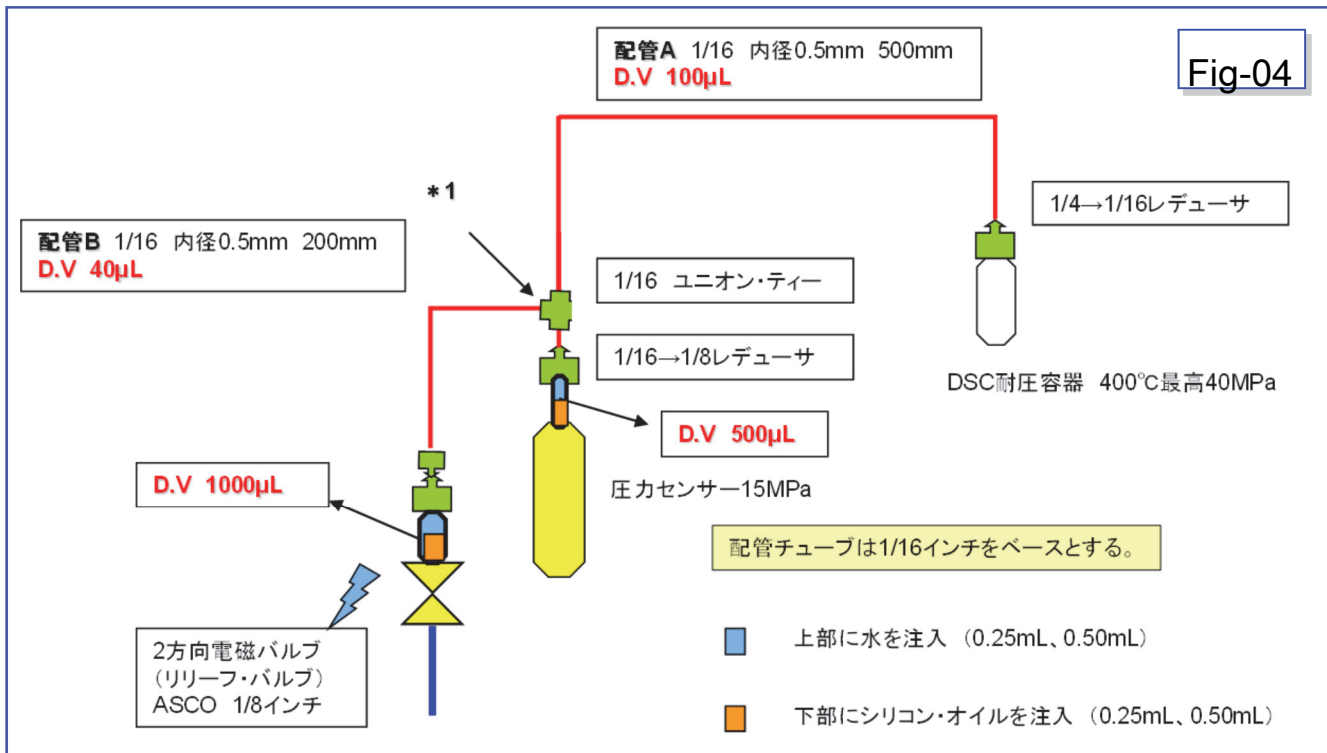


Fig-05は標準耐圧容器と高耐圧容器です。高耐圧容器はpDSC 熱流検出器との熱接触を標準容器と同一にするために真鍮製スリーブを取付けています。標準耐圧容器はシールがPTFEテープなので200°C以下に限定されます。

Fig-4のイラストは配管経路のシリコンオイルを充填箇所を示しています。内容積が大きい順で言えば
①電磁リリーフバルブ 1000µL
②圧力センサー 500µL
③1/16インチチューブ (0.5mmφ) 500mmでは100µL程度
④1/16インチチューブ(0.25mmφ) 500mmでは25µL程度です。圧力測定精度は耐圧容器容積が小さければ(配管容積)/(容器容積)の比が小さくなり配管経路の還流による影響が大きくなります。配管経路容積を最小化することが1.2mL高耐圧容器による圧力同時測定で最も重要なことです。なおFig-04ではシリコンオイルに加えて水を充填しています。理由は分解ガスはシリコンオイルに溶け易いものが多いためです。分解ガスが水に溶けやすい場合は効果がありません。

40MPa/400°C高耐圧容器の分解ガスの圧力を測定する場合、分解ガスが冷却した系では、分解ガスが凝縮して液化してガス圧力が低下したり、充填したシリコンオイルに溶け込むことにより圧力測定に低下して測定誤差が生じやすくなります。