

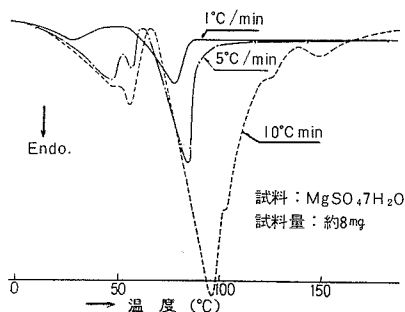


Fig. 11 Influence of heating rate.

以上、昇温速度は測定目的によって選び分けられたい。分解能を重視する場合は、遅い昇温速度がよく、ピークの高さを重視する場合は、速い昇温速度がよい。



レーザ加熱熱定数測定装置

概要

近年エネルギー及び省エネルギーに対する技術革新が特に要求されている。それに関連し材料の熱物性に対する知見を得ることが特に重要です。フラッシュ法による当装置は熱容量、熱拡散率、及び熱伝導率の測定を高精度、短時間に測定可能な方法として注目されています。本装置は測定の簡略、高精度化を目的に開発しました。

特長

- 1 ミラー方式により室温でも熱定数の測定が非接触法で可能になりました。
- 2 エネルギーモニタ、反射光モニタは4桁デジタル表示を採用し高精度化しています。
- 3 排気系、電気炉等の操作は全て自動化し又測定の自動化を計り操作性が非常に良くなっております。
- 4 独自の試料ホルダ構造を採用し試料よりの熱リークを最少限にしております。
- 5 電気炉は直流加熱PID方式を採用し高温で誘導ノイズを受けることなく安定した測定が可能です。
- 6 独自のヒートシンク法(特許出願中)を採用し熱リークの補正が出来、特に熱容量の測定の向上を計った型も有ります。

5. おわりに

以上、測定条件の基礎的な内容を簡単に述べた。十分な内容ではないが、今後の熱測定の一助となれば幸いである。なお今回ふれられなかったふん囲気や、試料容器の問題は、次回に掲載を予定している。

謝辞 本稿を書くに当り、掲載資料と測定データに関しましてご指導とご助言を賜りました、日本大学理工学部・荒井康夫教授に深く感謝いたします。

参考文献

- (1) W. ウェンドランド、“熱的分析法”産業図書(1967)
- (2) 桃田道彦、セラミックス、**8**、683(1973)。
- (3) 荒井康夫、石膏と石灰、No.129、22(1974)。
- (4) 安江任、竹久英治、荒井康夫、石膏と石灰、No.136、17(1975)。
- (5) 内田博、桃田道彦、杉山毅、色材、**43**、304(1970)。
- (6) 荒井康夫、未発表資料
- (7) M. J. Vold, Anal. Chem., **21**、683(1949)。

主なる仕様

測定温度範囲：高温形(RT~1500°C)

：標準形(RT~1000°C)

測温 熱電対方式：プラチネル(RT~1000°C)

：白金ロジウム(RT~1500°C)

非接触方式：InSb又はPbS

試料サイズおよび対象物：1~4 mm 8~10 mmφ

金属、セラミックス、高分子(固体)

測定雰囲気：真空中 不活性ガス中

測定精度：

	熱電対方式	非接触方式
熱拡散率	±3%	±3%
熱容量	±2%	±5%
熱伝導率	±5%	±8%

(RT~1000°C, 金属)

レーザ方式：固体ルビー キセノン励起方式

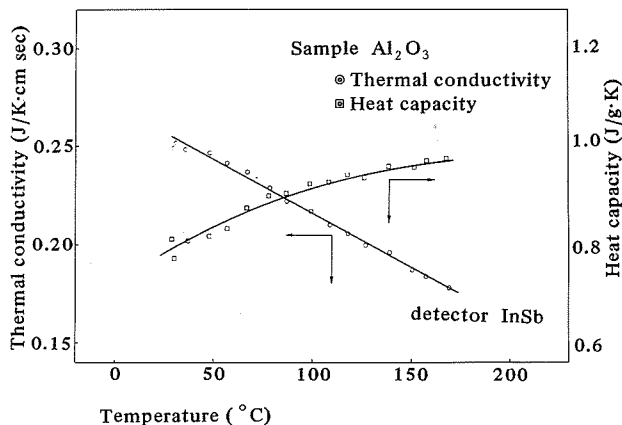
測定例

試料：Al₂O₃

試料サイズ：10φ×2mm

温度検出器：赤外検出器(InSb)

測定雰囲気：真空



高精度示差熱天秤

(差動形TG/DTA)バランスエース

米国特許/No.3973636

ドイツ特許/No.2530532

国内特許(出願中)/No.49-62841

No.49-62842

最近の示差熱重量分析(TG-DTA)の傾向は、微少な重量変化(数mg～数10mg)の測定、マクロな試料量(数100mg～数gr)での測定、常圧はもとより高压下、低压下に於ける測定等広範囲になって来ています。このような条件に於て、最も要求されTG-DTA法は、TG、DTAのベースラインの安定性と高感度化である。弊社は、これ等の条件を満足させるために、全たく新しい原理に基づいた示差熱天秤を開発した。Fig-1に原理図を示すように、試料と標準試料を天秤の主ビームの両端から副ビームによって中央に位置させ、同一電気炉内に配置し加熱する差動形的方式である。この結果、加熱により生ずる浮力、対流等の誤差要因となる力はビームの両端に等しく作用するために相殺され従来装置に比して1/3以下に安定したTGのベースラインが得られる。この差動形の検出法によって、従来TMF(Thermo molecular Flow)の影響により測定が不可能であった低真空中(10^{-1} ～ 10^{-3} Torr)の測定も可能となった。DTAの試料ホルダーは、熱的応答速度の改善、熱容量の低減化によって感度が従来に比して1.5倍程向上している。

本装置の概略仕様

測定温度範囲：高温形(RT～1500°C)

：標準形(RT～1000°C)

測定雰囲気：不活性ガス、空气中(ガスフロー可)

：真空中(10^{-1} ～ 10^{-3} Torr)

：高真空中…オプション

測定試料サイズ：形状…固体、粉末、液体

：重量…200mg(Max)
：試料容器…5mmφ×2.5、5mm^H
：容器材質…Al、Pt-Rh、Au、Cu、etc.
測定レンジ：TG…0.5～200mg(9段切換)
：DTA…±5～±500μV(7段切換)
：DTG…0.1～1.0 (4段切換)
加熱速度：40°C/min(Max)

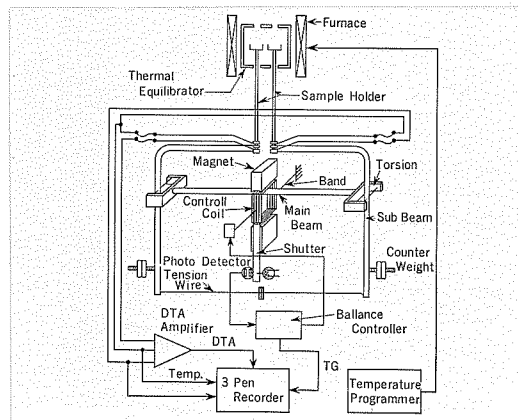
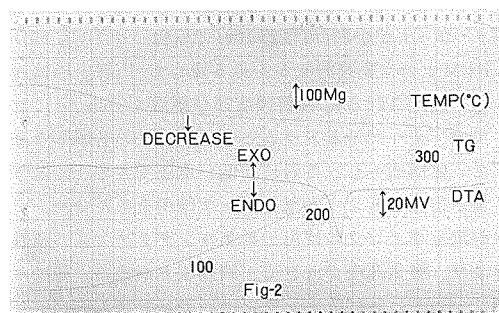


Fig. 1 Principle.

測定例

Fig-2は、NYLON-1001(5.48mg/S.Wt.)について測定した結果を示す。TGレンジは、1mg/フルスケール、DTAレンジは±100μV/フルスケールであり、加熱速度は10°C/minである。50°C以下での脱水過程、220°C前後での融解過程が明確に高感度で測定出来ていることが分ります。



Conditions

Sample : Nylon 10015.48mg

Pan : Al

Atmosphere : Argon gas 30ml/min

Heating rate : 10 K/min

Chart speed : 10mm/min

DTA range : ±100μV

TGrange : 1mg

Thermocouples : Platine1

参考文献：第13回熱測定討論会要旨集 100.(312B)'77