

## 分析事例の紹介

# 入力補償型示差走査熱量計 Pyris 1 を用いた 二線法による比熱容量測定

### キーワード

- ✓ 熱分析
- ✓ 示差走査熱量計
- ✓ 入力補償型 DSC
- ✓ 比熱容量測定

### 装置 Pyris1 (パーキンエルマー)



## はじめに

入力補償型示差走査熱量計(DSC)を用いて、 $\alpha$ -アルミナの比熱容量を測定した事例を紹介する。物体の温度を単位温度上昇させるのに必要な熱量を熱容量( $J \cdot K^{-1}$ )といい、単位質量における熱容量を比熱容量( $J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$ )という。一般的に、比熱容量は、比熱が既知の基準物質、測定対象試料、ブランクセルの DSC 曲線を比較することで算出することができる[1]。一方、入力補償型 DSC では、試料・参照ホルダーに加える単位時間当たりの熱流束の入力差を測定しているため、ブランクセルと測定対象試料測定から比熱容量を求めることができる(二線法)。参照、試料ホルダーの熱容量と熱流束をそれぞれ  $C_s, F_s, C_r, F_r$  とすると、以下の関係式が与えられる。

$$F_s - F_r = (C_s - C_r) \beta, \quad (1)$$

ここで、 $\beta$  は昇温速度である。したがって、ブランクセルで補正した試料測定結果を昇温速度と試料量で除すことで、比熱容量を求めることができる。

## 実験

27.1 mg の  $\alpha$ -アルミナをアルミニウム製クリンプセルに入れ、専用のシーラー・クリンププレスを用いて密閉した。またブランクセルを作成した。ブランク状態で質量差はないアルミニウム製クリンプセルを用いた。ブランクセルおよび  $\alpha$ -アルミナに対して、以下に示す測定条件下で、DSC 測定を行った。

加熱速度	ホールド温度	ホールド時間	ガス
[ ° C/min ]	[ ° C ]	[ min ]	窒素
-	5.00	3	
10.00	25.00	2	
-	25.00	3	

**結果**

図1は、測定されたブランクセルおよび $\alpha$ -アルミナ DSC 曲線である。ブランクセルの DSC 曲線から $\alpha$ -アルミ試料の DSC 曲線の高さを  $H_s$ (図1参照)とすると、 $\alpha$ -アルミナの比熱容量( $C_{ps}$ )は、試料質量( $m$ )を用いて( $C_{pR}$ )次式で与えられる。

$$C_{ps} = \frac{H_s}{m\beta}, \quad (2).$$

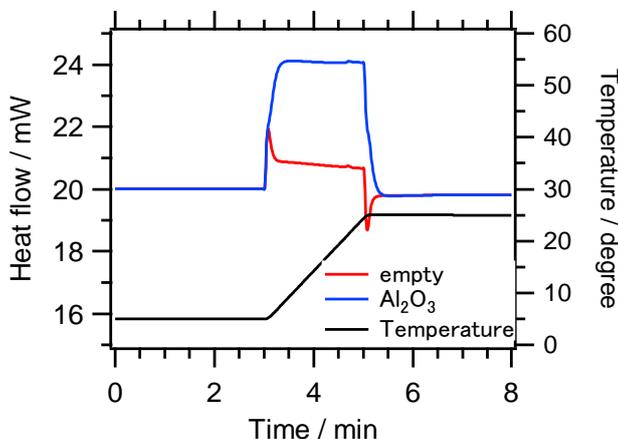


図1 DSC 曲線

算出した $\alpha$ -アルミナの比熱容量は、 $0.751 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ となり、 $297.45\text{K}$ における $\alpha$ -アルミナの比熱容量  $0.773 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [2]と誤差 3%以内で一致した。

**まとめ**

入力補償型示差走査熱量計 Pyris1 を用いて、ブランクセルと試料測定から簡便に比熱測定を行えることを紹介した。本稿で紹介した二線法は、比熱測定の基準試料の簡易的な評価に用いることができる。

**参考文献**

- [1] プラスチックの比熱容量測定方法。JIS K 7123
- [2] 分散型熱物性データベース、<https://tpds.db.aist.go.jp/>

**静岡理科大学 先端機器分析センター** [www.sist.ac.jp/kiki/](http://www.sist.ac.jp/kiki/)

Advanced Instrumental Analysis Center,  
Shizuoka Institute of Science and Technology



〒437-8555  
静岡県袋井市豊沢2200-2  
TEL : 0538-45-0175  
E-mail : kiki@ob.sist.ac.jp