

## 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 氷の融解吸熱ピーク測定に対する試料調整法の検討

### キーワード

- ✓ 示差走査熱量計
- ✓ 入力補償型
- ✓ 水
- ✓ 融解
- ✓ 表面張力

### 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、氷の融解に伴う吸熱ピークを測定した事例を紹介する。水は、表面張力が高いため、DSC 測定で用いられるアルミ製シールセルに対する濡れ性が悪い (図 1 a)。本稿では、氷の融解に伴う吸熱ピーク形状に対する表面張力の影響を調査した。

### 実験

2 mg の蒸留水をアルミニウム製シールセルに入れ、専用のシーラーを用いて密閉した。融解吸熱ピーク測定における水の表面張力の影響を回避するために、水の上にアルミ製の内蓋を設置後 (図 1 b)、密閉した試料を作成した。測定用シールセルとして、パーキンエルマー製に比較して、セルの径が一回り大きいネッチジャパン製を使用した。DSC 測定では、加熱速度 10°C/min で -20°C から 20°C まで昇温した。

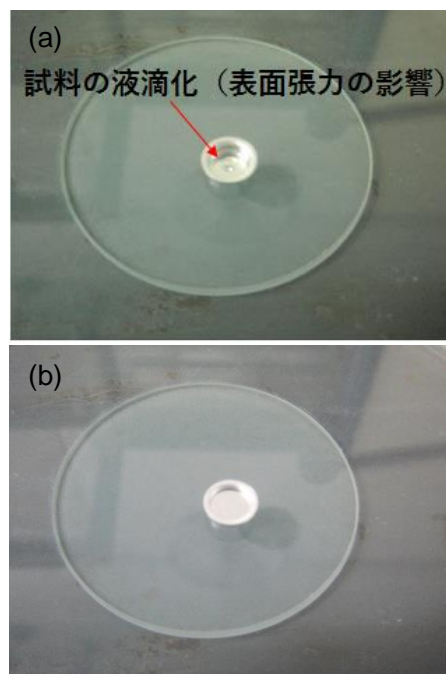


図 1 (a)シールセル上の水  
(b)内蓋を設置した写真

### 結果

図 1 に、DSC で測定した氷の融解吸熱ピークを示す。アルミ製内蓋が無い試料では、観測された融解吸熱ピークの形状は歪んでおり、0°C 付近に異常なピークが観測された。これは、氷の融解に伴いアルミ製シールセルに対する水の設置面積が変化したことによる。

来すると考えられる。一方、アルミ製内蓋を設置した試料では、融解吸熱ピークの形状の歪みや異常ピークは観測されなかった。水溶液試料の DSC 測定に対するアルミ製内蓋の設置の有効性が示された。

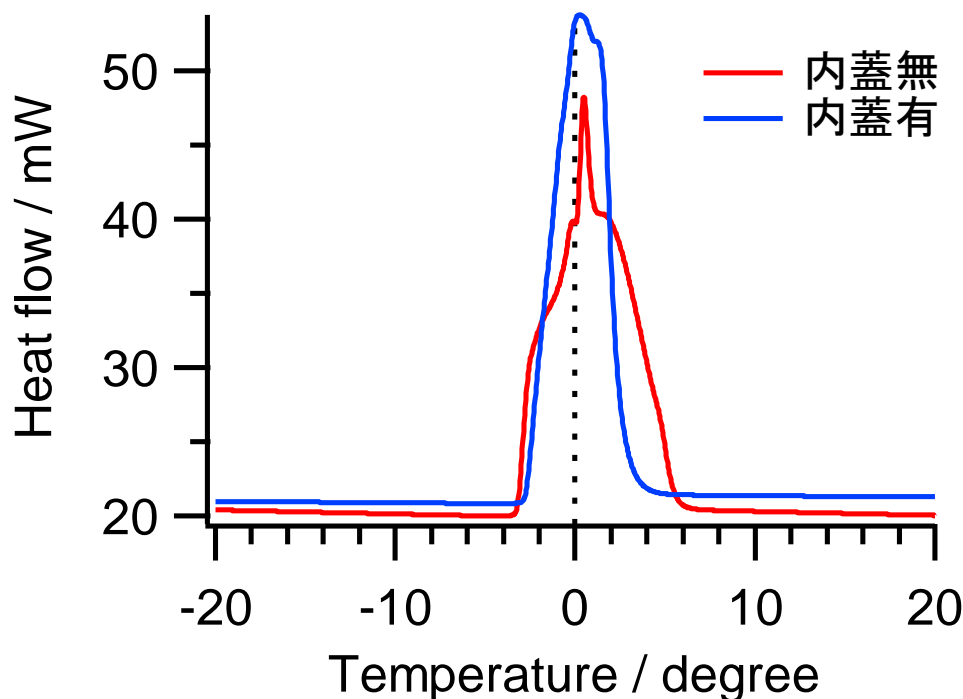


図1 アルミ製内蓋無(赤線)と有(青線)の DSC 曲線

#### まとめ

入力補償型 DSC を用いて、氷の融解吸熱ピーク形状における表面張力の影響を調査した。本稿では、シールセル内部にアルミ製内蓋を設置することで、ピークの形状の歪みや異常ピークを回避できることを示した。

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