

示差走査熱量計 (DSC) の高感度化

○ 浜野智子*1)、重松宏志*1)

1. はじめに

物質の融点、相転移の等の熱物性の検出に用いられる示差走査型熱量計 (DSC) は、基礎・応用研究を問わず、様々な分野で利用され、装置として汎用化されている。しかしながら、DSC 装置の性能は汎用の装置で十分満足されているわけではなく、微小な相転移の検出、微量サンプルの測定など、高感度化へのニーズも高くなってきている。本研究では室温 +10°C ~ 150°C の温度範囲において、数 μW レベルのピークが検出可能な DSC 装置を開発したので報告する。

2. 実験方法

DSC の構成を図 1 に示す。DSC の高感度化を実現するために、装置の試作にあたっては以下に重点をおいた。

(1) 熱起電力の検出感度向上のために熱起電力検出器にサーモモジュール (TM1, TM2) を用いた。

(2) サンプル付近の熱安定性を向上させるため、ヒーター部からの熱が直接サンプル部に影響しないようにセラミック製のバッファーを噛ませた構造を採用した。

また装置の性能を確認するために、空のサンプル容器を用いた熱流束の安定性確認、および μg オーダーのパルミチン酸の DSC 測定を行った。

3. 結果・考察

熱流束の安定性確認実験の結果を図 2 に示す。この測定結果より熱流束の安定性は $\pm 0.8 \mu\text{W}$ レベルであることがわかった。本結果は数 μW オーダーの微小な熱変化が検出可能であることを示している。また微量試料への適用例としてパルミチン酸 $18 \mu\text{g}$ の測定を行ったところパルミチン酸の融点 62°C 付近に $4 \mu\text{W}$ オーダーの融解によるピークが確認できた。

4. まとめ

室温 +10°C ~ 150°C の温度範囲において、数 μW レベルのピークが検出可能な DSC 装置を開発した。

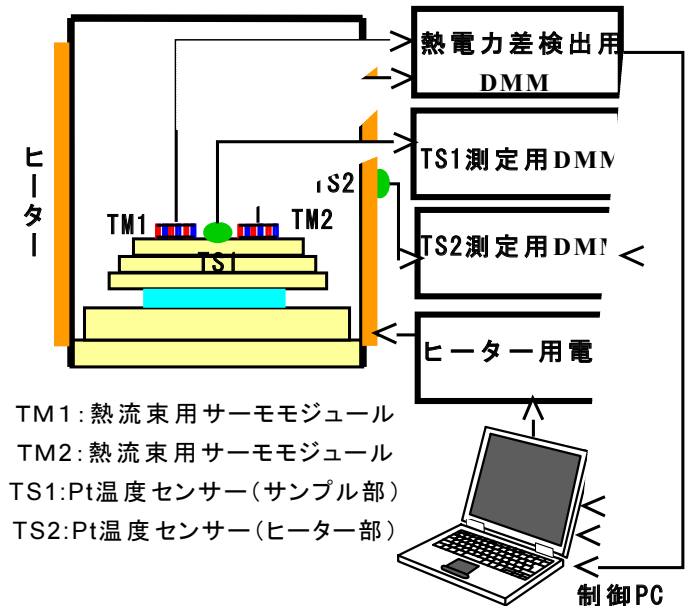


図 1 DSC の構成

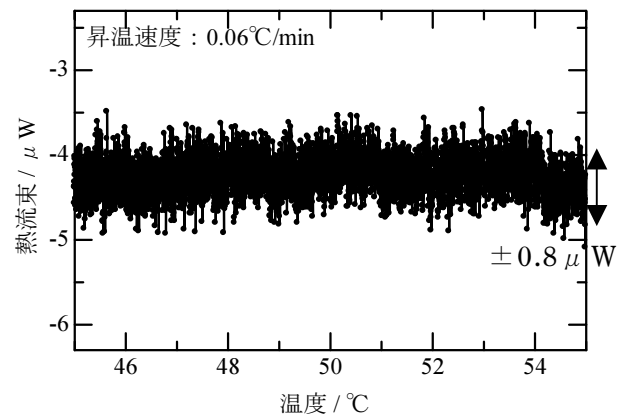


図 2 熱流束の安定性

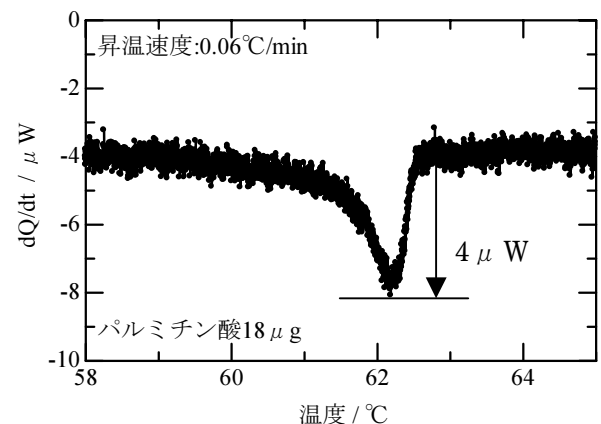


図 3 微量試料への適用例

*1) エレクトロニクスグループ