(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2009-97882
(P2009-97882A)
(43)公開日　平成21年5月7日(2009.5.7)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
G01N 25/00	(2006.01)	G01N 25/00	Q	2G040
G01N 25/48	(2006.01)	G01N 25/48		

審査請求 未請求　請求項の数 3　ＯＬ　（全 7 頁）

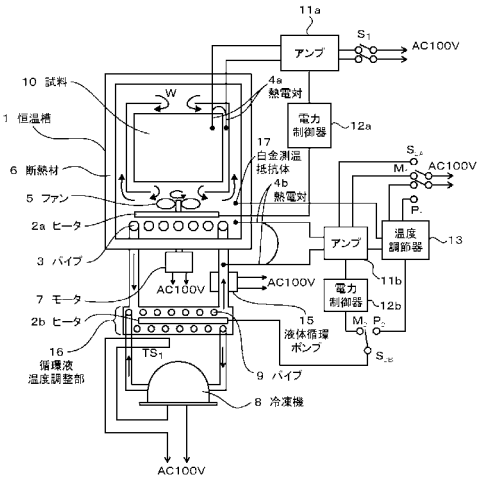
(21)出願番号　特願2007-266895 (P2007-266895)
(22)出願日　平成19年10月12日 (2007.10.12)

(71)出願人　597133569
株式会社東京理工
東京都西東京市北町３丁目２番１６号
(74)代理人　100082762
弁理士　杉浦　正知
(72)発明者　萩原　清市
東京都西東京市北町３－２－１６　株式会社東京理工内

Ｆターム(参考)　2G040 AB05　CB03　CB09　CB14　DA03
EB06

(54)【発明の名称】断熱熱量測定装置

(57)【要約】
【課題】より精度の高い断熱精度を可能にする断熱熱量測定装置を提供する
【解決手段】断熱熱量測定装置は、主として、測定対象となる試料１０を入れる恒温槽１と、ヒータ２ａ～２ｂと、パイプ３と、熱電対４ａ～４ｂと、ファン５と、から構成されており、熱電対４ａが検出する試料１０の温度と恒温槽１内の温度との温度差を打ち消すような第１の温度制御と、熱電対４ｂが検出する恒温槽１内の温度と循環液との温度差を打ち消すような第２の温度制御との二重制御で温度制御がなされるものである。
【選択図】図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
試料を入れる恒温槽と、
上記恒温槽内に配置され、上記恒温槽内の温度を調整する第１の加熱手段と、
上記恒温槽内に配置された管内を流通する循環液の温度を調整することにより、上記管を介して上記恒温槽内の温度を調整する第２の加熱手段と、
上記恒温槽内の温度と上記試料の温度との温度差を検出する第１の温度検出手段と、
上記循環液と上記恒温槽内の温度との温度差を検出する第２の温度検出手段と、
を備え、
上記第１の加熱手段により、上記第１の温度検出手段が検出する温度差を打ち消すように温度制御し、
上記第２の加熱手段により、上記第２の温度検出手段が検出する温度差を打ち消すように温度制御すること
を特徴とする断熱熱量測定装置。
【請求項２】
上記第１の加熱手段および上記第２の加熱手段は、ヒータであること
を特徴とする請求項１記載の断熱熱量測定装置。
【請求項３】
上記第１の温度検出手段および上記第２の温度検出手段は、熱電対であること
を特徴とする請求項１記載の断熱熱量測定装置。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
この発明は、断熱熱量測定装置に関する。さらに詳しくは、試料の温度上昇に追従して恒温槽内の温度制御を行う断熱熱量測定装置に関する。
【背景技術】
【０００２】
物質が化学反応を行う時、発熱を伴い温度上昇する。この温度上昇により更に反応が促進し、温度上昇が進む。このような相乗作用により得られた温度上昇曲線を計測し、解析を行うことにより必要な知見を得ることができる。以上のような測定を高い精度で行うためには、完全断熱に近い断熱温度制御が不可欠であり、測定手段として、断熱熱量計が用いられている。
【０００３】
断熱熱量計では、恒温槽内に断熱容器を格納し、その容器内で試料による温度上昇が発生したとき、容器内の温度と恒温槽内との温度差がかぎりなくゼロに接近するように温度上昇制御を行って、断熱容器内の試料の温度変化を測定し、熱量や温度上昇値などを求めることができる。
【０００４】
従来の断熱熱量計では、断熱温度上昇制御は、試料の温度と恒温槽内の温度との温度差を熱電対で検出して、試料の温度と恒温槽内の温度との温度差を打ち消すような制御を一段階で行う方式が採用されている。（例えば下記非特許文献１）
【０００５】
【非特許文献１】‘‘各種熱量計とその応用’’、[ｏｎｌｉｎ]、[平成１９年１０月１１日検索]、断熱熱量計の測定原理、インターネット、＜ＵＲＬ：http://www2.ttcn.ne.jp/～tokyo-riko/ppt/pptTOP.htm＞
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００６】
しかしながら、従来の断熱熱量計では、室温に対して恒温槽内の温度が高くなり、恒温槽内の温度と外部の温度との温度差が大きくなると、恒温槽内から外部に流出する熱量が

大きくなってしまう。流出する熱量を補うためには、加熱用のヒータへの電力供給を大きくする必要があるが、そのためには、試料と恒温槽内との温度差が大きくなる必要がある。試料と恒温槽内との温度差が大きくなると、試料から恒温槽内に熱が流出するので、断熱精度が低下する問題が生じてしまう。

【０００７】

したがって、この発明の目的は、より精度の高い断熱精度を可能にする断熱熱量測定装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【０００８】

上述した課題を解決するために、この発明は、

試料を入れる恒温槽と、

恒温槽内に配置され、恒温槽内の温度を調整する第１の加熱手段と、

恒温槽内に配置された管内を流通する循環液の温度を調整することにより、管を介して恒温槽内の温度を調整する第２の加熱手段と、

恒温槽内の温度と試料の温度との温度差を検出する第１の温度検出手段と、

循環液と恒温槽内の温度との温度差を検出する第２の温度検出手段と、

を備え、

第１の加熱手段により、第１の温度検出手段が検出する温度差を打ち消すように温度制御し、

第２の加熱手段により、第２の温度検出手段が検出する温度差を打ち消すように温度制御すること

を特徴とする断熱熱量測定装置である。

【０００９】

この発明では、第１の加熱手段により、第１の温度検出手段が検出する恒温槽内の温度と試料の温度との温度差を打ち消すように温度制御し、第２の加熱手段により、第２の温度検出手段が検出する循環液と恒温槽内の温度との温度差を打ち消すように温度制御する。これにより、試料の温度上昇に追従する温度制御を行うと同時に、恒温槽内の温度に追従した循環液を恒温槽内に流通させ、恒温槽内から流出する熱量を補うようにすることで、より精度の高い断熱精度を実現可能とする。

【発明の効果】

【００１０】

この発明によれば、より高い断熱精度を有する断熱熱量測定装置を提供できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１１】

以下、この発明の実施の形態について図面を参照して説明する。図１は、この発明の一実施形態による断熱熱量測定装置の構成を表す全体構成図である。この断熱熱量測定装置は、例えば、マスコンクリートの断熱温度上昇測定などに用いられるものである。

【００１２】

図１に示すように、この発明の一実施形態による断熱熱量測定装置は、主として、測定対象となる試料１０を入れる恒温槽１と、ヒータ２ａ～２ｂと、パイプ３と、熱電対４ａ～４ｂと、ファン５とから構成されており、熱電対４ａが検出する試料１０の温度と恒温槽１内の温度との温度差を打ち消すような温度制御と、熱電対４ｂが検出する恒温槽１内の温度と循環液との温度差を打ち消すような温度制御との二重制御で温度制御がなされるものである。

【００１３】

恒温槽１は、断熱材６よりなる筐体であり、外部と熱的に遮断された空間を有する。断熱材６は、測定温度範囲に応じて材料および材質が選ばれ、一般に形状が複雑な部分や、重量による圧力が掛からない部分には、例えば柔軟性のあるセラミックスファイバなどを用いることができる。断熱と電気絶縁を兼ねて一旦固定したら動かないことを目的とする部分には、例えばセラミックフェルトウェットなどを用いることができる。その他、形状

が単純で重量や圧力が掛かる部分には、例えば高温耐火断熱レンガなどを用いることができる。恒温槽１内には、測定対象となる試料１０が配置されている。試料１０は、例えば図示しない試料容器に入れられている。試料容器としては、特に限定されないが、例えばポリプロピレン製のボトルなどを用いることができる。

【００１４】

ヒータ２ａは、恒温槽１内を加熱して、恒温槽１内の温度を試料１０の温度上昇に追従してコントロールするためのものである。ヒータ２ｂは、循環液を加熱して、循環液の温度を恒温槽１内の温度上昇に追従してコントロールするためのものである。ヒータ２ａ～２ｂとしては、例えば、熱容量が小さく応答性の良いシースヒータなどを用いることができる。

【００１５】

パイプ３は、その内部に、例えば不凍液などの循環液が流通する管であり、恒温槽１内のヒータ２ａの下側に、捲回された状態で配置され、恒温槽１の外部に配置された循環液温度調整部１６に連通している。

【００１６】

液体循環ポンプ１５により、循環液を流動させ、循環液をパイプ３（恒温槽１内）→パイプ３（恒温槽１外）→循環液温度調整部１６→パイプ３（恒温槽１外）→パイプ３（恒温槽１内）の順に循環する。

【００１７】

循環液の温度を調整することで、パイプ３を介して、恒温槽１内の温度を制御することができる。例えば、循環液の温度を試料１０の温度上昇に追従するようにして、恒温槽１内の温度を補完的に制御したり、試料１０の測定開始温度を室温以下に設定する場合に、室温より低い循環液を循環させるようにして、恒温槽１内を室温以下に制御したりする。

【００１８】

循環液温度調整部１６は、ヒータ２ｂと、ヒータ２ｂの周囲を巻回するパイプ９とを有し、ヒータ２ｂとパイプ９とによって、循環液の温度調整を行う。ヒータ２ｂは、循環液を加熱するためのものでり、パイプ９は、循環液を冷却するためのものである。パイプ９の内部には、冷凍機８に冷却された冷媒が循環しており、この冷媒によって、パイプ９を介して循環液を冷却する。

【００１９】

熱電対４ａは、試料１０を基準にして恒温槽１内の温度を限りなく試料と同一温度に制御するために、試料１０と恒温槽１内との温度差を検出するものであり、応答性に優れていて、電気的には、絶縁されている。試料１０側の熱電対４ａは、試料１０内に挿入されていて、恒温槽１側の熱電対４ａは、恒温槽１内の所定位置に配置されている。

【００２０】

熱電対４ｂは、恒温槽１内の温度を基準にして、循環液の温度を限りなく恒温槽１内と同一温度に制御するために、循環液と恒温槽１との温度差を検出するものであり、応答性に優れていて、電気的には、絶縁されている。恒温槽１側の熱電対４ｂは、恒温槽１内の所定位置に配置されている。循環液側の熱電対４ｂは、恒温槽１外のパイプ３内の所定位置に配置されている。熱電対４ａ～４ｂとしては、例えば、銅－コンスタンタン熱電対などを用いることができる。

【００２１】

ファン５は、恒温槽１内の温度が試料１０の温度と異なったり、恒温槽１内に温度分布が生じたりすると、長期間の測定を行うとき精度に影響を及ぼすため、恒温槽１内の空気を攪拌するために設けられるものである。モータ７は、ファン５を駆動するためのものである。モータ７は、恒温槽１外に取り付けてあり、モータ７の発熱が恒温槽１内に影響を及ぼさないように断熱されている。

【００２２】

恒温槽１は、図２に示すように、恒温槽１内の４隅に風道２１を有する構造とされ、中段には、試料容器をのせる台２２が取り付けられている。台２２の中心部は、開口されて

おり、その下にはファン５が設けられている。ヒータ２ａは、ファン５の回転による風が満遍に当たる位置に固定されている。

【００２３】

この構造を有する恒温槽１では、矢印Ｗで示した風の流れのように、ファン５の回転によって、台２２の中心の開口部から吸い込まれた風が、ヒータ2aを経由して４隅の風道２１を昇り、試料容器の全面を経由して再びファン５に戻る捩れを加えた立体攪拌が行われる。したがって、このような恒温槽１の構造では、恒温槽１内に温度分布が生じない。

【００２４】

熱電対４ａと、アンプ１１ａと、電力制御器１２ａと、ヒータ２ａとから構成される回路では、図３に示すように、熱電対４ａで差動検出した信号を直流増幅し、ツェナーダイオード１４を経由してヒータ２ａにフィードバックする。アンプ１１ａは、熱電対４ａにより検出した信号を増幅するものである。電力制御器１２ａは、アンプ１１ａにより増幅された信号が入力され、入力された信号に応じて、ヒータ２ｂに供給する電力を制御するものである。また、熱電対４ｂと、電力制御器１２ｂと、ヒータ２ｂとから構成される回路についても、上記と同様である。

【００２５】

また、恒温槽１内に設けられた白金測温抵抗体１７などの測温抵抗体と、ヒータ２ｂと、温度調節器１３とから構成される回路によって、例えば、所定の測定開始温度を設定するための制御が行われる。

【００２６】

次に、断熱熱量測定装置の動作について説明する。まず、メインスイッチをＯＮにすると、循環液を冷媒により冷却する冷凍機８、恒温槽１内を攪拌するモータ７などが駆動して、ファン５により、恒温槽１内の攪拌が開始される。

【００２７】

スイッチS_{2A}をP_1側、スイッチS_{2B}をP_2側に切り替え、温度調節器１３を目的の温度（例えば、２０℃）に選び、温度制御を開始すると、ヒータ２ｂが駆動し、冷凍機８で冷却された低温の循環液が、ヒータ２ｂにより加熱される。そして、加熱された循環液がパイプ３（恒温槽１内）を流通することによって、恒温槽１内が所定の一定温度（例えば、２０℃）に制御される。

【００２８】

恒温槽１内が一定温度になった後、恒温槽１内に、測定対象となる試料１０を配置する。試料１０を配置した後、スイッチS_{2A}をM_1側、スイッチS_{2B}をM_2側に切り替え、スイッチＳ１をＯＮにすると、二重断熱温度制御を開始する。

【００２９】

スイッチＳ１をＯＮにすると、アンプ１１ａおよび電力制御器１２ａの作動により、試料１０と恒温槽１内とに配置された熱電対４ａが検出した温度差を打ち消すように、ヒータ２ｂに対してフィードバック制御が行われ、試料１０の温度を基準とした断熱制御を開始する。

【００３０】

スイッチS_{2A}をM_1側に切り替え、スイッチS_{2B}をM_2側に切り替えると、アンプ１１ｂおよび電力制御器１２ｂの作動により、恒温槽１内と循環液が流動するパイプ３内とに配置された熱電対４ｂが検出した温度差を打ち消すようにヒータ２ｂに対してフィードバック制御が行われ、循環液の温度制御を開始する。

【００３１】

また、試料１０の温度上昇が所定温度（例えば４５℃）に到達すると、サーマルスイッチＴＳ１の作動により、冷凍機８は停止する。この目的は、４５℃になると循環液を冷却する必要が無くなることおよび冷凍機８を保護するためである。冷凍機８の停止後は、ヒータ２ｂの加熱のみで、循環液の温度制御が継続してなされる。

【００３２】

以上の動作による温度制御がなされると、恒温槽１内および試料温度、並びに循環液の

温度は、図４に示すような温度上昇曲線を示す。図４において、線ｄ１は、恒温槽１内および試料１０の温度上昇曲線を示す。線ｄ２は、循環液の温度上昇曲線を示す。時間ｔ＝（ａ）は、温度測定開始時であり、ｔ＝（ｂ）は、試料温度の上昇開始時であり、ｔ＝（ｃ）は、冷凍機８停止時である。

【００３３】

この断熱熱量測定装置では、温度上昇曲線ｄ１、ｄ２が示すように、試料１０の温度上昇開始の時点から温度上昇終了まで、恒温槽１内の温度上昇に対して循環液の温度上昇は、０．５℃～１℃の温度差で追従する。したがって、温度上昇開始から終了まで、ヒータ２ａに供給される電力が極小になり、極めて高精度の断熱制御が可能である。

【００３４】

以上説明したように、この発明の一実施形態による断熱熱量測定装置は、試料１０の温度上昇に追従する温度制御を行うと同時に、恒温槽１内の温度に追従した液体を恒温槽１内に流通させ恒温槽１内から流失する熱量を補う二重断熱制御により、より精度の高い断熱温度上昇を実現できる。

【００３５】

この発明は、上述したこの発明の実施形態に限定されるものでは無く、この発明の要旨を逸脱しない範囲内で様々な変形や応用が可能である。例えば、測定開始温度を室温以上とする場合には、冷凍機８およびパイプ９を削除した構成としてもよい。

【図面の簡単な説明】

【００３６】

【図１】この発明の一実施形態による断熱熱量測定装置の構成を表す全体構成図である。

【図２】恒温槽の構成を示す略線図である。

【図３】温度制御回路を説明するためのブロック図である。

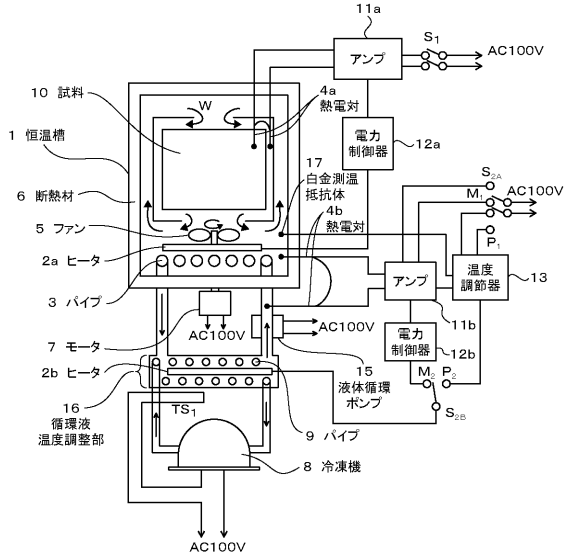
【図４】温度上昇曲線をプロットしたグラフである。

【符号の説明】

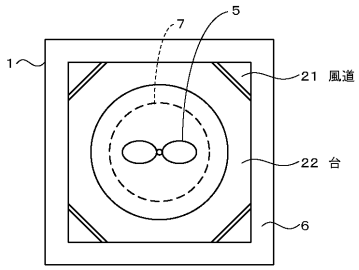
【００３７】

１・・・恒温槽
２ａ、２ｂ・・・ヒータ
３・・・パイプ
４ａ、４ｂ・・・熱電対
５・・・ファン
６・・・断熱材
７・・・モータ
８・・・冷凍機
９・・・パイプ
１０・・・試料
１１ａ、１１ｂ・・・アンプ
１２ａ、１２ｂ・・・電力制御器
１３・・・温度調節器
１４・・・ツェナーダイオード
１５・・・液体循環ポンプ
１６・・・循環液温度調整部
１７・・・白金測温抵抗体
２１・・・風道
２２・・・台
Ｓ１、S_{2A}、S_{2B}・・・スイッチ
ＴＳ１・・・サーマルスイッチ

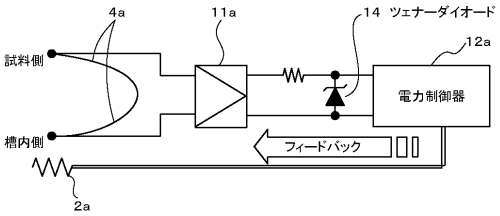
【図１】


11a
アンプ
S1
AC100V
10 試料
W
4a
熱電対
1 恒温槽
電力
制御器
12a
17
白金測温
抵抗体
S2A
M1
AC100V
6 断熱材
4b
熱電対
5 ファン
P1
2a ヒータ
アンプ
温度
調節器
13
3 パイプ
AC100V
AC100V
11b
7 モータ
電力
制御器
12b
2b ヒータ
15
液体循環
ポンプ
M2
P2
16
循環液
温度調整部
TS1
S2B
9 パイプ
8 冷凍機
AC100V

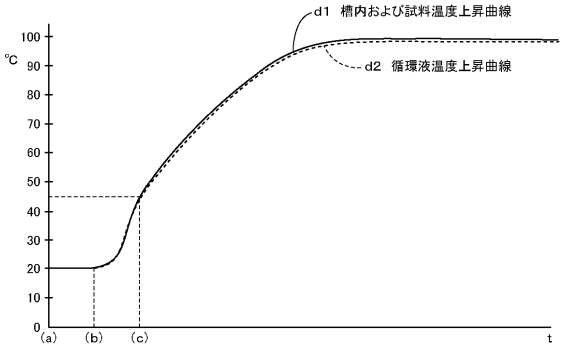
【図２】


7
5
1
21 風道
22 台
6

【図３】


4a
11a
14 ツェナーダイオード
12a
試料側
電力制御器
槽内側
フィードバック
2a

【図４】


d1 槽内および試料温度上昇曲線
d2 循環液温度上昇曲線
℃
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
(a)
(b)
(c)
t