

# Technical Note テクニカルノート LIB-06 '2016-12-07

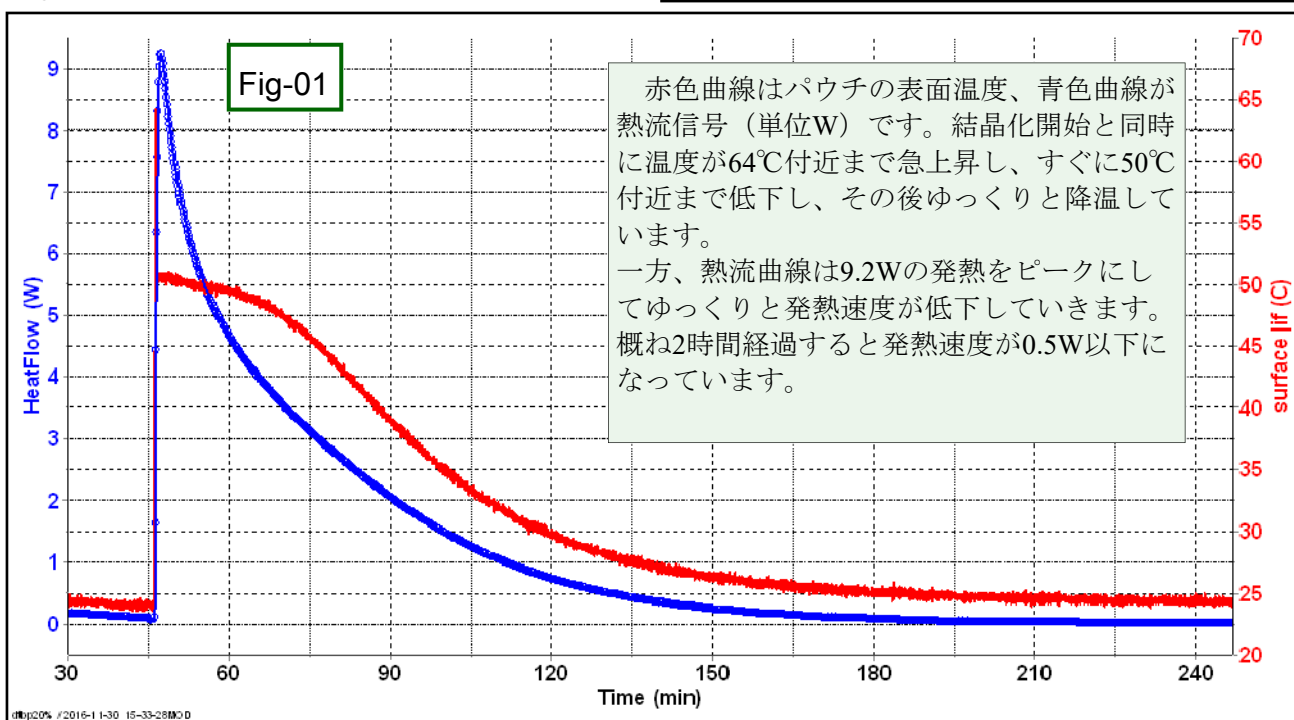
## Title: Packed Sample ECOカイロの結晶化プロセスの発熱特性



熱流検出モジュールにセットしてから、鉄片を変形させて結晶化をスタートする代わりに、たね結晶を投入して結晶化させています。

Fig-01 : エコカイロの発熱曲線

ECOカイロは繰り返し使用可能なカイロです。左側カイロの中身は酢酸ナトリウム水溶液の過冷却状態になっています。赤印の鉄片バネを強く推して変形させると、その衝撃で酢酸ナトリウム水溶液は透明色から白濁ながら右側カイロのように結晶化します。カイロの熱源は結晶化するとき発熱反応を利用しています。結晶化したカイロを熱湯で温浴すると、結晶が融解して透明状態となります。結晶化⇄融解の可逆反応を利用しているので、“繰り返し使用可能”なEcologicalな懐炉ということになります。小型反応熱量計“SuperCRC”のテクニカルノートTN\_37, TN\_38でも同一物質の測定例を紹介しています。今回は大型リチウムイオン電池の発熱を測定するシステムを使用しました。



測定手順 : ECOカイロパック2袋の中身 (酢酸ナトリウム3H<sub>2</sub>O+蒸留水) 約120 g をラミネートフィルム製パウチ (Al+PET) に充填します。充填中にECOカイロは結晶化を開始して硬くなっています。このパウチを80°C以上で温浴させて結晶化した酢酸ナトリウム3H<sub>2</sub>Oを融解させ、液体 (ゼリー状) に戻します。室温に戻しても酢酸ナトリウム3H<sub>2</sub>Oは過冷却状態でも液体状態を保持しています。結晶化を開始させるには、酢酸ナトリウム結晶数mg (たね結晶) をパウチのキャップを開けて投入します。たね結晶が落下した位置 (Fig\_01の46min付近) から結晶化を開始します。 Fig\_01の温度曲線と熱流曲線はその形状が大きく異なっているように見えます。それはなぜでしょうか？

Fig\_01に示す熱流曲線はサーモパイル(熱流センサ)からの生データです。一般に熱流信号は大きな時定数を持つために時間的な遅れがあります。一方温度信号の熱電対は時定数が小さいので熱的な遅れは小さくなっています。

# Technical Note テクニカルノート LIB-06 '2016-12-07

## Title: Packed Sample ECOカイロの結晶化プロセスの発熱特性

Fig-02 : 結晶化開始から3min40secの熱流曲線と温度曲線

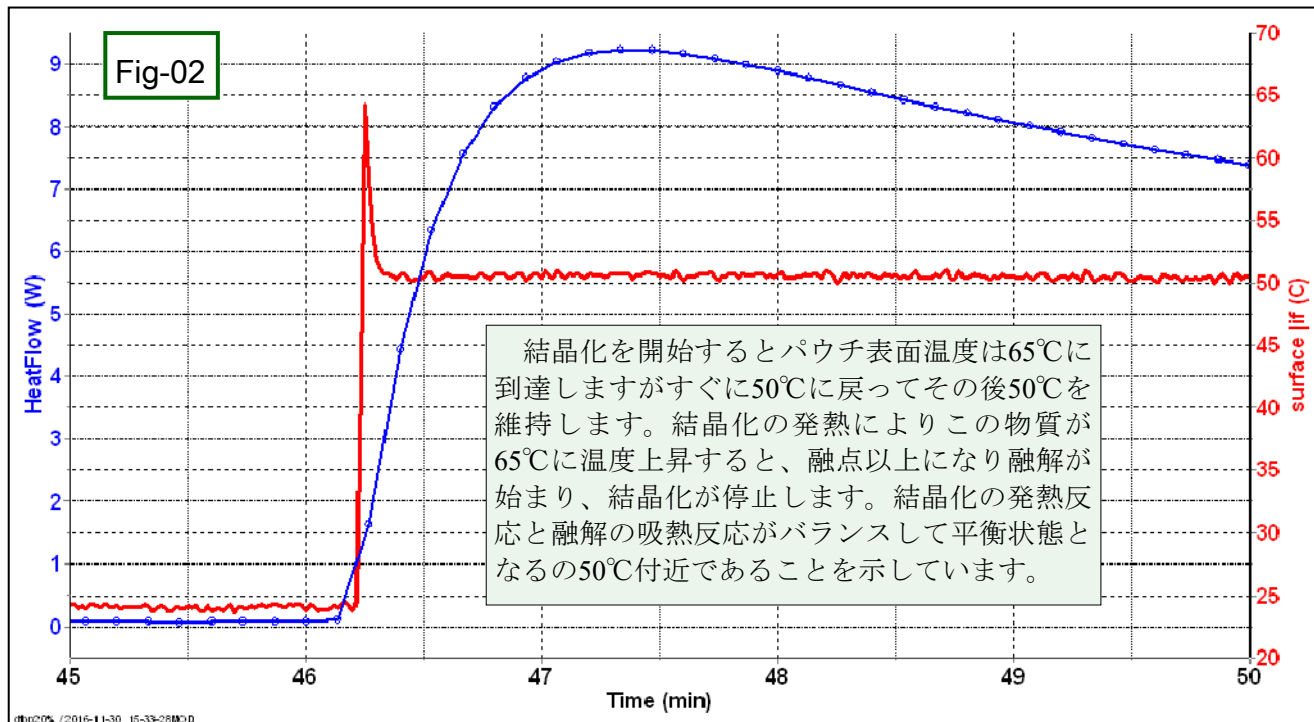
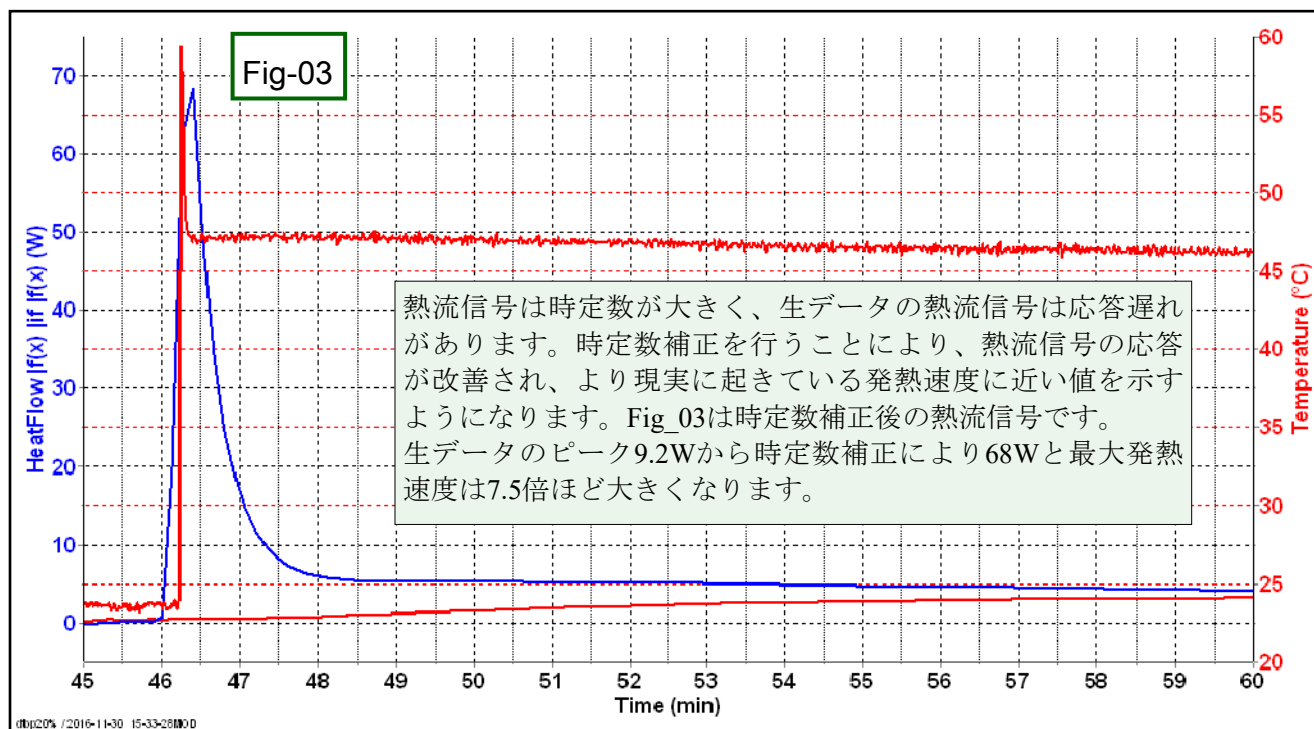


Fig-03 : 結晶化開始から14min間の熱流曲線と温度曲線



測定サンプル重量が120gと大きいので、熱流センサーを通過する信号は遅れを伴います。AKTSソフトウェアの逆変換フィルタ機能により時定数補正を行うことにより、熱流信号はより真実に近い熱流信号に変換することができます。

PalMetrics 株式会社パルメトリクス  
〒357-0038 埼玉県飯能市仲町12-9 YKS飯能駅前ビル  
電話 042-978-8655 FAX 042-978-8664

# Technical Note テクニカルノート LIB-06 '2016-12-07

## Title: Packed Sample ECOカイロの結晶化プロセスの発熱特性

Fig-04 : 結晶化開始から4.5時間の熱流曲線と温度曲線

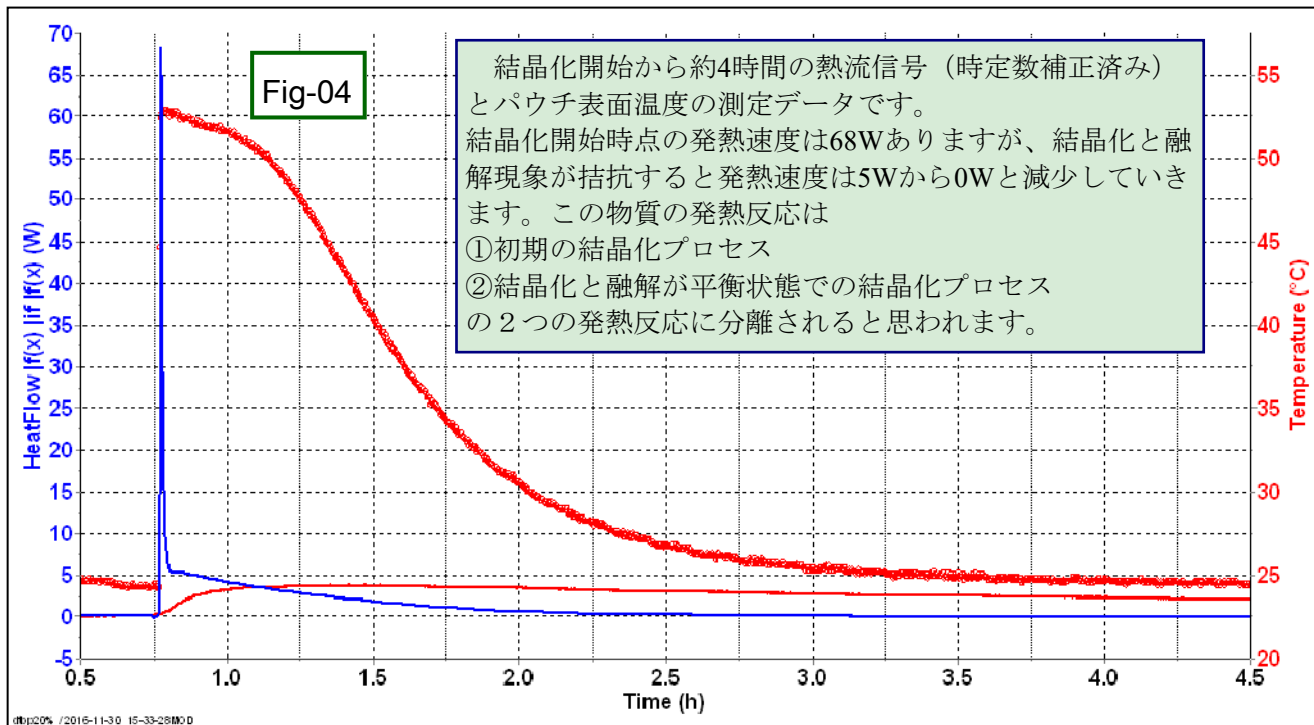
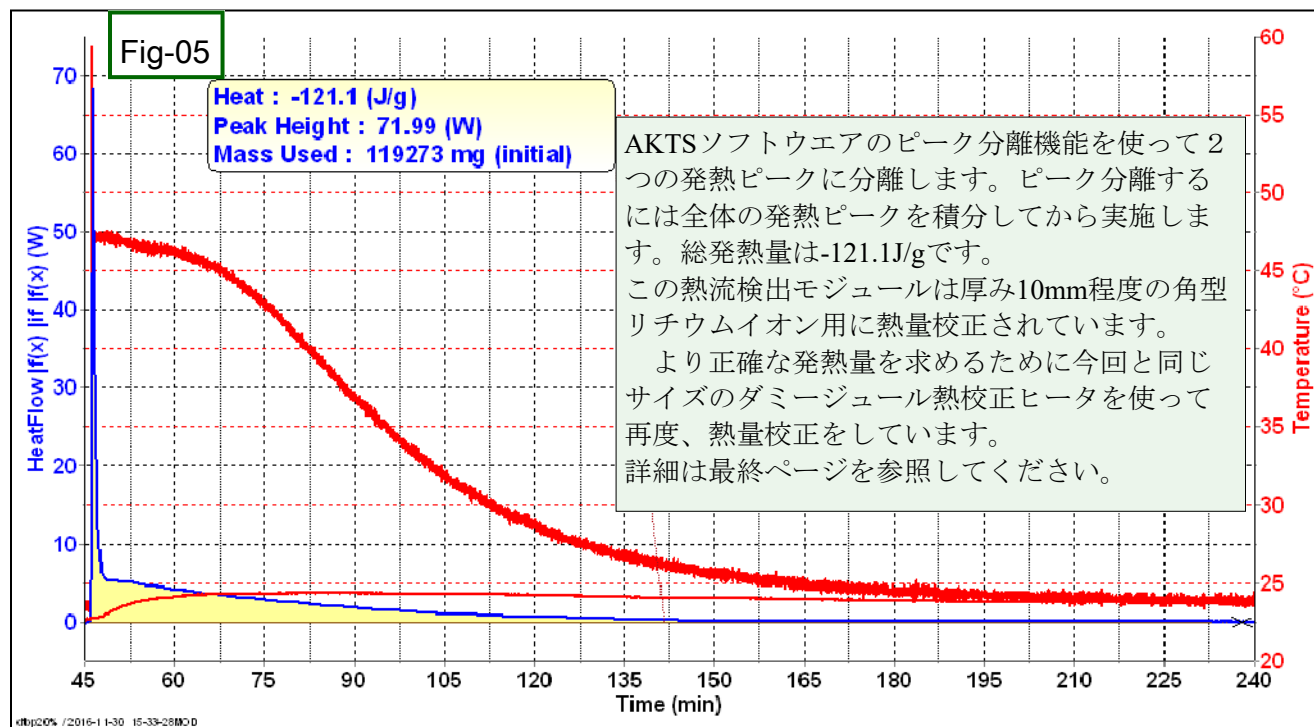


Fig-05 : 結晶化開始から4.5時間の熱流曲線と温度曲線



AKTSソフトウェアにはピーク分離機能があります。ピーク分離する場合、事前にオリジナル熱流信号の時定数補正を行わないでピーク分離すると間違ったピーク分離となります。時定数補正してからピーク分離をすることが不可欠です。

PalMetrics 株式会社パルメトリクス  
〒357-0038 埼玉県飯能市仲町12-9 YKS飯能駅前ビル  
電話 042-978-8655 FAX 042-978-8664

# Technical Note テクニカルノート LIB-06 '2016-12-07

## Title: Packed Sample ECOカイロの結晶化プロセスの発熱特性

Fig-06 : 2つの発熱ピークにピーク分離した結果

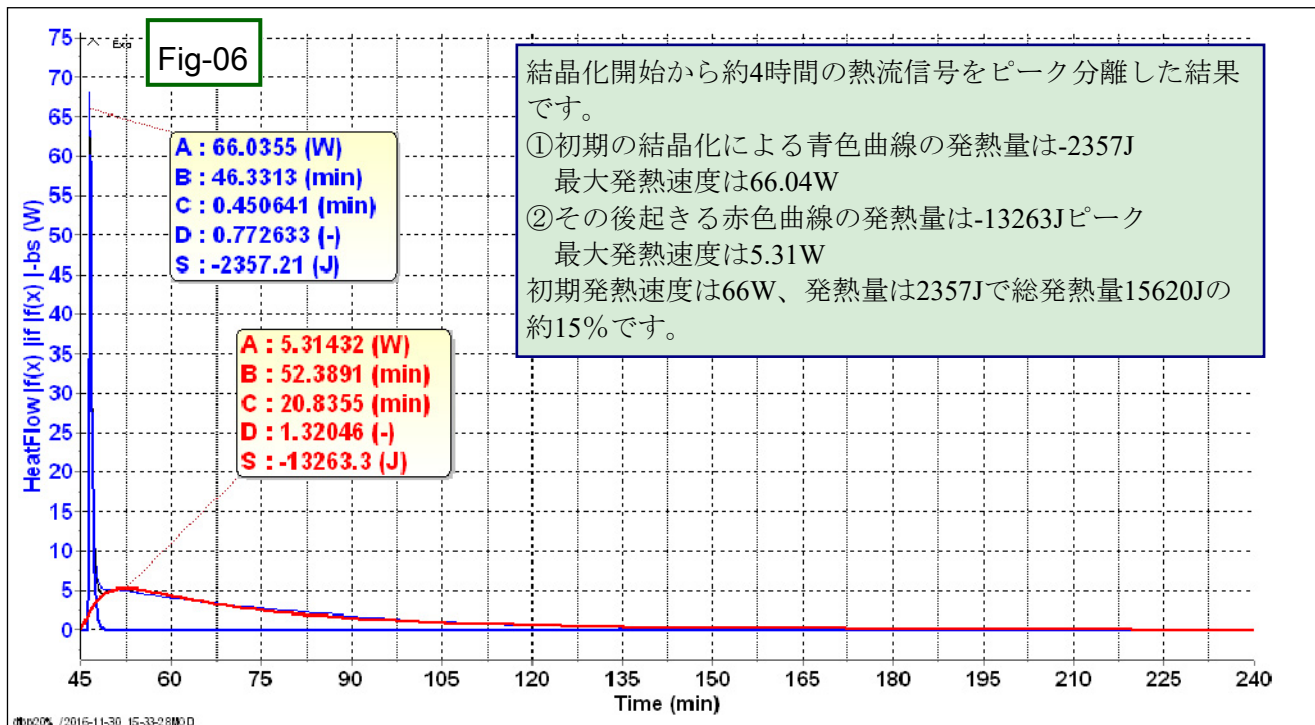
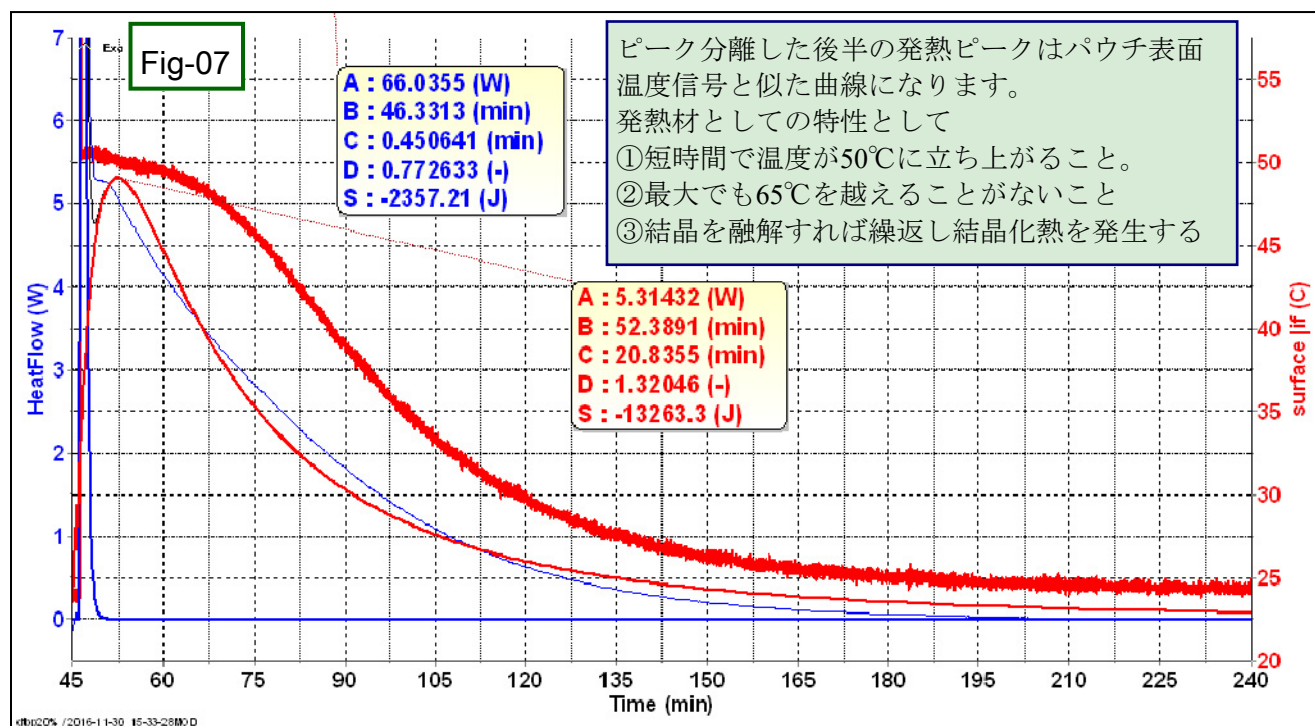


Fig-06 : 2つの発熱ピークにピーク分離した結果、



重量が120gのような大型測定サンプルを測定するときは測定サンプルにフィルムヒータを貼付け、ジュール熱校正を再度実施することにより、正しい発熱量を求めます。

PalMetrics 株式会社パルメトリクス  
〒357-0038 埼玉県飯能市仲町12-9 YKS飯能駅前ビル  
電話 042-978-8655 FAX 042-978-8664