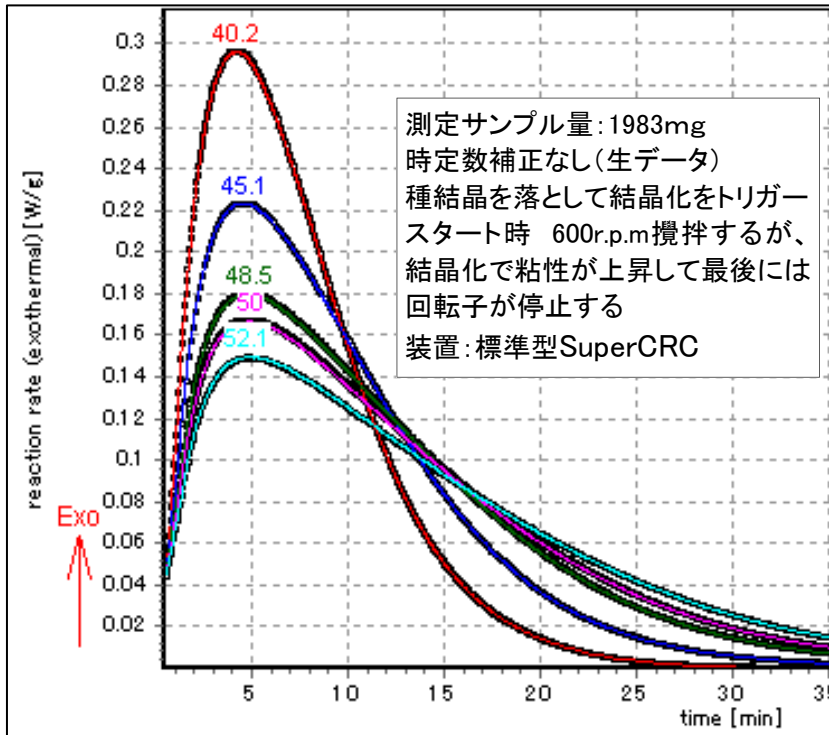


Technical Note テクニカルノート No.TN-38 3-April '08

Title: 測定サンプルの温度上昇幅と発熱速度関係

酢酸ナトリウム3水和物に少量の水を加えた液体状態のエコパッドを結晶化させると160~180J/gの結晶化熱を短時間で発生します。このときエコパッドは結晶化が終了するまで“結晶化温度”を維持することを利用して発熱速度とバイアル内部のサンプル温度の関係を知ることができます。

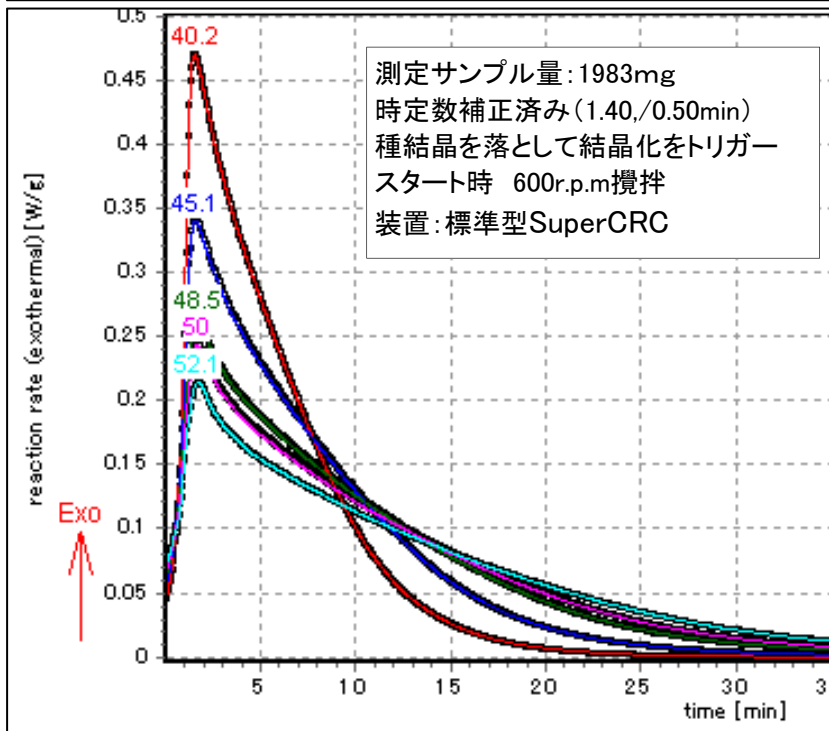


たね結晶を過飽和用溶液中に落とすとすぐに結晶化がスタートします。結晶化熱によりエコ・パッドのサンプル温度は急上昇します。今回のように攪拌しながら結晶化するとサンプル温度は55.2℃まで上昇しますが、それ以上になると結晶が融解するので結晶化が抑制されます。生データでは300mW/gの発熱ピーク時点でサンプル温度とCRC検出部の温度差は(55.2-40.2=15.0℃)ほどあることになる。

サンプル温度が48.5℃のときCRC検出器部との温度差が6.7℃あると180mW/g程度の発熱速度になる。

サンプル温度が52.1℃のときCRC検出器部との温度差が3.1℃になり、150mW/g程度の発熱速度になる。

注) サンプル温度は白金抵抗温度計で計測しています。



時定数補正をして実際の発熱速度と測定サンプルと検出器温度の差を比較すると下記の表となる。

| ΔT °C | 発熱速度(mW/g) |
|---------------|------------|
| 15.7 | 470 |
| 10.2 | 340 |
| 6.7 | 260 |
| 5.2 | 240 |
| 3.1 | 220 |

結論:

サンプルが発熱したとき、サンプル温度の温度上昇幅を10℃以内にするにはサンプル量が350mW以下にすることが必要です。

結晶化をトリガーする方法: バイアルの中に酢酸ナトリウム・3水和物の結晶の小片を落とし込むことにより液状の酢酸ナトリウム過飽和水溶液が結晶化スタートします。このテクニカル・ノートはテクニカル・ノートNo.37 と併せてお読みください。