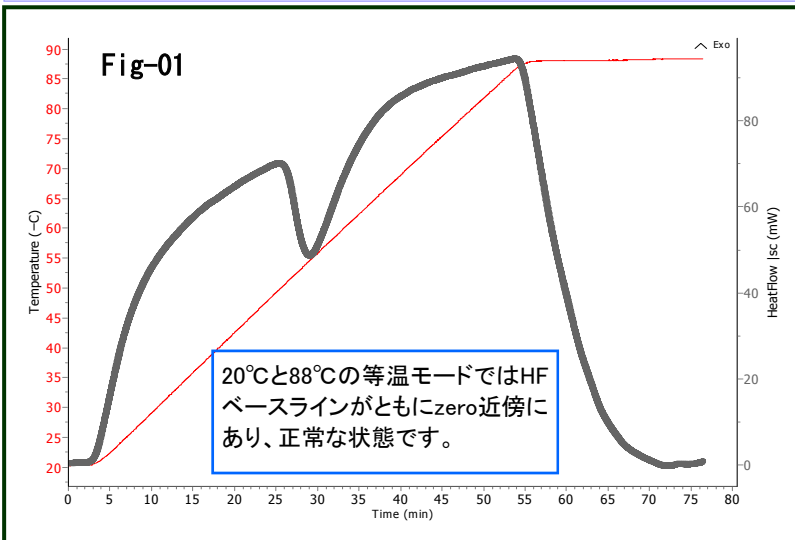


# Technical Note テクニカルノート No.TN-58 '09-03-31

## Title: Calistoデータ処理ソフトのブランクファイル補正



測定サンプルは硝酸アンモニウム(862mg)、球形顆粒状(直径が1-2mm)のため、隙間が多く、容器との熱接触が良くありません。このためアルミニウム粉末を1550mg加え、伝熱を良くします。基準サンプル側には測定サンプル側と同じ熱容量になるようにアルミニウム粉末を2394mg充填しました。

昇温速度 2K/min(実際は1.1~1.0K/min)

温度範囲20°C~88°C

望みべくは測定データのHFベースラインが大きく変動しないことですが、現実にはFig-01のようにベースラインが大きく変動します。

当社で使用している初代SuperCRCは長年使用されてきたためか等温モードの測定では問題なく使用できても、昇温モードではベースライン変動が大きくなっています。しかしSuperCRCの検出器を交換するほど劣化している訳ではありません。しかし大きなベースライン変動の測定データ解析は間違った解釈をする危険があります。より正しい解析をするには“ブランクファイル補正”が有効です。

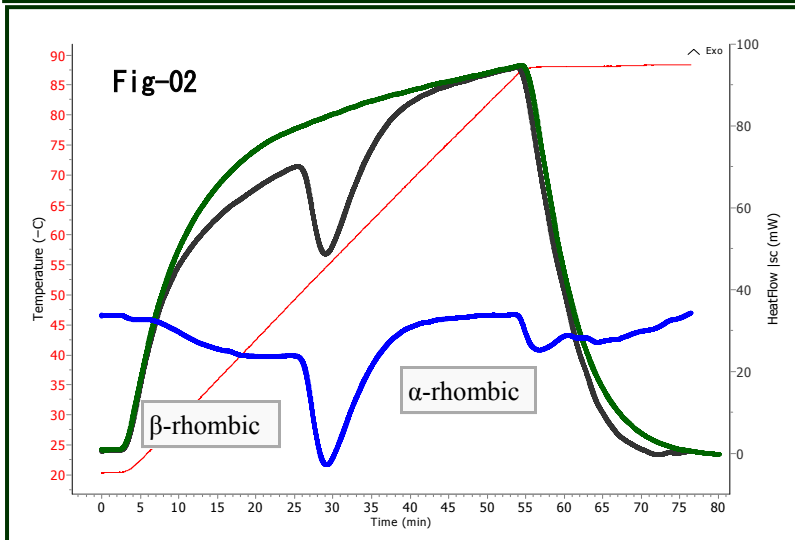


Fig-02の緑色の曲線は測定サンプルに代えて、アルミニウム粉末を2834mg充填して測定したブランクファイルです。

一般のDSCでブランク測定といえば、測定・基準側は空容器のままで測定した測定データを意味します。しかし、サンプル量が大きなSuperCRCの場合は実測定に近い熱容量のサンプルを充填して測定した測定ファイルとなります。

Fig-02の青色曲線は測定データ(灰色)からブランクデータ(緑色)を差し引いたものです。なお50°C~65°Cの吸熱ピークは硝酸アンモニウムのβ-rhombicからα-rhombicへの結晶転移に

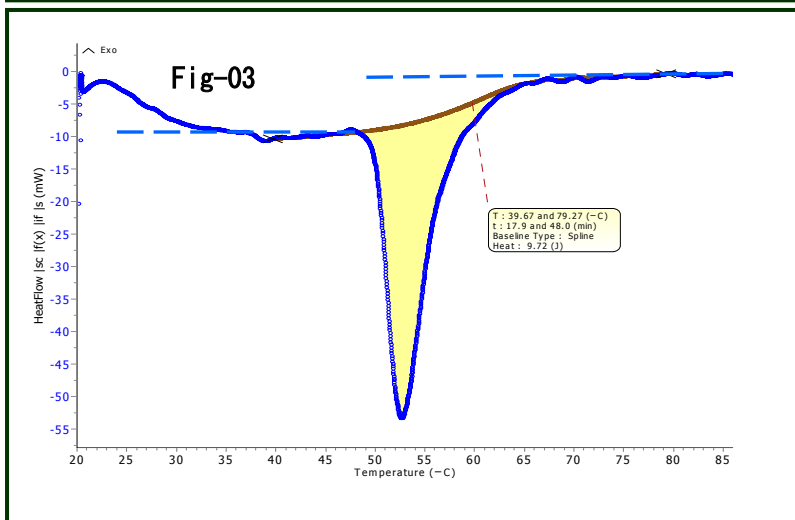


Fig-02の緑色の曲線を

- 1) 時定数補正を行い
- 2) Spline曲線のよりHFベースラインを定義して
- 3) 結晶転移ピークを積分しました。

吸熱エンタルピー変化は 9.72J

結晶転移のあとHFベースラインが発熱側にシフトしている理由は結晶転移後、硝酸アンモニウムの比熱が小さくなったためです。

このように昇温モードでHFベースラインが大きく変動しても、ブランク・ファイル補正によりより正確な解析が可能になります。

一般のDSC(示差走査熱量計)のデータ処理ソフトウェアは、ブランクファイルと測定ファイルを差し引く“ブランクファイル補正機能”があります。SuperCRCの昇温モードのベースライン変動は一般のDSCのそれよりも大きいので、このブランクファイル補正が必須機能です。

Calistoには強力な関数機能;(F(x)機能があり、測定ファイル間の差し引き(Subtract)が可能になります。