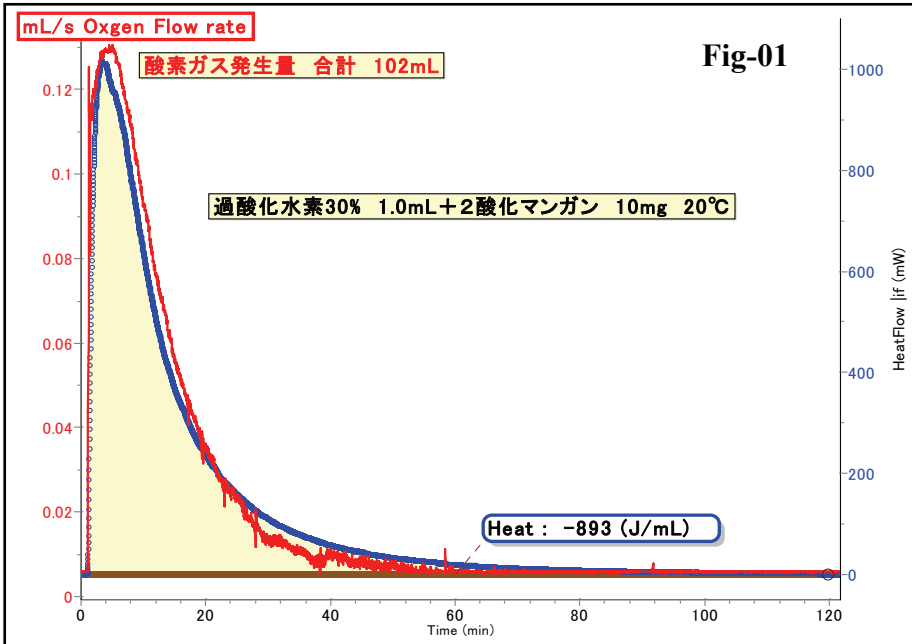


# Technical Note テクニカルノート No.TN-60 '09-03-31

## Title: SuperCRC+Alicat ガスフローメータによる同時測定例

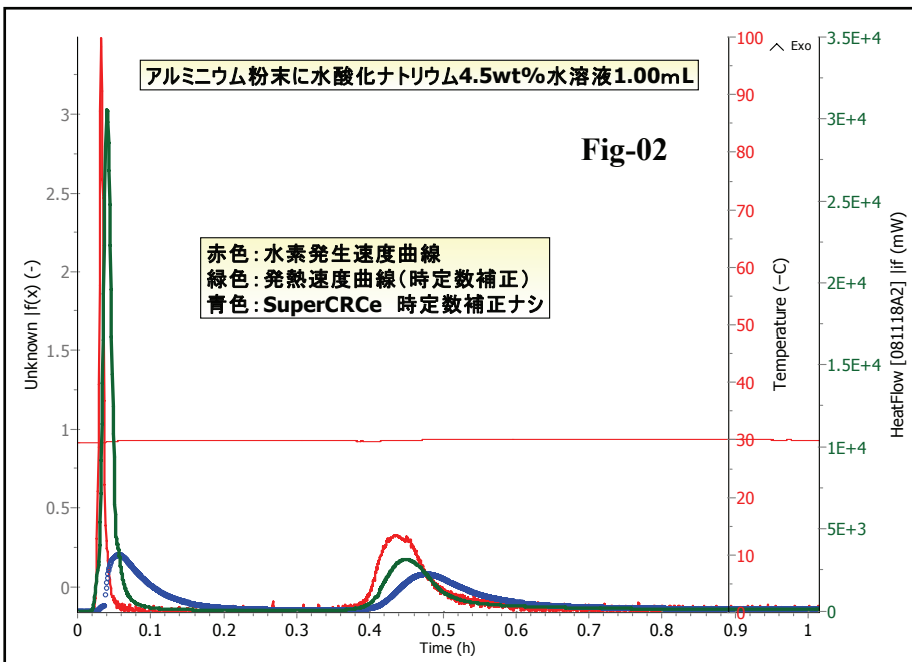
SuperCRCは圧力センサー／ガス流量計の接続端子があります。  
 Alicatのガス流量計 モデルM200SLPM(フルスケール200mL/min)を使い、過酸化水素水+二酸化マンガ(触媒)による酸素ガス発生プロセスやアルミニウムの強アルカリ水溶液による水素発生プロセスを測定しました。  
 ガス発生プロセスの反応熱(発熱速度)とガス発生速度の同時測定データを比較し、各測定データの特性を調べました。



**Fig-01の測定条件と測定手順**

- 15mLバイアルに2酸化マンガ 10mgを充填する。
- 20°Cに等温保持のSuperCRCに①のバイアルをセットする。
- 2mLシリンジに1.0mLの過酸化水素(濃度30% 特級試薬)を充填し、SuperCRCにセットする。
- 30分間温度を安定化させたのち過酸化水素をバイアルに注入する。

発熱速度(mW)とガス発生速度のプロファイルが良く一致しています。反応開始から120分間の反応熱は-893J/ml(過酸化水素)と酸素ガス発生量102mLが得られました。



**Fig-02の測定条件と測定手順**

- 15mLバイアルにアルミニウム粉末(60 μm以下60%)を200mgを充填する。
- 30°Cに等温保持のSuperCRCに①のバイアルをセットする。
- 2mLシリンジに1.0mLの水酸化ナトリウム(4.5wt%濃度)を充填し、SuperCRCにセットする。
- 30分間温度を安定化させたのち水酸化ナトリウム水溶液をバイアルに注入する。

発熱速度(青色mW)とガス発生速度(赤色)のプロファイルは一致しませんが、時定数補正した発熱速度データ(緑色)は赤色のプロファイルに近づきます。

Fig-01のようにゆっくりした反応速度の場合、ガス発生速度と発熱速度(mW)のプロファイルは重なり合います。Fig-02のように反応速度が非常に速い反応では、時定数が大きな熱流信号(mW)は実際の反応より遅れて表示されます。このように速い反応は時定数補正が必須です。

Technical Note テクニカルノート No.TN-30 '09-03-31

Title: SuperCRC+Alicat ガスフローメータによる同時測定例

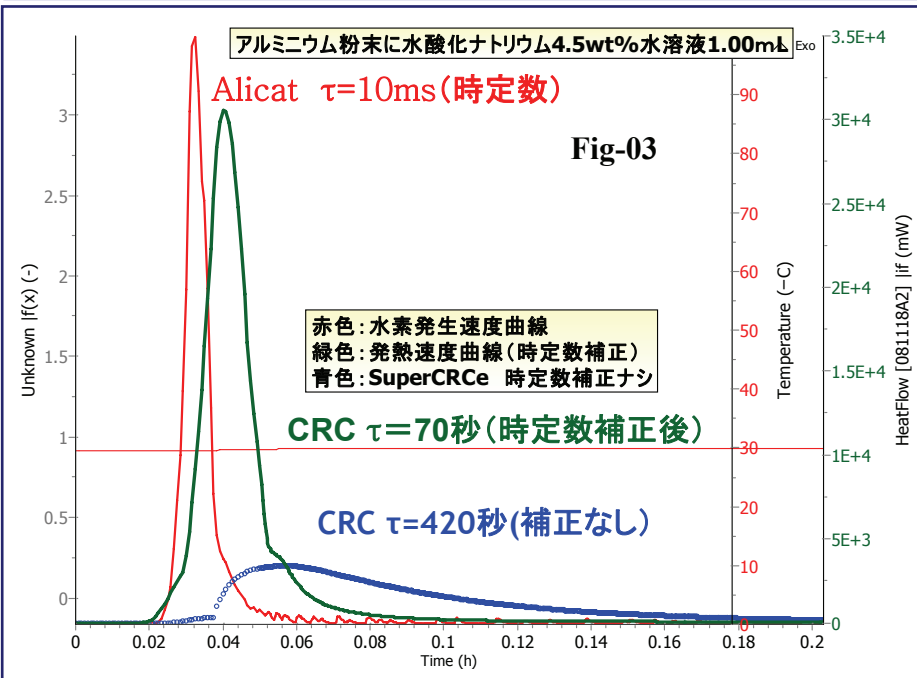


Fig-03はFig-02の1stピークの時間軸を拡大表示したものです。1stピークのオリジナルピーク高さは3.2W,時定数は420秒です。このピークを時定数補正するとピーク高さは9倍の30Wぐらいいなり、時定数は70秒になります。(高速型SuperCRCE)一方、Alicatのガスフローメータの時定数は10ms(カタログ仕様)であり、数秒で完結する高速反応にも応答が可能です。ガス発生速度から1stピークは数10秒で反応が終結していることがわかります。熱量信号も時定数補正をすれば1stピークの高速反応のトラッキングが可能です。

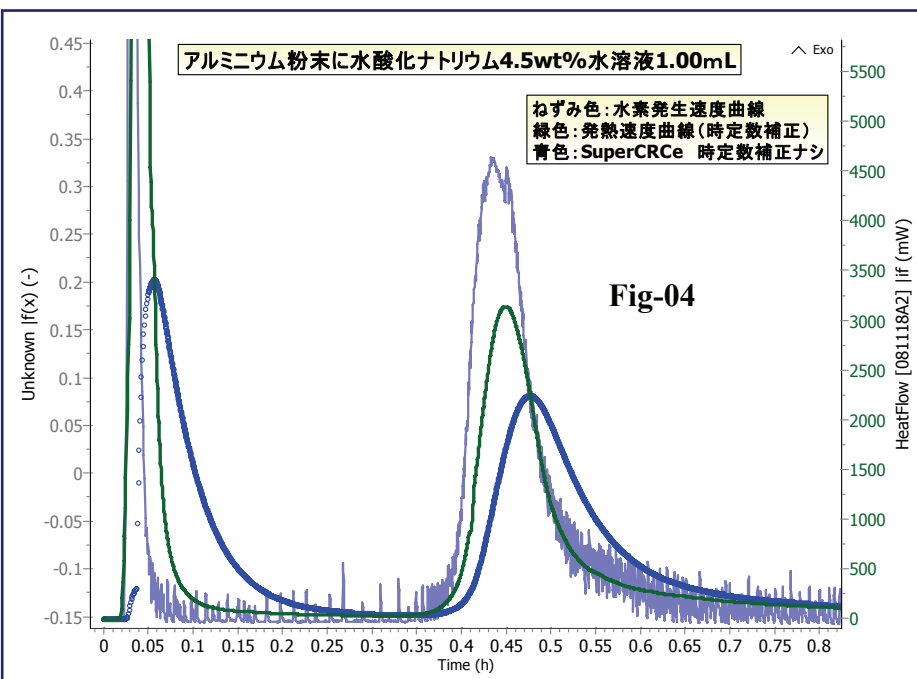


Fig-04はFig-02の2ndピークまで時間軸を拡大表示したものです。2ndピークはオリジナルデータのピーク値は約2200mWです。時定数補正後のピーク値は35%増しの3000mWです。このように時定数補正をしてもピーク形状が大きく変動しない場合の反応速度(発熱速度)はそれほど大きくないことを示しています。2ndピークはガス流量計の信号と時定数補正後の熱流信号のプロファイルが良く一致していることがわかります。

ガス流量速度が低い領域で信号がノイズのように見えますがノイズではありません。リアクター内で水素ガスが発生するとき直径1mmほどの気泡となってガス発生が間歇的、パルス的になるためです。

Alicatガスフローメータのアナログ出力端子(0-5V出力)をSuperCRC圧力センサー/流量計用接続端子に接続します。ガスフローメータ出力が5.000Vの時、WinCRC-turbo上で5000psiと表示します。流量計を接続する場合、WinCRC-TurboのoperateパネルのFlowmeter Enable をONとします。SuperCRC(リアクター容量15mL)に使用する流量計のレンジスケールは0.2L/min程度が適当です。

SuperCRCの熱流信号がどこまで高速の化学反応をトラッキングできるか?が推定できる測定例となりました。Fig-02の測定データはAlicat・ガス熱量計の応答速度性能(τ=10ms)をあまり示していません。熱量測定で十分に対応できない部分をガス流量計による同時測定が補完してくれます。