

Technical Note テクニカルノート No.TN-61 '09-03-31

Title: リーク防止のため“ねじ口試験管”をリアクターとして使う

SuperCRCの測定中にシリンジまたはバイアルから反応溶液が検出器の周囲に漏れた場合、検出器に致命的なダメージを与えることがあります。反応溶液が強酸、強アルカリである場合や漏れた反応溶液が固化する場合です。とくに100°Cを越えるような等温条件ではシリンジに液体を保持させながら、シリンジに反応溶液を注入する場合、シリンジから反応溶液が漏れ出し易くなります。とくに未知サンプルの場合、反応溶液を注入した後、激しく反応してシリンジから反応溶液が引き出すこともあります。リアクター内部でどのようなことが起きても、反応溶液の漏洩を防止できるリアクターを考案したので紹介します。



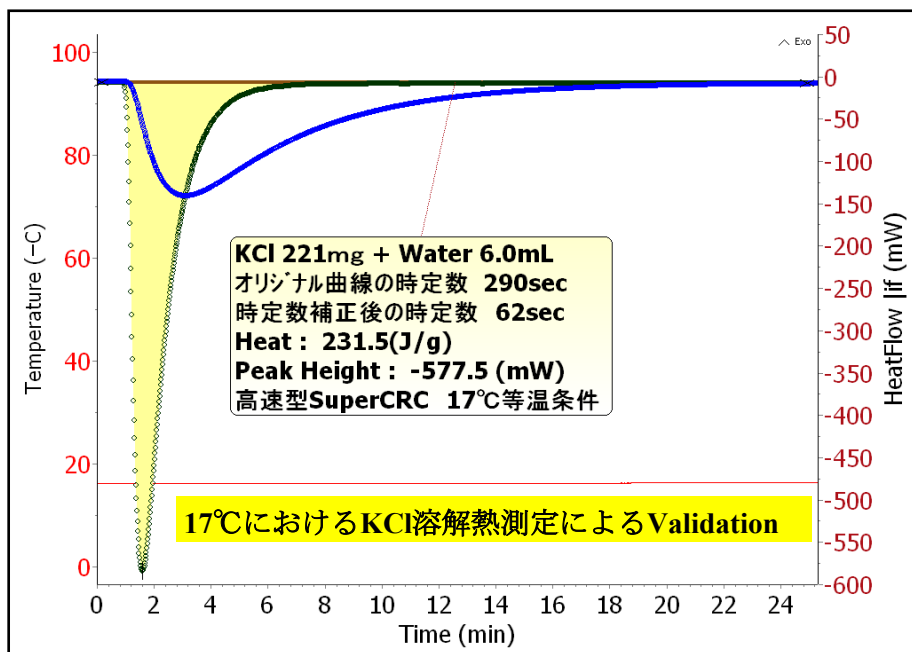
構成部品

①ねじ口試験管 口径18mmφ
長さ150mm

(市販規格品のねじ口試験管)
ねじ口試験管の付属ねじ蓋は密閉タイプです。シリンジバイアルのように使用するにはCRC用シリンジバイアルの穴つき蓋とセプラムを使用します

②18.0mmφの口径をCRCバイアルの口径20.65mmにフィットさせるためのスリーブです。試験管内部を目視できるように観察窓が2箇所あります。

③試験管の上部の固定と上部保温(還流防止)のためのアダプターです。



ねじ口試験管と純正バイアルを比較するとねじ口試験管は容器重量の増加、試験管スリーブの熱抵抗などにより感度が幾分低下する。また熱容量が大きいため、時定数も大きくなる。

SuperCRCのKCl溶解熱によるバリデーション測定の結果、17°Cの推定溶解熱248J/gに対して7%低い値となっている。

時定数の値も増加するがAKTS/Calistoソフトウェアの時定数補正により熱応答は改善される。この測定アクセサリは熱量検出性能は低下するものの、過激な反応プロセスが測定できるといったメリットは代え難い。

この測定アタッチメントは濃硫酸(濃度98%溶液)を180°Cの等温条件で沸点が150°Cの反応溶液を注入する反応プロセスを測定するために開発されたものです。サンプルを注入するセプラムがSuperCRCの上面パネルに露出しているため、確実に反応溶液を注入することができます。