

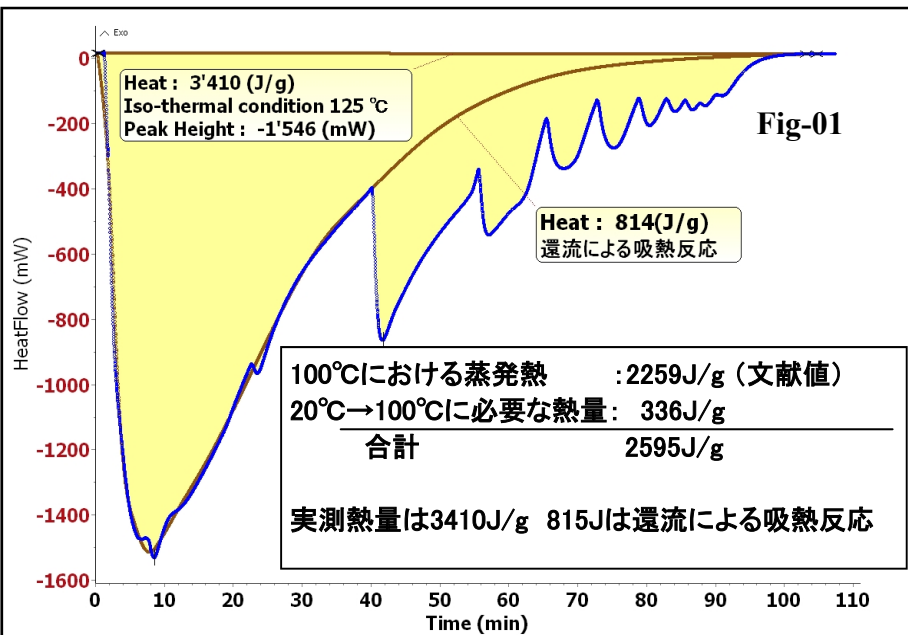
Technical Note テクニカルノート No.TN-62 '09-04-01

Title: “ねじ口試験管” リアクターの還流防止

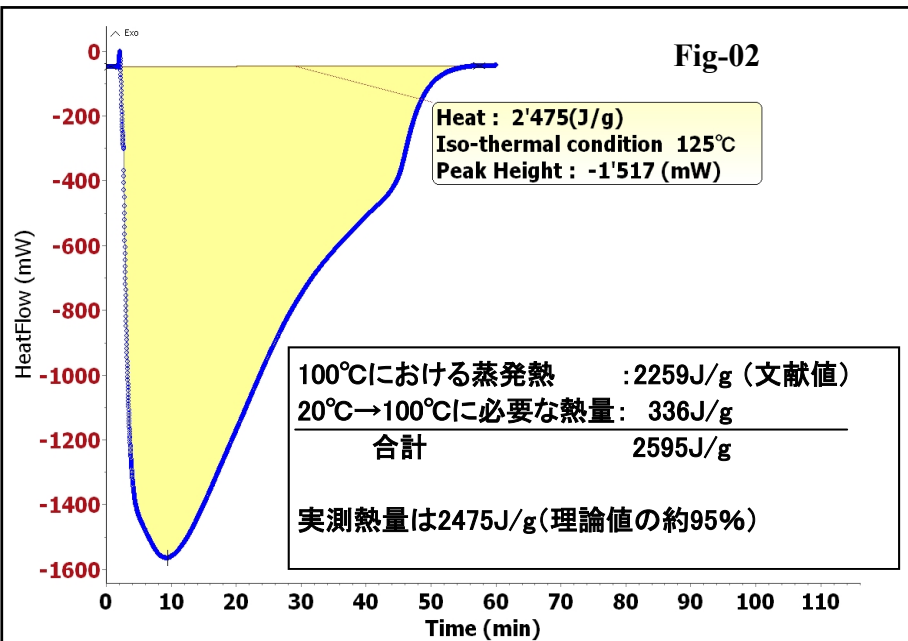
SuperCRCは“リアクター部”と“シリンジ収納部”が同一温度になるように温度制御されています。15mLバイアル内部では沸点付近の溶媒蒸気や反応した発生ガスが凝縮して還流することがありません。“ねじ口試験管”のようにリアクターが長くても、リアクター内部温度は均一のはずです。しかし実際には“ねじ口試験管”の上部は熱量計外部に露出しているので還流現象が起きます。結論としては還流防止用の保温アダプターが必要です。



保温アダプター



ねじ口試験管の上部の保温アダプターなしで測定すると、還流が起きます。すなわち125°Cの水蒸気がねじ口試験管上部で冷却され凝縮し、再び試験管底に落下逆流します。そのため落下した水滴を再び加熱し、蒸発させるための熱量が検出されます。水蒸気が“ねじ口試験管”から排出され、還流する水量は減少して、最後にすべての水が蒸発します。100°Cにおける蒸発熱(文献値 2259J/g)と20°Cから100°Cに加熱する熱量(336J/g)の合計2600J/gと比較して測定熱量は3410J/gと蒸発熱の1.31倍の値になっています。



ねじ口試験管のねじ口はシリンジバイアル用の穴つき蓋を組み合わせています。この蓋部分は熱量計の外気温と接しています。このため蓋の周辺で水蒸気が凝縮して還流を起こします。保温アダプターは①試験管上部の保温機能が あります。その他、保温アダプター機能は  
②長い試験管の垂直保持  
③セプタムから液漏れした場合の液漏れストッパー  
があります。

Fig-01, Fig-02はAKTS/Calistoによるデータ処理 時定数補正ナシ, 125°C等温条件 高速型SuperCRCe

水の蒸発熱がどの程度、正確に測定できるか？ 還流が起きないか？を調べるために測定しました。測定方法は“水1.00mLを充填したねじ口試験管”と“空のねじ口試験管(基準サンプル)”を同時に125°Cに等温保持されたSuperCRCにセットしています。