

Technical Note テクニカルノート No.TN-64R '12-07-25

Title: 第4世代SuperCRCによる昇温測定例

SuperCRCは等温条件下で複数のサンプルを混合したときの反応熱を測定する小型反応熱量計として設計され、昇温制御は高精度仕様ではありませんでした。2009年9月から登場した第4世代SuperCRCは温度制御が強化され、昇温速度は0.1℃単位で0.1～3.0K/minまで設定が可能です。SuperCRCはグラムスケールのマクロDSCとしての機能を持つようになりました。

Fig-1の測定条件

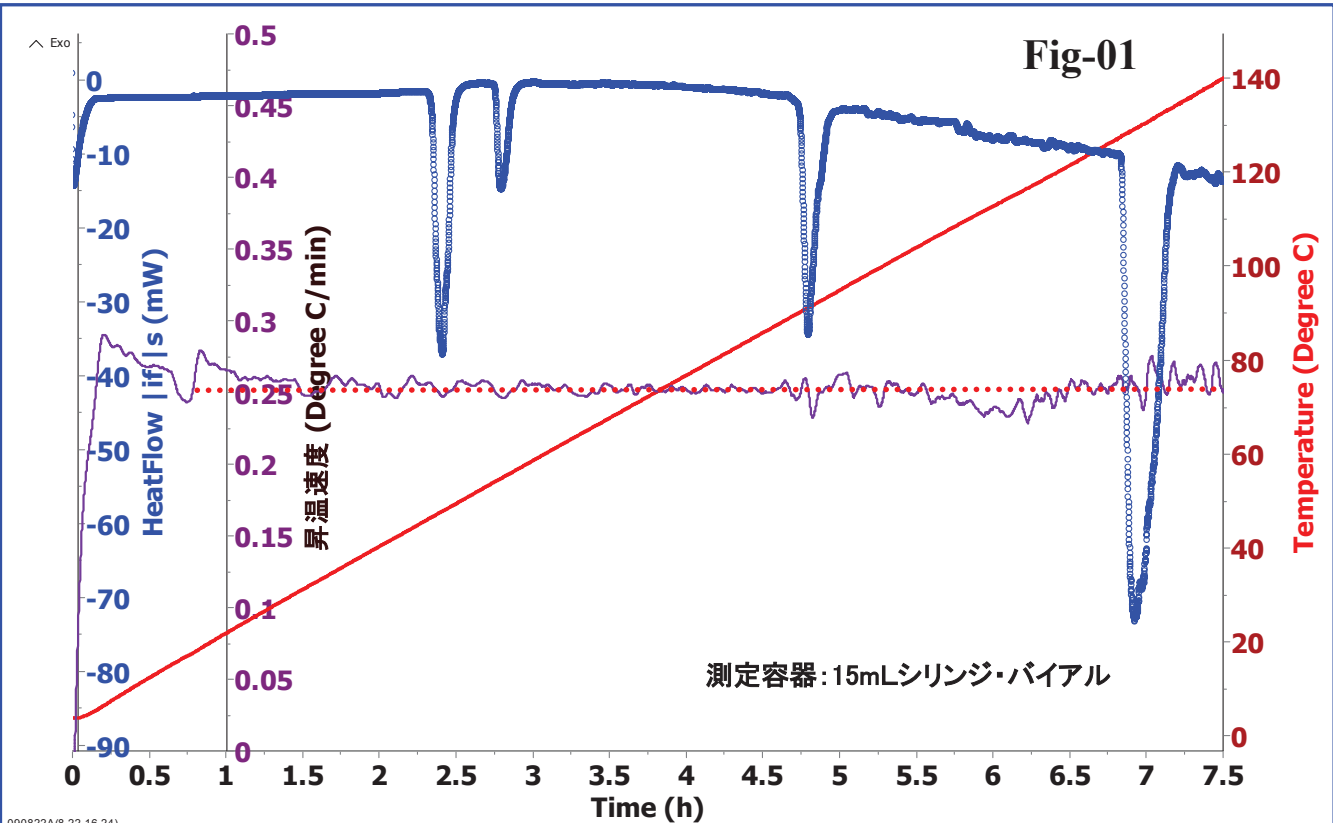
測定機器: 第4世代SuperCRC

昇温速度: 0.25K/min

測定サンプル: 硝酸アンモニウム(特級試薬)

サンプル重量: 1.005g+アルミニウム粉末3g

基準サンプル: アルミニウム粉末3g



Starting Temperature: 3.52 C
 Upper Temperature: 140.00C
 Ramp Rate: 0.25 C/min
 Isothermal delay before ramp: 180.00 min
 Sampling Rate: 1.00 sec/pt
 Test Duration: 15.00 hr
 Test Run Description:

新しい4rdSuperCRCの制御ソフトウェアWinCRCに保存される測定データは市販の解析ソフトウェアへの読み込みが容易になるように、テキスト・データとなりました。保存される信号は時間、温度、mW、mL、psi (圧力)、電圧(予備)の6種類です。

----- DATA LIST -----

No.	min	deg	mW	mL	psi	V
0	0.00	3.766	-4.805	0.00	0.0	-0.00
1	0.02	3.764	-4.787	0.00	0.0	-0.00
2	0.03	3.762	-4.769	0.00	0.0	-0.00
3	0.05	3.755	-4.623	0.00	0.0	-0.00

Fig-01のチャート表示はAKTS/Thermokintics(Calisto)でデータ処理をしています。
 昇温速度を0.5℃/minスケールで表示昇温速度が0.25K/min一定であることがわかります。



注: CRC90を第1世代CRCであるCRC90から第2、第3、第4世代のSuperCRCが登場しています。

Title: 第4世代SuperCRCによる昇温測定例

Fig-2の測定条件

測定機器: 第4世代 SuperCRC OmniCal, Inc(USA)

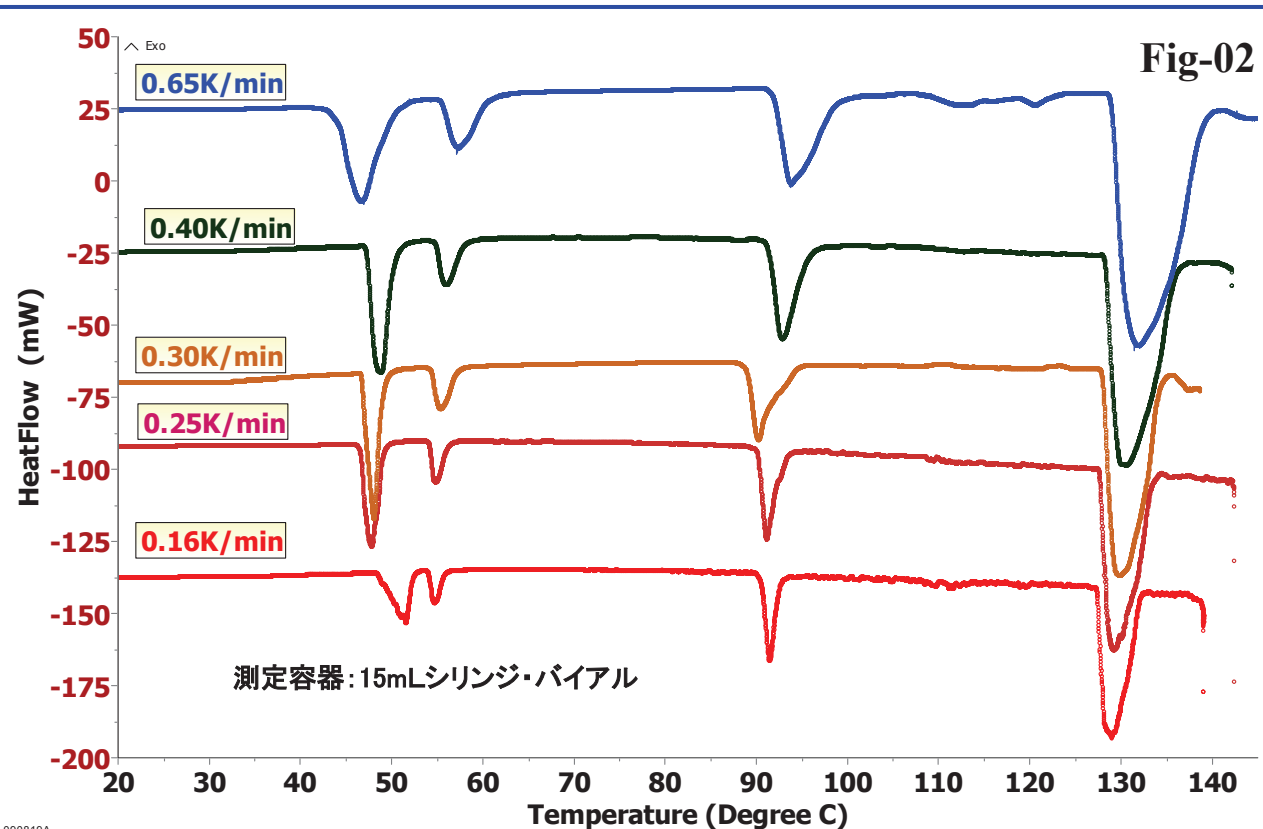
昇温速度: 0.16, 0.25, 0.30, 0.40, 0.65K/min

測定サンプル: 硝酸アンモニウム(特級試薬)

サンプル重量: 1.005g+アルミニウム粉末3g

基準サンプル: アルミニウム粉末3g

注: 冷却は140℃まで昇温後、3℃に設定した恒温循環槽(Julabo1 FP-50)の冷媒をSuperCRCに循環し3~4℃まで冷却した。Fig-2のいずれの測定データもサンプルは同一であるが、3~4℃で保持した時間が異なる。



090819A

Fig-2のように異なる昇温速度でSuperCRCによるDSCデータを測定することは第2世代、第3世代SuperCRCでは不可能でした。第4世代SuperCRCでは温度制御精度の改善だけではなく

- ①熱流信号の低ノイズ化
- ②温度信号の読取分解能が0.001
- ③熱流信号の時定数の短縮化により、さらに応用測定が広がりました。

注:
第1世代CRCとはCRC90を意味します。

SuperCRCの利点は液体サンプルの場合、測定サンプルの攪拌が可能なので、測定サンプル量が大きくても、測定サンプルの温度均一性が確保できる。しかし測定サンプルが粉末になると攪拌ができないので、液体サンプルに比較して熱応答が悪くなる。

測定サンプルが粉末の場合、ガラス製シリンジ・バイアルに代えて金属製容器を使用したり、熱応答が改善できる粉末専用のサンプル容器(オプション製品)を使用する。

AKTS/Thermokineticsソフトウェアによる反応速度論解析はSuperCRCの昇温測定データ(0.10K/min~1.K/min)を4個測定すれば可能となる。

Fig-01のチャート表示はAKTS/Thermokinetics(Calisto)で処理しています。

この測定データは第4世代SuperCRC(前期バージョン WindowsXP)による測定例です。

2012-07現在、第4世代SuperCRC(後期バージョン)はWindows7化されています。

