

● 恒温壁熱量計 (RADEX) による熱安定性評価

TN366

Evaluation of thermal stability by isoperibolic calorimeter "RADEX"

[概要]

恒温壁熱量計 (RADEX) は、試料を空気流通下で昇温または等温保持し試料の発熱挙動を測定する装置です。空気流通下での酸化発熱挙動が評価できますので自然発火性評価に有用です。本装置の大きな特徴は、他の熱分析手法に比べて大量試料 (0.1~5ml) を取り扱えることです。たとえば自然発火性試験 (SIT) では薬の錠剤をそのまま測定することは困難ですが、本装置では錠剤を粉砕せず測定することができます。また不均一な試料でも試料量を増すことでより正確な測定が可能です。さらに密閉式高压容器を使用した試験では、加熱に伴う発生ガスの圧力の測定も可能です。

RADEX は、危険性評価用の熱分析装置として有用な装置です。しかし、雰囲気温度を制御する熱量計であるため定量的な熱的データを測定することが出来ない点や、攪拌機能がないため混じり合わない二相系のような試料では物質移動が不十分な場合もあり発熱開始温度に誤差を生じることもある点に留意する必要があります。

[装置]

測定にはスイス Systag 社製の RADEX を用いています。試料容器にはガラス製容器 (開放式、開放かつガス導入式)、密閉式のステンレス製高压容器 (圧力検出器取付け) があります。図 1 に RADEX 装置概略を示します。

試料はブロック (炉) 中で空気を介して均一に加熱されます。試料用の温度センサーは、試料と直接接触しないようガラス壁を介してセットします。炉と蓋のカバーは放熱防止 (温度の安定化) の役目と共に、吹き込むガスを炉の温度まで予熱する働きがあります。試料の発熱、吸熱は試料と炉の温度差 (ΔT) で計測し、これを時間の関数として記録します。試料に熱的な変化がなければ、 ΔT はほぼ 0 ですが発熱すると正に、吸熱すると負になります。装置の熱量検出感度は、試料の比熱に依存しますが 0.5~5mW/g です。

図 2 に測定結果例を示します。試料 A は 160°C 付近から酸化発熱が検出されております。取扱温度との温度差が小さければ自然発火の危険性が考えられます。

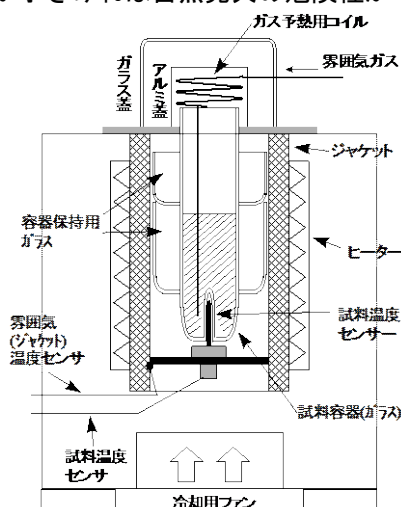


図 1 RADEX 装置概略図

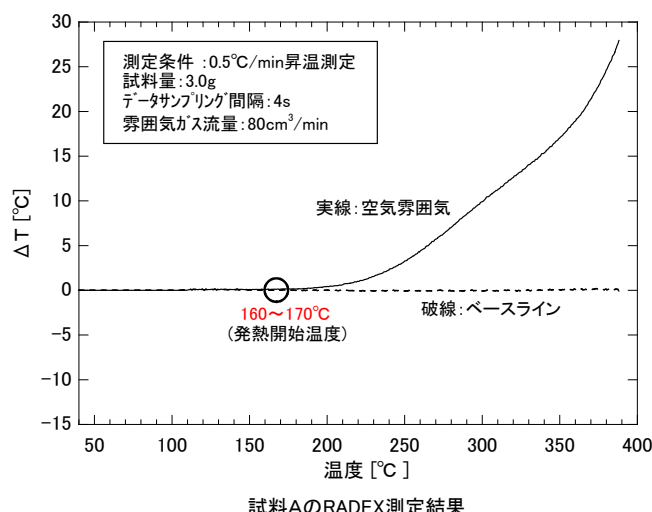


図 2 RADEX 測定結果例