

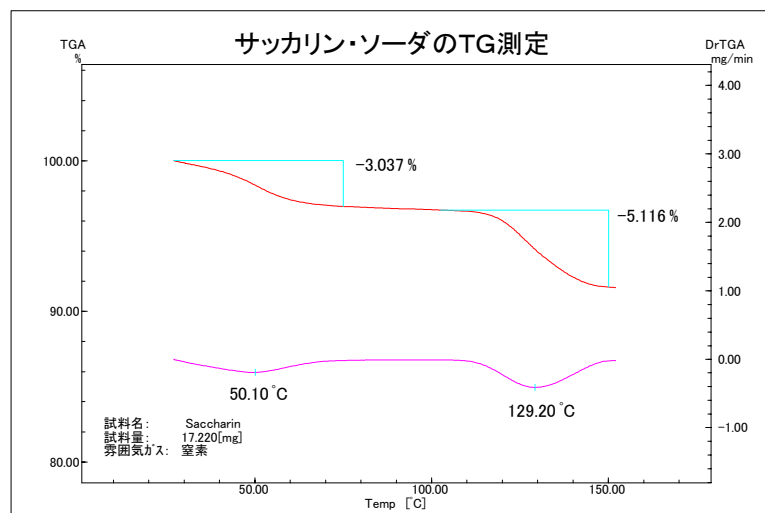
TGAとDSCによる結晶水と付着水の測定

試料に含まれる水の測定は、試料の安定性を評価したり、試料の構造を解析する上で非常に重要となります。試料中の結晶水や付着水はTGAで測定されます。

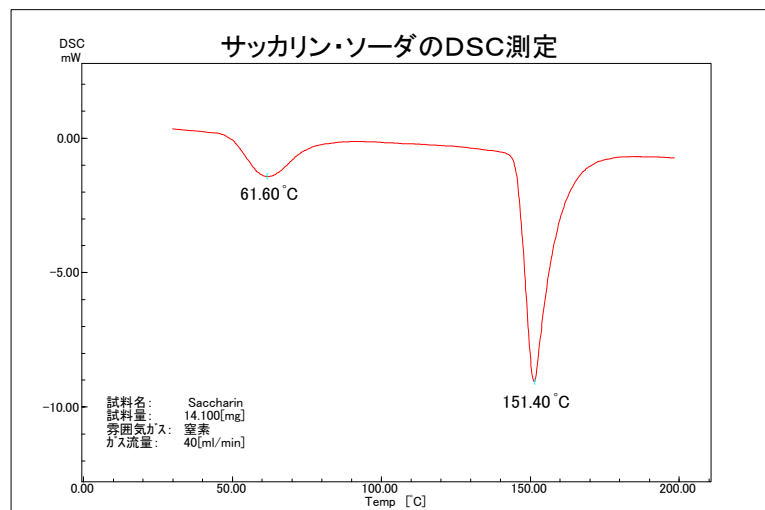
TGA測定において一般的に

水の脱離 $\left\{ \begin{array}{l} 100 \text{ 以上} \dots \text{ 結合水、結晶水} \\ 100 \text{ 未満} \dots \text{ 付着水、(結晶水)} \end{array} \right.$

と判断されます。ここではサッカリンソーダを測定しました。

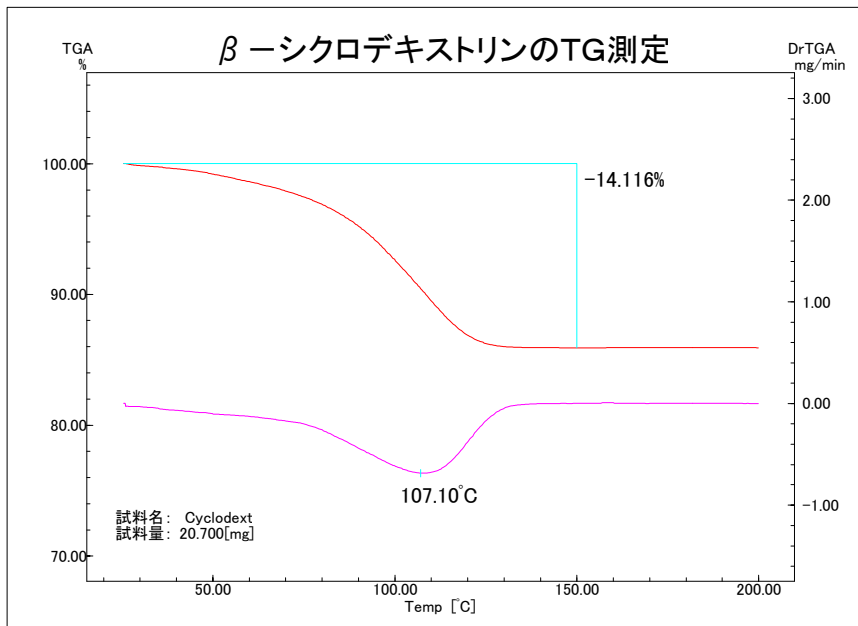


加熱に伴って2段階の脱水による減量が測定されました。100 未満で脱離する水が、結晶水であるか付着水であるかの識別は、密閉セルを用いたDSCで行うことができます。

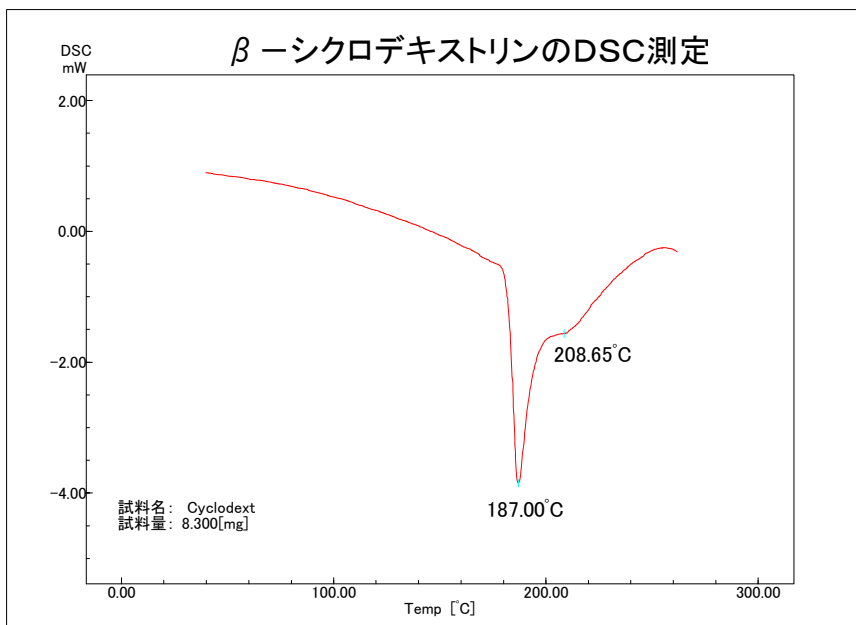


サッカリン・ソーダを密閉セルに入れ、加熱すると2つの吸熱ピークが測定されます。密閉セルでの測定においては水の蒸発は押さえられるので 61.6 のピークは結晶水が解離する時のピークで、この水は結晶水であると言えます。

次に シクロデキストリンを測定しました。



- シクロデキストリンを水で再結晶化させ、5 /min で加熱すると、14.1%の減量率を示しました。減量は130 付近で終了しています。



密閉セルに入れ、DSCで測定すると187 にシャープな吸熱ピークが現れました。 - シクロデキストリンは、包接水を持つことが知られており、このピークが包接状態からの脱離に相当している可能性があります。