

Technical Note テクニカルノート No.TN-21/1 18-Feb- '08

Title: SuperCRC 26ステップの基本操作 (クイック・マニュアル)

バリデーションテストのためのKClの溶解熱測定を例にして操作手順を説明します。
システムを壊さないための注意事項を加えました。

標準試料 KClの溶解熱測定を例に説明します。

(1) 攪拌方法の選択: 溶解熱測定にはマグネチック・スターラを使います。

測定試料側と基準試料側(以下S, Rと略称)のバイアル内部にマグネット回転子を置きます。

(2) サンプルの秤量: 試料量は150~200mg程度です。

特級試薬KClを mg単位まで読取り、秤量したのち、バイアルに充填します。

(3) シリンジに溶液を充填: 200mgのKClを4.0mLの水で溶解します。

(3) 2mLディスポーザブル・シリンジ+2インチニードル(合計4本)に、シリンジに精製水を満たします。(2×2mLをそれぞれS側とR側に注入することになります。)

シリンジ・ニードル・チップ(Cat.No.20390J)をニードルの先端に差し込みます。

シリンジをCRCにセットすると測定条件温度まで加熱され、シリンジ内の液体が膨張します。

ニードル先端をチップで栓をすることにより漏れを防止します。



10: ニードル・プラグ・チップ

シリンジの保温中にニードル先端からの液漏れ防止するためにニードルをチップに差し込んで栓をします。

ニードルの先端カット部分は3mm以上の長さがあるので、栓をするチップは5mm以上の厚みが必要です。

セパタムを短冊状にカットしたものをニードルプラグとして代用することもできますが、厚みが足りないばかりか、指先に針を突き刺すことがあり、専用のプラグチップを準備しました。

プラグ・チップを作業台においてニードル先端をチップに差し込み、ニードル先端がチップを貫通しないことがコツです。

(4) バイアルとシリンジのセット:

S側にサンプルKCl+回転子の入ったバイアル、R側に空バイアル+回転子、および水が充填されたシリンジを各2本S, R側セットします

最重要項目:

①ニードル先端の目視点検

(シリコン・ニードル・チップ)がバイアルの蓋のセパタの上に接触していることを、フラッシュライトを使って目視点検してください。

シリンジに充填された溶液が強酸、強アルカリの場合、注入した溶液がバイアルに注入されなくて、バイアルの外に漏れると、CRCの最も重要な部分の検出器が致命的ダメージを受けます。

Technical Note テクニカルノート No.TN-21/2 18-Feb- '08

5) 熱シールド対策は下記の①②③項目です。

- ①テフロン製白色キャップ(熱シールド蓋)をセットします。
- ②アルミナ製断熱シートカバーが取り付けられていること。
- ③CRCのトップには透明プラスチックの箱を載せて外側から熱的な攪乱をシールドします。

(6) CRC熱量計 電源SWのON確認:

CRC熱量計の右側面の赤色ランプ付きメイン電源スイッチをONしてください。

時定数補正用ヒータ の ON/OFFのSWは常時OFFとします。

新しい時定数補正法(スパイク法)が開発され、キャリブレーション・ヒータは使用する必要はありません。

攪拌モータのスイッチがOFF位置になっていることを確かめてください。

(7) コンピュータソフトウェアのスタート:

“WinCRC2000”またはWinCRC-Turbo“ショートカット・アイコンをクリック

(8) “SETUP”をクリックします:

操作目的は測定条件を入力する。

(9) “Load Default” をクリックします。

DefaultにはKCIの溶解熱測定の条件が途中まで入力されています。

入力必須事項は

- ① ファイル名を入力します。例えば070712A など
- ② KCLの試料重量をg単位で0.001gまで入力します。
- ③ サンプリング インターバル 3.0秒/点になっています。
通常は1.0秒/点(4. 2時間測定可能)に変更します。
1測定ファイルの最大データ点数は15,000点です。
- ④ upper温度に測定したい温度を入力します。例:室温+5°C以上
- ⑤ Ramp Rate は1または2を入力します。例 1K/min
- ⑥ Isothermal delay before ramp デフォルトとして180minが入力されています。
これを0にします。
0にしないと、Rampをクリックしても180分間温度が上がリません。

⑦ 必要に応じて 実験のための試料情報を入力します。

(10) “APPLY”をクリックします。

“SETUP”画面から“OPERATION”画面に移行する前に“忘れず”に“APPLY”ボタンをクリックします。すべてのフィールド画面は灰色へ変わり、記載内容が登録されます。

APPLYの機能

注意: CRCのSample, Referenceを示す、S, Rの位置は各装置によって異なります。

測定中に2つ目のWinCRC-Turboを立ち上げると、測定制御が異常になります。

Technical Note テクニカルノート No.TN-21/3 18-Feb- '08

11)“OPERATION”をクリックして測定モニター画面にします。

(12) “GO”アイコンをクリックします。

緑色のLRDが点灯し、データ収集がスタートします。

温度をRampするならば、Rampボタンをクリックします。

昇温中は赤いLEDとオレンジ色LEDが点灯します。

目的温度に達したら、赤いLEDが消え、オレンジ色LEDだけが点灯しています。

目的温度に達してから30分間 ヒートフローの信号を安定化させます。

(温度を目的温度にしておくことが一番先にすべき作業項目です。)

(13) ツールバー・セクションの中の上下移動と虫眼鏡アイコンを使って、グラフの中心位置に信号のカーブを移動させてください。

(14) ベースラインが安定するのを待ちます。

バイアルをセットしてから30分間経過すると、熱量信号のベースラインが安定します。

(15) 注入の数秒前に “リアル ラン タイム ピーク積分” をスタートさせるために右から3番目のアイコン “RUN INTEGRATION” をクリックします。

(測定中に実行するオンラインピーク積分機能です。必要なければ省略可能です。)

(16) サンプル注入と攪拌:

両方のバイアルにシリンジ・ニードルを挿入し、内容物(水)をゆっくり(5~6秒間)と注入し、マグネチックスターラ を30秒間、動作させます。

シリンジの注入は5~10秒とゆっくりと慎重に注入します。

一気に注入すると、ニードルが抜けて、重大なトラブルとなります。

(17)熱反応のイベントが完全に終了したとき、ストップ・アイコンをクリックします。

(18) 重要操作: 測定終了したらデータディレクトリにファイル名(070712A)で測定データをsaveします。

注: 測定が終了してもWinCRC-Turboは測定データを自動的に保存はしません。

以下の操作はデータ解析です。データ測定中にデータ解析することはできません。

測定中にさらにWin-CRCのアイコンをクリックすると、ソフトウェアが立ち上がります。

しかし2つのWin-CRCが競合するため、測定中のWin-CRCが異常となります。

測定中に解析する場合は別のPCにインストールされたWin-CRCソフトウェアを使います。

(19) サブ・プログラムのanalysysパネルをクリックして、データ解析画面にします。

Technical Note テクニカルノート No.TN-21/4 18-Feb- '08

(20) “Import Curve”をクリックします。

操作パネルのデータ曲線がanalysisの画面に転送され表示されます。
 グラフの中心へ熱量, 温度, 圧力記録をアイコンを使って移動させます。
 ここでtau補正(ダイナミック コレクション)の定数(1次、2次.0.50)を設定します。
 ダイナミック・コレクションを実行後、補正済のファイルを
 Tau corrected fileとしてsaveします。

(21) 溶解熱のプロファイルを積分します。

ピーク左側に青色の垂線をドラッグします。
 クロスマーク(+)がカーブ上にあることを確認します。
 右に赤色の垂線をドラッグします。クロスマーク(+)は、カーブ上に位置しています。
 クロスマークは最後のデータポイントには移動できません。
 前項の20で時定数補正済ファイルがsaveされていれば、
 補正済みの正しい吸発熱速度のデータで積分が実行されます。

(22) ピークを積分します。:

積分する2点を指示し、積分する場合のベース・ラインの種類を選択します。
 より正確なピーク積分に関してはピーク積分アイコン(ツールバー・セクション中の右から2番目)をクリック
 してください。 230J/g ;25°Cが得られます。

(23) 報告書パネルをクリックします。

(24) ファイル・プル・ダウンメニューからPRINT PREVIEWをクリックします。

解析データが報告書パネルに転送されます。

(25) 解析結果データに必要なコメントを入力します。

(26) プリンタが接続される場合、解析結果を印刷します。

アクロバットがあればプリンタに出力する代わりにPDFファイルに保存することができます。

