

Technical Note テクニカルノート No.TN-24 /1 10-Jan '07

Title: シリンジ・ポンプを使った測定例 (分割ドージング)

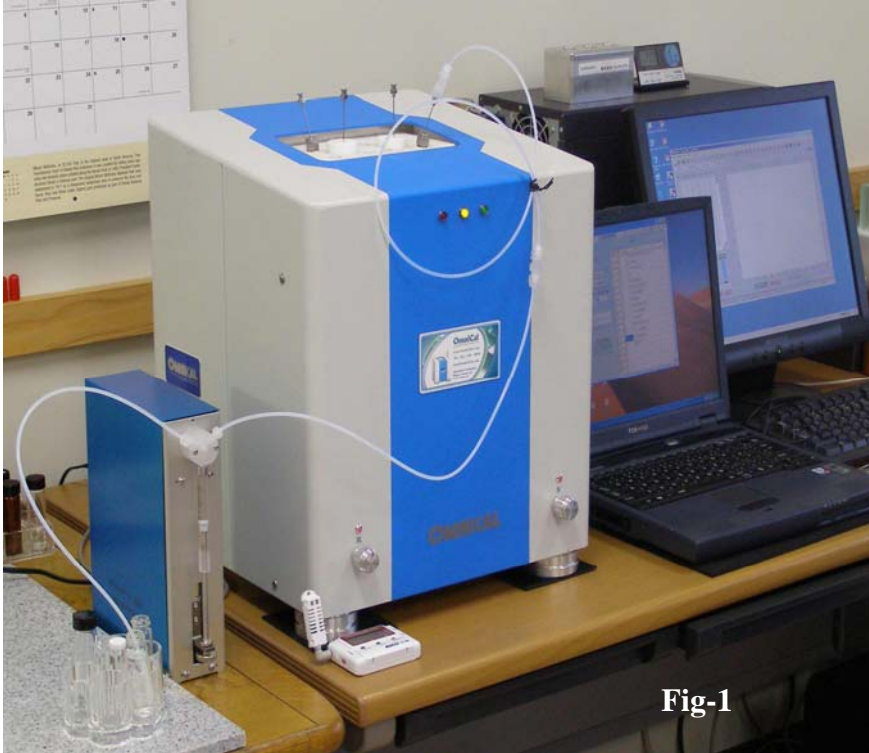


Fig-1

SP100シリンジ・ポンプとノートPC (SP100のレシピ・コンローラ)

数秒間でワンショット・ドージングするには、ディスプレイシリンジによる手動操作が便利です。

- * 少量サンプルを一定速度
- * 一定時間ごとの分割ドージング
- * 多段ステップのプログラム・ドージング

以上のような場合は、レシピ・コントロールのできるシリンジポンプが不可欠です。

SP100システムは、タンパク質結晶化ロボットに用いられる高精度のシリンジ・ポンプを使用しました。

- * レシピプログラムが簡単に設定可能
- * ソフトウェア上では吸引・吐出の区別がなく、テフロン・チューブをリザーバにして使い勝手を良くすることができます。

* ドージング容量が数 μ L ~ 100mL、シリンジ本数を1ch ~ 10chの範囲で自由にドージング・システムを組むことができます。

Fig-1の中央のループは外径3mm 内径2mmのテフロン・チューブを使ったりザーバです。この中に薬液としてエタノール (2.0mL) が吸引されています。

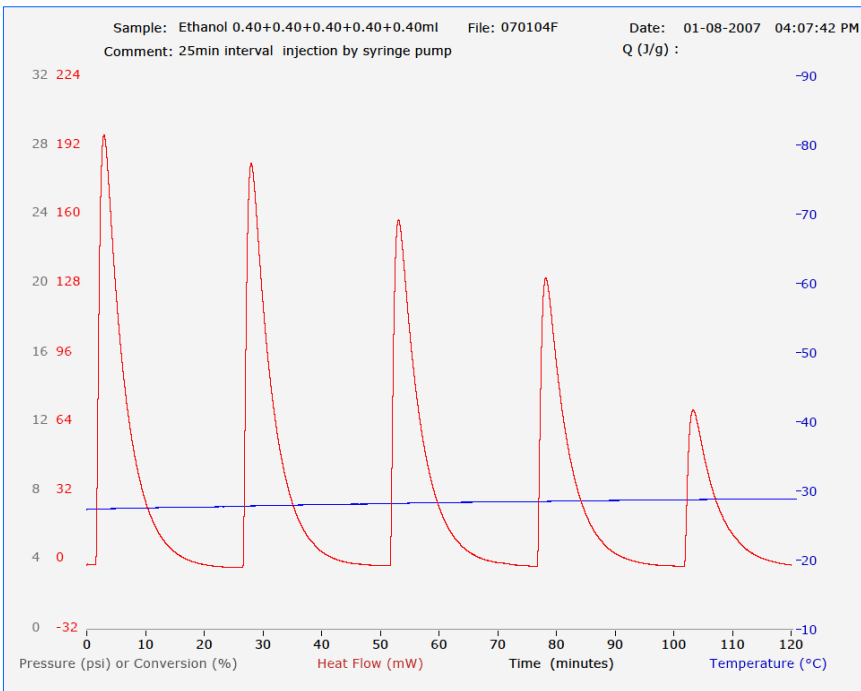


Fig-2 分割ドージングがシリンジ・ポンプの最も有効な利用の仕方の1つです。

Fig-2は水が2.0mLが充填されたりアクタ (バイアル) リザーバ内のエタノールを0.40mLづつ、25分間隔で5回ドージングした測定データです。

(SuperCRCeを使用 Fig-2) エチルアルコールと水の希釈熱が測定されています。実際には希釈熱をこのように測定をすることはないでしょうが、これと似た分割ドージングのニーズが多々あります。実際の応用例は次ページのFig-3です。

このような測定は手動ドージングでも可能ですが、面倒なので通常は測定されない実験です。

SP100シリンジ・ポンプの採用でレシピ・プログラムによる、無人運転が可能になります。

Technical Note テクニカルノート No.TN-24/2 10-Jan '07

Title: シリンジ・ポンプを使った測定例 (分割ドージング)

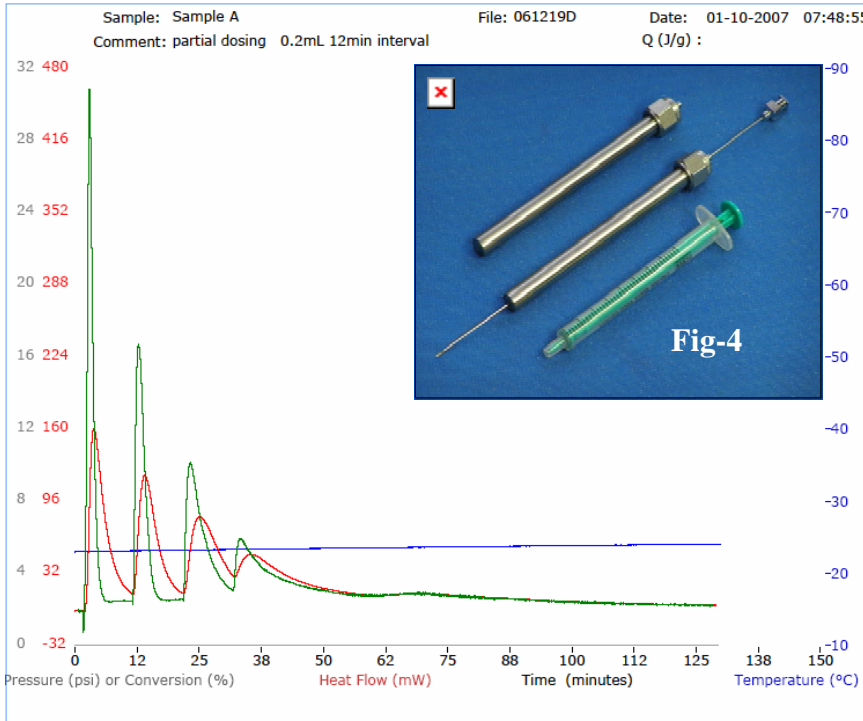


Fig-3はサンプルAにサンプルBを0.2.0mLづつ、12分間隔でシリンジ・ポンプによりドージングした測定です。

シリンジ・ポンプから移送される液体はFig-4の温度スタビライザを経由し、リアクタ温度近傍に加熱されながらリアクタにドージングされます。

赤色のプロファイルはオリジナル曲線、緑色プロファイルが時定数補正後のプロファイルです。
 この反応速度は非常に速いので、ドージング後、数分で反応が終了します。分割ドージングの回数が増えるごとに、サンプルAの未反応の比率が小さくなり、反応が遅くなっています。

最後の60~80分付近のブロードな発熱ピークは生成物の結晶化に伴う晶析熱です。

Fig-3 シリンジ・ポンプを使用する場合には温度スタビライザが必須です。

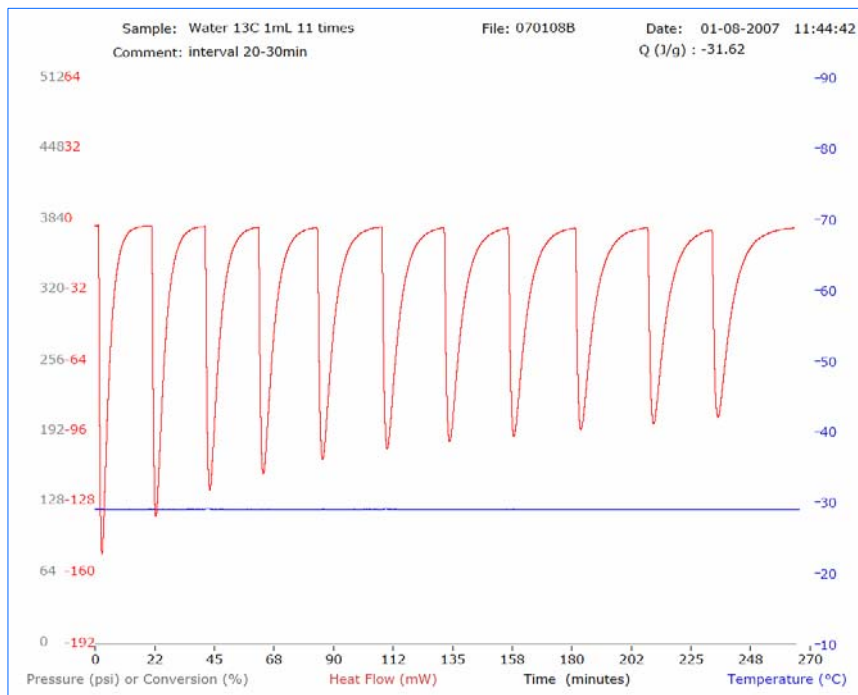


Fig-5: CRCの水1g~11g相当の熱容量のそれぞれの時定数を正確に求めることができます。このレポートはテクニカルデータNo. 26で紹介しています。

Fig-4の測定サンプル(水)は室温13°Cのリザーバに充填されています。これを1mLづつ、6秒間で測定サンプル側(29°C)だけに、11回自動ドージングしたものです。

6秒間で1mLの水を移送した場合薬液が温度スタビライザを通過してもリアクタ温度近傍にならないため、リアクタにいわゆるQdos熱が投入されます。Qdosの熱量が35Jとなっているので、温度スタビライザにより16°Cの温度差の52%まで加熱されています。

これと同様のプログラムで化学反応熱を正確に測定するには、基準サンプル側にもドージングしてQdosをキャンセルする必要があります。

さまざまな条件下でのQdosの大きさやQdosを小さくする方法についてはテクニカル・ノートNo. 25で紹介しています。

この測定はCRCのサンプル量と時定数、あるいは検出感度の関係性を評価するために行った測定です。手動操作では絶対に“測定したくない”測定例です。

次ページに測定に使用した10mLリザーバとQdosを小さくする方法の一例を紹介します。

Technical Note テクニカルノート No.TN-24/3 10-Jan '07

Title: シリンジ・ポンプを使った測定例（擬似示差ドーピング）

SP100システムはタンパク質結晶化分注システムに使用されるシリンジポンプを採用しました。

—特長—

- 1) 単純なプログラムから高度なレシピまで簡単にプログラム設定が可能です。
- 2) 柔軟な構造の吸引、吐出機構のため1台で測定側、基準側の両方にドーピングが可能です。
- 3) リザーバはディスポーザブルなテフロン・チューブのため、シリンジを汚染することがなく面倒な洗浄作業から解放されます。
- 4) SP100システムSuperCRCの制御システムとは全く独立しています。CRC旧バージョン、新バージョンを問わず、ドーピング・ポンプ機能を追加することができます。

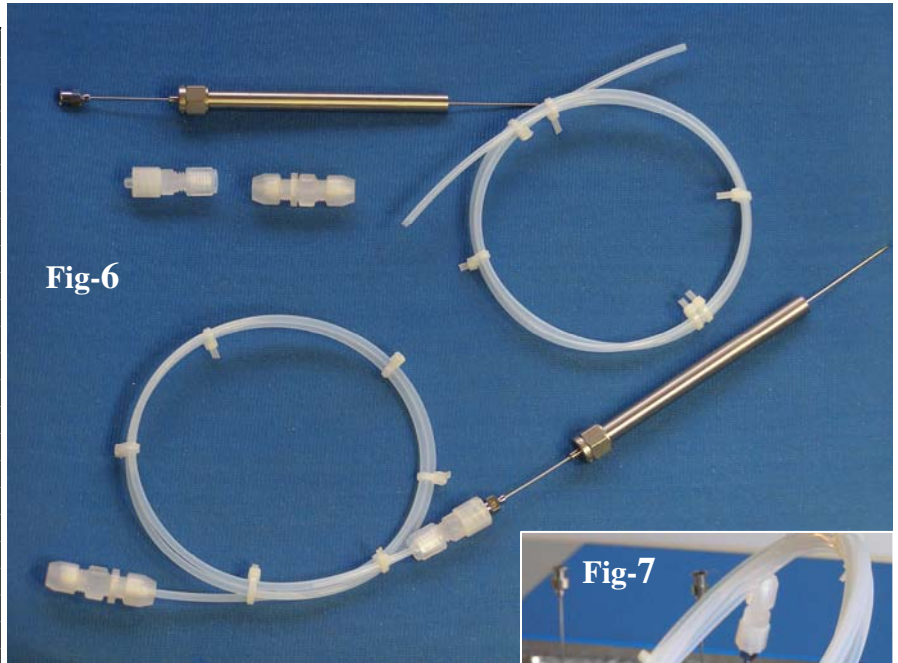


Fig-6

Fig-6は2.5mLリザーバ(テフロンチューブ)と、温度スタビライザ、接続フィティングリザーバに吸引される薬液はディスポーザブルなテフロン・チューブです。シリンジやY字弁の洗浄が不要なので取扱いが楽です。

Fig-7は10mLリザーバ(テフロンチューブ)



Fig-7

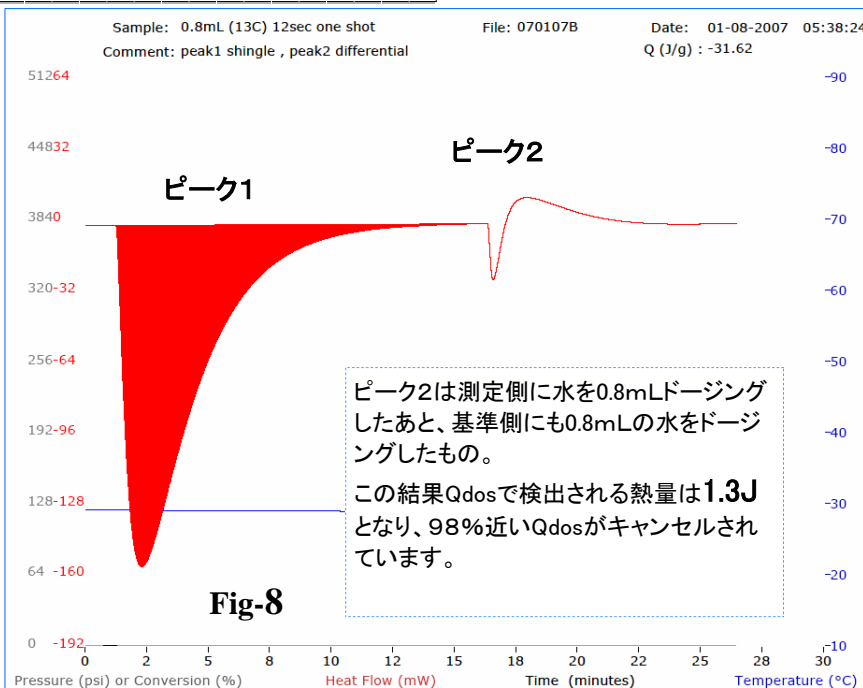


Fig-8

Fig-8のピーク1はリザーバ(室温13℃)の水0.80mLを12秒間で29℃に温度制御されたリアクタの測定サンプル側にドーピングにより、検出されたQdos熱です。投入されたQdosの熱ΔHは $\Delta H = 0.80g \times 4.18J/g \cdot K \times (29-13)K$ で53.5Jとなります。実際に検出されたQdosは31.6Jですから、温度スタビライザを通過中に、サンプルの水は約5.2℃加熱されたこととなります。

基準サンプル側にも同じ条件で水をドーピングすることにより、ほぼ31.6JのQdosをキャンセルすることができます。

ピーク2は1台のシリンジ・ポンプで測定側と基準側のリアクタに交互に、薬液(水)をドーピングして、Qdos効果を小さくした測定例です。擬似的な示差方式のドーピングといえます。