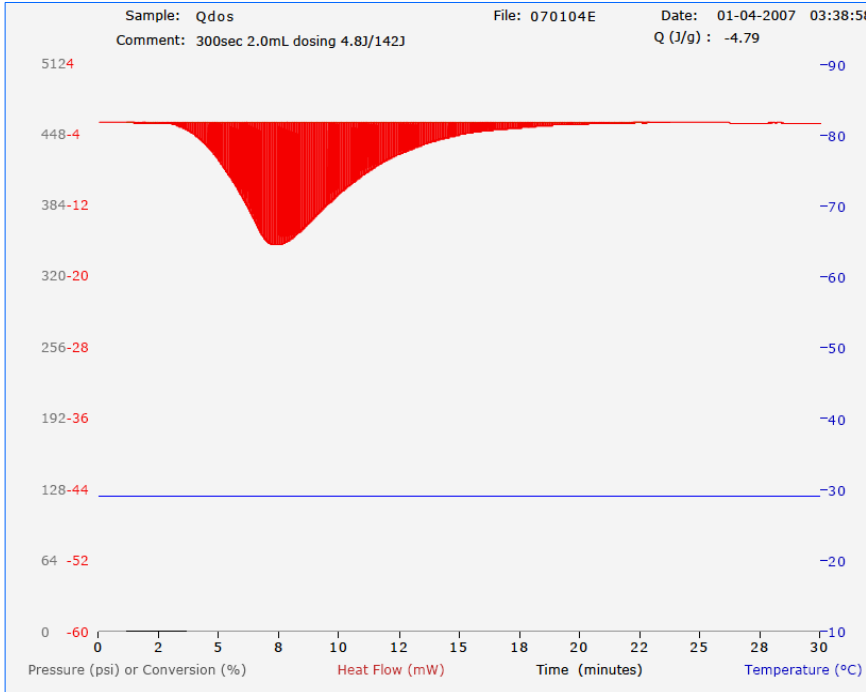


Technical Note テクニカルノート No.TN-25/1 11-Jan. '07

Title: シリンジ・ポンプを使った測定例(連続・定速度のドージング)



SuperCRCでドージングを行う場合、測定サンプル側と同条件で基準側サンプルにもドージングすることが高精度熱量測定のための必須条件です。しかしいつも同一条件でドージングできるとは限りません。

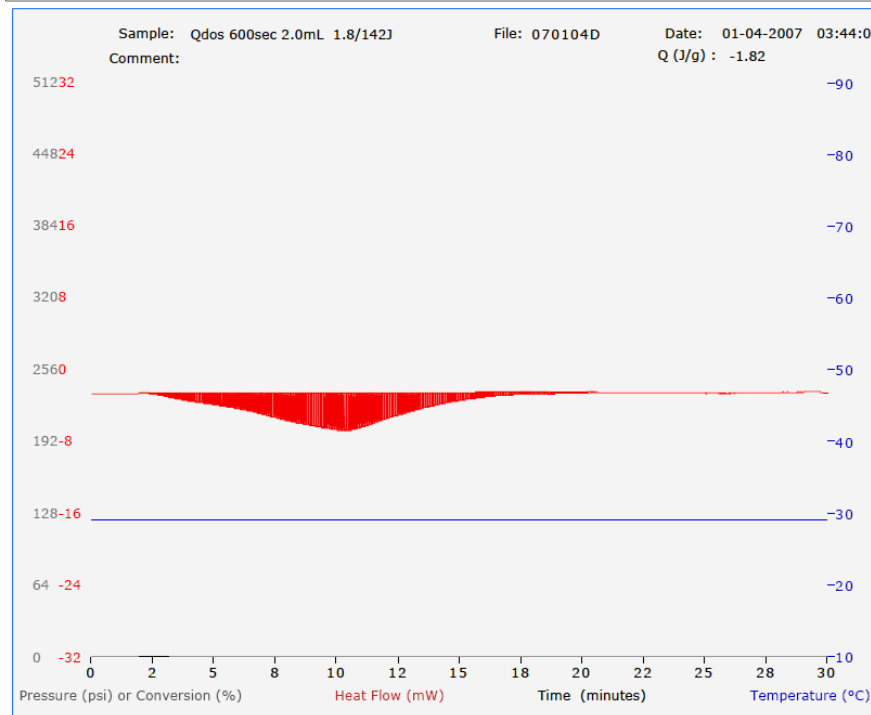
温度プリスタビライザで測定サンプル側だけにドージングした場合、ドージングにより投入されるQdosの熱量が検出されます。

温度プリスタビライザーはQdosの熱量を低減してくるアクセサリーです。どこまでQdos値を低減してくれるのか？”はドージング速度に依存しています。

このテクニカル・ノートでは、ドージング速度やドージングの仕方とどこまでQdosが無視しうる値まで小さくできるか？を紹介しします。

上のデータはリアクタ(32°C)、リザーバの5°Cの液体(水)2.0mLを300sec間でドージングした場合のQdosによる熱量です。

温度プリスタビライザがない場合では、Qdosが142Jと観測されるところ、薬液が温度プリスタビライザを通過すると4.8Jまで低減されています。



ディスプレイ・シリンジを使う通常の測定ではシリンジをセットしてから、15分以上、保持して、シリンジ内の薬液温度をリアクタ温度に一致させます。

シリンジ・ポンプ+温度プリスタビライザの場合、スタビライザを通過する間に薬液の温度をある程度までリアクタ温度に近づけます。

左のFig-2では、リアクタ(32°C)、リザーバ内部の5°Cの液体(水)2mLを、600sec間でドージングした場合のデータです。

Qdos値として1.8Jが測定されています。

1つの目安として、15分以上の時間で1~2mLを連続ドージングする場合で、化学反応熱を測定する場合は、測定サンプル側だけのドージングでもOKでしょう。

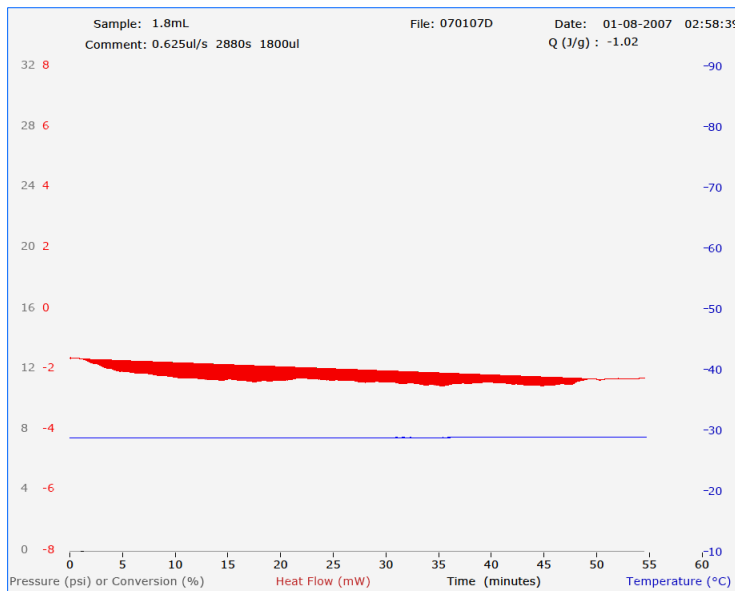
Technical Note テクニカルノート No.TN-25/2 11-Jan. '07

Title: シリンジ・ポンプを使った測定例(連続・定速度のドージング)

ドージング時間(sec)	検出される熱量	Qdos値の低減率
300	-4.8J	96.7%
600	-1.8J	98.7%
900	-1.1J	99.3%
1800	-1.0	99.3%
2880	-1.0	99.3%
3600	検出不能	

左の表はFig-1, 2のデータを含め、シリンジ・ポンプをシングル・チャンネルでリアクタ温度よりも17℃低い温度の水を2mL、移送時間300~3600秒間で連続・定速度でドージングした場合のQdosの低減率をまとめたものです。

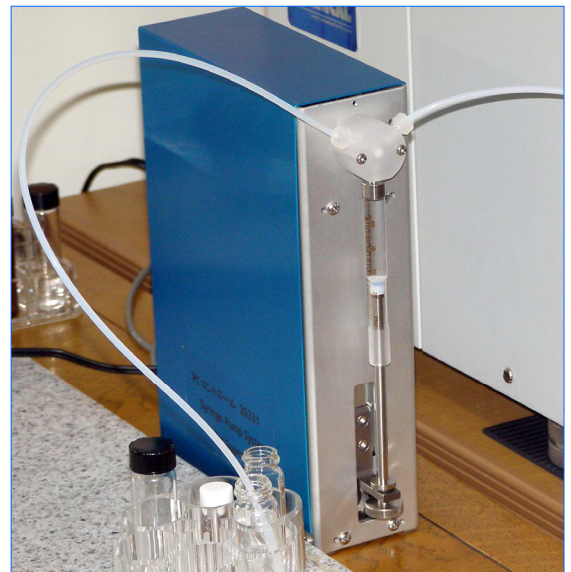
900秒(15分)で2mL程度の水に相当する比熱容量の液体であれば、シングル・チャンネルでも化学反応熱の測定には支障がないといえます。



左のFig-3は水(12℃)を最小単位のドージング速度0.625μL/秒で、29℃もリアクタにドージングした場合の測定例です。

48分間で1.8mLの水をドージングしていますが、検出されたQdosは1.0Jとなっています。

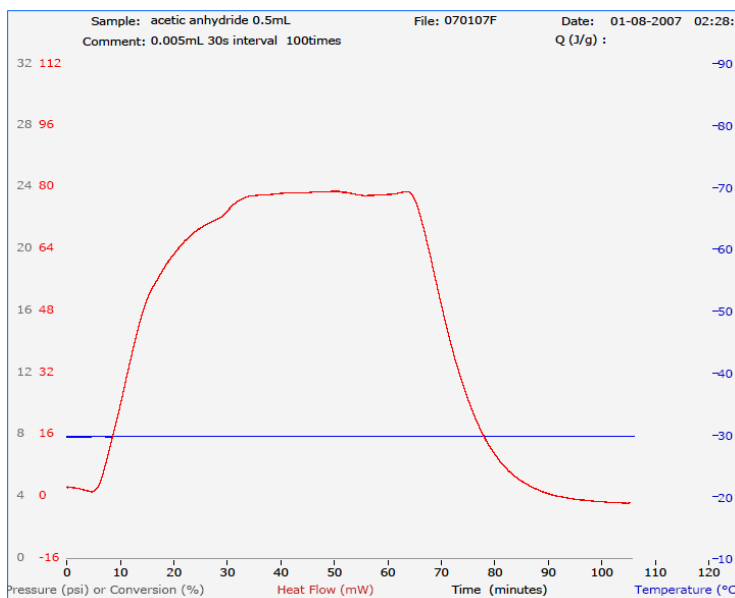
吸熱になるか、発熱になるかは温度プリスタビライザとニードルの組合せで極性が逆転することがあります。



左のFig-4は無水酢酸0.5mLを1時間で一定速度でドージングした場合のデータです。

標準仕様の2.5mLのシリンジを使った場合、1/5の容量0.5mLを連続ドージングする場合、移送時間の最大値は4000秒/5=800秒です。少量のサンプルを長時間でドージングした場合、プログラムのリピート機能と待ち時間機能を使えば、長時間のドージングが可能になります。

0.005mLづつ、36sec間隔で100回の分割ドージングは擬似的連続ドージングと云えます。



シリンジ・ポンプを2chで示差方式でドージングしたとしても、ドージング速度が0~10分間程度の場合、Qdosを完全にゼロにすることは困難です。