

Crystal16 (V3) 濁度検出感度の検証－有色溶液が与える影響－

フィジオマキナ株式会社 田中茉由子、白濱茜

【目的】

晶析装置 Crystal16 は、少量の試料を用いて温度-溶解度曲線を作成することができる装置である。試料の溶解・析出の検出には濁度センサーを用い、溶液中の不溶粒子の有無を可視光（赤色 LED）の透過率の変化により判断する。有色溶液を用いる場合、濁度は溶液の色味に応じた影響を受ける。本試験では、有色溶液が測定結果（透過率）に与える影響及び、Tune 操作による透過率補正機能の検証を行うことを目的とした。

【検証】

<有色溶液の調製>

食用色素を 0.05mg/mL の濃度となるよう精製水で調製し、赤、黄、青、橙、緑の有色溶液とした。

各有色溶液の色味を図 1 に示す。

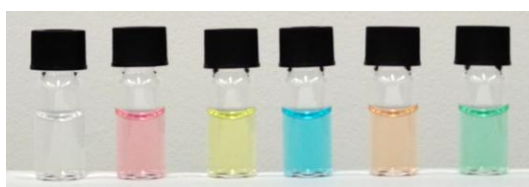


図 1 有色溶液の色味確認
(左から精製水、赤、黄、青、橙、緑)

<測定試料の調製>

1. 空のバイアルに有色溶液 1 mL を添加し、Blank 試料とした。
2. 空のバイアルに約 0.2、0.4、0.6、1.0 mg の結晶セルロースを秤量し、有色溶液 1 mL を添加して測定試料とした。

－検討 I. Blank 試料（有色）の透過率－ <手順>

1. 精製水を入れたバイアルを Crystal16 の Reactor に挿入し、Tune(透過率を 100% にする操作) を実施した。
2. Tune 実施後、Reactor 内のバイアルを Blank 試料（有色）と入替え、透過率表示を確認した※。

※温度 20°C、スターラー回転速度 700 rpm の一定条件で試験を実施した。

<結果>

図 2 に各 Blank 試料の透過率を示す。赤色系溶液である赤、黄及び橙色溶液では 100%の透過率を示したが、青色系溶液である青及び緑色溶液では透過率が 100%を下回り、不溶粒子を含まない溶液状態でも、濁りとして検出された。

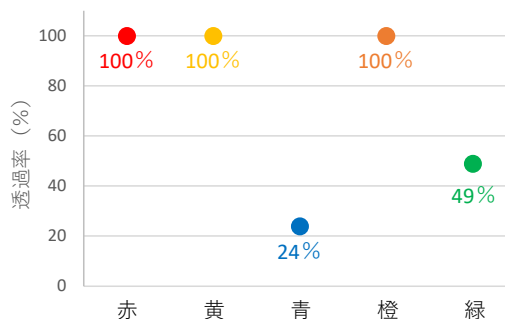


図 2 精製水で Tune を行ったときの
各 Blank 試料の透過率

ー検討Ⅱ. 有色溶液での検出感度ー

1. 精製水を入れたバイアルを Crystal16 の Reactor に挿入し、Tune 操作を実施した。
 2. Tune 実施後、Reactor 内のバイアルを測定試料(結晶セルロースを含む有色溶液)と入れ替え、各バイアルでの透過率表示を確認した※。
- ※温度 20℃、スターラー回転速度 700 rpm の一定条件で試験を実施した。
3. 手順 1 で Tune 操作に用いる液を各色の Blank 試料に変更し、手順 1、2 を繰り返した。

精製水で Tune を行った場合の測定試料における透過率を表 2 及び図 3 に示す。溶液の色味により、透過率値が大きく異なり、青及び緑色溶液においては透過率値から溶液中の不溶性粒子の有無を判断することはできなかった。

表 2 結晶セルロース量に対する透過率
(Tune 溶液：精製水)

		透過率 (%)				
		赤	黄	青	橙	緑
結晶セルロース量 (mg)	0.0	100	100	24	100	49
	0.2	83	87	17	77	37
	0.4	71	64	13	63	31
	0.6	57	52	11	48	24
	1.0	31	38	6	24	15

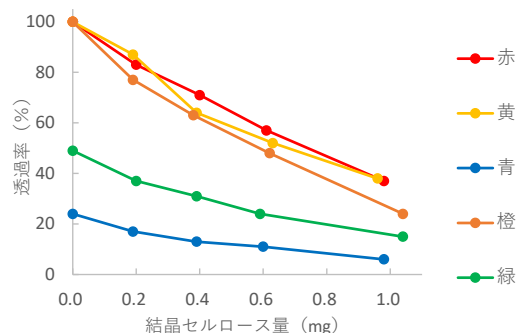


図 3 結晶セルロース量に対する透過率
(Tune 溶液：精製水)

次に、各 Blank 試料で Tune を行った場合の結晶セルロース量に対する透過率の結果を表 3 及び図 4 に示す。

表 3 結晶セルロース量に対する透過率
(Tune 溶液：各 Blank 試料)

		透過率 (%)				
		赤	黄	青	橙	緑
結晶セルロース量 (mg)	0.0	100	100	100	100	100
	0.2	77	84	73	75	74
	0.4	67	60	54	61	63
	0.6	51	44	41	44	49
	1.0	31	32	25	21	26

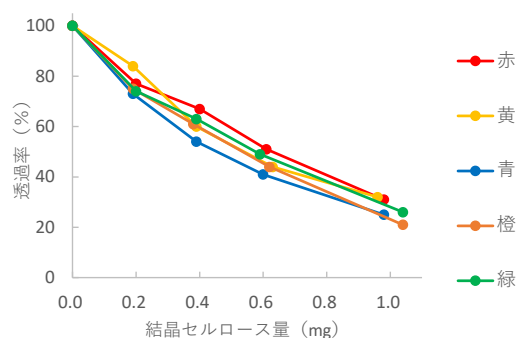


図 4 結晶セルロース量に対する透過率
(Tune 溶液：各 Blank 試料)

各 Blank 試料にて Tune を行った場合、溶液による差は見られず、いずれも結晶セルロース量 0.2 mg にて透過率が 100%を下回り、以降同程度の割合で透過率が減少した。

【結論】

Crystal16において、有色溶液測定時の Tune 溶液の影響については、使用する溶液の色によって異なるという結果が得られた。濁度センサーが可視光（赤色 LED）であることから、それに近い色の赤、黄及び橙色溶液は精製水で Tune を行っても影響を受けにくかったが、そこから青及び緑色溶液の

ように色系統が離れていくにつれて不溶成分を含まない溶液であっても、色そのものを濁度として検出するようになったと考えられる。一方で、対応する有色溶液で Tune を行った場合は溶液の色による透過率への影響は見られなかった。

したがって、有色溶液を使用する際は対応する有色溶液で Tune を行うことで、検出感度への影響は抑えられると言える。

以上のことから Tune 溶液が精製水であっても影響を受けにくい有色溶液もあるが、測定サンプルに合わせて、同一溶液にて Tune を行うことが望ましい。