

実験方法のまとめ（マイクロ化学関連）

青木 宣明

本書はマイクロリアクター関連で使用する人が多い実験器具・装置の使い方をまとめたものである。ここに示した実験にともなうルールや薬品管理, 廃液処理の方法は一例であり, 読者の所属先のものに従って進めてほしい。価格の例も示しているが, 購入先や購入数, 消費税の変動で実際の購入額は変動しうることもご了承ください。

目次

0	実験の前に：安全と環境に配慮しよう	2
1	実験ノートをつけよう	4
2	UV-Vis 分光光度計（MultiSpec-1500, Shimadzu）	5
2.1	基本的な使い方	5
2.2	セルの種類（PS と石英）	6
2.3	ファイバーカプラの使い方	6
2.4	メンテナンス.....	7
2.5	測定例	7
2.6	UV-Mini 1240 の使い方	12
3	LA-920.....	13
4	温度センサー	14
5	圧力センサー	16
6	マイクロ化学の研究で多用するジョイント・チューブなど	18
7	マイクロデバイスを作製してくれる企業.....	30
8	可視化実験.....	32
9	粘度の調整.....	33
10	抽出実験	34
11	マスフローコントローラー（流量計）	35
	参考文献.....	36

0 実験の前に：安全と環境に配慮しよう

- ・ 保護めがねまたは眼鏡を実験中は必ず着用すること。マイクロの実験では狭い流路に高流量で流体を流すことが多い。これにより流路に高い圧力がかかるようになり、流路のジョイント部から反応液が噴出してきることもある。
- ・ 溶液がこぼれて足にかかることもある。サンダル・スリッパで実験しないこと。足全体が覆われる靴をはこう。安全靴をはくのがベストだ。
- ・ 強酸塩基溶液や有機溶剤を使う実験ではビニール・ゴム手袋を着用すること。皮膚から有機溶剤が吸収され、血管に入り急性中毒になることもありうる。
- ・ 有機溶剤を開放系で長時間扱う実験はドラフトの中で行うこと（ドラフトの枠にスイッチがある）。
- ・ 実験室で喫煙・飲食をしない。
- ・ 燃えるもの、プラスチック、プラスチック・金属混合、金属、ガラスとゴミは分類して袋に集めること。
- ・ 夜7時以降には単独で実験しないこと。
- ・ 有機化合物が少量（重量換算で5%以内）溶け込んだ水溶液は水溶性希薄有機廃液、水分を含まない有機廃液は非水有機廃液として区別して回収する。
- ・ 水酸化ナトリウムなどの劇物・毒物は毒劇物の張り紙のしてある薬品庫の棚に収納する。実験時以外は実験台に放置したりしないこと。



- ・ 蒸留水以外のポリ洗ビンは、実験終了後に実験台の下の棚の中へ入れること。
- ・ 薬品を購入する前に薬品登録の在庫を確認すること（薬品管理システムを使っていれば検索でわかる）。研究室に貯蔵できる薬品の量が法律で決まっているため、買いためはしないこと。最小量のものを使い切る度に購入するようにする。
- ・ 薬品管理システムを使っている場合は、薬品を購入したら登録する。試薬瓶のバーコードを読み取って管理タグを貼り付ける形式が多い。
- ・ 試薬瓶は薬品庫に保管する。実験で使用するときだけ薬品庫から出す。使用後は薬品庫に戻す。実験台に試薬瓶を放置しない。
- ・ 薬品を使い切ったら、キャップはプラスチックとして廃棄し、ボトル・瓶は有機溶媒が入っていたものは（できればドラフト内で）中身を蒸発させてからエタノールで洗浄・乾燥させる。無機物の場合は水洗してから乾燥させる。乾燥後、廃棄瓶・ボトルを集めてある一角に置いておく。

- ・ デバイスは**使い終わったら蒸留水で洗浄し、空気を流して水気を切っておく**。有機溶剤を流したものはエタノールでの洗浄を蒸留水の前に行う。ステンレス製のデバイスでも酸に長時間さらされると錆ついてしまう。分解可能なデバイスの場合は週に一度は分解して洗浄、乾燥させる。1 mol/L 以上の濃度の酸を流通させた場合は、**毎回必ず分解し、数分超音波洗浄**すること。
- ・ 通路の通りやすさを確保するために、**床に物を放置しない**こと。
- ・ ドラフトは使用時以外はサッシを閉めておくこと。排気口から空気の逆流や異臭の原因になる。なお、ドラフトの排気部分の活性炭は2万時間程度（2～3年）で寿命が来る。吸気が弱くなったら交換することになる。



- ・ ガラス器具の洗浄は、少量の水道水で表面をぬらして、流して、また少量の水を加えるということを繰り返す、最後に蒸留水で表面の水分を置き換える。
- ・ 廃液タンクのキャップは廃液を入れ終えたら締めること。漏斗を挿したまま放置しない。廃液が揮発して異臭の原因になるため。
- ・ 廃液タンクはトレイの上に置く。



- ・ 使用していない電源プラグの口はキャップでふさいでおくこと。ほこりがたまって発火の原因になるのを防ぐため。たとえば ELECOM 2P3P 両用コンセントキャップ T-CAP2 <http://amazon.jp/o/asin/B0000EZHTK/>を使う。



- ・ 廃液の分類（洗浄時に出たものもこれに従う）→所属しているところの規定に従う
 - 有機廃液は、95%以上が水分の場合は「希薄性有機廃液」のタンクに回収し、それ以外のものは通常の有機廃液のタンクに回収する。
 - ジクロロエタンのような有機ハロゲンは通常の有機溶媒と別回収する。
 - 無機廃液は、フッ素が入ったもの、リン（リン酸）を含むもの、シアン（CN）を含むもの、水銀を含むものはそれぞれ別々のタンクに回収する。
 - 上記以外の一般重金属（Fe, Co, Cu, Ni, Zn, Au, Pt）だけを含むものはまとめて回収する。
 - 廃液の回収可能な pH の範囲が指定されている場合は調整してから回収に出す。

1 実験ノートをつけよう

雑誌会資料や卒論・修論などに**実験方法**を書く際に気をつけることは、その方法を読んだ人が**実験を再現**できるようにすることである。ノートは専用のハードカバーのものでもいいし（目次やサイン欄があるものが好ましい）、普通のノートでもいい。ボールペンで記載するようにする。3 回生のときにもある程度は習うだろうが、確認の意味もこめて実験ノートを記述する上で注意すべき点を以下に列挙しておく。

- ・ 実験タイトル、日付
- ・ 実験の目的
- ・ 反応器全体の概略図
- ・ 反応器として用いた T 字路やテフロンチューブなどの外径・内径・長さ（mm 径，inch 径の区別にも注意，Swagelok の T 字路の詳細な流路サイズはカタログを見ると載っている）
- ・ 扱うマイクロリアクターのパーツの種類・流路サイズ
- ・ 使った試薬のメーカー・等級
- ・ 試薬の濃度，溶液調製時に測りとった重量
- ・ 送液速度
- ・ 生成物の採取時間
- ・ UV や蛍光，粒度分布計といった分光計を用いているときはセルの材質・光路長

- ・ 分析装置でデータを保存する場合、ファイル名に撮影日・撮影者の名前・主な条件、このファイル名を実験ノートにも残しておく
- ・ 温度（常温か、水浴などで温調しているか？、粘度などの物性に影響する）
- ・ 分析装置の機種名・メーカー名・型番、クロマト分析ではカラムの内径・長さ・充填剤とその層の厚さ、運転条件（昇温速度、キャリアガスの種類や流量など）、検出器（種類・メーカー名・型番）
- ・ 熱電対・ロガーの機種名・メーカー名・型番
- ・ 流れの状態（乱れの状態、スラグ流か平行流か、スラグの長さ）
- ・ TEM・SEM・光学顕微鏡・デジカメで写真を撮ったときは対応する条件がわかるようにまとめておく、写真ファイル名に撮影日・撮影者の名前・主な条件、このファイル名を実験ノートにも残しておく

2 UV-Vis 分光光度計 (MultiSpec-1500, Shimadzu)

2.1 基本的な使い方

本体電源を入れてから数分すると側面の丸いボタンがオレンジ色に点灯する。これでランプが起動したことになるので、パソコンの電源を入れる。本体→パソコンの順序で電源を入れないと測定ソフト起動時にエラーが出る。途中で Enter Key を押し、PC の起動を進める。ログイン画面は Enter Key を押すだけでログインできる。測定の手順は以下のとおりである。

- ・ MultiSpec-1500 のソフト HYPER UV 1.50 をデスクトップのこれに対応するアイコンをダブルクリックして起動し（ポップアップでの表示はすべて OK を選ぶ）、測定→ Multispec と選ぶと測定が可能になる。
- ・ 操作画面が左下に最小化した状態になっているのでクリックして通常のサイズに戻す。
- ・ 装置立ち上げ後の最初の 1 回だけ溶媒の蒸留水をセル（詳細は次項参照）にその高さの 3 分の 2 以上入れてセルホルダーにセットし、操作画面の「ベースライン」のボタンを押してベースライン測定を行う。
- ・ この後に測定したい試料をセルに入れて（気泡が入らないように注意）、操作画面で保存フォルダとファイル名（8 文字までの半角英数+.uvd）「スタート」を押して本測定を行う。テキストデータで測定データを取り出したいときは、保存先の選択画面の下部で.txt を選択し、保存するファイル名の拡張子も.txt に表記を変えてから保存すればよい。「スタート」を押してから 10 秒ほどすると UV-vis のピークが画面に現れる。
- ・ 吸光度の読み方は、画面上をクリックすると、左下にマウスポインタを置いた位置の波長と吸光度 A（ソフト画面上は ABS と表示される）の値が表示される。さらに画面上の 2 点を左クリックするとその 2 点を左上と右下の頂点とする長方形の領域が拡大される。右ダブルクリックでもとの大きさに戻る。

試料の濃度は吸光度 A がある程度の値をもつような濃度に調整する必要がある (A の値は **0.2-0.8 の範囲が正確な値である可能性が高く¹⁾**, 最大で 1.5 までに収まるようにする). これは相対濃度誤差 F の極小値を求めるとわかる. 実際の測定では物質を透過した後の光の強さを測っているため直接には透過度 T を測っていることになる. よって, 吸収性溶質の濃度 C の変化に対して T も大きく変わると測定の精度は高くなる. 測定の際の相対濃度誤差は

$$F = -(dC/C) / dT \quad (1)$$

で表現される. 吸光度の定義 ($A = \log T^{-1} = -\log T$) と Lambert-Beer の法則から,

$$\begin{aligned} dC/C &= dA/A = d(-\log T)/(-\log T) = d(\ln T)/\ln T = \{d(\ln T)/dT\}/\{dT/d(\ln T)\} \\ &= dT/T \ln T \end{aligned} \quad (2)$$

これを式(1) に代入して,

$$F = -1/T \ln T = \log e/(A10^{-A}) = 0.434 A^{-1} \exp(2.303 A) \quad (3)$$

を得る. F が極小値を取るのは $-T \ln T$ が最大になるときであるので, $d(T \ln T)/dT = \ln T + 1 = 0$ を満たすとき, つまり, $\ln T = -1$ となる $A = \log e = 0.434$ である. 以上から, 吸光度がこの付近にあるときは原理的に誤差が少ないといえる.

実際の測定でも, 試料濃度が低すぎて A が非常に小さくなってしまうとノイズの影響が大きくなるし, 試料濃度が高すぎるとピークが A の最大値に張り付いてしまい上手く測定できない.

2.2 セルの種類 (PS と石英)

ポリスチレン (PS) 製のディスポセル (光路長: 4 mm), 石英製のセル (光路長: 10 mm) などがある. 材質によって使用できる波長域が異なり, **PS 製は 340 nm 以上 (可視光専用)**, **PMMA 製は 285 nm 以上**, **石英製は 200 nm 以上**, **合成石英製は 180 nm 以上**, **パイレックスガラス製は 320 nm 以上 (可視光専用)** の波長領域のものに使用する. **PS・PMMA 製のディスポセルは有機溶媒 (エタノールも不可) で解けてしまうので水溶液にしか使えない**. 非常に安価 (20 円/個) である. 一方, 石英製のセルは 200 nm 以上で使用可能であり, 紫外光も測定できる. ただし非常に高価 (6500 円/個以上) である. 測定の際は**セルの高さの 2/3 以上サンプルを入れるようにする**.

2.3 ファイバーカプラの使い方

先端部は割れやすいので注意する. しかも非常に高価である (13 万円/個程度). ファイバーも無理に折り曲げると破損するので注意が必要である. ファイバーが長くなるほど光が減衰するので, 短いファイバーを用いたほうが測定の精度はよくなる. 基本的には島津の部品は京都サイエンスを通じて発注するが, カプラの製造元 (Custom Sensors & Technology) にメールのやり取りで発注することもできる.

カプラ専用の台と, 通常セルを設置する台を入れ替える. 台の奥のねじを緩めて, 台を手前に引けば元の台を外すことが出来る. ねじとその下の金具を Multispec 本体から外さないこと. 台を設置したら, 光量のモニターから反射鏡の位置を調整し, 光量が大きくなならないときは必要に応じて [2.4 節](#) で説明している Scan Period を実行して, Scan Period を長くしてみる.

カプラの間隔としては、吸光量が光路長に比例するので 5 mm 以上は必要になる。マイクロメートルオーダーの流路に設置して測定するのには向かない。また、試料濃度はできるだけ濃くすること。

2.4 メンテナンス

ソフト起動時にランプの総使用時間が出る。1000 時間程度を目安に交換する。ランプが切れなくてもベースライン測定での **Energy** の値 (E) が下がってくるので、E の最大値が 7.0 を超えなくなったら交換するとよい。ランプの平均寿命は、D2 (重水素) ランプ (紫外光) が 1000 時間、WI (ハロゲン) ランプ (可視光) が 2000 時間とされている。ただし、WI ランプで 550 時間程度で寿命がきたこともある。ランプが切れていると光量エラーがソフト起動時に出る。ランプは **Multispec** も **UV-Mini** も同じものが使える。価格は、ハロゲンランプが 3400 円+消費税/個 (型番: 55917 12V 062-65005), 重水素ランプ (型番: L6380 062-65055-05) が 33000 円+消費税/個である。

ランプの交換は電源コードを本体から抜き、本体の右部分のふたを開けて (ずらすように開ける) ランプを取り外し、新しいものと取り替える。ふたを取るときにプラスドライバーが必要となる。大きい直立のランプが D2 ランプで、横向きに刺さっていて金具が先端部にはまるように設置されているのが WI ランプである。両方とも手で抜き差しできるが、ランプはキムワイプなどで包みながら指紋をつけないようにし、そっと持つようにする。力がかかるとランプが割れる恐れがある。ランプの先端部のとがった部分はとくに弱いので注意が必要である。取り扱い説明書の保守編とは D2 ランプの取り外しの方法が異なるので注意 (マイナスイドライバーは不要)。

ランプを交換したら、**Hardware Maintenance** で **Light** → **Setup** → **Reset Lamp Light Time** とたどり、ランプの総点等時間を 0 に戻す。

次に、**Hardware Maintenance** の **Optical** → **Scan Period** を実行する。PDA 検出エラーなどが出るときがあるが、**Scan Period** のボタンを数回押すと実行される。D2 と W ランプともに 70 から 80 msec 程度になるはずである。**Scan Period** が小さくなるほど感度がよくなる。ここで一旦本体とパソコンの電源を切り、再起動する。これによって **Scan Period** が有効になる。これをしないと、ランプを交換した直後は **Multispec** のソフトを立ち上げたときに光量エラーが出てしまう。

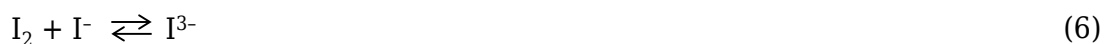
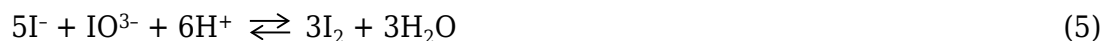
さらに必要に応じて、**Multispec** のソフトを立ち上げ、測定、**Energy**、光量モニター (**Energy** の最大値が 7E-9E の間なら問題ない) を選択する。ランプの近くに調整ねじがあるので **Energy** が最も高くなる場所にねじを調整する。基本的にランプの設置台の位置は調整済みなのでこの調整後、**Scan Period** に関連する作業を再度行う。

2.5 測定例

混合性能評価に用いる反応系

混合性能を **Villiermaux/Dushman** 反応^{2,3)} を用いて評価する実験について紹介しておく。この反応系では、酸化還元反応と中和反応が並列して起こる。この反応は、塩酸や硫酸といった強酸の希薄水溶液 (**Solution 1**) と緩衝液 (弱酸 (酢酸, ホウ酸) と強塩基 (水酸化ナト

リウム))に酸化還元剤 KI・KIO₃ が含まれた水溶液 (Solution 2) を混合することで進行する。ホウ酸を緩衝液の弱酸に用いた場合、この反応系の反応式は、次のようになる。



ここで式(4)の中和反応は瞬間反応で、式(5)の酸化還元反応は、式(6)の反応に比べれば遅いものの、十分速い反応である。上記の反応系では、混合性能が悪いと、反応が遅い酸化還元反応の生成物 I₂ が生じるようになり、式(6)の平衡反応によって、I₃⁻ が生じる。この結果、I₃⁻ の UV 吸収がある 352 nm 付近にピークが見られるようになる (溶液も黄色を呈するようになってくる)。つまり、混合性能が悪くなると 352 nm の紫外光吸収強度が高まる。よって、352 nm の UV 吸光度 (ABS(352 nm) [-]) から混合性能を評価できる。吸光度 0.05 以下では混合性能の優位な差を見ることが困難となる。なお、288 nm 付近にも吸収ピークは現れる。

吸光度の傾向をいくつか挙げておく。塩酸濃度が高くなるほど吸光度は強くなる。ホウ酸ナトリウムを緩衝剤にした系 (混合後の pH~10) では、反応後の溶液を放置しておく、352 nm のピークが徐々に消失していく。数時間でピークは完全に消えてしまうので、反応後はすばやく測定することが必要になる。酢酸ナトリウムを緩衝剤 (混合後の pH~6) にすることもできるが、この場合は先ほどと逆で、反応後の溶液を放置しておく、352 nm のピークが徐々に上昇していく。この反応では酸に塩酸を用いると chloride-iodide components が生成するとされている⁴⁾。酸を塩酸から硫酸に変えても混合後の見た目、ピークも大幅に変わるということはない。少なくとも混合性能と ABS の定性的な関係には影響はほとんどない。この反応系そのものの研究ないかぎりそれほど影響はないと考えられる。

反応溶液の調製

今回の実験で用いる二つの反応液の組成は、

Solution 1 : [HCl] = 0.030 mol・L⁻¹,

Solution 2 : [H₃BO₃] = 0.091 mol・L⁻¹, [NaOH] = 0.091 mol・L⁻¹, [KI] = 0.016 mol・L⁻¹,

[KIO₃] = 0.0032 mol・L⁻¹

とする。この反応液をそれぞれ 300 mL 用意するために必要な試薬・メーカー・質量を表 1 にまとめた。

Solution 1 の塩酸水溶液は市販の特定の濃度に調製されたものを薄めることになるが、薬品のボトルを開封すると徐々に塩化水素が抜けていくためできるだけ新しいものを使う (水酸化ナトリウムについても空気中の二酸化炭素で中和するので同様)。未開封のものでも使用期限が過ぎたものの使用は避ける。未開封かつ使用期限内の塩酸だけがラベルに表示された HCl 濃度 (実質濃度はラベルの値にファクターをかけたもの) と考えるとよい。古い塩酸では想定しているものよりも低い HCl 濃度になり、上手くピークが見られないことがある。

Solution 2 の調製の注意点としては、ホウ酸そのもの水溶液は酸性なので、ホウ酸の直後に KI と KIO₃ を溶かすとこの時点で反応してしまう。ホウ酸と水酸化ナトリウムを完

全に溶解して塩基性の緩衝液にしてから KI と KIO₃ を溶かすとよい。組成は文献 1,2) をもとに、混合性能への感度を調節するために、塩酸の濃度を調製している。なお、水酸化ナトリウム（固体）は劇物なので注意して取り扱おう。

溶液を調整する際、電子天秤を使うことになる。これには自動校正するものと、しないものがある。自動校正するものは校正中に物が載っているとエラーになり、両サイドの試料扉が空いていると校正が狂うので、物は載せず、また試料扉も閉めておくこと。

表 1 Dushman 反応溶液の調製法

物質	製造元	等級	分子量 [g/mol]	
HCl	1 M塩酸	和光純薬工業	分析用	98.08
KI	ヨウ化カリウム	和光	特級	166.00
KIO ₃	ヨウ素酸カリウム	和光	特級	214.00
H ₃ BO ₃	ホウ酸	和光	特級	61.83
NaOH	1 M水酸化ナトリウム	和光	特級	40.00

溶液1: 溶液2 = 1:1

溶液	濃度 [mol/L]	溶液体積 [mL]	試薬の質量 [g]	
溶液1	塩酸	0.03	200	6 mL
溶液2	ヨウ化カリウム	0.016	200	0.531
溶液2	ホウ酸	0.091	200	1.124
溶液2	ヨウ素酸カリウム	0.0032	200	0.137
溶液2	水酸化ナトリウム	0.091	200	18.2 mL

(濃塩酸 36 wt% (劇物) を使う場合は、0.911 g 量りとる)

実験装置の組み立て

実験装置全体の接続方法も説明しておく。送液部分からミキサー出口までの構成例を図 1 に示す。まず、各種マイクロミキサーの出口に PTFE チューブ（実験器具の説明は 6 節を参照のこと）を出口流路として接続する。各マイクロミキサー出口からサンプル採取部までは、30 cm になるように PTFE チューブまたはシリコンチューブをカットする。PTFE チューブのカットは専用のカッター（例：アズワン チューブカッター、品番：7-307-01）を使うとよい。切断面が平らになるように注意する。切断面が平らでなかったり、切断部がつぶれていたりするとしっかりと接合できなくなり、液漏れや混合性能への影響が出てしまうことがある。ミキサー+接続チューブの出口で混合が完了するように、接続チューブの長さは 30 cm 以上取るのが好ましい。こうしないと、混合が完了していない反応液をサンプリングすることになり、サンプリングの方法が混合性能に影響してしまいミキサー自体の影響が把握しにくくなるためである。また、出口につないだチューブは真っ直ぐに伸ばし、テープで台に固定しておくことよい。チューブのたわみも混合性能に影響する。

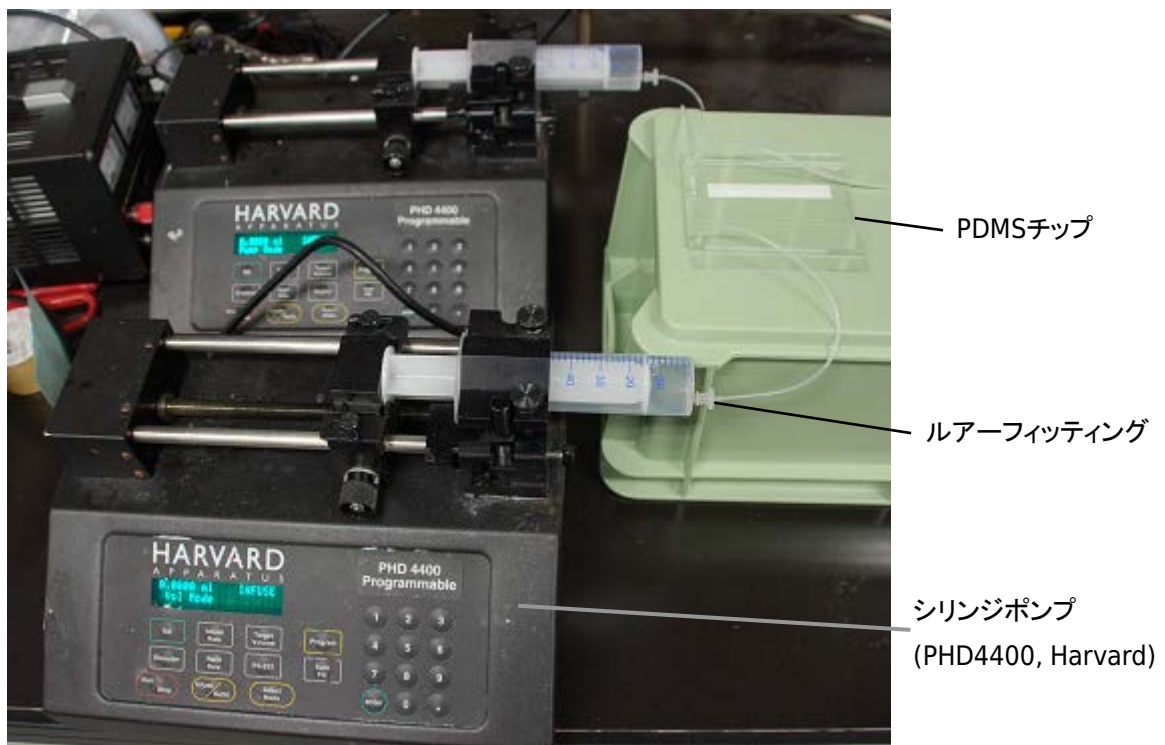
ミキサーの混合部入口までの流路用にもチューブを 20 cm 程度にカットし接続する（二つの反応流体に対して長さはそろえる）。中心衝突型ミキサー（詳細は *Chem. Eng. Technol.*, **28(3)**, 324-330 (2005)) では PEEK タフオシネ（6 節参照）でテフロンチューブとミキサーを接続する。

反応溶液をシリンジに入れ、シリンジポンプにシリンジをセットする。シリンジポンプの使い方は 6 節を参照のこと。さらにシリンジの先端にフィメールルアー（6 節参照）と PEEK

タフオシネを組み合わせるか (PTFE チューブの場合), ルアーフィッティング (6節参照) で接続する (シリコンチューブの場合).



(a) シリンジポンプ (IC-3200, Kd Scientific), PEEK フィッティング, 中心衝突型ミキサーを用いる場合



(b) シリンジポンプ (PHD4400, Harvard), ルアーフィッティング, PDMS チップを用いる場合

図 1 実験装置の構成例

混合操作・測定

混合開始前に流路とミキサー内を液で満たすために 5 mL/min にシリンジポンプを設定する。流量を高めにして気泡を追い出しておく。流路の小さいマイクロリアクターでは気泡によって混合性能が大きく影響を受けることがある。

混合性能を評価する際は開始流量を 0.25-1 mL/min、流量の変更刻み幅を 0.25-1 mL/min 程度で変化させていき、352 nm の UV 吸光度の値が 0.05 を割り込むところまで流量を増加させた実験を行うとよい。この値が急激に変化する場合は、流量の刻みを 0.1-0.25 mL/min と小さくするとよい。一方、高流量にしないと吸光度が下がらないときは流量の刻み幅を 2-5 mL/min と大きくするとよい。条件による現象の変化の様子に注意を払い、現象を把握しつつ効率的に実験を進めるためには、どのように実験条件を振るのがよいかを考えながら進めるようにしよう。2 液の流量比は常に 1:1 にする。2 口のシリンジポンプであれば、1 台で行えばよい。送液を始めて 10 秒から 1 分程度定常待ちをしたら（流路内の液が数回以上入れ替わればよいので流量による）、マイクロミキサー出口から出てくる液体サンプルをポリスチレン製のセルにサンプルし、2.1 節の Multispec-1500 の使用方法に沿って 352 nm の吸光度を測定する。測定値はバラつきが大きいので同じ条件で最低 3 回サンプリング・測定を行い、平均値を最終結果とするとよい。

デバイスの洗浄と廃液処理

デバイスは使い終わったらシリンジポンプの流量を 5 mL/min にして蒸留水を流通して洗浄し（1 分程度）、さらに空気を流して水気を切っておく。中心衝突型ミキサーは分解可能なので分解して洗浄、乾燥させる。反応溶液の一方は、希釈はしているもの酸であるため、洗浄が不十分なまま放置すると SUS 製のデバイスでも錆が生じてしまう。

混合後の廃液は塩基性（pH 10）なので、塩酸を少し加えて pH を 5-9 に落としてから大量の水道水とともに流しに廃棄する（ホウ素とヨウ素も含んでいるが濃度が低いので希釈されていけば問題ない）。フェノールフタレイン溶液を少量加えて赤色が消えるのを見た後に、pH 試験紙で最終確認すると効率的である。

結果の解析

まず、実際にかかった混合時間を求める。次式のように原料溶液における濃度 [mol·L⁻¹] と吸光度から求めることができる。

$$t_m = 0.33 \times \text{ABS}(353 \text{ nm}) \times [\text{H}^+]^{-4.55} [\text{KI}]^{-1.5} [\text{KIO}_3]^{5.8} [\text{NaOH}]^{-2} [\text{H}_3\text{BO}_3]^{-2} \quad (7)$$

最初にエネルギー散逸率から求めた t_m と比較して小さいまたは同等であればさらに解析を続ける。ここで求めた混合時間が大きい場合は流路長を変えて実験を行う。

酸塩基指示薬による中和反応の可視化で混合終了時を特定するには、厳密には複数個所をオンラインで吸収光度測定する必要がある。マイクロ流路でのオンライン測定は前述のように困難であるため上記の式で計算するほうが容易である。

混合完了時のサンプルを分析できていることを確認できたら、サンプル中の副生成物 I_3^- の濃度を次式から求める。

$$[\text{I}_3^-] = \text{ABS}(353 \text{ nm}) / (\epsilon_{353} l) \quad (8)$$

ここで ϵ_{353} は 353 nm のモル吸光係数 ($2.64 \times 10^4 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$)⁵⁾、 l は光路長 [cm] である。 I_3^- は式(6)に示した平衡から生じる。この平衡定数 $K_B [\text{L}\cdot\text{mol}^{-1}]$ は以下のように表される。

この式以降は化学式を挟む[]は混合・反応終了時の濃度[mol·L⁻¹]を示す。

$$K_B = [I_3^-]/[I_2] [I^-] \quad (9)$$

$$\log_{10} K_B = 555/T + 7.355 - 2.575 \log_{10} T \quad (10)$$

T は絶対温度 [K]である。(8)-(10)式と物質収支から $[I_3^-]$, $[I_2]$ が算出できる。二つの反応液をそれぞれ体積流量 V で送液した場合、これらを用いて Segregation Index X_s を次式で計算できる。

$$X_s = Y/Y_{ST} \quad (11)$$

$$Y = 2 \cdot 2V([I_2] + [I_3^-])/V[H^+]_0 = 4([I_2] + [I_3^-])/[H^+]_0 \quad (12)$$

$$Y_{ST} = 6[IO_3^-]_0/(6[IO_3^-]_0 + [H_2BO_3^-]_0) \quad (13)$$

Y は反応した H のうち、式(5)の反応で消費されたものの割合、 Y_{ST} は混合時間が無限大（混合速度 0 の極限）での Y を示す。[]で示す濃度のうち、下付の 0 が付いたものは原料溶液中の原料濃度であることを表す（たとえば $[H^+]_0 = 0.03 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ）。溶液 2 中のホウ酸は $H_2BO_3^-$ になっていると近似してよい（ $[H_2BO_3^-]_0 = 0.091 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ）。さらに完全混合している反応器体積をセグリゲートした反応器体積で割った micromixedness ratio α は、

$$\alpha = (1 - X_s)/X_s \quad (14)$$

から得られる。

2.6 UV-Mini 1240 の使い方

同じく島津の製品だが Multispec-1500 よりも小型である（すでに販売は終了している）。本体で特定のピークの値を読む手順は以下のとおりである。

- ① 後ろの電源を入れる。起動するまでに 10 分くらいかかる。
- ② モード選択画面が出るので、「2」を押してスペクトルを測定するモードを選ぶ。測定条件を設定する画面に移る。
- ③ 「2」を押して scan する範囲を 450-250 nm とする。スタート側を長波長にする。
- ④ 「3」を押して表示・記録する ABS の値の範囲を -0.1-2.4 ABS とする。なお、マイナスの符号は左向きのキーで入力できる。
- ⑤ 「F3」を押して試料制御を選んで「F1」「ENTER」の順にキーを押して初期化を行う。6 連セルが設置されている場合は「6 連セル」を選択する。
- ⑥ 「Return」を押して測定条件を設定する画面に戻る。ふたが開く側が 6 連セルの 1 番になるのでこのセルに蒸留水を入れ、ふたを閉めて「F2」を押してベース補正をする。5 分くらいかかる。終わるとピピッと鳴る。ふたの開閉の差が結果に大きく影響する。
- ⑦ 溶液をセルに入れ、ふたを閉めて「START」を押す。
- ⑧ ピークを表すグラフが出てくる。ピピッと鳴ったら測定終了である。「F2」でピークの値を読む。
- ⑨ ピークの値が 352 nm でないときは、「F1」でグラフを表示した状態で右向き・左向きの三角のキーを押すとグラフ内に現れる直線の位置をこの三角ボタンで 352 nm に合わせて ABS の値を読めばよい。
- ⑩ 「RETURN」を 2 回押して測定条件を設定する画面に戻る。以下⑦から⑨を繰り返す。

なお、モード選択で「1」のフォトメトリックを選び、GOTO WL ボタン (WL は Wave Length の略) で測定波長を 352 nm にし、試料制御の後にブランク試料を 6 連セルに設置して AUTO ZERO ボタンでブランクをとってからサンプルを入れたセルを設置しても測定できる。スペクトル測定と同じ ABS が得られる。ただし、ピークが出ているかはわからない。また、ノート PC に測定データを表示することもできる。

メンテナンスについて、ランプは MultiSpec と同じものが使える (2.4 節参照)。古くなってくると内蔵のバックアップ電池 (ボタン電池) が切れてしまい、測定波長の範囲やモニターのコントラストといった設定情報の記録が電源を切ると消えるようになってくる。この電池で電源が入っていないときの設定情報を記憶している。使用頻度が低いほどこの電池の消費が早くなる。電源を入れたときにモニターのコントラストが低くて文字が読みづらい場合、まずはこの電池が切れてコントラストが最小の設定に初期化されていると考えていい。なお、モニターのコントラストは「LCD CONT」のボタンを押しながら△▽を押すと調整できる。また、測定波長を変えるためのモーターに損傷があると、同じ物質を測っていても測定の度にピーク位置がずれてしまうことがある。この場合はモーターを交換する必要がある。

3 LA-920

高分子析出実験の例を通じて、(株)堀場社製のレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置 (LA-920) の利用法を説明する。この装置は 0.02-2000 μm の範囲の径をもつ粒子やエマルジョンのサイズやその分布を測定することができる。同社の動的光散乱式粒径分布測定装置 (LB-550) は 0.001-6 μm のより小さい粒子径をもつものに適している。

ここでは、ポリスチレン微粒子の浸漬析出法による生成を例に挙げる。ポリスチレン (PS) は水に難溶解性であるが、テトラヒドロフラン (THF) には溶解する。界面活性剤 (ここではエーロゾル) を溶解した水と PS の溶解した THF が接触すると、水に対する高分子の難溶解性のために別々の相を形成しようとするが、高分子の溶けた THF が水相に流れ込み、水相中の高分子濃度が上昇して高分子がゲル化または結晶化して析出する。溶液の調製・マイクロミキサーによる微粒子の析出・析出した微粒子の粒子径・分布の測定の手順を以下に列挙する。

- ・ 反応液の調製—溶液 A : ポリスチレンを THF に溶解し、0.5 wt%とする。溶液 B : 蒸留水にエーロゾルを溶かし、0.05 wt%とする。溶液 A は数十分程度で溶けるが、溶液 B は数時間攪拌する必要がある。溶液 A は刺激臭があるがドラフトに保存すると揮発しきってしまうので使う直前に調製するか、栓をして冷蔵庫で保管する。
- ・ 総流量は 5, 10 mL/min とする (時間があればさらに流量を増やしてみる)。溶液 A : 溶液 B の流量比は 1 : 6 にしておく。
- ・ LA-920 を以下の手順で使用して粒子径分布を測定する。
- ・ 分析装置の使い方 (LA-920) :
 - 装置が安定するまで 1 時間ほどかかるので朝のうちに立ち上げておく。
 - パソコンを立ち上げる。
 - LA-920 のアイコンをクリックすると測定用のソフトウェアが起動する。
 - セル (Fraction Cell for LA-920, 堀場) の中にエーロゾル水溶液 (分散媒) を注ぎ、セルホルダーに設置する。このときセルに気泡が入らないようにする。セルの側面

に液を伝わらせながらゆっくりと行うとよい。LA-920 が気泡の径まで測定してしまうからである。

- 画面上部の“測定画面”をクリックし、下に現れる“初期光軸調整”を行う。
- 屈折率を入力する。設定→表示条件→屈折率で 120A000i を選択する。水：1.33 ポリスチレン：1.60 なので相対屈折率：1.20 となるため。表示条件の下のところを“次回測定”にしておく。体積基準のラジオボタンが選択されていることも確認しておく（個数基準を選んでこの基準で結果を出すこともできる）。
- エーロゾル溶液でブランク測定する（光軸調整→ブランク）。
- ①採取したサンプルをエーロゾルに少しずつ滴下し、スターラー（マイクロ回転子、直径 1.5 mm×長さ 8 mm）を入れて攪拌しながら（セルホルダーの側にあるつまみで回転数を調節できる）、左側の赤と青のゲージで示される透過率が両方とも 75 から 95%の間に入るように調節する（サブ μm のサンプルを測定するときは少なくとも青いゲージは範囲内に入れる）。赤のゲージはレーザー光、青のゲージはタングステンランプの透過率を表している。
- ②光軸調整→測定で粒度分布が出てくる。
- ③厳密には**サンプルの濃度を上げて透過率を下げた測定を行い、透過率によらず粒子径が変化しなくなったときの値**を正式な結果とするのがよい。
- 各サンプルについて①②（サブ μm のサンプル測定では①②③）を繰り返す。
- 測定データをテキストデータ（粒子径・頻度・累積頻度）で取り出したいときは、「データ変換」→「エクスポート」で保存先とファイル名を指定して保存すればよい。
- 最後に廃液は水溶性有機のタンクに入れる。

4 温度センサー

流通系で温度を測定するための機器のセットアップ方法を説明する。ユニオン・ティーの合流部での温度を測るためには、まず、熱電対（1/16"），ボアード・スルーのレデューサー（Swagelok，型番：SS-100-R-2BT），ユニオン・ティー（1/8"）をつなぐ（図 2 左）。レデューサーが繋がっていない二つのティーの入口を流体が流れていくことになる（この二つに 1/16"チューブをつなぎたいときは通常のレデューサーでよい，型番：SS-100-R-2）。このときの注意点は、まず、熱電対がユニオン・ティーの合流部まで挿入された状態で固定することと、この後にレデューサーをユニオン・ティーに固定する際も、レデューサーを最も奥まで差し込んだ状態に固定しながら行うこと。レデューサーが回転するようだと、レデューサーとユニオン・ティーとの接続部から漏れが生じてしまう。熱電対が奥まで刺さった状態で固定しないと、温度を測ろうとしている点の流体の温度を正確に測れない。熱電対の二股になっているほうをモバイル型温度レコーダーにつなぐと温度を表示できる（型番：NR-1000，キーエンス，304000 円＋消費税）。なお，図 2 右のようにレデューサーを用いないとナットの部分で熱電対の先端が止まってしまう。



図 2 熱電対の流通系への設置（左：熱電対の温度検知部がティーの合流部に到達している，右：検知部はナットの部分になってしまう）

なお，熱電対は K (B, R, S, N, E, J, T) 熱電対など，アルファベットの大文字で分類される．K 熱電対（補償導線が青色）は -200 から 1000°C の範囲で使用でき，安価でこれを最もよく使うことになる．ただし精度は低く， H_2 下などの還元性雰囲気には弱い．J, T は K と比べて還元性雰囲気には強い．B, R, S は高精度で 1400°C まで適用可能だが，高価で還元性雰囲気には弱い．

グラテック社製 midi LOGGER GL800 の場合は，熱電対の先端を＋と書かれている位置に固定する（3箇所あるうちの一つは空くことになる）．赤いコードの先端を＋側に，白いコードの先端を－側（中央のねじ山の列）に固定する．熱電対の二股に開いている部分をペンチで少し狭くし（力を入れすぎると先端が折れるので注意），先端が動かない程度に固定されていれば温度は測定できる．

本体の電源を入れた後に，測定する熱電対のつながった CH の入力を温度にし，測定レンジに TC-K (K 型熱電対の場合) を選択し（この時点で，フリーランニングの温度自体は測定できる），Start, Enter と押せばデータを保存しながら測定を開始する．最初は 1-10 番のチャンネルの温度が表示されている．11-20 番の温度を表示したいときは CH Group のボタンを押せば切り替わる．

測定精度として ± 0.5 度の誤差がある．また，温度の応答性は昇温の対応は速い（常温に置いたものをお湯につけた場合，1 秒程度）が，温度が下がるほうは遅い．熱電対の金属の細い棒の部分のうち，先端から 2 cm の銀色の部分で温度を感知する．

熱交換の実験をするために，液クロのプランジャーポンプで熱交換流体を循環させることがある．液クロポンプのようなプランジャーポンプは，送液開始時にはチューブ内が液で満たされていないと上手くポンプが液を引いてくれないことが多い．シリンジであらかじめ液を満たしておくといよい．ポンプ内を流れている間も**放熱するので断熱材（綿で表面を囲い，その上からアルミホイルで覆う）**を使用するとよい．

島津製作所の送液ユニット LC-8A をポンプに使う場合，ドレインバルブを OPEN 側にするとドレインパイプ（ドレインバルブの左側）とキャリヤ液出口（同右側）の両方から送液された液が出てくる．ただし，ほとんどは左側のドレインパイプから出てくる．CLOSE 側にしっかりと閉めると右側のキャリヤ液出口側だけから送液された液が出てくる．**左側だけから液が出てくる状態にはできないので注意しよう**．流したい流量を mL/min 単位で入れて，Enter を押し，PUMP キーを押すと送液が始まる．電源を入れた後に始めて PUMP ボタンを押したときは徐々にポンプの回転が速くなり，指定した流量が流れるまでに少し時間がかかる．

送液圧力の最大値 P.MAX を変更したいときは FUNK キーを押すと，P.MAX の欄が点滅す

るので、指定したい数値を $\text{kgf/cm}^2 \approx \text{気圧} = 10^5 \text{ Pa}$ 単位で入力すればよい。 $320 \text{ kgf/cm}^2 \approx 320 \text{ 気圧}$ (流量が 50 mL/min 以下) まで設定ができる。送液流量によって設定できる最大圧力は変わってくる。 $50\text{--}100 \text{ mL/min}$ の流量域では 200 kgf/cm^2 、 100 mL/min を超える流量域では 100 kgf/cm^2 が P.MAX の設定の最高値となっている。

消耗品:エレメント ASSY(キャリヤ液出口のフィルタ付きジョイント, 8500 円+消費税), メールナット 1.6MN (10 個入り), フェルール 1.6F (10 個入り) (ジョイントとチューブ間を固定)。

5 圧力センサー

組み立て方の動画 : <http://youtu.be/svBzMeprJTs>

流通系のある点での圧力を測るためのセンサーとしてはキーエンスのものがある。センサーヘッド (測りたい圧力によって耐圧限界のオーダーが異なるものが数種類ある) と圧力を表示するアンプユニットが必要である。 1 MPa (大気圧との差圧) までの測定であれば、**センサーヘッドは AP-13S** (55000 円+消費税) とアンプは **AP-V80** (ゲージ圧の絶対値を表示, 49000 円+消費税) または **AP-V82** (差圧アンプ, 69000 円+消費税) を用意すればよい。センサーヘッド AP-14S なら (55000 円+消費税), 10 MPa まで測定が可能である (最大で AP-16S (99000 円+消費税) で 50 MPa まで測定可能)。

アンプユニットの電源は**直流安定化電源**からとる。黒い線をマイナス側に、茶色い線をプラス側につなぐ。直流安定化電源の例としては**アズワンの CPS-3025** がある (価格は 2 万円程度)。電流と電圧のつまみは OFF と最大値の中間前後あたりで (電圧は $12\text{--}24\text{V}$ の範囲内になるよう調節, 電圧をかけすぎると壊れる), 圧力がすぐに表示される位置にしておく。この位置はアンプによって異なり, 電流・電圧の設定が低すぎるとアンプの表示が点灯しないか点滅し続けて起動しないことがある。1 台の電源をアンプ二つにつなげることもできるが, アンプ一つに 1 台の電源をつなげるほうが無難である。煙を出して壊れることもあるので注意する。

図 3 下側のようにアンプユニットとセンサーヘッドをつなぎ, 圧力を測りたい流路の前後にセンサーヘッドをつなぐ。差圧アンプを使っているときは, H につないだセンサーを上流 (高圧) 側, L を下流 (低圧) 側につなぐ。このために, ISO 管用テーパーねじになっているセンサーヘッド AP-13S を, ISO 管用テーパーねじを NPT テーパーねじに変換できる **$1/8''\text{--}1/8''$ のアダプター** (Swagelok, 型番: SS-2-AT-2, $1/8$ インチ・サイズ ISO 管用テーパーめねじ- $1/8$ インチ・サイズ NPT おねじ, カタログ・ネットには載っていない受注生産品なので納品に 10 日ほどかかる) にはめ, このアダプターを **$1/8''\text{--}1/8''\text{--}1/8''$ めすブランチティー** (Swagelok, 型番: SS-200-3TTF, NPT めねじ, 税抜き 4040 円/個) につなぐ。ISO 管用テーパーねじのブランチティー (型番: SS-200-3RTTTF) なら一つの部品で済むが, 受注生産で納期が 2 か月かかるので組み合わせたほうが早い。これらの部品はすべて $1/8''$ のサイズなので, $1/16''$ の配管と接続したいときは**レデューサー** (Swagelok, 型番: SS-100-R-2, ボアード・スルーでないもの) をブランチティーに接続する必要がある。

レデューサーを使わずに $1/16''$ チューブとつなぎたいのであれば, **めすアダプター**

SS-1-TA-7-2RT (3670 円+消費税) で圧力センサーヘッドと 1/16"ユニオン・ティーをつなぐ方法もある (図 3 上側参照). この接続方法のほうがデッドボリュームを小さくできる. ただし, このメスアダプターが受注生産のため, 注文してから届くまでに 2~5 ヶ月近くかかる.



図 3 圧力損失の測定

AP-14S を用いる場合は, 型番: SS-400-3-4RTTTF の 1/4"-1/4"-1/4"PT ねじのブランチティーを用いる (または型番: SS-4-AT-4 の 1/4"-1/4" のアダプターと型番: SS-400-3-4TTF の 1/4"-1/4" -1/4" ブランチティーを組み合わせる). この場合は 1/4" の配管にしか直結できないので, 1/16" と接続したいときは型番: SS-100-R-4 のレデューサーをブランチティーに接続する必要がある. レデューサーを使わずに 1/16" チューブとつながりたいのであれば, めすアダプター SS-1-TA-7-4RT で圧力センサーヘッドと 1/16" ユニオン・ティーをつなぐ方法もある (7150 円+消費税, これも納期に 5 か月かかることがある).

どの Swagelok 部品とつなげばよいかわからないときは、接続したいものとどのようにつなげたいかを日本スウェージロック FST 営業所に問い合わせると助言してもらえます。

Swagelok の部品を接続するときは、**万力で固定**して安定したところでレンチでの締め付けを行うとよい。なお、液漏れを防ぐため、圧力のとくにかかる部分にヘッドをつなぐときは、**シールテープ**（フッ素シールテープ、アズワン）を巻いてからこの二つの接続を行うとよい。**シールテープを巻く向きはめねじが回ると同じにする**。ねじ山にテープを押し付ける感じで3周程度巻くとよい。

すべての部品をつないだら、直流安定化電源のスイッチを入れる。表示が点灯するまでに少し時間がかかる。アンプに初回電源投入時だけ設定が必要となる。まずは矢印のボタンでヘッドの種類（Ap 13, Ap 14 などと表示される）を選択し、Mode ボタンを押す。直後に no と表示されるので、矢印のボタンで yes にして Mode ボタンを押して決定する。デフォルトでは MPa 表示なので kPa 単位での表示にすると便利である。単位の変更をするには、Mode ボタンを 3 秒ほど押してから放すと、上に Func, 下に F-1 と表示される。もう一度 Mode ボタンを押す。すると上に rESo と表示されるので、矢印のボタンで下の表示を on にし、Mode ボタンをさらに 7 回押すと、モード設定を抜けて kPa 単位での表示になる。

設定を間違えるなどして初期設定に戻したいときは Mode ボタンを 1 度押した後、Set ボタンを 5 回押し、rSet/no の表示が出たら△ボタンを押して rSet/YES の表示に切り替えて、もう一度 Mode ボタンを押せばよい。

送液に**プランジャーポンプ**を使うと、とくに**運転開始時は脈動の影響が大きい**。表示がマイナスになったり、大幅に値が変動してエラー表示になったりすることがある。デバイス内の圧力損失を測定したいときは脈動のないシリンジポンプを使用するとよい（[シリンジポンプの例は 6 節](#)にある）。

★トラブルシューティング

電圧を下限値 12 V 付近で使っていると、突然アンプユニットの表示が消えることがある。このときは直流安定化電源のつまみを回して電流と電圧を少しずつ高くしてみるとよい。再度表示されるようになることもある。ただし電圧が 24 V を超えないようにすること。煙を上げて壊れることがある。

6 マイクロ化学の研究で多用するジョイント・チューブなど

マイクロ化学の研究で多用するデバイスとデバイス、デバイスとチューブをつなぐジョイントやテフロンチューブ、コネクタなどの消耗品の扱いについてまとめておく。

Swagelok 部品もいくつか紹介する。手持ちの装置や配管とどの部品をつなげばよいかわからないときは、接続したいものとどのようにつなげたいかを最寄りの日本スウェージロック FST 営業所に問い合わせよう。つなぎ方の図面とともに助言してもらえます。

ボルトをレンチで締めることが多くなるが、ボルトのヘッドを折ってしまわないように**レンチをボルトの面に平行にあてて締める**ようにしよう。また、ボルトは大きな力で締めればよいというわけではなく、**適切な締め付けトルクがある**ので必要に応じてトルクレンチを使うとよい。

PTFE (Polytetrafluoroethylene) チューブ

いわゆるテフロンチューブであり、フッ素樹脂でできた疎水性で耐薬品性の高い配管分品である。ミリ径とインチ径のものがある。1/16 inch は内径 0.25・0.5・0.8 mm (TOP), 0.17・0.33・0.75・1.0 mm (GL サイエンス)) のものが販売されている。テフロン[®]BT チューブも PTFE 製だが肉厚のものをとくにこう呼ぶようである。PTFE チューブは外径 1/8 インチ以上になると肉厚になり、内部の可視化が不可能になる。コクゴのテフロン[®]PFA チューブ (PFA : Poly(tetrafluoroethylene-co-perfluoropropylvinylether) という PTFE とは異なるフッ素樹脂) のほうが透明性が高く、外径の大きなチューブでも内部を視認できる。1 m 単位で買える。直管のものもある。なお、テフロンは米デュポン社の登録商標で、ナフロンはニチアス社の登録商標で、テフロンチューブ、ナフロンチューブどちらも PTFE チューブのことを指す。

パッキンランド http://www.packing.co.jp/PTFE/ptfetube_hyou1/tube11.htm では 3/16 インチ (4.76 mm) 径の PTFE チューブも 300 m 単位で購入可能である (受注生産なので大ロットでの購入を求められる)。4 mm 外径のユニオン・ティーとチューブを使うほうが入手しやすい。

テフロンチューブを切断するときは専用のカッター (テフロンチューブカッター, 品番 : 7-307-01, 定価 4300 円 + 消費税, アズワン) を使うと切り口がつぶれない。切り口が変形しているとユニオン・ティーなどの別の部品と接続したときに液漏れしてしまうことがある。

例 : GL サイエンス, カタログ <http://www.gls.co.jp/product/index.html>, テフロンチューブ (10 m)

- ・ 外径 1/16"-内径 0.25 mm, Cat.No. : 6010-35604, 税抜き定価 : 8000 円
- ・ 外径 1/16"-内径 0.25 mm, Cat.No. : 6010-35606, 税抜き定価 : 8000 円
- ・ 外径 1/16"-内径 0.25 mm, Cat.No. : 6010-35608, 税抜き定価 : 8000 円
- ・ 外径 1/16"-内径 0.25 mm, Cat.No. : 6010-35610, 税抜き定価 : 8300 円
- ・ 外径 1/16"-内径 0.25 mm, Cat.No. : 6010-35702, 税抜き定価 : 12100 円

シリコンチューブ

伸縮性があり、チューブなどと密着するのでチューブとシリンジを接続するのにも使える。伸縮性を考えてチューブの内径よりも大きい外径の管やフィッティングの先端部を入れるようにする。たとえば、内径 3 mm のシリコンチューブに外径 3 mm 部品を入れるとスカスカになってしまう。また、親水性で強アルカリに弱く、シリコンオイル、ドデカン、THF といった有機溶媒で徐々に膨潤する (圧力がかかっているとチューブが破れることもある)。

例 : アズワン (11 m パック)

- ・ 外径 1 mm-内径 0.5 mm 品番 : 9-869-01, 税抜き定価 : 1000 円 (肉薄で破けやすい)
- ・ 外径 3 mm-内径 1 mm 品番 : 9-869-03, 税抜き定価 : 1100 円
- ・ 外径 4 mm-内径 2 mm 品番 : 9-869-05, 税抜き定価 : 1300 円

精密ガラス細管

可視化をしたい場合に使う。市販のもの例としては TOP（相互理化学硝子製作所）のカタログ <http://www.topsrg.co.jp/product.html> に精密ガラス細管がある。外径 1.6 mm，内径 1.0 mm のもの（コード：172-12，税抜き定価：11500 円）は 1/16 インチの配管部品につなぐこともできる。ただし強度がないので締め付けの強度を慎重に調整する必要がある。締めが弱すぎると密閉されないし，強すぎると管が割れてしまう。外径 3.0 mm，内径 2.0 mm のものはコード：172-20，税抜き定価：13800 円。



SUS チューブ

ステンレス (SUS) でできたチューブである。耐高温・耐圧性が必要な際に用いる。外径 1/16" の場合，超臨界水反応を実施する際は強度を考えて肉厚の内径 0.5 mm ものをを使うのが好ましい。チューブカッターは GL サイエンスの Cat.No. 6010-81230（ペンチタイプ），3001-31701 が市販されている。しかし，どちらを使用しても先端が歪んだり，削りカスやバリが残ったりしてしまう。さらにペンチタイプは力任せに強引に切ることになるので怪我をすることもある。削りカスやバリの除去には内面用・外面用チューブリーマー（GL サイエンス，1/16" はそれぞれ型番：3001-32230，3001-32210）を用いるとよい。

無理に自分でカットせずに，最初から一定の長さにカットされた状態で市販されているものを活用してもよい。一般にチューブ類は 10 m 単位で販売されているが，島津 GL は 2 m にカットしたもの（内径 0.5 mm の型番(P/N)は 228-36995-93），GL サイエンスは 5，10，20 cm，5 m（内径 0.5 mm の型番は順に Cat.No. 6010-33040，6010-33050，6010-33060，6010-32505，内径 0.25 mm，0.8 mm のものもある）にカットしたものを販売している。

1/16"チューブカッター（GLサイエンス）

Cat. No. : 3001-31701，税抜き定価：19500 円。SUS チューブをカットするのに用いる。使い方の手順は以下のとおりである。

- ① 切断するチューブを凹型になっているカッターの窪みのところに設置する。あらかじめ切断位置直前を L 字に折り曲げておくと後の作業がしやすい。
- ② ハンドルを回転させてチューブを円形の刃に軽く押し当てる。
- ③ カッターまたはチューブを 2，3 回回転させる。回していくうちに抵抗がなくなる。
- ④ ハンドル再度回転させてチューブを円形の刃に軽く押し当てる。
- ⑤ ③④を 5-8 回繰り返す（管径や肉厚による）。この時点でカットできることもある。
- ⑥ 適度に溝がチューブに入ったところで，カッターからチューブを外し，溝のところで折ると切断できる。

バリが管内側に出るため，切り口の径が小さくなってしまう。内面用チューブリーマーで適宜出口孔を整形する。

強引に切ろうとすると怪我のもとなので、切れ味が悪くなったら刃を交換しよう。専用の替えの型番は、3001-31712（GLサイエンス、税抜き定価：6500円）である。刃の交換は、カッター側面の六角レンチが入るねじ穴があるので、サイズの合うレンチでねじをゆるめると刃を外すことができる。新しい刃をセットして再度ねじを締めればよい。

シリンジ

反応液をこの中に入れて、シリンジポンプで反応器内に反応液を供給する。先端に気体が残りやすいので、先端を上に向けて気体を抜くとよい。プラスチックとガラスのシリンジがある。プラスチックのほうが扱いは容易である。ガラス製のものには、ガスタイトシリンジとよばれる気体の流通に使えるほどの密閉性をもつものもある。中に入れる溶媒、扱う系の圧力によってシリンジの種類を選ぶ。プラスチックのものは、ゴム部があるものとないもの（図5）がある。ゴム部があるもののほうが有機溶媒に弱い。有機溶剤を用いるときはガラス製のものを用いるとよい。耐圧性が重要なときはステンレス製のシリンジを用いる。

例：アズワン、オールプラスチックディスポシリンジ

- ・容量 50 mL，品番：2-4031-05，税抜き定価：8800円（20本入）

GLサイエンス、ガスタイトシリンジ

- ・SGE，容量 50 mL，Cat.No.：4065-44650，税抜き定価：28700円
- ・SGE，容量 100 mL，Cat.No.：4065-44690，税抜き定価：40100円
- ・ハミルトン，容量 50 mL，Cat.No.：4015-54050，税抜き定価：51200円
- ・ハミルトン，容量 100 mL，Cat.No.：4015-54100，税抜き定価：78200円
（ハミルトンのほうがシリンジの直径が大きい）

ルアーフィッティング

シリンジとシリコンチューブを接続する。オス・メスがあるがシリコンチューブを接続する際はメスを使う。Flowellのフッ素樹脂のジョイントもある。図4のようなプラスチックシリンジのときはフィッティングのメスの部分をシリンジの先端に押しこめば固定できる。ガスタイトシリンジの先端に着けるときはねじ込みながら固定する。ピストンをシリンダーから引き抜くときに力を入れて引き抜く必要があるが、勢い余って周囲のガラス器具に手が当たってその器具を破損したり、手に切り傷を負ったりする可能性がある。周囲に物が無い状態の整理整頓された場所でシリンダーを引き抜くようにしよう。

例：アズワン、ルアーフィッティング（軟質チューブ用）

メス・テーパー 適合チューブ径 1.5 mm，品番：5-1043-07，税抜き定価：700円（1袋10個入）

メス・テーパー適合チューブ径 3 mm，品番：5-1043-09，税抜き定価：700円（1袋10個入）

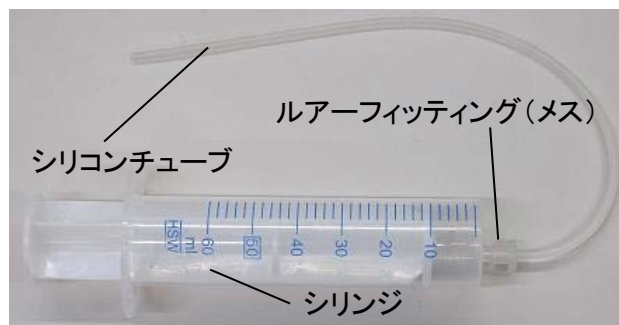


図4 シリンジと接続部品

PEEK (polyetheretherketone) 六角ヘッドオシネ (GLサイエンス)

PEEKは有機溶剤，酸（濃硫酸除く），アルカリに耐性がある．三幸精機製のK-Mミキサーや液クロのポンプとチューブをつなぐのに使う（6800円/5個）．手締めでも十分だが，必要に応じてレンチでさらに締める（締めすぎに注意）．ネジ山の間隔が近すぎる時はロングのオシネを使うとよい．入手に1ヶ月ほどかかることもあるので注意する．テフロン・SUS管をミキサーに固定することもできる．フェラルだけの別売りもある．新しいK-Mミキサー（山武製）のジョイントは，島津GLCのテフゼル（ETFE）1/16"フェラル（10ヶ入り）（Part. No. JR-041-10）とフランジフリーカラーコードナット1/16"（ホワイト，ポリアセタール）（Part. No. JR-040WH-10）を使う．

オシネをはじめとするネジ類は付け外しを繰り返すと最後には途中からひきちぎれることがある．これによって残ったネジ山部分がジョイント部から外せなくなりデバイス自体が使い物にならなくなることがある．ネジ類は消耗品なので少なくとも年度が変わったらこれらを新品のものに交換すること．ねじの首下だけを外すエクストラクターという工具もある．1/16インチに対応したものは[ESCOのカタログ](#)にある．

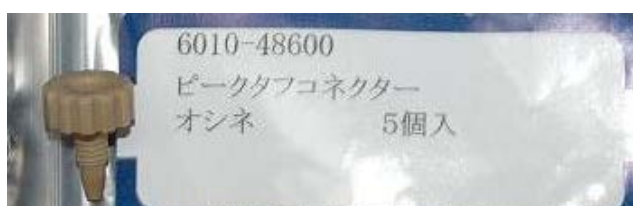
フェメールルアー（10-32 オシネメス，PEEK）（GLサイエンス）

以前はクイックコネクトルアーアダプターとよばれていた．シリンジと1/16インチPEEKタフオシネを接続できる．これをシリンジの先端に着ければ，シリンジと1/16インチPTFEチューブを直につなぐことができる．



PEEK タフオシネ (GLサイエンス)

シリンジとフェメールルアーを接続する．手締めでも耐圧性（21.5 MPa）のあるジョイントが可能とされている．



ルアーロックメスコネクタ (GLサイエンス)

シリンジと 1/8 インチ (または外径 3 mm) PTFE チューブを直につなぐことができる。

ピンチコック (ホフマン式)

金属の棒で流路を挟んで、一時的に不使用の流路を閉じるのに使う。1/16"テフロンチューブくらいまでなら閉じられる。200 円/個。

PEEK シャットオフバルブ

バルブなので開閉が容易で確実にできる。PEEK フィッティングでテフロンチューブなどと接続できる。1/16", 1/8"のチューブとつなげることができるものがある。11000 円/個。

ボール・バルブ

Swagelok の部品的一种で、2 方だけでなく、3 方 (流路を二つに分岐して一方だけ流したい場合、ハンドルを中央位置にすれば分岐後の 2 方向ともに閉じることも可能)、5 方、7 方のバルブもある。例…2 方ステンレス製 1/16":SS-41GS1, 3 方ステンレス製 1/8":SS-41GXS2。

圧力逃がし弁 (安全弁)

高圧のかかる流路が閉塞する危険がある場合、さらに圧が上がってしまうのを防ぐために、下の図 5 のようにその流路に並列に流路をつなぎその先端にこの弁を付ける。型番はたとえばステンレス製で 1/4"のものは SS-4R3A になる。販売されている弁に加えて圧力制御のためのスプリングを用意する必要がある。1/4"のものに入れるものの型番は 177-R3A-K1-H (グリーン・スプリング・キット, R3A シリーズ用) である。図の赤いラベルのついたナットを外しスプリングを中に入れる。ナットを再度つけて締めるとそれに対応して下図の高圧時の逃げ道になる流路に流体が流れ始める圧力が高くなる。下図のように流路を組んでから液を流し、圧力計を見ながら背圧弁を締めていき液が安全弁のほうから流れ出す圧力を確認する。たとえば、操作圧力が 30 MPa で安全弁が 35 MPa のときに安全弁から流れるといった設定ができる。背圧弁で系の圧力を 35 MPa にしておき、流れがこの圧力で切り替わるように安全弁のナットの締め具合を調節する。

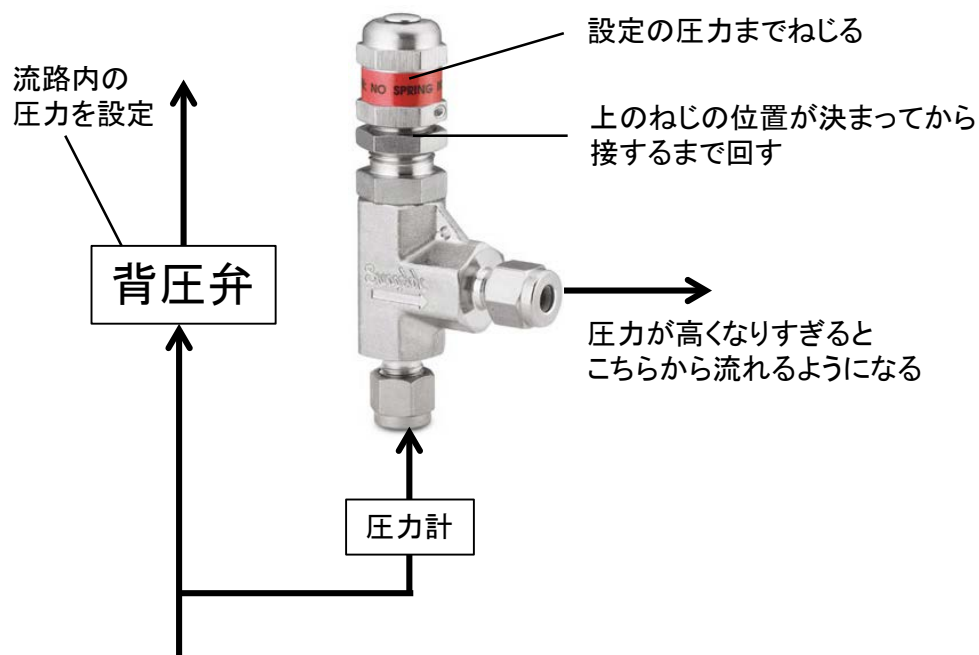


図5 安全弁の設置方法

シリンジポンプ

シリンジを用いて反応液を送液するのに用いる。プランジャーポンプのように脈動がないため、一定流量を安定して流しやすく（脈動がないわけではない）、反応器体積が小さいマイクロリアクターの実験では外乱を防ぐのに有用である。ただし、送液できる総量がシリンジの体積に依存するので長時間の送液には向いていない。シリンジが空になった状態で押し続けるとシリンジにもポンプ本体にも過大な負荷がかかり、破損の原因になるので、シリンジ内の液の残量には十分に注意すること。送液中は操作ボタン部分以外には触れないこと。

メンテナンスは4か月ごとにガイドロッド（両脇の細長い棒の部分）に機械油を、リードスクリュー（中央のスクリュー状の軸）にグリスを少量ずつ塗るようになる。

代表的なものをいくつか紹介しておく。

■Kd Scientific 社製：定価は20-30万円。高圧には対応していない。最高流量も39 mL/minまで（流量の単位を変更できるものもある）。0.25 mm以下のチューブを使うと長い距離を送液できない。

■Harvard Apparatus 社製：ある程度の高圧までは対応可能、PHD2000（70万円＋消費税）のように高流量125 mL/minまで対応できる型もある。2012年に製品が一新したようで高圧型のPHD4400はPHD ULTRA4400（81万円＋消費税）に型番が変わっており、操作も液晶画面上で行うようになった。PHD ULTRA4400はシリンジを引くこともできる。なお、より高圧に対応した「PHD ULTRA Hpsi」もある（196万円＋消費税、納期は2ヶ月ほど）。このポンプに対応したステンレスシリンジもある（50 mL：175750円＋消費税、100 mL：199500円＋消費税、200 mL：218500円＋消費税、納期は2ヶ月ほど）。

■アイシス（ISIS）社製：ネクサス3000…定価は47万円＋消費税。シリンジは2本まで設置できる。PHD2000よりも押す力は強い。価格はこちらのほうが大幅に安い。最大流量は

設定したシリンジの直径による。ネクサス 6000…定価は 53 万円+消費税。シリンジは 1 本だけ設置できる。押す力は PHD4400 に匹敵する。価格はこちらのほうが大幅に安い。

■New Era 社製（販売代理店は YMC）：NE-4000…166000 円+消費税。軽量，安価で押す力も IC-3200 より強い。99.99 mL/min まで設定できる。

ボタンが効かなくなったり，ピストンの留め金が傷んで外れたりなど修理が必要なときは納めてくれた業者に頼めばよい（5 万円程度）。購入や修理の見積もりは一般的な実験機器を扱っている業者で取れる。

以下に各種シリンジポンプの使い方を示す。シリンジの直径を正しく入力しないと、使っているシリンジに対して正確に入力した流量の流体が流れなくなるので注意が必要である。また実験室に複数社のシリンジポンプがあるときはポンプ本体と AC アダプターの対応が一定になるように注意しよう。要は**専用の AC アダプターで電源につなぐこと**。間違えると動作の不具合や故障の原因になる。

■PHD2000, Harvard Apparatus

- ・ コンセントをつなぎ，後ろの電源をいれる。
- ・ 「Set」→「Diameter」の順に押して，ピストンの直径を入力→「enter」（20 mL ものは 20.20 mm，60 mL ものは 29.00 mm）
- ・ 「Set」→「Infuse Rate」の順に押して，流速を入力→「enter」
- ・ シリンジをセットする。押すところの手前にあるつまみを引っ張りながら回す。こうするとシリンジが軸に固定される。シリンジの注射筒・ピストンの平らな部分をはさむところに収まるようにする（つまみを閉めて固定する）。
- ・ 「Run」を押す。少なくともはじめの数 mL 分は，定常待ちに相当するのでサンプリングしない。
- ・ 「Target Volume」…この量だけ流れると自動的に止まる。通常大きな値（100 mL くらい）に設定してあるので実験途中で変える必要はない。ただし，大きな値にしているとシリンジ内の液がなくなっても押し続けてしまうので，シリンジ内の液残量には注意する。
- ・ 「Refill Rate」…ピストンを引く速さ。

■IC-3200, Kd Scientific

- ・ 後ろの電源を入れる。
- ・ シリンジをセットする。シリンジの溶液を入れる側（注射筒）の平らになっている部分が，シリンジをはめ込む本体の黒い部分に接しているようにする。シリンジを押し板の上にあるつまみを半回転させると，板が動いたり動かなかったりが切り替わる。この板をシリンジ（押し側）の最後尾に当たる位置まで移動させ，つまみを回転させて板を固定しておく。
- ・ 「Select」で文字が点滅しているところで左矢印を 3 回押すと「Dia」が点滅する。ここでもう一度「Select」を押して，ピストンの直径（20 mL ものは 20.20 mm，60 mL ものは 29.00 mm）を入力して「Enter」で設定する。
- ・ 「Select」を押すと Vol の文字が点滅しているので，もう一度「Select」を押し，数字のキーを押して 100 mL などの十分大きな値にしておく。「Enter」を押せば決定できる。引き続き Rate（流量）を入力する。「Enter」を押して設定する。

- ・ 「run/stop」を押すと送液が始まり、もう一度同じボタンを押すとポンプが止まる。

■アイシス (ISIS)

ネクサス 3000

- ・ 液晶に設定する項目が表示されているので、流量、注射筒内径、送液流量を設定する。
Enter ボタン周辺の上下左右の三角で設定する項目を移動し、テンキーで数値を入力したら Enter ボタンを押して決定する。
- ・ Delay のところの時間は Start ボタンを押してから実際の送液開始までに間隔を取りたいときに入力する。0.1 min と入力すると Start ボタンを押してから 6 秒後に送液が始まる。
- ・ シリンジを押す板（プッシュブロック）の上にあるつまみを半回転させると、板が動いたり動かなかったりが切り替わる。
- ・ シリンジホルダにシリンジをセットする。注射筒とピストンの平らな部分をしっかりと固定する。
- ・ Start ボタンで送液開始、Stop ボタンで停止する。
- ・ ピストンを押す部分（プッシュブロック）のすべりが悪いようなら機械油を挿す。

ネクサス 6000

ネクサス 3000 と使い方はほぼ同じだが、ピストンを押す部分（プッシュブロック）が手動では動かせなくなっている。シリンジを設置するときは F1 から F4 キーでこの部分の配置を調整する。キーと動作の対応は以下のとおりである。

F1：高速でピストンを押す，F2：低速でピストンを押す

F3：低速でピストンを引く，F4：高速でピストンを引く

■NE-4000, New Era

取扱い説明書の最初のページを読めば基本的には使いこなせる。

- ・ 本体の後部（デジタル表示部・ボタンのない側）のスイッチを入れたら何かボタンを押して、デジタル表示部の点滅を止める。
- ・ 設定値変更して矢印の書かれていないボタンを押すか、2 秒ほど放置しておくで、設定が確定する。
- ・ 設定値の小数点の位置が一番左の上向きの矢印の書かれたボタンを長押しし、数値が 0 から 9 まで変化した後小数点移動する。目的の位置まで小数点に来たらボタンを押すのをやめる。
- ・ プッシュブロックの銀色のつまみを回転させて上に持ち上げて、もう一度半回転させてつまみの両脇の高くなった部分の上につまみの平坦な部分を乗せると、このブロックを動かせるようになる。
- ・ 直線が三角形を二つ貫通しているものが逆向きに 2 組描かれたボタンを押して Withdraw に赤ランプが点灯している状態（吸引モード）でシリンジを押す部分の位置を調整することもできる。
- ・ Start ボタンで送液を開始し、同じボタンを押すと送液が止まる。

ユニオン・ティー (Swagelok) <http://www.swagelok.co.jp/> (価格はこのサイトで調べられるがあくまで目安、一度に発注する個数で単価が変わる部品もある)

http://www.swagelok.co.jp/search/find_resources_results.aspx?DTYPE=CA (カタログ)

市販されている入手が容易な T 字路ミキサーの一つである。外径 1/16 inch のチューブが接続できるものは合流部付近の流路径が 1.3 mm (5260 円/個+税, 型番: SS-100-3, ステンレス (SUS316) 製, 左写真) と 0.3 mm (13340 円/個, 型番: SS-1F0-3GC, 納期 1 週間, 中央写真) のものがある。カタログ

<http://www.swagelok.co.jp/downloads/webcatalogs/JP/MS-01-140.PDF> を見るとほかのインチ径のものについてもティー内の流路サイズがわかる。カタログの図面で E と記されているところが合流部の流路サイズになる。



中に入っているフロント・バックフェルールは、つなぐチューブが変わるとこの二つも交換になる。フロント・バックフェルールのセットが販売されている (510 円/セット) (型番: 1/16 inch SUS 製, SS-100-set-10 (10 個セット), SS-100-set-100 (100 個セット), 右写真)。チューブとユニオンのつなぎ方によってはナットも交換になることがある。ナットだけを買うこともできる (型番: SS-102-1 (1/16 inch SUS のもの), SS-1F2-1GC (ローデッドポリウム 1/16 inch SUS のもの), SS-202-1 (1/8 inch SUS のもの))。ユニオン本体は使い続けるほうが安く済む。型番は、材質 (SS は 316 ステンレススチール) - 接合チューブ外径 (100 は 1/16 inch, 200 は 1/8 inch, 4M0 は 4 mm) - 形状 (ユニオン・ティーは 3) を意味する。ミリ径のナットには肩おとし加工 (ナットのねじ山側の端に段差がある) が施してあり、ティーのほうには MM の刻印があるのでインチ径と区別できる。外径 1/8 インチと 3 mm のサイズはわずかなのでこれらを頼りに確実に使い分けるようにしよう。

カタログには載っていないが (Web で検索すると出てくる), 外形が mm 径のフェルールも単品では売っている (セットはない)。たとえば, 外径 3 mm でステンレス製の型番は SS-3M3-1 (フロントフェルール)、SS-3M4-1 (バックフェルール) である。

なお, チューブをつなぐ際は, まずチューブを最大限奥まで入れた状態で手締めする。次に, 万力で固定して安定したところで, 配管を本締めするためにレンチを使ってナットを回転させる。回数は 1/16", 1/8", 3/16", 2 mm, 3 mm, 4 mm は 3/4 回転, それ以上のサイズは 1 と 1/4 回転させる。

PFA 製の継手も Swagelok から販売されている。1/16 インチのものは市販されていない。1/8 インチのフェルールはフロントとバックが一体になっている (型番: T-203-1, これだけ PTFE 製)。1/4 インチ以上はフェルールも PFA になる。

テフロン製のユニオン・ティーが欲しければ, サンプラテックから注文するとよい (1/8" が載っている)。ほかのミリ径のものもアズワンよりも定価が安い。

ユニオン・ティー (GLサイエンス)

キャピラリーHPLC 用部品のものである。外径 1/16 inch のチューブが接続できるものは、SUS・PEEK 製があり、内径 0.5 mm (ティー), 0.15 mm (マイクロボリュウムコネクター) のものがある。

おすコネクター (Swagelok)

デバイスとチューブをつなぐのに主に使う。デバイス側の根本の径とチューブ接続側の径を独立して選べるので、コネクターを通じてチューブ径の変更もできる。ねじ山の規格はテーパー (NPT) (RT, ISO 規格と刻印されている) とノンテーパーの二つがある。ねじ山が円錐状なのがテーパー (NPT) ねじで、平行なのがノンテーパーねじである。ねじ山の見た目の差はわずかだが、ノンテーパーねじをテーパーねじ用の受け口に入れようとするとはまらない。ガス・液漏れを防ぐためにシーリングテープ (フッ素シールテープ, アズワン) を巻いてからデバイスに接続するとよい。

製品の一例を以下に示す。型番は、材質-デバイス側根本外径-コネクターの形状 (1 なら直線, 2 なら 90° に曲がったもの) - 接合チューブ径 (1 は 1/16 inch, 2 は 1/8 inch) - (テーパーなら RT, ボアード・スルーなら BT) からなる。ボアード・スルーはコネクター内にチューブを貫通させられるものを指す。

型番 : SS-100-1-2RT

名称 : ステンレス鋼製おすコネクター

外径サイズ 1/16 インチ - 1/8 インチ・サイズ ISO 管用テーパーおねじ

ホース・コネクター

テフロンやシリコンチューブ内に Swagelok のコネクターをつなぐときに使う。

型番 : SS-2-HC-1-200 (納期に 2 週間かかる)

名称 : ステンレス鋼製 ホース・コネクター

外径サイズ 1/8 インチ - 外径サイズ 1/8 インチ

ユニオン

外径の同じ配管をつなぐのに用いる。型番は、1/16 インチは SS-100-6, 1/8 インチは SS-200-6 (1230 円+消費税) である。

ユニオン・エルボー

外径の同じ配管をつなぐのに用いる。配管と反応器などの配置を調整したいときに使う。型番は、1/16 インチは SS-100-9 (2960 円+消費税/個), 1/8 インチは SS-200-9 (1650 円+消費税/個) である。

レデューシング (径違い) ・ユニオン

外径の異なるチューブを接続するときに用いる。ボアード・スルーのものもある (型番の最後に BT がつく, 納期に SS-200-6-1BT は 5 週間, 納期に SS-400-6-1BT は 10 週間かかる)。

型番：SS-200-6-1（1680 円＋消費税）

名称：ステンレス鋼製 レデュースング・ユニオン

外径サイズ 1/16 インチ – 外径サイズ 1/8 インチ

なお、同じ外径のチューブをつなぐユニオンだと型番は SS-200-6（1/8 インチ用）のように最後の番号がなくなる。

レデュースー（Swagelok）

T 字路周りで外径の異なるチューブ（下流がサイズ小）を接続するとき用いる。ユニオン・ティーの出口の一つに接続することで熱電対を固定し温度測定をするときにも使える。製品の一例として、1/16 インチのチューブを 1/8 インチのユニオン・ティーにつなぐためのものを以下に示す。

型番：SS-100-R-2BT

名称：ステンレス鋼製 ボアード・スルー・レデュースー

外径サイズ 1/16 インチ – 外径サイズ 1/8 インチ

レデュースーの先端に配管をつなぐときは接続部を万力で固定し、2 本レンチを使って一方をレデュースー本体の固定に、もう一方をナットの締め付けに使うとよい（図 6 参照）。レデュースーを固定せずにナットだけを回すと、レデュースー本体も回転してしまい締め付けがうまくできない。



図 6 万力で固定してレデュースーを締め付ける例

ユニオン・クロス（Swagelok）

4 方向からの流路を接続でき、プランジャーポンプのチェック弁の直後、3 流体の混合や T 字路の衝突場に熱電対を設置して温度測定をするときに使える。1/16 インチのもの（型番：SS-100-4）は受注生産で 2 週間ほど納期がかかる。価格も税抜きで 2 万円/個ほどする。

Oリング

パーツとパーツの接合面を通じての流路からの液モレを防いでくれる。パーツ間を密着させることでOリングが伸縮して、シーリングしてくれる。鏡面加工ができないときは必須となる。ただし、内部に流す溶剤に耐性のある材質のものを選ぶ必要がある。三商のカタログ（これが材質・型番の種類が最も豊富、<http://san-web.co-sansyo.co.jp/>）から買うとパーフロ P-15（内径 14.8 mm, 線径 2.4 mm）が 1 個 2370 円になる。パーフロ製 Oリングはフッ素樹脂の中でも薬剤耐性、耐熱性が非常に高い。同じフッ素樹脂でもバイトンではケトン類に耐性の難がある場合もあるし、PTFE だと伸縮性がないのに注意が必要である。



7 マイクロデバイスを作製してくれる企業

共同研究でデバイスを作成するときは、費用がどこから出ているかをはっきりとさせておく。共同研究先の企業のお金で作成したデバイスは共同研究期間が終わったら原則企業に返却することになる（大学ではデバイスは消耗品で通るが、企業では備品になることがある）。特許性がたとえなくても、図面も別加工業者にダイレクトに提供せずに、大まかな仕様図面を改めて作成して、外注先に改めて詳細図面を引いてもらうとよい。これらに関してデバイスを受け取った時点で確認するとよい。

チップ状にマイクロ流路を形成する場合

無色透明なマイクロチップ状に流路を作ることで、流れを可視化しながら実験をしたいときがある。マイクロチップの作製の依頼先の一つとして Fluidware Technologies を挙げておく。



Web サイト：<http://www.fluidware-technologies.com/>

発注用メールアドレス（次の日には返事がある）：info@fluidware-technologies.com

代表取締役社長 吉田敏雄様：yoshida@fluidware-technologies.com

PDMS（疎水性）製のチップを作製してくれる。価格もほどほどで、納期もやり取りを始めてから 2 週間程度で迅速なので便利である。最低でも同じチップを 3 枚は作ることになる。

流路サイズは指定したものより 5%程度ずれる（深さ方向は誤差が大きい、実サイズは報告してくれる）。ゴム状の PDMS（ドデカンや THF では膨潤するので長時間使用には向かない）だけでなく、硬化 PDMS の加工もできる。

注文の流れは、まず、Word の受託依頼書（Web にある）に基本的な仕様とオプションの指定を記入し、流路の図面（PowerPoint のファイルでよい）とともに送る。次の日くらいに見積もりと詳細の詰めの打ち合わせをメールでして仕様が決定すると、さらにその 1-2 日後に PDF ファイルで仕様書が送られてくる（軽微な変更で再注文のときは送られてこないときもある）。この PDF を見て問題がなければ正式に発注になる（メールで送られてくる注文書を Fax する）。発注後 7 日-2 週間程度で出来上がったものが到着する。迅速にやりとりすれば 2 週間ですべてのやりとりが完了する。

値段は、PDMS シートのサイズ（10 cm×10 cm 程度が最大）、シリコンチューブの接着の有無、2 枚の PDMS シート間の接着の有無、PDMS シートのガラス基盤への接着の有無などに依存する。材質に硬化 PDMS も使えるが値段は通常の PDMS と変わらない。硬化 PDMS は通常のものよりわずかに硬い程度。弾性があり、プラスチックのように硬くなるわけではない。以下は値段の一例である（代理店日立ハイテクを通さないと下記から 4 万円値引き、消費税別）。一度作ったものを再度作成するときはさらに割引される。流路深さは 900 μm 程度が限界のようである。

- ・ PDMS チップ作製基本料金：3 枚 100000 円（以下いずれも消費税別）
- ・ フォトレジスト作成費：50000 円
- ・ PDMS シート材料費：15000 円
- ・ シリコンチューブの接着費：30000 円（ポート数が 1 枚あたり二つでも三つでも同じ）
- ・ PDMS 二層の永久接着費：20000 円（これをしないと流路を掘った PDMS シートがガラス板に単に置かれているだけになってしまうので流体を流すと簡単に漏れてしまう）

ほかにも英興（株）がある。ガラスチップならこちらだが、納期が数ヶ月以上かかり、非常に遅い。

Web サイト：<http://www.eikoh-kk.co.jp/>

SUS（Stainless Steel）製のデバイスを作製する場合

SUS には色々な種類があり、SUS303, SUS304, SUS316 というように番号がついている。加工のしやすさは 303 がもっとも高いが薬品耐性が低く、304, 316 の順に耐性は高くなるが材料としての値段も上がっていく。一般的には SUS304 を用いることになる。また、全体を固定するネジ穴の中心と流路をつなぐためのネジ穴の中心は穴形の 3 倍以上はとる必要がある。ネジ山はネジ穴よりも大きいからである。デバイスをコンパクトにしようとしてネジ穴を近づけすぎないこと。

鏡面仕上げができる場所としては、（株）三幸精機工業 <http://www.sankoh-mc.co.jp/> がある（Web サイトの問い合わせようメールアドレスに概略図面を送付→1, 2 日後に仕様を電話で打ち合わせ→1 週間で見積もり→さらに 1 週間で詳細仕様図面→最終確認をして製作に入ってもらおう、メールで発注確定で OK の旨を伝えること）。毎週金曜日が休業日、木曜日は

不定期で休業のため対応が遅めなのに注意がいる（電話での問い合わせは月曜～水曜日 8：00～17：00）。

トップ精工 <http://www.top-seiko.co.jp/> に依頼してもよい（ガラス加工，鏡面仕上げもできる）。三幸精機よりも安く作れることもある。

8 可視化実験

マイクロ流路内の混合性能を評価する場合，流動状態を可視化して確認することも有効な手段の一つである。

まず，均相系の混合状態を可視化する簡便な方法として，顕微鏡で流路を観察しながらフェノールフタレイン溶液を加えた塩基性水溶液と酸性溶液を混合し，中和反応を起こすものを紹介しておく。フェノールフタレイン溶液（1 wt%フェノールフタレイン）は市販もされているが，調製法を記しておく。まず，フェノールフタレイン 1 g を 90 mL のエタノールに溶かす。ここに蒸留水を加えて全体を 100 mL にする。これを水酸化ナトリウム水溶液に 1-5 vol% 加える（水酸化ナトリウム溶液 100 mL に対して 1 wt% フェノールフタレイン溶液 1-5 mL の割合）。これよりフェノールフタレイン溶液が少ないとフェノールフタレインの発色が弱く，はっきりと可視化できないし，多すぎると流動状態をみたい流体の物性への影響が大きくなりすぎてしまう。このように調製した塩基性溶液と等量かそれよりも少し多く酸を含む溶液を混合させればよい。ガラス器具の洗浄が不完全だと，反応液に予期せぬ着色が起こることがあるので，本書の最初でも述べたが，洗浄は少量の水で洗い流すこと繰り返し，丁寧に行うこと。

また，スラグ流のように 2 相流を可視化することもある。どちらの相が分散相（流路中央側を流れる相）か（連続相は壁面側を流れる相），スラグ流（平行流・環状流）になっているかどうかといった流動状態，スラグの長さやサイズの均一性を記録していく。記録の方法としては，2 相の流量をそれぞれ縦軸・横軸にとり，流動状態ごとに記号を指定してマップを作ることが多い⁶⁾。スラグ側面に液膜ができていないかを確認するためには一方の相（連続相がよい）にインクやズダン（赤色で油相に溶ける）で着色するとよい。

可視化に使う顕微鏡としては，PC 上のソフトを操作しながらスナップショットや動画を撮影することが可能である。実験室に備え付けの顕微鏡（カートン光学，CBM-15）ではノート PC と顕微鏡が USB 接続されており，デスクトップにアイコンのある USB shot を起動して撮影の種類（スナップショットか動画）をクリックで選択肢した後，右上の目のボタンを押すと撮影ができる。ペン型の LED ライト（アズワン，商品コード 1-8143-11）を使うと可視化がしやすくなることもある。流速が速い場合はデジタルカメラで撮影するとうまくいく。

より高性能な顕微鏡としてキーエンスの VHX-1000 も使うことができる。使用手順は以下のとおりである。基本的な使い方は User's Manual の第 3 章，画像からサイズや面積を出したいときは第 9 章を参照するとよい。動画の保存もできる。

- ① 見やすくするために観察物を白い紙の上のせて顕微鏡の黒い観察台の上に乗せる。紙がなくても十分見えるが，下が白のほうが見やすいこともある。色が薄い場合は黒いままのほうがよい。

- ② 対物レンズの拡大倍率が自分の目的にあったものかを確認しておく。対物レンズがついたリングを回転させて倍率を変更できる。PC の立ち上げ時にある程度ピントを合わせてくれているようなので、この時点で倍率を確認しておくといよい。
- ③ モニター下部にある電源ボタンを押して PC を立ち上げる。レンズ位置の調整等を行っているらしく立ち上げには 1-2 分かかる。1 回目の観察でもある程度ピントがあった状態から始まるので、ある程度のオートフォーカス機能があり、それに時間がかかるのではないかとと思われる。
- ④ 操作パネルの右上の小さなつまみを回して視野の明るさを調整する。
- ⑤ 操作パネルの中央の FOCUS と下部に書かれたつまみを回し、ピントを合わせる。つまみの回転がレンズの上下に対応しており、この段階で最終的なピントの調整をする。
- ⑥ モニター初期画面「画質改善」の右下にハレーション除去（ぎらつきやライトの照り返しを取り除く機能）という項目があるのでそれをマウスでクリックする。すると左右に調整できるバーが出てくるので状況に合わせてハレーション除去の強度を決定する。
- ⑦ 操作パネル[Rec（赤字）]ボタンを押す（画面右下の「撮影」をクリックする）とシャッター音とともに保存したい場所を選択するポップアップが出現するので保存したい場所を指定後、ファイル名を入力して決定ボタンを押す。USB フラッシュメモリーにファイルを保存する場合、この画面で新規フォルダを作ったり、ファイルの整理を行ったりするのは非常に面倒なのであらかじめ別の PC でフォルダを作成しておくといよい。
- ⑧ 撮影が終了したらシャットダウンを行う。

9 粘度の調整

物性と混合状態の関係を調べたい場合がある。たとえば粘度を変えたい場合、溶液に増粘剤を加えることになる。ここでは水溶性の増粘剤カルボキシメチルセルロースナトリウム（CMC, Wako 商品コード 039-01335）を用いる場合について紹介する。CMC は水に溶けるが、ゆっくりとしか溶けないのでスターラーで攪拌して数時間ほど放置する。CMC 水溶液は CMC の濃度が高くなるほど粘度は上がる。ただし、濃度と粘度は正比例しない。水溶液の粘度と CMC 濃度の関係の一例を表 2 に示す。また、pH3.0 以下の強い酸溶液中では、部分的に半溶解から不溶化傾向となる。CMC 水溶液に酸を加え pH を下げると Na 塩の一部が置換されて H 型に変わるため溶解性が低下して粘度低下を起こす。酸塩基と同時に使うと中和点が変わる上に、CMC が分解して固形分が出てしまう。なお、グリセリンでも粘度の調整はできる（グリセリンは水に大量に溶解する）。

表2 CMC濃度と水溶液粘度の関係（25℃）

CMC濃度 [wt%]	粘度 [mPa·s]
0.02	3.2
0.1	5.5
0.2	9.1
0.3	13.2

粘度を測定するための粘度計（VT-03F, リオン（株）, 105300 円＋消費税）の使い方の一例を説明しておく。試料カップは 460 mL の溶液を入れるので（ローターの棒の付け根にくびれた部分がありここまで溶液を入れる）、液は 500 mL 以上は調製しておく。ローターは

3種類あり，測定できる粘度範囲によって使い分ける．4号が 2-33 mPa·s，5号が 15-150 mPa·s，3号が 50-300 mPa·s の範囲で使用できる（○号はローターの測定部への取り付け部
に書いている番号と対応している）．測定部にある水準器の気泡が赤い丸の内部に来るように
試料カップとローター設置する．ローターは左ねじ（左に回すと閉まる）である．スイッチ
を入れるとローターが回転し目盛が数秒すると落ち着いてくるので，その値を読む．**粘度は
温度で大幅に変わるので，温度計で温度を同時に測っておく．**

なお，本格的な溶液の粘度測定がしたければ，たとえば，PC と連動してプログラム測定が
できる英弘精機の B 型粘度計がある．「[ブルックフィールド粘度計 コーンプレートタイプ](#)」
だと消費税込みで 140 万円強になる．

10 抽出実験

抽出操作の例としてドデカン中のフェノールを水中に移動させる例を挙げておく．まず，
フェノールは劇物（かつ特定化学物質）なので劇物専用の棚に保管すること．**直接手に
触れないようにビニール手袋などをはめてから作業を行うこと**．フェノールは常温で固体
なので 50 度程度で湯煎して液化しておく．素早く重量をはかり，0.1 wt/vol% (1000 ppm)
になるようにドデカンを加える．ここでもフェノールがドデカン中に均一に分散するように
湯煎しながら攪拌するとよい．

サンプルはまず試験管に採取していき，送液を終了してからパスツールピペットで下側に
たまっているフェノールを含む水相を抜き出す．これを希釈してからフェノール濃度の分析
をする．水相に抽出されたフェノールは 2 節で説明した UV-Vis 分光光度計で 270 nm のピーク
を読む．ポリスチセルは有機化合物に弱いのでセルは**石英またはガラスのセルを使う**．
UV の吸収ピークが大きくなりすぎないように，**抽出後の水相 5 滴前後に，セルに 3 mL
ほど（セルの 3/4 程度）蒸留水を加えて希釈してから測定を行うとよい**．希釈の際は
均一に混ぜるようにする（セルに抽出液をとってから蒸留水を加えたほうがよい）．希
釈率がわかるように，セル重量，セル+蒸留水，セル+蒸留水+抽出液の重量を量って実験
ノートに記載しておく．

水相は 0.1 mol/L の水酸化ナトリウム水溶液として塩基性にして PhO^- の状態で抽出される
ようにすることもできる．こうすると水相側の物質移動抵抗がなくなるため（学生実験のテ
キスト参照），物質移動係数の算出がしやすくなる．ピークの位置が 288 nm にずれる．

ドデカン相は非水有機廃液として，**抽出後の水相と器具の洗浄液は抽出したフェノー
ールとわずかに溶解するドデカンを含んでいるので水溶性有機廃液**（有機化合物の含有量 5%
以下）として処理する．水相塩基性としたときは中和もすること．ドデカンのフェノール溶
液の調製やサンプルの採取に使った試験管とパスツールピペットは使い捨てにすればよいが，
エタノールで軽く洗ってからガラス廃棄物を集めているところに入れる．**エタノール洗
液も水溶性有機廃液**に捨てる．ドデカンのフェノール溶液の調製時のパスツールピペット
内にフェノールが冷えて固まってしまうので，ドデカンを入れた試験管内に入れて湯煎して
溶かしてから洗浄する．

11 マスフローコントローラー（流量計）

まず、山武のマスフローコントローラー（型式 MQV9500）の使用法を説明する（流量が大きい場合は、堀場製作所のマスフローコントローラーも使用できる）。Fine のカタログに掲載されていて、価格は本体 136000 円、アダプター5280 円（いずれも+消費税）程度で購入できる。DISP のボタンを押して▲▼のボタンを押して流量を設定する(0.002 L/min 単位)。ENTER を押して数秒すると現在流量表示に自動で戻る。ジョイントの付け根は 1/4 インチのテーパねじを接合できる。たとえば、Swagelok のおすコネクタの型番 SS-100-1-4RT のものをつなげば 1/16 インチ、SS-200-1-4RT をつなげば 1/8 インチのチューブと接続できる。本体に描かれた矢印の向きに気体（N₂, Air）を流す。

KOFLOC（堀場製作所から購入可能）の電子式流量計 Mass Flow Controller (MODEL 3660)、リードアウトユニット（CR-300）を使う場合も説明しておく。リードアウトユニットはマスフローコントローラーとケーブル一本で接続することにより、流量の制御を行うための条件入力のユニットである。操作方法は以下のとおりである。なお、図 7 で CCM のところに赤ランプが点灯している。これは流量の単位が mL/min になっていることを示している。

- ・ 「LOCK」のボタンを押して、入力ロックを解除する（LOCK のところに赤いランプが消える）。図 7 のようにこの赤いランプが点灯している状態ではほかのボタン操作を受け付けてくれない。
- ・ 「FLOW SET」を押して流量を設定する。⇒のボタンでケタを移動し、↑で値を増加、↓で値を減少させる。
- ・ 「ENT」を押して設定を確定させる。
- ・ 「LOCK」ボタンを押して入力をロックする。しばらく何もさわらないまま放置してもロック状態になる。
- ・ 「CLOSE」のボタンで完全に流れを止めることができる。「OPEN」で流量を最大にできる（ガスボンベの 2 次圧に相当する流量がそのまま流れる）。



図 7 リードアウトユニット

上記のものは価格的には備品になってしまう。もっと安価に流量を調整したい場合、とくに流量が小さいときはアナログの面積式流量計でも問題ない。KOFLOC のニードルバルブ付

精密流量計（型番：RK-1250，ケニスのカタログでは2-5万円台程度）を使うとよい。型番，流量計の全長，材質（70℃までの使用なら真鍮なら B，120℃までならステンレススチールなら SS），接続するフィッティングの種類（1/4SW または 1/8SW とすれば Swagelok も可能），流すガスの種類，最大流量，供給圧力（最大値，100 mL/min までは 1 MPa，それより上になると 0.7 MPa），出口圧力（大気圧開放なら 0），ニードルバルブの位置（流量計の上部 or 下部（通常はこちら））を指定して注文する。たとえば，以下のように表記する。

RK-1250-15-B-1/8SW-CO₂-200mL/min-0.7MPa-0-D

最大流量の大きいものは低流域の目盛りがないので（例：最大流量 100 mL/min のものは 10 mL/min 以下がない），操作流量に応じた流量計を用意する必要がある。1 mL/min 以下を扱いたければ最大流量 2 mL/min のものが適している。

液体用の流量計もキーエンスから出ている。低流量に対応したものが 2 機種あるが（0.01 mL/min 単位で計測可能，FD-SF1（最大 1 L/min），FD-SF8（最大 8 L/min）），いずれも 185000 円＋消費税。表示アンプには NPN と PNP がある（FD-SA5NA，FD-SA5PA とともに 35000 円＋消費税）。この違いは簡単にいうと制御の配線方式の違いで，日本では NPN が一般的である。

参考文献

- 1) 化学同人編集部 編；実験データを正しく扱うために，化学同人（2007）。
- 2) Ehrfeld, W., K. Golbig, V. Hessel, H. Löwe, T. Richter, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **38**, 1075-1082 (1999).
- 3) Panić, S., S. Loebbecke, T. Tuercke, J. Antes, D. Bošković, *Chem. Eng. J.*, **101**, 409-419 (2004).
- 4) Engler, M., T. Kiefer, N. Kockmann, P. Woias, *Proceedings of 8th International Conference on Microreaction Technology*, Paper No. 128d, Atlanta, USA, 2005.
- 5) Guichardon, P., Falk, L, *Chem. Eng. Sci.*, **55**, 4233-4243 (2000).
- 6) 日本混相流学会 編；混相流ハンドブック，朝倉書店（2004）。

『マイクロ化学プロセスで大切な物質収支式と無次元数の導出』

<https://www.amazon.co.jp/dp/B00HGWRWN8C>

マイクロ化学プロセスの混合を例に，化学工学の理論の土台である物質収支式と無次元数を導出する演習をするチュートリアルを Kindle 電子書籍にしています。特典として，スライドの部分はプレゼン原稿と共に PDF ファイルで入手できるようにもしています。

マイクロ化学
プロセスで大切な
物質収支式と
無次元数の導出

青木 宣明

例題を解きながら化学工学の
基礎が身につきます（解答付き）
無次元数のプロセス設計への
活用方法もわかります