

微量等温滴定仪 TA Nano ITC 样品准备要求

只接受流动性较高的液体样本，无法检测气态、固态或粘稠度较高的液态样本。液体样本一般建议基于水配置的溶液，不接受挥发性的有机溶剂。

需确保上机样品不会随时间和滴定反应的进行有沉淀或析出结晶。

若样品为小分子且缓冲液中加入 DMSO 请提前告知。

1、对于已知解离常数 K_D ，但未知热变化水平的实验：

被滴定物浓度要求： $10 \sim 1000 \text{ } K_D$

被滴定物体积要求： 上样 $300 \sim 600 \mu\text{l}$ ，润洗至少 2.5ml （如不够可用 buffer 来润洗）

滴定物浓度要求： 必须同时满足大于等于 20 倍被滴定物浓度且超过 K_D

滴定物体积要求： 上样 $90 \mu\text{l}$ ，润洗至少 $250 \mu\text{l}$ （如不够可用 buffer 来润洗）

备注：若须获得理想数据，建议被滴定物浓度为解离常数的 10-1000 倍，若由于溶解度等原因浓度无法满足上述要求，可视滴定热变化情况，在满足仪器最低检测量度内使用低浓度检测。

2、对于未知解离常数 K_D ，且未知热变化水平的实验：

被滴定物浓度要求： $50 \mu\text{M}$ 及以上

被滴定物体积要求： 上样 $300 \sim 600 \mu\text{l}$ ，润洗至少 2.5ml （如不够可用 buffer 来润洗）

滴定物浓度要求： 大于等于 20 倍被滴定物浓度

滴定物体积要求： 上样 $90 \mu\text{l}$ ，润洗至少 $250 \mu\text{l}$ （如不够可用 buffer 来润洗）

备注：样品母液浓度尽量高，可现场稀释。

3、滴定物与被滴定物 buffer 匹配问题

ITC 是一款灵敏的热量检测仪，微量的热变化都能被监测到。在滴定过程中，除了产生反应热外，还有可能会产生其他的热变化：如稀释热、中和热等，因此，在进行滴定时须满足一个大原则——滴定物与被滴定物所处的 buffer 环境完全一致。

以下列举部分经常导致的 buffer 不一致的原因：

1、缓冲溶液不是同一批，盐浓度和 PH 都可能存在差异；

2、滴定物母液与实验 buffer 不一致，稀释过程中引入部分母液中的成分，建议被滴定物也按相应比例引入滴定物母液中的成分；

3、被滴定物源于各种生物方法提取，溶液置换不完全。建议使用凝胶脱盐或超滤等方法置换 buffer，收集超滤下的 buffer 或者凝胶脱盐 buffer 作为滴定物的稀释 buffer。

微量等温滴定仪 TA Nano ITC 用户指南

(仪器管理员: 张庭月 联系电话: 13758217052)

一、预约

- 尚未取得独立操作资格的用户，请先加管理员微信，沟通实验内容、确认实验时间，并由管理员代为预约，上机时管理员会陪同指导。
- 对于已取得独立操作资格的用户，本仪器 24 小时开放使用，可在浙江大学分析测试管理服务平台 (<https://atc.zju.edu.cn/>) 预约，仪器编号：20039772
仪器名称：微量等温滴定仪。

二、注意事项

- **★重要 手柄放置：**手柄不用时应置于支架上，放在桌面容易滚落而损坏；如手柄上安装了滴定针只能放于桌面，请放一些物品阻挡以防手柄滚落
- **★重要 手柄与滴定针安装：**手柄与滴定针请按要求安装、取下
- **★重要 废液瓶水位：**使用冲洗装置时，请随时关注废液瓶内的水位，如水位较高请及时倒掉废液，以免液体过满吸进吸泵，造成吸泵损坏
- **拷数据：**禁止使用 U 盘，可使用邮箱或浙大云盘
- **登记：**在仪器使用登记本上做好登记
- **关机：**如第二天有人预约，也可以不用关机，但吸泵电源需关闭；如第二天无人预约，关闭仪器主机电源、吸泵电源、电脑（无先后顺序要求）

三、操作考核及独立操作资格

- 在管理员指导下完整完成一次实验后，下一次实验时可安排操作考核
- 独立操作资格取得：通过操作考核，并提交独立操作申请书
- 考核内容： ①滴定针及手柄的安装、取下 ②使用冲洗装置的注意事项

四、收费时长计算方式

①前后清洗、起始平衡阶段：无论时间长短，每轮实验按 0.5 小时计

②数据收集时长：按数据文件中 Data 一栏记录的时长计算

示例：某用户做了两轮实验，数据文件中记录的时长分别为 7750s、10150s，
则收费时长为： $2 \times 0.5\text{h} + 2.15\text{h} + 2.82\text{h} = 5.97$ 小时