

▶ 資料請求

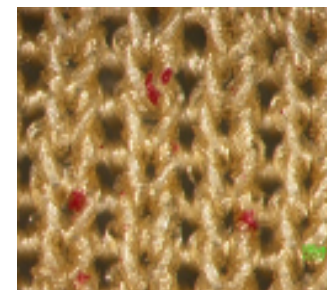
赤外分光法

試料形態別サンプリング講座 ～こんなサンプル、どう測定する？～

サンプリングのコツ、お教えします！

サンプリング(前処理)とは

そのままでは測定できないサンプルに対して、削る、切り出す、取り出す、粉砕する、プレスする、伸ばす、溶かす・・・などの手を施すこと



今日は
「こんなサンプルどう測定するの！？」
にお答えします。

今回の目次

お話しする試料形態

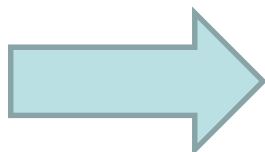
- ① 溶剤に溶けにくい樹脂
- ② 水分を含んだ試料
- ③ 多層フィルム
- ④ 様々な試料の断面出し
- ⑤ 繊維に絡みついた異物

① 溶剤に溶けにくい樹脂

電線被覆 「透過法で 400cm^{-1} までスペクトルがとりたい！」



そのまま測定



薄い膜にしないと吸収が飽和する・・・
溶剤に溶かして？・・・溶かす溶媒は何がいい？



そこで！

TabletMasterでKBr錠剤化

TabletMaster



ディスポーザブルな円板「ClearDisk」で錠剤成型！



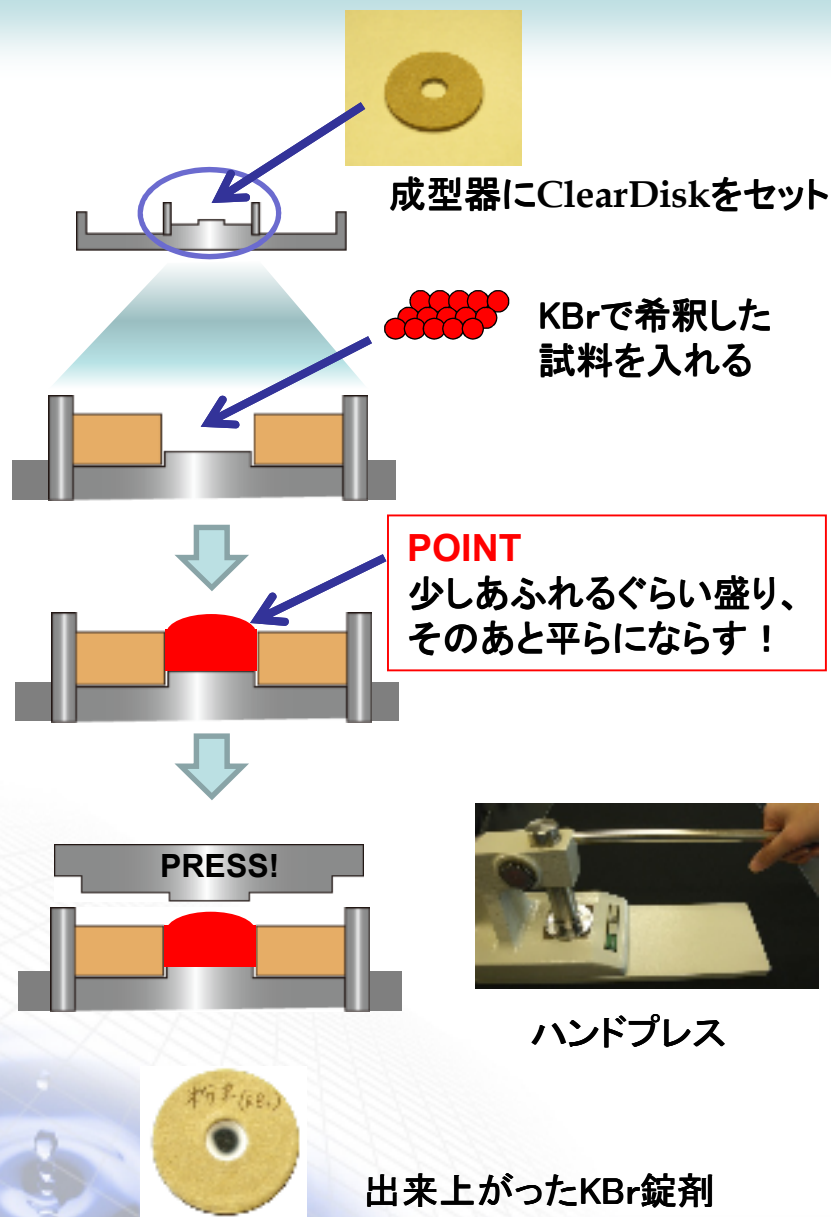
刃を立てて細かい破片を削り出し



先に樹脂をよく粉碎、そのあと
KBrで希釈混合

注) 樹脂によっては粉碎しにくくKBr錠剤化が難しいものもあります

① 溶剤に溶けにくい樹脂



TabletMasterの利点

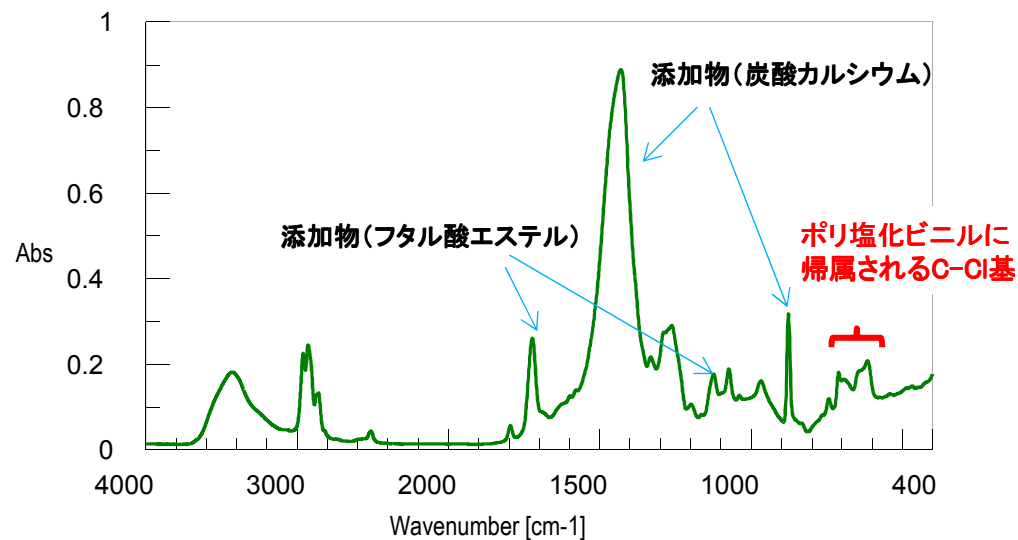
ハンドリングが簡単

洗浄不要！

多検体をまとめてサンプリングも可能！

→トータル作業時間を短縮！

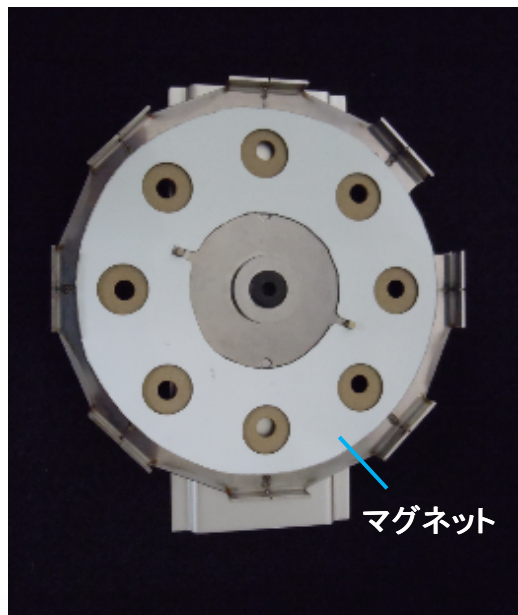
電線被覆の透過スペクトル(KBr錠剤化)



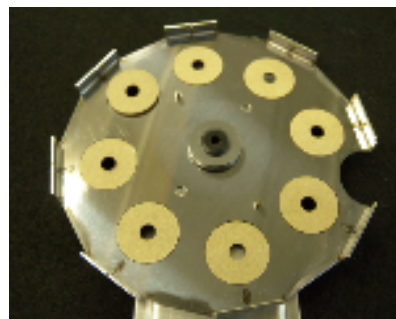
ポリ塩化ビニル: 吸収帯700~600cm⁻¹がPOINT

ClearDisk用ホルダには便利な姉妹品もございます

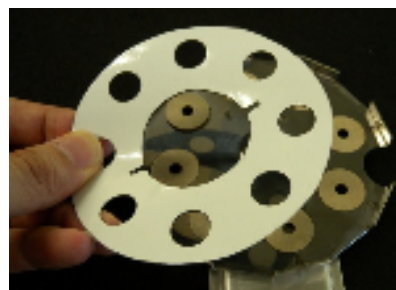
新商品！ ClearDiskChanger 多検体測定用ホルダーです(手動)



(写真は試作品です)



ClearDiskをセット



マグネットでホールド

試料室の小窓から回します



特徴

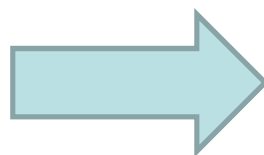
- BKG錠剤含め8検体までまとめてセット可能
- マグネットで簡単にホールド
- 試料室小窓から簡単に回転できます

② 水分を含んだ試料

プリン



そのまま測定



「KRS-5」(赤い結晶)に塗って測定

でも「KRS-5」は
タリウム塩でしかも柔らかい...

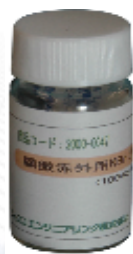


そこで！

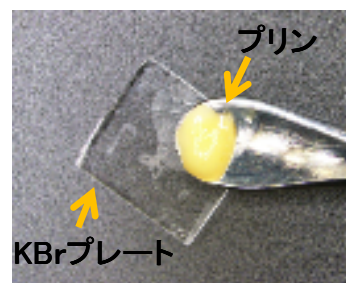
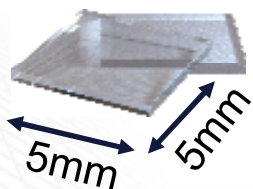
KBrプレートが有効！

水分でKBrは曇らなの？

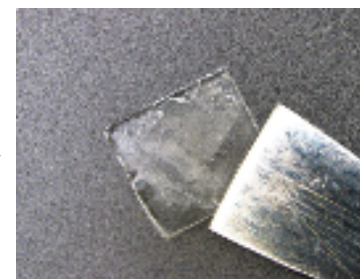
- ・少量しか載せないのでも多少曇っても測定可能
- ・ディスポタイプなので使用後の洗浄も不要



KBrプレート



少量を載せて



全体に薄く伸ばすのがポイント
(吸光度1以下が目安)

日本分光

② 水分を含んだ試料

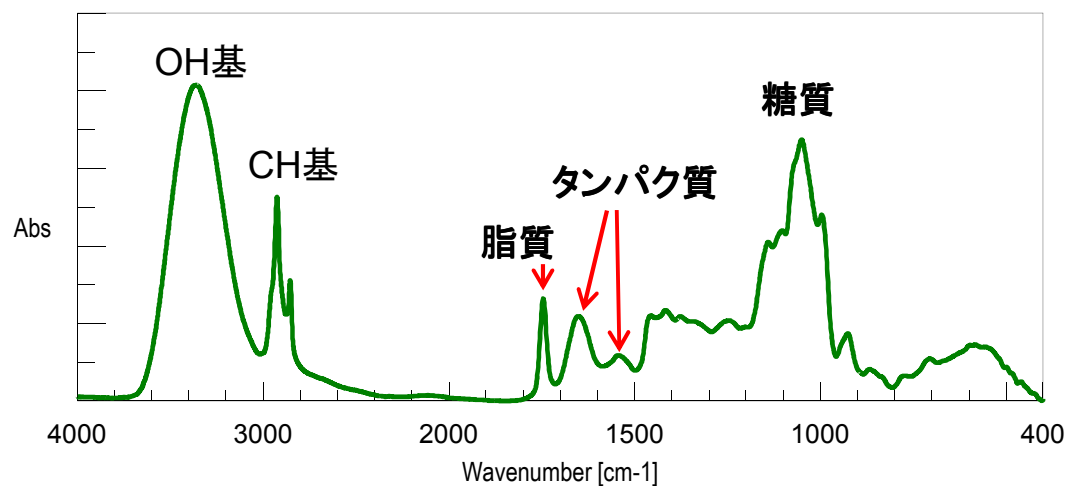
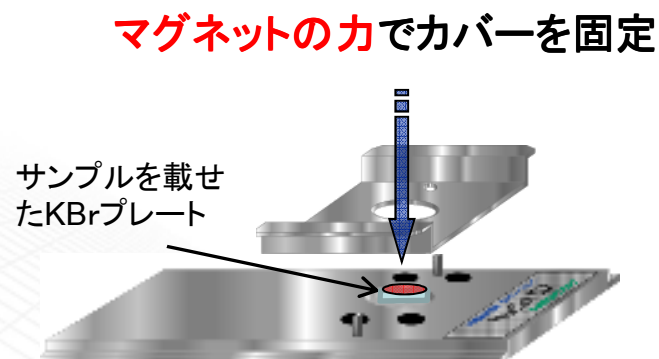
KBrプレートはどう測定するの？



MagHoldIR (マグホルダー)
ワンタッチでサンプルホールド

- マグネット式
- ねじ締め不要で簡単にホールド
- 1uL以下で測定可能

プリンの透過スペクトル：水揮発後 (KBrプレート使用)



三大栄養素が共存する典型的なスペクトル

これで水溶性サンプルも手軽に透過測定が可能！

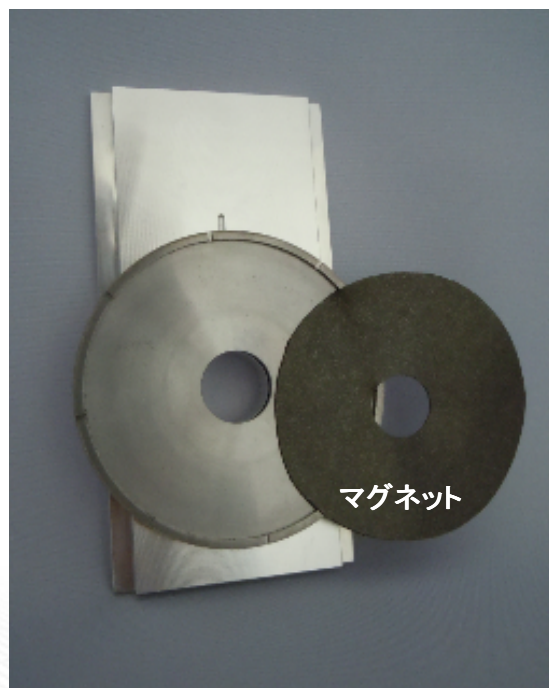
日本分光

透過用ホルダーには姉妹品もいろいろございます①

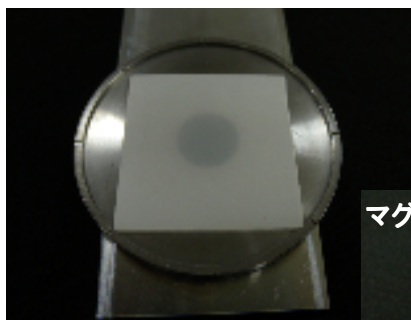
新商品

MagRevolvIR(マグレヴォルバーといいます)

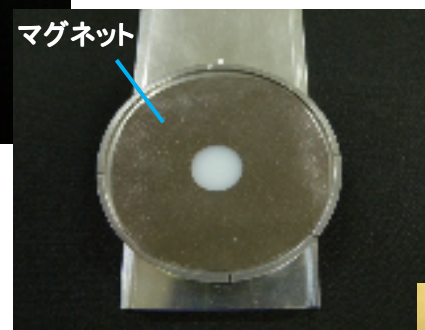
フィルム・薄片測定用ホルダーです



(写真は試作品です)



サンプルを載せて



マグネットでホールド



試料室へ挿入

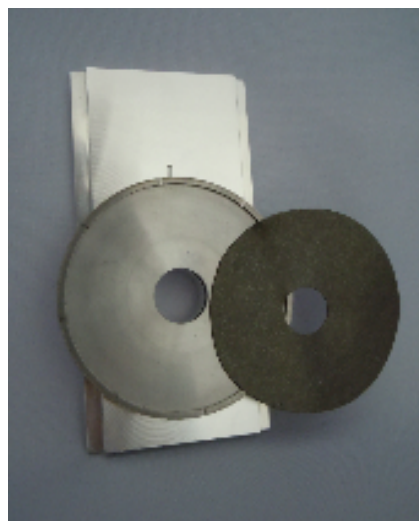
特徴

- ねじ止め不要でマグネットによる簡単ホールド
- 小さな薄片もホールド出来るようマスクサイズが選択式
- 偏光、配向測定に対応できるようにサンプルホールド面が回転式

日本分光

MagRevolvIR

単にフィルムを挟めるだけではなく！
二つの使い方があります

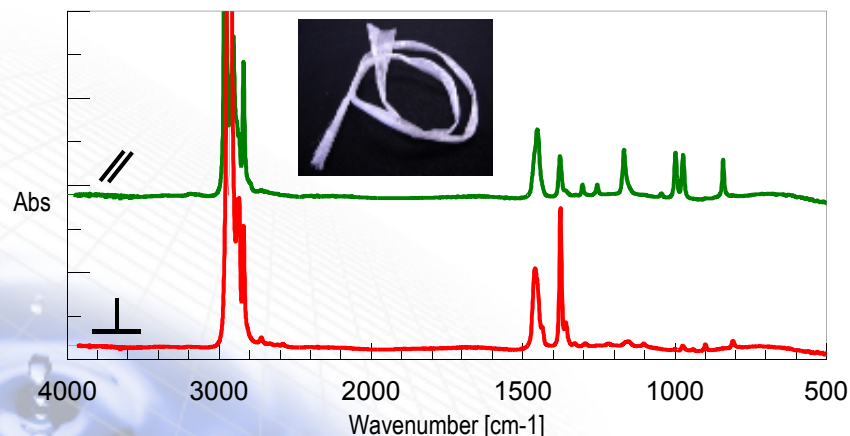


細長いSi基板等をホールド
する場合

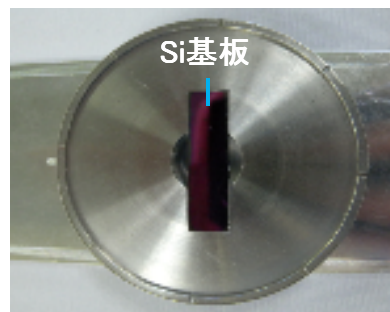
偏光測定等でサンプルを
回転させたい場合

(写真は試作品です)

荷ヒモ(PP)の偏光透過測定



偏光子角度は固定し、サンプルを回転させて測定

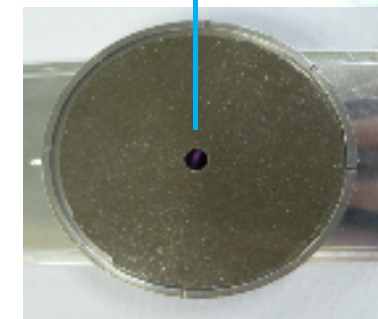


サンプルを載せる



サンプルを挟んで試料室へ挿入

マスクサイズが選択可能



サンプルサイズに応じて
マスク(マグネット)を選択



金属の円盤を任意の角度へ回転

POINT

- ・ サンプルサイズに応じてマスクを交換
- ・ サンプルホールド面が回転式

透過用ホルダーには姉妹品もいろいろございます②

MagCELL(マグセル)



適切な磁力で測定中の試料の揮発を抑えます。
ネジ締めが不要でサンプリングが簡単です！

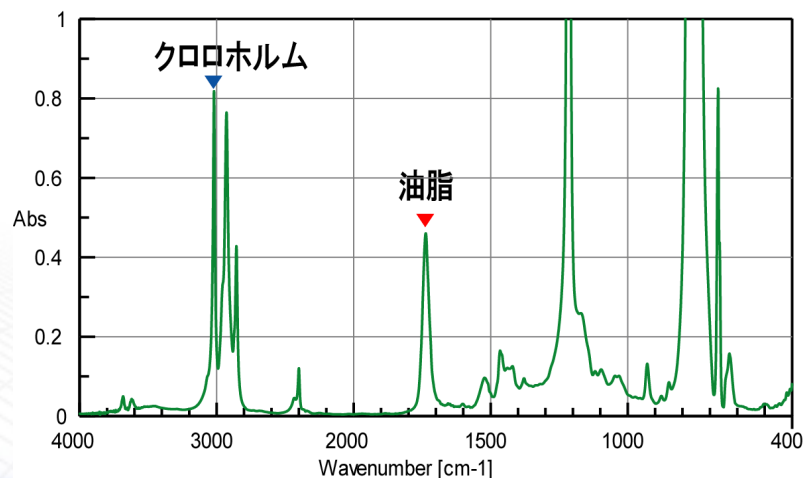


Fig.1 油脂(10% トリグリセライド(クロロホルム溶液))の透過スペクトル:
窓板に KBr、スペーサは厚さ0.05mmを使用

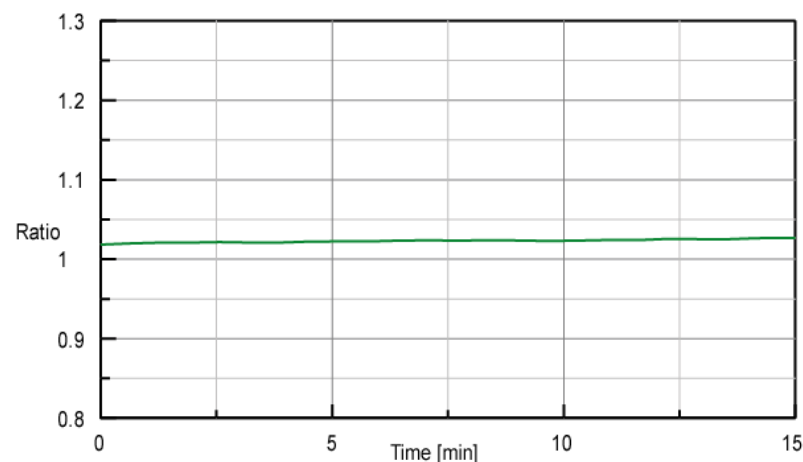


Fig.2 ピーク面積比(油脂▼/クロロホルム▼)の時間変化

③ 多層フィルム

食品包装フィルム



そのまま測定



透過測定は吸収が飽和
ATR測定では表面のみ測定



そこで！

透過測定の場合、試料厚みの目安は $10\mu\text{m}$
各層を見るには切片作成が必要

SliceMaster

薄切片作成用スライサー
樹脂に埋め込むことなく
そのままスライス！



HW-1型 角度可変スライサー

実体顕微鏡で観察



日本分光

③ 多層フィルム

SliceMasterで作った切片

約40 μ m



そのまま測定



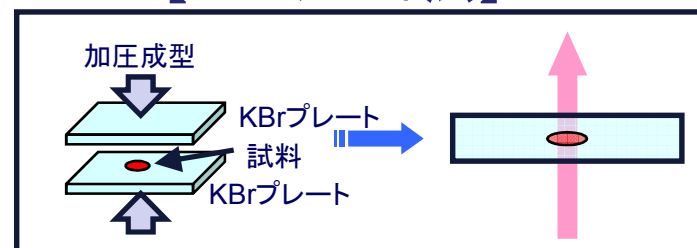
- ・ 散乱によるベースラインの曲り
- ・ 干渉縞
- ・ 厚みによっては吸収が飽和



そこで！

2枚のKBrプレートで試料を挟む
KBrプレート法を行う

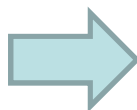
【KBrプレート法】



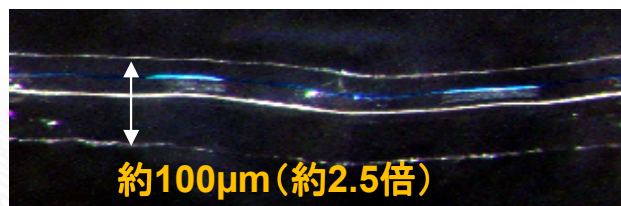
TabletMasterでKBrプレート化



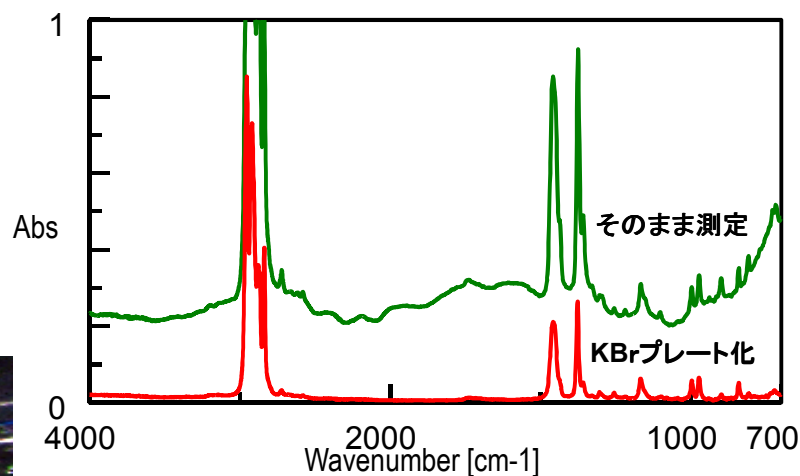
加圧



KBrプレート化された切片



約100 μ m (約2.5倍)



質の良いスペクトルに！

日本分光

④ 様々な試料の断面出し

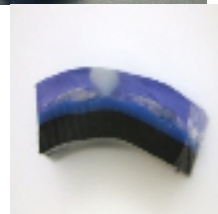
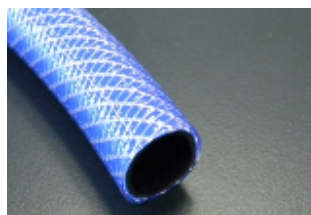
- 1) 平滑な断面を得たい
断面観察や、ATR測定のための密着性向上

応用

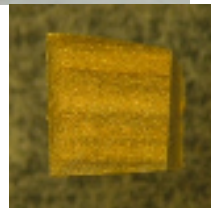
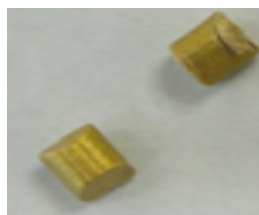
植物



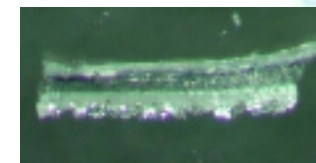
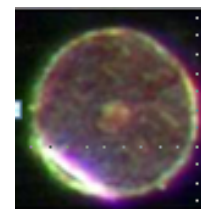
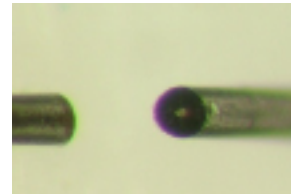
多層ゴム



樹脂ペレット



毛髪



自動車塗膜の加熱スライス



接着紙の凍結スライス

- 2) サンプルの厚みが薄い
傾斜をつけてスライスすることで、断面積が広がる



HK-1傾斜スライサー(15°)

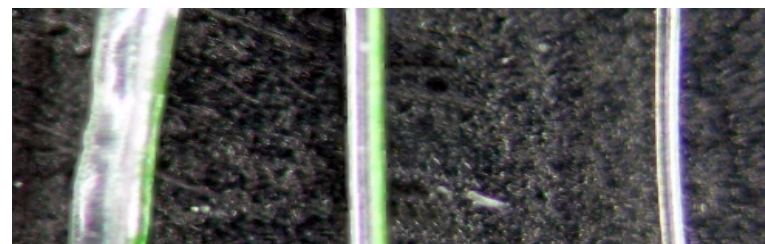


HS-1角度可変スライサー(45~90°)



HS-1垂直スライサー(90°)

多層フィルムの断面観察例



15°

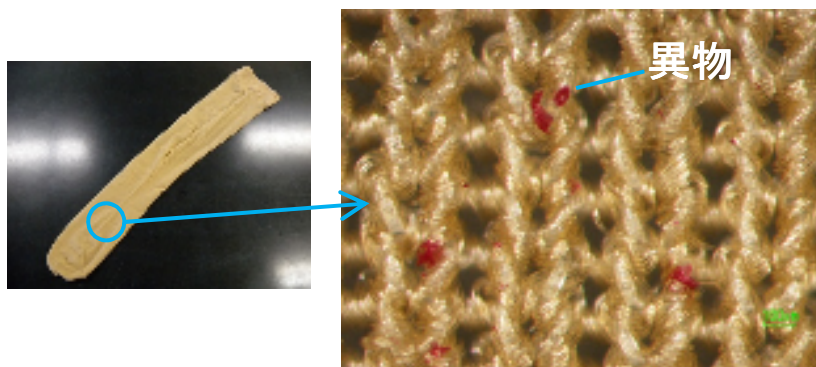
45°

90°

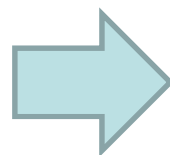
日本分光

⑤ 繊維に絡みついた異物

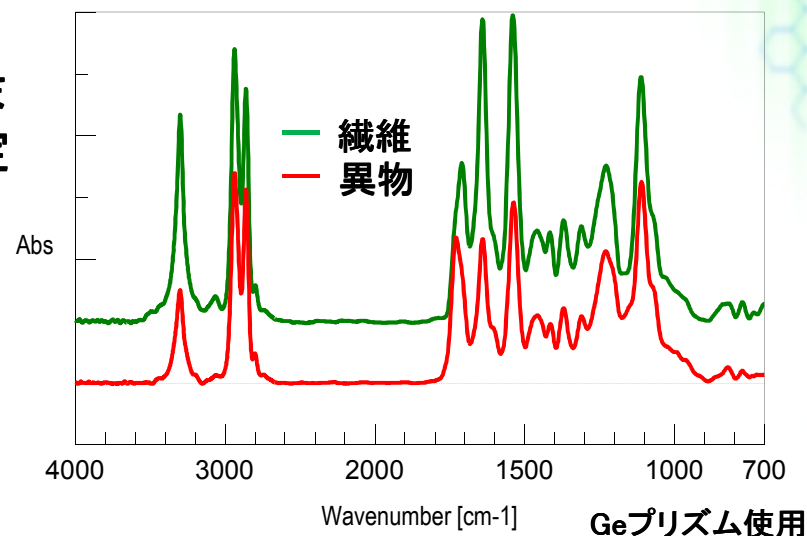
繊維についた異物



そのまま
ATR測定

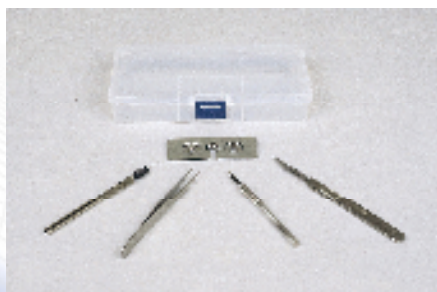


顕微ATRスペクトル



そこで！

サンプリング・プレート化し透過法で測定する！



顕微赤外用サンプリングキット



TabletMaster

日本分光

⑤ 繊維に絡みついた異物

顕微赤外用サンプリングキット



精密ニードル
ピックアップ、移動



精密ピンセット
ピックアップ、移動



顕微専用ナイフ-S
切り出し、微小物の削り取り



顕微専用ナイフ-H
硬いサンプルの切り出し

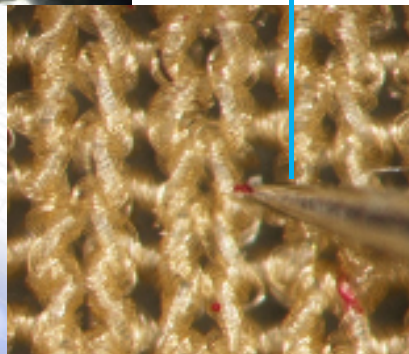
< サンプリングの流れ >

異物のピックアップ



精密ニードル

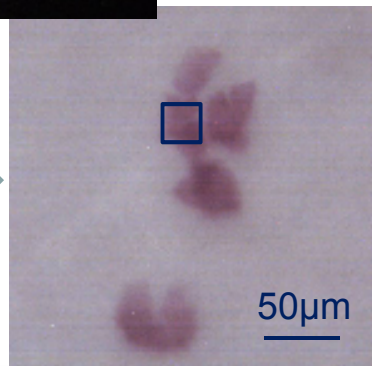
拡大



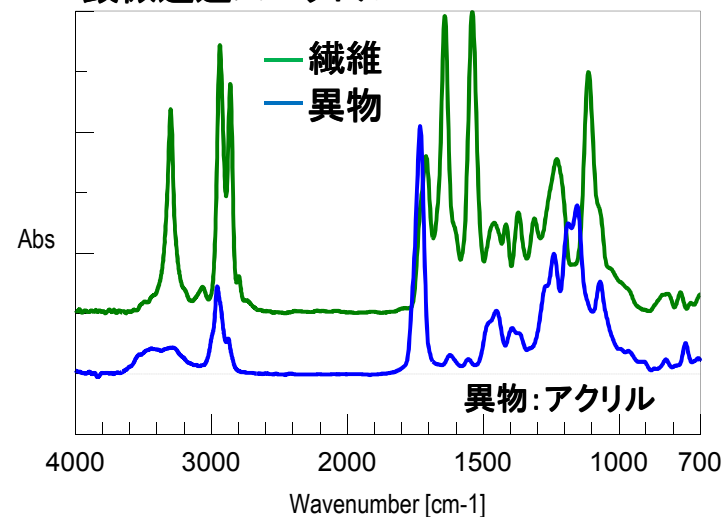
TabletMasterでKBrプレート化



拡大

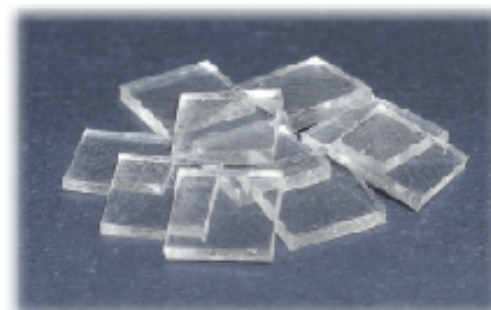
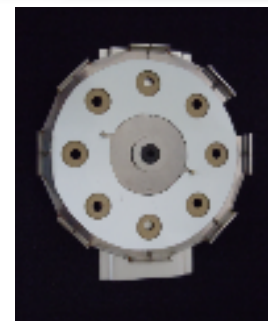


顕微透過スペクトル



日本分光

「・・・だったらいいのに」を
小さなツールで“形”にします



弊社ブースで皆様のお越しをお待ちしております。
ご清聴ありがとうございました。

▶ 資料請求

日本分光