

微小試料のマイクロサンプリング (KBr錠剤-顕微赤外分光法)

微小異物の顕微赤外分光法ではダイヤモンドコンプレッションセルへサンプリングした後、そのまま透過測定を行うことや、加圧して透過測定を行っています。ダイヤモンドコンプレッションセルで加圧後、そのままの状態では透過測定を行うと干渉縞がでることがあり、そのような時はセルの片方を外して、試料の付着しているプレート一枚で測定を行います。

この時、どちらのプレートに付着しているか見えにくかったり、実体顕微鏡下から赤外顕微のステージへ移動する時に試料を紛失する心配などがあります。苦勞をしてサンプリングした大切な試料を紛失の心配や干渉縞の出現を押さえる方法として、以下に示すKBr錠剤プレス法が有効です。

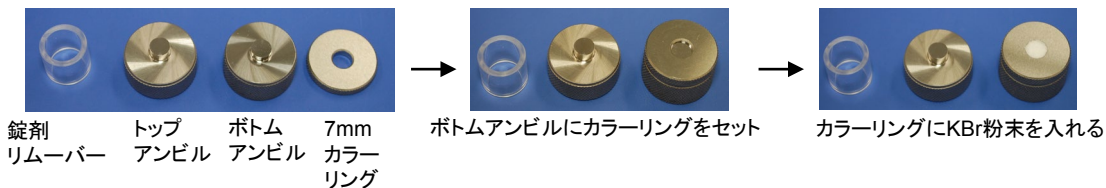
KBrでプレスした錠剤は保存しておくことも可能です。

実験に使用した機器：

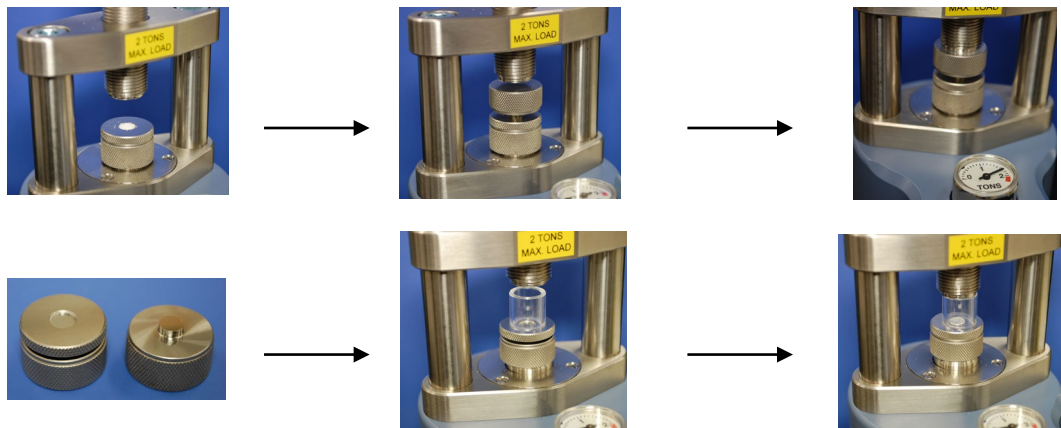
Specac社製 GS01152 ミニ油圧プレスキット (7mmダイセット、最大荷重2トン)

顕微FT-IR: FTS2000/UMA500 (NB MCT)

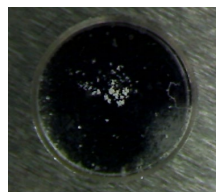
試料: アレルギー性鼻炎用カプセル内の粉末



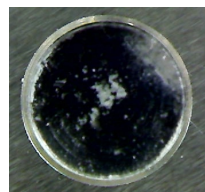
- 最初にKBr粉末だけで荷重1.7~1.8トンで錠剤を作り、カラーリングからKBr錠剤を取り出し、保管します。



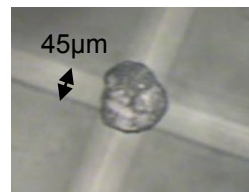
- 続いて1.と同様、KBr粉末だけで荷重1.7~1.8トンで錠剤を作ります。ここではKBr錠剤をリングから取り出しません。
- 錠剤が保持されたカラーリングをボトムアンビルから取り外し、リングの表側を下向きにして再びボトムアンビルにセットします。
- ボトムアンビルにセットされたカラーリングのKBr上へ微小試料をサンプリングします。
- その後、1.で作っておいたKBrを少し割って4.の試料へ載せた後、トップアンビルをセットして、1.と同様荷重を加え成形します。
- プレスからダイセットを取り外し、カラーリングを赤外顕微鏡へセットして、透過測定を行います。



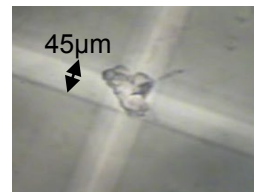
カラーリングのKBrの上にサンプリング

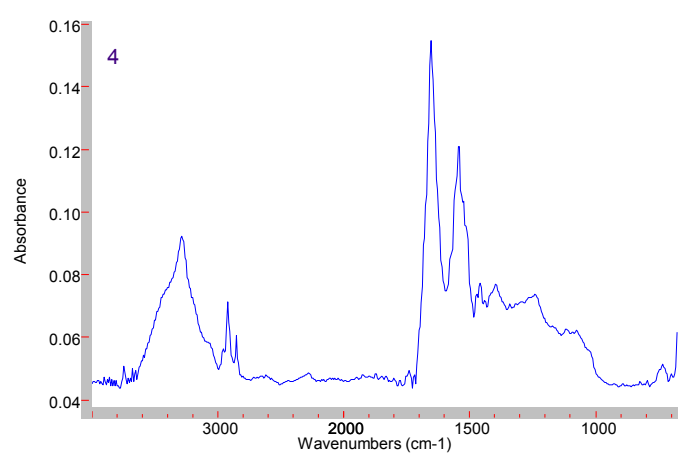
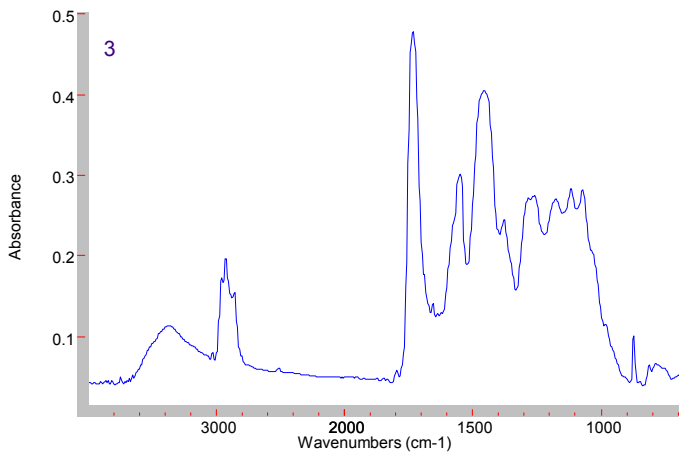
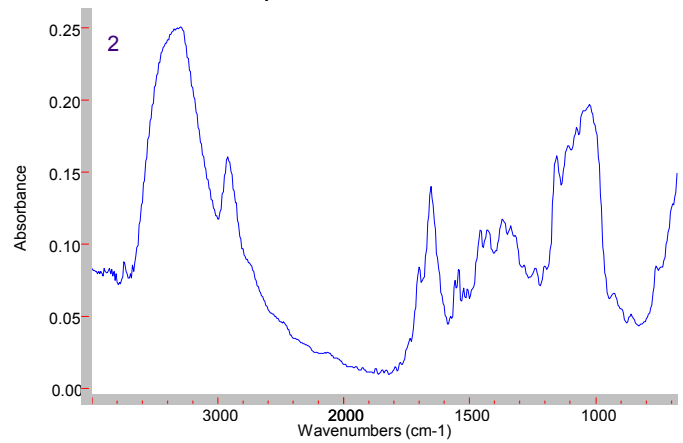
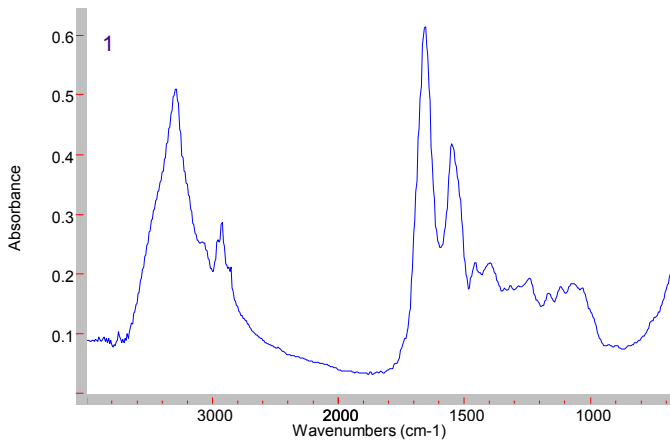


更にKBr錠剤を載せてプレスした後の状態



赤外顕微鏡(観察倍率x150)ステージで観察



KBr錠剤中各成分の顕微赤外透過測定スペクトル(アパーチャー45x45 μ m、NB-MCT、64回積算)

ミニ油圧プレス Mini-Pellet Press



主な仕様

- 最大荷重 2トン
- ペレットダイスの径 7mm
- 最大荷重間隔 50mm
- 最小荷重間隔 12mm
- ピストンストローク 0.5mm
- ダイセット材質 440C硬質ステンレススチール
- 上部荷重面積(先端ネジ径) 17.0mm
- 下部荷重面積(ピストン径) 21.5mm
- 外径寸法(最小時)L*H*W 100×200×155mm
- 外径寸法(最大時)L*H*W 100×200×155mm
- 重量 4.2Kg