

粉末X線回折測定用サンプルセル

粉末X線回折測定用メッシュに固定したサンプルは、メッシュの高さ分のくぼみをつけた専用のサンプルセルを用い測定します。写真は、PANalytical社のX'Pert-Pro MPDステージ用のセルと、PANalytical社のX'Pert-Proサンプルチェンジャー用のセルです。他のメーカーの粉末X線回折装置に合わせたセルも作成できますので、ご相談ください。



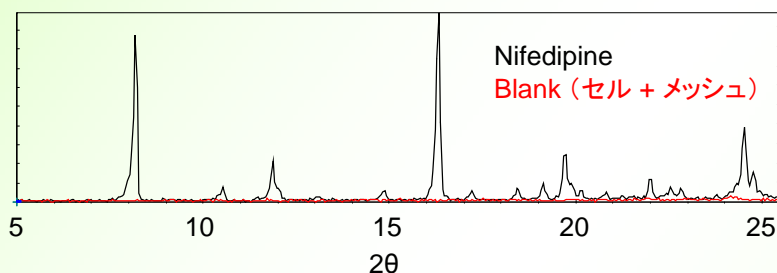
PANalytical X'Pert-Pro MPDステージ用
角型サンプルセル



PANalytical X'Pert-Proサンプルチェンジャー用
丸型サンプルセル

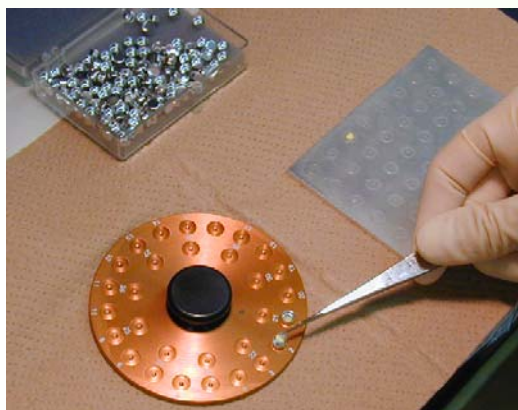
周りのリングはサンプルチェンジャー専用のホルダー（PANalytical製）。ホルダー付属のスプリングを用いセルを固定した状態。

以下の粉末X線回折スペクトルは、3 mg/15 μ LのEtOH溶液から冷却法で結晶化したNifedipineをメッシュに約0.8mgを固定し、測定した結果です。角型サンプルセルとメッシュのみで測定したBlankにバックグラウンドはほとんど見られず、1mg程度のサンプル量でも十分なS/N比のスペクトルを得ることができます。



X-ray source: 50kV/40mA
Divergence slit: programable (1cm)
Mask: 1cm
Soller slit (incident): 0.04 rad.
Anti-scatter slit: programable (1cm)
Receiving slit: 0.2mm
Soller slit (diffracted): 0.04 rad.
Data acquisition: 0.05 %/step
Scan speed: 0.05 %/sec.
Total time: ca. 7min

粉末X線回折測定後のサンプルは、簡単にそのままTG/DTAまたはDSCのパンへ移し、熱分析を行うことができます。メッシュの重量をあらかじめ秤量しておくことで、%減量や、エンタルピー量を測定することも可能です。スクリーニングでたくさんのサンプルを測定するときなど、メッシュの重量は秤量しない場合でも、融解ピーク温度、転移ピーク温度、溶媒和の脱離による重量減少など、結晶形の同定に有用な情報を熱分析から得ることができます。



3K

三恵商事株式会社
静岡営業所

静岡営業所 千420-0029
静岡県静岡市葵区研慶町5番地
TEL. 054-252-6750 FAX. 054-254-6701
本社 千417-0061 静岡県富士市伝法3240番地の1
TEL. 0545-52-3726 FAX. 0545-53-3463