

粒子分散評価

～分散液中の表面積、粒子サイズ及び濃度の測定～

■一般的注意事項

コンデンサ、抵抗器、半導体、インク、染料、ピル、化粧品、環境吸着剤などの日常生活や産業における多くの物は不均一なコロイド状物質を示すものがあります。

それらの特性評価を行う為に、表面積、粒子径、コロイド濃度（固体粒子の質量または液体溶液通の体積分率）のようないくつかの非常に重要な物性値が存在しています。

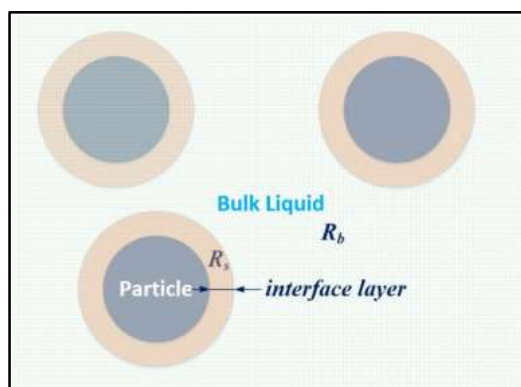
これらの値を測定するための古典的な方法として、光散乱、回折、電子顕微鏡観察、粘度測定、遠心分離などがあります。

TD-NMR は全既存アプローチの中でも最も有望なアプローチの1つであり、費用対効果も非常に高く、簡便で正確な測定が行えます。

■原理と測定の基本

スピンスピン緩和率 R_2 は緩和時間 T_2 の逆数です。

粒子が液体中に均一分散している場合、粒子表面に接触している溶媒分子は、バルク中の溶媒分子よりも移動度が遥かに低くなります（= R_2 の値が高くなります）。

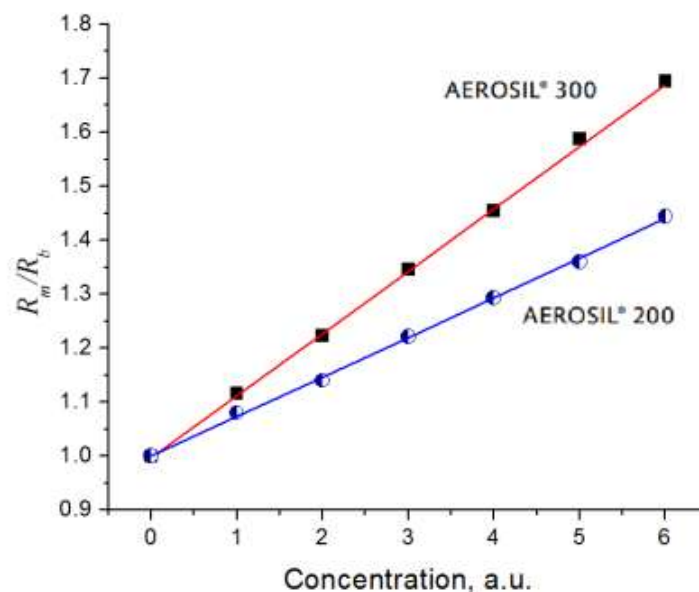


スピンスピン緩和率を R_s （表面相互作用分子）、 R_b （バルク溶媒）及び v をサンプルの界面層の相対体積として表すと、測定された緩和率 R_m は加重和として以下のように書くことができます。

$$R_m \approx v \cdot R_s + (1-v)R_b$$

v は粒子表面全体とその濃度 n に比例し、一方、 R_s は粒子と溶媒の物理的相互作用の性質を特徴づけます。

分散粒子の量を増やすと、粒子の表面積に比例し、緩和値（次頁の直線の傾き）を取得できます。



※表面積の異なるシリカ粉末の緩和速度の濃度依存性

したがって、表面積、濃度、平均粒子サイズを測定するにはユーザーは推定するパラメーターを選択し、Spin Track のマグネット部にサンプルを挿入し、測定するだけです。

全ての測定、計算、レポートは自動的に実施され、Relax8 ソフトウェアに組み込まれた測定スクリプトによって実行されます。

Measurement		Calibration Sample	
T2, ms	1778.90	T2, ms	1506.40
Concentration, a.u.	2.00	Concentration, a.u.	3.00
Area, m2/g	215.00	Area, m2/g	300.00
		Solvent	
		Bulk T2, ms	2028.0

Buttons: AREA, CONCENTRATION, SIZE

Surface Area: 215.0 m2/g

Buttons: Apply, Report, Save

※「粒子分散評価」アプリケーションのシンプルなユーザーインターフェイス

機器の校正には、表面積と濃度が既知の（同じ種類の）サンプルを1つ以上用意する必要があります。

校正データはアプリケーションファイルに保存され、いつでも取得することができます。

サンプルの準備はサンプル粒子を校正サンプルと同じ量のバルク溶液を含む試験管に導入するだけです。

濃度の単位は「g/L」「g/g」「g/(試験管容量)」などがあげられます。

結果の精度を高めるために、測定前にサンプルを数分間コンディショニング（温度を馴染ませる）することを提案しております。

■機器の使用



※NMR アナライザーSpin Track

Resonance Systems 社の NMR アナライザーはコロイドシステムを正確に調査・分析するためには完璧で手頃な機器です。

高いノイズ除去、極めて均一な磁場、短測定時間、NMR パルスの強力な出力により、1 回のスキャンで CPMG シーケンスを正確に測定できます。

粒子分散評価におけるアナライザーの構成

- ・熱的に安定化された磁石システムを備えた NMR アナライザーSpin Track
- ・MicrosoftOS がインストールされた Window7、8、又は 10 と Relax8 ソフトウェア (PCメーカーによって決定)
- ・サーモスタット「ST-80」(オプション)
- ・精密天秤 (サスペンションの準備用)
- ・外形 5、10、18mm の試験管 (磁石の構成に依存)
- ・試験官用のプラスチックキャップ
- ・インストールマニュアル
- ・メソッドシート
- ・オートサンプラー (オプション)