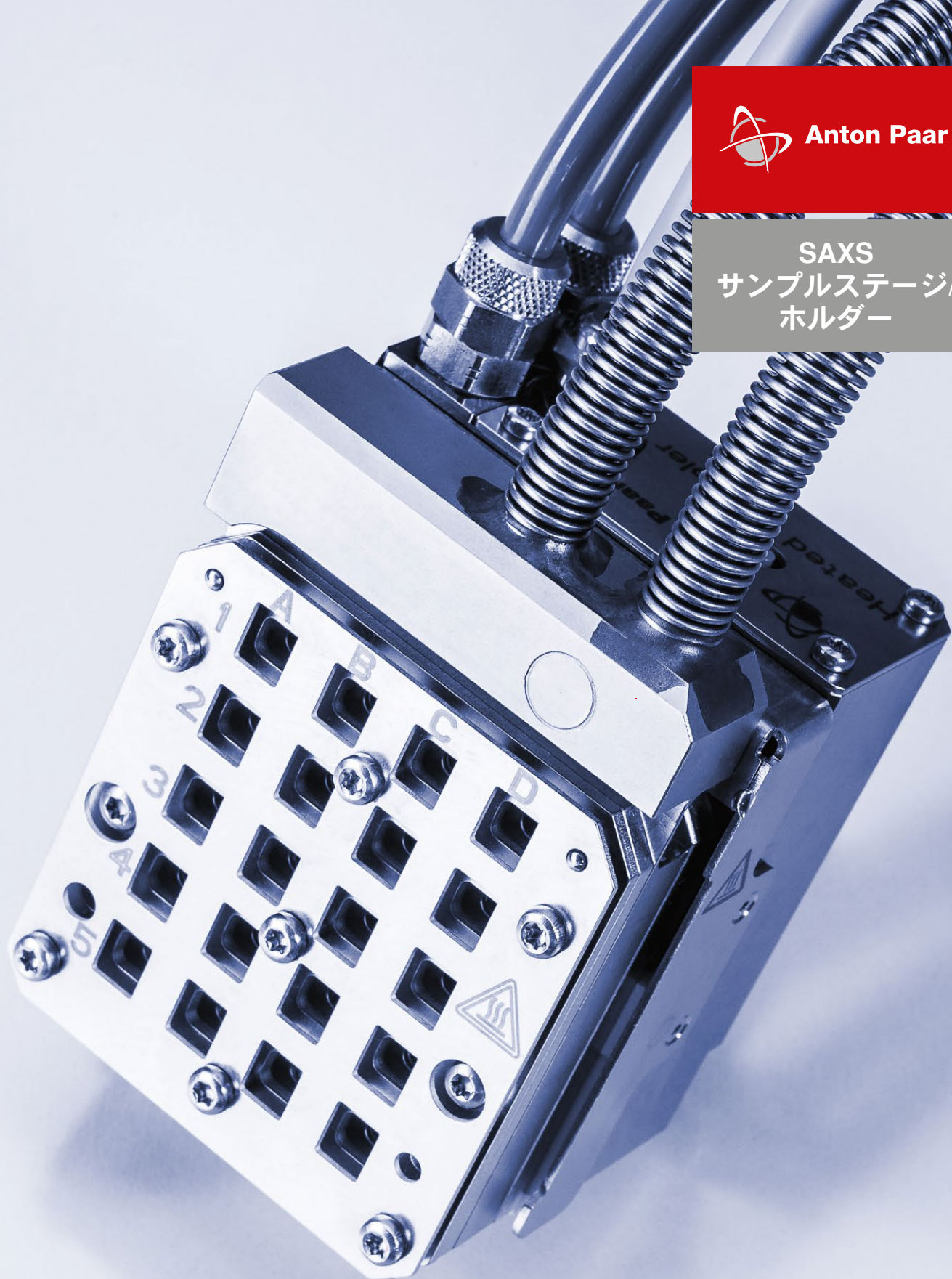


SAXS
サンプルステージ/
ホルダー



多様な測定ニーズに対応する
SAXS/WAXSサンプルステージ

サンプルごとに最適なソリューション - アントンパール社のSAXSサンプルステージ

アントンパール社では、同社製SAXSpoint 5.0及びSAXSpaceのために最適化された、高品質で高精度のサンプルステージ及びホルダーを提供しています。

どのようなアプリケーションニーズにも対応する豊富なラインナップをそろえており、温度・圧力・雰囲気など様々な測定条件で、ナノ構造材料の特性評価を行うことができます。

アントンパールのサンプルステージは、サンプル位置、温度、雰囲気、圧力を正確に制御します。これはサンプルマッピングやGISAXSの測定で特に重要なポイントとなります。全てのサンプルステージは、SAXSpoint 5.0及びSAXSpaceのソフトウェアとハードウェアに適合し、以下の機能を提供します。

- Stagemasterによるサンプルステージの自動認識・制御
- TrueFocusによるサンプルステージと全てのX線光学系のセルフアライメント
- TrueSWAXSによる検出器固定時のq範囲可変機能

アプリケーションニーズに合わせて、以下のクラスからサンプルステージ及びホルダーを選択できます。

温度制御サンプルステージ/ホルダー

単一サンプル向け 複数サンプル向け

特殊サンプルステージ/モジュール

GISAXSステージ 引張応力ステージ
回転モジュール RheoSAXSモジュール
せん断セル 湿度ステージ

SAXS及びカスタムソリューションの組み合わせ

UV/Vis-SAXSセル SEC-SAXS
FTIR-SAXSセル カスタム設計セル

高スループットソリューション

オートサンプラー



単一サンプル用の温度制御ステージ/ホルダー

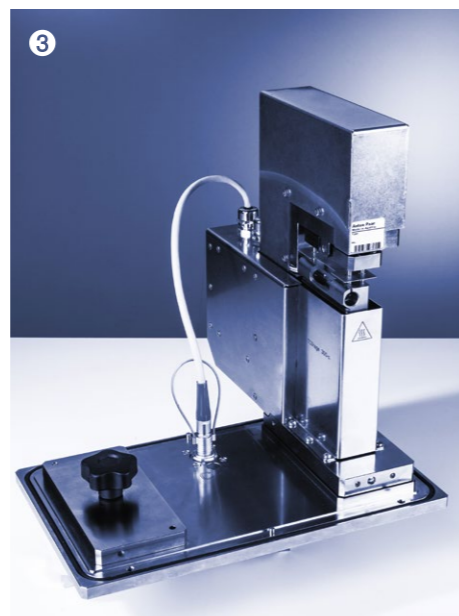
優れた温度精度により、-150~+600 °Cの温度範囲でサンプルを分析します。

温度制御TCStageは、SAXS及びWAXS測定に使用可能な単一サンプル用ステージです。TCStagesはSAXSpoint 5.0及びSAXSpaceに簡単に取り付けることができます。指定された温度範囲内で、加熱及び冷却中の温度を正確に制御します。制御中の内部温度は、DIN 43760に準拠したPt 100センサによって測定されます。

TCStageには、大量または少量の液体サンプル、固体サンプル、ペースト状サンプルなど幅広い種類のサンプルホルダーをセットできます。また、高スループット用のフローセル、高圧セル、沈殿防止用のローターセル、使い捨てキャピラリー用セルなどの各種ホルダーをご用意しています。

メリット:

- 正確な温度制御
- 迅速な冷却/加熱速度
- 加熱/冷却部とサンプルホルダー間の最大限の熱的接触
- SAXSpoint 5.0及びSAXSpaceの水冷回路による冷却システム
- 様々なサンプルホルダー



TCStage 150 ①
温度範囲: -30~+150 °C

TCStage 350 ①
温度範囲: 室温~+350 °C

TCStage 600 ②
温度範囲: 室温~+600 °C

TCStage 350-c ③
温度範囲: -150~+350 °C
加熱: 高精度抵抗ヒーター
冷却: 液体窒素

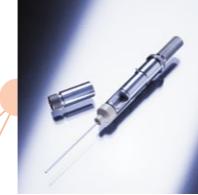
全てのホルダーは全てのステージに対応



液体用サンプルホルダー

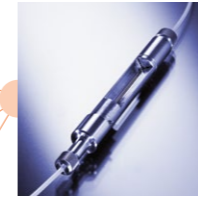
石英キャピラリーセル

- 液体サンプル用標準キャピラリーセル
- +5~+90 °C



マイクロセル

- 希少液体サンプル用低容量キャピラリーセル
- 最小サンプル量: 8 µL
- +5~+90 °C



フローセル

- 高スループット測定
- 低ノイズ1 mm石英キャピラリーセル
- オートサンプラーユニットによる自動化
- +5~+90 °C



チューブセル

- ポリマーフローセル
- 高い化学安定性及び熱安定性
- 洗浄不可能なサンプル、または除去不可能なサンプル用
- オートサンプラーユニットによる自動化
- -30~+150 °C



固体及び高粘度サンプル用サンプルホルダー

固体用TCSサンプルホルダー

- -150~+600 °C



ペーストセルN

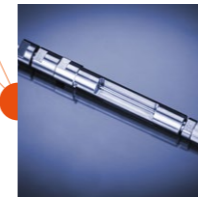
- ペースト、ゲル及び粉末用
- サンプルは交換可能な窓の間に配置されます(カプトンまたはその他の材料)
- -150~+300 °C



特殊サンプルホルダー

ローターセル

- 測定中の沈殿を防止する沈降・浮遊サンプル用
- 使い捨てポリマーキャピラリー
- -30~+120 °C



高圧セル

- 最大100 barの圧力下での測定用
- 使用可能な気体: 大気、不活性ガス、CO₂、メタン、その他の非爆発性ガス
- 0~+90 °C (100 barでは最高60 °Cまで)



TCSキャピラリーホルダー

- 使い捨てキャピラリー用ホルダー
- 温度範囲は使用するキャピラリーによって異なります

複数サンプル用の温度制御ステージ / ホルダー

-150~+350 °Cの温度範囲で複数サンプルを連続測定します

様々なタイプの材料特性を評価する際、SAXS/WAXS測定でサンプルの温度依存測定を調べることは非常に重要です。アントンパール社の最新のサンプルステージ、加熱/冷却サンプラー及び加熱サンプラーを使用すると、一度に最大20種類のサンプルについて完全自動スキャン測定を実行できます。サンプルホルダーはサンプルステージに容易に取り付けることができます。

SAXSpont 5.0は、測定チャンバーに接続されると自動的に加熱/冷却サンプラー及び加熱サンプラーを認識します。SAXSpont 5.0の制御ソフトウェアで、サンプルを測定する順番、測定温度及びサンプルから検出器までの距離(SDD)を予め設定しておくことで、全自動測定を簡単にセットアップできます。

固体、薄片、薄膜、粉末、ゲル、ペースト及び液体を複数回測定するのに適した標準サンプルホルダーを利用できます。測定の柔軟性を高めるため、加熱サンプラーに低温モジュールを搭載することで温度範囲が広がり、-150 °Cの極低温まで対応できます。

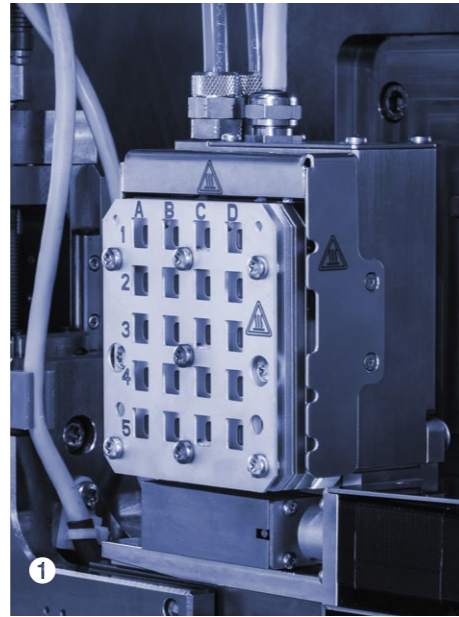
メリット:

- 広い温度範囲(-150~+350 °C)
- 固体、ゲル、ペースト、液体など複数のサンプルを分析できる万能サンプルホルダー
- 高度な温度精度
- スピーディな加熱/冷却速度
- 全てのサンプルポジションで最大限均一な加熱
- 最大20サンプルに対応する自動スキャン測定
- シンプルな設置を可能にするプラグアンドプレイ機能

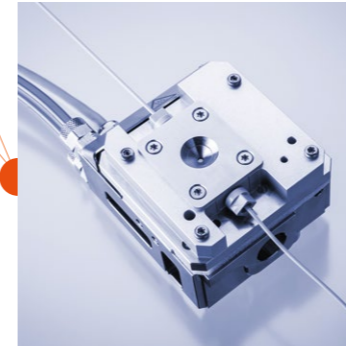
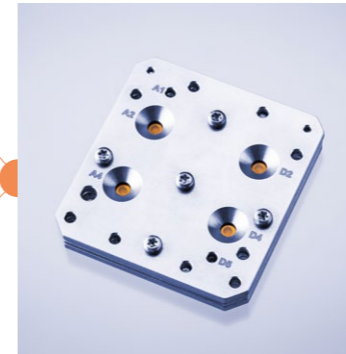
加熱サンプラー ①
温度範囲: 室温~+350 °C

加熱/冷却サンプラー ②
温度範囲: -10~+120 °C

加熱サンプラー用低温モジュール ③
温度範囲: -150~+350 °C



全てのホルダーは全てのステージに対応



複数サンプル用サンプルホルダー – 液体

マルチキュベットホルダー

- 最大5つの単一サンプルホルダーを装着可能
- P.5に記載の石英キャピラリーセル、マイクロセル、ペーストセルN、フローセル、チューブセル、及び固体用サンプルホルダーを使用可能
- 1つのマルチキュベットホルダーに様々な単一サンプルホルダーを挿入できる高い柔軟性

使い捨てキャピラリー用ホルダー

- 最大5本の使い捨てキャピラリーを装着可能
- キャピラリーを水平または垂直に装着する二種類のホルダーから選択可能

複数サンプル用サンプルホルダー – ペースト/ゲル

ペーストセルHS

- 最大4箇所サンプルを装着可能

複数サンプル用サンプルホルダー – 固体

固体サンプル用ホルダー

- 最大20個の粉末またはフィルムサンプルを装着可能

オプションサンプルホルダー

SiNセル

- 液体測定用の独自の低寄生フロースルーセル
- 温度範囲: -10~+120 °C
- 散乱の弱いサンプルの測定に最適な、非常に低い散乱バックグラウンドを実現

サンプル位置や数について特別なカスタム仕様の複数サンプルホルダーが必要な場合、アントンパール社ではお客様の要件に合うホルダーの設計及び製造をサポートします。

特殊サンプルステージ

特殊評価用の専用サンプルステージを使用することで、様々な構造情報を引き出せます。

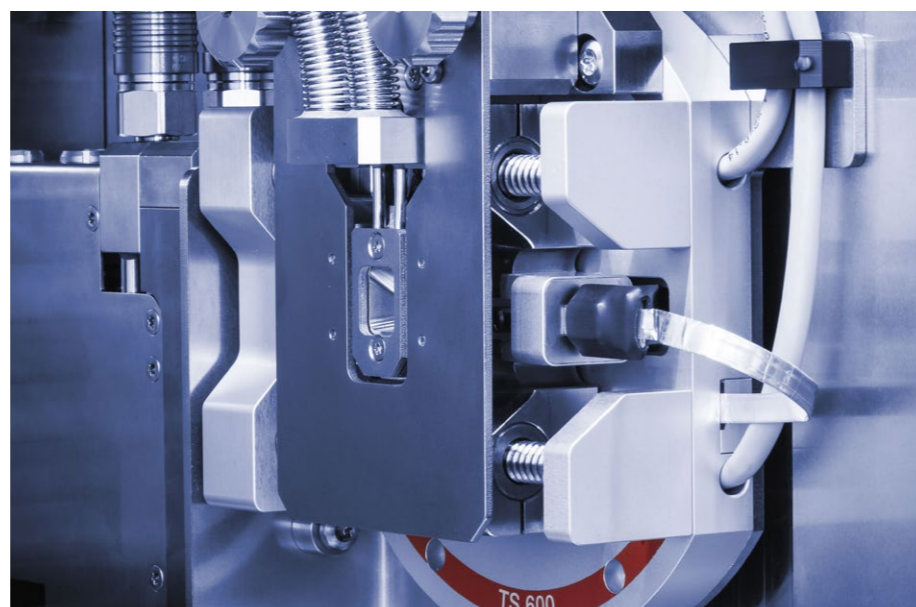


斜入射小角X線散乱(GISAXS)

薄膜サンプルの表面ナノ構造を深く理解する
GISAXSのアプリケーションには、メソポーラス薄膜、表層堆積ナノ粒子、酸化物表面の金属堆積物、最近ではソフトマター(ポリマー/ブロック共重合体薄膜、表面に付着する生体材料など)システムの特性評価などがあります。

GISAXSステージ

アントンパール社のGISAXSステージは、薄膜サンプルのGISAXS/GIWAXS/GIXD (斜入射小角散乱/広角散乱/回折)測定用の高分解能かつ高精度の電動サンプルステージです。
ステージ上に回転モジュールを搭載しているため、サンプルを0~345°回転させることができます。サンプルを-4~+5.6°の角度範囲で傾けることで、入射ビームの侵入深さを変えることができます。GISAXSステージには、500 °Cまでの加熱測定を実施できるGISAXS加熱モジュール、または-150~+350 °Cの温度範囲をカバーする加熱/低温モジュールを搭載できます。

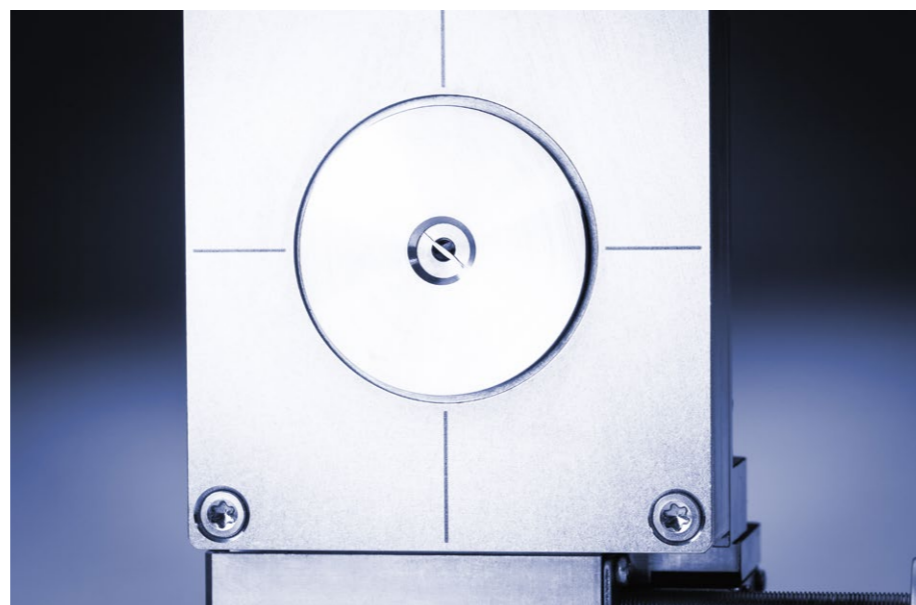


引張試験とのSAXS/WAXS同時測定

高精度に制御された機械的負荷による応力/歪み評価
引張応力を測定するための代表的なサンプルは、特殊な材料、衣服、カバー、複合材料で使用される繊維、薄片、及び薄膜です。

引張応力ステージSAXS

アントンパール社の引張応力ステージは、in-situ SWAXS評価用に設計された唯一の商用サンプルステージです。
引張応力ステージは透過配置で使用され、最大600 Nの力でサンプルに歪みをかけることができます。目的に応じて高分解能(0.01~5 N)またはフルレンジ(1~600 N)、2つのロードセルから選択できます。引張応力ステージのソフトウェアでは、繰り返し歪み試験やクリープ試験など、力と変位の制御プロセスを自由にプログラムできます。
引張応力ステージに加熱/低温モジュールを搭載することで、応力/歪み試験で必要となる-150~+350 °Cの範囲で温度制御を行うことができます。



等方性及び異方性繊維及び薄膜測定

繊維や薄膜では、全角度からサンプルの全体像を把握できるように、特別な測定装置が必要になることが多々あります。

回転モジュールSAXS

回転モジュールSAXSでは、X線ビームと垂直な面内でサンプルを回転させながら、室温で測定を行うことができます。
サンプルが異方性の場合、回転モジュールSAXSを使用して、完全な散乱パターンを取得するためにサンプルをアライメントすることができます。

特殊サンプルステージ

相互補完的な二つの技術を単独のセットアップとして組み合わせることで、SAXS評価中の完全なレオロジー特性評価、シンプルなせん断測定、湿度雰囲気下の測定が可能になります。



RheoSAXS – ラボスケール装置でのレオロジーとSAXSの同時測定

RheoSAXSでは、粘弾性測定で決定されたマクロな物性と、ナノメートル規模で記録された構造変化を直接関連させることができます。この測定法には、珍しい特性を示す最新のスマート材料を評価する研究者から強い関心が寄せられています。代表的なアプリケーション分野は、化粧品、コロイド分散系、ポリマー、ナノ材料、ナノマイクロマテリアルです。

RheoSAXSモジュール

RheoSAXSモジュールは、SAXSpoint5.0の測定チャンバーに取り付ける、軸方向及び接線方向の測定に対応する円筒状Rheo-SAXS測定セルと、DSR 502動的粘弾性レオメータ測定ヘッドで構成されます。

RheoSAXS測定セルは、 $-10\sim+90\text{ }^{\circ}\text{C}$ の範囲で温度制御できます。完全一体型のDSR 502測定ヘッドは、回転測定モードや振動測定モードなど、通常の粘弾性測定と同様の機能が搭載されています。

また、 10 nNm (回転時)または 2 nNm (振動時)の最小トルクで、低粘度の希薄懸濁液でも正確に測定できます。RheoSAXSモジュールを用いた粘弾性測定結果を詳細に分析するには、RheoCompassソフトウェアを使用します。



せん断速度とナノ構造の評価

アントンパール社では、エマルション、分散液、懸濁液などの液体向けに小型アタッチメント型のせん断セルSAXSを提供しています。せん断セルSAXSは、所定のせん断速度及び温度条件下で、複雑な液体のナノ構造における変化を迅速かつ容易に測定することができます。代表的なアプリケーションは、ポリマー、液晶、及びその他の2成分系液体です。

せん断セルSAXS

アントンパール社のせん断セルは、加熱/冷却サンプラーまたは加熱サンプラーに取り付け可能な小型サンプルホルダーです。せん断速度依存評価を、 $0.001\sim15000/\text{秒}$ 、 $0\sim20\text{ Hz}$ の可変周波数、及び室温 $\sim+350\text{ }^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で迅速かつシンプルに実施できます。

アプリケーションのニーズに応じて、 $0.01\sim+60\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の所定の昇温速度を選択できます。せん断実験の制御とプログラミングはSAXSpoint 5.0ソフトウェアに完全に統合されています。所定のせん断での構造的情報を一度に全て得ることができます。



湿度とナノ構造の評価

湿度影響下で構造変化を評価することは、貯蔵中や輸送中のサンプル安定性、あるいはサンプルの実際の使用条件下やそのライフサイクル中のサンプル安定性を決定するために重要になります。材料の劣化や影響を受けた材料の交換には多大な費用がかかることが多いため、制御された条件下で入念な評価を行うことが重要です。

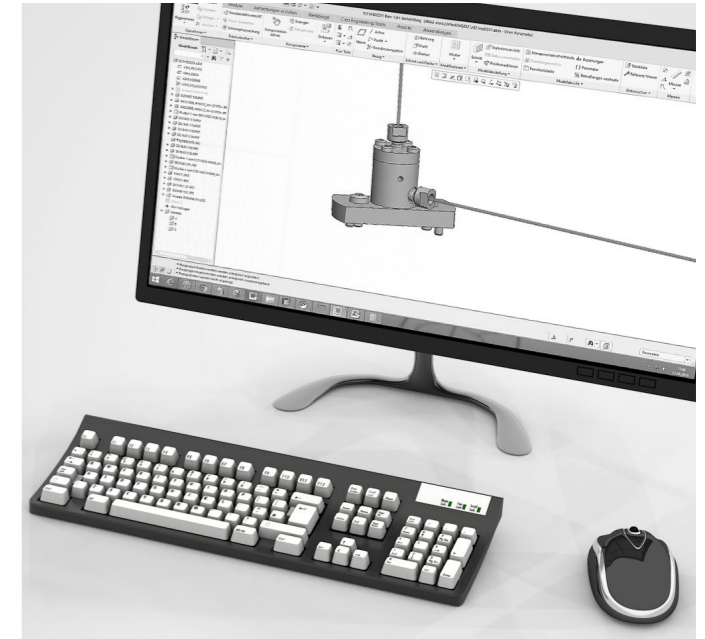
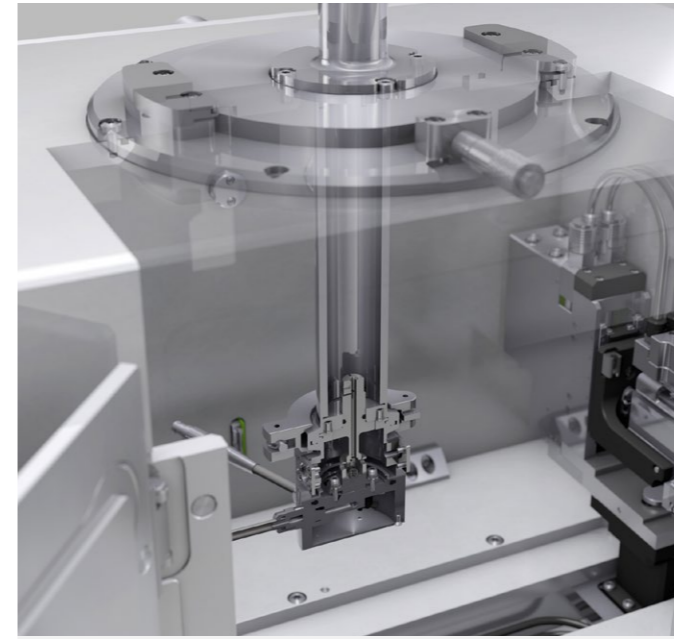
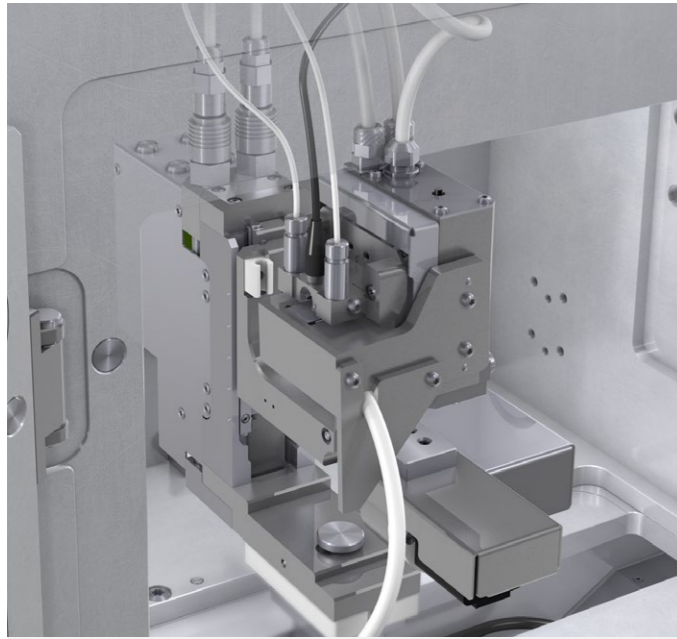
湿度ステージ

温度及び湿度依存性を調査するには、アントンパール社の専用湿度ステージが必要です。粉末及び固体(薄膜、繊維)用に設計された湿度ステージは、 $+10\sim+60\text{ }^{\circ}\text{C}$ の温度範囲と $5\sim95\%$ の相対湿度(RH)の湿度条件下、及び $+10\sim+110\text{ }^{\circ}\text{C}$ の温度範囲と真空、大気または不活性ガス条件下での測定を可能にします。

湿度ステージは、相対湿度を正確に制御するモジュール式湿度発生装置で操作されます。サンプル付近に設置した高精度温度センサ及び湿度センサが、均一で明確に定義された湿度条件と、最大限の熱的均質性を保証します。サンプルと周囲湿度の最大限の相互作用をもたらす高度な設計も特徴です。

SAXS及びカスタムソリューションの組み合わせ

SAXSを他のメソッドと組み合わせることで、両方の測定データを1回で得ることができます。



UV/Vis-SAXSの組み合わせ

UV/Vis分光計は、分子の種類と不純物を検出するためによく使用されます。SAXSと組み合わせることで、サイズや分子量といった全ての構造情報を、分光測定と同時に得ることができます。

UV/VisとSAXSを1回で測定できるため、例えばタンパク質スクリーニングの時間を節約し、スループットが改善するというメリットがあります。UV/Vis-SAXSの組み合わせの代表的なアプリケーションとして、生命科学や医薬品分野などがあります。

UV/Vis及びSAXSの同時測定を可能にするアントンパール社のインライン分光計用装置は、高性能UV/Vis分光光度計と、特別な組み合わせのインラインSAXS及びUV/Vis測定ステージで構成されます。UV/Vis-SAXSステージは、インラインUV/Vis-SAXSステージに光ファイバーマイクロプローブを挿入し、サンプルに完全に浸漬できるように設計されています。これにより正確な結果が保証されています。測定は-10~+120 °Cの温度範囲で実行できます。

SEC-SAXSの組み合わせ

サイズ排除クロマトグラフィー(SEC)は、例えばタンパク質、ペプチド、核酸などの迅速な精製に使用され、タンパク質を扱うラボで分析を開始する前に一般的に実施されるステップです。タンパク質の構造決定と並行して、どのフラクションに望ましいサンプルが含まれるかを知ることが重要です。

オンラインSEC-SAXS用のセットアップでは、アントンパール社の標準フローセルを使用して高性能クロマトグラフィーシステムに接続します。クロマトグラフィーシステムのUV信号は、タンパク質が検出されるとすぐにSAXS測定の開始をトリガーします。したがって、両方の測定のタイムスタンプが完璧に同期されます。

サンプルを保管し、フラクションコレクターに回収してさらなる分析を行うか、SAXS測定の後処分するかを選択できます。SECシステムはオフラインモードでも実行できるため、SAXSシステムをブロックすることなく対象のフラクションを自由に回収できます。このため、クロマトグラフィーシステムでの精製サイクルとは別にSAXS測定だけを独立して行うことも可能です。

SAXS-FTIRセル

FTIR吸収スペクトルから、サンプルの分子「指紋」が得られます。FTIRをSAXSと組み合わせると、サンプルを1回測定するだけで、サンプルのナノ構造情報を同時に得ることができます。

アントンパール社独自のSAXSとFTIRの組み合わせにより、**FTIRとSAXSの同時測定**が可能になります。これは特別に設計したSAXS-FTIRセルによって実現します。このセルはアントンパール社のSAXSpoin 5.0システムの加熱/冷却サンプルに取り付けられ、-10~+120 °Cの温度範囲と最大限の温度均質性をもたらします。

FTIRプローブはカプセル化されているため真空気密であり、サンプル表面になるべく近く配置されます。そのため、優れた測定結果が保証されます。FTIRセルも真空気密ですが、SAXS-FTIR測定は雰囲気下で実施されます。アントンパール社のSAXS-FTIRセルは固体サンプル、薄片、及び粉末向けに設計されており、3種類のオプションサンプルホルダーが含まれます。

カスタムソリューション

アントンパール社は、SAXS及びXRDシステム向けサンプル環境(ステージ及びホルダー)の設計及び製造に関する長年に亘る経験により、カスタムサンプルホルダー/チャンバーの実装に加えて、他の装置の統合や組み合わせに関しても優れたサポートを提供することができます。

また、お客様のニーズに合わせたカスタム環境の設計と実装も行っています。

高スループットソリューション



液体用ASXオートサンプラー

ASXオートサンプラーでは、最大192種類の液体サンプルを一度に測定可能です。ASX cバージョンでは4°Cまでサンプルを冷却しながら測定できます。これは温度に敏感なサンプルでは特に重要であり、変性と蒸発からサンプルを保護することで一貫性のある信頼できる結果が得られます。

オートサンプラーはSAXSシステムのハードウェアとソフトウェアに完全に統合され、抜群の使いやすさを実現しています。測定中のサンプル汚染を避けるため、様々な洗浄サイクルをプログラムできます。オートサンプラーは最小サンプル量10 µLまでに対応するように設計されています。

ASXオートサンプラーは、フローセル、チューブセルまたはSiNセルなど、アントンパール社のフローセルと組み合わせて使用します。

概要表

| ステージの種類 | ステージ | サンプルホルダー | SAXSpace | SAXSpout 5.0 | |
|------------------|----------------|---|--|--------------|---|
| 単一サンプル用の温度制御ステージ | TCS 150 | 石英キャピラリーセル フローセル ペーストセルN ローターセル TCSキャピラリーホルダー | マイクロセル チューブセル 固体用TCSサンプルホルダー 高圧セル | ✓ | ✓ |
| | TCS 350 | 石英キャピラリーセル フローセル ペーストセルN ローターセル TCSキャピラリーホルダー | マイクロセル チューブセル 固体用TCSサンプルホルダー 高圧セル | ✓ | ✗ |
| | TCS 350-c | 石英キャピラリーセル フローセル ペーストセルN ローターセル TCSキャピラリーホルダー | マイクロセル チューブセル 固体用TCSサンプルホルダー 高圧セル | ✓ | ✗ |
| | TCS 600 | 石英キャピラリーセル フローセル ペーストセルN ローターセル TCSキャピラリーホルダー | マイクロセル チューブセル 固体用TCSサンプルホルダー 高圧セル | ✓ | ✓ |
| 複数サンプル用の温度制御ステージ | 加熱サンプラー2.0 | マルチキューベットホルダー ペーストセルHS SiNセル | 使い捨てキャピラリー用ホルダー 複数固体サンプル用ホルダー | ✗ | ✓ |
| | 加熱/冷却サンプラー | マルチキューベットホルダー ペーストセルHS SiNセル | 使い捨てキャピラリー用ホルダー 複数固体サンプル用ホルダー | ✗ | ✓ |
| 特殊サンプルステージ | GISAXSステージ | | | ✓ | ✓ |
| | 引張応力ステージSAXS | | | ✓ | ✓ |
| | 回転モジュールSAXS | | | ✓ | ✓ |
| | RheoSAXSモジュール | | | ✗ | ✓ |
| | せん断セルSAXS | | | ✗ | ✓ |
| | 湿度ステージ | | | ✓ | ✓ |
| SAXSとの組み合わせメソッド | UV/vis-SAXS | | | ✗ | ✓ |
| | SEC-SAXS | | | ✓ | ✓ |
| | SAXS-FTIR | | | ✗ | ✓ |
| 高スループットソリューション | 液体用ASXオートサンプラー | | | ✓ | ✓ |



Anton Paar

株式会社アントンパール・ジャパン
〒131-0034 東京都墨田区堤通1-19-9
リバーサイド隅田13階
Tel: 03-4563-2500 | Fax: 03-4563-2501

〒562-0035 大阪府箕面市船場東3-4-17
箕面千里ビル8階
Tel: 050-4560-2100 | Fax: 050-4560-2101

info.jp@anton-paar.com
www.anton-paar.com