

CD 測定法簡易マニュアル

How to use CD

日本分光 J-720 型円二色性分散計

JASCO, Type; J-720, Circular Dichroism

JASCO 取扱説明書参照

2003/02/14, Merii Kato

(測定原理)

直線偏光が光学活性な物質を通過するとき、その成分である右回りと左回りの円偏光の伝搬速度が異なるだけでなく、吸収される場合も異なる。従って、直線偏光は光学活性な物質を通過した後は楕円偏光となり、このような場合その物質は円二色活性をもつという。円二色性の大きさを表すのに普通分子楕円率 q を用いる。

e_L, e_R はそれぞれ左右の円偏光に対する分子吸光係数。

$$q = \frac{4500}{\pi} (e_L - e_R) \log_e 10$$

$$\Delta e = e_L - e_R$$

(光源)

450W, Xe ランプ水冷方式

(測定波長範囲)

170nm ~ 800nm

(操作上の注意)

- ・光源点灯時は必ず光源冷却水を流すこと。(流量が少ないとブザーが鳴り、本体の電源をON 出来ない。その場合は、流量を増やす。)また、光源を消した後は必ず冷却水を止める。(流し放しにすると、水滴がつき光学部品が劣化する。)
- ・光源点灯時は必ず乾燥窒素(N_2)ガスを流すこと。(Xe ランプからオゾンが発生して、光学部品を劣化させ、人体にも有害。)
- ・温度の影響を受けやすいので、空調が切れている場合は入れること。
- ・循環型冷却装置を用いているので、水が腐るおそれがある。その場合内部に汚れがたまり水が流れず、使用不可になるおそれがある。従って、水が汚れていないか常に注意し、汚れていた場合は直ちに掃除を行うこと。つまった場合は、ホースをつなぎ変えて逆流させてみるか、窒素圧をかけて汚れを押し出すこと。

・測定の前に・・

-サンプルの準備-

*UV での吸光度が 2 程度になるとノイズが大きくなるため、吸光度が 1 程度であることを予めチェックしておく。(CD スペクトルの解釈と帰属には、UV-VIS スペクトルの情報が必要である。両スペクトルはほぼ同じ濃度の溶液を用いて測定できるので、並行して測定するとよい。また、波長スケールは同じにしておいた方が都合がよい。)

*溶液が濁っていないことを確認する。

-溶媒の選択-

測定する波長領域に、溶媒の吸収が少ないことが必要である。

-各溶媒の測定可能な最短波長-

波長(nm)	溶媒
200	蒸留水, アセトニトリル, シクロヘキサン
220	メタノール, エタノール
290	ベンゼン, トルエン
335	アセトン

1, 起動

①冷却水の電源を ON にする。

(この時、レバーが open になっていることを確認。Close の場合は open にする。)

②N₂を流す。(青ネジ 2 くらい。ガス流量 3l/min くらい。但し、200nm よりも短波長の測定を行うときは、流量を増やす。)

③power 1 ON

④start ボタンを押し続ける。

⑤power 2 ON

(光源が安定するまで、このまま 30 分近く放置してウォームアップさせる。)

⑥PC ON

⑦ハードウェアマネージャーをダブルクリック。

2, 測定

①起動させる。

(自動起動になっている場合が多いので、その場合は起動が終了するまで待つ。)

②標準測定をダブルクリック。(ここに表示されるベースライン測定は、本体の光源を交換したときに業者さんが用いるもので通常は使用しない。)

③測定条件を各種変更する。(別紙マニュアル参照)

*sensitivity(感度)とレスポンスは、peak の大きさ、ノイズの大きさによって選ぶ。感度を上げればシグナルは大きくなるが、ノイズも大きくなる。かねあいを選ぶ。信頼性の高い測定をするには、通常 sensitivity(感度)は 5~20m[°]/cm, レスポンスは 1~4sec がよい。

*測定は、ピークの立ち上がり点から 50~100nm ほど長波長点から始めるのがよい。

以上二つを行うためには、本測定の前に一度粗く測定してみる。

④コメント編集を選択し、サンプル名や濃度等を書き込む。

⑤サンプル溶液を円筒型セルに入れて透過面の洗浄度を確認した後に、セル押さえで全面

マスクに軽く押し付けて固定しホルダにセットする。この際、文字の書いている方向を一定方向に向けるように注意する。試料室のふたを開けると復元するのに、5~10 分程度かかる。

⑥測定を選択し、OK で測定が開始される。

(ベースラインの測定については、ベースライン測定を選択するのではなく標準測定の同一条件で溶媒のみを測る。)

3, **解析** -測定後に標準解析の画面が表示されるので、そこで演算を行う。-

①-演算-

データ間の四則演算を選択し、サンプルをデータ 1, ベースラインをデータ 2 に登録し、演算子のー（マイナス）を選択して、引き算を行う。

②-データの処理-

演算→スムージング or ノイズ除去

演算→ピーク検出→深さ設定→ok→close

③-縦軸の変更-

光学定数演算→濃度を代入する。→Mol.CD を選択。(Deが求まる。)

④保存法

file→名前をつけて保存→データを選択→名前をつける→OK

⑤印刷

file→印刷

*サンプルデータとリファレンスデータの保存ファイル名は書き込まれていないので、自分でメモしておく。

4, **終了**

①セルは溶媒で十分に洗浄する。

②あとは各ソフトを終了し、PC の電源を落として起動と逆の順番で装置の電源を切り、窒素と水を止める。