

ダンシングミルによる粉末試料と窒化ホウ素の自動混合

概要

マグネット乳鉢では窒化ホウ素（BN）との均一な混合が困難な粉末試料（粘性がある、硬度が高い、磁性がある等）について、自動で粉砕及び混合を可能とするために、日陶科学製ダンシングミルセットを整備しました。本資料では、ダンシングミルを使用した透過法用サンプルの自動混合方法について説明します。



目次

ダンシングミル・マグネット乳鉢の性能比較.....	1
必要な試料量の計算と秤量.....	2
ダンシングミルによる試料の混合.....	3
使用後の乳鉢・乳棒・シリコンヘラの洗浄方法.....	7
ダンシングミルの導入に当たっての工夫.....	10
必要な器具等.....	10
更新履歴.....	11

図 1. ダンシングミルセット

ダンシングミル・マグネット乳鉢の性能比較

機器	良い点	悪い点
ダンシングミル	1. 作業が完全自動化 2. 粉砕・混合効率がマグネット乳鉢より良い 3. 粘性がある、硬度が高い、磁性がある試料の混合が可能	1. ヘラ等に粉末が付着するためロスが大きい 2. 機体が大きいため、簡易グローブボックス等への持込不可
マグネット乳鉢	1. 作業が半自動化 2. 試料のロスが少ないため、貴重な試料の混合向き 3. 機体が小さいため、簡易グローブボックス等への持込も可	1. 粘性がある、硬度が高い、磁性がある試料の混合が苦手 2. 粉砕・混合効率はダンシングミルより悪い

必要な試料量の計算と秤量

1. XAFS Sample (<https://support.spring8.or.jp/xafs/index.html>) 等を用いて、試料の必要量を計算する。
以下の例では、直径 7 mm 厚さ 0.5 mm のペレットを 1 枚作製するために必要な酸化鉄 (FeO) と窒化ホウ素 (BN) の計算結果を示している。

The screenshot shows the XAFS_Sample software interface with the following data:

Target		Matrix		Sample Form	
element	Fe	element	O	pellet	7 mm
atomic content	1	atomic content	1	foil	
	3.43 × 10 ⁻²⁰ cm ²		4.176 × 10 ⁻²² cm ²	substrate	
	3.89 × 10 ⁻²⁰ cm ²			diameter of pellet	7 mm
energy: 7.1109 keV		wavelength: 1.7435 Å		diameter of pellet: 7 mm	
mirror angle: 4.5 - 5.8 - 6.5 mrad		I0 gas: N2 100		I1 gas: N2 85 Ar 15	
I0 gas: N2 100		I1 gas: N2 85 Ar 15		19.5 % 81.2 %	
recommended weight: 1.34 mg		status: good for EXAFS		total μt: 1.928	
				μt: 1.146	
				Δμt: 1	
				fix BN thickness: 0.5 mm	
				BN weight: 42.52 mg	
				absorption by BN: 54.2 %	
				effective μt: .782	

図 2. XAFS Sample の操作画面

2. 精密天秤を用いて、1 で計算した量の 6 倍量（ペレット 6 枚分）の試料と BN を秤量する。
6 倍量必要である理由は、乳鉢・乳棒・ヘラに粉末が付着することで、大量のロスが発生するからである。（6 倍量入れても、ペレット 3 枚分程度しか残らない。）

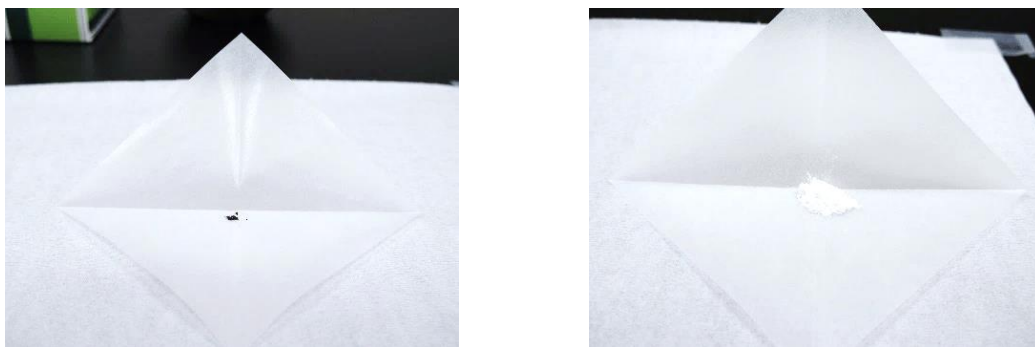


図 3. 薬包紙上に秤量した試料（左）と BN（右）

ダンシングミルによる試料の混合

1. 試料と BN をアルミナ乳鉢に入れる。



図 4. 試料と BN を入れたアルミナ乳鉢

2. ダンシングミルの回転テーブルにアルミナ乳鉢をのせて、3 枚の鉢止板を乳鉢に引っ掛け、鉢止ツマミを締め付けて鉢止板を固定する。この時、乳鉢の固定が不完全だと、混合時に乳鉢が落下して危険であるため、必ず固定されていることを確認する。

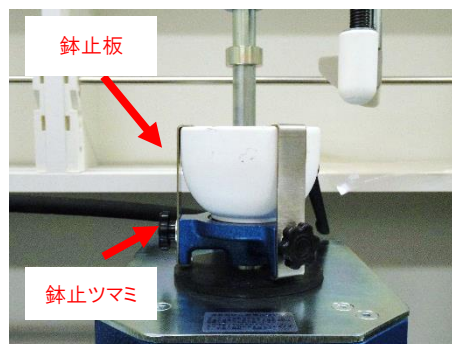
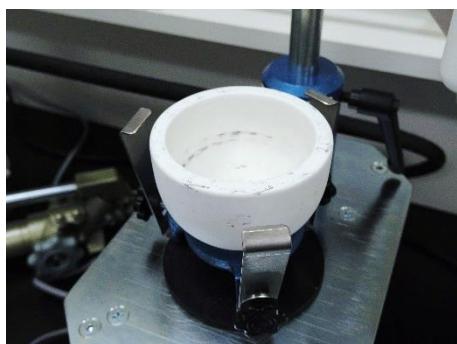


図 5. 回転テーブルへのアルミナ乳鉢の取り付け

3. 乳棒とヘラのセットされたアームを動かして、乳棒とヘラを乳鉢の直上の位置に合わせる。

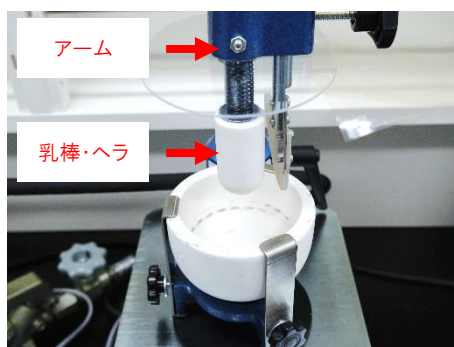


図 6. 乳鉢の上に位置合わせした乳棒とヘラ

4. アームを手で下に押して昇降シャフトを止まるまで下げ、固定レバーを締めてシャフトを固定する。



図7. 昇降シャフト固定前（左）と固定後（右）の様子

5. ヘラ調節ツマミを緩めてヘラの高さや角度を調節する。
ヘラの高さは図8を参考に、乳鉢の縁より上にならないように、且つ乳鉢内部の粉末を適切にかき落とせる程度にする。ヘラの角度は図9を参考に、乳鉢の動作軌道の平行線より少し内向きとする。調節が終わったら、ヘラ調節ツマミを締めてヘラを固定する。



図8. シリコンヘラの高さ調節

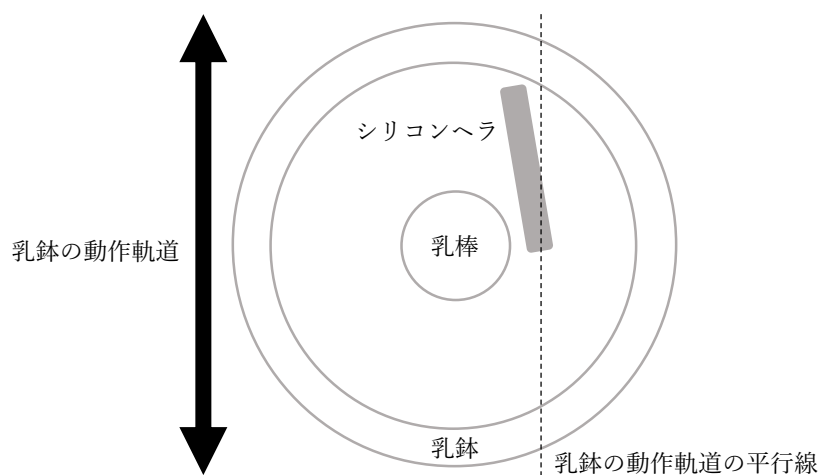


図9. シリコンヘラの角度調節

(日陶科学 ダンシングミル取扱説明書 p8 図5 を参考に描画)

6. スイッチを ON にし、粉碎・混合を開始する。へらの角度の調節が適切である場合、へらは乳鉢の動きに合わせて図 11 のように乳鉢の壁面に沿って曲がり、粉末をかき落とす。もし図 12 のような曲がり方をした場合は、へらの角度調節が不適切なので、手順 5 の調節をやりなおす。



図 10. ダンシングミルによる試料と BN の混合

動画 <http://titan.nusr.nagoya-u.ac.jp/Tabuchi/BL5S1/doku.php?id=takahama:dancing>

(動画提供：名古屋大学シンクロtron光研究センター 高濱謙太郎)



図 11. へらの角度調節が適切な場合のへらの曲がり方

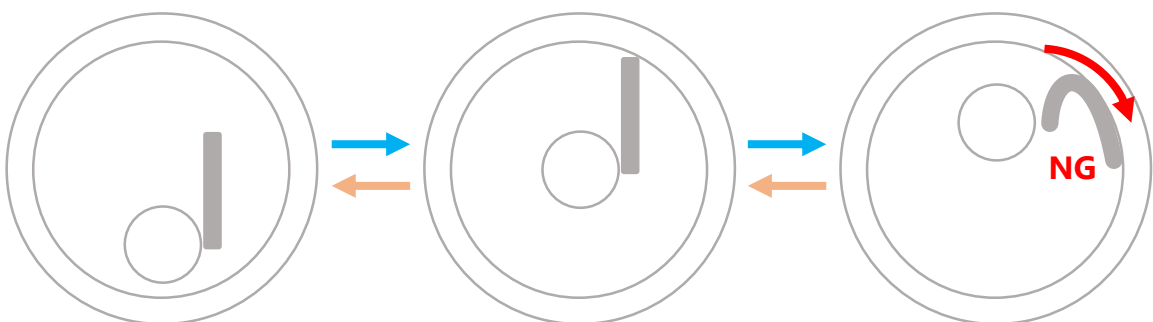


図 12. へらの角度調節が不適切な場合のへらの曲がり方

7. 手動で行う作業に準拠して、混合時間は 20 min とする。長時間の混合が望ましくない試料や、20 min では混ざりにくい試料については、混合時間を適宜調節する。

8. 20 min 経過したらスイッチを OFF にし、乳鉢を取り外して混合粉末をシリコンスクレイパーでかき集める。この時、乳鉢内部の壁面に付着した粉末のみをかき集めるように注意する。（乳棒やヘラに付着した粉末は、粉碎・混合が不十分である可能性があるのかき集めない。）また、掻き集めた粉末に大きめの塊がある場合、よく粉碎しておくでペレット成型作業時に失敗しにくい。

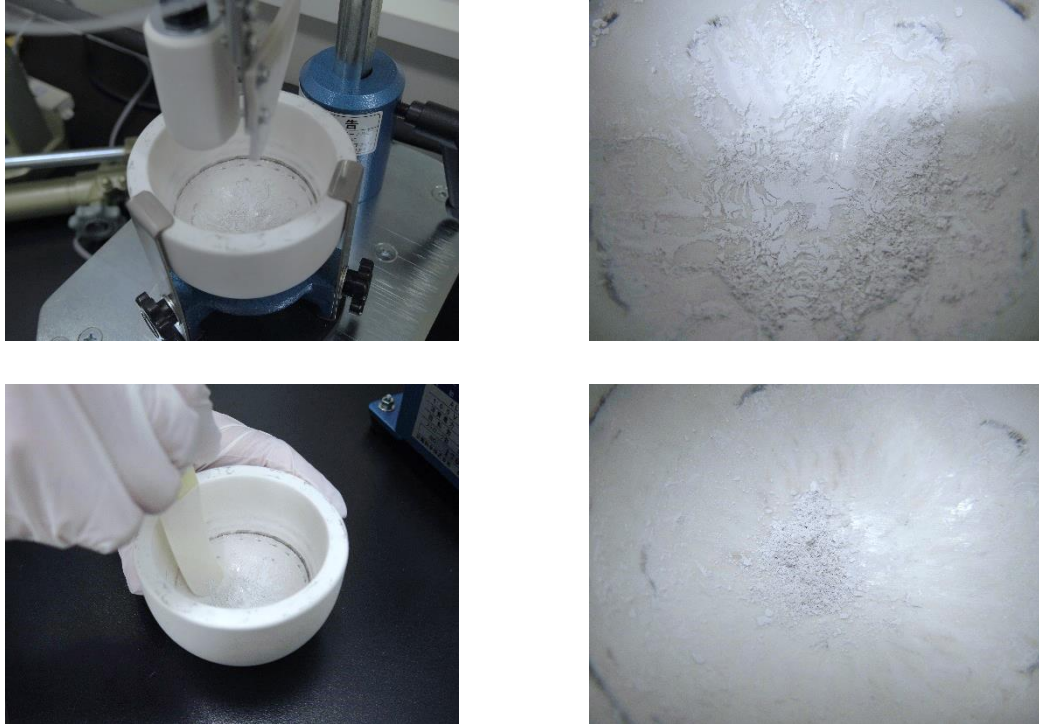


図 13. 混合後の粉末（上段）とシリコンスクレイパーによるかき集め作業（下段）

9. かき集めた混合粉末からペレット 1 枚作製するのに必要な分だけ秤量し、ペレット成型作業を行う。

使用後の乳鉢・乳棒・シリコンヘラの洗浄方法

1. 乳棒を取り外して洗浄する作業を行うために、アーム上部の防塵カバーを外す。

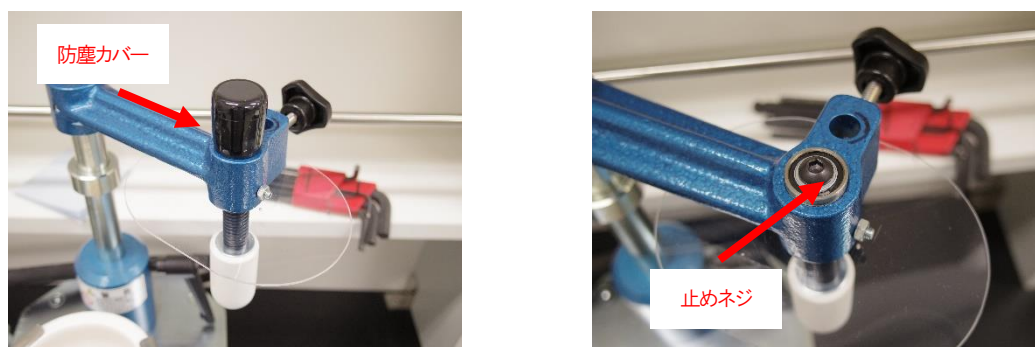


図 14. 防塵カバーを外す前（左）を外した後（右）

2. 乳棒の下部を手で掴んで固定し、六角レンチを使用して止めネジを外す。その後、スプリングの力による押し出しに注意しながら、静かに乳棒を引き抜いて取り外す。



図 15. 止めネジを外す作業（左）と取り外された乳棒（右）

3. 取り外した乳棒とワッシャー2枚、乳棒スプリング1本、上面カバー1枚は、無くさないようにプラスチックバット等に入れる。

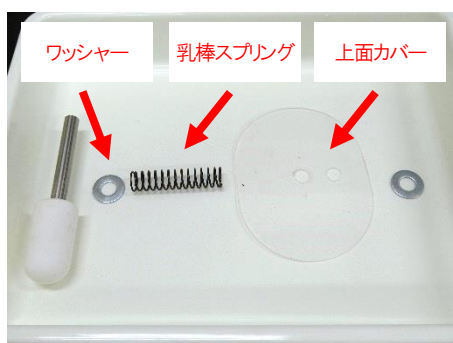


図 16. 取り外した乳棒と部品

4. 乳鉢、乳棒、シリコンヘラ等を以下の要領で洗浄する。

① 中性洗剤による洗浄

最初に、乳鉢、乳棒、シリコンヘラ等を、中性洗剤とスポンジで洗浄する。シリコンヘラは、必要に応じてネジを外して分解してから洗浄する。この作業で目視できる汚れが全て落とせた場合は、②③の作業は省略して良い。

② 表面に張り付いた汚れ落とし

乳鉢等の表面に混合粉末がフィルム状に張り付いてしまった場合、研磨パットで擦って汚れを削り落とす。AichiSR では、研磨パット#320 を使用しているが、汚れの程度に応じて研磨パットの番手は適宜検討する。粗すぎるものは乳鉢等の内面に大きな傷がついてしまうため、使わないほうが良い。

③ 表面にしみ込んだ汚れ落とし

乳鉢等の表面にしみ込んだような色がついてしまった場合、アルカリ性洗剤とメラミンスポンジを使用して洗浄を行う。まず、アルカリ性洗剤を汚れた部位にかけて、10 min 放置する。その後、汚れた部位をメラミンスポンジで擦って汚れを落とす。

④ すすぎ

①～③の作業後、器具を水道水で十分にすすぎ、更に蒸留水ですすぎを行ってから乾燥させる。自然乾燥、ワイパーで拭く、ドライヤーで乾かす等の手段を用いても良い。

⑤ 洗浄で完全に除去できないものについて

長期間乳鉢等を使用していると、表面が変色して洗浄しても色が落ちない状態になることがある。この場合、洗浄後に BN のみを入れて粉碎・混合作業を行い、その BN でペレットを成型して XAFS や XRF を測定する。その結果、コンタミが原因と思われる吸収端や蛍光 X 線が見られなければ、乳鉢等からのコンタミは無い物と判断する。



図 17. 洗浄しても除去しきれない変色等

5. 図 18 を参考に、乳棒に各部品を取り付ける。

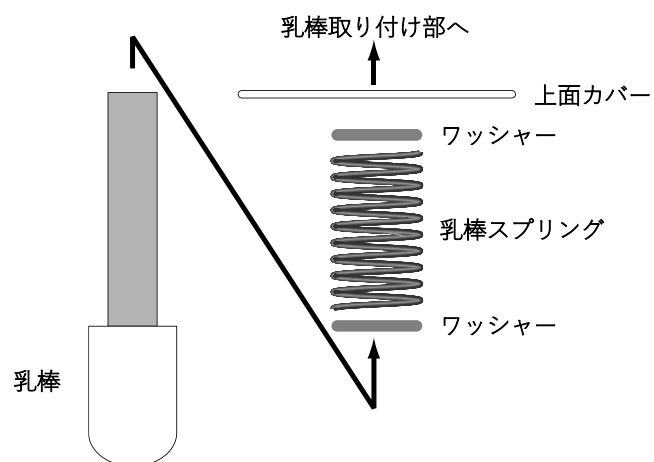


図 18. 乳棒と部品の取り付け方

6. 乳棒をアームの乳棒取り付け部に差し込み、止めネジを締める。



図 19. 乳棒のアームへの差し込み（左）と止めネジを締める作業（右）

7. 最後に防塵カバーを取り付け、乳鉢も回転テーブルに取り付ける。



図 20. 使用前と同等の状態に戻った様子

ダンシングミルの導入に当たっての工夫（購入を検討されている方へ）

1. 乳鉢や乳棒等の洗浄中に別の試料の粉碎・混合作業が出来るように、スペアの乳鉢・乳鉢・シリコンヘラを購入して使用している。
2. シリコンヘラを軸に取り付けるために、購入時にはステンレスの M3 ネジが使用されている。このネジの頭が粉碎・混合作業中に乳鉢内面に接触し、ネジが削れてステンレス由来のコンタミが発生する可能性があることが予備実験によって分かった。そこで、図 21 のように該当するネジを樹脂ネジに交換して使用している。



図 21. 樹脂ネジで取り付けられたシリコンヘラ

必要な器具等

ダンシングミルセット	(日陶科学 ALM-90DM)
シリコンスクレイパー	(ダイソー等で買える 100 円のシリコンヘラで代用可能)
ワッシャー付き M3 樹脂ネジ	(廣杉計器 PC-0308-P)
測定対象元素を含む試料	
BN	(AichiSR ではキシダ化学製 チッ化ほう素 620-09565 を使用)
研磨パット	(例 Monotaro 工業用研磨パット#320)
メラミンスポンジ	(例 LEC 激落ちくん)
中性洗剤	(例 花王 ワンダフル)
アルカリ性洗剤	(例 花王 マジックリン)

以下はセットに含まれているため、予備品として必要なら購入する。

ダンシングミル用アルミナ乳鉢	(日陶科学 AL9)
ダンシングミル用アルミナ乳棒	(日陶科学 AL9B)
ダンシングミル用シリコンヘラ	(日陶科学 AL9H)

更新履歴

- | | |
|-----------|--------------------------|
| 2019/4/2 | マニュアル作成（高濱） |
| 2019/4/19 | マニュアルに機器の動作イメージ動画を追加（高濱） |