

## マグネット乳鉢による粉末試料と窒化ホウ素の半自動混合

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銅 (CuO) と窒化ホウ素 (BN) の計算結果を示している。

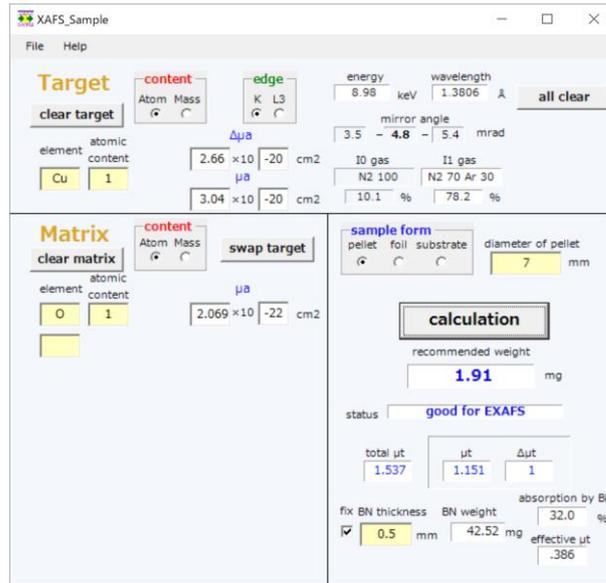


図 1. XAFS Sample の操作画面

2. 精密天秤を用いて、1 で計算した量の 3 倍量の試料と BN を秤量する。

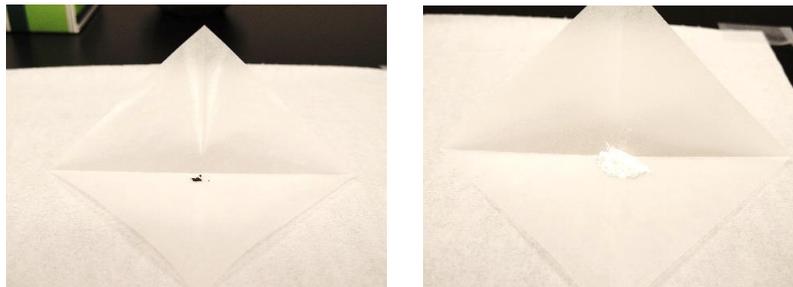


図 2. 薬包紙上に秤量した試料 (左) と BN (右)

- 先に試料をメノウ乳鉢に入れ、メノウ乳棒を使って摩擦を感じなくなる程度まで粉碎する。  
この作業は、BNと混合する前に出来るだけ試料を細かくするために行う。  
作業の際、あまり広い範囲に試料を広げないように注意する。

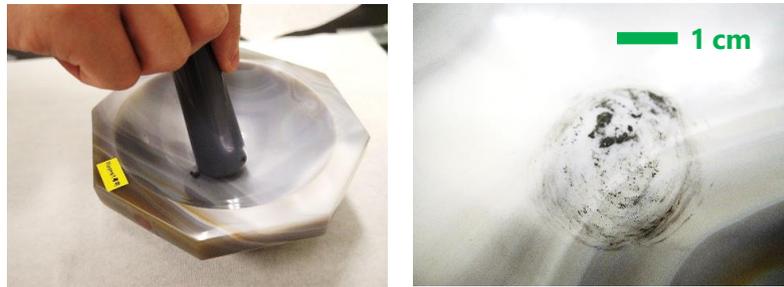


図 3. 手動での試料の粉碎（左）と粉碎後の試料（右）

- BNをメノウ乳鉢に入れ、メノウ乳棒を使って1分程度混合する。  
この作業は乳棒や乳鉢に付着した試料を出来るだけBNと混合するために行う。



図 4. BNと試料の手動での混合（左・中）と混合後の乳棒の先端

- メノウ乳棒を軽くはたいて粉末を全てメノウ乳鉢に落とし、スクレイパーを使って粉末を出来るだけメノウ乳鉢の中央に寄せる。

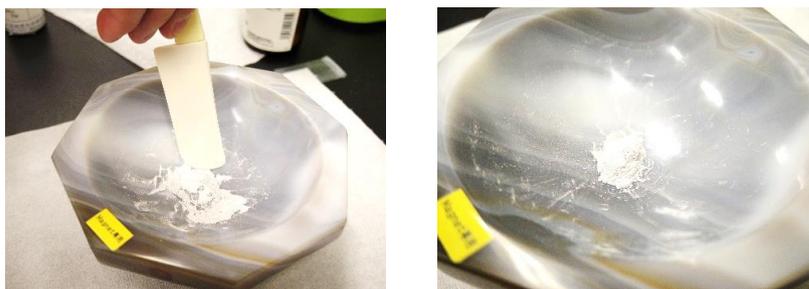


図 5. スクレイパーでのかき取り（左）と中央に寄せられた粉末（右）

6. 粉末が飛び散らないようにマグネット乳鉢を静かにセットし、70 rpm で5 min 自動で混合する。

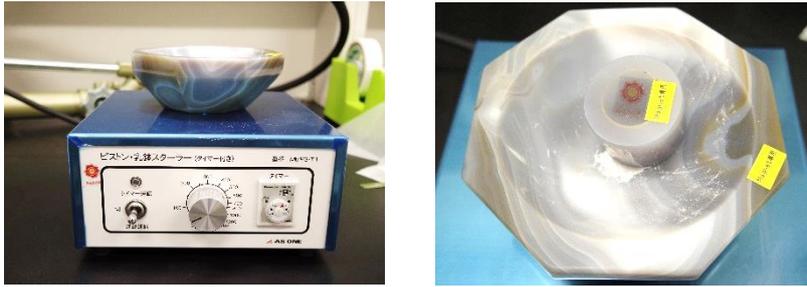


図 6. マグネット乳鉢での自動混合作業

動作イメージ <http://titan.nusr.nagoya-u.ac.jp/Tabuchi/BL5S1/doku.php?id=takahama:magnet>

(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)

7. 混合中にメノウ乳鉢壁面に広がったり、マグネット乳鉢に付着したりした粉末をかき落として中央に寄せ、再度マグネット乳鉢をセットして70 rpm で5 min 自動で混合する。



図 7. 乳鉢に付着した粉末 (左) とスクレイパーでの乳鉢・乳鉢の粉末かき取り (中・右)

8. 7の作業を4回繰り返す (合計20分の混合に相当する)。
9. 混合し終わった粉末からペレット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。

## Q&A

### (1) なぜマグネット乳鉢セット付属の乳鉢を使用しないのか？

マグネット乳鉢セットの付属乳鉢は底の厚い深型乳鉢であり、マグネット乳棒とスターラーの距離が離れすぎて引力が弱いため試料の混合に適さない。

### (2) 粘性の高いサンプルについて

ZnO 等の粘性のある粉末サンプルはあらかじめ手動ですり潰すと底面に張り付いて混合しにくくなるため、あらかじめ BN と軽く混ぜてから混合すると良い。自動で掻き落とし作業も行う、[ダンシングミル](#)を使用するのも良い

### (3) 磁性のあるサンプルについて

磁性のあるサンプルはマグネット乳鉢の磁場の影響を受けてしまい相性が悪いので、[ダンシングミル](#)を使用すると良い。

### (4) シリコンスクレイパーを使用する理由

スパチュラよりもかき落としの時間効率が良いためシリコンスクレイパーを使用している。試料のロス、スパチュラの方が少ない。

## 使用器具等

- ・浅型メノウ乳鉢・乳棒 (アズワン 2-887-08 メノウ乳鉢 100×120×30 乳棒付き)
- ・メノウ製マグネット乳棒 (アズワン 1-6020-01 メノウ製マグネット乳鉢セット 5g 八角の乳棒のみ購入)
- ・マグネット乳鉢用スターラー (アズワン 1-6016-11 マグネット乳鉢用 スターラー MMPS-T1)
- ・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)

**更新履歴**

- 2017/10/05 マニュアル作成
- 2017/12/01 模式図を実際の写真に変更。使用している機材の詳細を追加。
- 2018/7/23 文面の修正等
- 2019/4/19 文面の微修正、Q&A 追加