

キャピラリーへの試料の充填方法

<1. 試料投入>

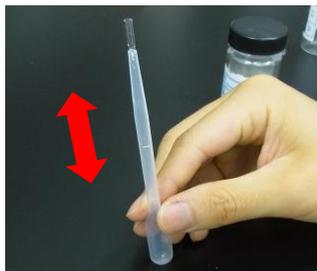
- ・粉末試料は指先でこすって、ざらついた感じがない程度まですりつぶします。粉末試料がキャピラリーに詰まらないように少しずつ先端の投入口から入れます。
(※粉末試料を扱う際はマスク、手袋の着用をお願いします。)



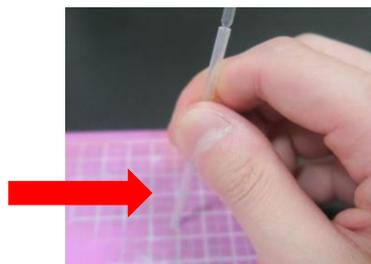
キャピラリー

<2. 充填>

- ・以下のような方法でキャピラリーに振動を与え、試料の充填を行います。
[1. 試料投入 → 2. 充填] を繰り返し、先端からの長さが**30~40mm**になるまで試料を充填します。



キャピラリーをスポイトに取り付け、机にトントンと打ち付ける



先端をカットした使用済ボールペン芯にキャピラリーを取り付け、カッターマットにこすりつける



超音波洗浄器を使う
(破損に注意)



専用装置を用いる

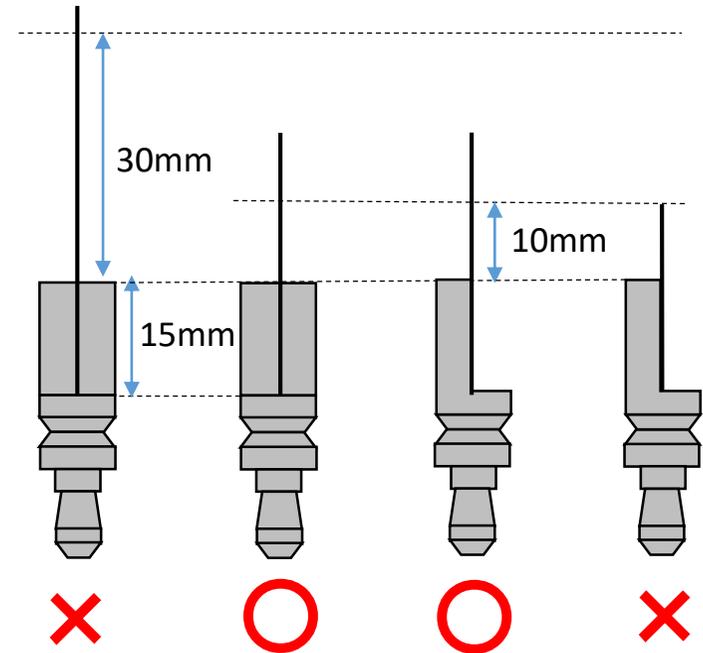
<3. 封じ切り>

- ・試料が充填されているか実体顕微鏡などで確認した後、①ターボライターで焼き切る
②カッター等で切断後、接着剤で封入する、などしてキャピラリーを**30~40mm**の長さに封じ切ります。

試料ホルダーへの取付

<キャピラリー取付位置> (右図参照)

- ・ X線は試料ホルダー (以下、ホルダー) 先端から10mmの位置に照射されます。ホルダー先端から10mmの位置を試料が横切るようにキャピラリーを取り付けて下さい。
- ・ ホルダー先端からの長さが10mmちょうどでは短く、また装置と干渉するため30mmを超えてはいけません。
- ・ 30~40mmで封じ切ったキャピラリーなら、ホルダー根本に取り付けられれば、おおよそ適切な長さとなります。



長い(30mmは超えないこと)

短い(10mmは超えること)

<キャピラリー取付方法>

- ・ 封じ切りしたキャピラリーの取付位置を決めて、テープやコンパウンドでホルダーに固定したら、粉末測定試料の完成です。
- ・ 必要に応じて、ホルダーに試料名を記入します。

参考：キャピラリーの材質について

粉末X線回折では、以下の材質のキャピラリーが使用されます。

1. 石英（クォーツ）ガラス：**高温測定**に使用します

長所：融点が高く、高温測定が可能。

丈夫なため、試料充填中に折れにくい

短所：バックグラウンドが高い

2. リンデマンガラス：主に**室温測定、低温測定**に使用します

長所：バックグラウンドが最も低い

短所：高温、高温測定に使用できない。脆いため、充填中に折れやすい。

3. ボロシリケート

長所：X線の吸収係数が低く、試料の反射が小さいときに使用する

丈夫なため、試料充填中に折れにくい

短所：バックグラウンドが高い

4. ソーダガラス

長所：価格が比較的安価

短所：バックグラウンドが高い

5. ポリイミドキャピラリー

長所：バックグラウンドが低い。割れない。

短所：ガラスキャピラリーより高価。

参考：キャピラリーのバックグラウンドについて

