

MiniFlex300/600

～ 汎用雰囲気セパレーター(2) ～

はじめに

大気中に試料中の水分が奪われるような試料の場合、一般的な試料ホルダーを用いると測定中に結晶構造が変化します。このように乾燥しやすい試料を測定する場合は、汎用雰囲気セパレーターを用いることで測定雰囲気を外部環境から隔離することができ、試料の正しい情報を得ることができます。

測定・解析例

汎用雰囲気セパレーターは、図1のように、(1)グローブボックス内で試料を詰め、(2)カバーを装着し、(3)一般的なX線回折測定用試料ホルダーと同様に試料台に載せるだけで、簡単に気密状態下での測定を行うことができます。



図1 汎用雰囲気セパレーターを用いた試料調製

図2に一般的なX線回折測定用試料ホルダーと汎用雰囲気セパレーターを使用した場合のモンモリロナイトのX線回折パターンを示します。モンモリロナイトは層状のケイ酸塩鉱物に分類される粘土鉱物であり、層間距離の情報が低角度側にピークとして現れます。しかし、水と接触すると層間に水が入り、層間が膨潤して周期構造が乱れることでピークが消滅します。図2-(a)に示すように、一般的なX線回折測定用試料ホルダーを用いた場合、層間に入り込んだ水が蒸発して周期構造が再現され、ピークが生じていることから、充填直後の構造を保持していないことがわかります。一方、図2-(b)に示すように汎用雰囲気セパレーターを使用した場合は層間の水が保持されていることから周期構造が乱れた状態にあるため、ピークは生じず、充填直後の構造を保持していることがわかります。このように、汎用雰囲気セパレーターを使用することで試料に含まれる水分が蒸発することなく長時間安定した状態での測定が可能であることがわかります。

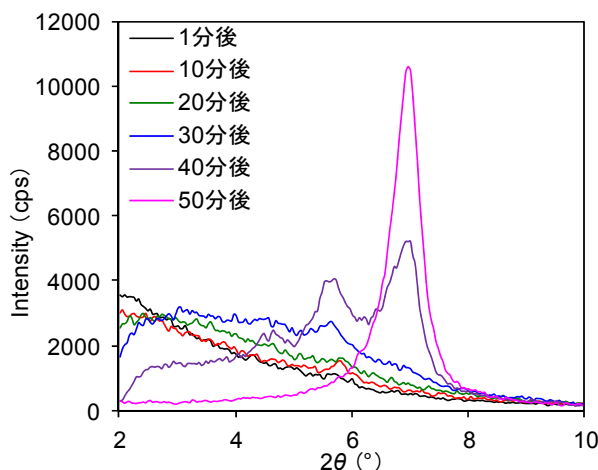


図 2-(a) 一般的な X 線回折測定用試料ホルダーを用いた場合

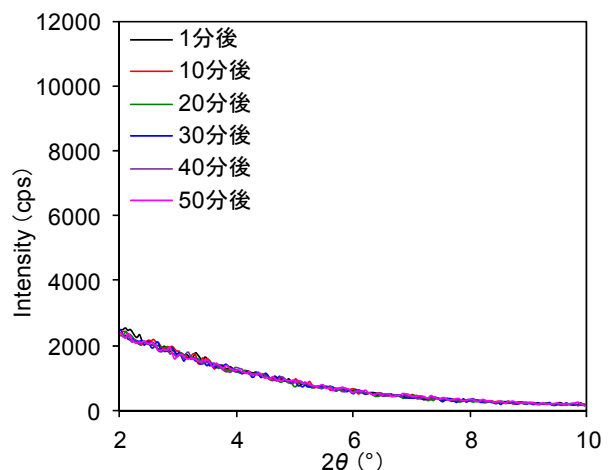


図 2-(b) 汎用雰囲気セパレーターを用いた場合

図2 モンモリロナイトのX線回折パターン多重書き

測定条件：MiniFlex300(ファインフォーカス管球 30 kV, 10 mA), 検出器：シンチレーションカウンター, スリット系：DS = 0.625°, SS = 0.625°, RS = 0.3 mm, 入射・受光ソールスリット = 5°, 入射高さ制限スリット = 10 mm

測定条件：測角範囲 $2\theta = 2 \sim 10^\circ$, サンプリグ間隔 0.02° , 走査速度 $10^\circ / \text{min}$. (約1分/1測定)