#### XAFS 測定試料調整自動化システム 試料準備手順マニュアル

2024.9.13 大渕 博宣

#### 1 準備

必要なものを用意する。



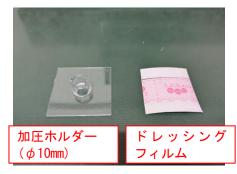




図1 試料準備に必要な器具

- 試料
- 試料容器(サンプル管瓶)
- ドレッシングフィルム
- 加圧ホルダー
- 試料導入ガイド

(試料容器はユーザー自身で準備してください)

#### 2 試料準備

※ロボットが自動運転中のトレイ交換、機器操作は絶対に行わないで下さい。 ロボットの接触により、機器破損、怪我の恐れがあります。

- 2-1 測定試料の準備
- (1) 測定試料の確認

試料を定量する前に、試料が粉末状態であるか確認する(数 μ m 以下推奨)。粉末状態でなければ乳鉢でよく粉砕し、粉末状にする(本システムでは試料が微細に粉砕されにくいため)。必要に応じて、メッシュを使って粒径の粗い試料を取り除く。

#### (2) 測定試料の定量

ペレット形成に必要な分の試料と窒化ホウ素を定量する。必要な試料及び窒化ホウ素の量は XAFS 試料調整ガイドプログラム(※)を用いて計算する。本システムでは攪拌後の試料粉末をサンプル管瓶から完全に取り切れないため、プログラムで計算した値の 1.5~2 倍定量した方が良い。

※産業利用推進室 BL14B2 ホームページ参照

(http://support.spring8.or.jp/xafs.html)

(3) 定量した試料を試料容器(サンプル管瓶)に入れる。



図2 試料容器

(4) 試料を入れた試料容器を容器試料トレイの『セット 1』『セット 2』『セット 3』各セット毎に セットする。

(各セット 20 個までセット可能で、セット 1 よりサンプル管瓶は必ず 1 番から順にセット して下さい。)

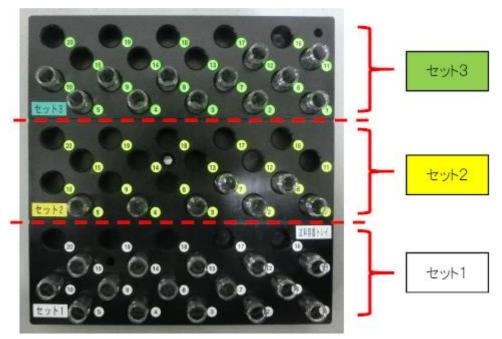


図3 試料容器トレイ

セット例) セット 1:15 個、セット 2:7 個、セット 3:12 個

- (5) 試料容器と対になるキャップを各セット毎に試料容器セット順にトレイにセットする。 (各列 10 個、各セット 20 個までセット可能、各セット左下を 2 番としてセットして下さい。)
- (6) 各列に錘をセットする。

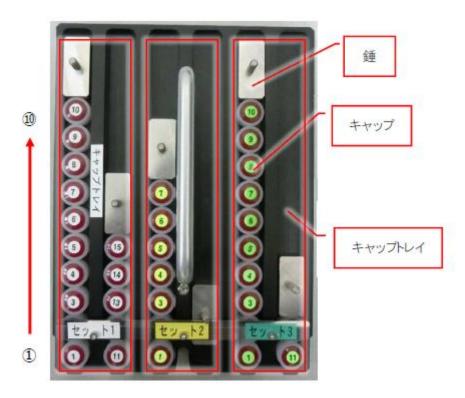


図 4 キャップトレイ セット例) セット 1:15 個、セット 2:7 個、セット 3:12 個

(7) 試料容器トレイの取っ手部(○部:2箇所)を持って、機器に下図の向きでセットする。

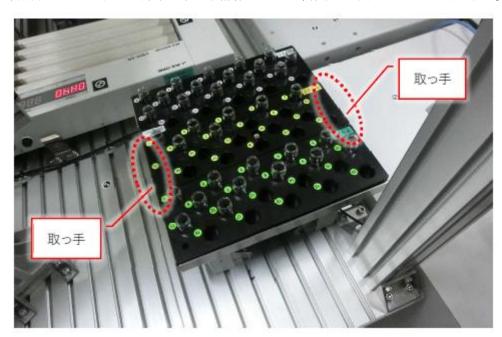


図5 試料容器トレイセット位置

(8) キャップトレイの取っ手を持って、機器に下図の向きでセットする。

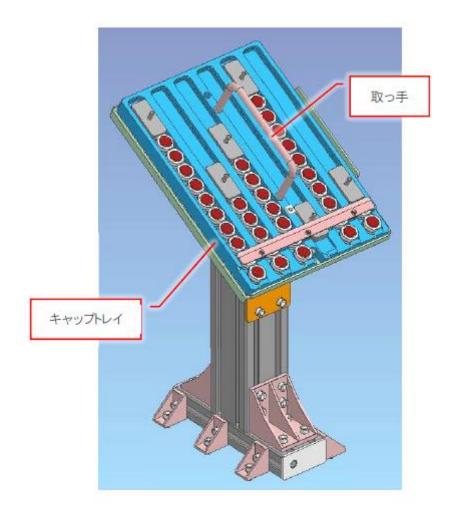


図6 キャップトレイセット位置

#### 2-2 加圧ホルダーの準備

- (1) 加圧ホルダーの背面にドレッシングフィルムを貼る(気泡が入らないように注意)。ドレッシングフィルムは試料ホルダーからはみ出さないように 50mm 角以下のサイズにカットして使用する。
  - ① ドレッシングフィルムの裏紙(短い方)をはがす。
  - ② 加圧ホルダーの背面にドレッシングフィルムを貼る。
  - ③ドレッシングフィルムを押さえながら裏紙をはがず。
  - ④ 気泡が入っていないか確認する。
  - ⑤ ピンクのテープをゆっくりはがす。
  - ⑥ 残りのフィルムを中央からゆっくりはがず。

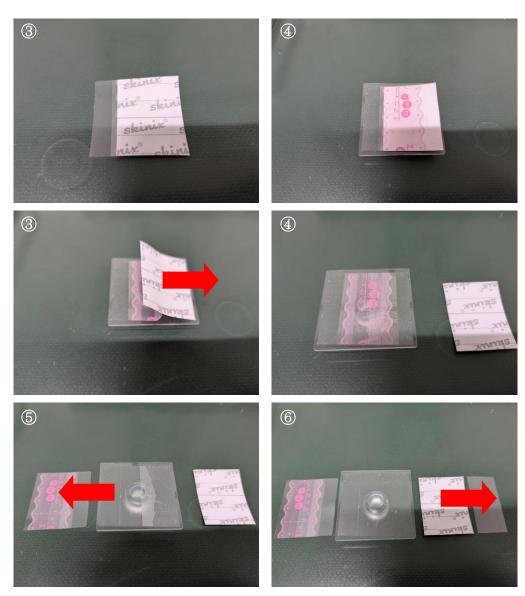


図7ドレッシングフィルム貼り付け手順

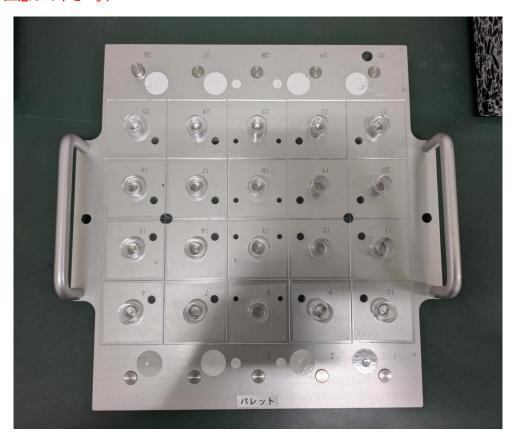
(2) パレットの凸部(26番、他の凸部より出っ張っている箇所)にドレッシングフィルムを貼った試料ホルダーを押しつけ、ドレッシングフィルムに凹みをつける。

(ドレッシングフィルムに穴が空かないように注意してください)

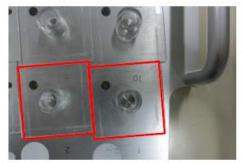


図9 ドレッシングフィルムへの凹みの付け方

(3) パレットの凸部に加圧ホルダーの加工穴を合わせて 20 個セットする。 (加圧ホルダーが斜めにセットされていると排出でエラーとなるため、注意してセットして下さい。ドレッシングフィルムの凹みが不十分だと加圧ホルダーがパレットから浮くので注意して下さい。)







セットOK

セットNG

図10 パレットへの加圧ホルダーの並べ方

(4) 試料導入ガイドを導入ガイドベースに、各セットの試料数分もしくは 20 個セットする。 (導入ガイドのセットは必ず 1 番から順にセットしてください)

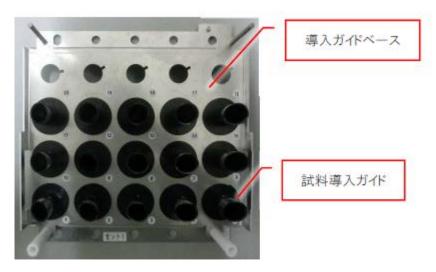


図 11 試料導入ガイドの並べ方 セット例) 導入ガイドセット数:15 個

(5) 導入ガイドベースを加圧ホルダーがセットされたパレットの上にセットする。

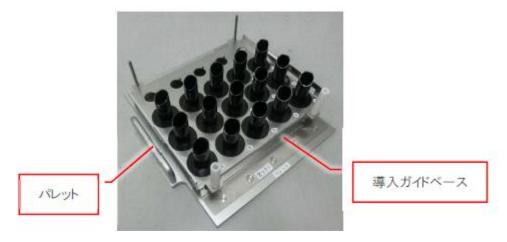


図 12 試料ガイドベースのセット位置

(6) 試料導入ガイドのセットズレ、浮きが無いか確認し、ズレまたは浮きがあれば正しくセットする。

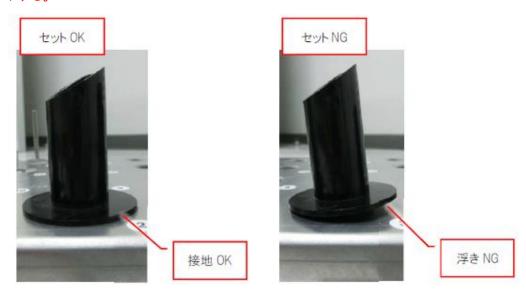


図 13 試料導入ガイドの接地状態

(7) パレット供給装置にラベルを手前にしてパレットを3セット分セットする。 (セット3またはセット2、3の試料数が0でも必ず3セット分のパレットをセットしてください)

導入ガイドベースは下からセット 3、2、1 となるようにセットする。導入ガイドベースに導入ガイドを各 20 個ずつ(計 60 個)セットした場合は、パレット供給装置に対して順不同でセット可能となる。

(試料生成数量分セットの場合、パレットを逆セットした時に機器が破損する恐れがあります)

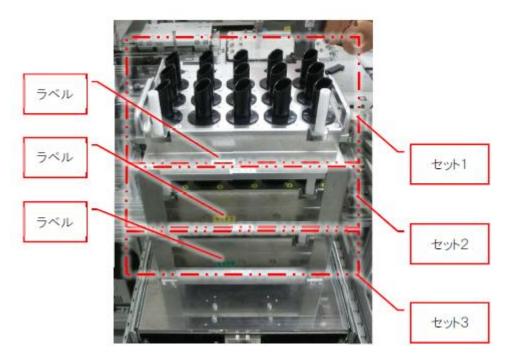


図 15 パレット供給装置

### 参考

## 本システムで使用している消耗品

品名	メーカー	型番
サンプル管瓶 透明 5mL No.2	マルエム	5-096-04
ドレッシングフィルム 幅 50mm 長さ5m	skinix	MA-E5050FT

# 改訂履歴

改訂年月日	改訂者
2024.09.13	大渕 博宣