

非接触で試料を固定する超音波保持法の検討

山下 満

1 目的

当センタ - に導入されているリガク製の全自動多目的 X 線回折装置 (SmartLab) では、小角散乱測定において液体や粉末試料を測定する場合、試料を X 線光路上に適切に設置するためにはフィルムや図 1 に示すガラスキャピラリー - を用いた試料の固定が不可避である。

分析試料をフィルムで挟み込む、あるいは、ガラスキャピラリー - に充填する場合、フィルムやガラスからも X 線の散乱が生じるため、分析試料の X 線散乱 (スペクトル) を知るには、フィルムやキャピラリー - からの散乱分布を予め測定し、これを除算してスペクトルを評価する必要がある。また、ガラスキャピラリー - は使い捨てであるが一般的に比較的高価なため、たくさんの試料の散乱を測定するには、コスト面で不利である。そこで本研究では、超音波を用いて試料 (液体) を浮遊・固定し、フィルムやガラス等からの余計な散乱を生じない試料の固定を方法の実現可能性について検討を行った。



図 1: 代表的なガラスキャピラリー - (23094 円/25 本)

2 実験方法

超音波発生装置として超音波トランスデュ - サ - を 72 基備えた超音波ユニット (図 2) を利用して、液体試料の浮遊・固定の検討を行った。超音波の発振周波数は 40kHz で、相対する超音波トランスデュ - サ - により定在波を発生させて試料を浮遊・固定させる仕組みである。定在波の周期 (節間距離) は概ね 5mm 程度で、水滴の場合、厚み 1 ~ 2mm 程度、直径 3mm 程度の偏平円板形状で浮遊・固定することが可能であった。図 3 は水を超音波で浮遊・固定した直後、10 分後、および、15 分後の液滴の様子である。液滴の固定位置や大きさに大きな変化は見られず、小角散乱測定 of 標準的な所要時間である 15 分程度では、定在波の節位置の変動や液体成分の蒸発などは無視して良いものと判断できた。

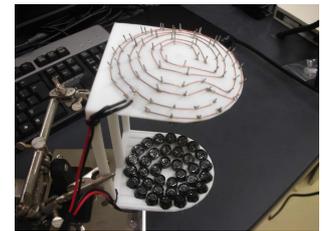


図 2: 超音波発生ユニット

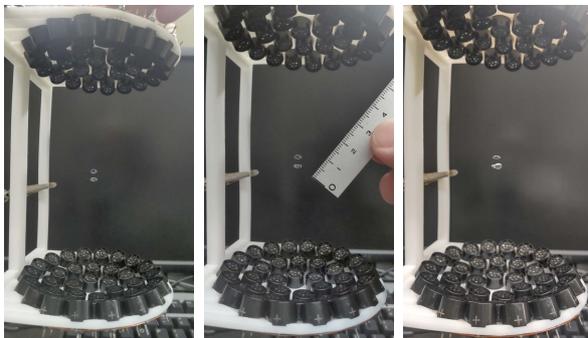


図 3: 超音波を用いて浮遊させた液滴 (水) の時間変化 (左から順に開始直後、10 分後、15 分後)

3 結果と考察

72 素子 40kHz の超音波トランスデュ - サ - を用いて、液滴を 15 分以上にわたり非接触で空間に固定可能であることを確認した。ただし、超音波の定在波が不安定となり液滴が落下してしまう事象も散見され、発振ユニットの発熱による周波数ドリフトが疑われたが、原因についてはまだ特定できていない。今後は SmartLab に超音波浮遊ユニットを導入し、非接触浮遊状態の試料に対して小角散乱測定の実施を試みる計画である。

(問合せ先 山下 満)