

蛍光X線分析用の 試料調整

蛍光X線分析は質量分析に広く使われている分析方法ですが、試料調整が正しく行われないと正確で再現性の高い分析結果が得られません。

RS 200



試料の均質な粒度が高い再現性を保証します。

粒度とペレットの密度は分析結果の再現性に大きな影響を与えます。蛍光X線分析は、X線を試料に照射し発生する蛍光X線強度で成分質量を計測します。試料の粒子が粗すぎると蛍光X線強度が高くなり、正確な測定が困難になります。したがって、再現性の高い質量分析のためには、粒子径の揃った均一な試料が必須条件となります。次頁の左グラフはレッチェのミキサーミルMM400を使って粉碎した例です。粉碎時間が2分経過した時点で粒子径が均一になったため、ほとんど蛍光X線強度に変化が現われません。

粒度だけでなく試料ペレットの密度も分析結果におよぼす大きな要因です。試料を成型する際には、内部のエアを完全に除去する必要があります。次頁の右グラフでは、試料を20トンでプレス成型した時点で蛍光X線強度が最大に達したため、その後圧力を増やしてもほとんど変化しないことを示しています。精密で再現性の高い分析を行うには、試料調整の段階で均一な粒度と密度を確保する必要があります。

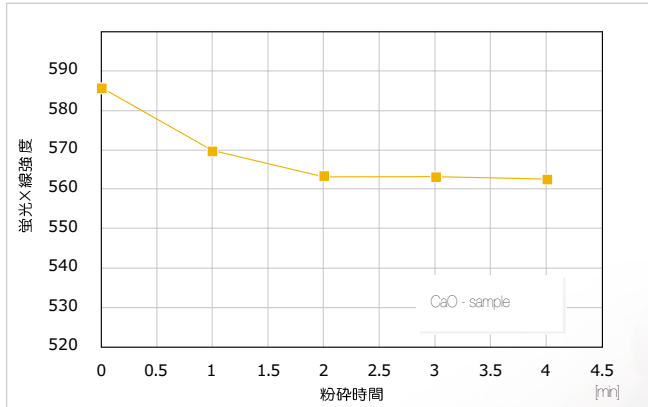
ジョークラッシャーで予備粉碎された蛍光X線分析用の鉱物系試料は、レッチェの振動ディスクミルRS200で最終粉碎します。試料を入れた容器の中でディスクとリングが動き、衝撃、摩擦および圧力で粉碎します。この粉碎方式は、分析に適した100 μm未満の粒度に短時間で到達できます。したがって、次から次に分析を要求される製造工程の中間検査などに使われています。少量試料の粉碎には、レッチェのミキサーミルMM400が向いています。水平往復運動する容器に試料とボールを入れ、衝撃と摩擦で極めて効率的に粉碎します。

レッチェではRS200とMM400用に様々な材質の容器を用意しているため、分析に影響を与えない容器を選択できます。

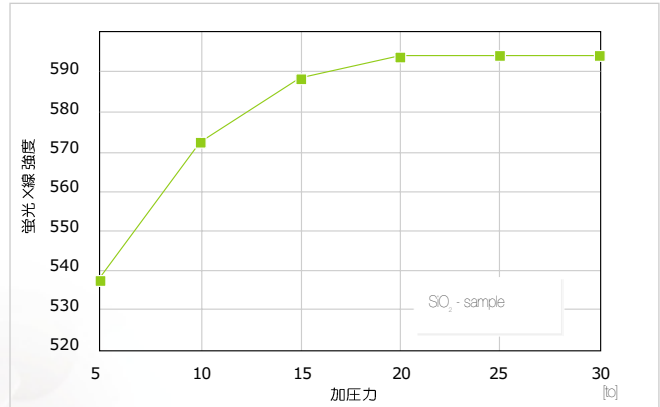
プラスチックの様に軟質で弾力性のある試料は、摩砕と切断力で粉碎できます。レッチェではロータミルとカッピングミルを用意しています。スクリーンの目開きを選択することで、ご希望の粉碎粒度が得られます。

試料のプレス成型

均一に粉碎された試料をペレット状にプレス成型します。形状を保持するためにバインダーを入れることもあります。この場合、あらかじめ粉碎された試料にバインダーを混ぜる方法と、試料とバインダーと一緒に粉碎・混合する方法があります。どちらも一長一短があるので、分析の目的にあわせて選択してください。ミキサーミルMM400は、ポリスチレン容器を装着して、粉碎試料とバインダーの混合に使用することもできます。



粉碎時間と蛍光X線強度の相関関係
レッチェのMM400を使って粉碎



加圧力と蛍光X線強度の相関関係
レッチェのPP40を使ってプレス成型

ガラスビード法

じゅうぶんな量の試料が得られない場合は、ホウ酸と一緒に成型する方法もありますが、粒度効果のため分析の再現性は低下します。もう一つの方法として、60~100 μm未満に粉碎された試料を四ホウ酸塩と一緒に1000℃以上で溶かすガラスビード法があります。この方法では元の試料の結晶構造が破壊されて均一なガラス状の非結晶構造になるため、結晶性やマトリックス効果の影響を低減でき、再現性の高い分析用試料が得られます。プレス成型を使った試料調整ガルーチンの分析で使われる一方、四ホウ酸塩を使うガラスビード法は、厳密な成分分析が必要とされる場合に使われます。

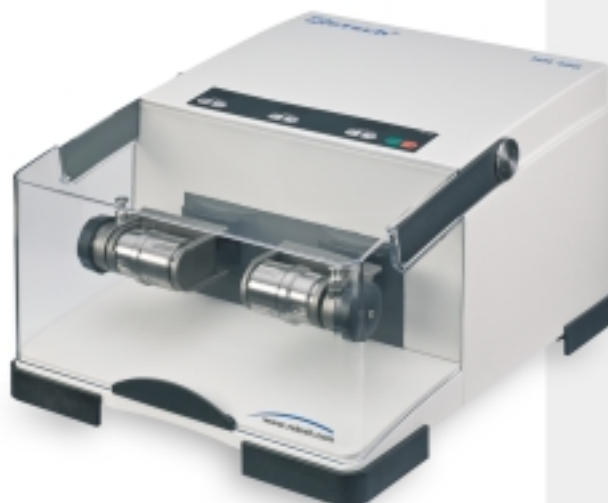
正確で高い再現性のある蛍光X線分析を行うためには、様々な条件に注意を払わなければいけません。試料調整もその一つです。したがって、粉碎、プレス成型やガラスビードに使う機器もフレキシブルな条件設定ができる必要があり、使用者が機器の操作に習熟していることが重要です。

振動ディスクミル RS 200

- 対象試料：中硬質、硬質、脆い、繊維質
- 投入寸法：< 15mm
- 粉碎粒度：< 40 μm
- 高い再現性
- 短い粉碎時間

ミキサーミル MM 400

- 対象試料：軟質、中硬質、硬質、脆い、弾力性、繊維質
- 投入寸法：≤ 8mm
- 粉碎粒度：5 μm
- 短い粉碎時間と2検体同時処理で高い処理能力
- 粉碎容器の材質と容量の種類が豊富



MM 400