2．実験方法

2-1　試薬

・酸化マグネシウム(MgO)試薬

・水酸化カリウム(KOH)試薬

・純水(洗浄用)

・エタノール(消毒用)

酸化マグネシウム・水酸化カリウムの各条件における使用量は以下の表に示す。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 条件 | MgO［g］ | KOH［g］ |
| A | 1.3 | 50 |
| B | 1.3 | 60 |
| C | 1.7 | 50 |
| D | 1.7 | 60 |

2-2　実験器具

・アルミナ製るつぼ(丸小)　　　　　　　　　　・電気炉

・薬さじ　　　　　　　　　　　　　　　　　　・パスツールピペット

・ガラス棒　　　　　　　　　　　　　　　　　・シャーレ

・薬包紙　　　　　　　　　　　　　　　　　　・廃液入れ

・キムワイプ　　　　　　　　　　　　　　　　・ビニール手袋

・メノウ乳鉢　　　　　　　　　　　　　　　　・ピクノメーター

・光学顕微鏡　　　　　　　　　　　　　　　　・走査型電子顕微鏡

・粉末X線回折計　　　　　　　　　　　　　　・直示天秤

・測定板(シリコン・無反射板)

2-3　実験方法

2-3-1　結晶育成

1. 水酸化カリウムを三回に分けて合計約50ｇまたは60g秤量し、アルミナ製るつぼに移した。水酸化カリウムは粒状の試薬であるため、この値は誤差を含む。また、潮解性の物質のため、素早く秤量した。さらに、不純物を避けるために薬さじは使用する前にエタノールで洗浄した。
2. 酸化マグネシウムを1.3ｇまたは1.7g秤量し、同じくるつぼに移した。薬さじも、(1)同様に洗浄したものを用いた。
3. 試料を入れたるつぼを電気炉で加熱した。温度条件は以下の表に示す。

|  |  |
| --- | --- |
| 時間 | 条件 |
| 6時間 | 640℃まで昇温 |
| 8時間 | 640℃で保持 |
| 4時間 | 570℃まで徐冷 |
|  | 常温まで電気炉内で放冷 |

1. るつぼ内の試料に蒸留水を加え、水酸化カリウムを溶解させて洗浄を行った。
2. 洗浄による廃液のpHを試験紙で計測し、廃液が中性になるまで洗浄を繰り返した。
3. 洗浄後、生成した単結晶をるつぼ内に残らないように蒸留水とともにシャーレに移した。
4. シャーレ内の蒸留水をピペットで取り除き、乾燥機で乾燥させた。

2-3-2　XRD測定

1. 試料をメノウ乳鉢で粉砕した。
2. 測定板に試料を乗せ、ガラス板で表面を押さえ平らにした。
3. XRD測定機にて測定を行った。

2-3-3　ピクノメーターによる比重測定

1. ピクノメーターのみの質量(w1)を測定した。以降、手についた汚れなどで質量の誤差が生じないように、キムワイプで包んで操作を行った。
2. ピクノメーターと試料を併せた質量(w2)を測定した。試料がピクノメーターの口につかないように薬包紙を漏斗のような形にして入れた。また、白色の細かい結晶のみを選別して入れた。
3. 試料の入ったピクノメーターを蒸留水で満たした。先に少量の蒸留水を加え、表面に馴染んでから表面張力のはたらきで表面が盛り上がるまで蒸留水を足した。この際、浮き上がってきた試料が沈むように注いだ。さらに1，2滴蒸留水を加え、落とすようにキャップをかぶせてメニスカスができるようにキャップを押し込んだ。その後、ピクノメーターについた水滴をふき取った。
4. 3)の状態のピクノメーターの重量(w3)を測定した。測定は7回行い、結果は上下棄却して平均の値を用いる。また、測定を行う度にキャップを外し、再度メニスカスを作った。
5. ピクノメーターから試料を取り出し、蒸留水で洗浄した。3)と同様にピクノメーターに蒸留水を満たし、水滴をふき取って質量(w4)を測定した。測定は5回行い、上下棄却して平均の値を用いる。また、3)と同様に測定を行う度にキャップを外してメニスカスを作った。