

XAFS 測定用ペレット作製マニュアル

概要

硬 X 線 XAFS の測定試料準備方法の一つに、乳鉢を用いて測定対象元素を含む粉末と窒化ホウ素を均一に混合し、その混合粉末を錠剤成型器で押し固めてペレットを作製する方法があります。本資料では、ペレットを作製するための基本的な手順について解説しています。

目次

必要試薬量の計算	2
試料の秤量と粉碎・混合作業	3
φ 7 mm 錠剤成型器を用いたペレット成型	3
ペレットの固定	5
φ 10 mm 錠剤成型器を用いたペレット成型	6
使用器具等の紹介	11

目次をクリックすると該当のページにジャンプします。

必要試薬量の計算

1. [XAFS 試料調製ガイドプログラム](#) (SPring-8 BL14B2 公開) をダウンロードする。

※その他の計算ソフトとしては以下のようなものがある。

- ・ [Samplem4M](#) (Photon Factory 公開)
- ・ [AbsC](#) (名古屋大学シンクロトン光研究センター公開)

2. XAFS_Sample を用いて、測定対象試料と窒化ホウ素 (BN) の必要量を計算する。本マニュアルでは、酸化チタン TiO_2 を例とする。



図 1. 直径 7 mm・厚さ 0.5 mm のペレットを作製する時に必要な TiO_2 の計算結果

赤色の枠は測定対象元素と配位原子の情報を入力する部分、**黒色の枠**は測定吸収端、**橙色の枠**はペレットの直径を入力する部分、**緑色の枠**はペレットの厚さを入力する部分、**青色の枠**は計算された試料と BN の量を示している（初期値は直径 10 mm、厚さ 1.0 mm）。

※Ti 等の吸収端エネルギーが低い元素の場合、BN による X 線の吸収も無視できないため、可能な限り厚さの薄いペレットを作製することが望ましい（図 1 の例では 90.2 %も BN に吸収される）。しかしながら、ペレットの厚さを薄くすると、割れやすくなったり成型に失敗しやすくなるデメリットも生じる。この場合、ペレット直径を小さくして、厚さを薄くするという方法がある。

試料の秤量と粉碎・混合作業

1. 精密天秤を用いて、計算した TiO_2 と BN を秤量する。試料の粉碎・混合に使用する乳鉢等の器具に粉末が付着したり、ペレットが破損したりすることを考慮して、ペレット数枚分まとめて秤量しておく。

例. 3 枚分の場合

$$\text{TiO}_2 \quad 1.02 \text{ mg} \times 3 = 3.06 \text{ mg}$$

$$\text{BN} \quad 42.52 \text{ mg} \times 3 = 127.56 \text{ mg}$$

2. 測定対象試料と BN を乳鉢に入れ、20 分以上粉碎・混合する。測定対象試料の粒径が BN と比べて大きい場合は、事前に試料だけを粉碎した後に BN と混合する。粉碎・混合が不十分だと、XAFS スペクトルの品質が低下するため、良好な測定を行うための最重要過程である。

※AichiSR では、[マグネット乳鉢](#)、[ダンシングミル](#)のように粉碎・混合作業を自動化した装置を導入している。

φ7 mm 錠剤成型器を用いたペレット成型

1. 混合粉末の秤量

粉末の飛散や薬包紙への付着等によるロスを考慮して、ペレット 1 枚分の量から 10%程度増した量を秤量する。

例. 上記の TiO_2 の場合

$$(\text{TiO}_2 1.02 \text{ mg} + \text{BN } 42.52 \text{ mg}) \times 1.1 = 47.9 \text{ mg}$$

2. φ7 mm 錠剤成型器の準備

φ7 mm 錠剤成型器は以下の 3 点で構成されている。



図 2. φ7 mm 錠剤成型器

3. 混合粉末の錠剤成型器への投入

アンビルとカラーを組み合わせて、混合粉末を投入する。投入直後は粉末が不均一であるため、アンビルとカラーを両手で押さえたまま軽く机に数回叩くと均一になる。



図3. 混合粉末の投入（左）・粉末投入直後の状態（中央）・叩いて均一にした状態（右）

4. 上部アンビルの差し込み

粉末の表面を均一にした後、上部アンビルを差し込む。勢いよく差し込むと粉末が下から漏れてしまうため、カラーとアンビルを指で押さえながら、静かに上部アンビルを差し込む。



図4. 上部アンビルを差し込む操作

5. 錠剤成型器の油圧プレスへのセット

錠剤成型器の各部品が分離しないように注意しながら、錠剤成型器を油圧プレスにセットする。



図5. 油圧プレスにセットされた錠剤成型器

6. 油圧プレスによる加圧

油圧プレスに錠剤成型器をセットし、30 kN で3 分間加圧する。



図 6. 油圧プレスによる加圧

7. ペレットの取り出し

プレス後、錠剤成型器を逆さまに向けた状態で実験台の上に置く。

アンビルを取り外してカラーを上から押さえると、パチンという音が鳴り、ペレットが押し出される。

手の力で押し出せない場合、カラーを油圧プレスでゆっくりと加圧すると良い。

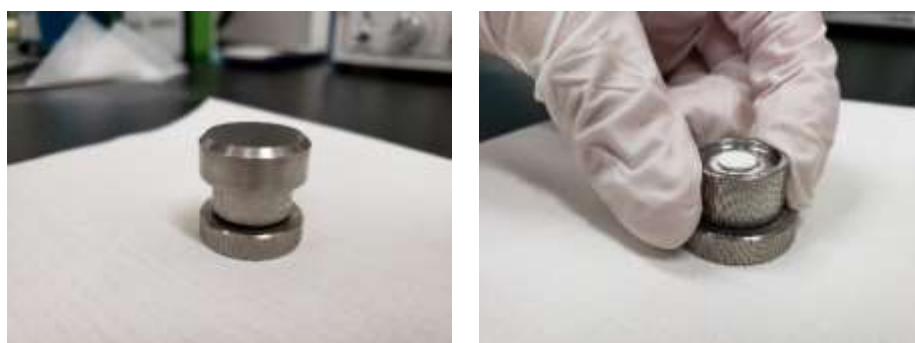


図 7. 逆さまに置いた錠剤成型器（左）・取り出されたペレット（右）

ペレットの固定

1. ペレットの封入

押し出されたペレットをスパチュラで持ち上げ、ナイロンパックに入れる



図 8. ペレットをナイロンパックに入れている様子

2. ヒートシーラーによる封止

ナイロンパックに入れた後は、ペレットが動かないように空気を抜きながら封止する。AichiSR では、真空パックシーラーも常備している。完成品はプラスチックマウントに固定すると測定しやすい。



図 9. TiO_2 ペレットの完成品

φ 10 mm 錠剤成型器を用いたペレット成型

1. 混合粉末の秤量

粉末の飛散や薬包紙への付着等によるロスを考慮して、ペレット 1 枚分の量から 10%増した量を秤量する。

2. φ 10 mm 錠剤成型器の組み立て

φ 10 mm 錠剤成型器を、以下の要領で組み立てる。

① 基盤の上に内筒を載せる。



図 10. φ 10 mm 錠剤成型器の基盤（左）と基盤に載せた内筒（右）

- ② 内筒に鏡面板を 1 枚セットする。

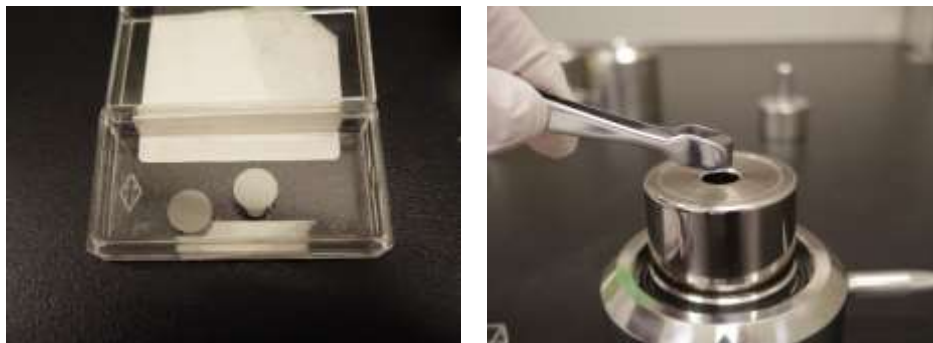


図 11. 鏡面板（左）・基盤に載せた内筒（右）

- ③ 秤量した混合粉末を内筒に入れる。



図 12. 混合粉末の投入

- ④ 基盤と内筒を手で押さえながら、軽く机の上に数回叩いて粉末の表面を均一にする。

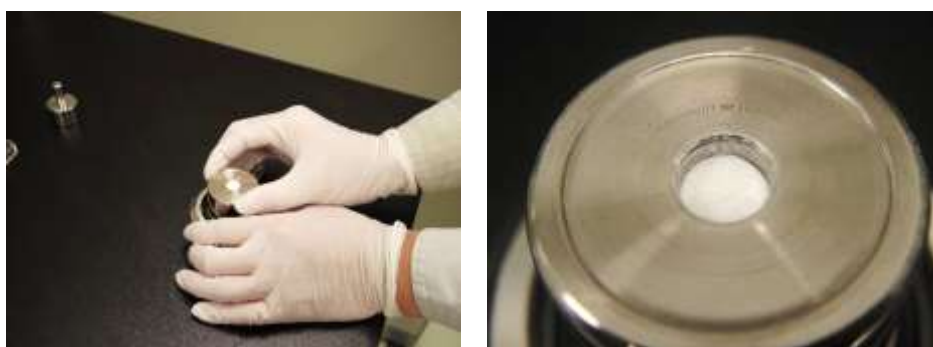


図 13. 錠剤成型器を叩いて粉末を均一にする作業（左）・叩いて均一にした状態（右）

- ⑤ もう 1 枚の鏡面板を、上から静かに入れる。

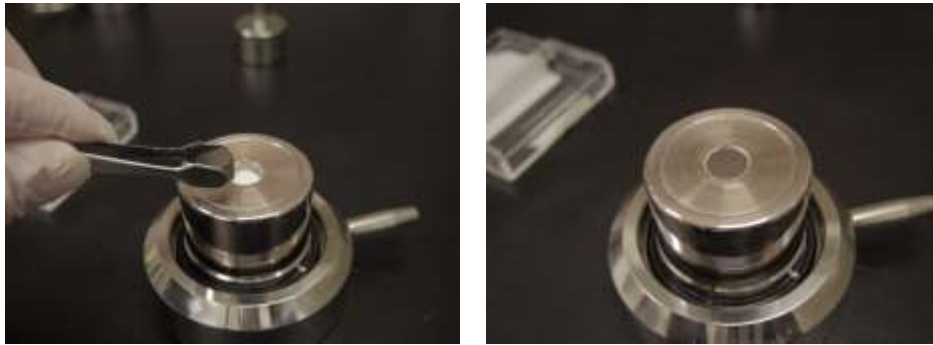


図 14. 鏡面板を内筒の上に入れる様子

- ⑥ 内筒の上から外筒を被せる。



図 15. 外筒を内筒の上から被せる様子

- ⑦ パッキン、パッキン押え、押棒を組み合わせる。

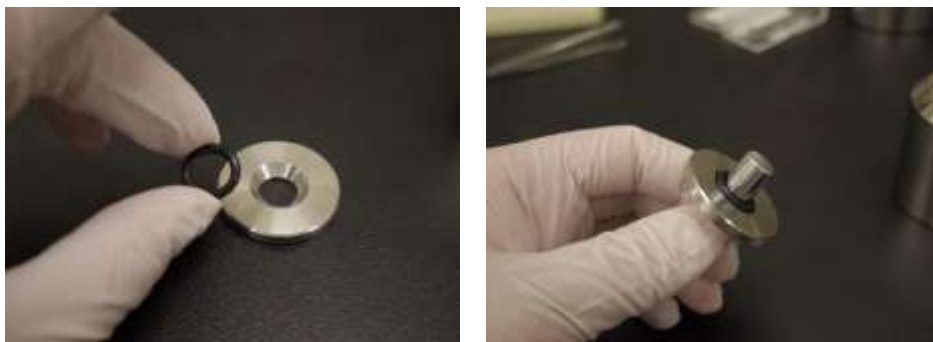


図 16. パッキン・パッキン押え・押棒を組み合わせた様子

- ⑧ 組み合わせた押棒を外筒の上にセットし、軽く押棒を指で押す。

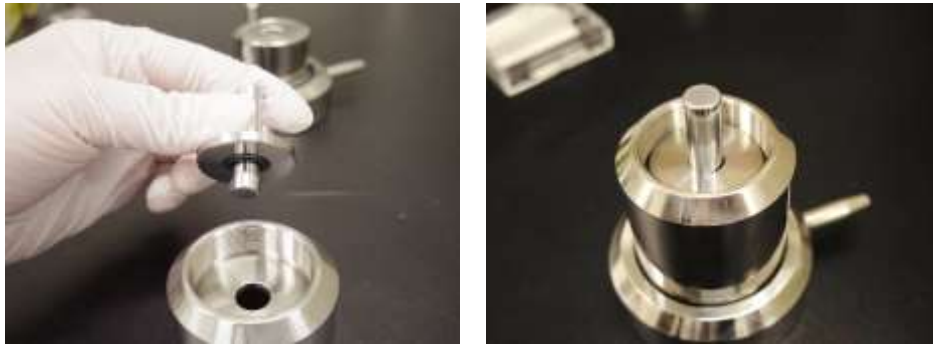


図 17. 押し棒を外筒の上にセットする様子

- ⑨ 押え金具をセットし、ネジを軽く締める。締めすぎるとパッキンが破損するので注意する。



図 18. 押え金具の取り付け

3. 油圧プレスへのセットと加圧

組み上げた錠剤成型器を油圧プレスにセットし、50 kN で3 分間加圧する。



図 19. 油圧プレスによる加圧

4. ペレットの押し出し

内筒を取り出し、内筒の下側に押出棒、上側に試料受台をセットして上から静かに押し、ペレットを押し出す。手の力で押し出せない場合は、油圧プレスを使用する。



図 20. 押出棒と試料受台（左）・油圧プレスによる押し出しの様子（右）

5. 鏡面板からのペレットの取り外し

試料受台を外し、スパチュラやピンセットを用いて鏡面板からペレットを取り外す。



図 21. 押し出されたペレット（左）・鏡面板から取り外されたペレット（右）

6. ペレットの封入

取り外したペレットは、 $\phi 7$ mm 錠剤成型器の時と同様にナイロンパックに封入する。



図 22. ピンセットで持ち上げたペレット

使用器具等の紹介

- $\phi 7$ mm 錠剤成型器（（株）マシナックス製 AichiSR 同等品を製作依頼可能）
- $\phi 10$ mm 錠剤成型器（日本分光 PT-10）
- 油圧プレス（島津製作所 ハンドプレス SSP-10A）
- ナイロンパック（旭化成パックス 飛竜 KN タイプ）
- スライドマウント（富士フィルム プラスチックマウント 35 mm 判）

ペレット成型についての小ネタ

- ・ [吸湿性サンプルのペレット成型](#)

更新履歴

2018.10.9	資料作成（BL5S1 廣友）
2019.5.10	テーブルプレスでの加圧→油圧プレスでの加圧へ変更 $\phi 10$ mm 錠剤成型器での成型方法を追加 その他微修正（BL5S1 廣友, 高濱）
2020.5.13	図の変更及び成型方法について修正（圧力及び加圧時間） 吸湿性サンプルのペレット成型についての小ネタを追加
2022.4.22	リンク先修正等
2023.10.4	リンク先修正