

1 準備

必要なものを用意する。



図 1 ペレット試料作成に必要な器具

(左)粉末混合時に使用する各器具、(右)錠剤成型器

- 試料
- 乳鉢
- 窒化ホウ素(純度 99%以上)
- 薬さじ
- ピンセット
- 薬包紙
- 天秤
- 錠剤成型器(基盤、内筒、外筒、鏡面板(2 個)、押し棒、押棒、試料受台)
- ポリ袋、シーラー、35mm プラスチックマウント(ペレットをマウントに固定する場合)

※使用する器具は事前にエタノールできれいに拭いてください。

2 試料準備

(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。粉末状態でなければ乳鉢でよく粉砕し、粉末状にする(窒化ホウ素と混合した状態では試料が微細に粉砕されにくい)。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) 測定試料及び窒化ホウ素の定量

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。乳鉢で試料を攪拌後、攪拌した試料粉末を乳鉢から完全に切り切れないため、プログラムで計算した値の 1～2 割り増しで定量した方が良い。定量する試料の量が微量な場合は、ペレット 2～3 個分の試料・窒化ホウ素を定量し、攪拌後にペレット 1 個分の混合粉末を取り分けた方が誤差は生じにくい。

※産業利用推進室 BL14B2 ホームページ参照

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

(3) 測定試料と窒化ホウ素の攪拌

定量した試料とBNを乳鉢に入れ、よく攪拌する(図 2)。



図 2 乳鉢での試料と窒化ホウ素攪拌の様子

※ 最低でも 20 分攪拌する。攪拌が不十分だと試料が不均一になり、スペクトルにグリッチが重複し易くなる。

(PF-XAFS のホームページの[実験技術情報]-[XAFS 実験のコツ]参照
(<http://pfxafs.kek.jp/experiment-2/attention>))

(4) 混合粉末の定量

乳鉢でよく攪拌した試料・窒化ホウ素混合粉末を取り分ける。ペレット複数個分で混合した場合は、ペレット 1 個分の混合粉末を定量する。

3 ペレット成形

本ビームラインで所有している錠剤成型器(日本分光、ペレット径 ϕ 10mm)を例に説明する。他の錠剤成型器を使用する場合は、錠剤成型器のマニュアルに記載されている使用方法・錠剤成形条件を参照する。

(1) 錠剤成型器の準備

基盤に内筒を置き、内筒に鏡面板を一枚入れる(図 3)。



図 3 錠剤成型器の準備(粉末投入前)

(2) 錠剤成型器への混合粉末の投入

試料・窒化ホウ素混合粉末を内筒に入れる。その後、基盤と内筒を両手で押さえつけた状態で軽く机に十数回たたき、内筒に入れた粉末が均等になるようにする(図 4)。



図4 (左)投入直後の不均一な状態、(右)均等な状態

(3) 錠剤成型器の加圧

内筒に鏡面板を入れ、鏡面板で粉末を挟んだ状態にする。その上に押し棒付きのカバーをかぶせる。錠剤成型器をハンドプレス機に置き、徐々に加圧する。圧力計の値が10MPaになったら加圧を止め、加圧した状態で3分保持する。3分経過したら、ハンドプレス機のリークバルブを開けて減圧する。

(4) ペレットの取り出し

加圧した錠剤成型器を取り出し、カバーを外す。内筒を試料受台に移し替え、その上に押し出し棒を置く(図5)。

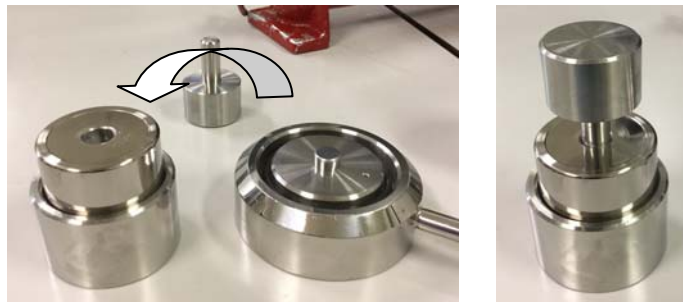


図5 (左) 内筒を試料受台に移し替えた状態、(右) 押し出し棒を置いた状態
押し出し棒を入れた状態で内筒を上下反転させ、上から手でゆっくりと押しつけて鏡面板とペレットを内筒から抜き出す(図6)。

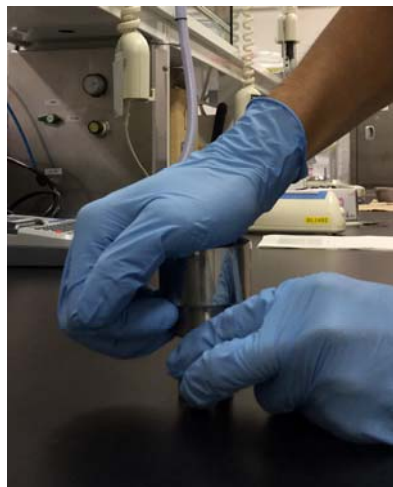


図6 ペレット取り出し時の器具の持ち方

手で押して抜けない場合は、ハンドプレス機に置き、内筒を保持した状態でゆっくりと加圧する(図7)。鏡面板が内筒から外れたら加圧をやめ、ハンドプレス機から内筒等を取り出す。

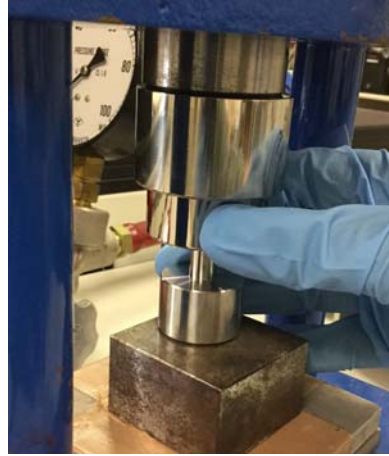


図7 ペレット取り出し時の器具の持ち方
(ハンドプレス機を用いる場合)

試料受台を外し、成形されたペレットを取り出す(図8)。



図8 内筒からペレットを取り出した状態

4 プラスチックマウントへの取付け方

(1) ポリ袋の準備

ペレットを入れるポリ袋を準備し、シーラーで2辺を予めシールする(図 9)。



図 9 ポリ袋の準備

(2) ポリ袋へのペレットの封入

シールしたポリ袋にペレットを入れる(図 10)。ペレットが動きにくいように、シールしたポリ袋の角にペレットを寄せる。



図 10 ポリ袋にペレットを入れた状態

ペレットが動かないように残り2辺をシーラーでシールする(図 11)。

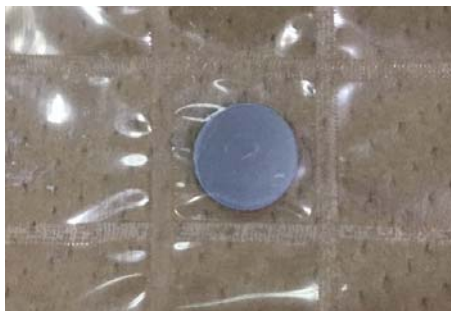


図 11 ペレットをポリ袋に封入した状態

(3) プラスチックマウントへの固定

35mm プラスチックマウントを準備し、中の薄い凹みのサイズに合うようにペレットをシールしたポリ袋を切り取る(図 12)。

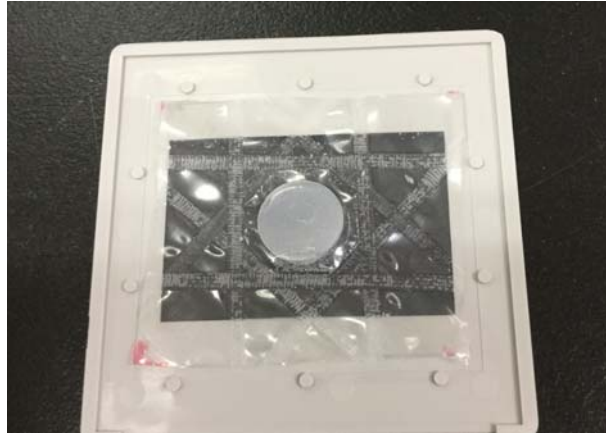


図 12 ポリ袋の切り取り方

プラスチックマウントを折り曲げて、ペレットをシールしたポリ袋を固定する(図 13)。



図 13 プラスチックマウントに固定した状態

※プラスチックマウントに隙間が開かないようにしっかりと押さえつけること。隙間が開いていると、Sample Catcher での試料交換時にアームが試料をつかめない不具合が生じ、試料や機器が破損する可能性が生じる。

参考

本ビームラインで使用している実験器具、及び消耗品

品名	メーカー	型番
錠剤成型器 ϕ 10 セット	日本分光	660E
錠剤成型器 ϕ 7 セット	日本分光	666E
プラスチックマウント 35mm 用 25 枚入	フジカラー	14740
窒化ホウ素 純度 2Nup 粒径 $10\mu\text{m}$ 以下	高純度化学研究所	BB103PB
ポリ袋(0.05mm 厚) 75×90 2000 枚	アズワン	CA-1208-200
クリーンガスバリア袋 100×50 100 枚入	アズワン	5-5665-01
ラミジップ AL-9 115×90+28 50 枚入	アズワン	1-6541-01

履歴

- 2016/5/18 初稿 大渕
- 2016/12/1 修正 大渕