

コンビケミ合成試料の高速 XRD 解析

(株)豊田中央研究所・田島伸、松原賢東、鈴木彰敏、間広文、吉川信明

1. 背景と研究目的

現在、マテリアルズインフォマティクスを利用した機能性酸化物材料の探索を行っている。マテリアルズインフォマティクスによる材料探索および材料改良は現在ますます盛んになっており、創薬分野ではかなりの成功を収めている。一方、無機材料や金属材料では、マテリアルズインフォマティクスは明確な成果が報告されていない。その主たる理由は、有機材料に比べて、無機・金属材料はメガデータが存在しない。すなわち、酸化物材料といっても、構造材料、誘電体材料、磁性体材料、イオン伝導体材料などいろいろあるため、ある特定の材料系に絞ると、それほど大容量のデータベースが存在しないためである。

しかしながら、自動車材料の多くは、無機・金属材料系であり、我々にとって、この分野での新規材料探索は極めて重要である。そこで、上記の課題に対する対策として、以下のことを行う必要がある。すなわち、

- ① 献などの世の中のデータベースから、必要な情報を取り出す。これには、データアナリティクス技術と材料に精通した研究者の目利きが必要である。
- ② 第一原理計算などで、実験されていない材料系に関するデータベースを構築する。
- ③ 研究者自身で実験により、必要かつ良質なデータベースを直接構築する。一番手間がかかるが、条件などが明確であるため、一番信頼でき、かつ活用しやすい。

今回は、この③でデータベースを構築するために、ハイスループット (HT) 測定法、特に、放射光施設を利用した X 線回折 (XRD 結晶相の同定、結晶構造の解析) を検討した。放射光施設の強力 X 線源を利用すれば、ラボ設備に比べてはるかに高速に測定評価が行える。本報告では、あいち SR の BL8S1 を利用して、HT 合成により作成した材料ライブラリの HT-XRD 測定を行い、その特徴や課題を明らかにしたので報告する。

2. 実験内容

試料は、インクジェット法もしくは MOD 剤 (高純度化学製酸化物薄膜作製用の溶液) の滴下法でアルミナ基板上に成膜した酸化物材料ライブラリである。図 1 に代表として、インクジェット法により成膜した試料ライブラリの例を示す。基板の大きさは $\square 30 \times 30 \text{ mm}$ とした。インクジェット法の場合、各試料は $\phi 2 \text{ mm}$ のドット状で、ドット間の隙間は 1 mm 、1 枚の基板上に 9 行 $\times$ 9 列の合計 81 点の試料が成膜してある。

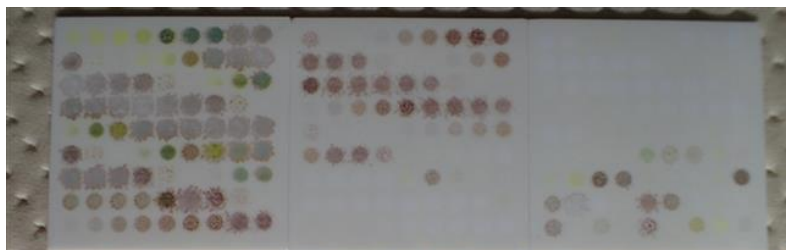


図 1 インクジェット法により成膜した材料ライブラリの例 (基板: アルミナ、 $\square 30 \times 30 \text{ mm}$ 、試料: $\phi 2 \text{ mm}$ のドット状、各基板ごとに 9 行 $\times$ 9 列の 81 点)

この試料を、BL8S1にて、XRD 測定した。測定に利用した X 線の波長は、 $0.87\text{\AA}$ とした。試料をサンプル台の上に載せて、このサンプル台が X-Y ステージ上にセットされているため、X-Y ステージの動きと XRD 測定を制御することにより、高速測定が可能となっている。このビームラインでは、これらの装置が標準設定となっており、治具セットやサンプルセットに余分な時間が不要なため、ビームタイムを有効に活用した高速 XRD 測定が可能である。測定した範囲は、Cu $K\alpha$ で 20° から 60° の範囲と同等になるように、 $12\sim 40^\circ$ とした。この場合、PILATUS を 1 か所固定では全角度範囲を測定できない。そのため、PILATUS を 3 回に分けて同心円状に移動させて測定することになる。今回は、1 回あたり 10sec で測定した。

3. 結果および考察

測定した XRD パターンのひとつを図 2 に示す。ここでは、分かりやすくするために、 $2\theta : 16\sim 30^\circ$ の範囲を示している。ラボレベル以上の S/N 比の XRD 図形を測定するためには、今回の測定範囲の場合、サンプルや PILATUS の移動も含めて、平均で 1 点あたり約 80 秒かかることが分かった。その結果、81 点/基板のライブラリの場合、実測定時間は、約 2 時間であり、解析に十分な質を有する XRD 図形をラボ機より 10 倍以上高速で測定可能であることが分かった。

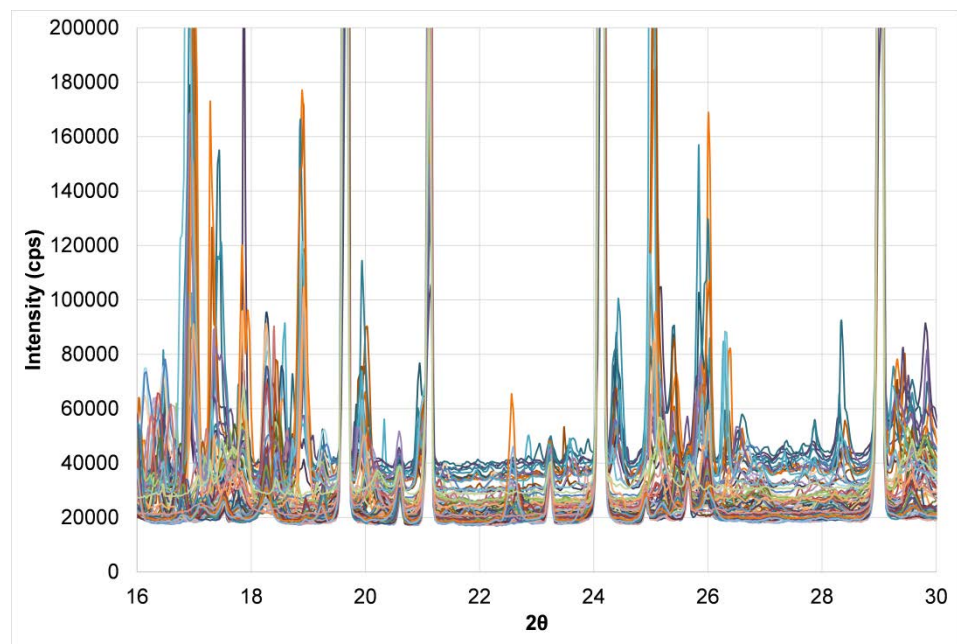


図 2 高速 XRD の測定結果の一例（測定 X 線： $0.87\text{\AA}$ ）

薄膜試料（ $9\times 9=81$ 点）とアルミナ基板のピークが観察される。すべての試料で重なっているピークがアルミナ基板となる。

4. 今後の課題

得られた多量の XRD パターンをどのように解析するかが課題である。解析に時間がかかってしまえば、HT 測定した利点がなくなってしまう。本研究の目的では、測定・解析ともに高速で行う必要があり、現在、従来より高速に XRD データの解析を行える方法を検討中である。