



【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物機能材の探索

藤本 憲次郎
東京理科大学理工学部

キーワード：XAFS・ハイスループット・インフォマティクス

1. 背景と研究目的

知の拠点あいち重点研究プロジェクト「地域先端計測基盤と AI の統合による機能材料探索の新展開」に貢献するハイスループット材料合成装置（コンビナトリアル合成装置）により得られる膨大な粉体試料群の効率的な放射光実験データ収集のため、これまでに試料準備に要する時間の短縮と試料群の連続測定を可能にする治具を提案 (Fig.1) し、粉体試料をポリイミドテープによって貼り合わせた試料の XRD パターンおよび XAFS スペクトルの測定データを示してきた^[1]。Fig.2 の XAFS スペクトルは従前の BN 粉体との混合後にペレット化させた試料を測定したスペクトル（赤色）とポリイミドへ粉体を貼り付けて Fig.1 の治具により測定したスペクトル（青色）を重ね合わせたものである^[1]。

この結果は開発治具による結果は従前の結果と概ね遜色ないものであり、これまでのように各試料ごとにペレット化する作業が不要となることから、全体の作業量の低減に貢献できるとともに、測定ハッチ外からの遠隔連続測定制御が可能になり、XAFS データの効率的な取得に貢献できると考えている。一方で、ポリイミドテープへの試料貼り付けのハンドリングのさらなる改善・簡便を図るため、今回は貼り合わせるテープ素材を変えた場合の測定結果について、同組成粉体の結果 (上記参考文献[1]の一部) と比較することとした。

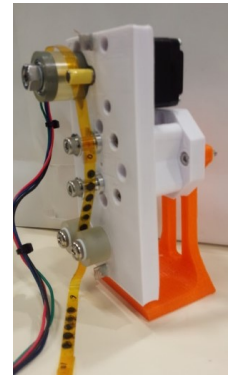


Fig.1 開発治具写真^[1]

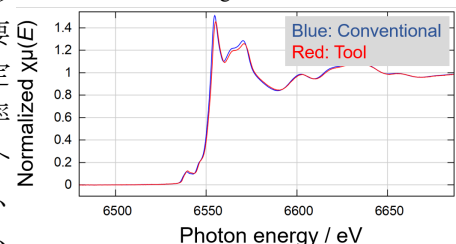


Fig.2 CaMnO_3 粉体の XAFS スペクトル
青：従前の BN 希釈ペレットによる測定結果
赤：Fig.1 に示す試料形態での測定結果

2. 実験内容

測定試料には参考文献[1]で用いたペロブスカイト型 CaMnO_3 粉体^[1]を用いた。当該粉体試料をポリイミドテープに貼り付け、本来であればもう一枚のポリイミドテープによって貼り合わせる場所、取り扱い安いと感じられた「スコッチ® あとではがせるテープ（特殊ポリプロピレンフィルム マットフィニッシュ(つや消し加工)・粘着剤:特殊アクリル系粘着剤、テープ厚:0.058mm) に置き換えることとした。すなわち、「ポリイミド」-「粉体試料」-「特殊ポリプロピレンフィルム」の 3 層構成としたものを透過法、クイックスキャンにより測定した。

3. 結果および考察

Fig.3 の赤色スペクトルは Fig.2 の赤色スペクトルと同データ、すなわちポリイミドテープ 2 枚で粉体を貼り合わせた場合の XAFS スペクトルである。一方、青色スペクトルは「ポリイミド」-「粉体試料」-「特殊ポリプロピレンフィルム」の 3 層構成のものを XAFS 測定したものである。EXAFS 領域では波打ったスペクトル形状となり、テープ素材あるいは粉体貼り付け法によっては当該領域での解析を困難にしてしまうことが示された。

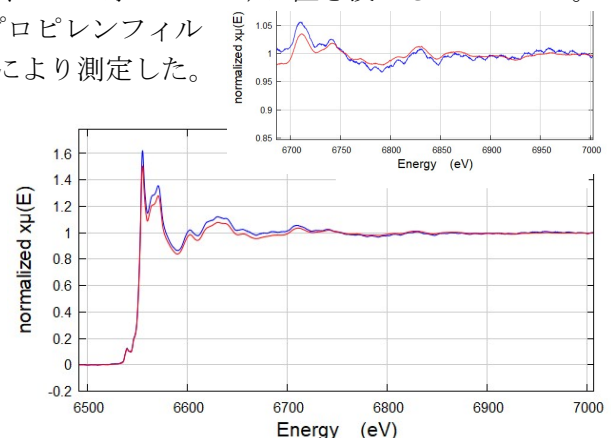


Fig.3 CaMnO_3 粉体の XAFS スペクトル
赤：Fig.1 に示す試料形態での測定結果
青：Fig.1 での片方テープ素材に「特殊ポリプロピレンフィルム」を用いた場合の結果

参考文献

1. *ACS Combinatorial Science* **22**(12) (2020) 734-737.