



## 【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・相見晃久  
東京理科大学

キーワード：ハイスループット研究，粉末

### 1. 背景と研究目的

ハイスループット研究が求められるなか、放射光計測の高速化治具<sup>[1]</sup>の試作により、粉体のキャピラリーチューブ充填作業に要していた時間を、効率的に別の研究へのシフトできる状況に一步近づけることができた。さらに、得られた回折データのリートベルトパターンフィッティング解析の自動化プログラム<sup>[2]</sup>の開発と組み合わせることで、例えば1シフト（4時間）で80試料弱の回折強度を回収し、それらの構造精密化・結晶学データ回収を翌日までに完了させる実現性も見えてきた。

本課題では、この一連のハイスループット計測および解析技術の高度化と信頼性の向上を図るため、従前のキャピラリー充填により得られる回折強度を用いた構造精密化結果と比較し、高速化治具における改善点を探ることとした。

### 2. 実験内容

評価試料には、NIST標準試料である $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粉末を用いた。

### 3. 結果および考察

Fig.1は $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粉末の二次元回折イメージ（検出器（PIRATUS 100K））である。またFig.2は比較として異なる粉体試料ではあるが同検出器による二次元回折イメージ<sup>[1]</sup>である。既報は溶液プロセスのひとつである静電噴霧堆積法により得られた前駆体粉末を900°Cで熱処理したもので、メノウ乳鉢により、じゅうぶんに粉砕した粉体をテープへ付着させたものであり、治具に揺動操作を加えない場合には単結晶における回折データのようなスポットが見られる。一方、今回の $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粉末は粉砕をしなくとも明瞭なデバイシェラー環が観察された。開発治具を用いる測定では、試料の微細化の程度とその均質性が測定精度の向上のために求められる。また、キャピラリーによる測定と異なり、カセットテープ状の治具ではX線透過部のテープの張り具合によって低角側へ0.01~0.02°程度の回折位置のずれが散見された。「測定位置のテープの張り」と「X線透過位置をキャピラリーの中心と一致させる（Working Distanceの厳密な位置合わせ）」により、再現性と構造精密化に耐えうる回折データの回収に繋がり、治具の改良を目指す。

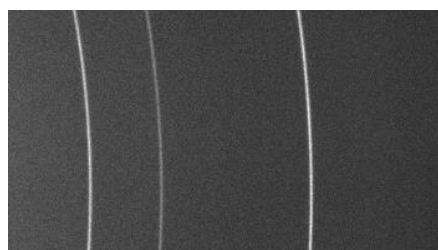


Fig.1  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末の二次元回折イメージ

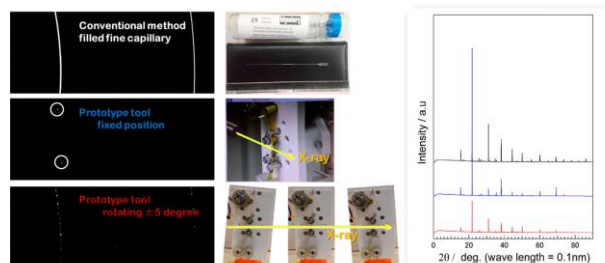


Fig.2 既報( $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$ )の二次元回折イメージおよび測定イメージとそれぞれの回折パターン

### 参考文献

1. K. Fujimoto, A. Aimi, S. Maruyama, *ACS Combinatorial Science* **22**(12) (2020) 734-737.
2. A. Aimi, K. Fujimoto, *ACS Combinatorial Science* **22**(1) (2020) 35-41.