



ハイスループット放射光X線計測治具開発

藤本 憲次郎¹, 相見 晃久¹, 丸山 伸伍²

1 東京理科大学 2 東北大学

キーワード：ハイスループット実験・XAFS

1. 背景と研究目的

同課題名である実験番号 202204028 では、X 線回折測定のための効率的な準備（キャピラリーチューブへの充填作業の削除）と一測定当たりの時間短縮（キャピラリーのセンタリング操作時間の削除）を目的として試作した治具で得られた回折強度データからの構造精密化が、従前の手法で得られる結果と同等なものにするべく、試作治具および BL5S2 での測定方法の改良に関する検討を実施した。

当該試作治具は結果的に試料形態を維持したまま（ポリイミドテープに粉体を付着させた状態）での透過法 XAFS の測定も可能で、こちらも従前の窒化ホウ素粉末による混合希釈・ペレット化の作業無しにスペクトル測定が可能であった。本実験では、試作治具の改良により粉体試料を付着させたポリイミドテープの張りを維持した（たるみの無い）状態での測定を可能にしたことから、テープ付着粉体の均質性などについて確認した。

2. 実験内容

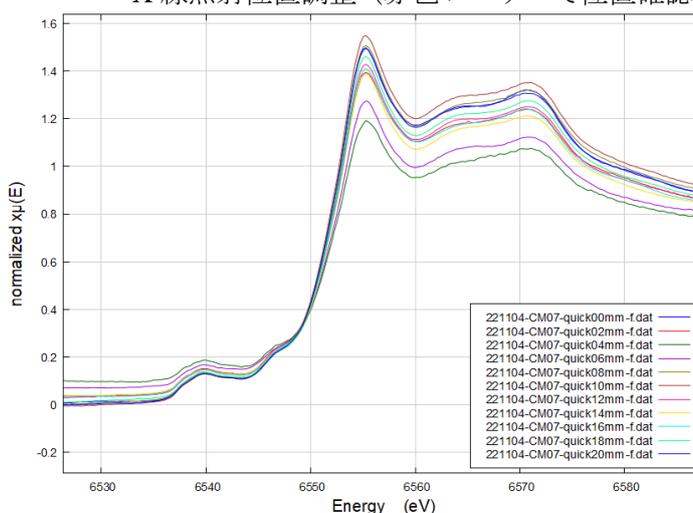
測定した試料は既報と同試料であるペロブスカイト型 $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$ とした。あえて試料作製時に粉碎処理して以降、再粉碎を行っていないものを用いた。Fig.1 にはポリイミドテープに黒い丸が複数個所見てとれる。この黒い箇所が $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$ 粉体である。 x 値 (Bi 置換量) の変化による XAFS 測定の他に黒丸のなかで 0.2 mm 毎に X 線照射位置をずらして Quick scan による XAFS 測定を実施した。



Fig.1 ポリイミドテープに付着させた粉体に対する X 線照射位置調整（赤色レーザーで位置確認）

3. 結果および考察

Fig.2 のスペクトル群は $\text{Ca}_{0.93}\text{Bi}_{0.07}\text{MnO}_3$ 粉体試料をビーム径 0.5 x 0.5 mm² において 0.2 mm 毎に測定位置をずらして測定した結果である。高橋の指摘³⁾にもあるように透過法では試料の均質性が重要である。同型置換体における特定元素の価数変化挙動をハイスループットおよびインフォマティクス研究に繋げる場合に、より均質に粉体試料をテープに付着させるための要素技術が必要である。



参考文献

- 1) K. Fujimoto et al., *ACS Comb. Sci.*, **22**, 734-737 (2020)
- 2) https://support.spring8.or.jp/BL/bl14b2/xafs/manual/Pellet_preparation_161201.pdf (2022.12.29)
- 3) 高橋 嘉夫, 岩石鉱物科学 **45**, 93-98 (2016)