



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・XRD

1. 背景と研究目的

インフォマティクス研究の実施例が増えるなか、ハイスループット実験を経て得たデータを用いたデータ駆動型研究の必要性もみられるようになった。放射光における粉末X線回折測定効率化では、約15年前にLeeとWangらによるサンプルチェンジャーと12個の検出器を組み合わせた実験^{1,2)}やParkerらによる高強度X線ビーム、マルチアナライザー検出器による高速データ取得プロセスの提案をしている³⁾。また薄膜X線回折においても、2014年にGregoireらによって薄膜XRDパターンとXRFデータを同時に収集する技術開発が報告された⁴⁾。最近、我々は放射光粉末XRDにおける試料準備および測定効率化を目指し、コンパクトカセット様の機構を採用した測定ツールを3Dプリンターにより試作⁵⁾し、BL5S2の測定系にセットして測定試験を積み重ねてきた。試作治具初号機では回折パターンの強度比を従前のキャピラリーを用いた結果と同等するために、X線通過（試料）位置を中心に治具自体を揺動（±5°程度の回転）が必要であることを見出したが、本課題では回折データを用いたリートベルトパターンフィッティング⁶⁾による構造精密化データの信頼性向上にむけた工夫を検討した。

2. 実験内容

Fig.1は治具の初号機の構造（左）と改良点（右）の概念図である。従前、キャピラリーへ充填していた粉体は接着剤付きポリイミドテープに貼り付け、もう一枚のポリイミドテープで重ね合わせている。試作治具初号機ではテープ巻取りのためのリール（順方向のみ）とテープのヨレを防ぎ張りを維持するためのウレタンローラーを機構として採用し、前述のように治具を揺動させることで回折強度データを回収していたが構造精密化を実施すると従前の手法による結果を差異があらゆるパラメータで生じていた。今回、強い張りを維持しつつコンパクトカセットの機構と同じく、張りを順方向と逆方向へのテープの移動を可能にした。さらに、本実験では測定開始位置による測定結果の差異についても検討した。Fig.2右はこれまでの測定方法で、X線通過方向に対して試料付着テープは垂直の位置から左右へ揺動させていたが、広角側の回折強度を有効活用することを目的としてFig.2左のように正中より傾けた位置を開始位置として揺動させるようにした。

3. 結果および考察

既報⁵⁾で用いた粉体試料はを測定に用い、構造精密化にはリートベルト解析自動化プログラム⁷⁾を用いた。20種弱におよぶ分率座標等のデータの一部の例に過ぎないが、信頼度因子は従前の方法により得られる値（Rwpが10前後から4以下へ）に、そして格子定数や分率座標も揺動開始位置を正中位置から傾けることにより改善がみられた。

参考文献 1) P.L. Lee et al., *J. Synchrotron Radiat.*, **15**, 427-432 (2008)., 2) J. Wang et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **79**, 085105 (2008)., 3) J.E. Parker et al., *J. Appl. Crystallogr.*, **44**, 102-110 (2011)., 4) J.M. Gregoire et al., *J. Synchrotron Radiat.*, **21**, 1262-1268 (2014)., 5) K. Fujimoto et al., *ACS Comb. Sci.*, **22**, 734-737 (2020)., 6) F. Izumi and K. Momma: *Solid State Phenom.*, **130**, 15-20 (2007)., 7) A. Aimi and K. Fujimoto, *ACS Comb. Sci.*, **22**, 35-41 (2020).

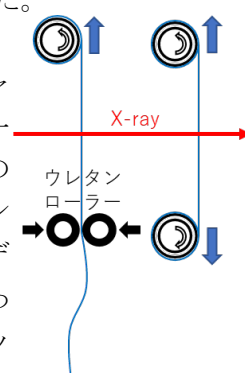


Fig.1 治具の試料送り込み機構の新旧比較図

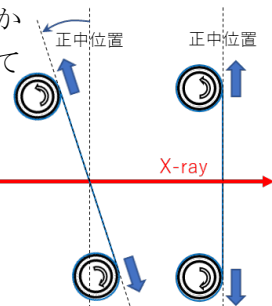


Fig.2 新規治具における揺動の検討イメージ