



ハイスループット放射光X線計測治具開発（2）

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

実験番号 202204028 に続き、放射光における計測インフォマティクス治具の開発に向けたハードおよび測定方法の改良を重ねている。キャピラリーチューブへの充填に代わる方法として提案している、コンパクトカセット様の機構を採用した測定治具¹⁾を BL5S2 の測定系にセットし、従前の方法による解析結果に近づくための測定条件の検討を進めた。前回（実験番号 202204028）は、カセットテープ様の機構においてテープ巻取りモーターを 2 か所に増設し、正方向／逆方向への制御を可能にし、テープのたわみを極力なくすることで回折ピーク位置のずれを減らすとともに、治具の揺動範囲を調整することによって信頼度因子は従前の方法により得られる値に近づけることができた。

2. 実験内容

従来のキャピラリーチューブは 0.2～0.5 mm 径であり、例えば 0.2 mm 径のリンデンマンチューブの場合、素材の厚み（0.01mm）を考慮すると入射 X 線が通過する厚みは 0.18 mm となる。一方、当該治具はポリイミドテープに粉碎試料を転写し、もう一枚のポリイミドテープで重ね合わせる仕組みであるが、その時のテープ厚みを差し引いた試料厚みは約 0.005 mm である。これは X 線回折に寄与する粉体粒子数が従来より顕著に少ないことを意味し、これまでは X 線通過位置を中心に治具を揺動させることで回折強度比をカバーしてきたことになる。

前回の改良に加えて今回は、「① ポリイミドテープに粉碎試料を転写し、もう一枚のポリイミドテープで重ね合わせる」と、「② 2 枚のポリイミドテープにそれぞれ粉碎試料を転写し、それらを貼り合わせる」すなわち回折に寄与する粒子数をおおよそ倍にしたときの回折データの変化を追った。

3. 結果および考察

評価試料には静電噴霧堆積法により作製された $\text{Ca}_{0.9}\text{Bi}_{0.1}\text{MnO}_3$ 粉末（900℃焼成）を用いた。

図 1 は従来のキャピラリーチューブによる測定結果であり、比較として載せた（測定波長は 1 Å）。図 2 は上から「②を揺動させながら 10 分間測定（赤）」、「②を揺動させながら 2 分間測定（青）」、そして「①を揺動させながら 2 分間測定（緑）」したものである（測定波長は 0.67 Å）。

試料厚みが倍となることによって、デバイシェラー環に見られるスポットが改善されたようにも見えるが、S/N 比やピーク形状に大きな改善が見られず、新たな測定方法を提案する必要性が生じた。

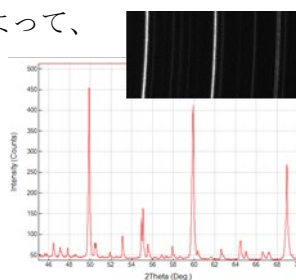


図 1. キャピラリーチューブに充填した $\text{Ca}_{0.9}\text{Bi}_{0.1}\text{MnO}_3$ の粉末 XRD パターン

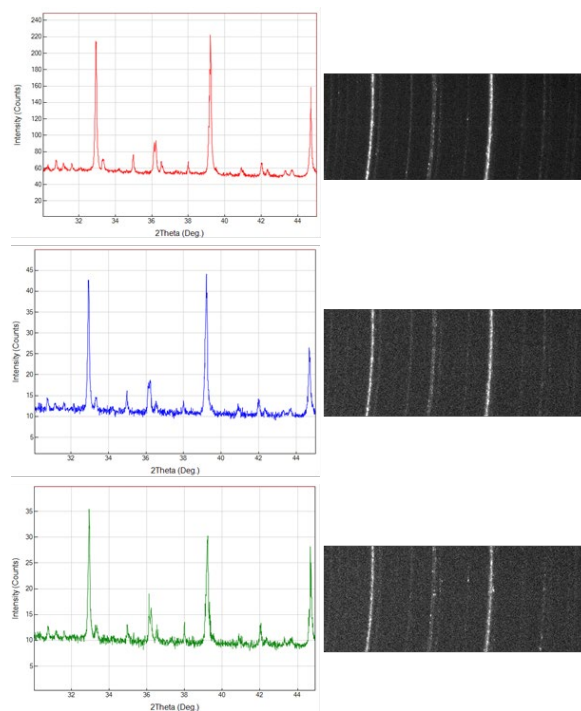


図 2. ポリイミドテープへの貼り合わせ方と測定時間を変化させた $\text{Ca}_{0.9}\text{Bi}_{0.1}\text{MnO}_3$ の粉末 XRD パターン

参考文献 1) K. Fujimoto et al., *ACS Comb. Sci.*, **22**, 734-737 (2020).