



ハイスループット放射光X線計測治具開発（3）

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、202206034 に続き、放射光における計測インフォー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。前回の報告書（実験番号 202206034）で示したように、我々の開発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⁾における試料厚み 0.005 mm 程度であり、従来のリンデンマンチューブ（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）と比較すると X 線回折に寄与する粉体粒子数が極めて少なく、それが二次元検出器で見られるデバイシェラー環の差に表れる。前回は 0.005 mm から 0.01mm 程度へ試料厚みを増やしたときの回折データを比較したが S/N 比やピーク形状に大きな改善が見られなかった。本実験では①今までの治具の揺動（X 線通過位置を中心に±10° の揺動）に加え、②測定中に試料位置を微小移動させる方法を採用し、③従来のキャピラリーチューブによる測定、そして④治具を揺動させない測定に対する、それぞれの構造精密化により得られる格子定数や分率座標の結果を比較した。

2. 結果および考察

構造精密化には相見らが開発した自動リートベルト解析プログラム²⁾により実施した。評価試料には静電噴霧堆積法により作製された CaMnO₃ 粉末（900℃焼成）を用いた。Table 1 は測定方法に対する格子定数および Ca の分率座標を一例として示した。「治具固定」の場合よりも「治具揺動」の方が、「治具揺動」よりも「治具揺動と測定位置の移動」の方が格子定数も分率座標も従前の測定結果に近づくことが確認できた。

Table 1. Differences between lattice constants and fractional coordinates according to measurement (CaMnO₃ prepared using the electrostatic spray deposition method was used for evaluation. (heat-treated at 900C))

Measurement method	lattice constant (S.G. Pnma)			fraction coordinate of Ca		
	a/nm	b/nm	c/nm	x	y	z
Conventional method filled in capillary tube	0.528310(2)	0.745843(3)	0.526902(2)	0.46742(8)	1/4	0.0060(2)
Rotating the fixture Moving the meas. position	0.527457(7)	0.744659(3)	0.526060(7)	0.4675(2)	1/4	0.0067(6)
Rotating the fixture	0.527425(7)	0.74464(1)	0.526058(7)	0.4676(2)	1/4	0.0059(7)
Not moving the fixture	0.52708(2)	0.74436(3)	0.52591(2)	0.4679(5)	1/4	0.010(1)

参考文献

- 1) K. Fujimoto et al., *ACS Comb. Sci.*, **22**, 734 (2020).
- 2) A. Aimi et al., *ACS Comb.Sci.*, **22**, 35 (2020).