



ハイスループット放射光X線計測治具開発（4）

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、202301007 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ハードリおよび測定方法の改良を重ねた。前回（実験番号 202301007）は、0.2 mm 径のキャピラリーチューブの場合素材の厚み（0.01mm）と比較して 10 分の 1 程度（従前の 2 倍）となる試料厚みに対し、治具の揺動の有無、そして測定中に試料位置を微小移動させながら回折測定し、従前のキャピラリーチューブによる結果と比較してきた。評価試料には静電噴霧堆積法により作製された CaMnO_3 粉末（900°C 焼成）を用い、相見らが開発した RIETAN-FP²⁾をベースとした自動リートベルト解析プログラム³⁾により構造精密化を実施したところ「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。

今回、試料が付着したテープの「たわみ」による試料位置から検出器までの Working distance (WD) のブレを抑制するために治具を大幅に改良し、図のように上下のステッピングモーターによりテープに強い張りを持たせることで、「治具揺動」の有無、そして「治具揺動させながらの測定位置の微小移動」の有無による構造精密化の影響を調査した。

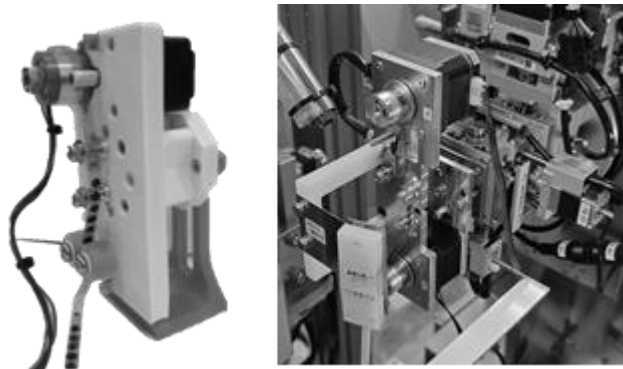


図 放射光測定治具（左：3D プリント試作，右：改良版）

2. 結果および考察

図右のように機械的に 2 方向よりテープを強く張らせることで、「治具揺動」の有無、そして「治具揺動させながらの測定位置の微小移動」の有無といったそれぞれの方法において格子定数や分率座標に大きな差異が生じなくなったことが確認できた。今後、改良版治具を活用し、実試料測定前に Si などの NIST 標準試料をキャピラリーチューブと（本手法による）テープで測定して比較することで治具測定における正しい WD を調整し、本測定をすることで従来法に近い解析結果に繋がる回折データの回収が期待できる状況となった。

表 1 改良版測定治具による CaMnO_3 粉末（静電噴霧堆積法、大気中 900°C 熱処理）の放射光 X 線回折測定により得られた回折強度からリートベルト解析を実施して得られた格子定数および分率座標

| | Rwp | RB | RF | a/A | b/A | c/A | x(Ca) | z(Ca) | x(O1) | y(O1) | z(O1) | x(O2) | z(O2) |
|---------------|-------|-------|-------|------------|------------|------------|------------|-----------|-----------|------------|-----------|-----------|-----------|
| キャピラリーチューブ | 3.522 | 2.352 | 1.608 | 5.28310(2) | 7.45843(2) | 5.26902(2) | 0.46741(8) | 0.0060(2) | 0.2137(2) | 0.0323(2) | 0.2875(2) | 0.5103(2) | 0.5671(4) |
| 改良版治具_固定 | 6.583 | 3.48 | 1.614 | 5.28149(9) | 7.4561(1) | 5.26668(9) | 0.4652(2) | 0.0077(5) | 0.2134(8) | 0.0316(8) | 0.2897(9) | 0.5111(9) | 0.566(2) |
| 改良版治具_固定&微小移動 | 5.824 | 3.378 | 1.811 | 5.28050(9) | 7.4555(1) | 5.26652(8) | 0.4661(2) | 0.0082(5) | 0.2136(7) | 0.03190(7) | 0.2892(8) | 0.5115(8) | 0.567(1) |

参考文献

- 1) K. Fujimoto et al., *ACS Comb. Sci.*, **22**, 734 (2020).
- 2) F. Izumi and K. Momma, *Solid State Phenom.* **130** 15–20 (2007).
- 3) A. Aimi et al., *ACS Comb.Sci.*, **22**, 35 (2020).