



ハイスループット放射光X線計測治具開発（6）

藤本 憲次郎
東京理科大学

キーワード：ハイスループット実験・XAFS

1. 背景と研究目的

放射光 XRD・XAFS 測定における測定準備および測定の効率化に繋がる治具開発を進め、XRD では構造精密化結果が従前の方法（試料準備から測定および解析まで）による測定結果に近づくべく、治具および測定法の調整を進めてきた。前述の報告では開発治具により XAFS 測定が可能であることを示してきたが、EXAFS 領域で再現性がみられないことがある。

従前の方法では SPring-8 産業総合支援室に記載²⁾されている「XAFS 試料調製ガイドプログラム」を活用して測定試料を BN 粉体により均質混合により希釈し、ペレット化したものを測定する。そして、XAFS の通常ビームサイズは BL5S1 で 0.50 mm^w×0.50 mm^h（約 250 ピクセル）、BL11S2 では 0.40 mm^w×0.30 mm^h（約 136 ピクセル）となっており、実測では狭小範囲での測定となっている。

開発治具による測定の場合、測定治具となるテープに付着させた試料の厚みは数～数十 μm であり X 線透過後に得られる情報にバラつきがある可能性があり、従前のペレットのような試料厚み（1 mm 程度）ではないことから、測定法の検討が必要であった。そこで今回は BL11S2 の 2D XAFS 測定を試みた。測定後の解析には「2dXafsView」³⁾を用いた。

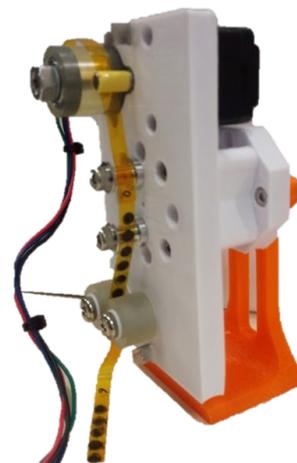


図 1 開発した測定治具

2. 結果および考察

図 2 は 2dXafsView による測定対象粉体のイメージである。スリットの間隙に斑な黒色像をみることができる。これらは本実験課題名で使用している Ca_{1-x}Bi_xMnO₃ 粉末で、左から x=0, 0.01, 0.02 であり、各試料の横方向の幅は概ね 4~5 mm である。前項で指摘したように、本来の BL5S1 および BL11S2 のビームサイズでは、測定位置によって試料厚みが異なる。図 3 の点線で示した XAFS スペクトルは異なる 2 か所の X 線透過位置で得られる結果であり、EXAFS 領域でノイズやバラつきが見られる。

そこで 2D XAFS 解析により、通常より約 100 倍広い範囲での XAFS スペクトル（図 3 実線部）を回収することで S/N 比の少ない情報を得ることができた。

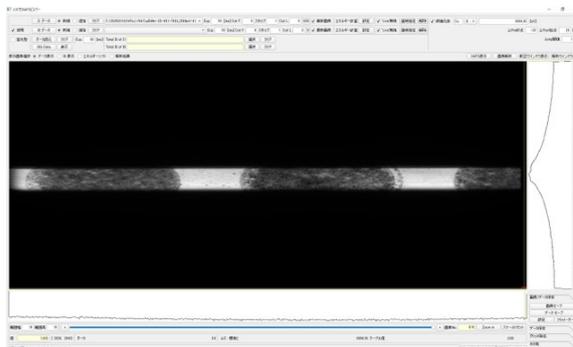


図 2 2dXafsView による測定試料イメージ

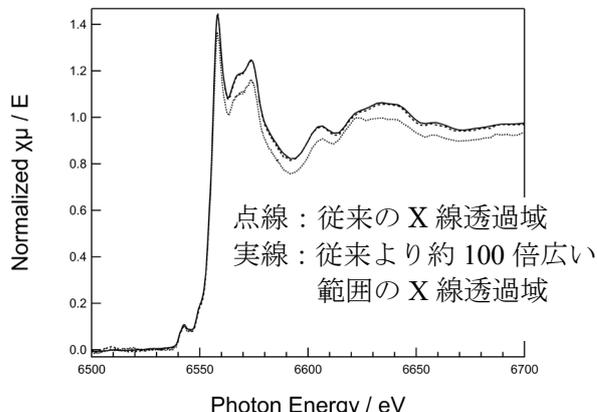


図 3 測定位置・領域による XAFS スペクトルの違い

参考文献

- 1) K. Fujimoto et al., *ACS Comb. Sci.*, **22**, 734 (2020).
- 2) <https://support.spring8.or.jp/BL/bl14b2/index.html> (2025.5.14 参照)
- 3) <https://titan.nusr.nagoya-u.ac.jp/Tabuchi/BL5S1/doku.php/tabuchi/2dxfaview> (2025.5.14 参照)