



## ハイスループット放射光X線計測治具開発（5）

藤本 憲次郎<sup>1</sup>, 丸山 伸伍<sup>2</sup>  
 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

これまでに放射光における計測インフォマティクス治具のハードウェアおよび測定方法の改良を重ねた。前々回（実験番号 202301007）は、0.2 mm 径のキャピラリーチューブにおける試料厚み（0.18mm）よりは薄い、ポリイミドテープに付着させる試料厚みを増し、測定方法を試料位置の揺動に加えて試料範囲内で微小移動させながら測定を実施することで更なる回折強度比の改善が確認できた。そして前回（実験番号 202303040）、3D プリンタにより作製した治具を金属製に変更し、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) の試料毎のブレを抑制するために治具構成を大幅に改良したところ、さらに格子定数と分率座標の繰り返し再現性が改善された。

本実験では先ず  $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$  粉末（仕込条件： $0 \leq x \leq 0.1$ ）の 11 試料において改良治具による測定と RIETAN-FP<sup>2)</sup>をベースにした AutoRietveld<sup>3)</sup>による格子定数算出結果をキャピラリーチューブによる従前の測定結果と比較した。さらに NIST 標準 Si 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 WD のズレを確認し、次回の実験につながるデータを回収することを目的とした。

### 2. 結果および考察

図 1 は  $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$  粉末（仕込条件： $0 \leq x \leq 0.1$ 、図における横軸は組成成分結果を反映）の格子定数を示す。各軸とも本研究で開発している治具による測定は従前のものより格子定数が小さく算出されている。これは治具の粉体試料位置と検出器の距離（すなわち WD）がキャピラリーチューブの位置より離れていることを示している。これを確認するため、NIST 標準 Si 試料のキャピラリーチューブおよび開発治具による XRD 測定および格子定数算出を行ったところ、前者では 5.43111(2) Åであったのに対し、後者となる開発治具では 5.42920(4) Åと求められた。このズレ幅（変化量）は  $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$  粉末の結果とおおよそ同じであったことから WD のズレが解析結果の相違の主要因であることが結論付けられ、この補正方法が今後の課題となった。

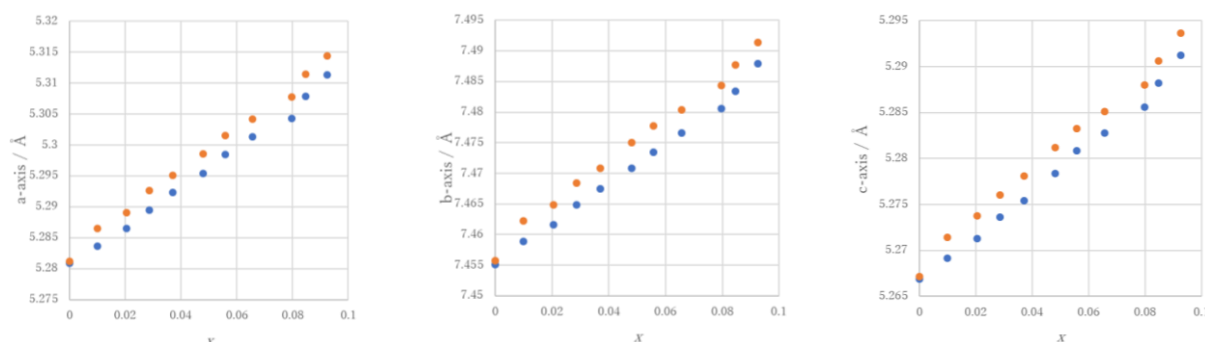


図 1  $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$  粉末（仕込条件： $0 \leq x \leq 0.1$ 、図における横軸は組成成分結果を反映）の格子定数  
 橙：キャピラリーチューブ充填による従前の測定結果から計算  
 青：本研究で開発している治具による測定結果から計算

### 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).