



ハイスループット放射光X線計測治具開発（7）

藤本 憲次郎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

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、加えて 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、治具の改良と測定時における調整法を検討してきた。

前回（実験番号 202305072）は、図 1 に示すように、試料粉末が充填されるキャピラリーチューブの内径（外形 0.2mm の場合は 0.18mm）と開発治具における試料厚み（0.005~0.015mm）が、「Working Distance（WD）の差」すなわち「回折位置のズレ（0.02~0.04° 程度）」に寄与することがわかった。本実験で用いる試料は前回までと変わらず $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$ 粉末（仕込条件： $0 \leq x \leq 0.1$ ）の 11 試料とし、測定前に NIST 標準 Si 試料をキャピラリーチューブと開発治具の両方で測定して比較することで両者との間での WD のズレを確認し、回折強度データの回折角を WD 差分に相当する分だけ加減算方法を実施した。回折強度を用いた格子定数計算には RIETAN-FP²⁾をベースにした AutoRietveld³⁾プログラムを用いた。

2. 結果および考察

図 2 は治具本体および測定方法の改良版により測定した $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$ 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。黒色は従前のキャピラリーチューブによる回折強度データより計算された格子定数である。赤色は治具開発当初の結果である、Mn サイトへの Bi 置換に伴う格子定数の変化はみられるもののベガード則に則ったものというには問題があった。これは前述の WD の問題に加え、試料が接着しているポリイミドテープの張りが一定ではなく、試料毎に「たわみ」が生じ、しかもその度合いが異なっていたことが要因であった。そこで 3D プリンタで作製した樹脂製の治具から主要部を金属製に代えるとともに、試料部となるテープの送り（戻し）における張りを一定のものにするため、「送り出し」と「巻取り」の 2 か所にそれぞれステップモータを配置した。

X 線の照射域は 0.35×0.5 mm であることから、均質な配向性をもつ回折強度データを回収するために測定位置を数秒ごとに変化させつつ、これまでと同じく治具を揺動させた。図 2 の緑色の結果はこの方法により得られた結果であり、Bi 置換に対する格子定数の変化に直線性がみられるようになった。そして、青色は NIST 標準 Si 試料をキャピラリーチューブと開発治具の両方で測定して回折ピーク位置のズレを実試料データにおいて反映させたものである。これにより格子定数の変化挙動が概ねキャピラリーチューブによる測定結果を再現できるようになった。

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).

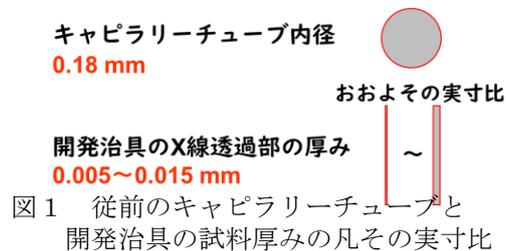


図 1 従前のキャピラリーチューブと開発治具の試料厚みの凡その実寸比

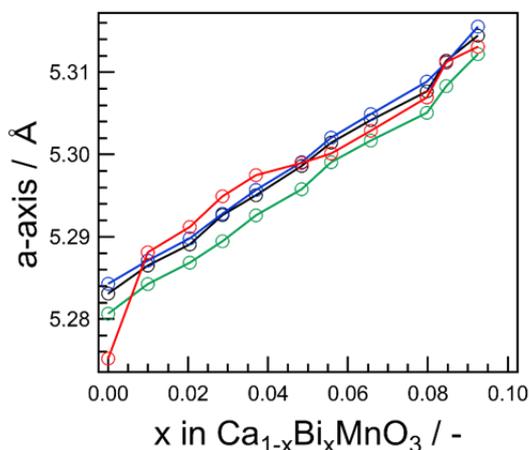


図 2 治具本体および測定方法の改良版により測定した $\text{Ca}_{1-x}\text{Bi}_x\text{MnO}_3$ 粉末の格子定数