

粉体合成・評価・解析のハイスループット化

High-throughput powder synthesis, evaluation and analysis

東理大理工¹, 東北大院工² ○藤本 憲次郎¹, 相見 晃久¹, 丸山 伸伍²

Tokyo Univ. Science¹, Tohoku Univ.², °Kenjiro Fujimoto¹, Akihisa Aimi¹, Shingo Maruyama²

E-mail: fujimoto_kenjiro@rs.tus.ac.jp

【緒言】 ハイスループット実験として、材料合成そして相同定のための高速 X 線回折装置の開発に始まり、物性評価、データ可視化技術の発展が進んできた。近年になり多くのデータベースや計算結果をもとに帰納的に機能材料予測するマテリアルズインフォマティクスが広がりを見せている。「実験からデータ構築する側」と「データサイエンスを進める側」では、材料予測に用いるデータ数に大差が生じ、MI 実施には前者が不利となる。しかし、前者は合成した材料に対する基礎的データ（結晶学データや物性）を系統立てて所持しており、データ構築スピードの高速化により独自のビッグデータを構築することも、データ補間の役割も担えるかもしれない。我々は、当該分野において律速であった、ハイスループット合成から得られる粉体試料群に対する XRD および XAFS 測定、構造精密化、さらに結晶学データの抽出までを効率的に進めるプロセスを開発してきた。

【結果および考察】 Figure 1 は、あいちシンクロトロン光センターBL5S2 において実際に用いた粉体試料測定用の開発治具および治具への粉体試料群の装着イメージである。粉碎された粉体を均等に配置し、その上にポリイミドなどのテープに付着させる。テープへ転写された粉体群を一行に配列し、測定→次試料へ移動→測定を繰り返した。¹⁾ Figure 2 は、既存のキャピラリーおよび開発治具による同一試料の二次元半導体検出器による回折イメージである。既存の方法ではデバイシェラー環が観察されたのに対し、テープに粉体試料が微量固定されている状況ではスポットとしてみられ、回折パターンの強度比は既存の方法と比べると不一致であった。そこで治具全体を±10° 内で揺動させたところ、Figure 2 Bottom に見られるようにスポットが増え、回折パターンも既存の方法による強度比をほぼ同じ結果となり、Rietveld 解析プログラムにより結晶学データを収集できることを確認できた。²⁾ また、当該治具は BL5S1 における XAFS 測定においても BN との混合でペレット化させる場合とほぼ同等の結果が得られることも分かった。



Figure 1. Prototype XRD measurement tool in synchrotron facility

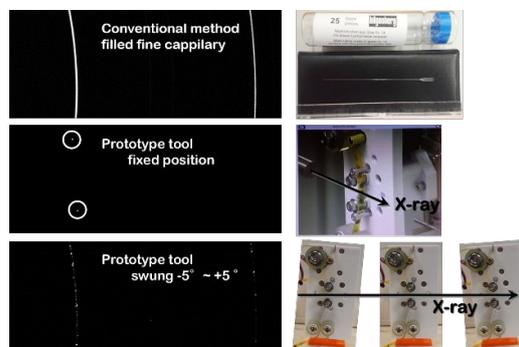


Figure 2. Debye-Scherrer ring of $\text{Ca}_{0.97}\text{Bi}_{0.03}\text{MnO}_{3-\delta}$
Top: Conventional method, Middle: Tool fixed mode, Bottom: Tool Swung mode

1) K. Fujimoto et al., *submitted*, 2) A. Aimi et al., *ACS Combi. Sci.* **22**(1) (2019) 35-41

【謝辞】本研究の XRD および XAFS 実験は、科学技術交流財団あいちシンクロトロン光センターの BL5S1, BL5S2 で行ったものである (実験番号: 2017P0202, 2018P0104, 2019P0106)。