

機能性ペロブスカイトセラミックスにおける精密粉末 X 線構造解析のための最適測定条件の検討

The optimized investigating condition for precise X-ray powder diffraction analysis in functional perovskite ceramics

籠宮 功*, 神保 圭吾, 西 智広, 柿本 健一

¹名古屋工業大学 〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町

1 はじめに

最近の機能性セラミックスの研究分野において、これまで注目されていなかった、より小さい格子歪みあるいはイオン変位がその機能性向上と密接な相関があることが分かってきている。この小さい変位を明らかにする上で、測定 X 線強度の SN 比および角度分解能の高い測定が可能 BL-4B-2 ビームラインの使用がきわめて有効である。ただし、小さい変位を明らかにする上で、BL-4B-2 を最大限に活かす詳しい実験・解析条件を検討する必要がある。またマシンタイムを考慮した効率の面で問題が生じる懸念がある。BL-4B-2 について本優先ビームラインを利用することで、ペロブスカイト型機能性セラミックスの小さいイオン変位を精度良く明らかにする効率的な実験条件を明確にする。これより、BL-4B-2 が今後の機能性材料研究分野での回折実験において、効率性と有効性を両立できる測定条件を提示したい。

2 実験

注目するペロブスカイト機能性セラミックスについて、放射光 X 線回折およびその精密構造解析を行い、結晶学的な立場から機能性（圧電性・導電性）を明らかにするための予備実験を行う。具体的には、機能性ペロブスカイト試料を円盤型試料ホルダーに充填セットして、波長 1.2 オングストローム、測定角度 0~155°の範囲で、2θ スキャンを行い、回折データを収集した。このときの入射スリット幅は、横 10 mm、縦 1mm である。以上の実験を通じて、機能性セラミックスを中心とした無機系材料の精密な構造評価を実現し、速やかに成果をあげるために、KEK-PF BL-4B-2 ビームラインにおける測定条件を最適化、さらに測定時間の効率化の検討を行った。

3 結果および考察

本実験で得られた XRPD パターンの一例として、単純ペロブスカイト $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_3$ の測定結果を Fig. 1 に示す。2θ について、0.005 度のステップスキャンを行った。ステップごとの検出時間は、シンチレーションカウンターの数え落としの効果をも最小限にするよう、各試料でカウント数が 1 万カウント以上、2 万カウント以下になるように調整した。調整した

結果、具体的なステップごとの検出時間は、それぞれ 0.5 秒となった。なおステップごとの照射時間 0.5 秒の場合トータルの測定時間は、約 3 時間 30 分であった。

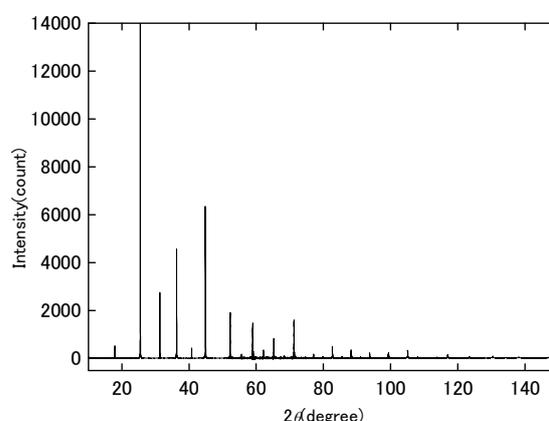


Fig. 1: 4B-2 を用いた $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_3$ の回折パターン

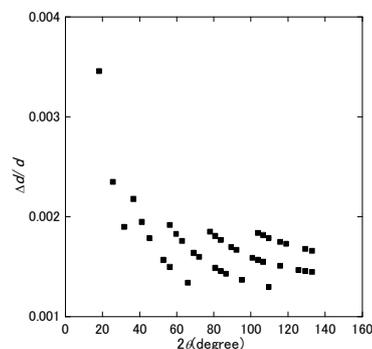


Fig. 2: $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{CoO}_3$ 回折パターンより得られた $\Delta d/d$

このとき、各角度においてブラッグ反射の半値幅から求められる $\Delta d/d$ を Fig.2 に示す。2θ の全範囲で、高い分解能を有していることを確認した。これより、4 B-2 を用いる際、ペロブスカイトの小さい変位に伴うピークのスプリットの存在が、 $\Delta d/d = 10^{-3}$ の分解能のオーダーで捉えうることを知見として得た。

謝辞

本研究は、PF スタッフの方々、4B-2 の管理者のご協力のもと行ったものです。ここに感謝を申し上げます。