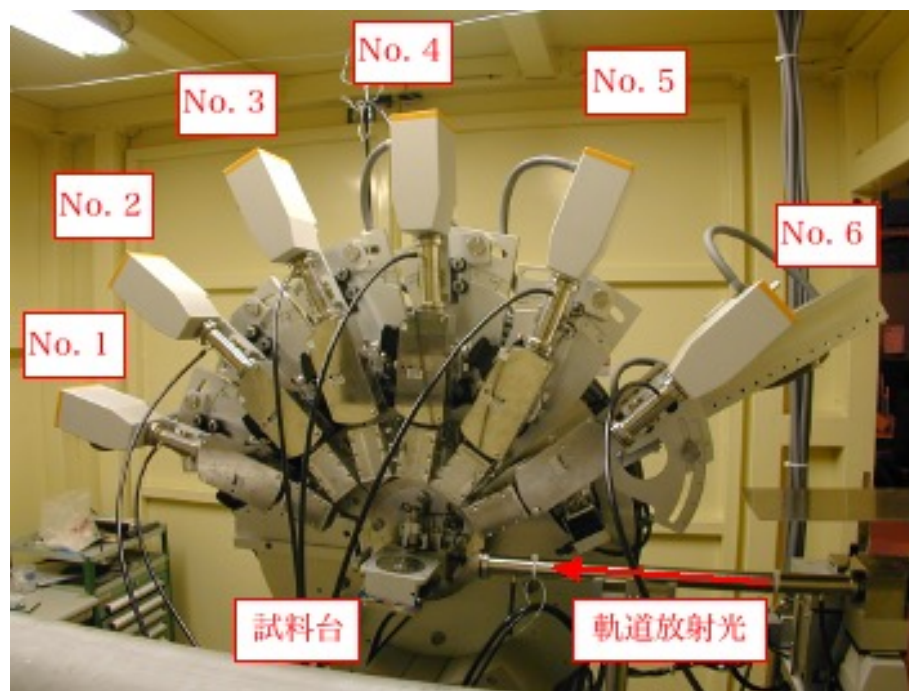


# 粉末回折UG

東京工業大学 藤井 孝太郎  
UG代表：東京工業大学 植草 秀裕

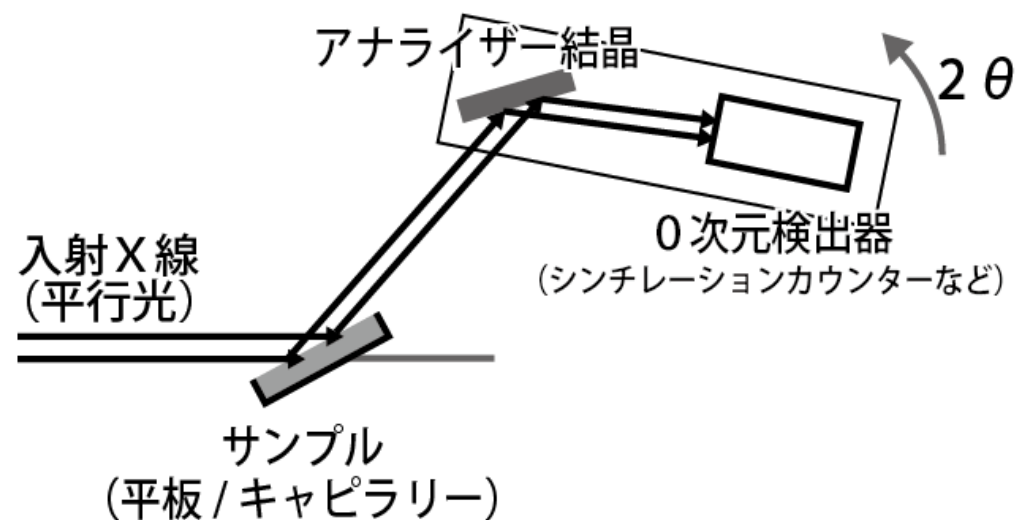
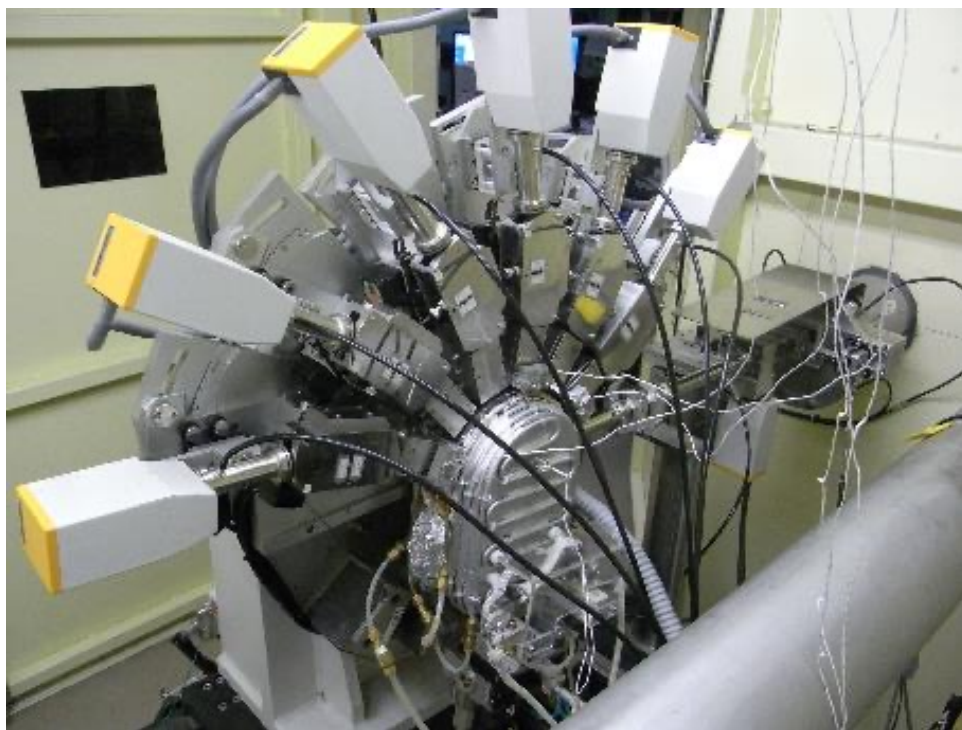
# 粉末回折UG

- ◆ BL-4B<sub>2</sub> 検出器多連装型粉末回折計の利用と運用  
MDS (Multiple Detector System)  
1994年に虎谷氏らが、世界で初めて独自に開発



- ◆ 無機物, 有機物, 鉱物と幅広い研究対象

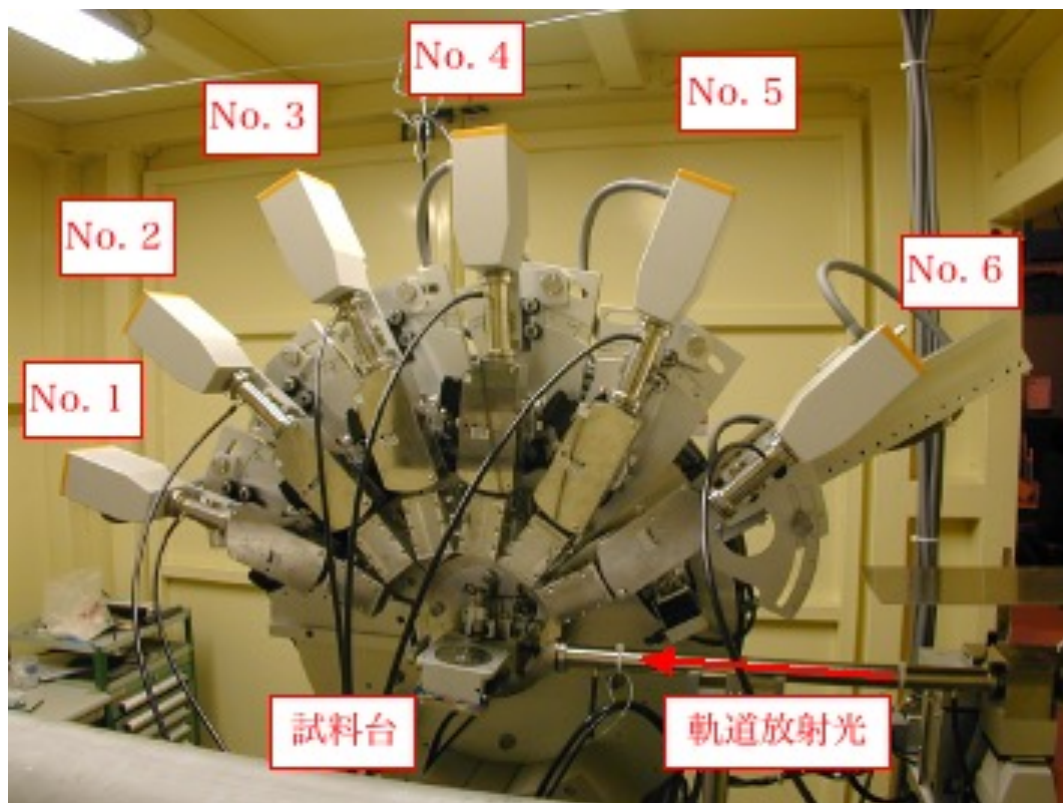
# BL-4B<sub>2</sub> 検出器多連装型粉末回折計



反射法，透過法で測定可能  
高分解能  
低バックグラウンド  
開発した1500度高温装置

サンプル量が多く必要  
測定時間長い  
試料環境制御が限られる

# BL-4B<sub>2</sub> 検出器多連装型粉末回折計 教育面

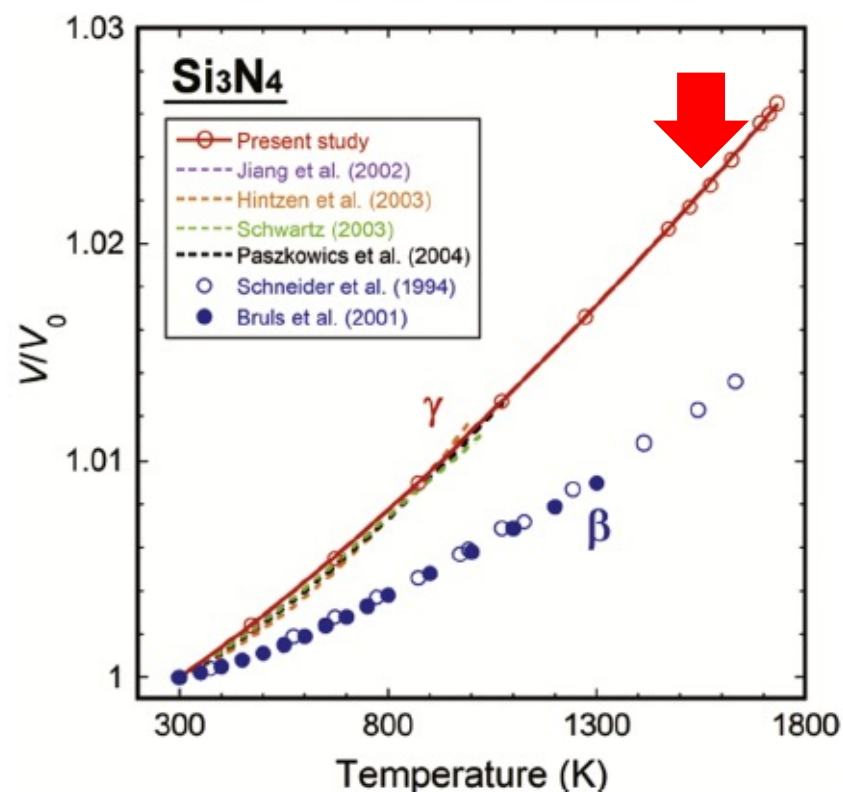
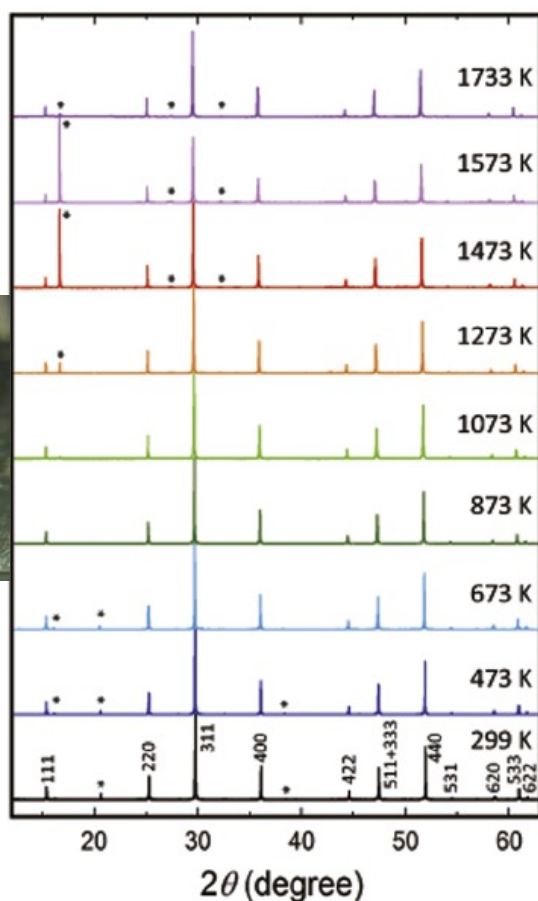
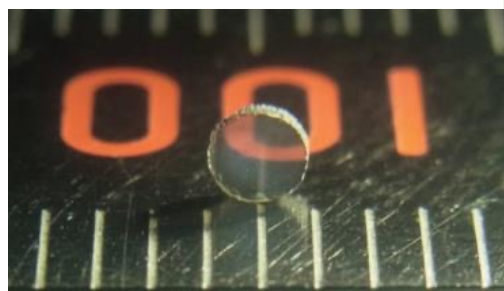
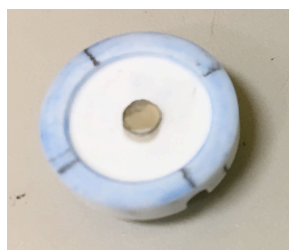


- ◆使用前の装置の（光軸）調整は多数の学生が積極的に参加して行う
- ◆古典的な多軸型回折系であるため調整箇所が多く、装置の動作原理、測定原理の教育に絶好の場
- ◆新規ユーザーのサポートにも学生が参加し、学生への教育効果が高い



# Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の最大1733 Kにおけるその場測定

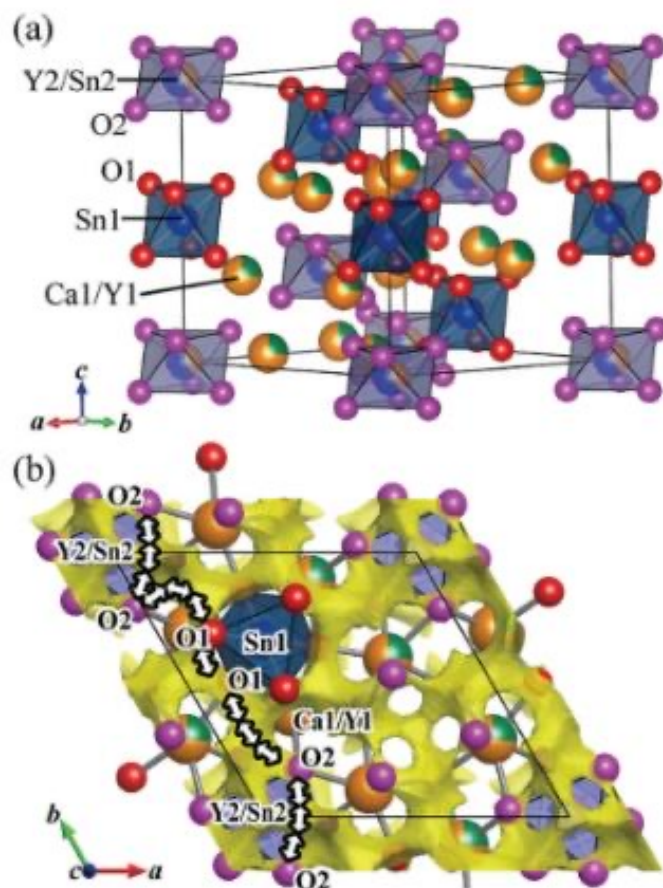
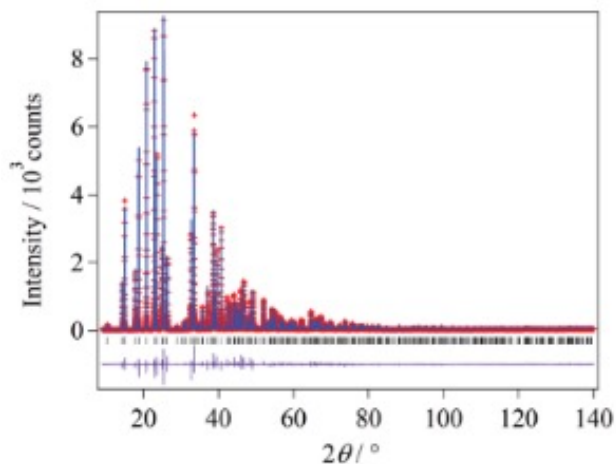
酸化耐性のあるSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>が空気中において1733 Kまで安定であることを解明. 空気中で高温における電気炉が活躍. Nishiyama, Fujii, Yashima et al., J. Euro. Cram. Soc. 2019, 3627.



1733 Kまで熱膨張挙動解明

# 新規イオン伝導体の高温結晶構造解析

高温・高分解能放射光データから新規酸化物イオン伝導体 $\text{Ca}_{0.8}\text{Y}_{2.4}\text{Sn}_{0.8}\text{O}_6$  の1273 Kにおける結晶構造を解明  
Inoue, Fujii, Yashima et al., Dalton Trans. 2018, 7515.

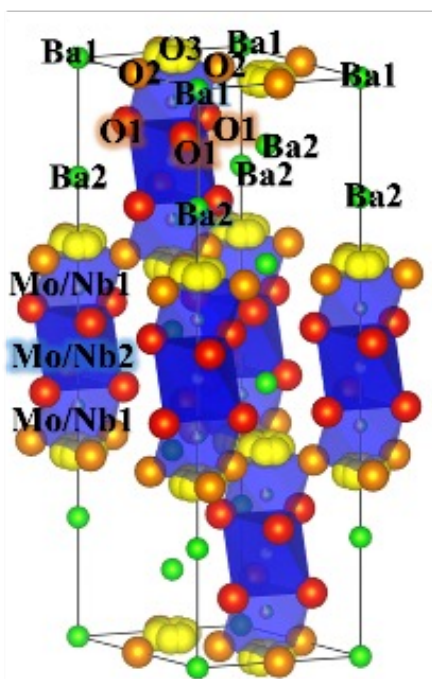


八島（東工大）  
は1500℃の高温で測定ができる電気炉を独自に開発した

新酸化物イオン伝導体の高温における構造を解明．イオン伝導経路を解明．

# 新規イオン伝導体の高温結晶構造解析

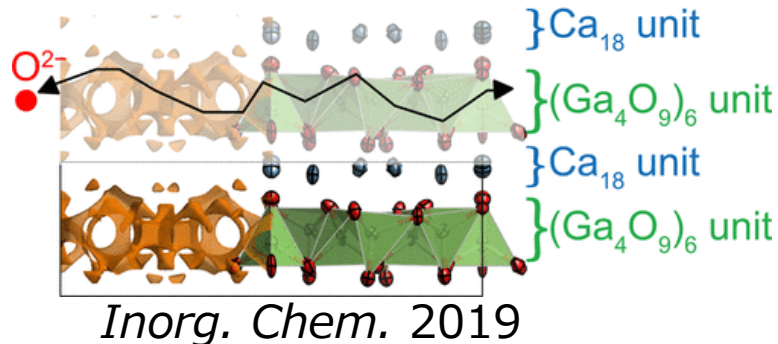
## 六方ペロブスカイト関連 酸化物Ba<sub>3</sub>MoNbO<sub>8.5</sub>



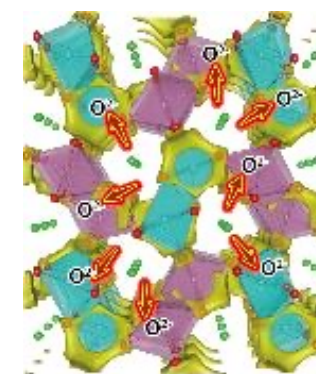
*J. Mater. Chem. A*  
2019

## 新イオン伝導体Ca<sub>3</sub>Ga<sub>4</sub>O<sub>9</sub>

Rare-Earth-Free Oxide-ion Conductor  
with a New Crystal Structure Ca<sub>3</sub>Ga<sub>4</sub>O<sub>9</sub>

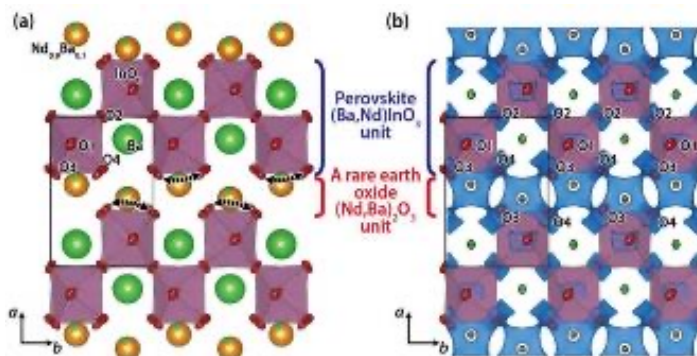


## 新イオン伝導体 SrYbInO<sub>4</sub>



*J. Phys. Chem. C*  
2017

## 新構造型イオン伝導体BaNdInO<sub>4</sub>



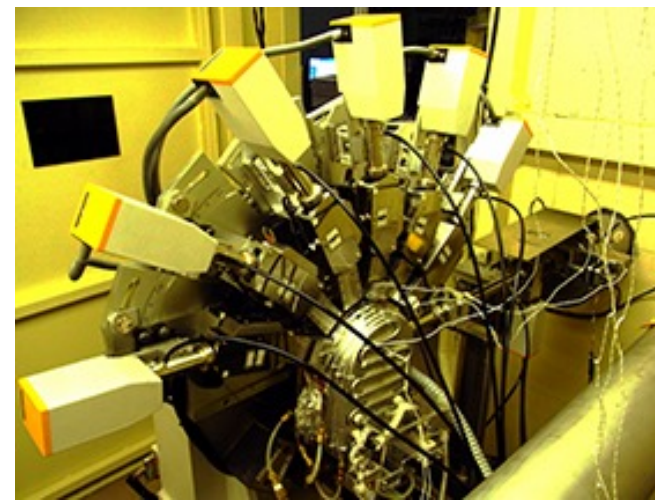
*J. Ceram. Soc. JPN* 2018  
*Chem. Mater.* 2014  
*J. Mater. Chem. A* 2015  
*J. Electrochem. Soc.* 2017

# 粉末回折UGから見た次世代光源への期待

## 4B2 MDSの特徴

これらの特徴を残したい

- ・ 高分解能粉末X線回折測定が可能
- ・ 空气中 1500℃での測定が可能
- ・ 透過法, 反射法で測定が可能



## 2ビームで何ができると嬉しいか？

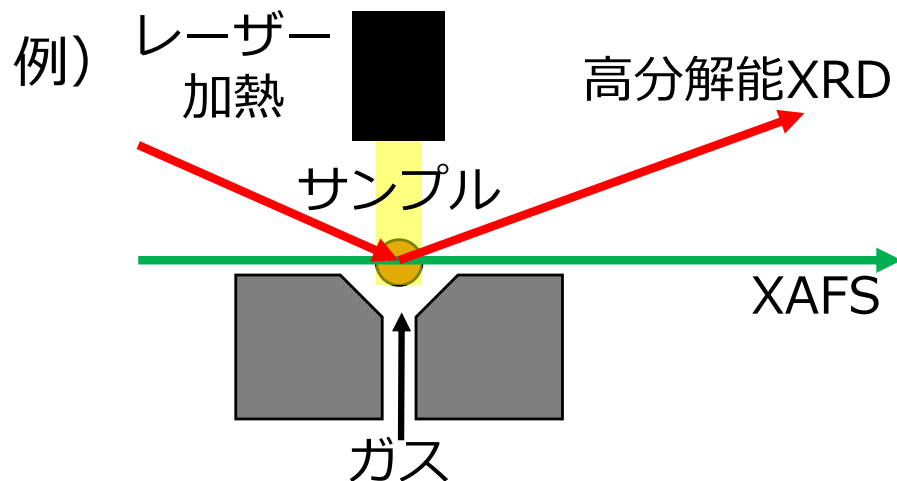
プローブプローブによる多角的な分析

- ・ 高分解能粉末X線回折 + 分光 (XAFS等) + **極端条件 (高温等)**
- ・ 多波長X線による異常散乱の違いを利用した構造解析

## 物質 (化学的) 研究視点で放射光施設に求めるもの

- ・ 温度・圧力・湿度・ガス雰囲気など 試料環境を自由自在 に変えて回折や分光測定をやりたい





たとえば

**浮遊法による超高温における  
長距離&短距離秩序の解明  
セラミック材料の反応追跡等**

平板試料の反射法による測定だと2ビームを活かすことが難しい印象。議論できれば。

## まとめ

- 高分解能粉末X線回折測定がやりたい (大前提)
- 透過法, 反射法など測定自由度がほしい
- 様々な試料環境で測定したい
- 粉末だとポンプ-プローブよりプローブ-プローブ  
回折+回折 or 回折+分光に絞られていく?