



四季

【11年・秋】 Vol.12

中性子産業利用推進協議会 季報
Industrial Users Society for Neutron Application

2011年9月25日 発行

CONTENTS

P2 中性子産業利用推進協議会 活動報告 / 中性子実験装置の紹介

P3-4 研究トピックス

P4 研究会活動報告 / お知らせ

3.11を乗り越えて

J-PARCセンター物質・生命科学ディビジョン
副ディビジョン長 加藤 崇

J-PARC物質・生命科学研究施設(MLF)の施設利用委員会が、去る3月11日、原子力機構東京事務所があるビルの12階で開催されている時、突然、大きな横揺れが数分続く地震が起こりました。周り的高層ビルもメートル単位で揺れ、ぶつかるのでないかと思うほどでした。急いでMLFに連絡しました。やっとのことでPHSがつながり、まずは全職員の無事を確認しました。私自身も東京事務所近くの日比谷公園に避難誘導され、混乱状態でした。TVでは東海村の直ぐ北隣にある日立市の久慈浜港に津波が押し寄せ、多くの車が流される映像が映し出されていました。繋がった電話によると、津波による被害はなく、大丈夫のようでした。早く戻らねばと思いつつも、戻る交通手段が絶たれていました。

岩盤から杭で支えられているJ-PARCの主要施設は地震に耐

えることができましたが、施設の周りが陥没し、施設に繋がっている配管類に剪断的な力が加わり破損しました。また、杭が打たれていなかった附帯施設は地盤沈下を生じ、そこにあった機器や電源類が破損しました。すなわち、ライフラインが絶たれてしまいました。さらに、地下10数メートルに位置する加速器トンネル内では、ひび割れによる漏水が発生し、高精度な加速器機器を水から守るための作業を至急開始しました。

そして今、地震から半年が過ぎようとしています。ライフライン復旧に係わる建設工事では、被災地での復旧工事のため作業員の確保が難しく、工事の遅延や費用がかさむ状況ですが、J-PARCセンター員の必死の努力により、年度内の運転再開へ向けて動き出しています。9月末にはJ-PARCの全てのライフラインが復旧し、本格的な運転準備作業が開始される予定です。世界的規模および性能を誇る科学実験施設を建設してきた自負心をもって3.11を乗り越え、運転再開時のビーム発生を確認し、全員で乾杯することを夢見ています。

「見る」楽しみ

株式会社ブリヂストン 加藤 信子

私は街、風景、芸術作品等なんでも見るのが好きで、仕事も長らく「見る」ことに携わってきました。「みる」には、一般的な「見る」のほかに「観る」「視る」などがあり、英語でも、see、look、watchなどの語があって、それぞれニュアンスが異なります。友人の哲学者によると「見るとは何か」というのは、哲学でも大きな命題となるらしく、「見る」とは単に「目に入ったものを脳が映像として認識する」だけではないようです。

科学の世界ではレンズの発明により微細な領域を見る顕微鏡や、遠くを見る望遠鏡によって世界を広げ、光の代わりに電子線を用いてさらに微細な世界に足を踏み入れ、X線を用いて透視技術を手に入れてきました。「見る」ことを「物事を把握し真実に迫る行為」とすると、「分析」もある意味で「見る」行為になるでしょう。可視光から電磁波と光の概念を広げ、吸収、発光、回折、共鳴など様々な物質との相互作用を用い、また、最近では、イメージング、多次元化、in-situなど様々な技術が発展し、私が携わるようになった30余年前と比べても分析技術の進歩、拡がりには驚くべきものがあります。多くの科学者が「見る」ことにこだわってきたのは、何かが新しく見えた

時の感動が大きかった証だと思われま。私でさえ、化合物の構造が決まったり、現象が解明できたりした瞬間には、些細なことでも、一人、大きな喜びに浸ったものです。

材料の研究開発では「見る」ことが欠かせません。私は材料科学における「見る=分析」を「構成している物質の成分・量・存在状態等を明らかにし、それらの事実を再構成して物質や現象を総合的に解明すること」と定義しています。分析化学の定義は前半部分で終わることが多いのですが、私は後半こそが、「見る」ことの本質であり、「見る」楽しみもそこにあると感じています。しかしながら、高度な分析技術でも物事の一面しか捉えることができず、いくつかの分析を組み合わせても、全体を再構成するには情報が不足して、総合的な解明の難しさを痛感し続けてきました。現在の技術をもってしてもまだ見えないことが多いのも事実です。

そのような中で、中性子を利用した「見る」技術、私達はまだまだそれを手中にしたとは言えない段階です。中性子産業利用推進協議会を通じて中性子の世界に足を踏み入れた今、新たなプロローブによって、我々が扱う材料の何が見えてくるのか、知らない世界を見ることへの期待は大きいものがあります。

中性子産業利用推進協議会 活動報告

●2011年度総会および2010年度成果報告会

2011年7月20日(水)東京ステーションコンファレンスにて、庄山副会長、中村運営委員長、会員企業49社(委任状含む)、計72名が出席し、2011年度総会および2010年度成果報告会を開催しました。

2011年度総会では、庄山副会長の挨拶があり、来賓として戸渡文部科学省審議官の挨拶をいただきました。続いて、中村運営委員長の挨拶がありました。総会の議事においては、2010年度事業報告と決算報告、会員の入退会、2011年度事業計画と予算案、会費の減額措置の各項目について審議を行い、全て承認されました。

2010年度成果報告会では、永宮J-PARCセンター長からJ-PARCの震災による被害状況と復旧計画ならびに研究トピックスについて報告があり、加倉井JAEA量子ビーム応用研究部門副部門長からJRR-3の被害状況と復旧計画ならびに平成22年度の成果などについて報告されました。その後、J-PARCにおける産業利用に関連する成果として、ハルヨ氏が「中性子による超電導線材の高度化研究」、篠原武尚氏が「中性子による空間、物質内磁場の直接観測チウム二次電池電極材料の中性子粉末構造解析」と題してそ

れぞれ報告されました。また、JRR-3における成果として、黒木良太氏が「 β ラクトマーゼの中性子構造解析」、秋田貢一氏が「中性子応力測定装置RESAの最近の成果と今後」と題してそれぞれ報告されました。また、産業界を代表して、東芝の日塔光一氏から「高感度・高精細中性子用イメージングインテンシファイアの開発」と題して報告がありました。

総会と成果報告会のあと、懇親会が開催され、40数名の方にご参加いただき、懇親を深めるとともに、J-PARCやJRR3の産業利用などについて活発な意見交換がありました。



庄山副会長の挨拶 戸渡文部科学省審議官の挨拶 懇親会の状況

中性子実験装置の紹介

●J-PARCの実験装置

超高压中性子回折装置 PLANET(BL11)

¹日本原子力研究開発機構 量子ビーム応用研究部門
²J-PARCセンター 物質生命科学ディビジョン
服部 高典^{1,2}、有馬 寛²、佐野 亜沙美^{1,2}

超高压中性子回折装置PLANET (Pressure Leading Apparatus for NEuTron diffraction) は、J-PARC物質・生命科学実験施設のBL11に建設されている高压実験専用の粉末回折装置です。現在、文部科学省科学研究費補助金(新学術領域研究「高温高压中性子実験で拓く地球の物質科学」)を元に、東京大学と日本原子力研究開発機構が共同で建設を行っています。このプロジェクトでは、地球内部に存在する「水」が地球内部の静的・動的構造に及ぼす影響を調べています。それというのも、地球内部には、「水」がH₂OあるいはOH基という形で結晶、液体の中に大量に含まれており(海洋の水の数倍~数10倍)、この「水」が、地球内部の物性(岩石の強度、マグマの発生、岩石の流動特性など)に大きな影響を与えていると考えられているからです(図1)。これまで、高温高压下の地球の物性に関しては、十分な強度が得られる放射光を用いて研究がなされてきましたが、放射光は水素、酸素を苦手とするため、地球内部の「水」の状態に関してよくわかっていませんでした。そのため、このプロジェクトでは、「水」の観測に威力を発揮する中性子を利用して、その状態を調べようとしています。方法としては、中性子高温高压装置を用いて地球内部と同じ温度圧力条件を地上に作り出し、その条件下にある物質の微視的な構造を回折およびイメージング実験により調べることで、地球内部の状態を推測します。その温度と圧力は、20万気圧、2000K以上にも達し、それを実現するには巨大な装置が必要となり、4畳部屋くらいの広さを有する専用の分光器が必要になります。

PLANETは、地球科学者を始め、様々な高压ユーザーが使用することが期待されます。ユーザーにより、精密に結晶構造を解析する、とにかく高い圧力を目指す、あるいは、液体の構造解析を行うなど使い方は多岐に亘ります。そのため、装置の仕様としては、ユーザーの希望を満たす分解能($\Delta d/d=0.5\%$)およびdレンジ(0.2Å~4Å、強度が半分であれば0.2Å~8Å)を実現しています。また、装置の基本思想とし

て、通常の粉末回折装置のコンポーネントに、高压特有の問題を解決するコンポーネントを組み合わせたという方針を採っています[1]。図2に装置の概要を示します。モデレータ(図の左側)から出た中性子は、コリメータ、チョッパー、スリットで空間的、エネルギー的に取捨選択され、中性子ミラーにより分光器室まで輸送・集光されます。分光器室内には、最大加圧能力500トン/軸を持つ6軸型マルチアンビル型高压発生装置(通称:圧姫)が置かれ、輸送された中性子は高温高压下におかれた試料に入射します。試料で散乱された中性子のうち90度方向に散乱したものは、両翼に配置された検出器バンクで検出されます。試料の入射側には直近まで伸びたコリメータ、出射側にはラジアルコリメータが配置され、試料を約2mm角の大きさで見込めるようにしています。この配置によって、高压アセンブリに囲まれた小さな試料からでも高いS/N比を持つデータを取得できます。また、高压装置の後方には、中性子カラーイメージングインテンシファイアが設置され、高压下にある試料の巨視的な状態を約10 μ mの空間分解能で観察できるようにしています。2008年度末より概念設計を始め、現在、約7割の製作が完了しています。2011年度内にはすべての装置の据付けを終え、調整運転を始める予定です。この装置により、地球のダイナミクスに関して、隠し味として働いていた「水」の役割を白日の下にさらすことができると期待しています。

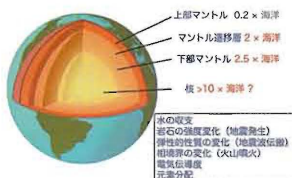


図1 高温高压実験結果から見積もられた地球の水の収容能力と地球内部への影響

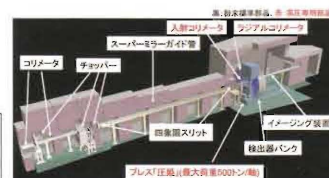


図2 超高压中性子回折装置 PLANETの概要

参考文献

[1] 服部高典, 有馬寛, 内海渉, 波紋20, 39-44 (2010).

研究トピックス

●JRR-3の研究トピックス

その場中性子実験によるナノベイナイト鋼の研究

茨城大学 龔 武、具 民書、西島 ひかり、築山 訓明、友田 陽、岩瀬 謙二、星川 晃範、石垣 徹
原子力機構 鈴木 裕士、S.Harjo、鈴木 淳市*、ISIS J. Kelleher、A. M. Paradowska
※現：総合科学研究機構

数10nmサイズのベイニティック・フェライトと高炭素残留オーステナイトのラメラ組織を呈するナノベイナイト鋼は、2GPa級の引張強度、5%程度の延性、高い破壊靱性値を有する新しい鉄鋼材料として注目されていますが、変態速度が遅いのが難点でした。ところが、オースフォームリングにより変態が促進され、図1に示すように組織をさらに微細化できることが分かりました[1]。

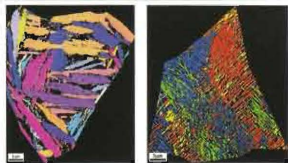


図1 ナノベイナイトのEBSD組織：
(左図)573K、3日の恒温処理で得られた組織、(右図)圧下率15%のオースフォームにより1時間で得られた組織[1]

ベイナイト変態は拡散変態なのか変位(マルテンサイト)型変態なのか、長年に亘り学術的議論が続いています。著者らは、この変態機構をその場中性子実験によって明らかにすることが学術的にも実用的にも意義があると考えました。

最初に、JRR-3のRESAに熱膨張計を取り付けて変態に伴う回折ピークの変化を時分割で測定しました[2]。これにより変態に伴う炭素の濃縮挙動などを知ることができましたが、多くの回折ピークを同時に追うことができず、得られる情報に限界がありました。そこで、同様な実験をJ-PARCのBL19「匠」を用いて行いました。飛行時間法による測定は本研究目的に適しており、結晶構造変化だけで

なく集合組織や内部応力、炭素の濃縮などの知見が得られました。ここで、図1に示すようなベイナイトラスのサイズ分布の変化も調べるため、JRR-3のSANS-JIIに熱膨張計を取り付けて磁場下でベイナイトの変態挙動を調べた結果、変態初期から後期にかけて生成するラスのサイズ分布が変化することを捕らえることができました。次に、広角回折による結晶学的情報と小角散乱による定量組織因子を同時に調べることができれば、種々な現象の解明に役立つと考え、J-PARCのiMATERIA用に縦型熱膨張計を製作しました。本年2月に装置が正常に動きデータ採取できることを確認しましたので、今後の活用が期待されます。

次に、加工熱処理中の測定へと対象を広げ、「匠」とISISのENGIN-Xを用いて図1(右図)の組織形成過程を追跡することにしました。7月のENGIN-Xの実験ではガス冷却によって低温まで過冷オーステナイトを保つことに成功し、図2のような恒温変態曲線(回折プロファイル変化より同定)を作成することができ、オースフォームによって変態開始が大幅に速くなることを実証しました。直交する2つの検出器バンクによる回折プロファイルから、相割合だけでなく結晶配向や内部応力、転位密度など、他の実験手法では得られない情報がバルク平均値として得られるので、今後、現象の理解から新材料開発への活用が期待されます。

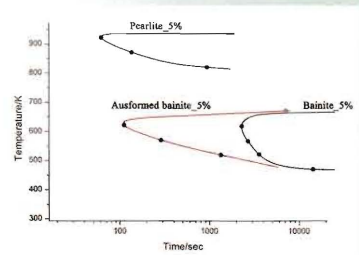


図2 その場中性子回折実験で求めたTTT曲線

参考文献

- [1] W. Gong, Y. Tomota, M.S. Koo, Y. Adachi, Scripta Mater. 63 (2010) 819.
- [2] M-S. Koo, P.G. Xu, Y. Tomota, Scripta Mater. 61 (2009) 797.

●茨城県の研究トピックス

コインセルサイズ(試料量8.5mg)でリチウムイオン電池用正極材料の充放電過程の中性子回折測定

東京理科大学 井手本 康、北村 尚斗
茨城大学 石垣 徹

リチウムイオン電池は、繰り返し充放電が可能な二次電池で、携帯電話やPCの電源として広く使用され、自動車用電池、蓄電池としても注目されています。このリチウムイオン電池の更なる高性能化を実現するためには、結晶構造の観点からの材料設計を行うことが必要不可欠です。特に、リチウムイオン等の軽元素が電荷担体であることや、酸素量により電池特性に影響を受けることから、中性子線を用いた結晶構造解析に高い期待が寄せられています。このような背景から、本研究では、コインセルサイズのリチウムイオン電池用正極についてJ-PARC/MLFの茨城県材料構造解析装置「iMATERIA」による中性子回折測定を行ないました。

リチウムイオン電池用正極材料としては、層状岩塩型構造を持つLiMO₂系材料(M:遷移金属)に着目し、従来の中性子回折法では困難であった電気化学的な充放電プロセスにおける構造変化の検討を試みました。充電後の電池の正極合材に含まれる僅か約8mgの正極活物質についてリートベルト法を用いて結晶構造解析を行いました(図1)。その結果、充電時のLi組成が決定できること(分析組成に一致)、遷移金属層の遷移金属と置換したリチウムは充電中に係わらないこと、充電により若干存在していた第2相のLi₂CO₃

が消失すること、および、M-O6八面体のひずみ、3bサイトのBond Valence Sumが増加していることなどが明らかになりました。

このように、中性子回折によりコインタイプセルの正極自体で充放電過程の結晶構造の変化を捉えた成果は世界でも初めてです。通常、中性子回折には多くの試料(1g以上)を必要とするため、コインタイプセルのような小型セル用の電極を用いて解析を行うのは非常に困難であり、本成果は非常に有意義な結果であると言えます。これらの成果は、今までは原因が分からずリチウムイオン電池の長寿命化の妨げとなっていた、電極特性の充放電過程の劣化要因の解明に高い期待が持てることを示唆しています。また、in situで測定、解析する道筋を付けることができたので、今後リチウムイオン電池の高性能化を目指す研究展開が期待できます。

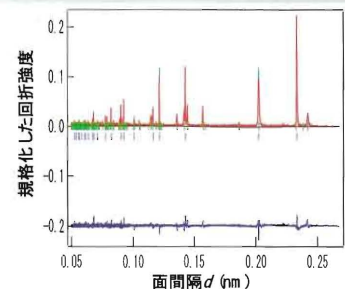


図1 充電後(SOC30%)におけるLi_{0.613}Ni_{0.8}Co_{0.19}Cu_{0.01}O₂正極のリートベルト解析結果

●トライアルユースの研究トピックス

電子写真現像器内の現像剤粉体流動の可視化

(株)リコー 研究開発本部
内田 圭亮、岩田 周行、安福 秀幸
牧田 憲吾、濱口 昌哉、栗林 夏城

株式会社リコーでは電子写真方式のコピー機やプリンタの製造販売を行っています。近年、印刷品質を落とすことなく、低コスト、高耐久性、小型の製品開発が望まれています。この開発においては、印刷品質に直結する現像剤粉体のハンドリングが特に重要な課題となっています。コピー

機に使われる現像器はキャリアとトナーからなる現像剤粉体を混合・循環・供給するという役目を担っています。トナーは高分子樹脂と顔料からなる微粉末で非常に軽いのですが、キャリアは鉄粉末で重いものです。印刷する場合には、このトナーとキャリアが充分均等に混合されている必要があります。コピー機を安定に作動させるためには、この現像剤粉体の流動性を知って制御することが大変重要です。粉体流動は非常に複雑な挙動を示すため、計算機シミュレーションで解析するのは非常に困難です。また、粉体は光を通さないためその挙動

挙動を可視化で直接観察することはできません。一方、中性子線は透過力が強く、また、トナーは水素元素(H)を含んでいるため、現像剤粉体やインクの挙動を可視化することが可能と考え、中性子ラジオグラフィ装置(TNRF)を利用して現像剤粉体流動の直接観察を行いました。

図1は電子写真方式のコピー機の現像剤粉体(トナーとキャリアーの混合粉体)の混ざり合う様子を中性子で透かし見たものです。この図から、回転開始直後(0~1秒)では軽いトナーが巻き上げられてトナーとキャリアーが分離し、1秒~20秒間は、振動しながら界面で混合が徐々に進み、20秒~40秒間は、混合が進んで振動が収まっていく様子が手に取るように分かります。このように、中性子可視化技術を利用して得た現像剤粉体流動の様子は現像器の開発にとって大変貴重な基礎デー

タとなりました。本研究は(財)放射線利用振興協会が運営する文部科学省「中性子利用技術移転推進プログラム」制度の下で実施しました。実験に際しては、コーディネーターである松林政仁氏と飯倉寛氏の技術支援をいただきました。両氏に深く感謝いたします。

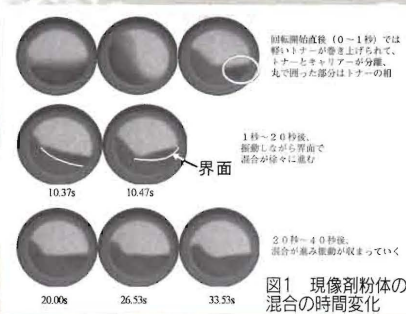


図1 現像剤粉体の混合の時間変化

研究会活動報告

●磁性材料研究会

主査：武田全康

8月9日(火)に銀座会議室三丁目において、MLF利用者懇談会磁性・強相関分科会、一般財団法人総合科学研究機構、SPRING-8利用推進協議会研究開発委員会と合同で、「中性子粉末回折データの磁気構造解析研究会」を開催しました。75名もの出席がありました。

日立金属尾田悦志氏から「Sr-La-Co系M型フェライトの局所構造

解析」、東北大学杉本諭氏から「Nd-Fe-B系磁石の保磁力と界面構造」、東京大学南部雄亮氏から「FullProfを用いた多結晶/単結晶試料の磁気構造解析」、大阪大学中川貴氏から「粉末中性子回折による磁気構造解析研究」KEKのJunrong Zhan氏から「Structure refinement of TOF neutron powder diffraction data using Z-Rietveld, GSAS and FullProf」についてそれぞれ講演がありました。

●中性子産業応用セミナー

会員企業の啓発ならびに新規会員開拓のため、企業において中性子の産業利用の有用性をご説明するセミナーを開催しています。中性子実験施設の概要、中性子の基礎に始まり、粉末回折からラジオグラフィまでいくつもの測定技術のメニューを揃え、各企業の製品分野に合わせてプログラムを組んで開催しています。平成23年度のこれまでの実施状況は下記のとおりです。

1) 三菱重工(株)広島研究所(非会員)

開催日：6月15日(水) 出席者数：14名

2) 株式会社くらしき研究センター

開催日：7月12日(火) 出席者数：18名

3) 本田技術研究所

開催日：8月22日(火) 出席者数：約50名

4) 株式会社プリテック 中央研究所

開催日：8月24日(水) 出席者数：約30名

各社に合わせたプログラムで開催させていただきますので、いつでも事務局までお申し込みください。

お知らせ

●茨城県BL平成22年度成果報告会 — 利用成果の萌芽と震災復旧復興状況 —

日時：平成23年9月26日(月)13:00~17:00

場所：東京 化学会館

主催：茨城県

共催：中性子産業利用推進協議会、

茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター

茨城県の2台の中性子実験装置 iMATERIA と iBIX における平成22年度の利用成果として、装置グループ、県プロジェクト、ならびに産業界ユーザーから研究トピックスを報告していただきます。海外の中性子実験施設における産業利用の状況を ISIS と SNS から紹介していただきます。

●非破壊検査・可視化・分析技術研究会 「中性子を用いた可視化・分析技術の産業利用」-JRR-3における応用例とJ-PARCにおける新展開-

日時：平成23年10月14日(金)13:00~17:00

場所：東京 研究社英語センタービル会議室(予定)

JRR-3施設共用制度による研究成果やJ-PARC/MLFにおける新しい分析評価技術を紹介するとともに、JRR-3共用促進事業について説明します。

●Z-Rietveld Windows版講習会

日時：平成23年11月1日(火)13:00~17:00

場所：東京 八重洲ホール

主催：茨城県

共催：J-PARC物質科学生命ディビジョン

中性子産業利用推進協議会

茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)や超高分解能粉末回折装置(SuperHRPD)などを利用して得られた回折データを解析するZ-RietveldのWindows版が完成しましたので、その使用方法に関する講習会を開催します。

●電池材料研究会

日時：平成23年11月17日(木)13:00~17:00

場所：東京 研究社英語センタービル会議室(予定)

主催：中性子産業利用推進協議会

共催：J-PARC/MLF利用者懇談会、総合科学研究機構

協賛：SPRING-8利用推進協議会

茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)や超高分解能粉末回折装置(SuperHRPD)などを利用して行われた電池材料に関する研究成果を基に、電池材料の結晶構造と電池特性との関連を議論するとともに、今後の研究展開について検討します。

●中性子ビーム利用技術基礎講習会(レベル1講習会)

日時：平成23年12月9日(金)13:00~17:00

場所：東京都内(原子力機構東京事務所会議室(予定))

中性子ビーム利用を計画している方、あるいは利用し始めの方を対象として、中性子ビーム利用実験の基礎的事項について説明し、研究用原子炉JRR-3やパルス中性子実験施設J-PARC/MLFへの課

題申請や、それらの施設での実験に役立てていただくことを目的として、中性子ビーム利用技術基礎講習会(レベル1講習会)を開催します。8名の講師による座学のための講習です。会員企業の方は無料で受講できますので、積極的に受講されることをお勧めします。

中性子産業利用推進協議会 季報[11年・秋]Vol.12

発行日 2011年9月25日

発行元 中性子産業利用推進協議会

〒319-1106 茨城県那珂郡東海村白方162-1 いばらき量子ビーム研究センター2F D201

TEL:029-352-3934 FAX:029-352-3935 E-mail:info@j-neutron.com URL:http://www.j-neutron.com/