

CONTENTS

P2 中性子産業利用推進協議会 活動報告 P3 J-PARC/MLFの2012Bにおける課題採択状況 P4 中性子実験装置の紹介 P4-7 研究トピックス P8 研究会活動報告／お知らせ

中性子の産業利用のイノベーション創出に向けたさらなる発展に期待

文部科学省量子放射線研究推進室長 原 克彦

東北地方太平洋沖地震で大きな被害を受け運転を停止したJ-PARCが、関係者の献身的なご尽力により運転を再開しました。一方、中性子線施設についても本年当初から「特定先端大型研究施設の共用の促進に関する法律」に基づく本格的な共用を開始しました。ここに至るまでの関係各位のご協力に対し、改めて厚く御礼申し上げます。

J-PARCについては、世界最高性能のパルス中性子ビームを物質科学、生命科学等の分野において学術利用だけでなく、産業利用に大いに活用していただき、政府の策定した科学技術基本計画の主要な柱であるグリーンイノベーション、ライフイノベーションを通じて我が国の産業競争力の強化を実現していくことがこれからの大きな課題の一つとなります。皆様のこれまでの取組みにより既に30%を超える産業利用の課題申請があることに加え、本年度下半期から開始されるトライアルユース制度などにより、更なる利用者の裾野の拡大に向

けた努力が行われており、今後とも産業利用が活発に行われることを期待し、確信しております。文部科学省としてもJ-PARCセンターやCROSS等の関係機関と協力しながら、そのために必要な支援に最大限の努力をしておりますので、皆様からは、利用者の視点からのご意見をお寄せいただくとともに、J-PARCを最大限活用して多数の成果をあげ、社会への還元に努めていただくことをお願いいたします。

一方、我が国の主要な定常中性子源であるJRR-3については、残念ながら震災の影響による運転停止が続いていますが、運転再開に向けて努力を続けていきたいと考えています。

本年は、X線自由電子レーザー施設「SACLA」や次世代スーパーコンピュータ「京」といった大型の研究基盤施設が相次いで本格的な利用の段階を迎えます。SPring-8を始めとした放射光施設も含め、我が国が世界に誇る最先端の研究基盤施設が比較的狭い範囲に集中的に立地するという利点を最大限活かせるよう皆様方の積極的な活用をお願いいたします。

中性子利用鉄鋼研究—自由闊達なネットワークで鉄鋼の可能性を引出す—

JFEスチール株式会社 佐藤 馨

敷居が高かった「中性子」を、茨城大学の友田陽先生が、日本原子力研究開発機構ならびに物質・材料研究機構（NIMS）と連携して推進された研究が、鉄鋼研究者にとって身近な存在にしてくれました。日本鉄鋼協会の産発プロジェクト展開研究の第一号として「中性子利用鉄鋼評価技術の基礎検討」が採択され、友田先生をリーダーとする産官学連携により、2006年度からの3年間で今後の中性子活用鉄鋼研究の道筋が描けました。成果の一部である「中性子小角散乱法による鉄鋼中ナノ析出物のサイズ評価」は2010年度の鉄鋼協会依論文賞を受賞しました。宝の山である鉄鋼から中性子への期待は、日本中性子学会の会誌「波紋」Vol.19, 246(2009)に掲載されたJFEスチールの小松原道郎博士の記事に総括されています。

産発プロジェクトはNIMSの大沼正人博士をリーダーとする鉄鋼協会の「新世代中性子源を利用した鉄鋼元素機能研究会」に継承され、溶接、水素、疲労、強度に関わる鉄鋼研究者、ならびに、小型中性子源装置開発に取り組む理化学研究所の研究者

と連携した大きな活動に成長しています。材料と解析手法の研究者が自由闊達に議論する場が醸成されており、民間企業経験のある茨城県の林眞琴技監や、SPring-8の産業利用コーディネータである橋本保氏が、鉄鋼研究への展開にエールを送って下さっています。

一方で、原理的には可能な水素の可視化と計測、厚い試料中や埋もれた界面の欠陥検出、サブナノメートルから10 μ mを超える粒子が共存する実用鉄鋼材料の析出物や介在物のサイズ決定など、中性子が材料設計を先導するためには解決すべき課題も残されています。また、技術の普及にとって、中性子回折の非専門家への教育や、使い勝手の良い測定系や解析ソフトの開発も必須です。

北海道大学の古坂道弘先生が、中性子の強みである透過能の高さは、中性子が物質と「弱い相互作用」である弱みでもあると話されていました。中性子利用鉄鋼研究のネットワークは、科学と工学が融合した、刺激的に満ちた「強い相互作用」の場になっています。研究者の情熱で真に課題解決を実現する夢の分析・解析技術を生み出していきたいと思えます。

J-PARCセンター長離任挨拶

前J-PARCセンター長 永宮 正治

2012年7月1日付で池田裕二郎氏が第3期J-PARCセンター長に就任しました。これからは、池田新センター長がJ-PARCセンターの運営を切り盛りしていきますが、中性子産業利用推進協議会には、池田センター長を支援して下さることを、切にお願い致します。

思い起こせば、約15年半前のこととなります。当時、米国コロンビア大学で大きなプロジェクトを抱えていた私が、いよいよ決意をして、日本に戻ってきました。当時は名前も付いていませんでしたが、J-PARCを進めるためです。それから15年余り、一心不乱にJ-PARC建設に携わってきました。

建設に当たっては、3つのことを心がけました。第1は、世界最高のものを作るということです。普通の研究者が普通の実験をして、それで世界をリードする。そのためには、世界最高の装置や加速器が必要です。私が若いころは、何か大きな実験をしようと思うと、外国に出かけて行かざるを得ませんでした。J-PARCは、それから脱却して、世界一のものを作りたいという夢を秘めた計画でした。世界一のものを作るためには、ほとんどのものを国産で作るというのも重要な点です。私がセンター長の際に、この夢は半分実現しましたが、これからも、この

夢に向かって進んで欲しいと思います。

第2は、「最も効率よく」最高級のものを作りたい、という点です。そのために、常識では考えられない、文部省と科学技術庁の合同計画としました。これは今でも、批判を浴びている点ですが、そうしないと出来なかったと思っています。また、副産物として、多くのユーザーを集めることができ、これは、2省庁に跨がった計画の賜物だと思っています。茨城県にも協力していただきました。

そして第3は、期日通りきちっと物事を進めるという点です。この点も、多くのトップレベルの方からの批判を浴びながら実現しましたが、2008年度末までに計画を完成させること、そして、2011年末には震災からの復旧を実現させることの2つでした。覚えておられる方も多いとは思いますが、特に、2008年末までに完成させるという目標に対しては、多くの方の批判を浴びました。しかし、これも、何が何でも実現したいという思いを貫きました。

今年3月から5月まで第4回J-PARC評価作業部会が開催され、今後5年間の計画がまとまりました。これを機として、センター長を退任しました。今後は、J-PARCの真の活用時期です。どうか産業界の皆様がJ-PARCのさらなる活用をお願い申し上げます。

J-PARCセンター長就任にあたって

J-PARCセンター長 池田 裕二郎

私は7月1日付で、永宮正治初代センター長の後任として、J-PARCセンター長を拝命いたしました。センターの舵取りという大役に身の引き締まる思いがありますが、私の持てる限りの情熱を持って、与えられた使命を全うして行くことをお約束いたします。

さて、J-PARCの使命は、改めてここで申し上げるまでもないことですが、物理学の根源的学術領域における知の探求から、国を支える先端的科学技術における諸課題の解決への貢献など、国内外の多くのユーザーが世界最高水準の研究成果を創出できる最高性能の施設であることです。

J-PARCは、4年前に運転を開始した大強度陽子加速器大型複合利用実験施設で、21世紀の科学技術を先導する役割を担う世界の研究拠点としての歴史の歩みを始めたばかりです。順調に加速器パワーが上がり成果が出始めた時に東日本大震災に遭遇しましたが、センター員が一丸となって対処し、短期間でビーム出射再開を果たして、年明けから利用運転を開始

するという驚異的な回復を実現しました。その結果、多くの利用者にできるだけ良質のビームを供給できるようになったことを大変喜んでおります。

J-PARCの重要な運営方針の一つとして、永宮前センター長が掲げられ、努力して築き上げてきた産業界による利用の促進があります。既に、中性子の利用に関しては、いくつかの画期的な成果が生まれつつあります。また、多様な産業界から多くの課題が申請され、J-PARC利用の際立った特徴となっており、中性子利用の拡大に大きな貢献を果たしてこられた中性子産業利用推進協議会の活動に感謝しております。世界的に見て、中性子の有する優れた能力への先見性が産業界の利用で実証されてきたことは重要であり、引き続き、我が国の重要技術開発に貢献するために、積極的に利用していただけるよう施設の運営に心がけて行きます。

最後に、引き続き皆様の御支援、御協力をお願いするとともに、施設に集うユーザーが創造的活動に参画する喜びを分かち合うことがきる、「世界のJ-PARC」に育てて行くことをお誓いして、センター長就任にあたっての挨拶とさせていただきます。

中性子産業利用推進協議会 活動報告

●2012年度総会および2011年度成果報告会

2012年7月26日(木)東京ステーションコンファレンスにおいて、庄山副会長、須藤運営委員長、会員企業51社(委任状含む)、計97名が出席し、2012年度総会および2011年度成果報告会を開催しました。

2012年度総会では、庄山副会長の挨拶があり、来賓として森本文部科学省審議官の挨拶をいただきました。続いて、須藤運営委員長の挨拶がありました。総会の議事においては、2011年度事業報告と決算報告、会員の入退会、2012年度事業計画と予算案、分担金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。

2011年度成果報告会では、池田新J-PARCセンター長からJ-PARCの震災による被害からの復旧状況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



庄山副会長と森本文部科学省審議官の挨拶

研究部門長からJRR-3における中性子の利用状況や研究成果、ならびに、震災被害状況と再稼働に向けての動きについて報告されました。その後、森井茨城県CDが「茨城県BLの現状について」、米村KEK准教授が「リチウム電池の全固体化への夢」、友田茨城大学教授が「革新的鉄鋼材料の開発」、山田KEK助教が「中性子反射率計SOFIAを用いた表面・界面観察」、横山富山

大学助教が「iBIXを用いたトランスサイレチンの中性子結晶構造解析」と題してそれぞれ報告がありました。成果報告会には130名を超える参加者がありました。

総会と成果報告会のあと、懇親会が開催され、80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JRR-3の産業利用などについて活発な意見交換がありました。



成果報告会の様子



懇親会における横溝JAEA理事による乾杯

J-PARC/MLFの2012Bにおける課題採択状況

J-PARC/MLFの2012年度下期(2012B)一般課題公募においては、一般利用で223件の申請があり、143件が採択されました。産業界では16件が採択され、そのうち6件が成果専有課題です。

茨城県BLにおいては、12件の成果公開での課題申請と、5件の成果専有での課題申請がありました。今期からCROSSが管理する共用法装置においてトライアルユース制度が開始され、11件の申請に対して、産業界から9件、大学から1件採択されました。

茨城県BLとトライアルユース制度を含むJ-PARC/MLFの産業利用課題の合計は42件で、そのうち成果専有での利用は11件です。2012Bにおいて採択された産業利用課題を表1に示します。

図1には2012Bにおける採択課題の申請元別分類と装置別分類をそれぞれ示します。産業利用の比率は25%であり、これまでよりも大幅に低下しています。図1右に装置別の分類を示します。粉末構造解析装置である茨城県の材料構造解析装置iMATERIAが14.1%で従来よりも比率が低下しています。それ以外では、残留応力測定装置「匠」が12.4%と相変わらず高く、大強度型中性子小中角散乱装置「大観」とソフト界面解析装置(水平型反射率計)「SOFIA」がともに10.0%と利用が増えてきました。

図2にJ-PARC/MLFが共用を開始した2008年以降の採択課題件数の推移を示します。2011Bから大学からの採択が急増しています。これまでに671件の課題が採択されていますが、産業利用が35.0%、大学利用が34.6%と拮抗してきました。

表1 2012Bにおける産業利用採択課題

ビームライン	分類	実験責任者	実験責任者所属機関
BL-10 中性子源特性試験装置「NOBORU」	J-PARC 一般公募	今川 尊夫	(株)日立製作所
BL-14 低エネルギーチョッパー装置「AMATERAS」		増井 知美	住友ゴム工業(株)
BL-16 高性能試料水平型中性子反射率計「SOFIA」		工藤 健二 鈴木 卓也 増井 知美	(株)豊田中央研究所 株式会社化学技術分析センター 住友ゴム工業(株)
BL-17 垂直型中性子反射率計「SHARAKU」		平野 辰巳	(株)日立製作所
BL-19 工学材料回折装置「匠」		王 昀 鈴木 環輝	(株)日立製作所 新日本製鐵(株)
BL-21 全散乱装置「NOVA」		青柳 拓也	(株)日立製作所
BL-03 茨城県生命物質構造解析装置「iBIX」	茨城県 一般公募	大隅 孝志	アークレイ(株)
BL-20 材料構造解析装置「iMATERIA」		柏木 立己	味の素(株)
		池田 知廣	(株)本田技術研究所
		田島 伸	(株)豊田中央研究所
		笹川 哲也	(株)東芝
		久保 啓	(株)日産アーケ
		塩屋 俊直	住友化学(株)
		桜井 孝至	住友化学(株)
		村田 剛志	日立金属(株)
		中村 仁	日本重化学工業(株)
	佐藤 健児	(株)本田技術研究所	
BL-02 ダイナミクス解析装置「DNA」	共用法装置 トライアル ユース制度	野崎 洋	(株)豊田中央研究所
BL-15 小角散乱装置「大観」		杉島 明典	富士フイルム(株)
		佐々木 宏和	古河電工(株)
		久米 卓志	(株)花王
		岡本 泰志	(株)デンソー
BL-17 垂直型中性子反射率計「SHARAKU」	和泉 篤士	住友ベークライト(株)	
	宮川 進	(株)デンソー	
	丹治 範文 坂根 仁	(株)花王 住重試験検査(株)	

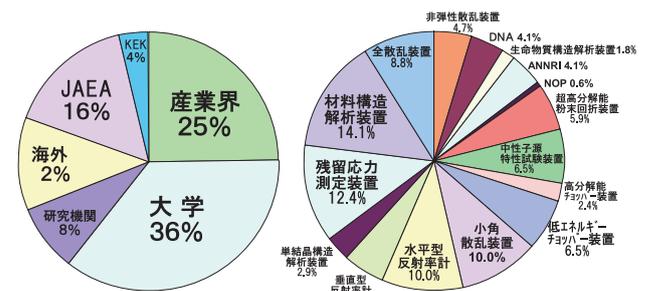


図1 2012Bにおける採択課題の申請元分類と装置別利用状況

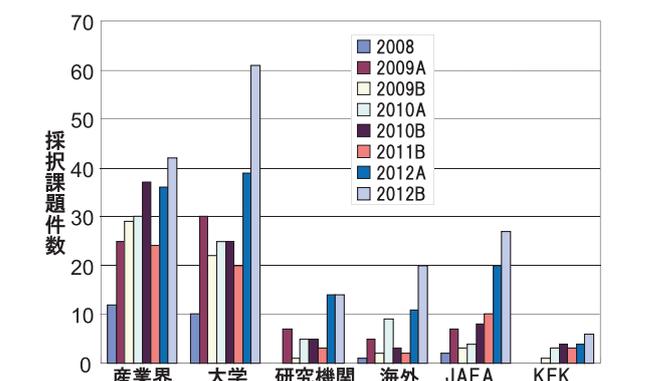


図2 J-PARC/MLFにおける2008年から2012Bにおける課題採択の推移

中性子実験装置の紹介

●J-PARC

偏極中性子反射率計「写楽(SHARAKU)」(BL17)

日本原子力研究開発機構 武田 全康、山崎 大

中性子反射率計は、表面や界面の構造を非破壊的に調べることができる装置です。表面・界面といっても、曲率があるような粒子の表面や界面の研究は、大強度型中性子小中角散乱装置(大観, BL15)にお任せし、反射率計が対象とするのは、異なる物質が平面的に接している界面です。そのような界面は、界面の存在による新しい物性や機能の発現を期待して創られる人工格子(多層膜)に現れます。従って、測定対象とするのは、ガラスやSi等の基板の上に数nmから数 μm の厚さで重ねられた多層構造を有する試料です。そのような多層膜は、機能性デバイスとして重要なものが多く含まれます。新たな機能を有するデバイス開発や、さらなる高性能化を目指して界面構造と機能の相関を調べるために、中性子反射率計は世界的に見ても、非常に需要の高まっている装置です。海外の中性子実験施設には必ずしも、複数の中性子反射率計が設置されていると言っても過言ではありません。

J-PARCの物質・生命科学実験施設(MLF)には、既にBL16にSOFIAと名付けられた中性子反射率計がありますが、上述のような世界情勢も反映し、写楽はMLFで2台目の中性子反射率計として建設されました。今年の1月に最初の中性子ビームを受け入れ、まだ一般利用を始めてから半年しか経っていない、新しい装置です。



図1 写楽の概略図と試料環境

SOFIAは鉛直下方に中性子ビームを取り出しているため、液液界面や気液界面などの自由表面・界面の構造を調べることができるという特徴を有します。それに対して、写楽は、自由表面・界面の構造を調べることは適していませんが、

中性子スピンの方向のそろった偏極中性子を使うことができるのが大きな特徴です。また、写楽では偏極中性子の有する高感度磁気感受性を有効に利用するために、強磁場発生装置(最大1 Tまたは7 T)や、4 K以下に試料を冷却することができる試料環境装置を備えています。

図2に写楽による界面の測定結果を示します。qの小さい領域に全反射が、qの大きいところでは、Ni表面とNi/基板界面で反射した中性子の光路差による干渉縞が見えます。解析した結果、膜厚が52.3 nm(設計値50nm)、表面粗さが1.1nmであることが分かりました。磁性を有する試料の場合には、さらに磁化の情報を、多層構造の試料の場合には、各層ごとに膜厚や粗さの情報を得ることができます。

写楽は「特定先端大型研究施設の共用の促進に関する法律」(いわゆる共用法)によりJAEAが整備しました。そのため、MLFにある他の4本の共用ビームライン(BL01, BL02, BL15, BL18)と同様に、ユーザーの皆さんが利用される際には、登録機関である総合科学研究機構(CROSS)の利用支援を受けることができます。また、2012Bから運用が開始されたトライアルユース制度を利用することもできます。

写楽は、本格的な利用を開始したばかりで、未完成の部分もあり、一般ユーザーの方が使いやすい環境にはなっていませんが、我々、装置スタッフは、世界で最高の性能を有する大強度パルス中性子源に、偏極中性子を組み合わせた新しい手法の開発や、それを使った研究展開など夢は大きく膨らんでいます。写楽での実験を通して、皆さんとこのような気持ちを共有できれば、BL17スタッフの一員として、これほど嬉しいことはありません。皆さんからの課題申請を心よりお待ちしております。課題申請に向けての事前相談も大歓迎です。

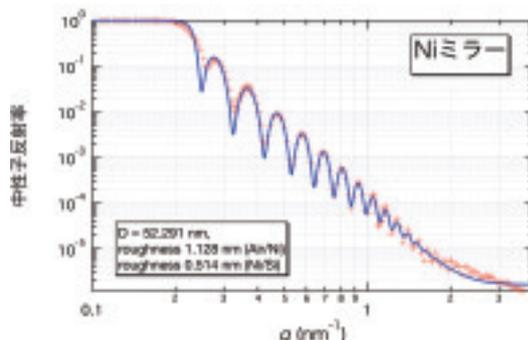


図2 Si基板上に成膜したNi単層膜の中性子反射率(+)とフィッティングによる解析結果

研究トピックス

●J-PARC

中性子準弾性散乱のモデルフリーな解析法の開発とAMATERASにおける水への適用

日本原子力研究開発機構/J-PARCセンター 菊地 龍也

中性子準弾性散乱法は、物質中の原子や分子の拡散運動の速さ(時間)と大きさ(空間、距離、範囲)の両方について調べることができる手法です。拡散は、液体中の原子と分子の運動だけでなく、イオンやプロトン伝導材料の機能を決定している固体中の水素やイオンの移動現象に関わっています。また、生体物質周りの原子や分子、イオンの拡散は、その機能発現

メカニズムに大きく関わっています。中性子準弾性散乱法は、材料や生体物質の基本機能の研究に非常に有用な方法ですが、データ解析が難しく、拡散モデルの仮定から、実験データのフィッティング、解析結果の検証という手順を辿ります。満足な結果が得られない場合は、最初の手順に戻り、拡散モデルから考え直さなければならないという問題がありました。このようなデータ解析の困難さから、中性子準弾性散乱は一部の研究者のみが行っている敷居の高い測定法であるというのが実情でした。

このような状況を解決するため、著者らは、モデルを仮定しないで済む(モデルフリーの)解析法を開発しました。この解析法では基本的な拡散原理のみを使用するので、拡散過程(モデル)を仮定し、結果が妥当でないときにモデルを考え直す必要がありません。物質の拡散過程は、単純な拡散現象の集合体として扱い、解析結果は、時空間における緩和時間の強度分布 $B(Q, \Gamma)$ という形で得られます。この分布関数をMode distribution function (MDF、緩和モード分布関数)、また、解析法自体をMode distribution analysis (MDA、緩和モード分布解析)と名付けています。このMDFの計算には最大エントロピー法という情報理論に基づいた方法を使用しています。このMDFを見渡すことから、どのような拡散過程がいくつあるのか理解することができます。また、これまで、モデルの仮定によって排除されてしまっていた、あるいは、見落とされていた、新たな拡散過程(モード)の発見にもつながることが期待されます。

図1はJ-PARCのAMATERAS分光器で測定した室温での水の測定結果です。この結果に新しい解析法を適用すると図2に示すMDFが得られます。このMDFから、3つの拡散モードの存在とそれらの特徴が明らかになりました。この中の中間的な速度の拡散現象は本解析法によるMDFの導出によって初めて発見されたモードです。このように水の拡散現象の全容解明につながる重要な結果が得られつつあります。この新しい解析法が、材料や生物を含む広い分野で、皆さんの中性子準弾性散乱へのチャレンジの、また、物質の機能の理解(拡散研究)の大いなる一助となるものと期待しています。中性子準弾性散乱や、拡散現象、AMATERASに興味を持たれた方はいつでもご相談ください。

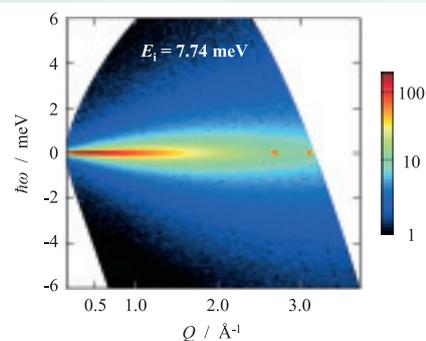


図1 AMATERASで測定した室温の水の $S(Q, \omega)$ スペクトル

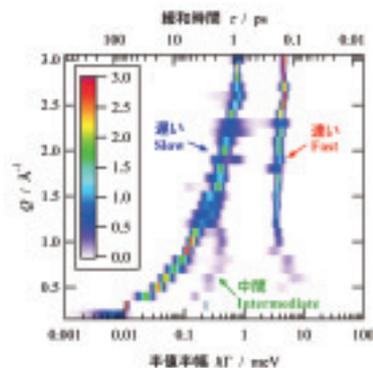


図2 新解析法による室温の水の解析結果 $B(Q, \Gamma)$ 3つの拡散モード(遅い、中間、速い)の特徴が明確

工学材料回折装置「匠」における集合組織測定システムの開発

JAEA ステファヌス ハルヨ、徐 平光、相澤 一也
CROSS 伊藤 崇芳

実用材料では、その製造過程および使用中に塑性変形を受けることによって集合組織が発達することがあります。集合組織の存在は材料の機械的特性や、場合によっては機能に影響します。中性子では、その透過能が大きいことを活かしてバルク全体の集合組織を測定できるという利点があります。

J-PARC/MLFの工学材料回折装置「匠」では、これまで鉄鋼材料のひずみ測定や昇温過程のその場観察などが行われてきました。パルス中性子源および飛行時間法回折装置を利用すると、複数の回折ピークを同時に測定することが可能で測定効率が高いです。著者らは、「匠」による集合組織測定システムを構築するためにハードウェアとソフトウェアを開発し、その実証実験を多相複層鋼板を用いて行ないました。

試料はオーステナイトとマルテンサイトの多相複層鋼板で、大きさは $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ です。測定において「匠」に常設されている試料テーブル上にオイラークレドールを設置し、図1に示すような配置で、試料を中性子ビームに完浴させて行いました。1/4極点図作成のために、 χ 軸回転を20度おきに5点、 ϕ 軸回転を15度おきに7点の合計35回測定しました。実験時のMLFの出力は200kWであり、1点当たりの測定時間は60秒です。測定データは、新たに開発したソフトウェアによって極点図用のデータに変換処理しました。このソフトウェアでは、MLFの標準的な粉末回折解析ソフトであるZ-Rietveldを利用して各回折ピークの積分強度などを求めます。得られた複数のhklの1/4非規則グリッド極点図を規則化した後、LaboTexを用いて方位分布関数(ODF)計算を行いました。

図2に4台の中性子回折実験装置で測定された多相複層鋼板内の $\phi_2=45^\circ$ セクションでのマルテンサイトのODF結果を示します。(b)が今回測定した「匠」での結果であり、(a)はJRR-3のRESA-2により同じ試料を測定した結果です。「匠」での測定結果は、定性的にはRESA-2とほぼ同じ結果であり、測定方法およびデータ処理システムの妥当性を確認できました。

また、LANSCCEのHIPPOおよびISISのGEMで測定された結果ともよく一致しています。

この一連の測定では $0.10 \text{ nm} < d < 0.25 \text{ nm}$ の範囲の回折線を同時に測定しました。今回の実験では試料回転を手動で行ったために、全体では1.5時間かかりましたが、予定されているJ-PARCの出力増強(1MW:約5倍)や、測定の自動化ならびに測定点数の最適化により、測定時間をさらに大幅に短縮できます。今回は2相材料を用いてZ-Rietveldによる解析を行いました。今後、市販のX回折装置のような単相材料を対象とした簡易的でスピーディな測定法も開発する必要があると考えています。

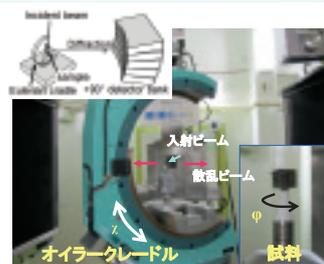


図1 オイラークレドール周辺の構成および配置

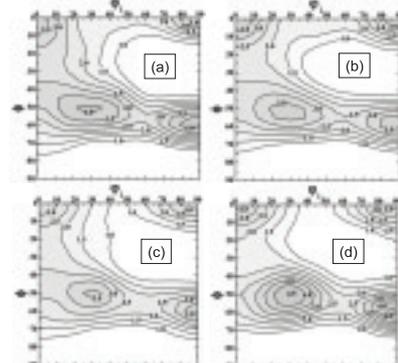


図2 4台の中性子回折実験装置で測定された多相複層鋼板内の $\phi_2=45^\circ$ セクションでのマルテンサイトのODF分布 ((a)RESA-2:角度分散法、(b)「匠」:飛行時間法、(c)HIPPO:飛行時間法、(d)GEM:飛行時間法)

高分子の繊維構造(シシケバブ構造)の精密解析

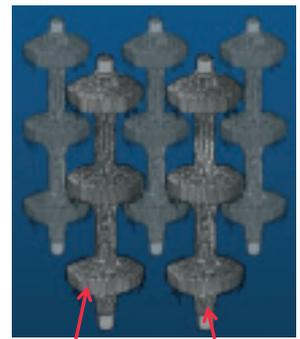
山形大学 松葉 豪、富田 直人
 京都大学 西田 幸次、金谷 利治

高分子材料は、プラスチックや繊維など生活の中の幅広いところで使われています。なかでも、繊維は衣服や繊維材料として太古の昔から私たちの生活を支えているだけでなく、高強度材料である繊維強化プラスチックなどにも用いられています。現在では、高強度で高弾性率な繊維材料の開発を目的として、繊維構造の精密解析が行われています。その結果、「シシケバブ構造」と呼ばれる非常に特徴的な構造であることが明らかにされました(図1)。シシケバブ構造は、延伸鎖晶からなる「シシ構造」と、シシ構造の周りにエピタキシャル的に成長したラメラからなる「ケバブ構造」からなっています。

本研究では、高分子の分子量の変化によってシシケバブ構造がどのように変化するかを小角中性子散乱を用いて明らかにしました。試料として、分子量が200万から5.8万までの5種類のポリエチレンと重水素ポリエチレン(分子量60万)を、重量比3:97で混合させて、125℃にて8倍に延伸させたフィルムを用いました。測定にはJRR-3の小角散乱装置SANS-J-IIを用いて、広い空間スケールでの測定を行いました。その結果を図2に示します。フィルムの延伸方向はすべて縦方向です。それぞれ、上段はフォーカシングレンズを用いた極小角中性子散乱像、中段はカメラ距離10 m、下段はカメラ距離2.5mの条件での中性子散乱像です。分子量が低い成分ほど、高い散乱ベクトル領域、すなわち10 nm程度の配向構造が出現していることが分かります。精密に解析することによって10 nm程度の配向構造は、分子量

の低い方が出現しやすい、すなわち「伸びやすい」ことが分かりました。一方、100 nm以上の構造については、分子量依存性はほとんど認められません。このことから、試料中のミクロン程度の大きさを有する配向構造は分子量に関してはほとんど独立であることが示されました。

本研究は原子力機構が推進している先端研究施設供用促進事業「研究用原子炉JRR-3の中性子利用による施設供用促進」の平成22年度の課題として実施したものです。関係者の皆さまにこの場をお借りして感謝申し上げます。



ケバブ: 折り畳み鎖ラメラ結晶
 シシ: 伸張鎖結晶

図1 シシケバブ構造の模式図

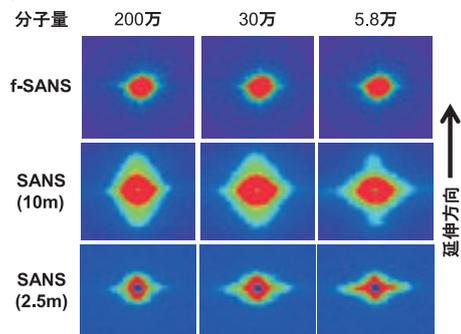


図2 2次元中性子散乱像

流動場における結晶性高分子の構造形成に関する研究

住友化学株式会社 柳澤 正弘、桜井 孝至
 日本原子力研究開発機構 橋本 竹治、山口 大輔、能田 洋平

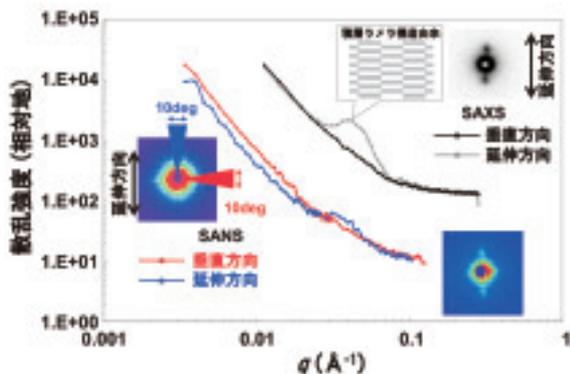
結晶性高分子であるポリエチレン(PE)やポリプロピレン(PP)は、包装や家電、自動車など多くの産業分野で利用されています。こうした多様な用途に柔軟に対応できる背景には、PEとPPが加工条件に依存して形成する高次構造の多様性と分子構造分布の多様性があります。PEとPPの分子構造分布と高次構造、物性との関係を加工条件も加えて定量的に明らかにすることは、優れた材料の開発を効率的に行ううえで重要な分析課題です。

中性子小角散乱法(SANS)は、分子構造分布中の任意の成分を標識することにより、その成分の高次構造中での空間分布や形態を評価することができます。そのため、各成分が構

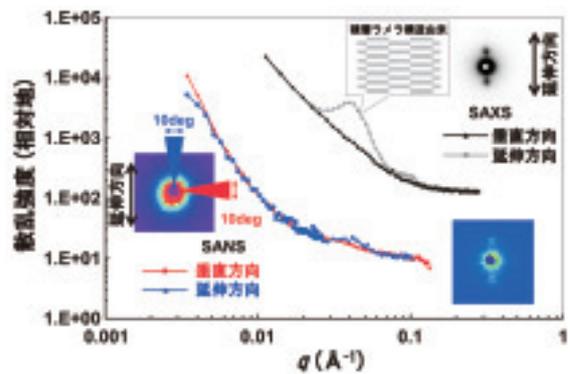
造形成や物性発現時に果たしている役割に関する情報を得ることができます。これは他の分析法では得難い特長の一つです。

高分子量成分、または、低分子量成分を水素化PPで標識した以外は、等しい分子構造分布を有する重水素化PP溶融延伸フィルムのSANSおよびX線小角散乱(SAXS)プロフィールを図1に示します。SAXSでは両者に相違は認められませんが、SANSでは高分子量標識試料の小角領域において散乱に強い異方性があります。一方、低分子量標識試料では等方的な散乱になっています。これは、高分子量成分と低分子量成分とではフィルム中での空間分布が異なっていることを示しています。

今後、in situ測定などにより、構造形成時や物性発現時の各成分の空間分布と形態の変化や役割の詳細が明らかにされ、優れた加工性や物性を有する材料開発のための分子構造分布の設計に役立つ知見が得られることを期待しています。



(a) 高分子量標準試料



(b) 低分子量標準試料

図1 PP溶融延伸フィルムのSANSおよびSAXSプロフィール

●茨城県BL

アイソトープ置換によるLiCoO₂の結晶構造

茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター
佐久間 隆

平成21年度から11社の参加を得てLiイオン電池材料の構造解析に関する共同研究を立上げ、茨城県のプロジェクト枠を利用して、LiCo_{1/3}Ni_{1/3}Mn_{1/3}O₂、LiMn₂O₄、LiFePO₄など合計10種類の標準電池材料について中性子回折測定を行いました。これらの材料のデータ解析を茨城大学で行うとともに、参加各社においても詳細な解析を進めています。

天然Li原子は、7.5%の⁶Liと92.5%の⁷Liで構成されています。⁶Liは大きな中性子吸収断面積(σ_a=940/10⁻²⁴cm²)を有するため、通常より長い測定時間を必要とします。この吸収の影響と測定時間との関係を調べるため、LiCoO₂(Li: natural)と⁷Liで置換した⁷LiCoO₂を作製し、iMATERIAを用いて同一条件下での測定を行いました。図1に得られた回折プロファイルを示します。⁷LiCoO₂は、純度99.9%のCo₃O₄とMin99at%⁷Liの⁷Li₂CO₃から合成しました。⁷Liで置換した試料の場合は、天然Liに比べ、ほぼ半分の時間でLi化合物の測定が可能であることが分かります。

中性子回折データをZ-Rietveldにより解析した結果を表1に示します。酸素原子の位置などに少し差が生じていますが、LiCoO₂と⁷LiCoO₂はほぼ同一の格子定数、原子位置、熱振動因子を有することが分かります。

Li電池材料の構造解析を行う場合、Liをすべて⁷Liに置換することは、材料の純度や価格などの点で難しい状況にあります。J-PARCの加速器の出力が上がると、1試料あたりの測定時間が短縮されるため、天然Liを⁷Liで置換する必要性

は小さくなると予想されます。

中性子回折実験に利用した試料の作製およびデータ解析にご協力いただいた茨城大学香蓮氏に感謝致します。

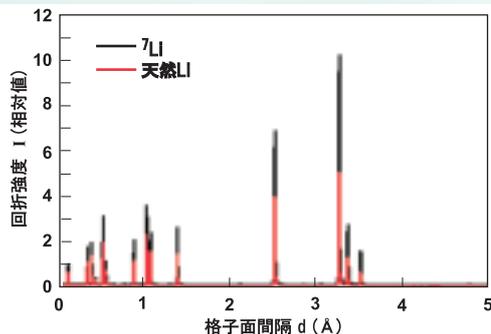


図1 iMATERIAによるLiCoO₂と⁷LiCoO₂からの回折パターン

表1 Z-Rietveld解析結果

空間群: *R-3m* (No. 166-1)

	LiCoO ₂	⁷ LiCoO ₂
Li	3a 0 0 0	3a 0 0 0
Co	3b 0 0 0.5	3b 0 0 0.5
O	6c 0 0 0.222(3)	6c 0 0 0.235(2)
<i>a</i> (Å)	2.815667(2)	2.815728(2)
<i>c</i> (Å)	14.05943(3)	14.05916(2)
<i>B</i> _{Li} (Å ²)	0.790(7)	0.787(5)
<i>B</i> _{Co} (Å ²)	0.127(4)	0.136(3)
<i>B</i> _O (Å ²)	0.222(3)	0.235(2)
<i>R</i> _{WP} (%)	5.98	5.82
<i>S</i>	2.36	2.73

●トライアルユース制度

磁気デバイス用交換結合膜における界面磁気構造の中性子反射率による解明

株式会社富士通研究所 淡路 直樹、野村 健二、土井 修一

パソコンのハードディスクなどの磁気記録デバイスでは、記録情報の読み出しに用いる磁気ヘッドに交換結合膜が用いられています。この膜は強磁性膜と反強磁性膜を積層したもので、その界面に存在するピン止めされた磁性電子により、強磁性膜の磁気ヒステリシスの中心をゼロ磁場から一方向にシフトさせ、ノイズに強い読み出しを行います。記録密度の向上にはシフト量が大きく、厚さが薄い交換結合膜が必要になります。通常の磁気測定では、磁気ヒステリシスのシフト量は測れますが、ピン止めの効果が交換結合膜の界面付近でどのように分布しているかを測定することはできませんでした。実験では、熱処理条件および膜厚を変えた、磁気異方性が異なる4種類のMnIr/CoFe交換結合膜を、JRR-3偏極中性子反射率装置SUIRENにより測定しました。実験では、磁場を垂直方向に印加し、試料のピン止め方向を水平に配置して、入射ビームがup(+)とdown(-)スピンおよび、反射スピンのupとdownスピンの4種類の反射率R₊₊、R₋₋、R_{+}}、R_{-}}を測定しました。もし、試料中に水平方向にピン止めされたスピンがあると、その磁場により中性子は垂直方向から歳差運動するため、スピンの反転する成分が生じます。反射率を解析すると、膜中の磁化が垂直(磁場)方向に向いた成分とピン止めによる水平方向成分からなる磁化ベクトルの膜中での深さ依存性が分かります。

図1は4試料の磁化ベクトルの方向を、垂直を基準にした回転角で表したものであり、交換膜界面からの距離Zが小さい部分で、大きいピン止め効果があることが分かります。

また、標準サンプルA、Bに比べ、高温熱処理サンプルC、Dでは3nm以下の位置において、ピン止めが強くなっていることが分かりました。これから、高温熱処理では界面での合金化が進み、それに伴って固着スピンの分布領域が増え、大きなピン止め効果が生じたことが分かりました。

本研究は、トライアルユース制度を利用して行いました。課題申請に当たり、放射線利用振興協会の石井慶信様および、データ解析においてはJAEAの武田全康様にお世話になりました。この場を借りて感謝申し上げます。

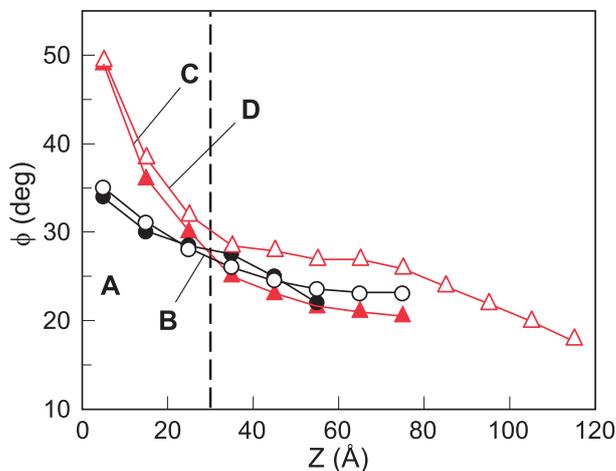


図1 強磁性膜中の磁化ベクトル回転角の膜厚依存性 (Zが0の位置がMnIr界面。破線より界面に近い領域で回転角が大きく異なっている)

研究会活動報告

●薄膜・界面研究会

9月3日(月)に研究社英語センター大会議室において、茨城県中性子利用促進研究会の有機材料開発研究分科会、J-PARC/MLF利用者懇談会のソフトマター・反応分科会、および、CROSS東海と共催で研究会を開催しました。中性子反射率の基礎の講義に始まり、2

件の応用事例の紹介と、J-PARC/MLFに整備された2台の水平型および垂直型反射率計の装置概要と界面の解析事例の紹介がありました。58名の参加者があり、活発な議論と装置利用に関する意見交換がありました。

セミナー開催報告

地域産業向けセミナー

●中性子産業応用セミナーin大阪

8月8日(水)に大阪科学技術センター小ホールにおいて、協議会と茨城県、CROSS東海が主催し、兵庫県、原子力機構、および、J-PARCセンターが共催し、SPRING-8利用推進協議会とひょうご科学技術協会が協賛して、「中性子産業応用セミナー in大阪」を開催しました。J-PARCと共用法装置の概要に始まり、茨城県BLの現状紹介と、産業利用に適したJ-PARCとJRR-3の実験装置の紹介、さらには、放射光と中性子を高温超電導線の開発に適用した産業応用事例の紹介がありました。52名の出席者があり、活発な議論がありました。



出前セミナー

●三井金属鉱業セミナー

7月27日(金)に埼玉県上尾市にある三井金属鉱業(株)総合研究所において、茨城県ならびにCROSS東海と共催で「中性子の産業応用セミナー」を開催しました。中性子の基礎、粉末構造解析、小角散

乱など6件のテーマで中性子の産業応用について紹介しました。出席者は28名で中性子利用に関して多くの質問がありました。

●住友化学セミナー

8月9日(木)に大阪市にある(株)住友化学有機合成研究所において、茨城県ならびにCROSS東海と共催で「中性子の産業応用セミナー」を開催しました。粉末構造解析、小角散乱、反射率法、非晶質材料の構造解析、非弾性散乱など9件のテーマで中性子の産業応用について紹介しました。出席者は17名で中性子利用に関して多くの質問がありました。



お知らせ

●第4回MLFシンポジウム・茨城県BL平成23年度成果報告会

日時：平成24年10月10日(水)～11日(木)

場所：日本科学未来館

J-PARCセンター(JAEA/KEK)と茨城県、CROSS東海が主催し、中性子産業利用推進協議会やJ-PARC/MLF利用者懇談会などが共催し、日本中性子科学会や日本機械学会などが協賛して開催します。

従来はMLFシンポジウムと茨城県成果報告会は別々に開催していましたが、より多くの産業界の皆さまに学術成果から産業応用までの幅広い成果を聴いていただくために、本年は合同で開催することにしました。是非多くの会員企業の皆さまにご出席いただき活発な議論をお願い致します。

●非破壊検査・可視化・分析技術研究会平成24年度第1回研究会

日時：平成24年11月9日(金)13:30～17:30

場所：研究社英語センター大会議室

中性子産業利用推進協議会や茨城県、CROSS東海、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催し、SPRING-8利用推進協議会が協賛して「動き出したJ-PARCパルス中性子による可視化・分析」をテーマに開催し

ます。中性子を用いた可視化・分析技術の動向についての報告のあと、非破壊検査・可視化・分析技術の最近のトピックスを2件、J-PARCにおける可視化・分析技術の展開について3件の講演を予定しています。

●第6回ソフトマター研究会

日時：平成24年12月21日(金)13:00～17:30

場所：研究社英語センター大会議室

中性子産業利用推進協議会や茨城県、CROSS東海、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催し、SPRING-8利用推進協議会が協賛して「高分子を中心としたソフトマテリアルの構造研究におけるJ-PARC積極的

有効利用法を探る」をテーマに開催します。中性子を利用した高分子の構造解析に関する3件の話題提供のあと、様々な手法のシンクロナイゼーションによる高分子としてのタンパク質の構造解析について議論し、最後に高分子とJ-PARCの関わりに関するパネルディスカッションを行う予定です。

中性子産業利用推進協議会 季報【12年・秋】Vol.16

発行日 2012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/