

CONTENTS

P2 研究会の紹介 P2-3 中性子実験装置の紹介 P4 J-PARC/MLFの2013Aにおける課題採択状況 P5-7 研究トピックス P8 お知らせ

魅力あるサイエンスと大強度中性子検出器

原子力機構・J-PARCセンター 曾山 和彦

大強度陽子加速器を用いたパルス中性子実験施設建設の機運が次第に高まっていた2000年頃、のちのJ-PARC/MLFで展開される魅力溢れるサイエンスが議論される一方で、その実現のためのキーテクノロジーである中性子検出器の議論が始まっていました。

2001年にベルリンで開催された位置敏感型中性子検出器の国際ワークショップでは、MW級の大強度パルス中性子実験において検出器が満足すべき厳しい性能が議論され、これを契機に国内でも中性子実験装置研究者と検出器研究者の間で情報交換が重ねられました。例えば、生体タンパク質の水素の位置を見たいという、茨城大学の新村先生らが提案した単結晶回折計の検出器は、試料を4πで囲み、中性子位置を2次元、1mm分解能、高効率、低ノイズ、しかも安価にしたいという厳しい要求でした。従来のイメージングプレートや、CCDカメラなどではその要求に応えることは困難で、新しいシンチレータ検出器やガス検出器の開発が始まりました。当時、東大の中澤先生(故人)の言葉を御借りすれば、「新しいシンチレータ材料開発は1,000に3つ」という難しいものでした。その言葉通り、

片桐氏(元原子力機構)らがほぼ10年間かけて、1,000種以上のシンチレータ材料を試作するなかで新しいシンチレータ材料の開発に成功しました。従来のZnS/LiFの光量をほぼそのままに残光特性を改善した新しいシンチレータは、検出器の位置および時間分解能を画期的に向上させ、iBIX検出器の成功につながり、さらに、中村氏らのSENJU (BL18) 検出器につながりました。また、凶らずもヘリウム3ガス不足問題によって代替検出器の有力候補として国際的にも注目されています。

今、MLFが1 MWに向けて出力を上昇させてゆく中で、検出器などのデバイスは、キラリと光るサイエンスとテクノロジーの研究成果を産み出すための施設の要です。昨年8月には米国DOEも中性子・X線検出器ワークショップを開催し、大強度中性子の検出と産み出される莫大なデータ処理の重要性、持続的なリソース投入の必要性を指摘しています。

幸い日本は、中性子検出器の分野で世界をリードしており、今も幾つもの優れた検出器開発グループが中性子の新しい利用を目指して活動を続けています。

デバイスの目指す方向を決めるのはサイエンスとテクノロジーです。是非、今後も魅力あふれる研究の夢について語ってください。

踏み出す勇気

日東電工株式会社 宮崎 司

季報「四季」の巻頭言の執筆という、能力を越えた大役をおっちょこちょいにもお引き受けしました。ただ日頃より、勇気をもって大役をお引き受けするのたまには悪くない、と思っています。

弊社では未だJ-PARCでの実験経験はありませんが、私の中性子との付き合いはそんなに短くはありません。14～15年前、そのころ抱えていた課題を解決するため、中性子の利用を検討しました。いろいろな学会や会合に飛び込んで、偉い先生とも議論をさせていただきました。中性子の産業利用を促進することを目的として、当時の日本原子力研究所が三菱総研に委託して運営した「中性子産業応用フォーラム」という会合からお声がかかりました。有名企業の「…部長」や「…研究所長」の中に混じって30半ばの私がおっちょこちょいにもメンバーに加わっていました。その後も苦勞をしてJRR-3を使った実験をしましたが、「中性子実験はなかなか大変」というのが実感でした。東海村からの帰りの新幹線で

は徒勞感だけが残っていたことを思い出します。しかし、社内的には何の影響もない人間ではあるけれど、社外に出れば世界最先端の施設を使った実験をし、有名な先生や企業のそうそうたる人と議論もする。この時の経験は自信を失いかけていた一人の駆け出しを救い、技術者にとって世間レベルを意識することの大切さを教えてくれました。

「中性子への恋」に破れた私はその後、心の寂しさを紛らわすように放射光に傾倒しました。企業グループの専用ビームライン計画に参画し、今は弊社の実験グループを率いてようやくある程度の成果が出始めた矢先ですが、ここまで来られたのは中性子での経験があったからと感謝しています。最近、放射光の実験が一段落すると、またぞろ「おっちょこちょい」の虫が頭をもたげ、中性子の利用を模索し始めました。しかし、2度目の挑戦の主役は、間違いなくずっと若い人々であり、その経験は彼らを技術者として大きく飛躍させてくれるでしょう。踏み出す勇気があれば中性子はきっとそれに応えてくれるはずです。

研究会の紹介

有機・高分子材料中性子構造解析研究会

豊田工業大学 田代 孝二
理化学研究所 橋爪 大輔

平成25年度から新しい研究会として「有機・高分子材料中性子構造解析研究会」を発足させることになりましたので、ご紹介させていただきます。

高分子材料に関しては、平成24年度までソフトマター中性子散乱研究会(主査:金谷利治京都大学化学研究所教授、副主査:田代孝二豊田工業大学教授)が精力的に活動してきました。茨城県生命物質構造解析装置iBIXは主としてタンパク質の結晶構造解析を目的として整備されましたが、有機分子や高分子の構造解析にも適した装置です。タンパク質結晶構造解析に関しては中性子生物構造学研究会が活動していますが、有機分子や高分子に関わる研究会活動は、上記のソフトマター中性子散乱研究会の中で行ってきました。iBIXの単結晶構造解析機能を活かし、新しい機能や性能を有する有機・高分子材料の開発を促進するためには、ソフトマター中性子散乱研究会とは独立した、有機・高分子材料を対象とした研究会を新たに立ち上げることが必要と考えました。そこで、新たに有機・高分子材料中性子構造解析研究会を立ち上げました。

本研究会の主査は田代孝二豊田工業大学教授、副主査は橋爪大輔理化学研究所専任研究員です。幹事には産業界から、柏木立己味の素(株)主任研究員と鎌田洋平(株)クラレ主任研究員に就いていただきました。

有機金属錯体による低分子活性を明らかにするために中性子で構造を解析した例を図1に示します。TiやLuのような重金属の周辺の水素原子位置を高精度に解析できています。

本研究会では、iBIXを利用して機能性有機分子や金属錯体などの構造と物性や機能との関係を解明し、新しい材料開発を目指すとともに、産業界に中性子単結晶構造解析に基づく有機・高分子材料に関わる研究者・技術者を育成することにより、有機材料分野における中性子の産業利用を促進したいと考えています。関係する産業分野の多くの企業の皆様に本研究会に積極的に関与していただき、活動成果を製品に繋げていただきたいと思います。

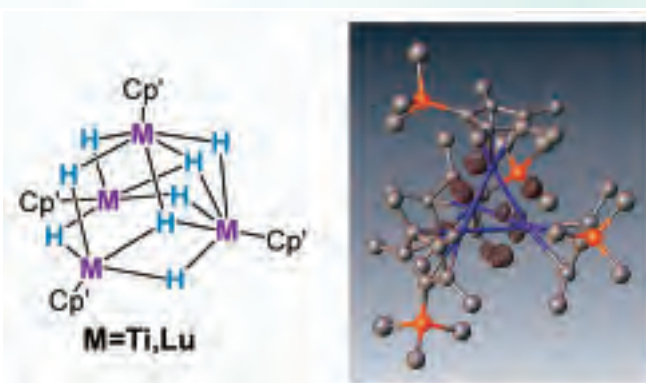


図1 中性子による金属錯体の構造解析例

中性子実験装置の紹介

●J-PARC/MLF

BL02「ダイナミクス解析装置(DNA)」

(一財)総合科学研究機構 東海事業センター 柴田 薫

J-PARC/MLF中性子源 BL02ビームラインに設置されているダイナミクス解析装置(DNA)は、タンパク質や高分子の運動、機能性材料中の原子・分子の運動、原子が持つ磁性の変化などを測定することを目的に設置された世界的にも注目されている装置です。図1にDNAにおける測定概念を示します。

J-PARCセンターの中性子利用セクションは、装置の一部である結晶アナライザーを独自開発し、試料で散乱され

た中性子を検出器へ反射させるための単結晶シリコンウェハと、それをアルミ製球面ミラーに貼りつける接着剤の間に中性子吸収材を挟むことで、接着剤やアルミ製球面ミラーからの余分なノイズを減少させました。また、神戸製鋼所と共同開発した高性能高速ディスクチョッパーは、素材に炭素繊維強化プラスチック(CFRP)を用いることにより300Hzの高速回転を実現しました。

J-PARCセンターとCROSSが連携して性能試験を行った結果を図2に示します。横軸は照射された中性子と試料との間で授受されたエネルギーの量を示します。エネルギーの授受がない(エネルギー遷移0meV)時のピーク幅

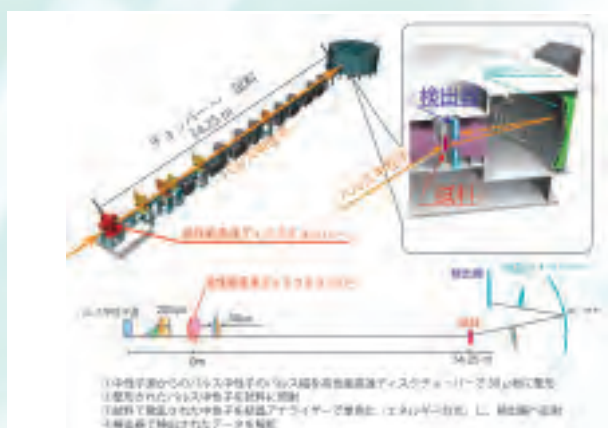


図1 ダイナミクス解析装置(DNA)における測定概念図

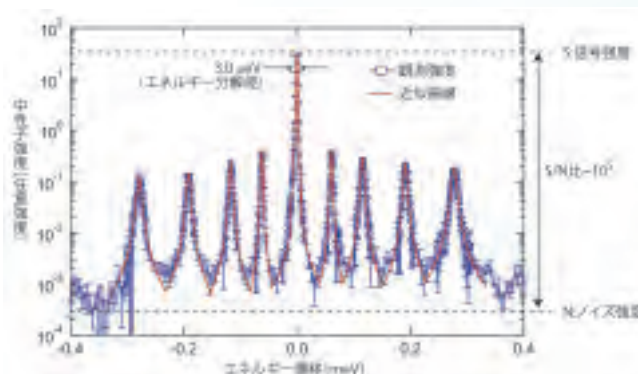


図2 高分解能と低ノイズを確認したデータ

が狭いほどエネルギー分解能が高いことを示します。また、中性子強度のピーク値と最低値の比が大きいほどS/N性能が高いことを示します。この実験データからはエネルギー分解能 $3.0\mu\text{eV}$ 、S/N比約 10^5 という結果が得られました。試料は γ -ピコリンN-オキシドです。これにより、これまで困難とされていた溶液中のタンパク質の測定が可能となり、

より生体に近い状態で、生命現象の根源となるタンパク質の運動を分子・原子レベルで観測することが可能となります。また、蓄電池に用いられるLiのような非水素系材料の伝導イオンの動きを直接観測することが可能となるため、Li電池の性能向上にも貢献が期待されます。BL02「DNA」のご利用については柴田 薫(k_shibata@cross.or.jp)までご相談ください。

●ミュオン

「中性子」から「中性子+中間子」へ、ミュオン素粒子を用いた材料解析

山梨大学 鳥養 映子
J-PARCセンター 三宅 康博
(株)豊田中央研究所 杉山 純

ミュオンは、質量が陽子の約1/9 (電子の約200倍)、電荷が ± 1 、スピンが $1/2$ 、寿命が $2.2\mu\text{s}$ の素粒子です。素粒子というと「全然関係ない!」と思われる方が大半ですが、実は皆さんの体を1晩に100万個近いミュオンが透過しています。これは大気上層から宇宙線として降ってくる粒子の大部分がミュオンだからです。残念ながら、宇宙線ミュオンは余りに高エネルギーなので、通常の厚さの物質内に止めることは困難です。しかし、その高い透過能を利用して、火山内部のマグマ観察や溶鉱炉内の耐火煉瓦の寿命予測に使われています。測定原理は、X線や中性子のラジオグラフィと同様です。

より扱いやすいエネルギーのミュオンは、シンクロトロンやサイクロトロン型の加速器で加速した高エネルギーの陽子をターゲットであるグラファイトに打ち込んで生成されます(図1)。日本では高エネ研で世界初のパルス状のミュオンビームが生成され、次いで英国のラザフォード・アップルトン研究所(RAL)内にある理研施設でビーム強度が飛躍的に強化され、さらにJ-PARCのMLFにて世界最高強度のパルス状ミュオンビームが得られるようになりました。この大強度ミュオンビームを利用して、種々の分野への応用が展開されようとしています。図2にJ-PARC/MLFに整備されたD1ミュオン実験装置の外観写真を示します。本号ではミュオンを利用した物質生命科学分野の材料解析法を概説します。

ミュオンを利用した材料解析で最も一般的なのは、 $+1$ の電荷を有する正ミュオンを用いる「ミュオン・スピン回転緩和共鳴(μSR)法」と呼ばれる手法です。これはミュオンのスピン、つまり磁石の向きがミュオン自身の進行方向と反平行にある程度揃っているという性質を利用します。この性質は、パリティ対称性の破れ(鏡像が等価でない)という素粒子世界でのみ起こる不思議な現象に起因しています。この現象の発見に対して、1957年にノーベル物理学賞が贈られています。特にミュオンのエネルギーを選択することにより、ミュオン・スピンの運動量と完全に反平行に揃った「100%偏極したミュオンビーム」が、各施設で供給されています。このような磁石の方向の揃ったビームを使うと、零磁場中でも物質内部の磁性を調べることができます。さらに都合の良いことに、 μSR は電子の作る数テスラ($1\text{T}=10,000\text{G}$)程度の磁場から、原子核の作る数G程度の磁場まで検出できます。つまり $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ のような磁石の内部磁場から、HやLiのような核磁場を有する元素の状態や運動までを観測できます。

測定原理が似ている核磁気共鳴や電子スピン共鳴では、数Tという大きな磁場を試料に印加します。このため磁場のない状態のことが良く分かりません。

また、小さな磁場を印加して、核磁場の影響を排除するといったマニアックな操作を行えません。これは磁性元素の共存する物質内での、軽元素の状態や運動を解析できるという μSR の特長につながります。

-1 の電荷を有する負ミュオンを用いた、「ミュオン触媒核融合」や「軽元素の組成分析」も研究されています。どちらも負ミュオンが物質内で重い電子として振る舞う性質を利用します。特に後者では、通常の蛍光X線分析では検出困難な軽元素(ただしH以外)を定量できます。

極めて雑駁な説明ですが、ミュオンを用いた材料解析に興味を持っていただけると幸いです。なお、ミュオン発見当初はミュオンが中間子に分類されていたことと、ミュオン生成の際に実際にパイオンという中間子を経由するので、現在でもミュオンを「中間子」とも呼んでいます。連載を通して、J-PARCやRALでは「中性子のみならず中間子も使える」こと、また「中間子も有用そうなこと」を理解いただけると幸いです。

次号から以下のようなトピックについて解説します(順不同)。

- 1) 宇宙線ミュオンによる大型産業機器の内部探索
- 2) 半導体中の水素(μSR)
- 3) 錯体系水素貯蔵材料(μSR)
- 4) 非破壊元素分析(負ミュオン)
- 5) 固体内イオン拡散(μSR)
- 6) 生体物質中の電子伝達(μSR)
- 7) 合金中の格子欠陥(μSR)
- 8) スピントロニクス(μSR)
- 9) ミュオン触媒核融合(負ミュオン)

なお、ミュオン実験課題を申請される方は、課題申請書を作成する前に、J-PARCミュオンの三宅康博教授(yasuhiro.miyake@kek.jp)、高エネ研ミュオンの門野良典教授(ryosuke.kadono@kek.jp)、理研岩崎先端研の岩崎雅彦主任研究員(masa@riken.jp)の何れかにご相談いただきますようお願いいたします。



図1 ミュオンビームの作り方



図2 D1実験装置の外観

J-PARC/MLFの2013Aにおける課題採択状況

J-PARC/MLFの2013年度上期(2013A)一般課題公募においては、一般利用で196件の申請があり、150件が採択されました。産業界では16件が採択されました。成果専有課題の申請は2件ありました。茨城県BLにおいては、2件の成果公開での課題申請と4件の成果専有での課題申請がありました。CROSS東海が管理する共用法装置におけるトライアルユース制度では産業界から5件の申請がありましたが、そのうち1件は前倒しで2012Bに実施され、2013Aでは4件が採択されました。2013Aにおける採択件数は合計で176件です。

茨城県BLとトライアルユース制度を含むJ-PARC/MLFの産業利用採択課題の合計は28件で、そのうち成果専有での利用は6件です。2013Aにおいて採択された産業利用課題を表1に示します。なお、海外から採択されたうちの1件は産業利用です。

図1には2013A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15.9%であり、2012Bの25%からさらに低下しました。これは茨城県の材料構造解析装置iMATERIAについては随時課題で申請しようとしていることが理由と推定されます。図1右に装置別の分類を示します。大強度型中性子小中角散乱装置「大観」が13.6%で最も高く、iMATERIAの9.1%を初めて超えました。残留応力測定装置「匠」は9.7%でこれまで最も採択率が高かったiMATERIAに近づいて来ました。ソフト界面解析装置(水平型反射率計)「SOFIA」と低エネルギーチョッパー装置がともに8.5%と定常的に利用されるようになりました。

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。2013Aまでに862件の課題が採択されていますが、産業利用が32.2%、大学利用が36.1%と逆転しました。

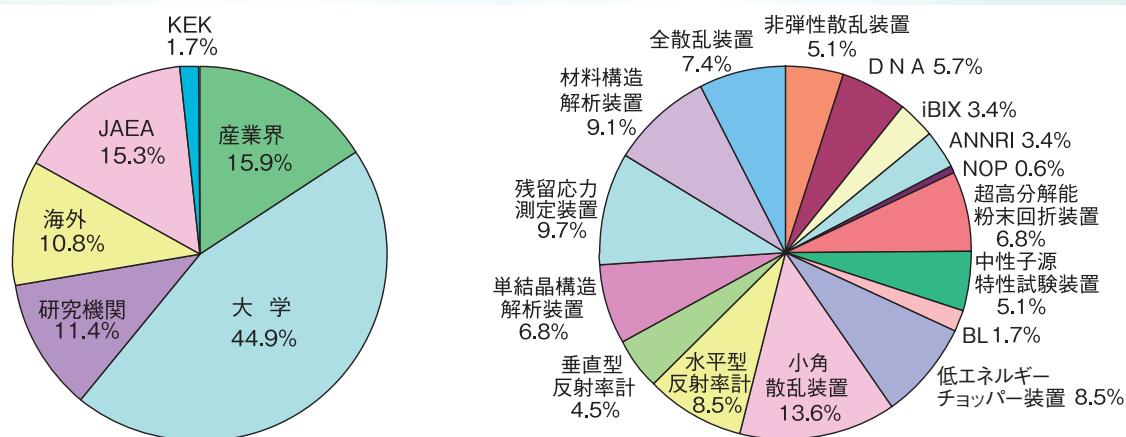


図1 2013Aにおける採択課題の申請元分類と装置別利用状況

表1 2013A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
BL08 超高分解能粉末回折装置「SuperHRPD」	J-PARC 一般公募	岩井広幸	ノリタケカンパニー
BL10 中性子源特性試験装置「NOBORU」		今川尊夫	日立製作所
BL15 大強度型中性子小中角散乱装置「大観」		玉置昌義	玉置記念研究所
		雨宮一樹	トヨタ自動車
		久米卓志	花王
		八木康洋	日立化成
		杉浦崇之	デンソー
BL16 高性能試料水平型中性子反射率計「SOFIA」		平野辰巳	日立製作所
		野田実希	住友ベークライト
		鈴木卓也	三菱化学科学技術研究センター
		佐々木裕	東亜合成
		濱松 浩	住友化学
BL19 工学材料回折装置「匠」		丹治範文	花王
		本橋裕之	東京ガス
	鈴木環輝	新日鐵住金	
	王 昀	日立製作所	
BL20 材料構造解析装置「iMATERIA」	茨城県 一般公募	笹川哲也	東芝
		野崎 洋	豊田中央研究所
BL02 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	原 洋樹	アイシン精機
BL15 大強度型中性子小中角散乱装置「大観」		増田健一	クレハ
BL17 垂直型中性子反射率計「SHARAKU」		南部宏暢	太陽化学
		江畑研一	旭硝子

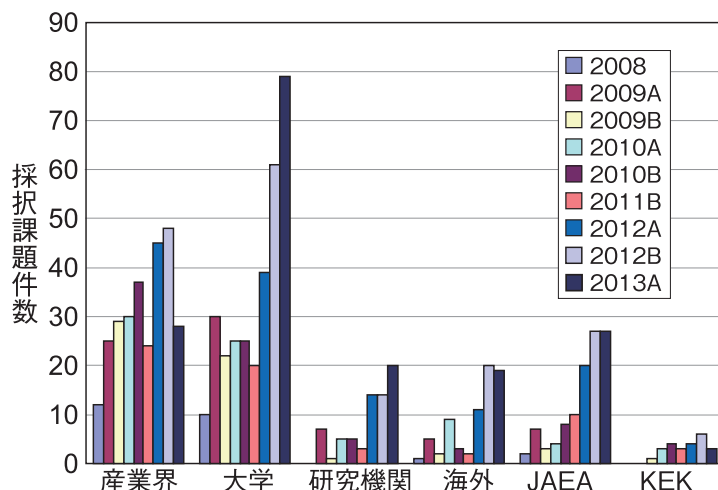


図2 J-PARC/MLFにおける2008から2013Aにおける課題採択の推移

研究トピックス

●J-PARC

単結晶中性子回折による有機-無機複合化合物 $C_4H_8ONH_2-PbBr_3$ の結晶構造解析

日本原子力研究開発機構 川崎 卓郎
筑波大学 高橋 美和子

有機-無機複合ペロブスカイト型化合物と呼ばれる一連の物質は、金属とハロゲンで作られる無機八面体と、その隙間に配置した有機カチオンによって形成され、両者の組合せによって無機部分のネットワーク構造を0～3次元の形に制御することができます。この構造を反映した光物性が着目され、低次元物質の基礎物性解明や光学素子への応用が研究されてきました。

物質の性質を理解するためには電子状態を調べることが有効ですが、物質の電子状態を計算によって求めるためには結晶構造の情報が必要です。しかしながら、この物質は鉛やハロゲンなど重元素を含むためX線回折法によって有機部分の詳細な構造情報を得ることが困難でした。

有機-無機複合ペロブスカイト型化合物の一つである $C_4H_8ONH_2-PbBr_3$ (mpH-PbBr₃) は、 $PbBr_6$ 八面体が連なった一次元的な無機鎖の間にモルホリンカチオンが配置した物質ですが、我々は単結晶中性子回折法を用いてmpH-PbBr₃の構造を詳しく調べ、この物質におけるモルホリンカチオンの光吸収特性への寄与を検証しました。

茨城県生命物質構造解析装置iBIXを用いて結晶構造解析を行った結果、水素を含む全原子の構造パラメータを精度よく決定することができました。図1に示す結晶構造から、酸素と鉛・臭素の間の静電的相互作用によって八面体が大きく歪んでいることが分かります。また、この構造をもとに第一原理計算によって求めた状態密度(図2)から、光の吸収に関わる価電子帯上部と伝導帯下部は、主に無機部分で構成されていることが分かります。さらに、それらを構成する電子の軌道から八面体の歪みの影響は伝導帯下部に、より大きく現れると考えられます。これらの結果からmpH-PbBr₃ではモルホリンカチオンの光吸収に対する直接的な寄与は小さいけれども、酸素の負電荷によって $PbBr_6$ 八面体が歪むことでバンドギャップが広がり、間接的に光吸収エネルギーを上昇させていることが分かりました。なお、詳細については文献 [1]を参照してください。

本研究では、中性子回折によって得られた結晶構造から無機骨格中に存在する有機物と光吸収特性との関連を明らかに

することができました。大強度パルス中性子を用いることで試料サイズや測定時間の制約が大幅に緩和され、これまで対象とされていなかった様々な物質の精密結晶構造解析が可能となっており、パルス中性子を用いた単結晶構造解析の物性研究や構造に基づく物質設計分野での活用が期待できます。

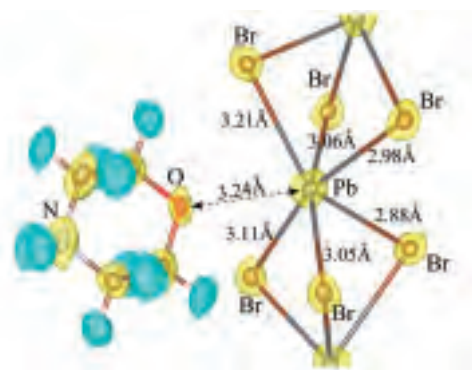


図1 mpH-PbBr₃の結晶構造

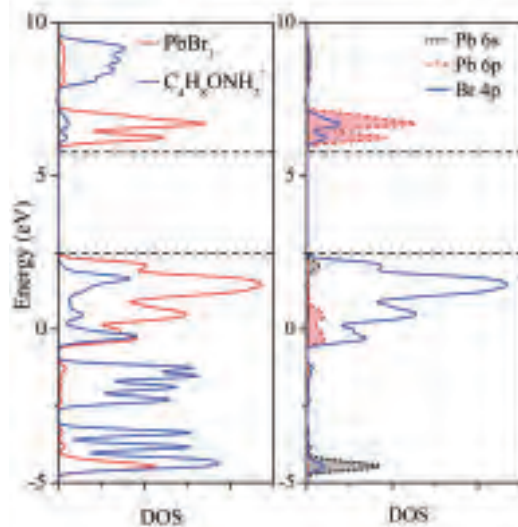


図2 mpH-PbBr₃の状態密度

参考文献

[1] T. Kawasaki, et al., J. Phys. Soc. Japan, 81 (2012) 094602

●JRR-3

光学活性を有する低分子ゲル化剤のらせん凝集における階層構造

群馬大学 武野 宏之、前原 亜希子
日本原子力研究開発機構 山口 大輔
茨城大学 小泉 智

低分子ゲル化剤は、ゲル化剤分子が溶液中で自己集合し、3次元状のファイバーネットワークを形成することによりゲル化します。このようなゲル形成は数%程度の低いゲル化剤濃度で起こり、この3次元ネットワーク構造形成には、水素結合、静電気相互作用、 π - π 電子相互作用、ファンデルワールス力などの非共有結合力が重要な役割を果たしています。

低分子ゲル化剤の一つである12ヒドロキシステアリン酸(12-HSA)は12位に不斉炭素有し、らせん凝集構造を形成することが知られています。しかしながら、その構造形成の詳細については十分に理解されていません。本研究では、小角・集光型超小角中性子散乱法(SANS)や、小角X線散乱法(SAXS)、光散乱法(LS)により12-HSAゲルの構造を階層的に検討し、その構造の形成機構を明らかにすることを目的としました。12-HSA溶液は有機溶媒の種類によって、透明ゲル、白濁ゲル、ゾル(均一溶液)状態に分類されます。本研究では、溶媒にトルエン(SANS実験においては重水素化トルエン)を用い、透明ゲルの階層構造を濃度と温度を変えて検討しました。

12-HSA/トルエン溶液のゲル状態(25°C)におけるSANS、SAXS、LSによる散乱プロファイルを図1に示します。 $q=0.123, 0.378 \text{ \AA}^{-1}$ に観測されるピークはゲル化剤のパウダー結晶にも観測される(001)、(003)反射に相当します。このことはゲル中に形成されるファイバーが結晶性であることを示唆します。また、 $q \approx 0.04, 0.08 \text{ \AA}^{-1}$ に観測されるショルダーはファイバー断面からの散乱に由来し、比較的

断面サイズが揃っていることを示します。このゲルは解析結果によれば半径87Å程度のナノファイバーを形成しており、ゲル状態である限り、その断面サイズは濃度や温度を変えても大きく変化しないことが分かりました。また、小角領域ではファイバー構造から予測される $I(q) \sim q^{-1}$ よりも若干べき乗数の大きな $I(q) \sim q^{-1.4}$ を示しており、ファイバーが少し枝分かれしたフラクタル性のネットワーク構造が形成されていることが示唆されます。このように幅広い空間スケールの構造を検討したことにより、12-HSAゲルの階層的なゲル構造形成が明らかとなりました。

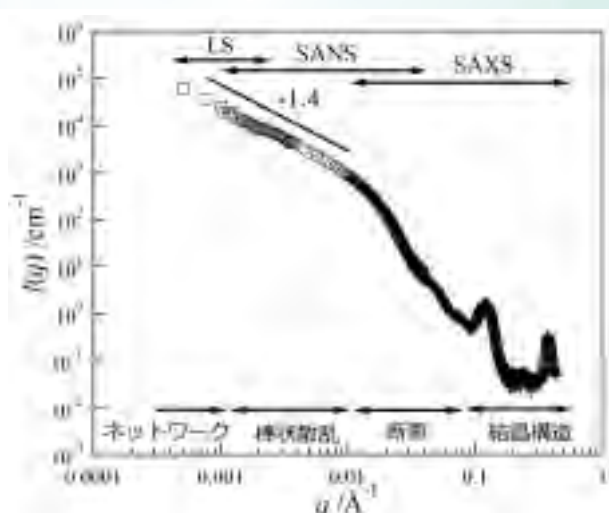


図1 SAXS、SANS、LS測定より得られた7wt% 12-HSA/トルエンゲルの階層構造

●茨城県BL

中性子回折法を用いたBi系酸化物超電導線材の非破壊分析

住友電気工業(株) 斎藤 吉広、上村 重明、山口 浩司

Bi系酸化物の超電導線材は、安価な液体窒素冷却で利用可能であり、次世代送電線への実用化が期待されています。当社の製造プロセスでは、 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ (=Bi2212) 結晶などの原料粉末をAgパイプに充填して伸線、圧延および熱処理を行うことが特徴です。これにより、最終的に配向性の高い $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ (=Bi2223) 結晶からなる超電導線材が得られます。

技術課題の1つは、線材の結晶性を改善し、臨界電流を更に向上させることです。それには、上記各プロセスにおけるAgパイプ内の結晶状態を把握し、固相反応を適切に制御する必要があります。しかし、プロセス初期の段階ではAgパイプ径が数mmと太く、放射光X線を使ったとしても透過分析は困難でした。

そこで、本研究では、X線よりも透過能の高い中性子を用いて超電導線材の回折スペクトル測定を試みました。測定にはJ-PARCのBL20 (iMATERIA) を用い、加速器出力120kWで行いました。

図1 (A) に原料粉末のスペクトルを示します。Bi2212と推定されるいくつかのピークの指数を表示してあります。図1 (B) は圧延前の試料のものです。Agの巨大なピークの谷間に、図1 (A) の原料粉末と概ね一致するピークが確認されます。一方、圧延後の図1 (C) では、図1 (B) で認められた多くのピークが圧延の影響でつぶれており、また、

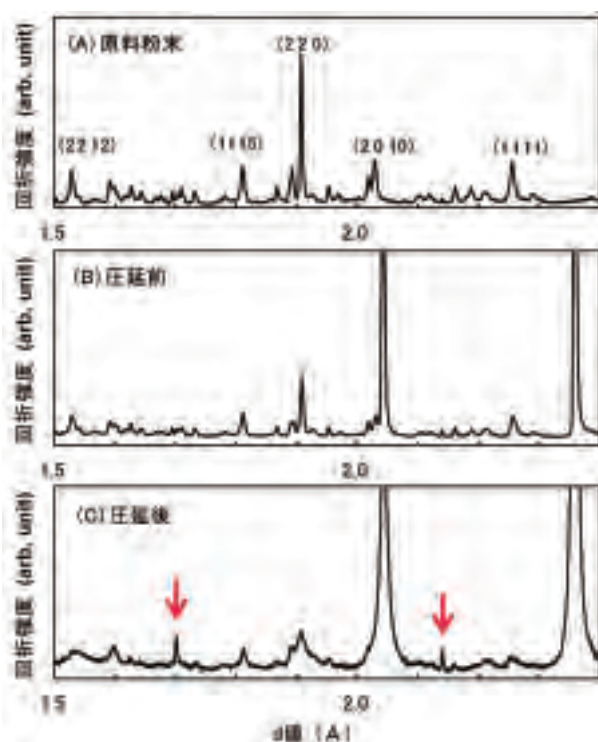


図1 Bi系超電導線材の原料粉末および圧延工程前後の線材試料の中性子回折スペクトル

Agのピーク幅も大きくなっていることが分かります。ただし、 $d=1.70\text{\AA}$ と $2.13\text{\AA}$ のシャープなピーク(図中矢印で表示)から、Bi2212以外の圧延の影響を受けにくい結晶相の存在が示唆されます。

結論として、今回の結果から、中性子回折によりAgシー

ス内部の結晶状態の非破壊評価が可能であることを初めて確認できました。今後、製造条件の異なる多くの試料に対して同様の測定を実施し、結晶状態の差異を定量的に把握することにより、臨界電流を向上させるプロセス改善指針を得ることが可能になると期待されます。

●トライアルユース制度 有機低分子材料の結晶構造解析

富士フイルム(株) 中井 宗紀

有機低分子材料の機能発現には、単分子の形状のみならず、水素結合などの分子間相互作用が重要です。顔料であれば分子間水素結合によって堅牢になり、日照下でも容易に揮発したり、色落ちしたりしません。医薬品であれば、分子間水素結合に水和水が介在することで、粉体としての保存安定性と使用時の水への溶け易さの両立が可能になります。これは熱帯や亜熱帯の発展途上国で、冷蔵庫のない環境下や停電の頻発する地方における医薬品の長期保存に極めて重要です。

水素位置の情報を得たい場合にはX線よりも中性子が有利ですが、長時間の測定を要するという欠点があります。しかし、粉末は単結晶よりはるかに短時間で測定できるため、特に中性子回折では粉末の有効性が大きいと考えます。

本研究では、種々の機能性材料の骨格として利用される銅フタロシアニンの結晶構造を決定しました。X線回折で基本骨格を決めるにあたり、パターンソン法でCuの位置を決定した後、実空間法でパッキングを決定しました。図1に

分子パッキングを示します。妥当な構造が得られています[1]。

図2にJRR-3の粉末構造解析装置HRPDで得られた中性子回折パターンを示します。Rietveld解析を行い、最小二乗法で水素位置を決定しました。図3に単分子形状とそこにおける水素位置を示しますが、妥当な最終構造が得られています[2]。

図4には、Rietveld解析による水素置換の有無による回折パターンの比較を示します。一般に重水素置換なしではバックグラウンドが大きいのですが、置換なしでも水素の情報を反映した回折パターンが得られました。このことは水素置換の手間を省けることとなり、企業にとっては極めて大きな意味があります。

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。技術支援していただきましたCROSS東海の大原高志氏とJAEAの井川直樹氏にこの場を借りて感謝申し上げます。

参考文献

- [1] Altomare, et al., J. Appl. Cryst. (2009). Vol.42, 1197-1202.
- [2] F. Izumi and T. Ikeda, Mater. Sci. Forum, Vol.321-324 (2000) 198.

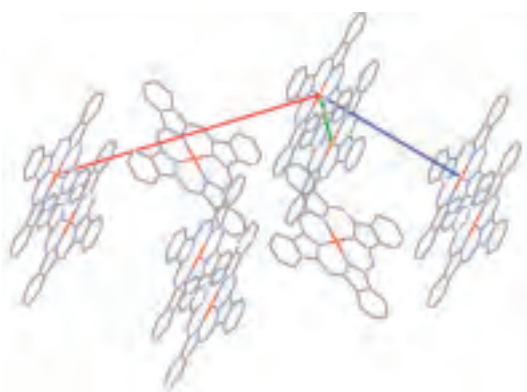


図1 分子パッキング

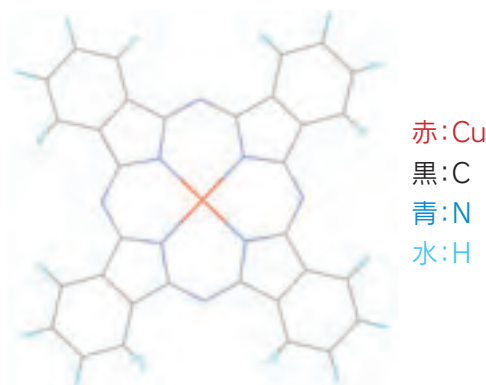


図3 単分子形状および水素位置

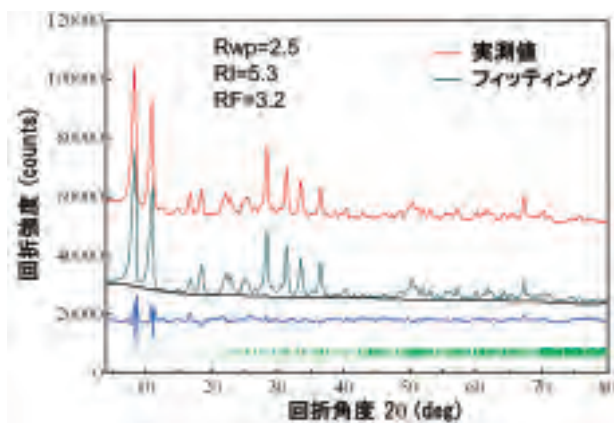


図2 中性子回折パターン

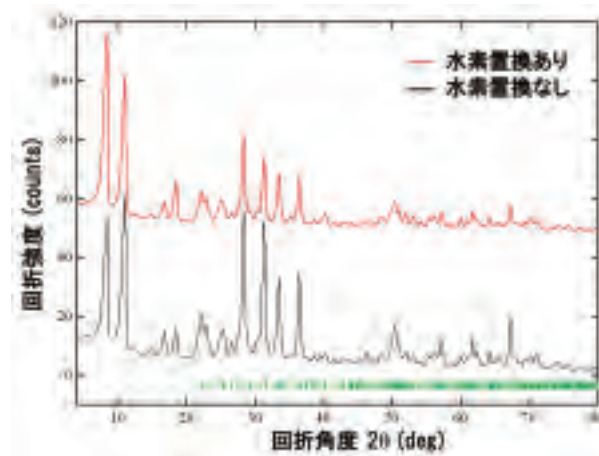


図4 水素置換の有無による回折パターンの比較

研究会活動報告

●第6回ソフトマター中性子散乱研究会

12月21日(火)に研究社英語センターにおいて、茨城県中性子利用促進研究会、J-PARC/MLF利用者懇談会およびCROSS東海と共催、SPRING-8利用推進協議会の協賛で第6回ソフトマター中性子散乱研究会を開催しました。今回は、「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、分子材料の構造研究においてJ-PARC施設の積極的利用がいかほど有効であるのか、また、どのような利用方法が可能であるのかを探るために開催しました。講演が6件あり、最後に、高分子とJ-PARCの関わりについてのオープンディスカッションも行いました。36名の参加者があり、活発な質疑と議論がありました。

●第7回ソフトマター中性子散乱研究会

2月28日(木)に研究社英語センターにおいて、茨城県中性子利用促進研究会、J-PARC/MLF利用者懇談会およびCROSS東海と共催、SPRING-8利用推進協議会の協賛で第7回ソフトマター中性子散乱研究会を開催しました。今回は、「散乱と顕微鏡(難解な散乱を実

空間イメージへ)」をテーマに、透過電子顕微鏡やX線CTなどによる実空間像と中性子小角散乱との相補性について議論しました。50名の参加者があり、活発な質疑と議論がありました。

●磁性材料研究会

3月1日(金)に連合会館において、中性子産業利用推進協議会、茨城県中性子利用促進研究会およびCROSS東海の共催、SPRING-8利用推進協議会の協賛で「平成24年度磁性材料研究会」を開催しました。今回は、「希少金属供給問題で注目を浴びる希土類永久磁石材料の省希土類元素あるいは希土類元素フリーの高性能磁石の開発」をテーマに開催しました。磁石材料に関係するJ-PARC/MLFに設置された中性子分光器や放射光を使った研究の現状に関する4件の発表に加え、2件の施設報告があり、33名の参加者により活発な議論が行われました。



●電池材料研究会

3月8日(金)に京都大学東京オフィスにおいて、中性子産業利用推進協議会、茨城県中性子利用促進研究会およびCROSS東海の共催、SPRING-8利用推進協議会の協賛で「平成24年度電池材料研究会」を開催しました。

今回は、J-PARC/MLFに設置されている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)、ならびに、新しく整備されたRISINGプロジェクトの電池専用回折装置BL09(SPICA)の現状と概要を紹介していただくとともに、これらの回折装置を利用して行われた電池材料の結晶構造と電池特性との関連について成果を報告していただきました。全部で9件の発表があり、50名の参加者により活発な議論が行われました。



講習会報告

●中性子実験技術基礎講習会(レベル1講習会)

2月27日(水)に研究社英語センターにおいて、日本中性子科学会と主催し、J-PARCセンターと原子力機構量子ビーム応用研究部門と共催で、「中性子実験技術基礎講習会(レベル1講習会)」を開催しました。中性子の基礎と単結晶構造解析、中性子の産業利用、粉末構造解析、小角散乱(基礎と応用)、反射率測定、残留応力測定、ラ

ジオグラフィ、即発ガンマ線分析の9件のテーマで講義を行いました。今回は合計19名の受講者がありましたが、そのうち企業からの受講者が11名と過半数を超え、講師陣にとりましても、遣り甲斐がありました。講義においても基礎的な質問が多数ありました。

お知らせ

●平成25年度総会・平成24年度成果報告会

日時：平成25年7月22日(月) 13:00~17:30

場所：秋葉原コンベンションホール

平成25年度の総会のあと、平成24年度成果報告会を開催します。報告会においては、J-PARCや茨城県BLなど施設側の現況報告に続き

て、産業界による中性子実験装置の利用成果を中心に研究成果を6件紹介していただく予定です。新しい広い会場での開催となります。多くの会員企業の皆さまのご出席をお願い致します。

中性子産業利用推進協議会 季報【13年・春】Vol.18

発行日 2013年3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/