

CONTENTS

P2 中性子実験装置の紹介 P2 ミュオン技術の紹介 P3-6 研究トピックス P6-7 中性子産業応用セミナー P7-8 活動報告 P8 お知らせ

量子ビームの産業利用とスレッシュホールド

韓国原子力研究所 野田 幸男

放射光や中性子大型施設の産業利用は長い間諷い文句にされてきましたが、本当に産業界が目を向けだしたのは最近のことです。私も放射光や実験室X線でいくつかの会社から相談を受けてお手伝いしたことがあります。その時会社から提示されたテーマについて感じたことは、提示されたテーマのうち、(1)科学的に面白いテーマよりも別のことをやりたい、(2)産業に結びつきそうなテーマは複雑系でとても解析できそうにない、(3)一回の実験で結果を出したい、等々、大学に身を置く者との意識の乖離の大きさでした。SPRING-8ではその後コーディネータを置いてユーザーとの擦り合わせを繰り返した結果、産業利用の割合が20%程度にまで増加しています。

中性子ではどうでしょうか。J-PARCの建設時にも産業利用を全面的に打ち出しました。産業利用主体の粉末回折装置であるiMATERIAと単結晶回折装置iBIXを茨城県が建設し、電池や水素関係のNEDOのビームラインも建設されています。そのために、J-PARC/MLFの産業利用の割合が30%にもなるという、一昔前では考えられない状況となっています。このことは、中性子産業利用推進協議会を中心とした啓発活動がヒツコイほど行われていることと無縁ではありません。会社の人にとって中性子は未知の装置で近寄りがたいのです。

放射光はX線の延長として把えることができるようですが、中性子のハードルはもっと高いようです。でも、使ってみれば、波の干渉実験で同じことだとすぐに分かります。

では、なぜ近寄りがたいと未だ思っているのでしょうか。簡単に言うと、「使わなくても何とかなる」と思っているのだと思います。もし会社の研究所でX線装置の購入を提案して「必要ない」と言われたら、他の会社との競争に負けると説得できます。放射光利用は会社にとってそのレベルに近づきつつあります。まるで小学生の「皆持っているもの」という台詞に似ていますが、中性子はいつ頃そのレベルになるのでしょうか。何事にもスレッシュホールドがあり、その値を超えると爆発的に増加します。それまでは、中性子装置の運営者は、「お客様は神様です」と客引きすることが大変重要です。そういう意味で、産業界向けのヒツコイほどの講習会や研究会は必要なのです。研究者の「上から目線」でなく、ある意味で素人だとちゃんと認識して、同じ目線で議論して解決策を見つけてあげることがとても大切です。実は、学生を教育することは自分の新しい発見につながるということをちゃんとした大学教授は自覚しています。産業界の利用が爆発的に増えて、「もう限界だから産業界は自分で新しい施設を作って」とクレームが出ることを願っています。

中性子による計測診断技術の発展に向けて

株式会社日立パワーソリューションズ 瀧澤 照廣

中性子利用のバックボーンであるJ-PARC/MLFがBig Scienceの最先端を突き進んでリードしています。私たちの身の周りでは、ノーベル賞の対象となった青色LEDなどのように、様々な場面で私たちの生活を豊かにしてくれたり、劇的に変化させたりする可能性のある技術や材料などが日々発見され、生み出されています。それらを人類にとって有益なものとして活用するためには、現象の本質的理解と実証が必要です。さらに、実用化を行う上で障害となる事象に対しても、同様な検証が必要です。J-PARC/MLFのような大型施設の作りだす様々な粒子線を使ってミクロの物理現象やミクロ構造を説明することは、物事の本質的理解に大きく役立っています。例えば、Liイオン電池における中性子線を用いたLiイオン挙動の解明は、電池の特性改善や性能向上に大きく寄与するものであり、J-PARC/MLFというBig Scienceが“切れ味鋭い粒子ビーム”を提供して現象の本質解明を行った例と言えます。原子核や素粒子の実験に用いられていた加速器が、最小物質である素粒子と宇宙の誕生を繋ぐ成果を挙げてきたことは、宇宙と

人間との対照の観点から考えると興味深いものがあります。

ところで(株)日立パワーソリューションズでは中性子を活用した検査機器を製品化しています。開発の出発点は茨城県からの依頼で、鹿島コンビナート内の保温材付きの配管や反応塔に対して、外装板金の隙間等から浸入した雨水や結露が主な要因となって配管や反応塔の外表面が腐食する課題の解決、特に、現状の検査手法の合理化を求められたことにあります。外面腐食の主要因である保温材中の水分を保温材を撤去せずに測定できる中性子水分計を新たに開発しました。本開発には、茨城県内の大学、研究機関の中性子計測専門家の方々に多数参画していただき、各種ノウハウを提供していただいた結果、S/N比を最大化させた製品を実用化できたという経緯があります。²⁵²Cfという低線量の中性子源であっても水分の計測というマクロな計測においては十二分な性能を引き出すことができたという事実を考えると、高輝度中性子による計測対象は幅広く、それが多岐に亘る物理現象の見える化に対して限りない可能性を秘めています。J-PARC/MLFから医療や工学の分野で、多くの波及技術製品が産みだされることを大いに期待したいと思います。

中性子実験装置の紹介

茨城県材料構造解析装置iMATERIAの現状

茨城大学 石垣 徹、星川 晃範

茨城県材料構造解析装置 (iMATERIA) は、茨城県が J-PARC/MLF の中性子の産業利用のために建設した汎用型中性子回折装置です。背面バンクでは、0.18 ~ 5.0 Å の領域で、分解能 $\Delta d/d \sim 0.16\%$ を実現しており、90 度バンクや低角バンクまで用いることにより $d \sim 40$ Å までの広い d 領域の測定が可能です。

ビーム出力 300 kW の現時点では、1 g 程度の標準的な酸化物質試料を用いた場合 10 分程度 (背面バンク) で測定可能です。また、測定時間は 6 時間程度と長くなりますが、mg オーダーの少量試料の測定も増えてきています。

測定時間が非常に短時間となるため、多量の試料を連続で測定できるため、iMATERIA では室温の自動試料交換搬送機構を整備しています。自動試料交換搬送機構は遮蔽体外の試料保管庫、多関節ロボット、2 系統の真空槽内への搬送機構および真空槽内の試料交換機構の組み合わせで構成されており、1 系統で測定中に、もう一系統で真空槽からの試料の出入れを行うことにより連続して測定できます。この試料交換



図1 改良したiMATERIAの試料交換搬送機構

機構については、昨年度改良を行い、試料交換の高速化が図られ、以前の半分の時間で交換が可能となりました (図1 参照)。

iMATERIA では、標準的に用いられる試料交換搬送機構以外にも幾つかの試料環境機器を整備しています。

○室温：30 サンプル交換機

自動試料交換搬送機構では標準の試料ホルダ以外の測定はできないため、より大きなサイズの試料等に対応するもので 30 個試料を設定できます。

○低温：4K 冷凍機

4K までの低温測定が可能な冷凍機です。中温オプションを用いることで、室温から 300°C までの測定も行うことも可能です。

○低温：1K 冷凍機

^3He を用いて 1K までの極低温測定が可能な冷凍機を今年度整備中です。

○高温：バナジウム真空炉

900°C まで測定可能な電気炉です。発熱体にバナジウムを採用しており、発熱体等の陰を生じることなくすべての検出器バンクを用いて、低 BG の高温測定を行うことができます。

○高温：ガス雰囲気炉

大気・不活性ガス雰囲気等で 1,000°C まで測定可能です。

iMATERIA では、2012A から随時課題受付制度を開始しましたが、最近、成果専有利用や随時課題利用が増えています。2012A 以降で採択された件数の 51% が成果専有です。また、今年度、粉末構造解析についてはメールインサービスを導入する予定です。一方、J-PARC の一般枠での学術利用でも成果が挙がっています。東京工業大学の八島正和教授グループが発見した新規イオン伝導体 NdBaInO_4 の結晶構造を装置グループが協力して iMATERIA や放射光を用いて決定した結果を図2に示します[1]。

参考文献

[1] Kotaro Fujii, et al., Chem. Mater. 26 (2014) 2488-249

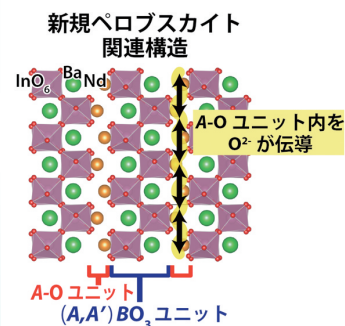


図2 新規イオン伝導体 NdBaInO_4 の結晶構造

ミュオン技術の紹介

ミュオン触媒核融合

理化学研究所 石田 勝彦

エネルギー問題の抜本的な解決のために、制御可能な核融合反応を実現することは人類の夢です。ここでは負ミュオンを用いた核融合の研究について紹介します。

負ミュオン (μ^-) を物質に止めると原子核の正電荷に捕獲されミュオン原子を作ります。ミュオン原子 X 線を利用した元素組成分析については 20 号で久保謙哉氏と二宮和彦氏により紹介されています。特に、水素原子核を回る原子軌道に負ミュオンが捕獲された場合には正電荷を大幅にスクリーンするので、他の原子核に近づきやすく、様々な面白い反応を起こします。重水素と三重水素の混合ガスに入れた場合、図1のように、 $\text{dt}\mu$ ミュオン分子を形成することにより、水素原子核同士が近づき、d-t 核融合反応が容

易に起こります。核融合反応後ミュオンは別の相手を見つけて、ミュオンの寿命の間、核融合を媒介し続けます (触媒作用)。一つのミュオンが何回も核融合を仲介できることからエネルギー生産への応用が注目されました。ミュオンを生むにはエネルギーが必要で、核融合エネルギー出力と消費エネルギーの比が 1 を越えるところをブレイクイーブンと呼び、この達成が一つの目標となっています。

出力の上限を決めるのには 2 つの要因があります。一つ目はミュオン分子生成速度などで決まるサイクル巡回率です。現時点でも巡回率はミュオンの崩壊速度の 350 倍程度に達しています。さらに、水素を高密度にすれば反応速度を上げられることから原理的には解決可能と考えられます。2 番目の要因はアルファ付着率と呼ばれています。できたばかりの α 粒子にミュオンがそのままついて行ってしまいます。この場合ミュオン

は α 粒子のクーロン力に捕われたまま寿命を終えます。永嶺謙忠氏や松崎禎市郎氏、筆者らの研究グループは、KEKのミュオン施設(当時東大中間子科学実験施設)で1986年に測定を開始し、1995年からは理研RALミュオン施設に図2のような本格的なトリチウム取り扱い設備を設置して、 $\alpha\mu$ 原子X線の観測により、この付着率の絶対値測定に成功しました。この付着率から決まる核融合回数はブレイクイーブン値の60%程度に留まっており、付着率を如何に下げるかが今後の課題です。

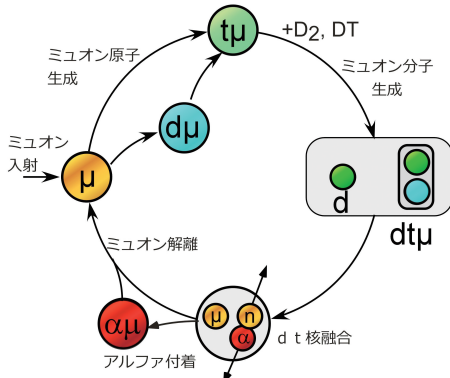


図1 ミュオン触媒核融合の概念図

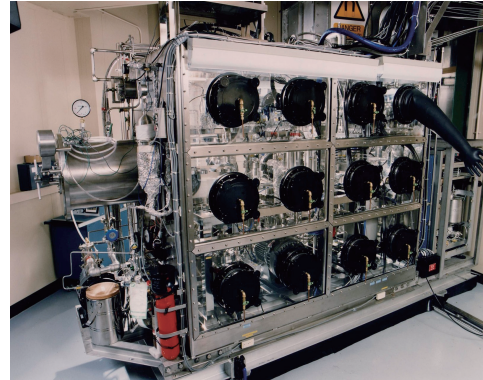


図2 トリチウム取り扱い設備

研究トピックス

●J-PARC

放射光と中性子を用いた有機太陽電池薄膜の構造解析

(株)MCHC R&Dシナジーセンター 鈴木 拓也

近年、シリコン系太陽電池に代わる次世代太陽電池の有力候補として、有機半導体を用いた有機薄膜太陽電池(OPV)が軽量性・柔軟性・意匠性の観点から注目されています。特に、電荷ドナーである π 共役高分子と電荷アクセプターであるフラレン誘導体を混合した活性層は、導電性高分子とフラレン誘導体がnmスケールで自己組織的に相分離したバルクヘテロジャンクション(BHJ)構造を形成することから注目されています。このスケールにおける詳細な構造評価のためのプローブとして、X線および中性子が有効です。我々は、科学的な興味や構造解析技術の強化、および構造と特性の相関解明を目指して、これまでSpring-8とJ-PARCを活用してBHJ構造の解析を進めてきました。

図1にSpring-8の微小角入射小角X線散乱(GI-SAXS)および超小角X線散乱(GI-USAXS)から得たプロファイルを示します。BHJ構造においては、階層性を有する特徴的な構造が形成されていると判断されます。また、フラレン誘導体は、シャープな界面を持った10nm程度の凝集構造を形成しており、この凝集体が棒状の単位として、3次元的に密な高次の凝集を形成していることが推定されました。

面内だけでなく厚み方向の詳細な相分離構造を評価するために、現実系に近い多層膜で中性子反射率(NR)測定を行いました。ここでは、X線よりも中性子の方が、フラレン誘導体と導電性高分子間の散乱コントラスト(散乱長密度の差)が大きいことに着目しました。図2に、NRプロファイルとフィッティング結果、および、BHJ層(活性層)におけるフラレン誘導体の深さ方向濃度分布を示します。基板との界面において、フラレン誘導体の欠乏層が存在する可能性が示唆されます。このように、中性子により厚み方向の相分離構造を補完する情報が得られ、有機太陽電池薄膜の構造解析技術を強化することができました。

本研究の実施に当り、KEK物構研の山田悟史助教と京都大学の竹中幹人准教授に種々ご支援、ご指導をいただきました。この場を借りて深く感謝申し上げます。

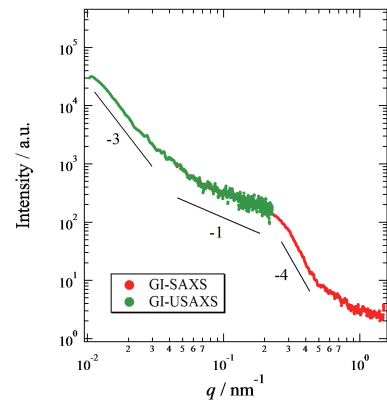


図1 BHJ層に関するGI-SAXS/GI-USAXSプロファイル

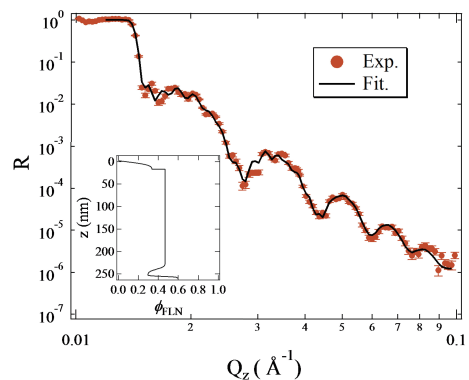


図2 BHJ層のNRプロファイルとフィッティング結果ならびにフラレン誘導体の濃度分布

中性子線を利用した*in situ*測定による電池内部の電極構造変化

高エネルギー加速器研究機構 米村 雅雄

化学反応に伴って結晶構造等が変化することはよく知られています。一般に普及しているリチウムイオン電池も充放電中は電極材料の結晶構造が連続的に変化します。これは現在のリチウムイオン二次電池の電極反応機構として、リチウムイオンの脱挿入反応(インターカレーション反応)が関係しているからです。充電中は、正極から脱離したリチウムイオンが負極材料にインターカレートし、逆に放電中は、負極から脱離したリチウムイオンが正極にインターカレートします。つまり、正負極の両方で、結晶内のリチウムイオンの濃度と分布が同時に変化します。この反応が完全に生じれば電池は劣化しないこととなりますが、反応は完全ではなく、どこかで損失が生じて劣化します。劣化がどのように進行するかを理解するためには、正極と負極を同時に観測することが重要です。これまで、電極反応については*ex situ*測定が主に行われており、*in situ*測定はほとんど行われていません。

大強度の中性子線が得られるJ-PARC/MLFのBL09「SPICA」では、電池反応と電極の構造変化との関係を明らかにするため、充放電させながら、反応に伴う電極材料の結晶構造変化を*in situ*で直接観測しています。また、正極と負極の構造解析を行うことにより、電極の構造と組成を精密化し、電池反応としてどのような変化が起こるのか、長期の劣化過程追跡実験も計画しています。

負極材料のカーボンがリチウムの脱挿入により構造変化している場合の回折図形を図1に示します。カーボンは、図2(a)に示したように、亀の甲の形をした平面の正六角形が稜を共有してグラフェンレイヤーを形成し、それが積層している構造です。リチウムイオンは、その炭素の層間に挿入されます。その結果、グラフェンレイヤーの層間が広がり、それが格子定数変化として観測されます。リチウムイオンがカーボンに挿入する反応では、ステージ構造とよばれる構造が現れます。リチウムイオンは、不規則にリチウムが脱挿入するのではなく、リチウムが入る層と入らない層を作りながら、最終的にすべての層間にリチウムが挿入します。すべての層間にリチウムイオンが入った状態をステージ1(図2(b))と呼び、一層おきにリチウムイオンが入った状態をステージ2(図2(c))と呼びます。ステージ3以降ではリチウムが存在しない層間が増えていきます。このステージ構造の分類は議論のあるところですが、その形成過程を図1に示した*in situ*測定では観測できています。また、その相の分布が回折強度として観測され、ステージ構造が充放電反応により変化していることが分かりました。*ex situ*測定では、電気化学反応後に時間をおいて測定す

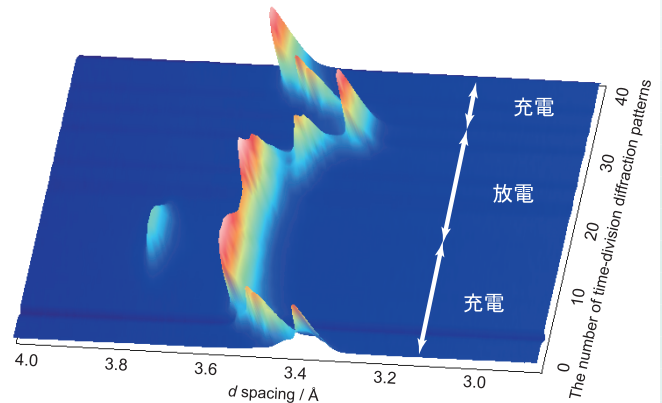


図1 充放電過程におけるカーボン負極の構造変化

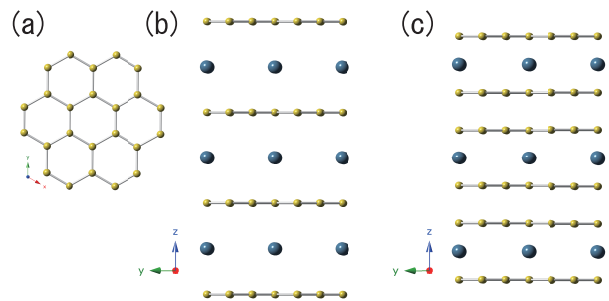


図2 グラファイト負極の結晶構造
(a) グラフェンレイヤー構造と(b)層間にリチウムが挿入されたステージ1構造と(c)ステージ2構造

るため、構造緩和が起きた後の構造しか得られませんが、図1の*in situ*測定では実際の電極として動作中の構造変化を得ることが可能です。今後、作動温度を変えたり、充放電レートを変えるなど、条件の異なる測定による電極の構造変化の相違を分析して、電池反応機構を解明したいと考えています。

本研究はNEDO革新型蓄電池先端科学基礎研究事業(RISING)において実施しました。中性子散乱実験はKEK中性子利用S型実験課題(課題番号: 2009S10, 2014S10)により実施しました。関係者の皆様にこの場を借りて感謝申し上げます。

●茨城県BL

Li過剰層状酸化物系リチウムイオン電池正極材料における充放電過程の結晶構造解析

(株)東芝 笹川 哲也、原田 康宏、稲垣 浩貴、高見 則雄
東京理科大学 北村 尚斗、井手本 康

リチウムイオン二次電池が車載用や定置用として普及するにつれ、更なる高容量化が求められています。従来の正極材料であるコバルト酸リチウムに代表される層状岩塩型構造において、遷移金属層の一部をLiで置換したLi過剰層状酸化物は、コバルト酸リチウムの1.5倍以上の放電容量を示すことから、次世代高容量正極として注目されています。しかしながら、大電流で放電した際に、放電容量が急

激に低下することが実用化に向けた課題の1つとなっています。リチウムイオン二次電池電極材料の充放電特性は、その結晶構造変化と深く関係しており、Li過剰層状酸化物において、未解明な点が多い充放電過程における結晶構造の変化を明らかにすれば、その充放電特性の改善指針について知見が得られると期待されます。

そこで、我々は、Li過剰層状酸化物の1つであるLi_{1.2}Ni_{0.2}Mn_{0.6}O₂の充放電状態における中性子回折をJ-PARC/MLFのBL20(iMATERIA)を用いて行いました。測定サンプルは、20mgのLi_{1.2}Ni_{0.2}Mn_{0.6}O₂に導電材と結着材

を混合させてAl箔集電体に塗布した少量電極を試験セルで充電した後、Ar雰囲気中で解体し、バナジウムホルダーに封管したものを用いました。

未充電状態において、空間群C2/mの結晶構造で説明できた中性子回折パターンは、充電するにつれて、一部のピークの半値幅が増大しました。図1に4.8V充電状態における中性子回折のRietveld解析結果を示します。この半値幅の

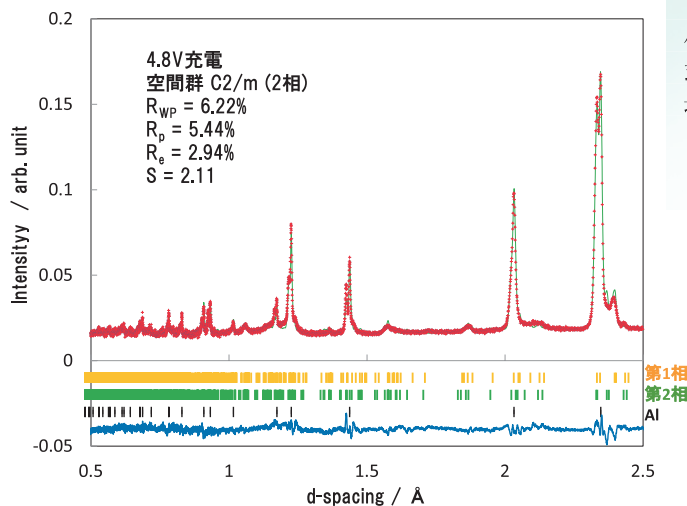


図1 Li_{1.2}Ni_{0.2}Mn_{0.6}O₂電極試料の4.8V充電状態における中性子回折のRietveld解析結果

増大は、空間群C2/mの単相では説明できず、表1に示すように、層状構造において層内構造に対応するa軸長とb軸長は同一で、層間距離に対応するc軸長のみ異なる2相モデルを仮定することで説明できました。このことは、充電するとLi過剰層状酸化物の層間距離に乱れが生じることを示しており、この結晶構造の不安定さが、大電流放電時の急激な容量低下の原因であると考えられます。本実験で得られた知見は、高容量で高出力なリチウムイオン電池正極材料の開発指針になると期待しています。

本研究は、茨城県中性子ビームライン課題(2012AM0002他)として実施しました。本課題の実施に際しては、石垣徹茨城大学教授をはじめ関係各位のご協力を賜りました。この場を借りて感謝申し上げます。

表1 Li_{1.2}Ni_{0.2}Mn_{0.6}O₂の充電による格子定数の変化

	未充電	4.8V充電	
		Phase 1	Phase 2
a (Å)	4.9614(1)	4.9370(4)	4.9370(4)
b (Å)	8.5086(1)	8.5323(5)	8.5323(5)
c (Å)	5.0413(1)	5.0736(2)	5.0105(2)
β(deg)	109.474(1)	109.559(4)	109.559(4)

リチウムイオン電池用正極活物質の充電過程における原子核密度分布の可視化

東京理科大学 井手本 康、石田 直哉、北村 尚斗

リチウムイオン電池は、携帯電話等の小型モバイル機器から電気自動車まで幅広く実用化されており、私たちの生活に欠かせないエネルギーデバイスになっています。その電池を構成する電極の活物質では、充放電中にリチウムイオンが脱挿入しますが、材料化学の観点から電池の高性能化を実現するためには、このリチウムイオンの脱挿入過程を理解することが不可欠です。当研究室では、このような電池作動時における活物質中のリチウムイオンの挙動を明らかにするため、中性子回折測定に着目しました。活物質として優れた充放電特性を示すことが知られている層状岩塩型構造のLiNi_{0.8}Co_{0.2}O₂を用い、活物質量が約10mgのコインセルサイズの電極を用いた*ex situ*法によって中性子回折データをiMATERIAで測定しました。得られたデータについてリートベルト解析(Z-Rietveld)による結晶構造の精密化と最大エントロピー法(Z-MEM)による原子核密度の可視化を行いました。

図1に2サイクル目の充電開始時(2.5V vs. Li/Li⁺)と2サイクル目の充電終了時(4.3V vs. Li/Li⁺)の活物質Li_xNi_{0.8}Co_{0.2}O₂の原子核密度分布を示します。リートベルト解析を行った結果、充電後も活物質は層状岩塩型構造(空間群:R-3m)を保持していることが明らかになりました。また、充電によってリチウムサイトでは原子核密度分布が大きく変化していますが、遷移金属および酸素サイトの変化は比較的小さいものでした。このことは充電過程においてリチウムイオンが脱離した後も、Li_xNi_{0.8}Co_{0.2}O₂の結晶構造が極めて安定であることを示しています。通常、このような原子核密度の可視化には多くの試料量を必要としますが、コインセルサイズの電極でもLi、Oも含めて可視

化できたことは非常に重要な結果であると言えます。また、*in situ*あるいは*operando*測定による活物質の詳細な結晶構造解析の可能性を示すことができたので、更なる展開が期待できます。

本研究の実施に際しては、茨城大学の石垣徹教授と星川晃範准教授にご助言をいただきました。この場を借りて感謝申し上げます。

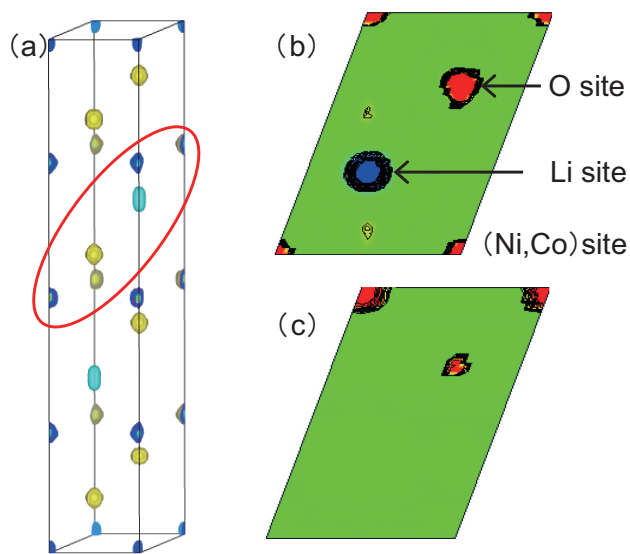


図1 最大エントロピー法(Z-MEM)により求めたLi_xNi_{0.8}Co_{0.2}O₂の原子核密度の(a)3次元分布および(b),(c)2次元分布[(104)面]:(b)2サイクル目の充電開始時(2.5V vs. Li/Li⁺),(c)2サイクル目の充電終了時(4.3V vs. Li/Li⁺)

Li量を変化させた固溶体系正極活物質の結晶構造解析

日産自動車(株) 渡邊 学

これまで、日産自動車(株)は、電気自動車の更なる普及のために従来の内燃機関車並みの航続距離を可能にする高容量リチウムイオン二次電池研究開発に取り組んできました。電池の高容量化には、組み合わせる正極と負極の材料の容量増加が極めて重要です。現在、負極の最有力材料としては、従来の炭素系材料と比べて約10倍の容量(約4,200 mAh/g)を有するSi系材料が知られています。その一方で、正極の材料としては層状系のLiMO₂ (M=Ni,Co,Mn等)がありますが、その容量は220mAh/g程度が限界でした。そのため、電池の高容量化にとって正極材料の容量増加が最重要課題となっていました。容量限界の一因としては、組成式中の遷移金属元素とLiのモル比があると推察されるため、電気化学的に準活性なLi₂MnO₃に注目し、この系と従来の層状系からなる固溶体系正極活物質を新規に開発しました[1,2]。この系は、約300 mAh/gという高い充電容量を示すことから、次世代正極活物質として注目を集めています。この系の高容量発現機構の解明と、さらなる性能向上のためには、初期および充放電(Liイオン挿入脱離反応)過程での結晶構造を把握することが重要で、iMATERIAを用いて中性子回折測定を行ってきました。

結晶構造解析の結果、この系の初期状態としては、母物質であるLi₂MnO₃(空間群:C2/m)に類似した結晶モデル(Li層とLiMn₂O₆層が交互に積層した構造)であることが明らかとなりました。また、このLiMn₂O₆層は、Liサイトがある割合でNiと置換され、MnサイトがMn、Co、Niで占有されてバックリング(ひずみ)を生じていることが分かりました。この系は、Co濃度を増加させると初期容量が増加しますが、構造解析の結果、LiMn₂O₆層のバックリングが解消されることが分かりました。すなわち、LiMn₂O₆層内のLiがこの系の高容量発現に寄与していると推察されます。一般的な正極活物質の場合、結晶中のLi層からLiイオンが脱挿入するだけであり、毎サイクルの充放電曲線はほぼ同じ曲線を描きますが、この系の場合、図1に示したように、1サイクル目の大きな充電プラトーが消失し、2サイクル目以降の充放電曲線が大きく異なります。このことは、LiMn₂O₆層のLiイオンも脱挿入反応に係り、1サイクル目と2サイクル目の充放電過程で結晶構造が大きく相転移していることを示唆しています。

次に、充放電過程での固溶体系正極活物質の結晶構造変化を捉えるために、Li量を変化させた試料についても中性子回折測定を行いました。図2にSOC 75%の固溶体系正極

活物質の回折パターンと、これまで検討してきたLi₂MO₃型モデルとLiMO₂型モデルで解析した結果を示します。図2から分かるように、今回用いた二相モデルがおおむね支持されており、充電の進展に伴って、Li₂MO₃相からLiMO₂相へ相転移することが示唆されます。このことは電気化学的知見とも一致します。

本研究実施に当たり、茨城大学の石垣徹教授、物質・材料研究機構の茂筑高士博士にご指導をいただきました。この場を借りて感謝申し上げます。

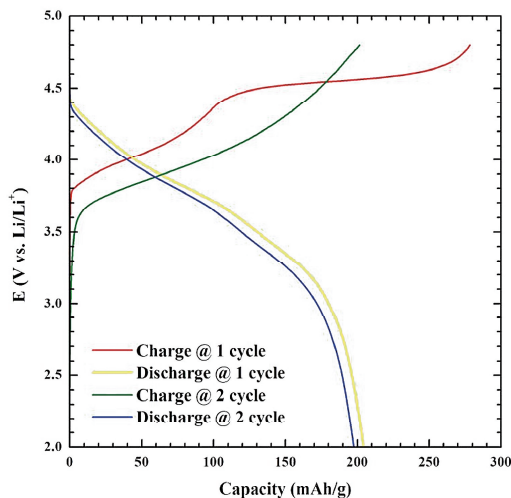
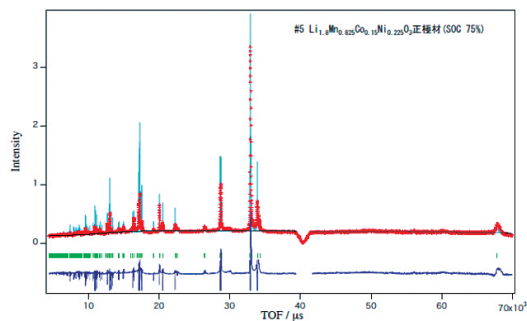


図1 測定に用いた固溶体系正極活物質の充放電曲線



(組成式: Li_{1.8}Ni_{0.225}Co_{0.15}Mn_{0.825}O₃)

図2 SOC75%での固溶体系正極活物質の中性子回折パターンとRietveld解析プロファイル

参考文献

- [1] A. Ito et. al, J. Power Sources, 183 (2008) 344.
- [2] A. Ito et. al, J. Power Sources, 195 (2010) 567.

中性子産業応用セミナー

中性子産業利用推進協議会では、中性子の産業利用に関わる測定技術を会員企業に出向いて講習する中性子産業応用セミナー、いわゆる「出前講座」を開催しています。セミナーでの講義の講師はJ-PARCセンターや原子力機構、高エネルギー加速器研究機構、茨城県、大学、研究機関の中性子実験技術の専門家が務めています。平成26年度は既に2社でセミナーを開催しました。いずれの会場においても活発な質疑がありました。今後、中性子実験装置を利用していただけることを期待しています。

●日立化成

9月11日(木)に埼玉県深谷市にある日立化成株式会社筑波総合研究所埼玉サイトにおいて産業応用セミナーを開催しました。プログラムは下記の通りです。

- 1. 日立化成の概要 吉田誠人 所長(筑波総合研究所)
- 2. 中性子源と中性子の産業利用 林眞琴(茨城県)

- 3. 中性子小角散乱による材料内部の微細構造解析 大石一城(CROSS)
- 4. 中性子小角散乱による高分子材料の構造解析 竹中幹人(京都大学)
- 5. 中性子反射率測定 山崎大(JAEA)

6. 中性子ラジオグラフィ
7. 即発ガンマ線分析

林田洋寿 (CROSS)
藤 暢輔 (JAEA)

本会場の埼玉サイトで34名、中継した山崎サイトで8名、筑波サイトで8名、下館サイトで5名、合計55名の方に聴講していただきました。



セミナー会場の様子



竹中幹人准教授と大石一城氏の講義

● 旭化成

10月7日(火)に静岡県伊豆の国市にある旭化成ファーマ(株)大仁支社において旭化成(株)向けの産業応用セミナーを開催しました。プログラムは下記の通りです。

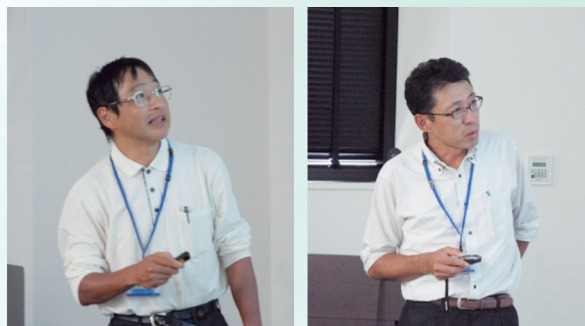
1. 旭化成ファーマの概要 松崎修センター長
2. 中性子源と中性子の産業利用 林 眞琴 (茨城県)
3. 中性子の基礎 目時直人 (JAEA)
4. 中性子粉末構造解析 石垣 徹 (茨城大学)

5. 中性子小角散乱による高分子材料の構造解析 小泉 智 (茨城大学)
6. 中性子によるタンパク質単結晶構造解析 山田太郎 (茨城大学)
7. 有機結晶の中性子構造解析 大原高志 (J-PARC)

旭化成から8名、旭化成ファーマから23名の合計31名の方に聴講していただきました。



セミナー会場の様子



目時直人氏と小泉智教授の講義

活動報告

●茨城県BL・CROSSトライアルユース成果報告会

10月22日(水)に化学会館ホールにおいて、茨城県中性子利用促進研究会と総合科学研究機構(CROSS東海)が主催し、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、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催し、J-PARCセンター(JAEA/KEK)が協賛して、平成25年度茨城県ビームライン・CROSSトライアルユース成果報告会を開催しました。76名の参加がありました。iMATERIAとiBIX、CROSSトライアルユース(TU)の3つのセッションに分けて、それぞれ4件ずつの報告がありました。iMATERIAとiBIXのセッションでは最初に装置の現状と利用成果を装置グループ責任者が報告したあと、それぞれ二次電池材料とセルラーゼや酵素などの報告があり、CROSS TUでは二次電池のダイナミクスの共同研究の成果などが報告されました。

非常に厳しい質問も飛び交い、今後の研究の方向付けにもなったものと思われま



成果報告会場の様子



住友化学塩屋俊直氏と海野昌喜茨城大学教授の講演

●第1回生物構造学研究会

10月3日(金)にエッセム神田ホールにおいて、中性子産業利用推進協議会と茨城県中性子利用促進研究会、総合科学研究機構(CROSS東海)、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催して「量子構造生物学と中性子結晶構造解析」をテーマに開催しました。56名の参加者がありました。これから中性子利用が拡大すると期待されるタンパク質の結晶構造解析に焦点を当て、X線と中性子やNMRによる構造解析事例の紹介があり

ました。初めにiBIXの装置責任者である日下勝弘准教授から装置の現状の紹介がありました。そのあと、タンパク質の分野で最先端の研究をされている三木武夫教授、中川敦史教授、児島長次郎教授、加藤晃一教授、ならびに、秋山修志教授からiBIXやNMR、SANS、Bio-SAXSなどを活用した最新の研究成果の講演がありました。講演時間を大幅に超えて活発な質疑がありました。

●金属組織研究会

10月8日(水)に研究社英語センターにおいて、中性子産業利用推進協議会と茨城県中性子利用促進研究会、総合科学研究機構(CROSS東海)、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催し、日本鉄鋼協会研究会I「小型中性子源による鉄鋼組織解析法」が協賛して「量子ビームを利用した小角散乱・回折・透過プロファイル解析によるマイクロ組織の定量評価」をテーマに開催しました。65名の参加者がありました。

小角散乱プロファイルやブラッグエッジ解析の最先線について紹介していただいたあと、T. Ungar教授に「ラインプロファイル解析(CMWP法)の基礎と応用」と題してチュートリアルを行っていただきました。それに続いてCMWP法による材料評価に関するものなど6件の講演がありました。電子顕微鏡観察とX線や中性子回折の相補的評価技術についての理解を深める場になりました。

●茨城県磁石材料分科会

10月23日(木)にエッセム神田ホールにおいて、茨城県中性子利用促進研究会が主催し、中性子産業利用推進協議会と総合科学研究機構(CROSS東海)、元素戦略プロジェクト磁性材料拠点が共催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して「中性子による磁石材料構造解析の現状と展望」をテーマに茨城県磁石材料分科会を開催しました。54名の参加者がありました。

初めに、「元素戦略プロジェクトの取組み」のセッションがあり、広沢哲拠点長が拠点での取組みを紹介し、文部科学省の庄司哲也氏が

大型研究施設への期待を表明されました。「チュートリアル」のセッションではKEKの斉藤耕太郎助教と小野寛太准教授、神山崇教授が磁気構造解析の現状について紹介しました。最後の「磁石材料構造解析の最前線」のセッションでは3名の方からTEM、放射光と中性子による磁石材料の構造解析の結果を紹介していただきました。磁石材料については元素戦略の重要テーマであることから非常に活発な質疑がありました。

●第1回残留ひずみ・応力解析研究会

10月28日(火)に研究社英語センターにおいて、中性子産業利用推進協議会と茨城県中性子利用促進研究会、総合科学研究機構(CROSS東海)、SPRING-8ユーザー共同体が共催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して「機械構造物における残留応力とひずみの評価」をテーマに第1回残留ひずみ・応力解析研究会を開催しました。35名の参加者がありました。

初めに、友田陽茨城大学教授に「インコネルと低合金鋼接合界面における応力腐食割れ挙動」と題して基調講演を行っていただきました。そのあと、「中性子」と「中性子・放射光」の2つのセッションに分けて、中性子や放射光を利用した構造物の残留応力の測定事例を5件発表していただきました。実構造物における溶接残留応力や構造起因の残留応力に関する興味ある結果を紹介していただきました。

●薄膜・界面研究会

11月6日(木)に研究社英語センターにおいて、中性子産業利用推進協議会と茨城県中性子利用促進研究会、総合科学研究機構(CROSS東海)、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催して「反射率測定と界面ナノテクノロジー」をテーマに開催しました。22名の参加者がありました。

初めに、今年度新たに主査に就任していただいた田中敬二九州大学教授に反射率計による高分子薄膜・界面の構造解析についてチュートリアル講演を行っていただきました。そのあと、装置セッショ

ンにおいて、J-PARC/MLFの反射率計であるBL16とBL17の現状と利用成果を紹介していただきました。薄膜構造解析に2つの装置が大いに利用されている状況が理解できました。最後の、膜構造解析セッションでは中性子反射率計による各種薄膜構造物の解析事例として、中性子の応用としては特異なトライポロジに関する事例の紹介に続いて、電池の薄膜・界面構造に関する解析事例を3件紹介していただきました。反射率計ならではの成果であり、活発な議論がありました。

●非破壊検査・可視化・分析技術研究会

11月25日(火)に大阪科学技術センターにおいて、中性子産業利用推進協議会と茨城県中性子利用促進研究会、総合科学研究機構(CROSS東海)、J-PARC/MLF利用者懇談会が共催して「非破壊検査・分析サービスの現状 小型加速器中性子源施設と大型施設との相補利用に向けて」をテーマに開催しました。初めての関西地方での開催でしたが、41名もの参加があり盛況でした。

初めに、J-PARC/MLFの分析・可視化装置の現状に関して即発ガ

ンマ線分析とイメージングの説明がありました。そのあと、「非破壊検査・可視化・分析技術の最近の話題」と「小型加速器中性子源の利用」、「利用者支援・分析サービスの現状」の3つのセッションにおいて、テーマに即した話題を全部で9件提供していただきました。非破壊検査・可視化・分析技術をより身近な技術として認識していただけたものと思います。

お知らせ

●有機・高分子材料中性子構造解析研究会

日時：平成27年2月5日(木) 13:00-17:00

会場：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と茨城県中性子利用促進研究会、総合科学研究機構(CROSS東海)が共催し、J-PARC/MLF利用者懇談会

が協賛して「ソフトマテリアルの構造と物性・機能」をテーマに開催します。初めに、J-PARC/MLFとiBIXの現状を紹介いたします。そのあと、有機半導体などソフトマテリアルの構造と物性の相関などに関して3件の講演を行います。

●放射光と中性子の産業応用に関するセミナーin博多

日時：平成27年2月20日(金) 13:00-17:10

会場：TKPカンファレンスシティ博多 TKPホール

茨城県と佐賀県地域産業支援センター、九州シンクロトロン光研究センター、総合科学研究機構(CROSS東海)が主催し、茨城大学と中性子産業利用推進協議会が共催し、文部科学省と佐賀県、九州シンクロトロン光研究センター利用推進協議会、J-PARCセンター(JAEA/KEK)が後援して放射光と中性子の産業応用に関するセミナー

を開催します。初めにJ-PARC/MLFとSAGA-LSの概要と産業利用について紹介したあと、水素社会の確立に向けての活動を盛んに行っている福岡県ならではの中性子による水素挙動の観察結果を2件紹介していただきます。続いて放射光による産業利用の成果を3件紹介していただき、最後に、川口大輔九州大学准教授から量子ビームによる高分子薄膜の構造解析について講演していただきます。

1月以降に開催予定の研究会と講習会

- ソフトマター中性子散乱研究会(2月開催予定)
「GISAXとGISANS及びSANSの産業利用にむけたプラットフォームの構築」をテーマとし、X線・放射光小角散乱や中性子小角散乱による高分子構造解析の最前線を紹介いたします。
- 第2回残留ひずみ・応力解析研究会(2月開催予定)
「産業機器の応力・ひずみ評価と強度解析」をテーマとし、機械構造部材等の大型構造物から、電子部品等の小型部品にいたるまで、実際の産業製品で問題となる残留応力を回折法により評価した結果を紹介いたします。
- 第6回小角散乱法解析研究会
(3月2日京都大学東京オフィスにて開催)
固体材料のナノ構造研究ツールとしての中性子小角散乱法および類似手法に関する研究会として開催します。

- 第2回生物構造学研究会(3月開催予定)
NMRとX線・中性子散乱(相関構造解析と構造生命科学)をテーマとし、互いに共通点の多いNMRとX線/中性子を相関させた新しい構造生命科学の展望を議論する予定です。
- 第2回集合組織分科会(3月開催予定)
iMATERIAにおける集合組織と残留オーステナイト量の測定法の開発状況について紹介します。
- 第2回小角散乱分科会(3月開催予定)
iMATERIAにおける小角散乱測定システムの開発状況について紹介します。
- 平成26年度Z-Code講習会(3月開催予定)
平成26年度Windows版とZ-Rietveld-M(磁気構造解析ソフトウェア)、PDF解析の講習を予定しています。

研究会などの詳細については協議会HP(<http://www.j-neturon.com/>)に順次掲載しますのでご参照ください。

中性子産業利用推進協議会 季報【14年・冬】Vol.25

発行日 2014年12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-neturon.com URL:http://www.j-neturon.com/