

CONTENTS

P2 要望書の提出 P2 J-PARC/MLFの2016Aにおける課題採択結果 P3 ミュオン技術の紹介 P4-6 研究トピックス P7 中性子産業応用セミナー P7-8 活動報告 P8 お知らせ

世間から案外求められていること

茨城大学 大山 研司

私は大学に所属していますから当然授業をします。幸い、中性子科学も担当しているので、大学院生に中性子回折実験の講義をしています。思いのほかビーム実験への関心が高いと感じています。教授室まで質問しにくる大学院生もいれば、履修する必要のない4年生がわざわざ授業を受講してくれています。彼らはビーム実験を自発的に習得しようとしているようです。先日、物理学会主催の一般向け公開講座「結晶と粒子線回折」で講義をする機会がありました。X線と電子、陽電子、中性子の4つのビーム実験と、そのサイエンスについて、一般の方に分かりやすく解説する企画です。高校生を含む160名もの熱心な方々が参加され、会場は満席でした。どの講義も多くの質問がありました。また、終了後のロビーで高校生に引き止められ、熱心な質問も受けました。どうやらビーム実験やサイエンスは、私が思っていた以上に一般の方や若い方の関心を引くものであるという発見がありました。

中性子科学は大型施設を必要としますから、常に社会還元を意識します。中性子産業利用推進協議会の活動に代表される産業界への貢献はその社会還元の一つです。社会還元としては、産業界だけでなく、世間一般の皆さまにビーム実験による科学の面白さを伝えることも必要であると思います。しかし、上述のように、私たちが思っている以上に一般社会の皆さまに関心を持って貰える可能性があるため、楽しく分かり易い印象的な説明が期待されています。それが上手くできないと失望させてしまうことになります。また、将来中性子科学が無視されて行くことになるので、注意が必要です。

欧州のESSでは広報のためにYouTubeでPR動画を配信しています。ハリウッド俳優が演じる、あのスタートレックのピカード船長が、ESSの必要性を重厚な存在感を持って訴えています。授業や公開講座を聴くことにより科学に関心を持つようとする多くの若い方々のことを思うと、ハリウッド俳優とまでは行きませんが、私たちも、もっとPRに徹した情報提供しなければならないと思います。

先端科学技術の発展からモノづくりへ

住友ゴム株式会社 岸本 浩通

私が加速器というものを知ったのは高校2年の時です。私が通っていた高校では、様々な文化などを教える機会として年に1度外部講師を招いた講演会を開催していました。その中に、高エネルギー加速器研究機構での素粒子研究についての講演がありました。当時、周辺には田畑しかない田舎暮らしの私にとって、加速器の話は内容・規模ともに壮大で、まるで異次元の世界の話の話を聞いているかのようでした。「一生、加速器なんて無縁だと思うが、こんな研究ができれば凄いな…」という印象を強く受けた記憶が残っています。当時の私は、まさか将来利用することになるとは想像もしていませんでした。

現在、私はタイヤ性能を向上させるための材料研究に中性子や放射光を利用しています。世界的にも自動車は私たちの生活にとって欠かせないものとなっていますが、その中でもタイヤは燃費と安全性に関わる重要な部品です。タイヤ性能の向上は、持続可能な社会形成にとっても非常に重要です。単純にゴムといっても十数種類以上の材料から作られ、これら

の材料がゴム内部で複雑な構造を形成し、相互作用することでタイヤとしての性能を生み出しています。私は、分析技術の限界を超え、ゴム内部の構造や運動性を解明できれば、技術的ブレークスルーができると考えました。そこで、私たちは、2001年に放射光を、2005年頃から中性子の利用を始めました。開始当時、複雑系であり、アモルファス材料であるゴムに応用しても研究成果が得られないのではないかとという声もありました。今から思うと当時の技術では確かに困難だったと思います。しかし、大学や研究施設の研究により技術が発展し、今ではタイヤだけでなく産業界において中性子と放射光は欠かせない実験技術となっています。今後、日本が世界競争に勝つためには、「科学技術」と「モノづくり」の両輪で発展していなければなりません。そのため、J-PARC/MLFと研究用原子炉JRR-3の安定的運転には大いに期待しています。

最後に、私が子供の頃に抱いたように、現在の子供たちが科学技術に対して夢が持てるように製品作りを通じて、科学技術の重要性、そして科学への夢を伝えて行きたいと思っています。

要望書の提出

1月18日(月)に開催した平成27年度第2回運営委員会・研究開発委員会幹事会合同会議において、須藤亮運営委員長から齊藤直人J-PARCセンター長に、4月と11月に発生したJ-PARC/MLFの水銀ターゲットの不具合に関して要望書を提出しました。

協議会からの要望事項は下記の3項目です。

- 1) 早期運転再開
産業界ユーザーとしては技術開発や製品開発への影響を最小限に留めるよう、早期に運転を再開していただきたい。
- 2) 恒久対策構造の開発
中性子標的容器の不具合について、発生原因を徹底的に究明するとともに、それに基づいた抜本的な再発防止策を速やかに確立していただきたい。

- 3) 安定運転の確保
機器・設備ならびに加速器制御システムの信頼性を確保し、安全で安定的な運転を継続できるようにしていただきたい。

齊藤センター長からは早期運転再開と安定運転にはJ-PARCセンターの総力を挙げて取り組みたいとの回答がありました。

J-PARC/MLFでは、11月に不具合を生じた水銀ターゲット7号機を取り外し、1月に予備機としてMLF実験棟1F玄関ホールに展示してあった2号機に取り替えしました。調整運転を実施した上で、2月20日よりMLFの利用運転を出力200kW程度にて再開しました。なお、J-PARCセンターとしては、平成28年度夏期のメンテナンス期間中に予定している冷中性子源設備の一部更新等も見据え、随時追加的な保守・点検を行いながら安定的なビーム供給に努めて行くとのことです。皆さまのご利用をお待ちしています。

J-PARC/MLFの2016Aにおける課題採択結果

J-PARC/MLFでは昨年4月と11月に水銀ターゲットにおいて冷却水漏れの不具合が発生し、ユーザーの皆様には大変ご迷惑をお掛けしています。この不具合のために2015Bの課題募集は中止されました。2016年度は7サイクル運転されることになり、154日利用できることになりました。一方、2015Aに採択され、不具合のために実験されていない課題については、2016Aにキャリーオーバーすることになり、70日をそのために費やすこととなりました。結果として、2016Aと2016Bにはそれぞれ42日を一般ユーザーに供することになりました。KEKのS型課題やJAEAのプロジェクト研究、および装置グループの利用などを除いて一般利用に供されるのは装置全体で370.5日であり、比率では53.7%です。比率は2015Aの50.5%から若干改善されました。

一般課題公募においては、一般利用と成果専有、CROSSの新利用者支援事業を合わせて286件の申請があり、96件が採択されました。採択率は33.6%で、2015Aの58.1%から大幅に低下しました。因みに2008から2016Aにおける平均の採択率は57.7%です。産業界からは成果専有の2件を含めて17件の申請があり、9件が採択されました。採択率は52.9%です。CROSSの新利用者支援事業では産業界から5件の申請があり、4件が採択されました。従って、J-PARC/MLFの2016Aにおける産業界の採択件数は合計で13件です。なお、茨城県のビームラインでは、第29号で紹介したように、2016Aからユーザー利便性のさらなる向上を目的に、定期課題公募を廃止し、すべてを随時課題とし、「一般課題」としましたので、今回から定期課題募集はありません。

2016Aにおいて採択された11件の成果公開での産業利用課題を表1に示します。

図1には2016Aにおける採択課題の申請元別分類と利用する装置別分類を示します。産業利用の比率は13.5%で、2015Aの15.2%から更に減少しました。図1下に装置別の分類を示します。BL16水平型反射率計「SOFIA」が10.4%と最も多く、次いで、BL15大強度型中性子小中角散乱装置「大観」が9.4%、BL17垂直型反射率計「SHARAKU」が8.3%となっています。これまでBL20材料構造解析装置「iMATERIA」での採択が最も多かったのですが、2016Aでは(100-β)枠での採択だけであるため、4.2%と少なくなっています。

図2にJ-PARC/MLFが共用を開始した2008年以降の産業採択課題件数の推移を示します。黒数字は成果公開、赤数字は成果専有での利用件数を示しています。2008の供用開始当初は成果公開で利用してJ-PARC/MLFの実験装置の機能と性能を確認するかたちでの申請が多かったのですが、2010A以降は成果専有での利用が増えています。因みに、BL20「iMATERIA」では2012Aから随時課題受付を始めましたが、2015Aまでに採択された140件中の71件、比率では51%が成果専有での利用となっています。このことは、中性子による技術開発や製品開発が産業界において大いに貢献していることを示していると考えます。これから益々成果専有での利用が拡大することを期待したいと思います。

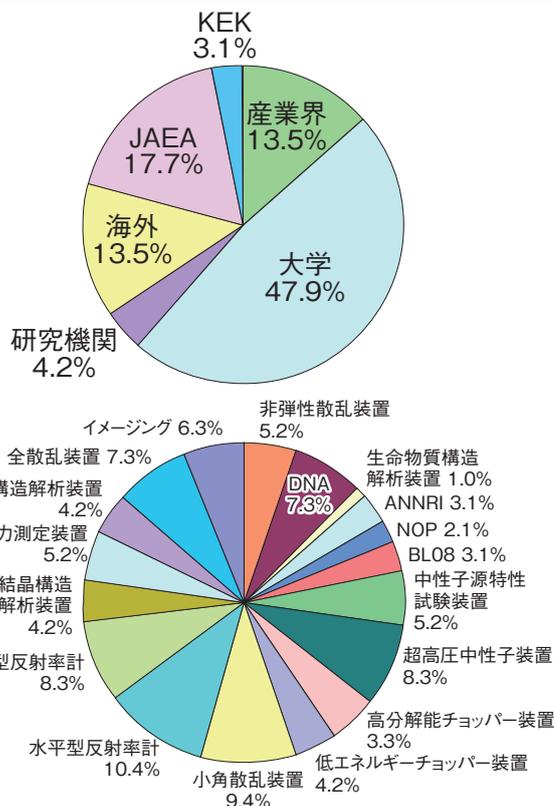


図1 2016Aにおける採択課題の申請元分類と装置別利用状況

表1 2016A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	所属機関
BL02 ダイナミクス解析装置「DNA」	J-PARC 一般公募	増井友美	住友ゴム工業
		首藤康之	住友ベークライト
BL14 冷中性子ディスクチョッパー型分光器「AMATERAS」		増井友美	住友ゴム工業
BL16 高性能試料水平型中性子反射率計「SOFIA」		川浦宏之	豊田中央研究所
BL17 試料垂直型偏極中性子反射率計「SHARAKU」		平野辰巳	日立製作所
BL19 工学材料回折装置「匠」		向井康博	関西電力
BL22 中性子イメージング装置「螺鈿」		今川尊雄	日立製作所
BL02 ダイナミクス解析装置「DNA」	CROSS 新利用者 支援事業	茂木昌都	日産アーク
BL15 大強度型中性子小中角散乱装置「大観」		小川光輝	富士シリシア化学
BL17 試料垂直型偏極中性子反射率計「SHARAKU」		小池淳一郎	DIC
		永橋直也	石原産業

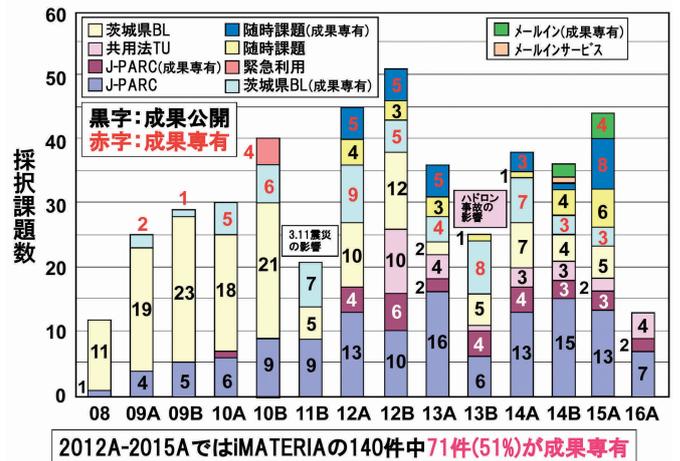


図2 J-PARC/MLFにおける2008から2016Aにおける産業利用採択課題の推移

ミュオン技術の紹介

ミュオン散乱法

株式会社 東芝 宮寺 晴夫

ミュオン散乱法は9.11テロを受け、核テロ対策・核セキュリティ対策を目的として、米国ロスアラモス国立研究所で開発されました。ミュオン散乱法では、図1のように測定対象を挟む配置でミュオン検出器を設置し、測定対象を通過前後のミュオン軌跡を測定します。両軌跡の最近接点から散乱体の位置を特定し、ミュオンの平均散乱角が概ね原子番号に比例するため、元素識別が可能です。

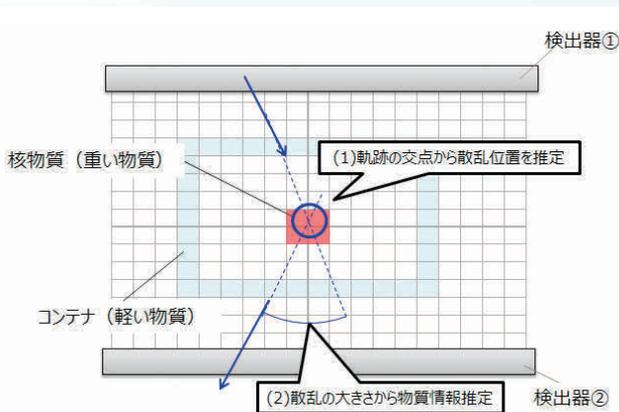


図1 ミュオン顕微鏡の概念図

ロスアラモス研究所の技術供与を受けた米Decision Sciences社は、コンテナスキャナの商品化に成功しています。バハマに初号機として設置された測定装置では、コンテナ1個あたり1分程度で内容物の検査が可能となっています。今後、米国コンテナ全量検査法の適用を受け、ミュオン散乱法を用いたコンテナスキャナが世界中の港湾施設に導入されていくことも考えられます。

2011年3月11日に発生した東日本大震災後に、原子炉イメージングのシミュレーション計算や東芝研究炉での実証試験を行い、東京電力福島第一原子力発電所の原子炉に適用した場合、図2のような炉外からの透視で、炉心位置で0.3mの分解能が得られるとの結果が得られています。

2014年6月～2015年12月に、技術研究組合国際廃炉研究開発機構(IRID)が実施した平成25年度補正予算「廃炉・汚染水対策事業費補助金(原子炉内燃料デブリ検知技術の開発)」の中で、ミュオン軌跡検出器システムの設計・製作を行いました。図3に組み立てたミュオン軌跡検出器を示します。

今後、東京電力福島第一原子力発電所の原子炉への適用については、現場の状況や炉内状態に応じて適切に実施していく計画です。

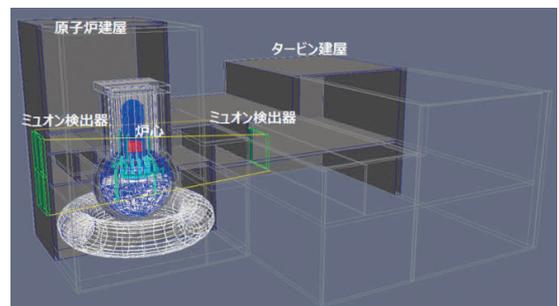


図2 原子炉を測定する場合のミュオン散乱法の検出器設置イメージ



図3 東芝生産技術センターで組み立てたミュオン軌跡検出器

●J-PARC

J-PARC・SPring-8・スーパーコンピュータ「京」を連携活用させた タイヤ用新材料開発促進技術『ADVANCED 4D NANO DESIGN』

住友ゴム工業株式会社 岸本 浩通、増井 友美
間下 亮、金子 房恵、若林 昇

住友ゴム工業は、J-PARC/MLFの中性子実験装置とSPring-8の放射光実験装置、ならびにスーパーコンピュータ「京」による分子シミュレーション技術の連携活用を進め、新材料開発促進技術『ADVANCED 4D NANO DESIGN』技術を確認しました。

住友ゴム工業では、地球環境への国際的な関心と安全意識が高まる中、相反性能である低燃費性能とグリップ性能を高度に両立させた低燃費タイヤの開発に取り組んできました。未来の地球環境に対して、さらにできることとして「省資源」に着目し、タイヤの相反性能である低燃費性能とグリップ性能、耐摩耗性能を同時に向上させる技術の開発を進めてきました。

タイヤ用ゴムは骨格となるポリマーに補強材であるシリカやカーボンブラックなどのナノ粒子、機能を向上させる添加剤や架橋剤など多くの材料から作られています。図1にゴム内部構造とタイヤ性能の関係を示します。このように数桁にわたる広い時間と空間スケールにおいて複雑な階層構造を形成し、互いに相互作用することでタイヤ性能を発揮しています。そのため、タイヤ性能を大幅に向上させるためには、この幅広い時空間スケールにおける材料構造と運動性を理解しコントロールすることが重要です。

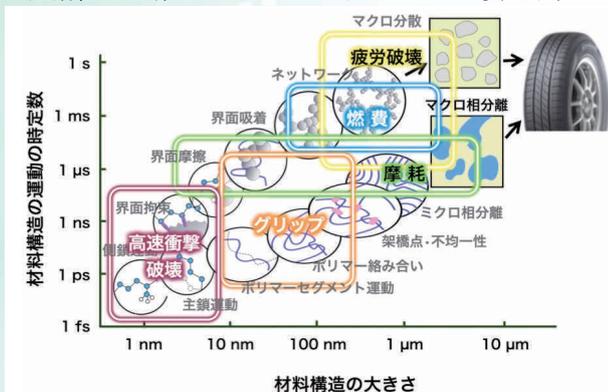


図1 タイヤ性能とゴムの時空間階層構造モデル

当社ではJ-PARC/MLFとSPring-8、「京」の連携活用を進め、新材料開発促進技術『ADVANCED 4D NANO DESIGN』技術の確認を目指しました。特にJ-PARC/MLFでは、未知の領域であったシリカ界面ポリマーの構造と運動性に着目し研究を進めました。

タイヤゴム中に形成される階層構造の中で、シリカ界面ポリマーは古くからタイヤゴム性能に関係し、シリカ表面の極近傍に束縛されたポリマーとその周囲に存在するポリマーの動きが重要と考えられてきました。しかし、これまでの分析技術ではシリカ界面における構造と運動性を直接調べることは難しく、タイヤゴム物性とどのように関係しているのか十分に分かっていませんでした。当社では、シリカ表面の改質によるシリカ界面ポリマー構造と運動性を調べるために、BL16「SOFIA」による中性子反射率法と、BLO2「DNA」とBL14「AMATERAS」による中性子準弾性散乱法を用いて研究を進めてきました。タイヤ用ポリマーであるSBR（スチレン-ブタジエン共重合体）

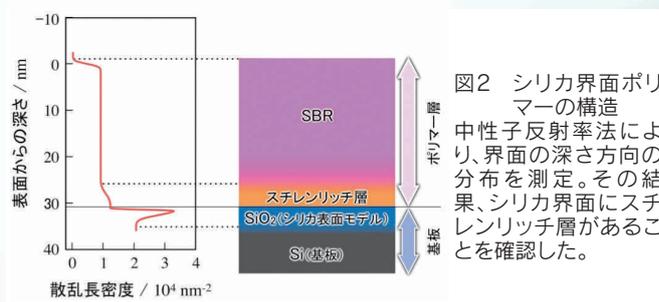


図2 シリカ界面ポリマーの構造
中性子反射率法により、界面の深さ方向の分布を測定。その結果、シリカ界面にスチレンリッチ層があることを確認した。

の一部を重水素化し、中性子反射率実験からシリカ界面構造を調べました。その結果、図2に示すように、SBR中のスチレン成分がシリカ界面と強く相互作用し、多く偏在していることが分かりました。そして、シリカ表面を改質し、シリカ界面ポリマーの運動性を中性子準弾性散乱法により調べたところ、図3左に示すように、準弾性散乱成分の解析から改質方法を変えることで運動性をコントロールすることができることが分かりました。さらに弾性成分を解析し、ゴムの強度に関係すると考えられるシリカ表面に束縛されたポリマー量を調べたところ、図3右に示すように、改質方法によって束縛ポリマー量も変わるということも分かってきました。しかも、SPring-8においてX線光子相関分光法により調べたところ、シリカ界面ポリマーの運動性がサブマイクロスケールのシリカネットワーク構造の運動性にまで影響し、ゴムの性能を変えていることが分かりました。

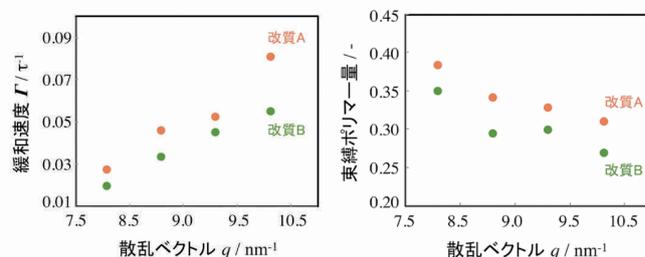


図3 シリカ表面改質によるゴム分子の運動性と束縛量の変化
中性子準弾性散乱により、改質によりシリカ界面におけるポリマーの運動が変化すること(左図)、シリカ界面における束縛量が変化すること(右図)が分かった。

J-PARC/MLFとSPring-8の実験から得られた構造や運動性について「京」を用いて大規模分子シミュレーションを行い、変形した際にゴム内部で生じる様々なストレスや発熱の原因を調べて材料設計を行うことで、低燃費性能とグリップ性能に加え、耐摩耗性を200%に向上させることに成功しました。図4に耐摩耗のマックスレッドゴムを搭載したタイヤの外観を示します。

タイヤゴム材料は未解明な部分が多く存在します。当社ではJ-PARC/MLFの活用をさらに進め、高性能で経済性に優れたタイヤの開発を進めていきたいと考えています。



図4 耐摩耗マックスレッドゴム搭載タイヤ (コンセプトタイヤ)

先端鉄鋼材料の変形機構の解明

原子力機構 ハルヨ ステファヌス

TRIP鋼の引張り変形中のその場中性子回折測定をBL19「匠」で行い、鋼中のオーステナイト相とフェライト相、ならびに、加工誘起マルテンサイト相の相応力の観察に初めて成功しました。

鉄鋼材料の強化機構の中で高強度と高延性、ならびに優れた高速変形特性が期待されるものに変態誘起塑性(Transformation Induced Plasticity: TRIP)効果があります。TRIP効果は準安定な組織を有する鉄鋼材料において塑性変形に伴い、強度がより高い組織に相変態することによって起こります。0.2%C-TRIP鋼は衝突の際の衝撃吸収に優れた材料として自動車の車体への応用が期待されています。図1に示すように、これらのTRIP鋼は、母相であるフェライト(F)相と10数%の高炭素濃度含有の準安定な残留オーステナイト(A)相からなる2相材料です。変形させると塑性変形とともにA相が強度の高いマルテンサイト(M)組織に加工誘起相変態することにより高強度と高延性が得られるとされています。ところが、TRIP効果にもたらず変形中の加工誘起相変態挙動、すなわち、M相の強度への寄与(相応力の負担)に関する定量的な研究がほとんどなかったため、中性子回折法により変形中のその場測定を行い、定量的な解明を試みました。

引張試験中のその場実験は、J-PARC/MLFのBL19「匠」で行いました。中性子強度が高く、瞬時に回折データが取れる「匠」では、通常その場引張試験のようにひずみ負荷を段階的に止めることなく、連続的に行うことができます。また、連続変形中にその場回折実験を行うことで、ひずみを保持したときの応力緩和やクリープの影響をなくすることができるのは本実験の強みと言えます。図2にTRIP鋼の引張試験で得られた負荷応力-負荷ひずみ曲線と、中性子回折法で得られたA相の相対体積率(変形前を1としました)を示します。A相の体積率は、負荷応力が400MPaを超えて塑性変形が始まると急速に減少し、加工誘起相変態が生じていることを示しています。

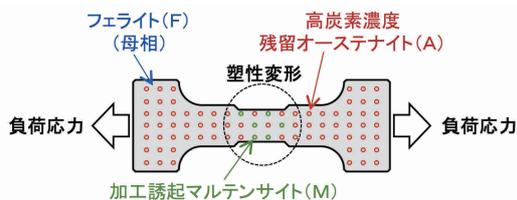


図1 TRIP効果の模式図

図3には、変形中のTRIP鋼のM相とA相、F相が担った相応力を示します。「匠」はJRR-3の装置に比べて約3倍も分解能が高いため、これまで分離が難しかったF相とM相を識別できており、全構成相の相応力の観察に初めて成功したと言えます。すなわち、加工誘起相変態で形成されたM相は最も高い相応力を負担していることが分かりました。さらに、これらの相応力の結果から再現したバルク応力も、負荷した応力と一致しており、「匠」によるその場実験は、TRIP鋼のような先端材料の変形機構解明に有用であるとともに、その知見に基づき新たな材料開発に資することができると考えます。

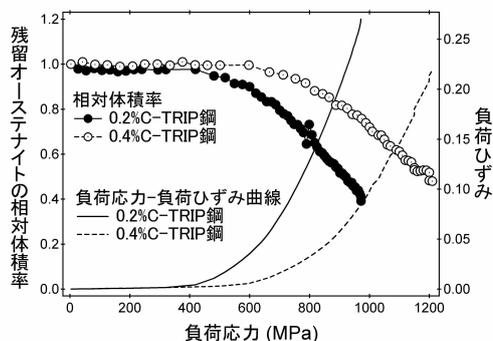


図2 TRIP鋼の負荷応力-負荷ひずみ曲線及び残留オーステナイトの相対体積率の変化
一般的な鉄鋼では変形中に構成相比は変化しないのに対して、TRIP鋼ではM相へ変態するためA相は減少する

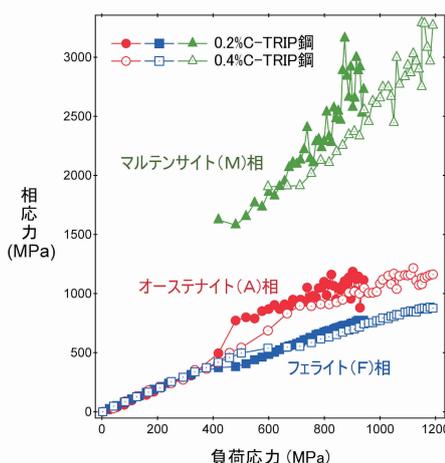


図3 変形中のTRIP鋼の構成相間の応力分配

中性子小角散乱によりフェノール樹脂の熱硬化反応過程を解明

住友ベークライト株式会社 和泉 篤士

中性子小角散乱解析によりフェノール樹脂の熱硬化反応初期過程の不均一性を伴う構造変化を散乱関数変化として捉えることに世界で初めて成功し、フェノール樹脂の構造解析において、中性子散乱解析が有効な評価技術であることを示しました。

1907年に人類が初めて発明したプラスチックであるフェノール樹脂は、強度、弾性率、耐熱性、絶縁性などが優れる熱硬化性樹脂として、現在も様々な産業分野で利用されています。これらの諸物性は、熱硬化反応によって形成される緻密な三次元の架橋ネットワーク構造によってもたらされるものです。樹脂の物性を最大限に引き出すための材料設計において、架橋ネットワーク構造制御は重要な要素技術の一つです。また、フェノール樹脂やエポキシ樹脂などの熱硬化性樹脂の架橋構造には不均一性が存在し、不均一性が樹脂物性に大きく影響を及ぼすと考えられていま

す。不均一性と製造プロセスとの相関の解明は、次世代の高性能熱硬化性樹脂開発において極めて重要な課題です。

これまで、フェノール樹脂における架橋構造不均一性解明のため、SEM、TEM、NMR、AFMなどを用いた様々な評価手法が提案されています。しかしながら、樹脂は熱硬化反応によって不溶不融性となり、さらに、架橋ネットワーク構造は一般にアモルファスであるため、分析技術が飛躍的に進化した現在においてもなお、架橋ネットワーク構造を分子レベルで解明することは非常に難易度の高い課題です。フェノール樹脂と同様に三次元の架橋ネットワーク構造を有するハイドロゲルやオルガノゲルの不均一性については、種々の中性子散乱解析手法によって明確な結論が示されています。しかしながら、J-PARC/MLFの中性子散乱実験装置では熱硬化性樹脂の研究はほとんど検討されていませんでした。J-PARC/MLFの中性子散乱実験装置を利用したフェノール樹脂の新しい評価技術を確立することにより、樹脂の長い研究史において誰も見出すことができなかった架橋不均一性に関する新しい知見を得ることが期待されます。

我々は、ゲルの研究において確立された解析手法をフェノール樹脂に応用し、J-PARC/MLFのBL15「大観」において中性子小角散乱実験を行い、ゲル化メカニズムの解析を行いました。その結果を図1に示します。図中に記載した理論関数を用いてフィッティング解析した結果、反応温度の上昇に伴う硬化反応の進行により、樹脂の架橋ネットワーク構造における不均一性の特徴長さが短くなることが明らかとなりました。これは、熱硬化反応初期過程の不均一性を伴う構造変化を散乱関数変化として捉えることに世界で初めて成功した結果です。この成果はフェノール樹脂の構造解析において、中性子散乱解析が有効な評価技術となることを示したと言えます。

本研究は、課題番号2012B0033と2014A0054において、柴山充弘東京大学物性研究所教授との共同研究として実施しました。また、検討を進めるにあたり、フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 (FSBL) における熱硬化研究分科会にて、旭化成グループ、デンソーグループ、住友バークライトグループの産学メンバーより助言をいただきました。BL15での実験実施に際しては、CROSS東海の岩瀬裕希博士の助言ならびに技術支援をいただきました。この場を借りて感謝申し上げます。

●茨城県BL

中性子と放射光を相補利用したLiイオン電池正極材料の充放電サイクルにおける結晶・電子構造解析

東京理科大学 井手本 康、石田 直哉、北村 尚斗

Liイオン電池の充放電サイクルにおける結晶構造と電子構造の変化を放射光X線と中性子の相補の利用により明らかにし、電池のサイクル特性を向上させる知見を得ることができました。

リチウムイオン電池 (LIB) は、高エネルギー密度を有する二次電池で繰り返し充放電が可能です。しかし、充放電サイクルを重ねると容量が減少して、初期のエネルギー密度を維持できなくなっていく場合があります。この原因を解明するためには、計測評価技術の高度な組み合わせが必要となります。すなわち、中性子と放射光の相補利用です。放射光X線回折法は高輝度かつ高分解能なためLIBの正極材料のような酸化物結晶の構造精密化に有効な手法です。しかし、X線は電子数の少ない元素に対しては散乱強度が弱いため、Liイオンのような軽元素の結晶構造パラメータを精密化することは困難であり、また、電子密度分布を正確に可視化する際に問題となります。一方、中性子は原子核によって散乱するため、Liのような軽元素や酸素でも中性子回折法によって見分けることができ、放射光X線法との相補利用により、高い信頼性を持った結晶および電子構造解析が可能となります。

近年、 $0.5\text{Li}_2\text{MnO}_3\text{-}0.5\text{LiMn}_{1/3}\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{O}_2$ 固溶体は高容量を示す正極材料として注目されています。初回充電時に異常な挙動を示しながらも高い容量を示すために、次世代の正極材料候補として多くの研究がなされています。この材料はサイクル特性が悪いことが課題ですが、サイクルに伴う構造変化は十分に理解されていません。本研究では、充電後・放電後の電極を *ex-situ* で中性子と放射光X線による回折実験により、結晶構造と電子構造の変化を明らかにしてサイクル特性を向上させる知見を得ることを目的としています。当研究室は、LIBの正極材料に対して数10 mg程度の電極であってもJ-PARC/MLFの高強度中性子を用いれば結晶構造精密化が可能であることを明らかにしてきました。本研究では約10 mgの固溶体を正極としていた電池を試作し、*ex-situ* によりiMATERIAで中性子回折データを取得しました。得られたデータについてリートベルト解析 (Z-Rietveld) により結晶構造の精密化を行い、そのパラメータを用いて放射光X線回折のリートベルト解析 (Rietan-FP) および最大エントロピー法 (Dysnomia) による電子密度分布の可視化を行いました。

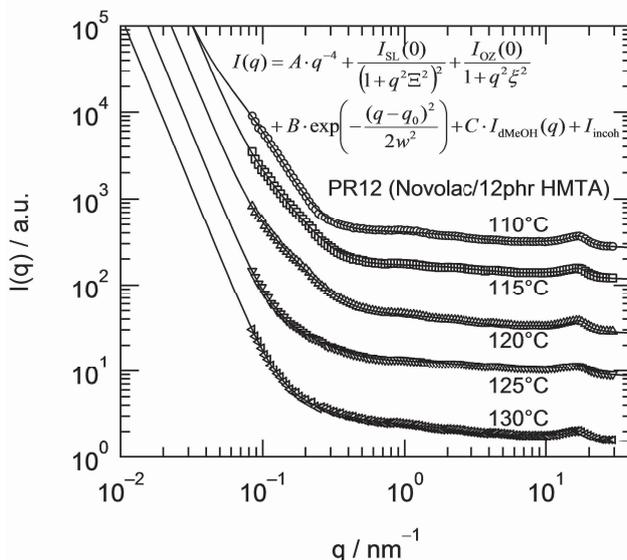


図1 硬化初期過程におけるSANSパターンの変化

図1に精密化された結晶構造モデルと充放電前、1サイクル充電・放電後、5サイクル充電・放電後のLiの占有率と電子密度分布の変化を示します。1サイクル目と5サイクル目ではLiが挿入脱離するサイトに違いが認められ、特に充電で4*h*サイトからのLiの脱離が2*c*サイトよりも困難になることが分かりました。また、初回の充電によって4*h*サイトと4*i*サイトのLiと酸素間の電子密度が大きく減少しており、初回の充電で4*i*サイトの酸素が脱離した可能性があります。この信頼性は中性子によって占有率を精密化したため、放射光X線だけで求めた電子密度分布よりも高くなります。本手法は電池の解体作業を含みますが、電池を保存した状態と類似の環境を再現したとみなした場合は、*operando* 測定による結果と比較することにより動的な環境と静的な環境における劣化過程の違いを解明する際の基礎的で有益な研究手法になると言えます。

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支援いただきました。この場を借りて感謝申し上げます。

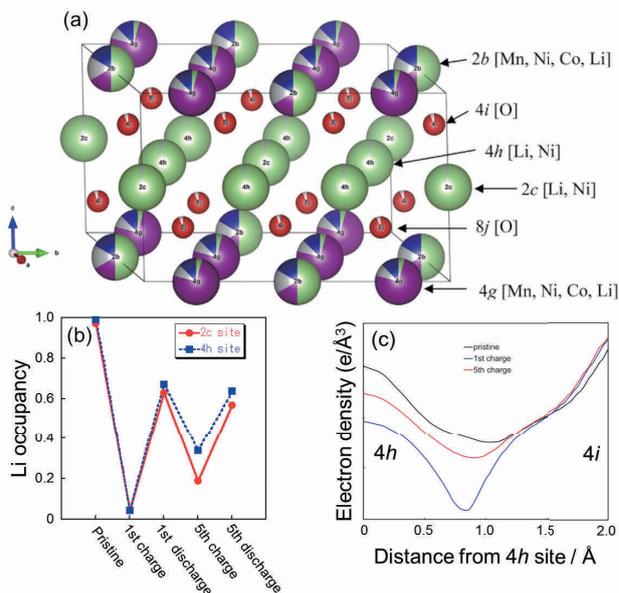


図1 放射光X線と中性子を相補的に用いて決定した結晶構造 (a) 結晶構造モデル、(b) サイクルに伴うLiの占有率変化、(c) Li (4*h*サイト) と酸素 (4*i*サイト) 間の電子密度分布

中性子産業応用セミナー

中性子産業利用推進協議会と茨城県、総合科学研究機構(CROSS東海)では、J-PARCセンターほかのご協力をいただいて、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セミナー、いわゆる「出前講座」を開催しています。今年度は3社において「出前講座」を開催しましたのでご報告します。「出前講座」を希望される会員は協議会事務局(info@j-neutron.com)までご相談ください。

10月14日(水)に愛知県刈谷市昭和町にある(株)デンソーの本社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. 中性子の基礎
2. 中性子の産業利用の現状
3. 中性子回折による残留応力と集合組織の測定
4. 世界の中性子実験施設
5. Canadian Nuclear Laboratoriesにおける中性子の産業利用
- 5.については当初Canadian Nuclear LaboratoriesのRogge博士に講演していただく予定でしたが、急病のため来日できなくなり、講師は全て林眞琴茨城県企画部技監が

務めました。(株)デンソーからは材料技術部ほかから合計で28名の方に聴講していただきました。活発な質疑がありました。



セミナー会場の様子



宮川進
材料技術部担当次長



林眞琴技監
(茨城県)

10月15日(木)に横浜市磯子区新杉田町にある(株)東芝の磯子エンジニアリングセンター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. 中性子の基礎
2. 中性子の産業利用の現状

3. 中性子回折による残留応力と集合組織の測定
講師は全て林眞琴茨城県企画部技監が務めました。(株)東芝からは電力・社会システム技術開発センターほかから10名の方に聴講していただきました。活発な質疑があり、具体的な測定についても数件の技術相談がありました。

10月16日(金)に日立市大みか町にある(株)日立製作所日立研究所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. 中性子の基礎
2. 中性子の産業利用の現状

3. 中性子回折による残留応力測定
講師は全て林眞琴茨城県企画部技監が務めました。(株)日立製作所からは日立研究所の5名の方に聴講していただきました。日立研究所では中性子回折による残留応力測定に関して多数の実績があり、活発な質疑がありました。

活動報告

◆研究会

●磁性材料研究会

12月21日(月)にエッサ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ならびにCROSS東海が主催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して「中性子散乱による磁性材料構造解析の威力」をテーマに開催しました。27名の参加がありました。

＜磁気構造解析への期待＞セッションでは、日立金属の西内武司氏から「量子プローブを用いた永久磁石材料の研究」、NIMSの三俣千春氏から「理論の立場から中性子研究に期待すること」と題してそれぞれ講演していただきました。次の＜各手法による磁気構造解析の特徴と実例＞のセッションでは、大山研司茨城大学教授、小野寛太KEK准教授、CROSSの鈴木淳市部長、林田洋寿氏、武田全康JAEA副センター長(研究会主査)が、中性子回折法や非弾性散乱法などの測定手

法の紹介と測定事例を紹介されました。

放射光などの他の量子ビームによる手法と比較しながら、中性子散乱による磁気構造解析の有用性を理解していただく場になりました。



会場の様子



武田主査(JAEA) 西内武史氏(日立金属)

●電池材料研究会

1月12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、CROSS東海が主催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して、「量子ビームによる二次電池構造解析研究の最前線 - 材料・部材から電池構造まで -」をテーマに開催しました。50名の参加がありました。

初めに、石垣徹茨城大学教授に茨城県材料構造解析装置の現状とそれを利用した電池材料研究について報告していただいたあと、基調講演として、菅野了次教授に「二次電池材料構造解析の最前線と今後の展望」と題して、電気化学デバイスにおける中性子材料構造解析の歴史と現状から新材料探索の展望まで講演していただきました。そのあと、内本善晴京都大学教授と米村雅雄KEK特別准教授、久保田圭東京理科大学助教にRISINGプロジェクトの成果やLiイオン電池に代わるNaイオン電池の開発状況を報告していただきました。最後に、実際の電池材料構造の解析に重要となる「乱れた系」の解析技術に関し、大友季哉KEK教授と森一

広京都大学准教授、木野幸一北海道大学教授にPDF解析やイメージング技術について講演していただきました。

電池分野における研究開発の変わらぬ活発さを反映した充実した研究会となりました。



会場の様子



菅野了次(東工大)



内本善晴京大教授

●非破壊検査・可視化・分析技術研究会

1月20日(水)にエッサ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、CROSS東海が主催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して、「量子ビームを用いた可視化・分析技術の現状-中性子と他の量子ビームプローブの有効活用に向けて-」をテーマに開催しました。35名の参加がありました。

最初の＜中性子を用いた可視化・分析技術＞セッションでは、J-PARCセンターの篠原武尚氏とJAEAの藤嶋輔氏が「中性子放射化分析」と題して、それぞれBL22「RADEN」とBL04「ANNRI」の特長と利用研究状況を紹介されました。＜分析技術＞セッションでは、久保謙哉国際基督教大学教授が「ミュオンによる元素分析法の開発」、白井直樹首都大学東京助教が「地球・宇宙化学的試料におけるICP-MSと放射化分析の相補利用」、大岡章氏(JAEA)が「小型中性子源を用いた核物質測定技術開発」と題して分析技術とその活用の仕方について講演されました。＜可視化技術＞セッションでは、上杉健太郎氏(SPring-8)が「放射光X線を用いた材料観察」、永谷幸則氏(生理学研究所)が「位相差透過電子顕微鏡の技術とそ

の周辺」、横田秀夫氏(理研)が「多次元画像処理による非破壊解析」と題して、放射光、電子線による可視化技術や画像処理技術について講演されました。

中性子、放射光や電子線、さらには一般的分析技術としては馴染みの薄いミュオンまで幅広い技術を取り上げたため、活発な質疑応答がありました。



会場の様子



海老原主査(首都大学東京)



久保国際基督教大教授

●金属組織研究会

1月29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、CROSS東海が主催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して、「金属材料分野での中性子利用の最前線」をテーマに開催しました。41名の参加がありました。

＜中性子利用の新しい測定・解析技術＞セッションでは、JAEAのハリヨ・ステファヌス氏とJ-PARCセンターの蘇玉華氏が最近注目されている中性子による鉄鋼材料構造解析法について紹介されました。＜非鉄金属材料解析における中性子利用＞セッションでは、千葉工業大学の寺田大将准教授とJ-PARCセンターの相澤一也氏、茨城県の林眞琴技監が代表的な非鉄金属材料であるTi、MgおよびAl系合金における中性子材料構造解析の活用例を紹介されました。＜小型中性子源による鉄鋼材料解析＞セッションでは、理化学研究所の大竹徹恵氏と北海道大学の太沼正人教授が、国内外で注目されている小型中性子源の開発と、それを利用した鉄鋼材料研究における活用状況について紹介されました。

新たな解析手法や小型中性子源による金属材料構造解析の実例も増え、金属材料分野における中性子利用が益々広がっていることを大いに感じさせる研究会となりました。



会場の様子



友田陽主査(NIMS)



大竹徹恵氏(理研)

●有機・高分子材料中性子構造解析研究会

2月16日(火)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、CROSS東海が主催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して、「企業人が中性子回折実験を行うにあたっての飛行時間法(TOF)入門」をテーマに開催しました。24名の参加がありました。

「広角X線および中性子回折データを利用した構造解析」に関して「無機・有機化合物単結晶の場合」を橋爪大輔氏(理研)、「結晶性高分子の場合」を田代孝二豊田工業大学教授が講演されました。次いで、小泉智次城大大学教授が「飛行時間法に基づく広角中性子回折実験の詳細と構造解析への応用」、日下勝弘茨城大大学教授が「飛行時間法に基づく小角中性子散乱実験の詳細と構造解析への応用」について講演されました。

J-PARC/MLFのパルス中性子による飛行時間法による結晶構造解析に関して

初めての集中的な講義であり、参加者は熱心に聴講され、活発な質疑応答がありました。



会場の様子



田代主査(豊田工大)



橋爪大輔氏(理研)

◆茨城県

●茨城県中性子利用促進研究会「集合組織分科会」

12月15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が主催し、中性子産業利用推進協議会とCROSS東海、日本鉄鋼協会研究会「小型中性子源による鉄鋼組織解析法」、「鉄関連材料のヘテロ構造・組織の解析研究」フォーラム、「材料の微視的集合組織の解析と制御」自主フォーラムが共催し、J-PARC/MLF利用者懇談会が協賛して、「中性子による集合組織研究の現状と展望 -iMATERIAにおける集合組織解析への展開-」をテーマに開催しました。34名の参加者がありました。

チュートリアルでは、井上博史大阪府立大学教授が「集合組織の制御の重要性とその解析技術」、小貫祐介茨城大助教が「iMATERIAによる集合組織解析および相分率測定技術の現状」と題して講演されました。続く「量子ビームによる集合組織研究」セッションでは、日鉄住金テクノロジーの富田俊郎氏、鈴木徹也茨城大教授、理研の池田義雅氏、ならびに、佐藤成男茨城大教授が集合組

織に関する最新研究事例を紹介していただきました。

iMATERIAや理研RANSによる新しい集合組織測定技術の開発に対する期待の高まりから活発な議論がありました。



会場の様子



佐藤主査(茨城大学)



富田俊郎氏(日鉄住金テクノロジー)

お知らせ

●平成28年度総会

日時：平成28年7月21日(木) 10:20-12:00

会場：東京 秋葉原コンベンションホール

庄山悦彦副会長、伊藤洋一文部科学省科学技術・学術政策局長、ならびに、須藤亮運営委員長の挨拶のあと、

第1号議案 平成27年度事業報告及び決算報告について

第2号議案 会員の入退会について

第3号議案 平成28年度事業計画及び収支予算について

の3つの議案について審議する予定です。会員企業の皆さまだけでなく、非会員企業や大学、研究機関の皆様も参加できます。多くの皆様の参加をお待ちしています。

●平成28年J-PARC/MLF産業利用報告会

主催：J-PARCセンター、(一財)総合科学研究機構

茨城県、中性子産業利用推進協議会

協賛：J-PARC/MLF利用者懇談会

日時：平成28年7月21日(木) 13:00～22日(金) 16:35

会場：東京 秋葉原コンベンションホール

齊藤直人J-PARCセンター長と上田光幸文部科学省量子放射線研究推進室長

の挨拶のあと、＜J-PARC/MLFセッション1＞、＜J-PARC/MLFセッション2＞、＜茨城県BL成果報告会＞、＜共用法装置報告会＞の4つのセッションに分かれて、J-PARC/MLFにおける産業利用成果を中心に16件報告していただきます。また、＜特別講演＞として22日午後に、細野秀雄東京工業大学教授に「鉄系超電導物質における新しい型の磁気秩序相」と題して講演していただきます。

多くの皆さまのご出席をお願い致します。

協議会HP(<http://www.j-neutron.com/>)では、J-PARC/MLFやJRR-3の運転情報などを提供するサイトや、研究成果を紹介するサイトなどが設けてあります。研究会や講習会などの詳細についてはHPに順次新規情報を掲載しています。是非HPにアクセスして活用してください。

中性子産業利用推進協議会 季報【16年・春】Vol.30

発行日 2016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/