

CONTENTS

P2 運営委員長離就任挨拶

P2-3 要望書の提出

P3-4 J-PARCセンター情報

P4-5 中性子実験技術の紹介

P5-11 研究トピックス

P11-12 お知らせ

材料科学者の中性子へのさらなる期待

東京工業大学 菅野 了次

材料開発にとって、物質の構造情報はなくてはならないものです。なかでも中性子を用いると、示唆に富む貴重な情報を得ることができます。ここでは筆者が関係する蓄電池材料の開発の経験をもとに、中性子科学への期待を述べたいと思います。

私の中性子との出会いは、昔フランスに留学していたときで、グルノーブルのILL研究所のD1Bという回折計でした。当時、リチウム導電体の研究を始めたばかりで、ハロゲン化物スピネルが比較的高いイオン導電性を示すことを見だし、Liが構造中をどのように拡散しているかを知りたいと思いました。その情報が中性子によりまるで手に取るように分かるような気にさせられたことに感激したことを覚えています。その後、リートベルト法がX線回折に適用されるようになり、粉末構造解析が一気に広がりを見せると共に、中性子の材料開発への利用が進む時代に突入しました。材料合成とX線リートベルト法を電池材料で結びつけようと悪戦苦闘したことや、伝手をたどって中性子回折実験を始め、カウンターが4本のHRPを使ってイオン導電体の研究をはじめたことは、今となっては懐かしい思い出です。

中性子回折の材料科学への応用が進むのと相前後して、蓄電池の世界ではLiイオン電池が実用化され、その材料開発に粉末構造解析が大活躍することになりました。中性子源のパワーアップや粉末回折計の整備も着々と進み、蓄電池の材料開発や蓄電池そのものの開発が、以前にも増して中性子と密接に連携するようになりました。

デバイスとしての蓄電池に対する社会の期待は非常に高く、開発に多くの努力が払われています。中性子によってこれま

で見えなかったものが明確になることも多く、中性子構造解析と材料開発とのキャッチボールによって、蓄電池や燃料電池に利用できるLiや水素を含む数多くのエネルギーデバイス材料が開発されてきました。既に、膨大なノウハウが蓄積されています。材料開発やデバイス開発に関わる研究者や技術者が求める情報を素早く得られるような助言を施設側が適切にできるようになることや、中性子に関わるプロの材料研究者が使いやすいような装置環境をよりいっそう整備することも重要な課題です。

中性子は材料開発やデバイス開発になくてはならない必須の道具になっています。中性子回折は材料開発の指針を示すことのできる、重要で膨大な基礎データを与えています。しかし、このような状況が材料合成の研究者に理解されているとは言い難く、ましてや、実際に材料製造に関わる技術者や、電池開発に携わる技術者の常識となっているとも思えません。このような状況をなんとか打破したいと考えます。今後、強力な中性子源を最大限に利用できるようになり、役に立つ大量の実験データを得ることが可能になります。実験をいかに手際よく効率的に進められるか、得られた情報をうまく使いこなせるかなど、中性子がさらに活躍するためにはソフト面の課題も重要です。

新材料開拓の最先端の領域では、非常に強力な中性子源を材料開発でうまく使いこなせるか、材料の大量の解析データを効率よく理解する仕組みはどのようなものか、立ち上がり始めたマテリアルインフォマティクスと連携を取って新たな材料の世界を切り拓くことが可能かなど、未踏の世界が広がっています。中性子の利用は、これから、もっともっと面白くなりそうです。

住友電気工業の材料開発におけるJ-PARCの利用について

住友電気工業株式会社 斎藤 吉広

最先端の材料開発では、その原子レベルの構造や反応過程などを分析し、特性発現のメカニズムを把握するという地道な作業が非常に重要となります。近年、材料の高機能化に伴い、益々高度な分析技術が要求されるようになっていきます。

当社では、自動車用ワイヤーハーネスや半導体デバイス、光ファイバ、超硬合金、大容量二次電池など幅広い分野の製品を開発しています。そこで使われる材料も、金属、セラミックス、高分子、ガラス、液体と多岐に亘っています。

上記の分析においてX線は非常に有用なツールであり、当

社でも古くから利用しています。特に、通常のX線管球に比べて1万倍から10億倍という高強度が得られる放射光を線源に用いることで、従来は困難であった分析も可能となりました。例えば、X線吸収微細構造(XAFS)法では、材料中の微量成分の状態を定量的に解析することができます。また、測定時間を短くできるというメリットを活かし、“その場”測定による化学反応過程の解析と製造条件の最適化にも取り組んでいます。2016年11月からは鳥栖市にある九州シンクロトロン光研究センター内に当社グループ専用のビームラインを稼働させ、社内の分析装置と同様に定常的に放射光を利用する体制が整いました。

一方、X線が苦手とする対象では、中性子の利用も進めています。例えば、大容量二次電池では、電解液である硫酸系水溶液中の水素に関する構造情報が重要となります。これに対し、重水素置換した試料を用い、中性子散乱の測定を行いました。本テーマは現在も進行中ですが、測定に用いるセルの構造や中性子散乱強度の補正方法に関し、J-PARC MLFの装置グループの皆様にご協力をいただいで改善を進めています。X線、中性子および分子動力学法

などのシミュレーションを組み合わせることで、これまで謎であった液体中の各種イオンの配位構造が明らかとなり、製品性能の向上につながるものと期待しています。

J-PARC MLFの陽子加速器の出力は、2016年の150kWから2017年下期には500kWまで増強する予定と聞いています。これにより測定時間が大幅に短縮され、ユーザーにとっては更に使い易くなります。今後も、中性子利用を拡大し、産業技術の発展に貢献したいと考えています。

運営委員長離任挨拶

(株)東芝 特別嘱託 須藤 亮

このたび運営委員長を離任し、豊田中央研究所の志満津孝取締役にごバトンタッチを致します。2011年以来、本協議会の運営に携われたことは誠に光栄であり、この間の皆様方のご協力に深く感謝を申し上げます。

在任中は中性子産業利用推進協議会として、J-PARC MLFやJRR-3等を最大限に活用し、産業界からの意見や要望を把握し、J-PARCセンターと情報を共有し、より効率的な開発環境を作り、早期の事業化に貢献することをミッションとして推進して参りました。この間、協議会会員各社のご協力により、各社で協調できる場所は協調し、

研究会等を通して共通基盤技術を確認し、その成果を活用して各社独自の開発をより効率的に推進できるような仕組みが構築されてきたことに心より感謝申し上げます。

現在、我が国は科学技術イノベーションを通じて産業競争力を高め、その結果、誰もが安心して暮らせる社会であるSociety5.0の構築を目指しています。今後ともJ-PARC MLF他を活用して、わが国の産業界が広く社会に貢献できる事業を早期に展開できることを祈念して離任の挨拶とさせていただきます。



運営委員長就任挨拶

(株)豊田中央研究所 取締役 志満津 孝

J-PARC MLFは平成20年12月23日に供用が開始されてから9年が経過しようとしています。J-PARC MLFが供用を開始するのを機として、中性子の産業利用を促進するために平成20年5月15日に中性子産業利用推進協議会が設立されました。協議会の活動の主目的は、産業界にMLFを活用していただき、新機能・高性能・低コストの製品を世界に先駆けて開発し、さらに、我が国企業の技術開発力をより高度なものにするために、パルス中性子源であるMLFと原子炉中性子源であるJRR-3に関する産業界の要望を国や施設運営機関に提出することにあります。また、10個の研究会を設けて、施設側からのシーズ技術の紹介、ならびに、産業界から利用成果やニーズの紹介を行うことで、産業界と施設側がお互いに切磋琢磨し、世界的競争力のある製品成果に繋がる議論の場を提供しようとしています。

お蔭様で産業界の中性子実験技術の利用に対する関心が高く、当協議会は現在48社2研究機関の会員を擁し、研究会活動だけでなく、中性子実験技術や解析ソフトウェアの講習会、企業各社に出向いて中性子実験技術を講義する、いわゆる「出前講座」や、中性子実験施設の見学に合わせた技術相談会などを開催し好評を得ております。産業利用は着実に拡大しており、特に、BL20「iMATERIA」では2012A以降の利用課題の約50%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実験結果が製品に

繋がり、その有用性が企業各社に認識されてきたことの証左であると思います。

そうした中で、MLFではトラブルのために運転を休止することがたびたび発生しています。最近の水銀ターゲットの不具合は、中性子実験を研究開発のルーチンに組み込んでいる企業にとっては大きな痛手であり、止むを得ず、海外の実験施設での利用を強化しているところもあるようです。施設側におかれましては、近年大きく市場が伸びると予測されている二次電池や触媒材料、磁石材料、鉄鋼材料、およびセラミックス等での活用に対する期待感に添えていただくために、MLFの安定運転を最重要課題と認識され、信頼性の高い水銀ターゲットと加速器系統の制御システムの開発に注力していただきたいと思います。

中性子産業利用推進協議会としても、MLFをさらに積極的に活用して成果を挙げ、社会に貢献することを目指したいと思っています。そのために、J-PARCセンターの皆さまと情報を共有し、より効率的な実験環境を整備することにより、イノベーションの共創の場を構築できればと思います。また、研究会活動において会員企業各社が協力し合って共通基盤技術を確認し、それを各社が独自に展開することにより効率的な研究開発を推進できるような仕組み作りを進めて参りたいと思います。会員各社ならびに施設側の引き続きのご協力を宜しくお願い申し上げます。



要望書の提出

10月4日(水)に、林芳正文部科学大臣ほか文部科学省のJ-PARCやJRR-3に係る幹部に対して庄山悦彦副会長から要望書を提出しました。

具体的には、佐野太科学技術・学術政策局長と田中正朗研究開発局長にそれぞれ面会して、産業界の中性子利用に対する期待を説明のうえ手渡しました。

要望書提出時の様子を下記の写真に示します。
協議会からの要望事項は下記の6項目です。

1. J-PARC MLFの継続的安定運転の確保とビーム出力1MWの早期達成
2. J-PARC MLFを最大活用するための年間9サイクル運転の実現
3. J-PARC MLF利用料金の低廉化
4. 産業利用を先導する先進的学術成果の創出
5. JRR-3の早期運転再開と小型中性子源開発の促進
6. J-PARCサイトへの直接入域を可能にするアクセス道路の建設

両局長からは、1) 中性子を産業界が幅広く利用していることを理解した、2) これからの技術開発はオープンイノベーションで推進すべきで、J-PARC MLFもその1つの核になると期待している、3) ユーザーの使い勝手や学生の教育を考慮すると安定運転が必須であることを理解し

た、鋭意信頼性確保に努めて行きたい、4) JRR-3は原子力規制委員会の審査を待つしかない、との回答がありました。

引き続き、産業界からの要望書を必要に応じて提出して行きたいと考えています。

なお、日本中性子科学会の鬼柳善明会長(名古屋大学特任教授)と茨城県の富田俊郎技監も合同でJ-PARC MLFとJRR-3に関する要望書を提出されました。



佐野太科政局長との面談



田中正朗研究開発局長との面談

J-PARCセンター情報

J-PARC MLFの新規水銀ターゲット容器の完成と運転の状況

J-PARCセンター 高田 弘

J-PARCセンターでは、平成27年度において500 kWの陽子ビーム出力で運転中に、中性子源の水銀ターゲット容器の保護容器で不具合を生じた後、設計を見直した新しい水銀ターゲット容器の製作を行ってきましたが、去る9月中旬に完成し(図1参照)、10月から使用を開始しました。

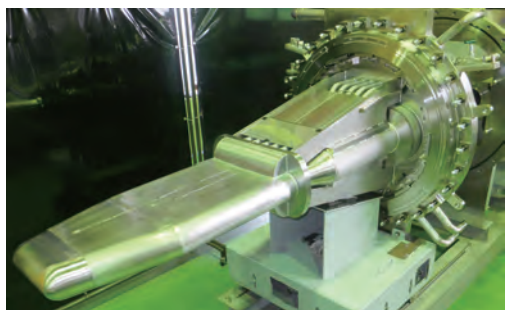


図1 完成した水銀ターゲット容器の写真

1) 水銀ターゲット容器の新規構造と製作

過去の不具合は、運転時に発生する繰返し応力による溶接部からのき裂進展が主な原因と推定しています。このため、新しい水銀ターゲット容器では、運転時に高い応力が発生する領域の応力を低減するように構造を改良しました。高い応力が発生する先端部(A領域)では、水銀容器と保護容器を一体構造とし、後部(B領域)では、保護容器を一体構造として水銀容器にボルト固定することが特徴で

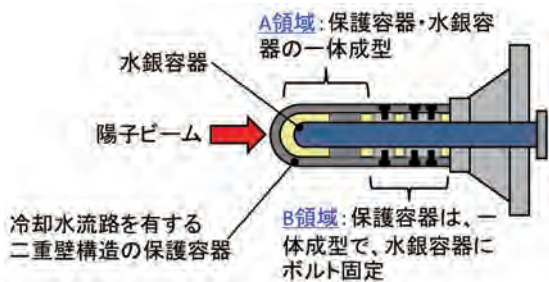


図2 水銀ターゲット容器の新規構造

す(図2参照)。これによって、き裂の起点になりうる溶接箇所が大幅に減り、A領域では溶接線の総長さが従来の半分程度になりました。

a. 製作プロセスの改良

新しく採用した一体構造型容器を実現するためには、ワイヤー放電加工による切り出しが重要な製作プロセスでした。長さ350mm以上の部材に対してワイヤー角度を連続的に変化させながら切り出しを行い、0.2 mm以下の寸法誤差に抑えるのは技術的に難しく、模擬試験体を準備し、加工方法の検証を行いながら、加工パラメータの改良を重ねて実現することができました。また、溶接に関しては、容器の板厚が変わる部位で溶接欠陥が生じやすいことに注意し、接合する部材の間に予め溶接材を挟み込んで未溶着部の発生を防止し、溶接手順を見直して溶接変形を半分程度まで低減させるなどの改良を行いました。

b. 検査手法の改良

溶接部の健全性の検査では、これまで部分的に実施していた放射線透過試験(RT)による非破壊検査を主要な溶接線の全てに適用するとともに、超音波探傷試験(UT)と組み合わせ、溶接部の初期欠陥を製造段階で確実に検出できるようにしました。特に、水銀ターゲット容器は、日本工業規格ではUTを適用できない、厚さが6 mm以下の構造があるため、水浸式超音波法と、周波数が通常より10倍高い超音波を発信できるセンサを組み合わせた検査を行い、構造上問題ないことを確認しました。

2) 運転の状況

水銀ターゲット容器では、パルス陽子ビームの入射に伴って水銀中に発生する圧力波により、水銀容器内面が損傷するので、高出力で安定な運転を行うためには、この損傷を低減することが重要な課題です。J-PARCの水銀ターゲット容器には、水銀中に微小気泡を注入して圧力波を低減する機能を取り入れています。その効果を確認するために、利用運転に先立ち、ターゲット試験を行いました。328 kWの陽子ビームを入射したときの容器上面の振動波形を図3に示します。図中の青線で示すように、気泡注入により振動の変位速度が約1/3まで減少し、圧力波抑制効果を確認しました。また、

陽子ビーム出力を変えても、これまでに使用した水銀ターゲット容器で得られた気泡注入と同等の効果が得られることを確認しました。

図4に新しい水銀ターゲットを使用した運転履歴を示します。現在、300 kWの利用運転を行っています。他の運

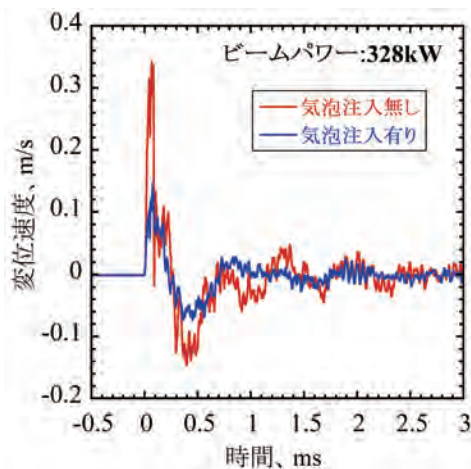


図3 陽子ビーム入射に伴う容器の振動波形

転パラメータもビーム試験時と同等の値で推移しており、安定な運転を維持しています。10月24日の利用運転再開後、11月29日までの32日間において90.4%の高い稼働率で運転しました。今後は、500 kWへ向けて段階的にビーム出力を上げていく予定です。また、2018年度の夏期の保守期間には、運転後のターゲット容器の損傷の度合いを調査し、以後のビーム増強計画に反映する予定です。



図4 新しい水銀ターゲットによる運転状況 (2017年11月29日時点)

中性子実験技術の紹介

中性子非弾性散乱によるスピンフラストレーション研究

総合科学研究機構 蒲沢 和也

中性子非弾性散乱 (INS: Inelastic Neutron Scattering) は「難しそう」、「関わりたくない」、「必要ない」などのイメージが持たれているようです。これを用いている者からすると、乱暴な言い方をすれば、赤外線・ラマン・UVなどの分光測定は音声レコーダー、X線・中性子回折は静止画カメラ、INSは動画ビデオに例えることができます。動的情報を静止画や音声だけで十分に伝えられるとは誰も思わないはずですが、研究において動的情報の観測にINSが活用されることが少ないのはなぜでしょうか。物質情報を任意の空間と時間で観測する手段はINS以外に無く、音声や静止画の情報も取得できます。ただし、静止画の方が感度や画素数で圧倒できる場合もあり、動画が万能ということではありません。

スピンフラストレーションとは物質の構造と磁気相互作用から期待されるスピン配置 (磁気構造) が矛盾する状態を言います。例えば、三角形構造を持つ反強磁性 (AF) 体はスピンを頂点位置に配置したくても矛盾が生じます (図1)。それは想像上の話で現実に起こるはずがないと思われるかもしれませんが、磁気相互作用エネルギーは数万〜数百万テスラの外部磁場に相当しますが、結晶構造が形成される千〜C°の温度エネルギーに比べればそれも十分に小さく、高温で構造が形成されて、低温になったときにスピン配置が構造と矛盾することは起こり得ます。実際、スピン配置と構造が矛盾するAF体は多数存在します。

この状態は絶対零度でもエントロピーが有限になり熱力学第三法則に反します。しかし、熱力学の法則は系が平衡・線形の

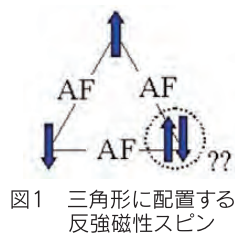


図1 三角形に配置する反強磁性スピン

場合の法則であり、系が非平衡・非線形の場合には当てはまりません。そのため、このような状況では平衡・線形で構築された既存の物理法則がそのまま通用するのかといった興味も湧きます。

さて、フラストレーション系ではスピンの静止して磁気構造を持たず、揺らいだ状態を好むと考えられています。そこで、フラストレーションが強い時はスピン揺らぎは大きな振幅を持ち、系が非平衡・非線形の性質を強く示すのではないかという仮説を立てました。通常、系が線形近似の範囲で取り扱える時、素励起 (フォノンやマグノン) はある条件でしか混成 (相互作用) しません、非線形ではいかなる場合でも混成します。仮説の確認と新しい振る舞いを期待して、量子揺らぎや低次元揺らぎを排除できる三次元古典スピン系の RBaFe_4O_7 を選びINSで励起を調べました。この系は希土類イオン (R) の半径が小さい時に立方構造を取り、図2のように Fe^{2+} と Fe^{3+} が3:1で頂点共有四面体位置に配置します。

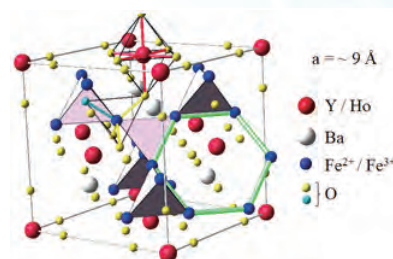


図2 RBaFe_4O_7 (R=Y, Ho) の結晶構造

図3と図4にエネルギー遷移 ($\hbar\omega$) と波数 (Q) のINS強度分布を示します。中性子散乱では、「時間情報」と「空間情報」はそれぞれ「1/時間」の $\hbar\omega$ と「1/長さ」の Q として観測されるため、データの読み取りは容易ではありません。図3はR=Yの結果で、 $Q_0 \sim 1.25 \text{ \AA}^{-1}$ の位置から $\hbar\omega$ 軸と平行な励起が認められます。このような励起が絶縁体で観測された例はありません。また、従来の波動・振動の物理解釈の範疇ではこれを理解することはできません。これは、図2に示した緑線の六角形にAFスピン相関が存在し、あらゆる時間スケールで生成消滅している状態だと解釈できます。R=Hoでは分散のない離散的な励起が主に確認できます (図4)。Hoの結晶場遷移励起でこの離

散的な励起は説明できず、また、強いヤンテラーイオン Fe^{2+} を含むにも拘わらず格子ひずみが観測されないことなどからスピン・軌道・格子が相互作用していると解釈されます。これはRとFeが相互作用していることを意味するため、ネオジム磁石のようにRの性質の良いところと遷移金属の良いところを組み合わせることにより、新しい電子部品や半導体デバイスの材料開発などにも期待できます。

この研究はJ-PARC MLFのBL14「AMATERAS」においてJ-PARC MLF-CROSSプロジェクト研究No. 2012P0202 & No. 2014P0202として実施しました。

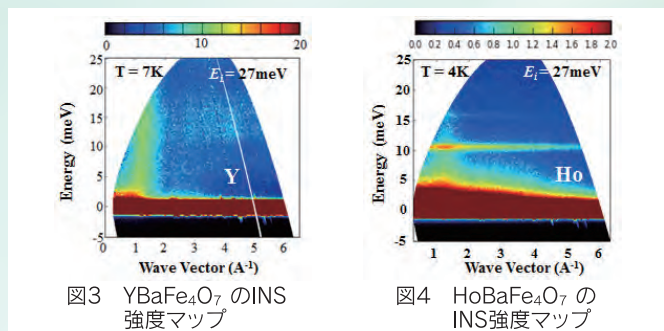


図3 YBaFe₄O₇ のINS強度マップ

図4 HoBaFe₄O₇ のINS強度マップ

研究トピックス

●J-PARC

準弾性中性子散乱法による共架橋ゴムのダイナミクス解析

住友ゴム工業株式会社 間下 亮
 京都大学 井上 倫太郎
 J-PARCセンター 金谷 利治

士、CROSSの富永大輝博士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。

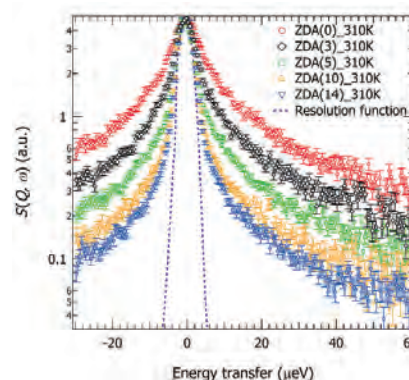
高い補強性を有する共架橋ゴムのポリマーダイナミクスを準弾性中性子散乱法(QENS)により研究し、ゴムの補強効果に関する新たな知見を得ました[1]。

ゴム材料は様々な日用品および産業品で使われています。ゴム材料の「強度」は重要な性能です。一般的な補強剤であるカーボンブラックやシリカと比較して、アクリル酸亜鉛(ZDA)は補強効果が高いことが知られていますが、補強剤によるゴムの補強メカニズムに関して未だ統一的な見解は得られていません。そこで、小角X線および中性子散乱法によりZDAにより架橋されたポリブタジエンゴム(BR)の静的構造を調べた結果、ZDA凝集体が階層的に存在し、ZDA凝集体の周囲に高架橋BR層(HC-BR層)が数nmの厚みで存在することが分かりました[2]。このような不均一構造がZDAの補強効果に寄与していると考え、それを立証するために動的構造を研究しました。

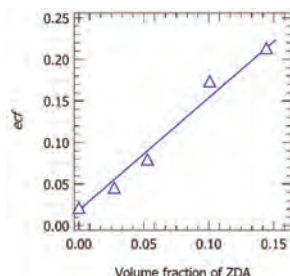
QENSを用いてZDAにより架橋されたBRのダイナミクスをJ-PARC MLFのBL02「DNA」において測定しました。ZDAの体積分率が増加するに伴い、図1(a)に示すように、動的散乱則 $S(Q, \omega)$ の先鋭化が見られたことから、ZDAの体積分率増加でBRの運動性が低下していることが明らかになりました。さらに、観測された $S(Q, \omega)$ は弾性散乱成分(=非運動成分)と準弾性散乱成分(=運動成分)の和で表現できると仮定して解析を行いました。その結果、図1(b)に示すように、ZDAの体積分率増加に伴い非運動成分(ecf)が増加しました。また、図1(c)に示すように、ZDAの体積分率増加に伴い、緩和時間(τ)の増大および緩和時間分布(β)の広がりが確認されました。静的構造から得られた結果と併せて考えると、QENSで観測された非運動成分はHC-BR層、運動成分はマトリクスBRに由来すると考えられます。以上の結果から、ZDAの体積分率の増加による動的不均一性の増大は、図2に模式図を示すように、ZDA近傍のBR(界面BR)に起因すると考えられます。

この成果は、ゴムの補強機構の研究に新しい知見を与えるものであり、将来的には、高強度ゴム材料の開発に繋がると期待されます。

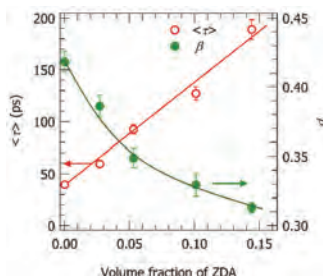
本研究の実施に際しては、J-PARCセンターの柴田薫博



(a) ZDA体積分率の異なるサンプルから得られた動的散乱則 $S(Q, \omega)$



(b) ecfのZDA体積分率依存性



(c) 緩和時間(τ)と緩和時間分布(β)のZDA体積分率依存性

図1 アクリル亜鉛におけるQENS結果

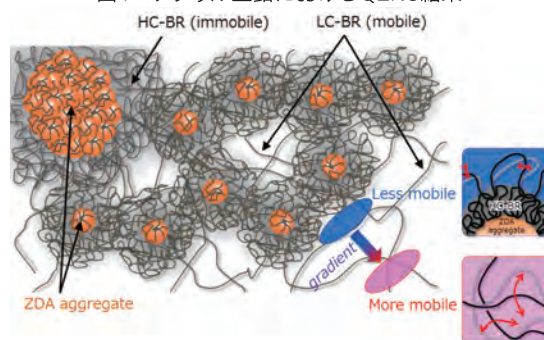


図2 静的および動的構造研究から得られたZDAにより架橋されたBRの模式図

参考文献

- [1] R. Mashita, R. Inoue, T. Tominaga, K. Shibata, H. Kishimoto, T. Kanaya, *Soft matter*, in press (DOI: 10.1039/C7SM01262D).
 [2] R. Mashita, H. Kishimoto, R. Inoue, T. Kanaya, *Polymer J.* **48**, 239-245 (2016).

シリコンを使わない太陽電池の設計に道筋

— ペロブスカイト太陽電池の原子のミステリーを中性子散乱で解き明かす —

原子力機構 Bing Li、川北 至信

シリコンを使わない、「ペロブスカイト半導体」と呼ばれる新しい材料を使った太陽電池の設計への道筋が見えてきました。ヨウ化鉛メチルアンモニウム (MAPbI₃) の有機分子の回転運動とフォノンの状態を中性子散乱により明らかにし、分子のもつ電気双極子の回転が、この物質の特性に大きく関わっていることを突き止めました [1]。

太陽光エネルギーを電気に変換する太陽電池が脚光を浴びています。シリコンなど無機半導体で作られたものが主流ですが、ここ数年、ハライド系有機-無機ハイブリッド型ペロブスカイト半導体という物質が次世代太陽電池の候補として注目されています。その理由は、エネルギー変換効率が2009年の4%から2015年には20%を超えるところまで一気に改善され、さらに、安価に大量生産できる可能性を秘めているためです。しかし、この物質がどうして太陽電池として優れた性能を示すのか、そこにハイブリッド性がいかに関与しているのか、分っていませんでした。そこで、ペロブスカイト半導体として典型的なヨウ化鉛メチルアンモニウム (MAPbI₃) に注目し、J-PARC MLFにて大きな単結晶を用いた中性子実験を行いました。

MAPbI₃は、図1のような構造をしています。PbI₆八面体が頂点共有してできた無機骨格の中にCH₃NH₃メチルアンモニウムイオンが包摂されています。有機分子のC-N結合は電気双極子を形成しています。

BL02「DNA」による準弾性散乱実験とBL14「AMATERAS」による非弾性散乱実験の結果、有機分子の運動が凍結されている低温から、温度上昇とともに、CH₃およびNH₃の3回対称の回転運動が発現し、さらに、165Kでの斜方晶から正方晶への相転移において、分子全体が4回対称で回転するモードが加わっていることが観察されました。このとき、図2に示すように、電気双極子の方向の無秩序化が引き金となり、無機格子の集団運動のうち、光学フォノンという特定の原子集団振動モードが消失していることを発見しました。これにより低い熱伝導が実現していることが分かりました。ホットキャリアーが再結合した際に生じる熱エネルギーを格子へと散逸させる仕組みがないことが、キャリアーの長寿命と関わっている可能性があります。

理想的な太陽電池は、キャリアーの移動度が高く、かつ、

その寿命が長く、低熱伝導度であるという3要素を兼ね備えていなければなりません。電気双極子の回転は、キャリアーの超長寿命を支えていることが分かってきましたが、一方で、キャリアーを散乱するため低移動度の原因にもなっています。ペロブスカイトは、置換が容易な物質であるため、3要素のバランスの良い物質を設計できれば、さらに高いエネルギー変換効率を得られる可能性があります。

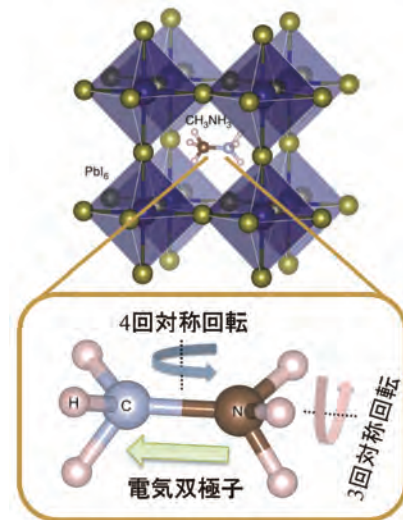


図1 ペロブスカイト半導体MAPbI₃の構造と包摂されている有機分子カチオンの回転運動

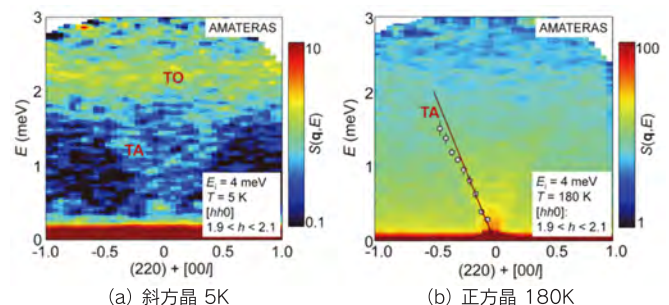


図2 MAPbI₃の220ブラッグ反射周りの横波フォノン

参考文献

- [1] Bing Li, Yukinobu Kawakita, Yucheng Liu, Mingchao Wang, Masato Matsuura, Kaoru Shibata, Seiko Ohira-Kawamura, Takeshi Yamada, Shangchao Lin, Kenji Nakajima, Shengzhong (Frank) Liu, *Nature Communications* 8, 16086 (2017)

中性子の新しい利用法:白色中性子ホログラフィによる軽元素局所構造の可視化

茨城大学 大山 研司
名古屋工業大学 林 好一

ほとんどの機能性材料は、異種元素のドーピングによりその機能を制御します。例えば、Si半導体では、半導体として機能させるために0.001%程度のBやPをドーピングする必要があります。従って、構造物性の視点では、図1に示すように、ドーパント周りの構造(局所構造)の変化が重要であるのは明らかです。しかし、この局所構造には並進対称性がなく、通常の回折法では観測できません。そこで、放射光施設において広い分野で局所構造研究に利用されている原子分解能ホログラフィに注目し、中性子ホログラフィ

をJ-PARC MLFで実用化し、軽元素での局所構造観測を実現しました [1]。

研究はJ-PARCのBL10を用いて行いました。詳細な原理は参考文献[1-3]に譲りますが、入射した中性子の平面波と1個の原子での散乱による球面波が作る干渉波の強度を観測することで、ドーパント周囲の局所構造を観測できます。それは回折での観測対象である平均構造(格子点構造)とは異なり、図1のような特定のドーパントまわりにだけ生じる歪んだ原子構造を直接三次元的に可視化するものです。中性子散乱としては珍しい元素選択性をもつ測定方法であること、X線吸収微細構造法(XAFS)よりも遠方(20Å程度)の原子まで観測

できること、原子像を三次元で、かつ、モデルなしに可視化できることなどが重要な特色です。

中性子を用いることで軽元素の構造変化も観測可能です。図2は、BL10で得られたホログラムで、ドーパント位置に生じる干渉波強度に対応します[1]。通常のホログラフィ実験では二次元的なホログラムが得られるのに対し、BL10では三次元的なホログラムが得られるのが特色で、これにより原子像精度が大幅に向上します。図3は図2のデータから得られたEuをドーパしたCaF₂のEu周りの局所構造です[1]。CaF₂は代表的なシンチレーション結晶であり、特に高温多湿環境で使えることから、重要な検出器材料です。この可視化により、Eu周りに過剰なFが存在し、それがこの物質の電気的中性を維持していることが分かりました。また、Caの位置がドーパしていない結晶の位置とずれることが明らかになり、ドーパ効果を直接観測できることも分かりました。

X線ホログラフィとは異なり、中性子ホログラフィでは対象となるドーパントはEuやBのように吸収断面積が大きいものに限定されますが、現在、研究対象を広げるため、様々な元素をドーパントにした測定を行っています。特に、γ線の高エネルギー分解能測定により、比較的吸収の弱い元素での観測を目指しています。例えば、水素添加により構造がどのように変化するのが観測できるようになれば、そのインパクトは非常に大きいので、水素周囲の局所

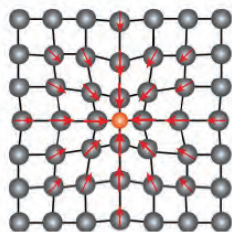


図1 ドープによる原子構造変化(局所構造)のイメージ

構造観測は重要目標の一つとして捉えています。

本研究は、新学術領域「3D活性サイト科学」(2604)および科研費基盤C(17K05116)のご支援を受け、進めたものです。

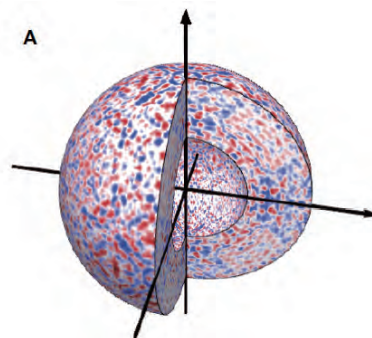


図2 EuドーパCaF₂における立体ホログラム[1]

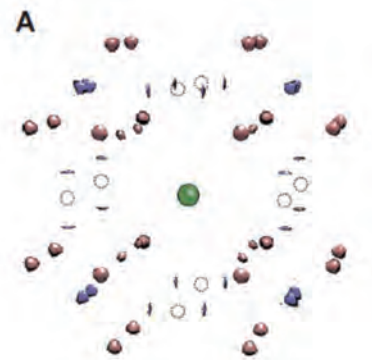


図3 1% EuドーパしたCaF₂におけるEu(緑)周りの局所構造[1]

参考文献

- [1] K. Hayashi *et al.*, *Sci. Adv.* 3 (2017) e1700294.
- [2] 林 好一, *波紋*, 21 (2011) 156.
- [3] K. Hayashi *et al.*, *PRB* 91, 024102 (2015)

ガラスの基本単位であるオルトケイ酸の結晶構造解析

産業技術総合研究所 五十嵐 正安、佐藤 一彦

オルトケイ酸(Si(OH)₄)は無機ケイ素化合物(ガラス、シリカ、ゼオライトなど)だけでなく、有機ケイ素化合物(シリコンなど)の基本単位です。X線・中性子結晶構造解析により世界で初めてオルトケイ酸の結晶構造を明らかにしました。

オルトケイ酸(Si(OH)₄)は、テトラアルコキシシラン(Si(OR)₄)や四塩化ケイ素(SiCl₄)を水と反応させる加水分解の際に短時間だけ発生し、次の反応を起こす「真の前駆体」です。これまでにない機能や高い性能を持つケイ素材料を製造するために、オルトケイ酸の安定な合成と単離が求め

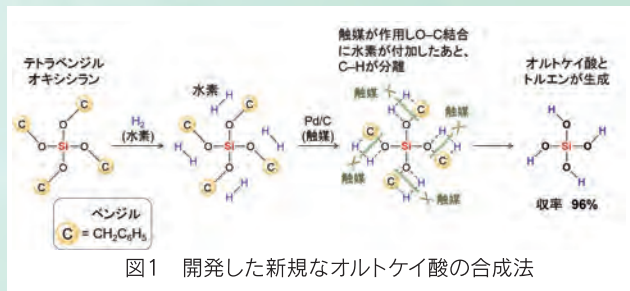


図1 開発した新規なオルトケイ酸の合成法

られてきました。また、自然界には石などから溶出した極低濃度のオルトケイ酸があります(海水中の平均濃度は0.00673 g/l)。植物、特にイネ科は、天然のオルトケイ酸を吸収し、もみ殻や茎、葉などにシリカを蓄積させて、物理的に丈夫になるだけでなく、害虫や病原菌を防いでいます。また、天然水やイネ科の麦から作られるビールなどの飲料にはオルトケイ酸が溶け込んでおり、動物の骨や髪、皮膚、爪などの体組織の一部の原料となっています。動植物がオルトケイ酸を取り込むメカニズムの詳細を明らかにするためにも、オルトケイ酸の分子構造の解明が求められてきました。

ベンジルオキシ基を4つ有するテトラベンジルオキシシランを、アミド溶媒中においてパラジウムカーボン触媒(Pd/C)を用いて水素化分解する手法を開発することで、オルトケイ酸を安定に96%という高収率で合成できました(図1参照)。

結晶化を促進させるためにテトラブチルアンモニウム塩(ⁿBu₄NX, X=Cl, Br)を反応溶液に加えると、オルトケイ酸と加えたアンモニウム塩からなる単結晶を得ることができました。X線結晶構造解析の結果、オルトケイ酸は正四面体構造であり、ケイ素-酸素結合の平均結合長は1.6222 Å、酸素-ケイ素-酸素結合の平均結合角は109.76°でした。また、J-PARC MLFのBL18「SENJU」を用いた中性子構造解析の結果、各酸素原子に結合した水素原子を明確な負の原子核散乱長密度として

観測し、酸素—水素の平均結合距離が0.948 Åであることも分かりました。これらの結果は世界で初めてオルトケイ酸の詳細な分子構造を明らかにしたものです(図2参照)。

本研究では、オルトケイ酸の脱水縮合の過程で生成すると考えられているオリゴマー(2量体、環状3量体、環状4量体)も同様の反応により合成し、X線結晶構造解析によってそれらの構造も明らかにしました。

オルトケイ酸とそのオリゴマーを安定に合成できるようになったことから、これらをビルディングブロックとして用いた高機能・高性能シリコン材料の開発や革新的なシリカ製造プロセスの開発が期待されます。また、植物や動物のシリカ摂取のメカニズム解明に貢献することが期待されます。

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務の結果得られたものです。

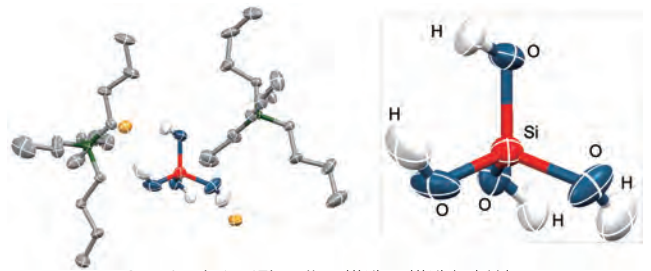


図2 オルトケイ酸の分子構造の構造解析結果
赤:ケイ素、青:酸素、白:水素、緑:窒素、灰色:炭素、黄色:塩素

参考文献

- [1] Iler, R. K. The Chemistry of Silica (John Wiley & Sons, 1979).
- [2] Igarashi, M., Matsumoto, T., Yagihashi, F., Yamashita, H., Ohhara, T., Hanashima, T., Nakao, A., Moyoshi, T., Sato, K. & Shimada, S. Nat. Commun. 8, 140 (2017).

アロステリック蛋白質ヘモグロビンのリガンド結合に伴うダイナミクス変化

量子科学技術研究開発機構 藤原 悟
京都大学原子炉実験所 茶竹 俊行
自治医科大学 柴山 修哉

いて調べました[2]。

人体の各組織に酸素を運搬する蛋白質ヘモグロビンのリガンド結合に伴うダイナミクス変化を中性子準弾性散乱法により明らかにし、リガンド結合の調節機構に関する新知見を得ました。

ヘモグロビン(Hb)は、4個の酸素結合部位を持ち、最初に結合する酸素が、後から結合する酸素を100倍以上も付きやすくする協同作用により、酸素の効率的な運搬を可能にするアロステリック調節を行っています。このアロステリック調節の分子機構を解明するために、リガンドが結合していないTense (T) 状態や4個結合したRelaxed (R) 状態の構造解析が、中性子結晶解析[1]を含め数多くなされてきました。近年、Hbのアロステリック調節機構でのダイナミクスの重要性が示唆されているため、T及びR状態のHbのダイナミクスを中性子準弾性散乱(QENS)を用

リガンドが結合していないT状態のHb(deoxyHb)および酸素の代わりに、一酸化炭素が4個結合したR状態のHb(COHb)のそれぞれについて、J-PARC MLFのダイナミクス解析装置BL02「DNA」を用いてQENS実験を行いました。

図1(a)は、QENSスペクトルの解析から得られた「見かけの拡散係数」で、分子全体の拡散運動に関係しています。また、図1(b)は、局所運動の滞在時間を示します。deoxyHbとCOHbで「見かけの拡散係数」が異なることが分かります。特に、結晶構造に基づく計算値と比較すると、deoxyHbはよく一致するのに対し、COHbは差が認められます。これは、deoxyHb分子全体が剛体として振る舞うのに対し、COHbは内部構造の揺らぎが大きいことを示しています。一方、滞在時間からは、deoxyHbの局所運動が若干遅いことが示されました。このようにT状態とR状態でHbのダイナミクスが異なることが明らかとなりました。

この成果は、蛋白質の機能調節におけるダイナミクスの重要性を示しており、蛋白質の機能発現の分子機構解明にダイナミクスという新しい視点を与える大きな学術的意義があります。将来的には、この新しい視点に立った創薬戦略に繋がることが期待されます。

本研究は、自治医科大学の佐藤文菜助教、総合科学研究機構の富永大輝博士、J-PARCセンターの柴田薫博士、ならびに、量子科学技術研究開発機構の松尾龍人博士、河野史明研究员との共同研究として行いました。ここに記して感謝申し上げます。

参考文献

- [1] T. Chatake et al., J. Am. Chem. Soc. 129, 14840-14841 (2007)
- [2] S. Fujiwara et al., J. Phys. Chem. B 121, 8069-8077 (2017)

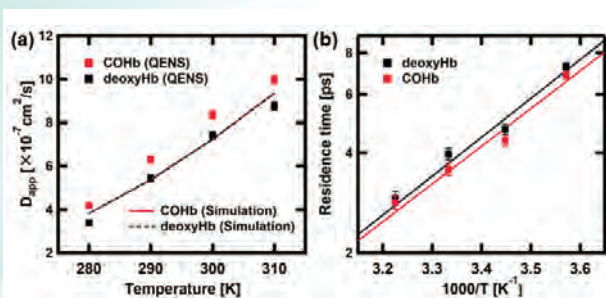


図1 中性子準弾性散乱により決定した見かけの拡散係数と滞在時間

●茨城県BL

iMATERIAによるZrNi系水素吸蔵合金の結晶構造解析

愛知製鋼株式会社 松山 晃大

ZrNi水素吸蔵合金およびその重水素化物(ZrNiD, ZrNiD_{2.52})の中性子結晶構造解析を行い、各試料の結晶構造に関する新しい知見を得ました。

水素吸蔵合金は、ニッケル水素化物電池の負極活物質として用いられており、現在は希土類Ni系合金(AB₅, AB_{3.5}型)が使用されています。しかし、これらの合金における電気容量(放電容量)は頭打ちとなっており、高容量の負極活物質が求められています。当社では、希土類Ni系合金よりも高い水素吸蔵量を有するAB型ZrNi合金(水素吸蔵量:2wt%≒理論容量:

536mAh g⁻¹)に着目して開発を進めており、実放電容量は350mAh g⁻¹に到達しました[1]。放電後、負極のX線回折測定を行ったところ、ZrNiHとZrNiの結晶相が認められたことから水素の残存を確認し、放電時において水素が十分に放出されていないことが分かりました。さらなる放電容量向上のためには、水素が放出されない原因を明らかにする必要があります。そこで、ZrNi合金およびその重水素化物の中性子回折実験を行い、それぞれの結晶構造を明らかにするとともに、水素が放出されない原因を考察しました。

ZrNiD_{2.52}粉末はZrNi合金粉末に重水素を吸蔵させて作製しました。さらに、ZrNiD_{2.52}粉末を脱重水素化することにより、ZrNiD粉末を得ました。粉末作製後、X線結晶構造解析を行い、各試料は単相であることを確認しました。中性子結晶構造解析は、iMATERIAを用い、Z-Rietveldにてリートベルト解析しました[2]。結晶構造モデルにはMatarによって報告されたパラメータを用いました[3]。ただし、ZrNiDの解析においては、Zr原子4個に囲まれた4cサイト(Zr4)のモデルに加えて、これとは別の回折ピークも認められたため、3個のZr原子と2個のNi原子に囲まれた4cサイト(Zr3Ni2)に水素が挿入されるモデルを考慮して、リートベルト解析しました。その結果、中性子回折パターンは良好にフィッティングすることができました。解析結果を元に作製したZrNiおよびその重水素化物の結晶構造モデルを図1に示します。図1(a)のZrNiおよび図1(d)のZrNiD_{2.52}は文献とほぼ同じ構造を有しますが、ZrNiDにおいては図1(b)のZr4サイトの相が85wt%、図1(c)のZr3Ni2サイトの相が15wt%存在しました。このことから、放出過程を経たZrNiDは2種類の相が予測さ

れ、水素は主にZr4サイトに存在します。このZr4サイトにおける水素は放出されにくいことが考えられ、放電後に残存した水素化物相であることが示唆されます。

以上の成果は、ZrNiおよびその水素化物の基礎的な構造解析結果を示すものであり、学術的意義があると思われます。この知見を元に、高容量負極活物質等の開発に繋げたいと考えます。

本研究の実施には、茨城大学の石垣 徹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。

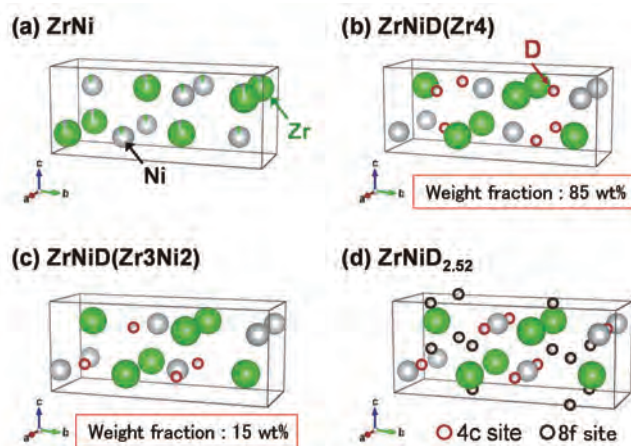


図1 ZrNiおよびその重水素化物の結晶構造モデル

参考文献

- [1] A.Matsuyama et al., Int.J.Hydrogen Energy 42(35), 22622-22627 (2017)
- [2] R.Oishi-Tomiyasu et al., J. Appl. Cryst. 45, 299-30 (2012)
- [3] S.F.Matar, Chem. Phys. Let. 473, 61-65 (2009)

中性子散乱実験用バナジウム合金のブラッグピーク評価

太陽鉱工株式会社 櫻井 星児、湯井 大史、吉永 英雄

バナジウム(V)とニッケル(Ni)を合金化することにより、ブラッグピークの発現しない中性子散乱実験用試料ホルダーの開発に成功し、iMATERIAを利用して実証しました。

Vは干渉性散乱振幅が小さいため、中性子回折装置用の試料ホルダーとして使用されています。しかしながら、僅かにV由来する回折ピークが出現します。このピークを低減するためには、Vと相反する干渉性核散乱振幅を有する元素(Al, Cr, Fe, Ni, ほか)との合金化が有力です。また、薄肉の試料ホルダーとして加工するためには、上記の添加元素を少なくし、加工性を重視した合金設計が必要です。そこで、添加元素としてNiを選択し、ブラッグピークの発現しない中性子散乱実験用V-Ni合金試料ホルダーの開発を目指しました。

VとNiの干渉性核散乱振幅の値からNi量が4.1wt%から5.3wt%の合金をアーク溶解炉にて溶製し、直径6mm、長さ60mmのロッド状試料を作製しました。iMATERIAを用いて400kWシングルフレームで2時間照射により得られた0.5 ~ 2.5Åの範囲の中性子回折パターンを図1(a)に示します。Ni量が4.1wt%ではピークが現れ、より多くのNi量が必要であることが分かりました。図1(b)に示したVの110に帰属する回折ピーク強度は、Ni量が4.9wt%のとき最小となりました。5.3wt%では過剰なNi量により発現するダブルピークが確認できました。この範囲のNi添加量

ではVの加工性に影響はありません。そこで、肉厚が0.1mmのV-4.9wt%Ni合金の試料ホルダーを作製し、200kWシングルフレームで3.75時間照射により得られた0.5 ~ 2.5Åの範囲

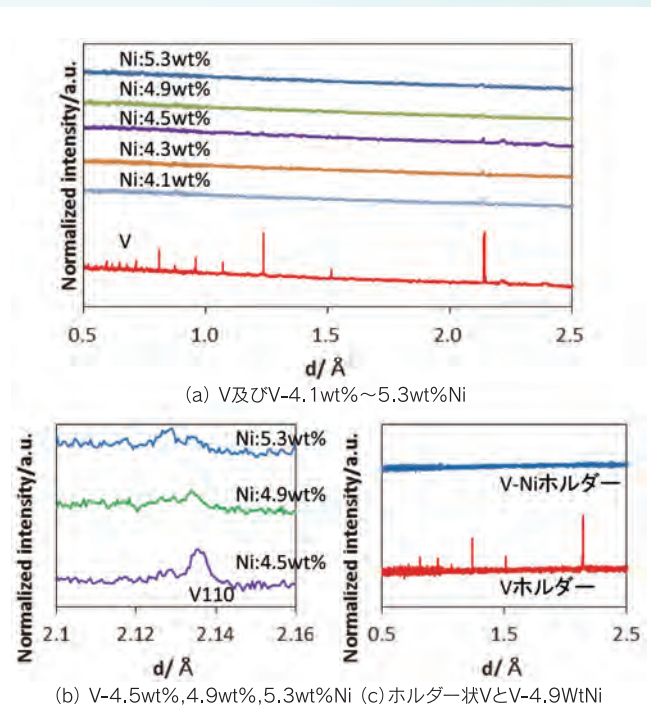


図1 VとV-Ni合金の中性子回折パターン

の中性子回折パターンを図1(c)に示します。Vに由来する回折ピークは、ほぼゼロとなることが確認できました。

ブラッグピークの発現しない試料ホルダーを開発できたことにより、中性子回折測定の実験精度がさらに向上します。また、本合金は成形性にも優れ、試料ホルダーだけで

なく、窓材や標準試料等の品質向上にも繋がり、波及効果も大きいと期待されます。

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。

茨城県生命物質構造解析装置iBIXの長格子対応を目指したカタラーゼの中性子構造解析

茨城大学 山田 太郎、矢野 直峰、日下 勝弘

茨城県生命物質構造解析装置「iBIX」において設計時の目標性能に近い、格子定数が133 Åの立方晶結晶のカタラーゼの中性子回折データ取得と構造解析に成功しました。これまで世界で解析された構造の単位格子の体積の2倍以上の大きさです。

茨城県生命物質構造解析装置「iBIX」は、茨城県が中性子ビームの産業利用のためにJ-PARC MLFのBL03に設置した飛行時間型(TOF型)中性子回折計です。X線回折法で観測することが困難な水素やリチウムなど軽原子の中性子散乱能が炭素や酸素と同等であることを利用して、分子性単結晶中のタンパク質および有機分子において重要な、水素や軽元素を含む立体構造を決定することができます。

iBIXにはTOF中性子回折実験用に開発された位置敏感型2次元検出器が30台余り備えられています。iBIXは結晶格子の3軸が135 Åまでの単結晶の中性子結晶構造解析が行えるよう設計されています。今回、iBIXの性能を証明する高度好熱菌由来カタラーゼ結晶(a=133 Å)の中性子結晶構造解析に成功しました。

iBIXの検出器の1つで得られた単結晶中性子回折像のヒストグラムデータを図1に示します。X(TOF), Y, Z座標の3次元表記のデータ中に見られる青い斑点が結晶からの回折斑点です。単結晶構造解析を行うためには、これらの回折斑点に指数付けをして、回折強度を計算する必要があります。タンパク質のように大きな分子の結晶の場合、格子定数が大きくなると、回折斑点の間隔が小さくなります。TOF型測定では回折斑点はTOF軸方向でも分解されるため、定常中性子線を使用した場合と比較すると長格子の測定に有利ですが、それでも格子定数が大きい場合は隣り合う回折斑点が重なってしまうため、単純に強度を求めることが困難です。

本実験では、各回折斑点の強度積分を行うために、ヒストグラムデータごとに直方体型積分領域の大きさを適切に設定し、各積分領域の重なり度を計算しました。回折斑点の強度積分に用いた積分領域とその重なり度を図2に示します。回折斑点はTOF方向に伸びた非対称な楕円形状となります。直方体型積分領域は回折斑点の周りのバックグ

ラウンド領域も含むため、実際のピークより大きい目に設定しています。このため、積分領域が多少重なっている場合でも積分強度に影響がないことが予想されます。図3に許容重なり度に対して測定データ全体の精度を表す指標である R_{pim} (測定回数を考慮した等価反射強度の一致度)をプロットした結果と、平均測定回数(●印)を示します。

重なり度を10~20%許容すると R_{pim} は許容しない場合の0.1523から0.1512-0.1513へ下がることが分かります。ただし、重なり度が30%より大きい場合には、回折斑点の重なりは無視できなくなり、 R_{pim} が大きくなります。回折斑点強度の算出には精度を向上させるため、プロファイルフィッティング積分法を使用することにより2.4 Å分解能で信頼度因子 R_{free} が19%となり水素を同定できました。興味あることにpH=9.2の結晶化で、カタラーゼの分子間の相互作用に関わるグルタミン酸残基のカルボキシル基COOHと主鎖のカルボニル基C=Oとの間に強い水素結合があることが判明しました。

本研究によりiBIXの装置性能目標の一つであった最大格子長を有するタンパク質の中性子構造解析を達成することができました。格子定数だけを考慮すれば、構造既知のタンパク質結晶の約6割がこの格子定数以下であり、中性子回折実験の適応対象が広がることになります。

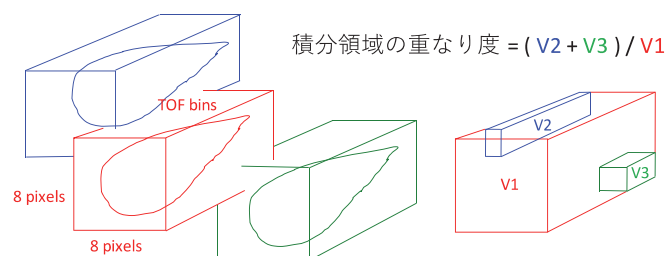


図2 回折斑点の積分領域とその重なり度

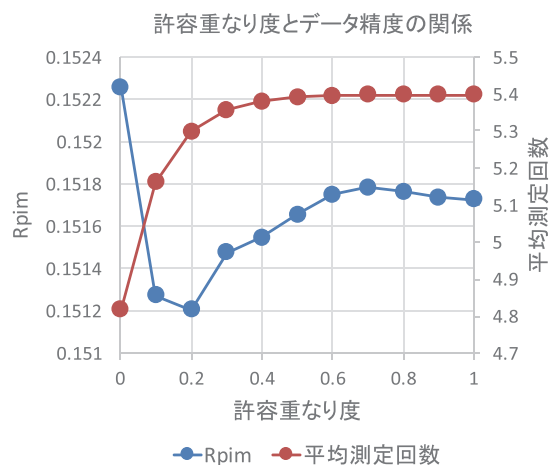


図3 許容重なり度と等価反射の一致度を示す R_{pim} の関係

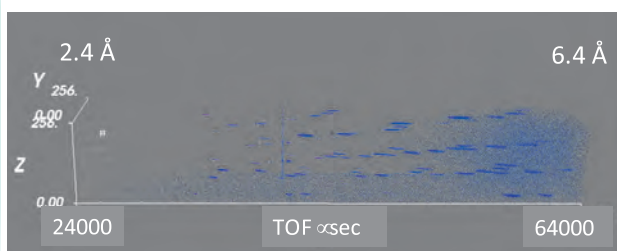


図1 iBIXで得られたカタラーゼ結晶の中性子回折斑点

受賞報告

住友ゴム工業株式会社が第27回「日経地球環境技術賞」を受賞

住友ゴム工業株式会社は、低燃費タイヤ「エナセーブNEXT II」の開発に関して、日本経済新聞社の「2017年日経地球環境技術賞」最優秀賞を受賞されました。受賞題目は「先端構造解析とシミュレーション研究から生まれた最高グレード低燃費タイヤ」です。

この賞は、地球温暖化防止、新エネルギーや省エネルギー、資源・物質循環、自然環境・生態保全など地球環境の持続可能性を確立するための技術開発や研究などにおいて、独自性や将来性、実現性を総合的に判断して表彰するものです。

同社は、大強度陽子加速器施設J-PARC、大型放射光施設SPring-8、スーパーコンピュータ京を連携活用するこ



とによりタイヤゴムの新材料開発技術を確立し、低燃費性能とウェットグリップ性能という相反する性能を高次元で維持しながら、耐摩耗性を従来品より51%も向上させることに成功しました。その成果が評価されたものです。

活動報告

◆研究会

●第1回構造生物学研究会

9月11日(月)に研究社英語センター大会議室において、第1回構造生物学研究会を「中性子構造生物学の最前線」をテーマに開催しました。45名の参加者がありました。

〈施設の概要〉セッションでは、富田俊郎茨城県技監が「J-PARC MLFの現状と中性子産業利用」、日下勝弘茨城大学教授が「iBIXの現状」と題して講演されました。

〈チュートリアル〉セッションでは、善光龍哉氏(AMED)が「日本の創業を活性化するために果たすべきAMEDの役割」、杉山正明京都大学教授が「世界の中性子構造生物学の未来像とそのために日本の中性子構造生物学者が果たすべき役割」と題して講演されました。

〈iBIXの高度化〉セッションでは、山田太郎茨城大学准教授が「iBIXによる長格子カタラーゼの中性子単結晶回折」、矢野直峰茨城大学助教が「タンパク質単結晶の回折斑点の高精度解析法の開発」と題して講演されました。

〈生物構造学〉セッションでは、岡島俊英大阪大学教授が「銅ア

ミン酸化酵素活性中心の高分解能X線および中性子結晶構造」、坪井千明氏(旭化成ファーマ)が「磁場配向技術の結晶構造解析への応用」、櫻井朗北九州市立大学教授が「DDSナノ粒子の溶液中での精密構造解析」、野田展生微生物化学研究所准教授が「構造生物学から迫るオートファジーの分子機構」と題して講演されました。

日本における中性子構造生物学が目指すべきところについて官学

から考え方をご紹介いただくとともに、iBIX装置の性能確認と測定精度の向上の状況、ならびに、構造生物学における最近の進捗を報告していただきました。



会場の様子



坪井千明氏
(旭化成ファーマ)

●磁性材料研究会

10月12日(木)にエッサム神田ホール301会議室において、磁性材料研究会を「スピントロニクスによるデバイス開発の最前線」をテーマに開催しました。45名の参加者がありました。

〈施設の概要〉セッションでは、峯村哲郎氏(茨城県)が「J-PARCにおける産業利用の現状」と題して講演されました。

〈チュートリアル〉セッションでは、大野英男東北大学教授が「スピントロニクス素子研究：材料からデバイスへ」、武田全康氏(JAEA)が「偏極中性子反射率法による磁性多層膜の磁気構造解析」、水口将輝東北大学准教授が「放射光を活用したスピントロニクス磁性材料解析の新展開」と題して講演されました。

〈デバイス開発〉セッションでは、柳原英人筑波大学准教授が「スピントロニクス材料としてのスピネルフェライト」、大矢忍東京大学准教授が「スピントランジスタの原理動作実証に向けた材料開発と新規物性探索」、三谷誠司氏(NIMS)が「強磁性トンネル接合用新材料開発と物性・機能評価」、下村尚治氏(東芝)が「大容量・高速不揮発メモリ Voltage Control Spintronics Memory (VoCSM)」、金尾

太郎氏(東芝)が「3次元磁気記録における再生方法：スピントルク発振素子を用いた層選択共鳴読み出し」、水上成美東北大学准教授が「STT-MRAM用高磁気異方性材料および関連評価技術」、雨宮健太KEK教授が「偏極中性子反射率と深さ分解X線磁気円二色性を用いた界面におけるねじれ磁気構造の解明」と題して講演されました。

スピントロニクス材料・デバイス研究の歴史から、新材料探索研究、最新の評価技術、さらには磁気抵抗効果メモリに代表されるデバイスの最先端研究開発まで、非常に広い範囲をカバーする充実した内容で、活発な質疑応答が交わされました。



会場の様子



大野英雄東北大学教授

●物質科学研究会

10月20日(金)にフクラシア八重洲会議室Kにおいて、物質科学研究会を「BL20 iMATERIAにおける学術・産業利用研究」をテーマに開催しました。45名の参加者がありました。

〈iMATERIAの概況〉セッションでは、富田俊郎茨城県技監が「iMATERIAにおける成果創出のための取り組み」、石垣徹茨城大学教授が「iMATERIAの現状と標準周辺機器の稼働状況」、星川晃範茨城大学准教授が「iMATERIAのカテゴリー別周辺機器の整備状況と今後の展望」、小泉智茨城大学教授が「iMATERIAにおける小角散乱機能とその応用例」と題して講演されました。

〈施設の概況〉セッションでは、林眞琴氏(CROSS)が「J-PARC MLFの産業利用」と題して講演されました。

〈iMATERIAにおける材料研究〉セッションでは、松川健茨城大学助教(代理：星川晃範准教授)が「有機非線形光学結晶の粉末中性子回折とイオン間距離の評価」、吉田幸彦茨城大学助教が「プロトン伝導体(C(NH₂)₃)₂Zn(SO₄)₂の構造パラメータ温度依存性」、小貫祐介茨城大学助教が「六方晶系合金の変形と集合組織」と題して講演されました。

〈先行学術研究〉セッションでは、趙文文東京電機大学助教が「中性子を用いたナトリウムイオン電池用正極材料の研究」、井手本康東京理科大学教授が「Liイオン電池用正極材料の充放電過程における平均・局所構造変化」、小林玄器分子研准教授が「ヒドリドイオン導電性酸水素化合物の合成、構造、イオン導電特性」、田淵光春氏(産総研)が「Fe及びNi置換Li₂MnO₃系正極材料の充放電時の結晶構造変化」と題して講演されました。

今回は「iMATERIA」に産業利用対応のために装備された各種周辺

機器の整備状況と、結晶構造解析や集合組織解析、小角散乱解析機能などついて報告するとともに、装置担当者の研究成果、および、電池材料開発に関わる4件の講演があり、活発な質疑が交わされました。



会場の様子



井手本康東京理科大学教授

●第1回残留ひずみ・応力解析研究会

10月26日(木)に研究社英語センター大会議室において、第1回残留ひずみ・応力解析研究会を「配管・圧力容器溶接部における残留応力」をテーマに開催しました。70名の参加者がありました。

〈施設の概況〉セッションでは、富田俊郎茨城県企画部技監が「J-PARC MLFの現状と産業利用」と題して講演されました。

〈チュートリアル〉セッションでは、田中啓介名古屋大学教授が「材料組織の微細化と残留応力による疲労強度の向上」と題して講演されました。

〈き裂進展予測〉セッションでは、林眞琴氏(CROSS)が「大型構造物の溶接残留応力場におけるき裂進展挙動」、岩松史則氏(日立製作所)が「溶接残留応力場におけるSCCき裂進展評価」と題して講演されました。

〈溶接残留応力解析と実験〉セッションでは、生島和樹大阪府立大学准教授が「理想化陽解法FEMによる円筒多層溶接継手の3次元移動熱源残留応力解析」、岡野成威大阪大学准教授が「放射光in-situ計測と数値シミュレーションによる溶接応力の比較考察」、勝山仁哉氏(原子力機構)が「原子炉圧力容器及び配管溶接部に対する残留応力解析・構造健全性評価に関する最近の研究」と題して講演されました。

〈実機における残留応力測定〉セッションでは、小川理絵氏(島津製作所)が「X線回折によるワイドレンジ高速検出器を用いた残留応力測定」、野末秀和氏(バルステック工業)が「ポータブル型X線残留応力測定装置による溶接部の現地測定」、王昶氏(日立製作所)が「中性子回折による遠心铸造二相ステンレス鋼の相応力に関する研究」、野崎洋氏(豊田中研)が「電磁鋼板におけるせん断加工による残留応力の中性子回折による測定」と題して講演されました。

材料の微細化による疲労強度の向上と残留応力との関係や、残留応力場における応力腐食割れと疲労き裂の進展シミュレーション手法、配管や圧力容器における溶接残留応力の有限要素法による解析法、ならびに、X線や中性子回折法による実機の残留応力測定結果を紹介していただき、活発な議論が交わされました。BL19「匠」の利用拡大に繋がることが期待されます。



会場の様子



田中啓介名古屋大学教授

◆講習会

●中級者向けZ-Code講習会

11月2日(木)にLMJ東京研修センターにおいて平成29年度中級者向けZ-Code講習会を開催しました。

今回の講習会では、文献等の構造情報に基づき、構造パラメータを理解しながら少し高度な構造解析をほとんど指導を受けずに行えるようになることを目的としました。具体的には、1) X線と中性子データをリートベルト解析する、2) 構造パラメータや原子間距離等を求め報告書等の執筆に必要な表記法を学ぶ、3) 組み込んだ制約条件を使いこなす、4) MEM解析を行う、5) 磁気構造を解析するというものです。

具体的には、1) Z-RietveldとZ-3Dを用いた結晶構造解析、2) 回折結晶学の基礎、3) Z-Rietveldの中級者向け実習、4) Z-Riet-

veld/Z-MEMの実習、5) リートベルト解析が上手くできなかった時の対処方法と磁気構造解析について実習しました。

受講者は会員企業から8名、非会員企業から3名、大学から14名、研究機関から2名の合計27名でした。



会場の様子



神山崇KEK教授

お知らせ

◆研究会

●電池材料研究会

日時：平成30年1月22日(月) 10:00-17:05

会場：東京飯田橋 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が主催し、J-PARC MLF利用者懇談会が共催し、CROSSが協賛して「全固体二次電池への挑戦 - 電池開発と材料研究の取組み -」をテーマに開催します。

〈施設の概況〉、〈チュートリアル〉、〈基調講演〉、〈特別講演〉、〈全固体電池材料研究の取組み〉の5つのセッションで9件の講演を予定しています。

全固体二次電池の開発とイオン導電材料研究への取組み状況を中心に最新の研究成果をご紹介します。

●薄膜・界面研究会

日時：平成30年1月30日(火) 10:00-17:00

会場：東京飯田橋 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、CROSSが主催し、J-PARC MLF利用者懇談会が共催して「中性子反射率による界面の構造解析」をテーマに開催します。

〈チュートリアル〉、〈薄膜構造解析の実際〉、〈反射率装置〉、〈BL17における学術成果〉、〈産業利用〉、〈施設の利用方法〉の6つのセッションで10件の講演を予定しています。

反射率法の基礎から薄膜構造解析の実際、学術成果、産業応用まで幅広い内容で界面の構造解析技術をご紹介します。

◆講習会

●初級者向けZ-Code講習会

日時：平成30年2月22日(木) 9:30-23日(金) 17:00

会場：東京水道橋 LMJ東京研修センター 2F 特大会議室

J-PARCセンター MLFディビジョン、KEK物質構造科学研究所、

茨城県、茨城大学、中性子産業利用推進協議会とCROSSが主催して、粉末構造解析ソフトウェアZ-Codeの最新版の使い方を初級者を対象に開催します。

上記の他に、液体・非晶質研究会を3月1日(木)に、第2回残留ひずみ・応力解析研究会(テーマ：集合組織材における残留応力)を3月26日(月)に、第2回構造生物学研究会(テーマ：中性子構造生物学の新たな挑戦)を3月29日(木)に開催する予定です。詳細についてはHPをご参照下さい。

協議会HP(<http://www.j-neutron.com/>)には、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【17年・冬】Vol.37

発行日 2017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-neutron.com URL:http://www.j-neutron.com/