

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2021PM4008 実験課題名(Title of experiment) 中性子ビーム実習 実験責任者名(Name of principal investigator) 能田洋平 所属(Affiliation) 茨城大学	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL-20 茨城県材料構造解析装置 (iMATERIA) 実施日(Date of Experiment) 2021/6/18

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>茨城大学大学院理工学研究科において、平成 28 年 4 月に量子線科学専攻が新設された。その中で、放射線の基礎知識を基に中性子線の利用研究、基盤技術開発及び高度化に携わる人材育成を目標に掲げている。目標達成のため、茨城大学が茨城県と協力しながら J-PARC に設置した中性子ビームライン(茨城県材料構造解析装置 iMATERIA)を活用する実習が有効である。具体的な実習内容として、産業界で重要度の高い各種材料のキャラクタリゼーションに役立てられている小角散乱計測を行う。実習の狙いとして、他の量子線にはない中性子独自の特徴として、水素の同位体である重水素を活用することで散乱コントラストを制御できることを学ぶ。それと同時に、限られた実習時間において明確な結果が得られやすいものを試料として選択した(標準試料(グラッシーカーボン、ブロックポリマー、シリカ粒子)、燃料電池電解質膜ナフィオン、フィラー充填ゴム(タイヤ用ゴム材料)など)。なお、実験に参加する学生には、あらかじめ実験ガイダンスを行い、大学院教育の単位として認定できるよう環境を整えた。実習に先立ち講義を行う。なお、講義の構成は以下である。①中性子基礎科学、②J-PARC 中性子源、③小角散乱法によるナノ構造解析、④X 線小角散乱装置見学 ⑤高分子材料への応用、⑥コントラスト変調法の利点</p>
--

<p>2. 試料及び実験方法</p> <p>Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p> <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・グラッシーカーボン・ブロックポリマー・シリカ粉末・フッ素樹脂(標準試料)</li> <li>・燃料電池電解質膜ナフィオン(乾燥状態、軽水および重水で浸漬したもの)</li> </ul> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>受講学生自身により、試料ホルダーへの試料の封入を行う。試料ホルダーを小角散乱用試料交換機へと取り付け、試料真空槽を真空引きの上で、小角散乱計測を行った。取得したイベントデータについては、その場で受講学生自身により解析処理を行い一次元プロファイル化の処理を行った。取得した結果の解釈についてのレポート課題を課した。</p>
--

### 3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

受講学生は量子線科学専攻修士1年生の8名であり、所属研究室の研究分野の内訳は、有機合成化学5名、高分子科学1名、生命科学1名、素粒子物理1名であった。MLF第1実験準備室での試料封入作業の様子を図1に示す。受講学生自らが封入した試料ホルダーを大気環境小角散乱試料交換機へと取り付けた。大気環境小角散乱用試料交換機は上下移動可能なステージに取り付けられており、試料ホルダー取り付け後、下方向に移動させた。真空引きを行った上で、試料へとビームを入射させ小角散乱計測を行った。

取得済みデータを用いて解析操作を学んだ。今回用いた実験データの一例として、フッ素樹脂PTFEおよびPFAの小角散乱プロファイルを図2に示す。フッ素樹脂はその耐熱性や耐化学薬品性から、高性能が求められる構造材として、またケーブル等の電子材料など幅広く利用されている。PTFEが光を散乱し白色不透明であるのに対し、PFAは半透明である(図2(右)写真参照)。得られた中性子小角散乱プロファイルを図2(左)に示す。PTFEおよびPFAのいずれにおいても、 $q = 1 \text{ \AA}^{-1}$ 付近にシャープなピークが観測され、炭化フッ素鎖が局所的な結晶構造を成していることが示された。一方で、小角側に着目すると、PTFEではPorod則に従う $-4$ のべき乗を示す立ち上がりのみが見られたのに対し、PFAではブロードなピークが観測された。これは、それぞれの材料中での結晶グレインサイズの違いを反映したものであり、PTFEでは大きな結晶粒が形成され、PFAでは結晶粒の大きさが $300 \text{ \AA}$ 程度に制限されていることが明らかになった。このように中性子小角散乱法が、産業で幅広く活用される材料のキャラクタリゼーションに役立てられることを学んだ。

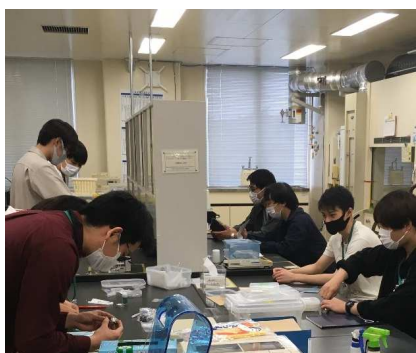


図1. MLF 第1実験準備室での試料封入作業

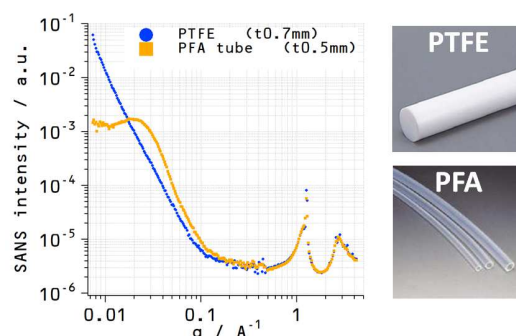


図2. フッ素樹脂の SANS プロファイル

### 4. 結論(Conclusions)

茨城大学大学院理工学研究科量子線科学専攻修士1年生を対象に、「J-PARC 中性子ビーム実習」と題した実習を開講した。実習内容として標準試料を対象とした小角散乱計測を行った。授業アンケートの結果、多くの受講学生から「世界有数の先端的な研究施設で自ら実験を経験できる貴重な機会になった」との回答を得た。本実習は茨城大学量子線科学専攻が、世界でも有数の高強度パルス中性子源であるJ-PARCに隣接しているという立地の良さを活かした特徴的なものである。その意義としては、第一に、学生に先端研究の一端を経験させ、多様な研究における中性子ビーム利用の有効性を実体験を通して理解してもらうという点にある。また、産業界での利用を推進している茨城県BLを活用することで、先端研究と社会との繋がりについても実体験を通じて理解してもらうという点に意義がある。また、受講学生が、近い将来に企業や大学・研究所の研究者となり、J-PARCの継続的なユーザーになってもらうこと、また本実習で学んだことを広げてもらうことでJ-PARCユーザーのさらなる広がりにつながるものと期待する。