

 茨城県 IBARAKI Prefectural Government <h2 style="text-align: center;">MLF Experimental Report</h2>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2021PX4002 実験課題名(Title of experiment) iBIX による絹の染色機構に関する研究 実験責任者名(Name of principal investigator) 高妻 孝光 所属(Affiliation) 茨城大学	装置責任者(Name of responsible person) 日下 勝弘 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL03 実施日(Date of Experiment) 2021 年 4 月 26 日

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.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>茨城県ビームラインの iBIX を使い配向絹フィブロイン試料の結晶相についての知見を得る。今期では重水により置換を行った絹糸フィブロインの 1 軸配向試料の中性子回折データの測定を試み、iMATERIA で得られる広角側の回折データと共に、染色機構にどのように展開できるかについて考察を行う。また、本実験により、iMATERIA ならびに iBIX での回折実験の相違点等を実際に体験しながら、人材育成事業における、量子ビーム活用の基礎技術、基礎知識の習得を目指す。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) 重水にソークした絹ファイバー試料 まゆをほどき得られた絹袋真綿から絹ファイバーをとり、重水にソークした絹糸の配向を揃えるために図1のようにコの字型のアルミ治具に巻きつけて回折計の試料位置にマウントした。 2.2 実験方法(Experimental procedure) 予備測定として、 ω 軸方向を適切な位置に回転させ、波長範囲 2.3 ~ 6.3 Å に設定して、赤道線場に配置された検出器 (NO.1,25 ~ 30 の7台) を用いて中性子回折パターンの測定を行った。この結果をもとに、結晶の方位と測定波長範囲を決定して、本測定を実施した(波長範囲: 約 1.5 ~ 7 Å、測定方位: 6 方位)。 <div data-bbox="1018 1749 1417 2002" data-label="Image"> </div> <p style="text-align: center;">図1 測定位置にマウントした試料</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.

予備測定で得られたイベントデータを iBIX 用の TOF データ処理ソフト STARGazer を用いてヒストグラムデータへ変換し、可視化できるようにした。図2に予備測定時（測定波長：2.3～6.3 Å、測定時間：約4時間、加速器出力：700kW、結晶方位：phi=63°、chi=0°、omega=90°）の検出器番号 25 番 (Det#25, 2θ center=54°) で得られた TOF 回折パターンを示した。1軸配向試料に特有の時間空間方向に伸びた回折パターン（図2赤丸）の1つを観測することに成功した。面間隔(d 値)は 4.3 Åであり、この伸びた回折パターンが絹糸由来であることが確認できた。

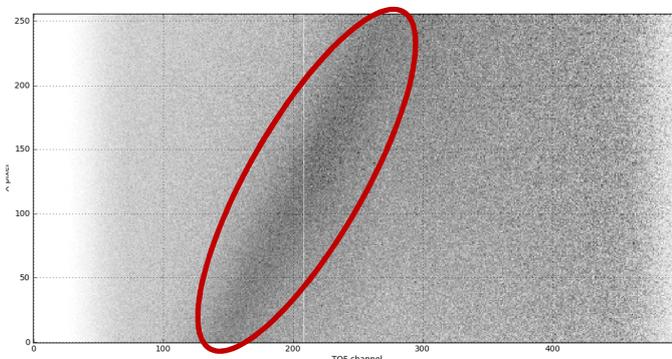


図2 予備測定時の Det#25 (2θ center=54°) の TOF 回折パターン

本測定を行ったデータ（測定波長：1.5～7.0 Å、測定時間：約 6 時間 X6 方位、加速器出力：700kW、結晶方位：6 方位）については、逆空間データ変換ソフト Recipro Mapper を用いて、逆空間2次元データへの変換を行った。図 3 にその2次元マップを示した。こちらにも1軸配向試料に特有の伸びた回折パターン（図3赤丸）を観測することに成功した。しかしながら、この反射以外のものを明瞭に観測することはできなかった。予備測定で観測された反射については、逆空間データへ変換したことでバックグラウンドに埋れてしまったと予想される。本実験では教育としては十分な実験を行うことができ、少ないが回折パターンの出現の様子を見ることができた。しかしながら、中性子による構造解析を行うにはより明瞭でかつ多くの反射の回折パターンを得ることが必要である。このためには、さらなる試料の重水素化によるバックグラウンドの低減、試料の配向性の向上等の試料準備に対する工夫が必要である。また、測定波長等の測定方法の再検討も必要である。

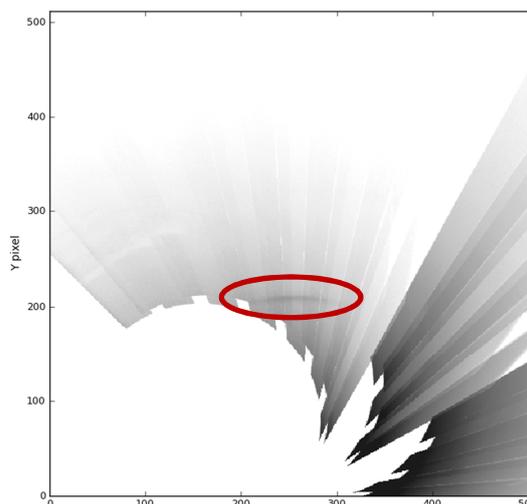


図3 本測定データを逆空間データに変換したマップ

4. 結論(Conclusions)

iBIX において、茨城県結城紬の材料となる絹糸について、配向高分子試料の逆格子空間パターンの測定を行うことができた。この実験を茨城県人材育成事業の一環として実施し、iBIX による中性子回折実験を県の公設試験場の職員の方々に実際に体感していただき、量子ビーム活用の基礎技術、基礎知識の習得の一助となった。実験結果としては、天然の絹糸の中性子回折パターンを得ることに成功した。しかしながら、重水素化や試料の配向性等の関係から、解析可能な明瞭なパターンを得るには至らなかった。今後、試料準備方法の再検討を行い、染色剤を含めた絹フィブロインの中性子回折による構造決定を目指す。