# 原子力基礎基盤戦略研究イニシアティブ 戦略的原子力共同研究プログラム 事後評価総合所見

研究開発課題名:原子炉型中性子小角散乱分光器群の先鋭的高度化に関する研究

研究代表者(研究機関名):柴山充弘(国立大学法人東京大学)

再委託先研究責任者(研究機関名): 大沼正人(独立行政法人物質・材料研究機構)

研究期間及び予算額:平成20年度~平成22年度(3年計画) 84 百万円

191711791171700 1 971	нж •	
項目		要約
1. 研究開発の概要		最新の中性子集光素子技術を駆使する事でJRR-3設置の中性子小角散乱
		分光器3台(SANS-U、iNSE、mf-SANS)を高度化し、ビーム強度の倍増
		と測定効率の向上により世界最先端の分光器とするとともに、共同利用
		におけるサイエンスの展開をはかる。
2. 総合評価	A	・共同利用装置に改良を加えビーム強度と分解能をあげ、また測定効率
		を向上することにより世界トップクラスの研究環境を中性子利用者に
		提供すると共に、わが国独自の中性子光学系の技術を継承し発展させて
		おり、優れた成果が挙げられている。
		S) 極めて優れた成果が挙げられている
		A)優れた成果が挙げられている
		B) 一部を除き、相応の成果が挙げられている
		C)部分的な成果に留まっている
		D) 成果がほとんど挙げられていない
3. その他		・日本で唯一の原子炉利用の中性子小散乱装置の高度化が着実に行わ
		れ、世界有数の装置性能が得られたことは高く評価できる。今後もユー
		ザーとの全国共同利用を進めて、広範の物性科学分野で成果を上げるこ
		とを期待する。

#### 1. 目的・目標

最新の中性子集光素子技術を駆使する事で JRR-3 設置の中性子小角散 乱分光器 3 台(SANS-U、iNSE、mf-SANS)を高度化し、ビーム強度の倍 増と測定効率の向上により世界最先端の分光器とするとともに、共同利用におけるサイエンスの展開をはかる。

#### 2. 研究成果

# 【研究開発項目(1) SANS-U の高度化に関する研究】 「得られた成果」

①コリメーターの高度化に関する研究、②高分解能検出器に関する研究をおこなった。①については、SANS-U アパーチャー機構を新たに開発し、それを用いて中性子ビーム東照準合わせ試験を実施した。その結果、入射ビーム強度が平均約1.94倍に増加したことを確認し、当初の目標である「ビーム強度を2倍にする」ことを達成した。また、②については、高分解能位置敏感型中性子2次元検出装置を新規に開発し、既存の中性子レンズを活用して、中性子散乱測定試験を実施した。また、中性子検出用のシンチレーターを新たに開発し、中性子の検出効率を向上させた。その結果、高分解能位置敏感型中性子2次元検出装置とSANS-Uに既設の中性子集光レンズを活用することで、測定限界が3.8x10<sup>-4</sup>Å<sup>-1</sup>に到達し、従来の観測限界(2.5x10<sup>-3</sup>Å<sup>-1</sup>)と比較して、大幅に向上したことを確認し、当初の目標である「測定限界を一桁良くする」ことを達成した。これにより、従来の測定範囲と合わせれば、3.8x10<sup>-4</sup>Å<sup>-1</sup>から0.35Å<sup>-1</sup>の約三桁にわたる空間スケールの測定が一台の分光器で可能となり、世界的に見ても最も広い範囲をカバーするSANS分光器の一台となった。

## 【研究開発項目(2) iNSE の高度化に関する研究】

#### 「得られた成果」

①白色中性子スピンフリッパーの開発と応用、②中性子集東レンズの開発と応用、③歳差磁場の不均一補正の研究、の3つの研究を行った。①については、波長分散に影響を受けない白色中性子対応型の中性子スピンフリッパーを製作し、磁場評価を行った結果、設計時どおりの機能を有している事が分かった。②については、長波長の中性子ビームを集束し、エネルギー分解能を向上させることを目的に、中性子集束レンズ( $MgF_2$ 両凹面レンズ)を導入して評価試験を行った。これにより、中性子レンズが高分解能測定に有効である事を示した。③については、歳差磁場の不均一を補正するために、スパイラルコイル駆動装置と非磁性ビームナロワを用い、波長別にビーム経路の最適化を実施し、当初目的通り最大フーリエ時間100ナノ秒以上の高分解能化に成功した。

本委託研究では、白色中性子スピンフリッパーの開発と実証試験、および NSE 分光器における中性集束レンズの活用は世界的にみても実験例がなく、極めて重要な実験結果を示すことができたと考えられる。

# 【研究開発項目(3) mf-SANS の高度化に関する研究】 「得られた成果」

世界最小の中性子小角散乱分光器であるmf-SANSの実証試験を行った。 小角散乱の標準試料に加え、金属合金試料について中性子小角散乱実験 を実施した。その結果、低qから高qに至る広いq範囲の観測が可能であ ることを実験的に示し、mf-SANSが物質科学研究において、実用レベル の性能を有することを実証した。

通常、SANS 分光器は全長 30m 程度が標準であり、限られた実験施設に設置する際には、非常に多くの空間を占有するため、各施設において SANS 分光器は 2 台程度の設置が限界であった。このような制約から、 SANS 装置では各国において慢性的なマシンタイム不足の問題を抱えている。全長 2.5m 程度の世界最小の中性子小角散乱分光器である mf-SANS の実証試験の成功は、一つのビームラインに複数台の SANS 分光器を設置できる可能性を、初めて示した結果であると考えられる。

#### 【論文、特許等】

#### 「論文発表]

- 1) Nonuniformity in Cross-Linked Natural Rubber as Revealed by Contrast-Variation Small-Angle Neutron Scattering, Suzuki, T; Osaka, N; Endo, H; Shibayama, M; Ikeda, Y; Asai, H; Higashitani, N; Kokubo, Y; Kohjiya, S, Macromolecules, 2010, 43, 1556-1563.
- 2) Static partial scattering functions for linear and ring random copolymers, Endo, H; Shibayama, M., Polym. J., 2010, 42, 157-160.
- 3) Microscopic Structure Analysis of Clay-Poly(ethylene oxide) Mixed Solution in a Flow Field by Contrast-Variation Small-Angle Neutron Scatterings, Takeda, M; Matsunaga, T; Nishida, T; Endo, H; Takahashi, T; Shibayama, M., Macromolecules, 2010, 43, 7793-7799.
- 4) Presssure- and Temperature-Induced Phase Separation Transition in Homopolymer, Block Copolymer, and Protein in Water, Sakai, T; Akagi, Y; Matsunaga, T; Kurakazu, M; Chung, U; Shibayama, M., Macromol. Rapid Commun., 2010, 31, 1954-1959.
- 5) Small-angle Neutron Scattering on Polymer Gels: Phase behavior, Inhomogeneities, and Deformation Mechanisms, M. Shibayama, Polym. J., 2011, 43, 1834.
- 6) Static Structure of Polyrotaxane in Solution Investigated by Contrast Variation Small-Angle Neutron Scattering, Endo, H; Mayumi, K; Osaka, N; Ito, K; Shibayama, M., Polymer J. 2011, 43,

155-163.

- 7) SANS Studies on Tetra-PEG Gel under Uniaxial Deformation, Matsunaga, T; Asai, H; Akagi, Y; Sakai, T; Chung U; Shibayama, M., Macromolecules, 2011, 44, 1203-1210.
- 8) Rheo-SANS Studies on Shear-thickening/thinning in Aqueous Rod-like Micellar Solutions, Takeda, M; Kusano, T; Matsunaga, T; Endo, H; Shibayama, M; Shikata, T., Langmuir, 2011, 27, 1731-1738.
- 9) Modernization of the small-angle neutron scattering spectrometer SANS-U by upgrade to a focusing SANS spectrometer, Iwase, H. Endo, H; Katagiri M; Shibayama, M., J. Appl. Cryst., 2011, 44, 558-568. 10) 3 号炉における小角散乱研究,岩瀬裕希、柴山充弘,波紋, 2011.
- 11) 金属組織研究への小角散乱の利用、大沼正人、2011.

#### [受賞]

1) 高分子学会賞、中性子散乱による高分子ゲルの精密構造解析、柴山充 弘, 2010.

#### [口頭、ポスター発表]

高分子討論会、日本中性子科学会、環太平洋化学会などでの口頭、ポスター発表:48件(以下、それらの抜粋)

- 1) 第 59 回高分子学会年次大会、横浜、2010/5/26-5/28
- ・「中性子散乱による高分子ゲルの精密構造解析(招待)」、柴山充弘、
- ・ポスター発表「Tetra-PEG Gel の弾性に対する架橋点間分子量の効果、 赤木友紀ほか
- •「Tetra-PEG ゲルネットワークにおける高分子鎖の広がり」、松永拓郎 ほか、
- ・「中性子スピンエコー法によるポリロタキサンの動的性質に関する研究」、遠藤仁ほか、
- ・「コントラスト変調小角中性子散乱法によるポリロタキサンの精密構造解析」、 眞弓皓一ほか、
- 2)23rd International Symposium for Polymer Analysis and Characterization (ISPAC-2010), Pohang, Korea, 1 June, 2010
- Recent Development of Neutron Scattering Methods for Structural Characterization of Polymeric Systems (Invited), M. Shibayama,
- 3) International Symposium on Polymer Physics, Ji'nan, China, 6-10 June, 2010,
- 「Structural analysis and physical properties of Tetra-PEG gel」、M. Shibayama
- 4) International Soft Matter Conference 2010 (ISMC2010), Granada,

#### Spain, 5-8 July, 2010

- ・「Structure and Mechanical Properties of Tetra-PEG Gels」、T. Matsunaga ほか、
- ・「Structure and dynamics of Nanocomposite Gel Under Uniaxial Elongation Small-Angle Neutron Scattering」、T. Nishida ほか、
- ・ 「Structure of polyrotaxane in solutions studied by contrast variation small-angle neutron scattering」、K. Mayumi ほか
- 5) 第 59 回高分子討論会、札幌、2010/9/15-9/17
- ・「コントラスト変調中性子小角散乱法を用いたナノコンポジットハイ ドロゲルの一軸延伸挙動の精密構造解析」、遠藤仁、柴山充弘
- ・「ずり流動下における小角中性子散乱を用いた紐状ミセルの構造解析」、草野巧巳ほか、
- ・「ミクロ相分離構造を有するナノコンポジットゲルの延伸下構造変 化」、西田理彦ほか
- ・「Tetra-PEG ゲルの延伸下小角中性子散乱による構造解析」、松永拓郎 ほか
- •「ポリロタキサンの分子形態と高次構造」、眞弓皓一ほか
- ・「小角中性子およびX線散乱法によるフェノール樹脂の構造解析」、和 泉篤士ほか

# 6) International Conference on Nanoscopic colloid and Surface Science (NCSS2010), 千葉

・「Aggregation Properties of Amphiphilic Dendrimer in Aqueous Solutions: A Combined Small-Angle Scattering (SANS and SAXS) Study」、H. Iwase ほか

#### 7) PACIFICHEM2010、2010/12/15-12/20、ホノルル、ハワイ

- ・「Small-angle Neutron Scattering on Tetra-PEG gels」、M. Shibayama, ルチカュ
- ・「Structure of Nanocomposite Hydrogel Investigated by Means of Contrast Variation Small-Angle Neutron Scattering」H. Endo はカ
- ・「Structural analysis of homogeneous network gel」、T. Matsunaga ほかゝ
- ・「Dynamics of Polyrotaxane in Solutions and Slide-Ring Gels Investigated by Neutron Spin Echo」、K. Mayumi ほかっ

#### 8) 中性子科学会第 10 回年会、仙台、2010/12/09-12/11

・中性子・X線小角散乱による鉄鋼材料の微細組織の観察、大沼正人ほか

### 9) 日本分析化学会第 59 年会、2010/09/14-09/16

・ X 線および中性子小角散乱による材料中のヘテロ構造の定量評価 / X 線および中性子小角散乱による材料中のヘテロ構造の定量評価、大

## 沼正人

- 10) 日本鉄鋼協会 秋季講演大会、2010/09/25-09/27
- ・鉄鋼材料研究への中性子小角散乱の利用、大沼正人ほか
- ・小角散乱によるゴムメタル組織のナノ不均質構造の解析、大沼正人ほか