

スピンコントラスト中性子散乱実験用 核偏極装置における無冷媒化技術の確立

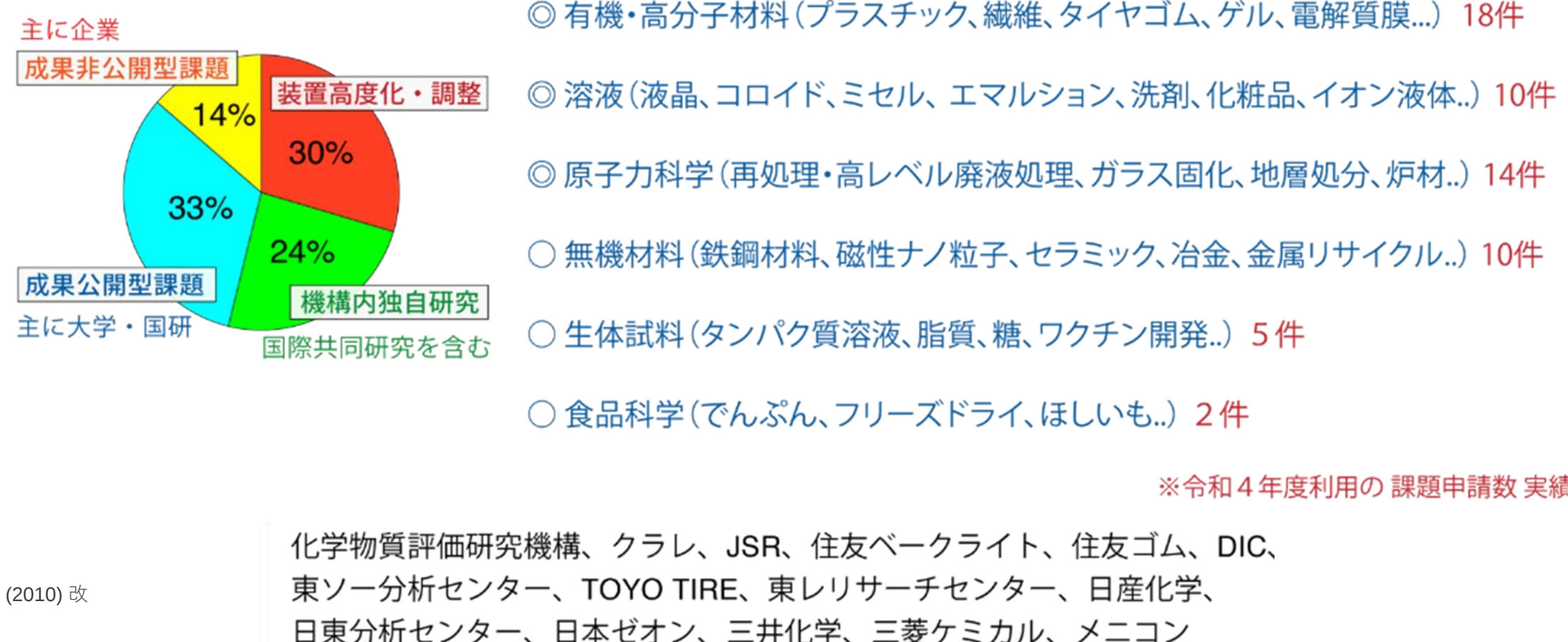
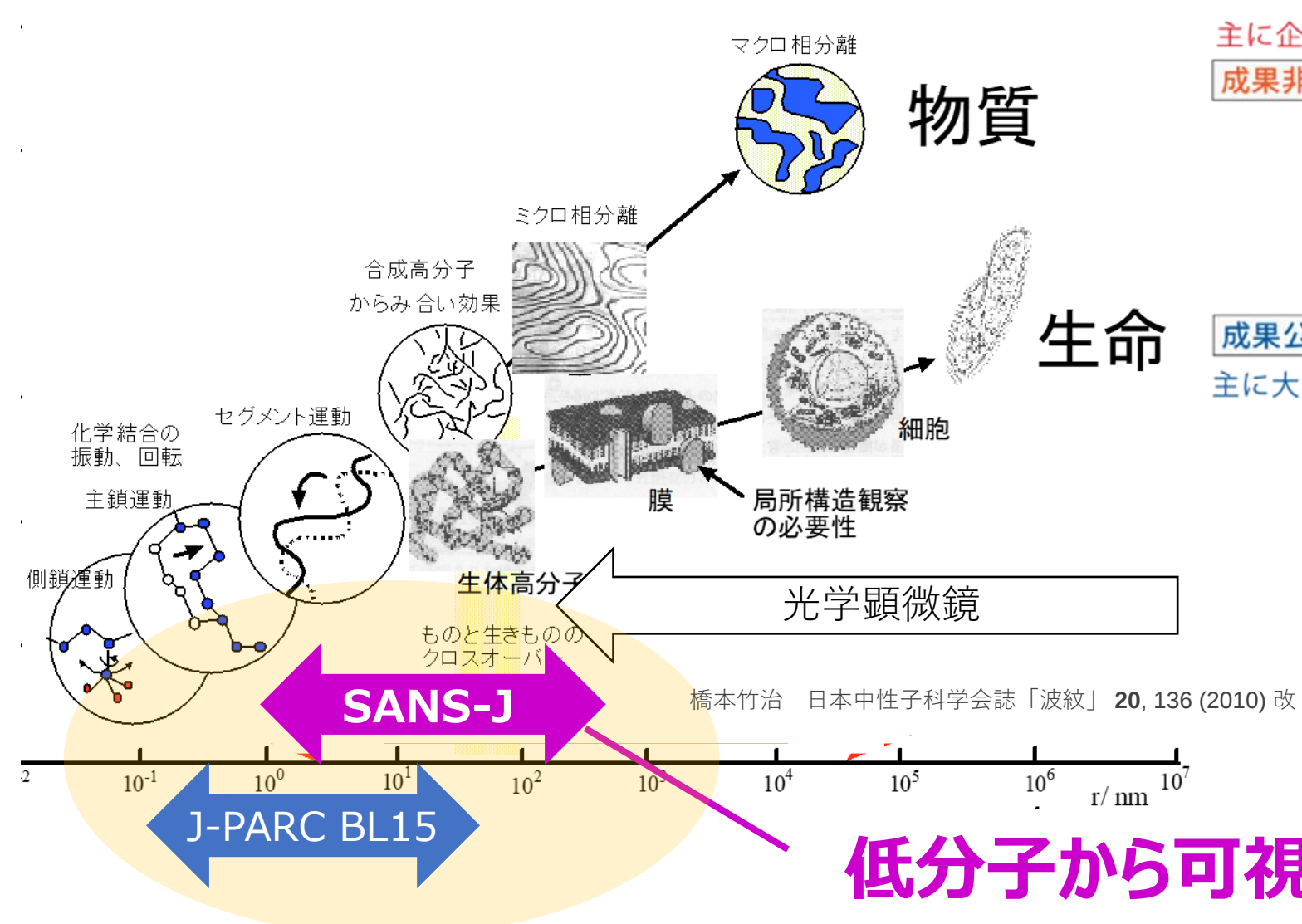
物質科学研究センター 階層構造研究グループ JRR-3 SANS-J装置担当者 熊田 高之

中性子を用いた複合材料のナノ構造解析 原子・分子がどのように集合することで機能を発現する材料となるか？

研究用原子炉（JRR-3）小角散乱装置（SANS-J）

ナノからサブマイクロのマルチスケール構造解析

産学に幅広い利用 → 競争率3倍以上 → 「もう一台作って！」

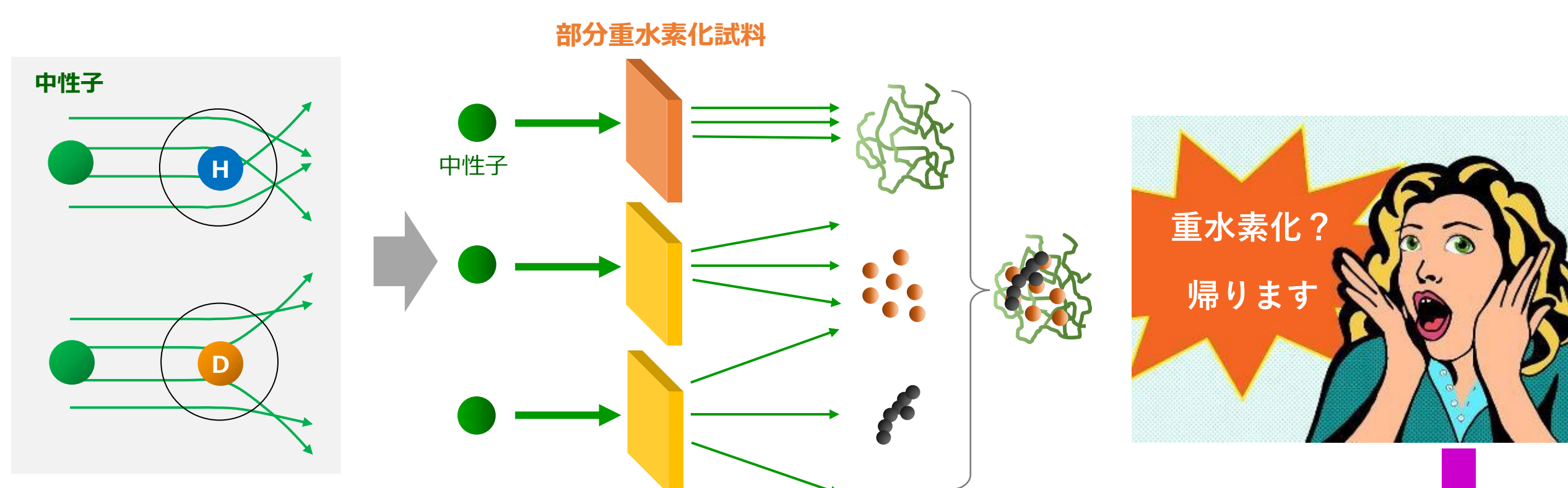


低分子から可視光波長（サブマイクロ）の大きさの構造をin-situ*で測定

*化学物質の反応場、材料の使用環境、生体物質の生体内環境を再現した状態。電子顕微鏡は苦手とする。

スピンコントラスト変調中性子散乱法とは

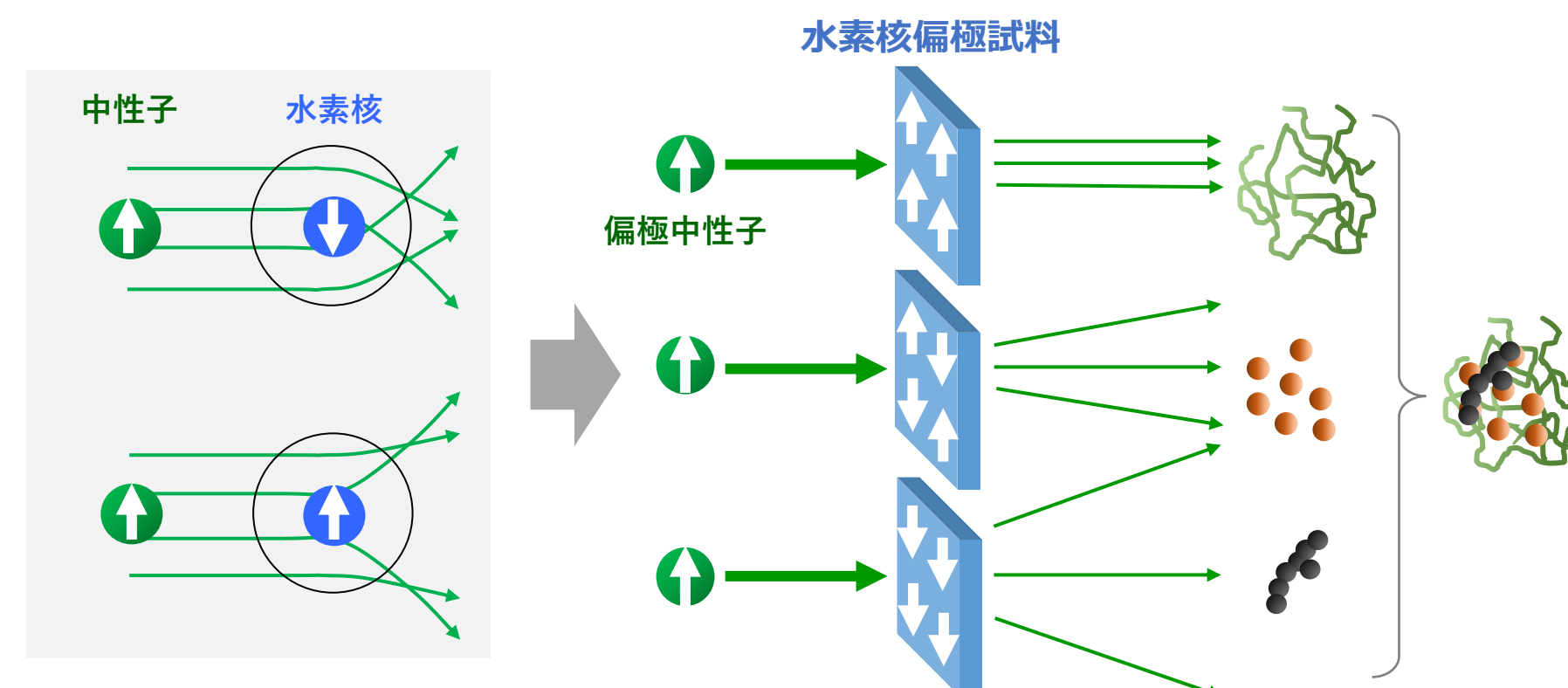
重水素化コントラスト変調中性子散乱法（従来法）



複合材料における成分ごとの構造とその絡み合い状態を決定できる

スピンコントラスト変調中性子散乱法（新手法）

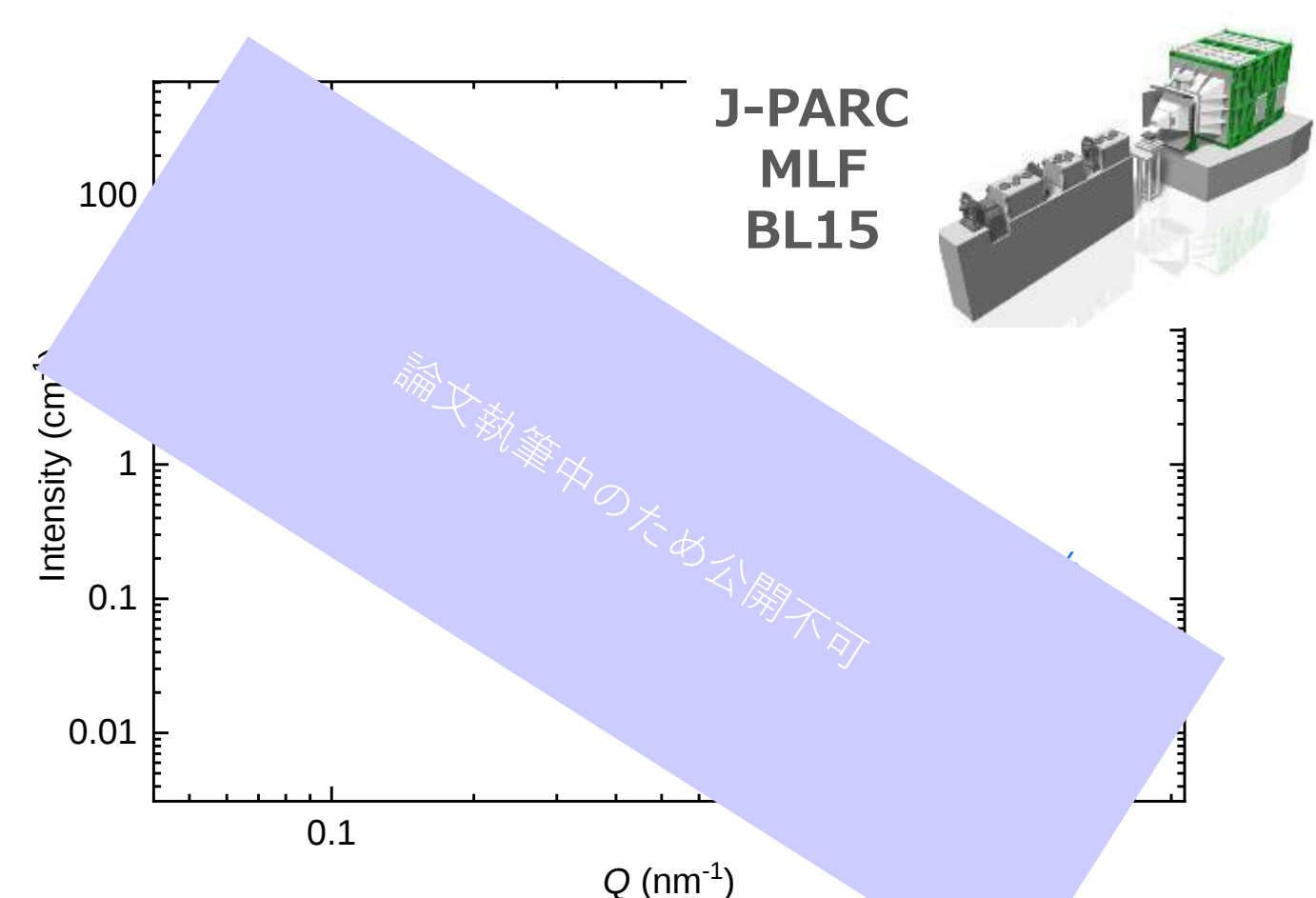
Knop, Stuhrmann et al., J. Appl. Cryst. 1989



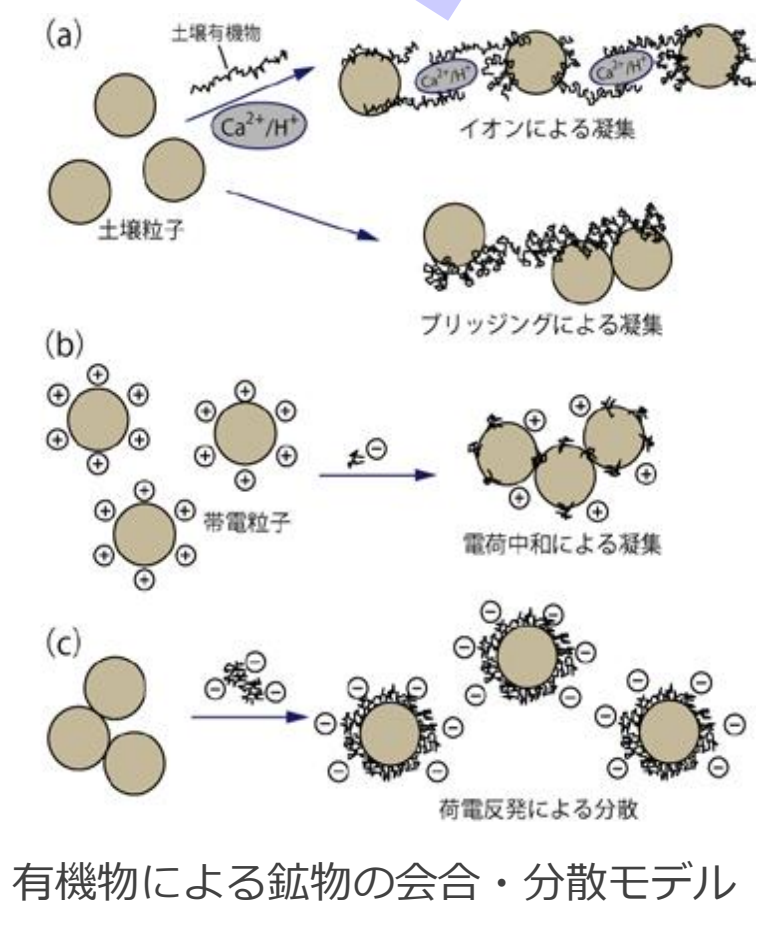
スピン制御で同様の構造情報 → 中性子施設の飛躍的な利用拡大へ

最近の研究成果

鉱物に付着する土壌有機物のナノ構造解析

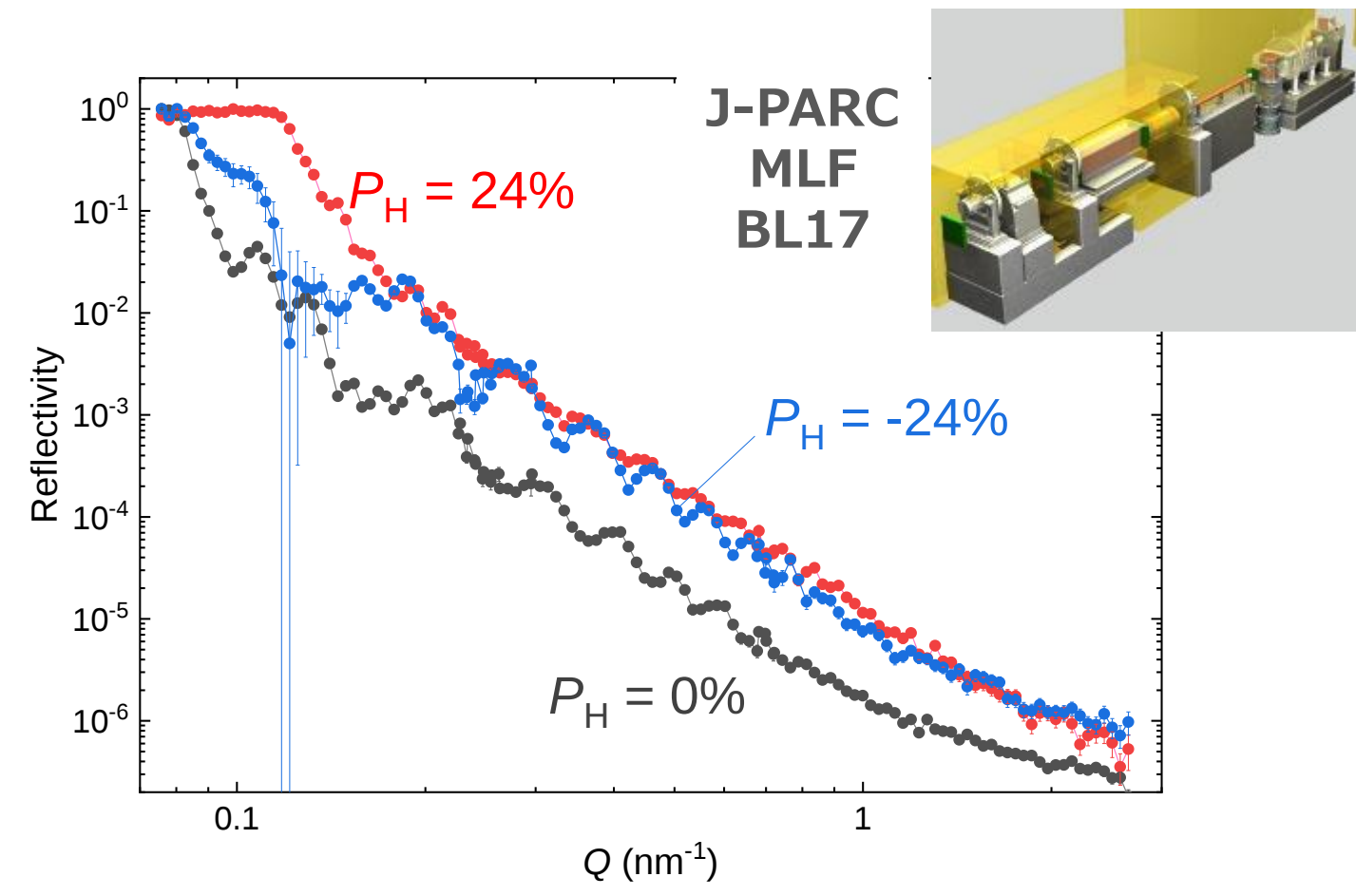


生データでは、有機物由来の散乱は主成分である鉱物の散乱に隠れている。しかし、異なる水素偏極度 P_H における散乱曲線の差分を取ることで、鉱物の散乱を取り除いた有機物の散乱が得られる。その解析により鉱物を有機物が取り囲む様子がわかる。

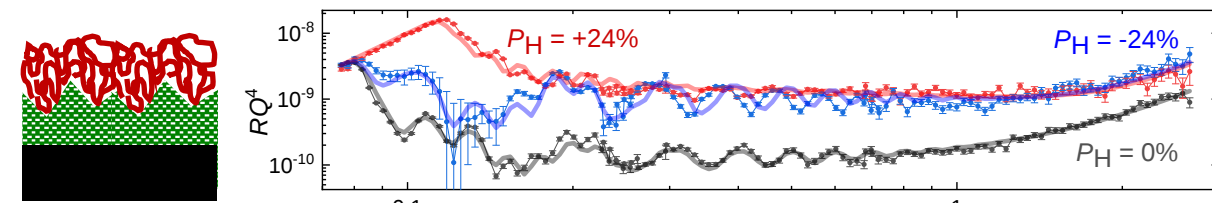


反射率法による多孔質シリカと樹脂の界面構造評価

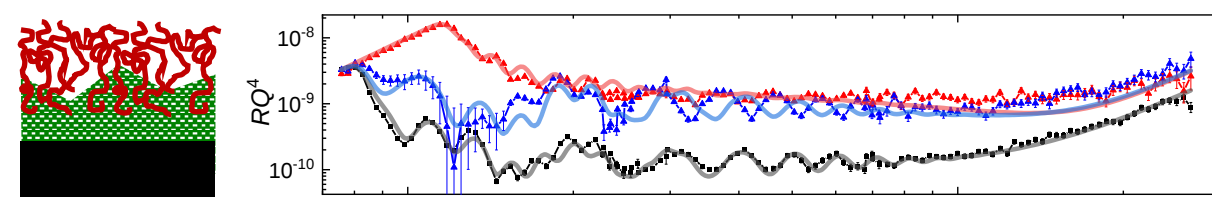
Kumada et al., J. Appl. Cryst. (2022)
中性子学会誌「波紋」President Chice受賞 (2022)



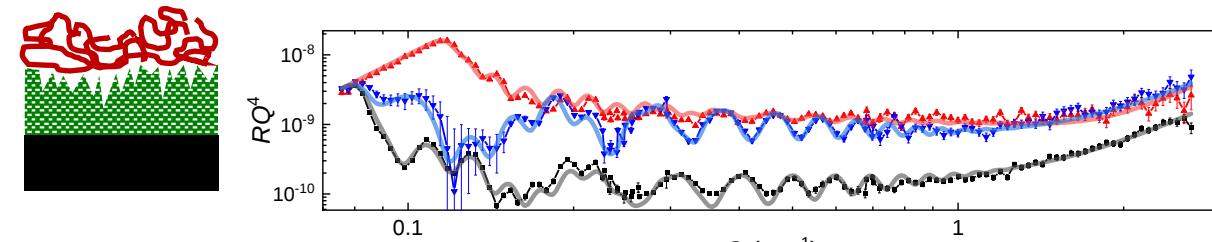
× 一般モデル



×× 樹脂がシリカ層の空孔に入り込んでいるモデル

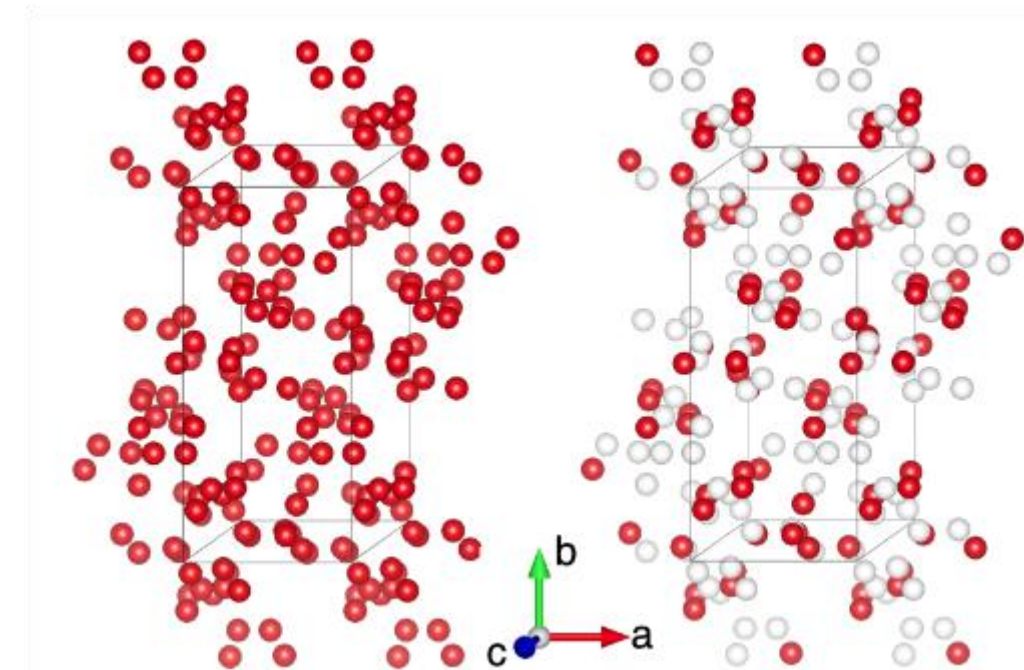
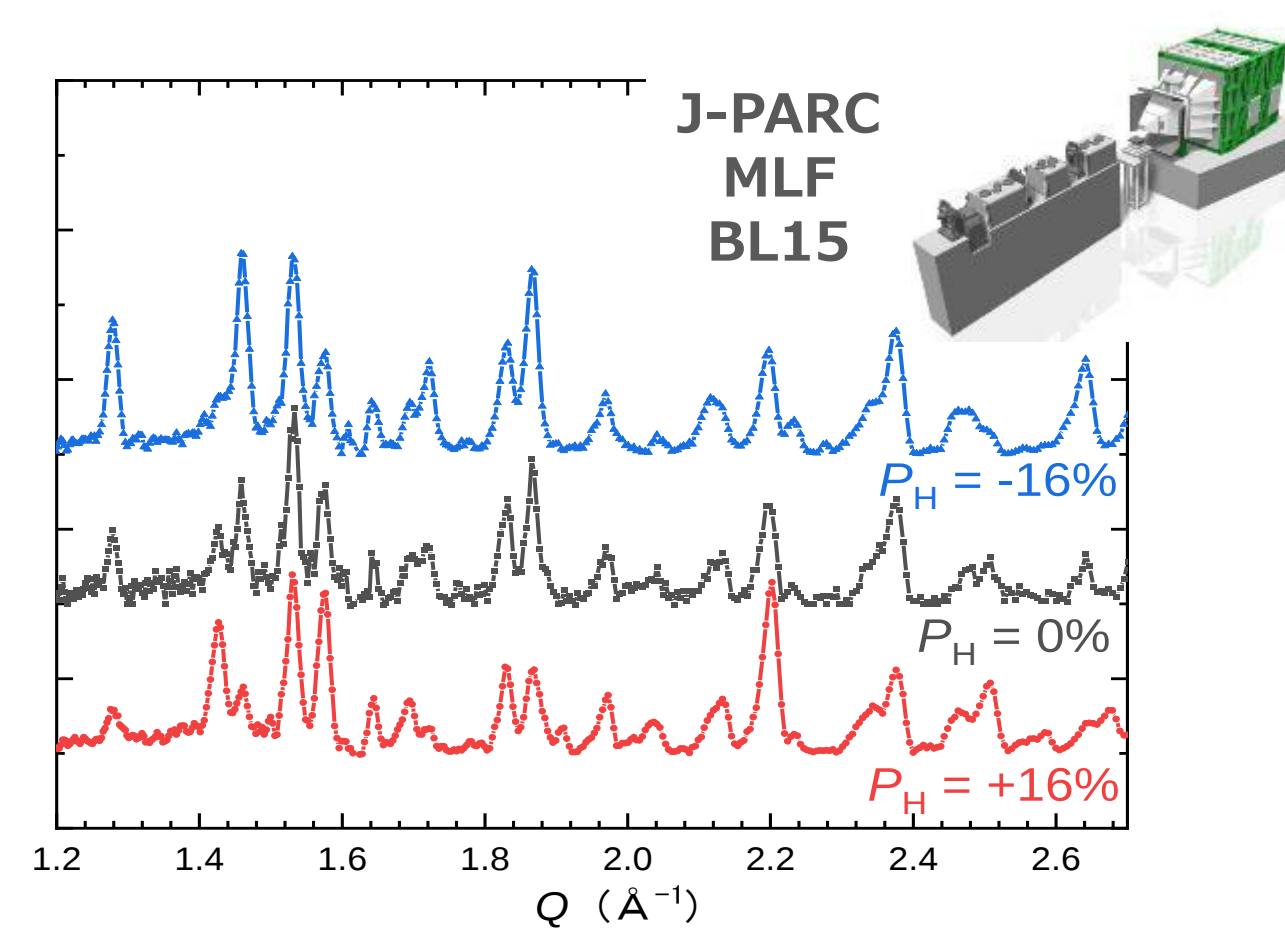


◎ 樹脂がシリカ表面の凹凸の凸部でしか接しないモデル



粉末回折による結晶中の水素位置の特定

Miura, Kumada et al., J. Appl. Cryst. (2021)
三浦、熊田他、日本結晶学会誌 (2021)



一般の回折実験（左）では全ての原子からの信号が足しあわされる。スピンコントラスト実験（右）では、 P_H の変化に伴う各ピーク強度の増減から水素由来の信号のみを取り出し、その位置を決定できる。

- すべてJ-PARC MLFの成果、最近JRR-3では実験できていない。 → 光学顕微鏡とつながるマルチスケールの構造情報が得られない
- 熊田（発表者）が立ち会わないと実験ができない。 → 利用が強く制限されてしまう

JRR-3

原子炉型中性子実験施設

ヘリウム回収施設無



J-PARC MLF

加速器型中性子実験施設

ヘリウム回収施設有

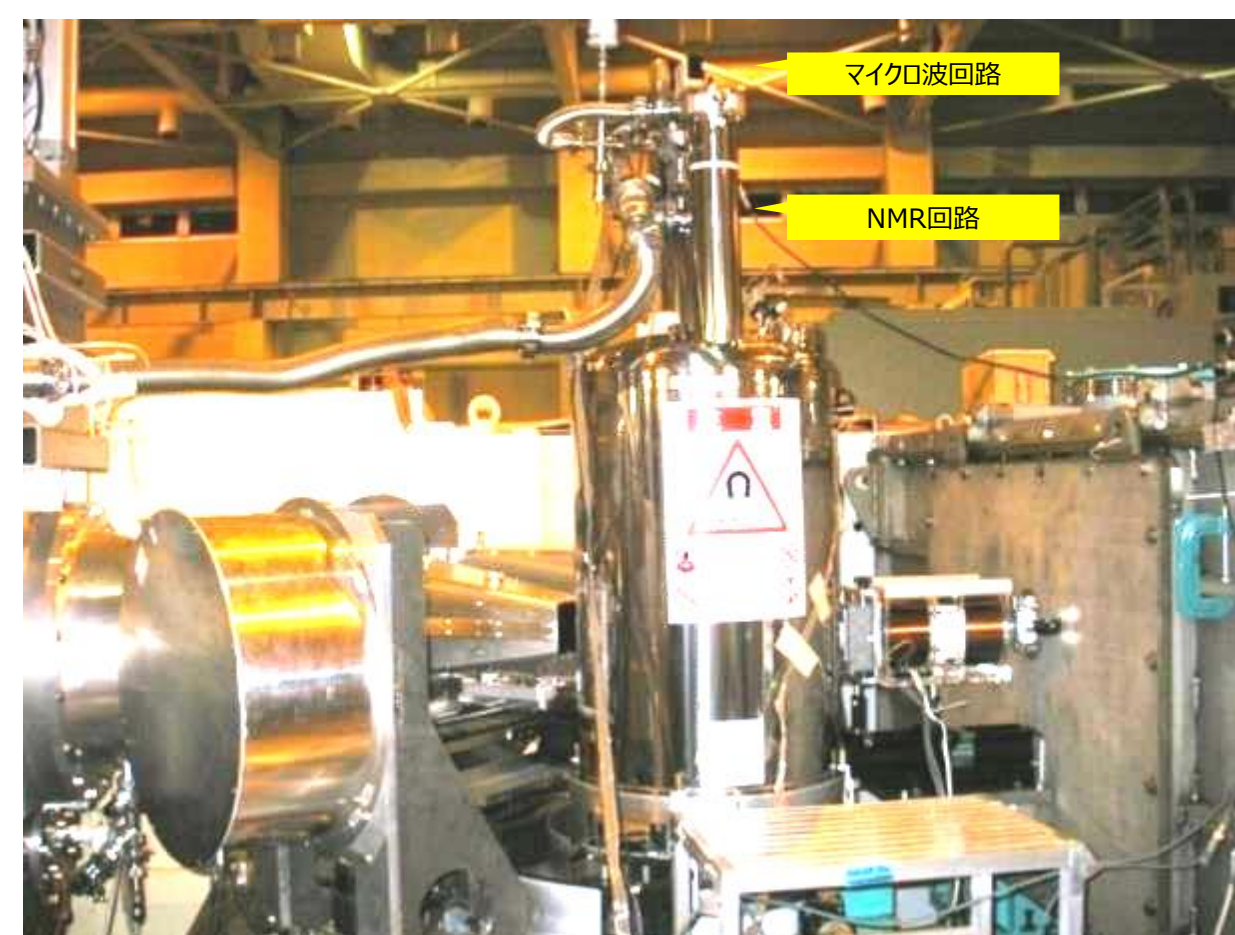
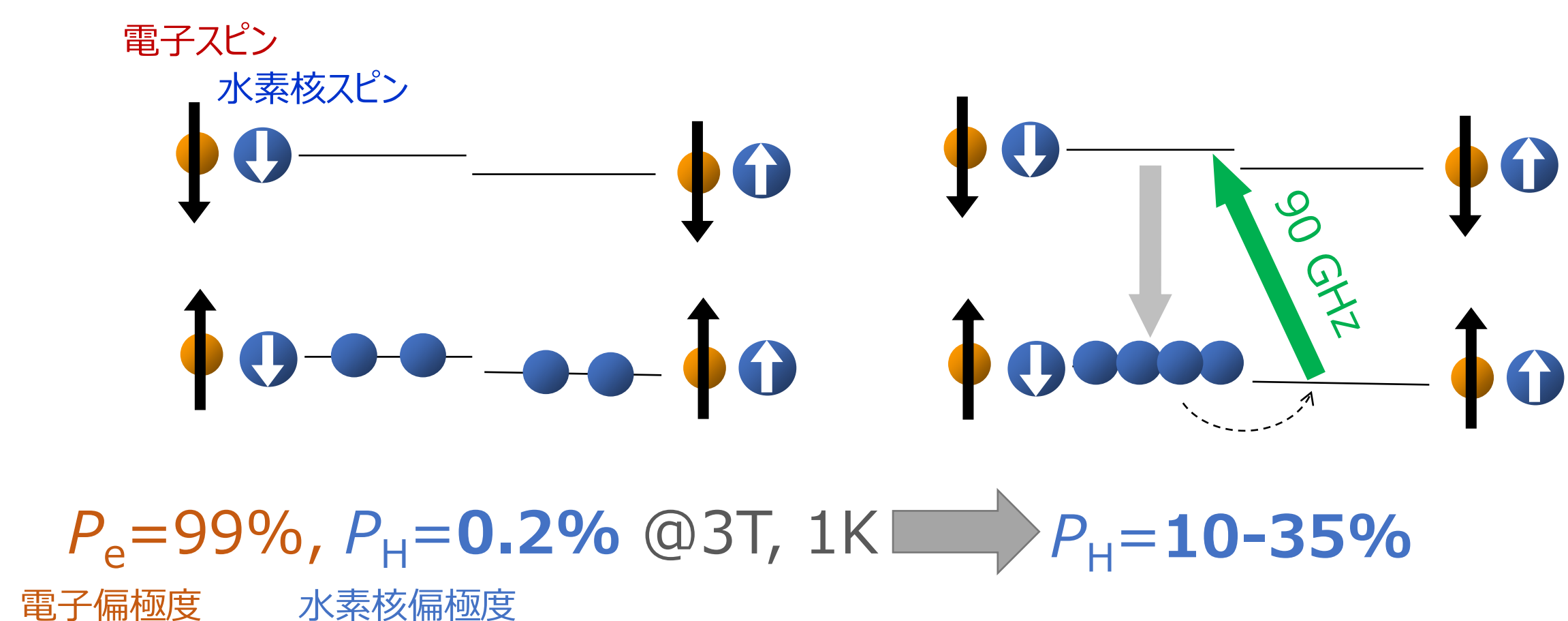


サブマイクロの構造が解析できない

現有ヘリウム冷媒型水素核偏極装置

1号機 (2007年) 3.3 T, 1 K, 94 GHz

極低温・強磁場下でマイクロ波共鳴により水素核を熱平衡の数百倍に偏極



元々はSANS-J用に開発した装置だが、
液体He供給不安のため現在J-PARCのみで使用



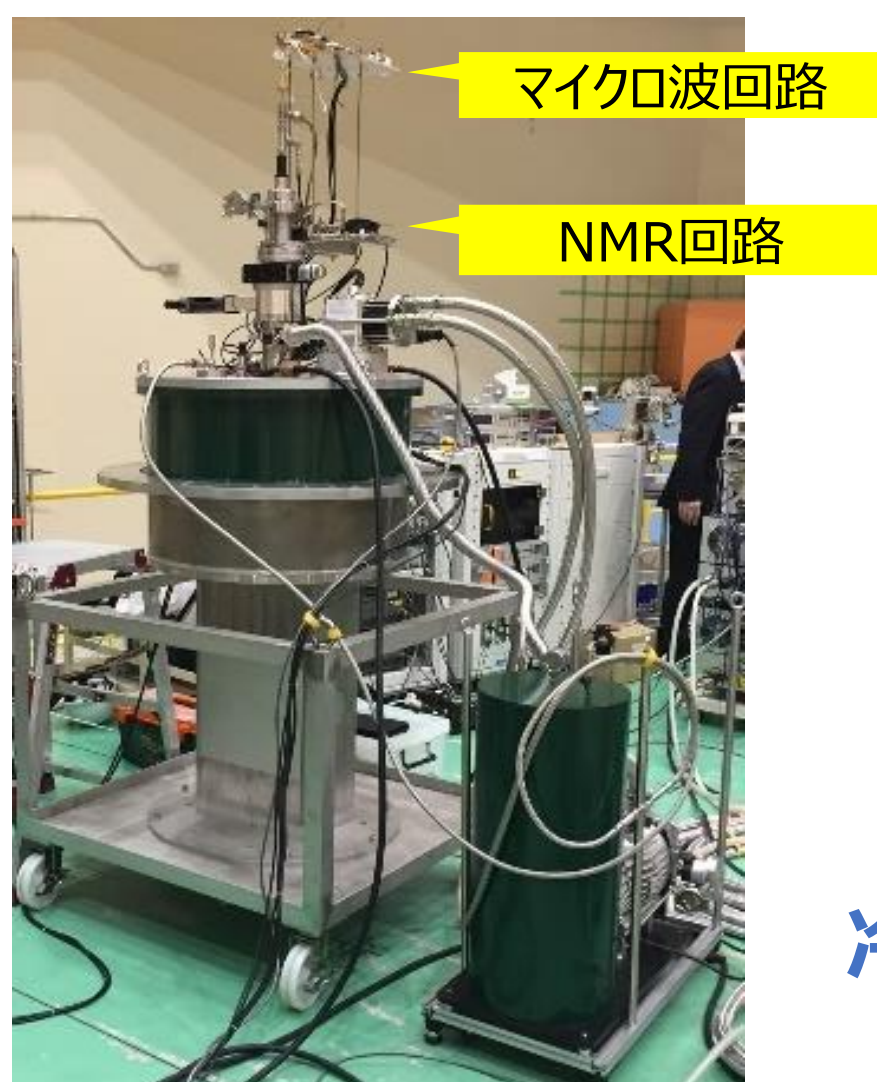
扱いに大変な労力と技術を要するため
開発者でないと操作できない

無冷媒型核偏極装置の開発

- 目的**
- SANS-Jでスピンコントラスト実験を再開してナノからサブマイクロまでのマルチスケール構造解析を実現する
 - ユーザビリティを向上して多くのユーザーがスピンコントラスト法の恩恵を享受できるようにする

2号機

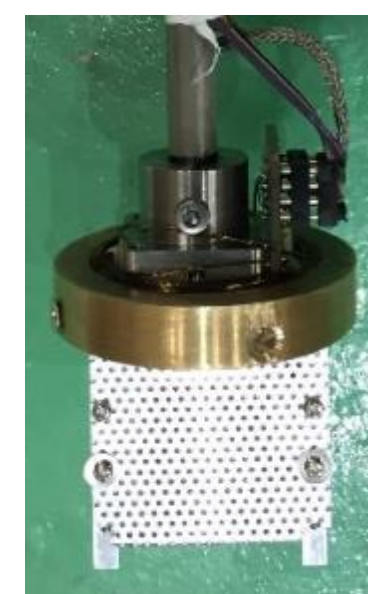
(2015年)
(He free)
3.3 T
94 GHz



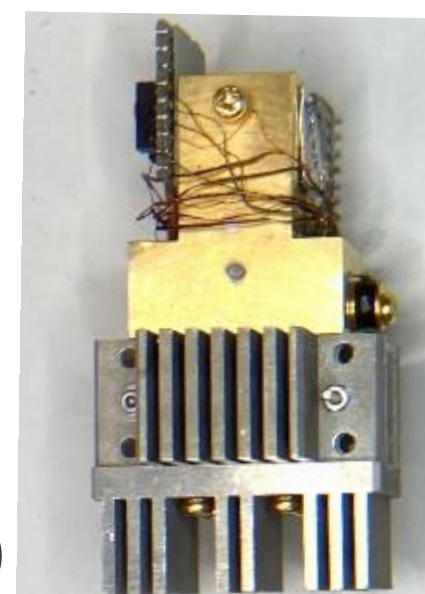
密閉セル
 $T = 3.1$ K
 $P_H = 7\%$



穴あきセル
 $T = 2.6-2.8$ K
 $P_H = 9-11\%$

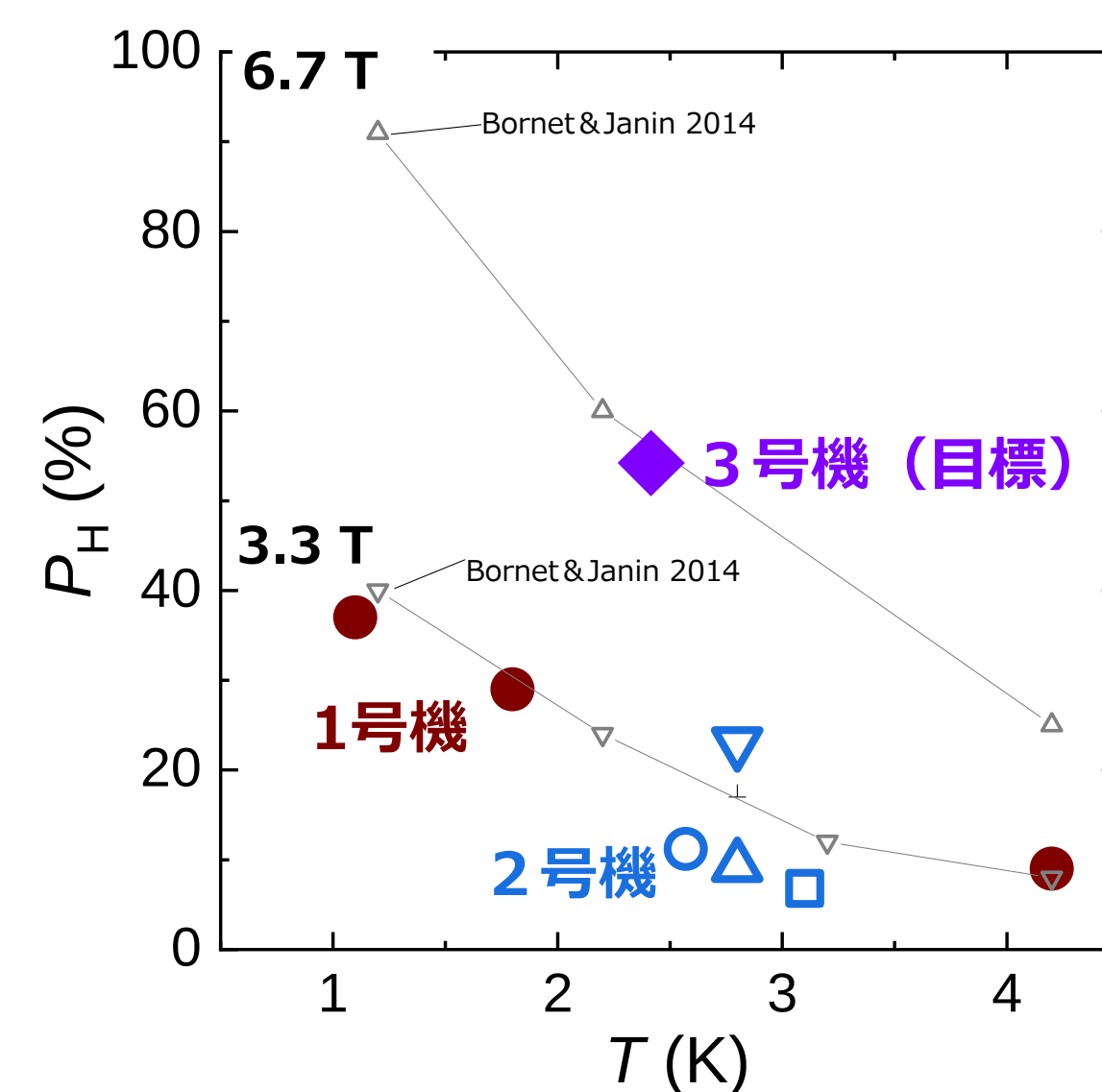
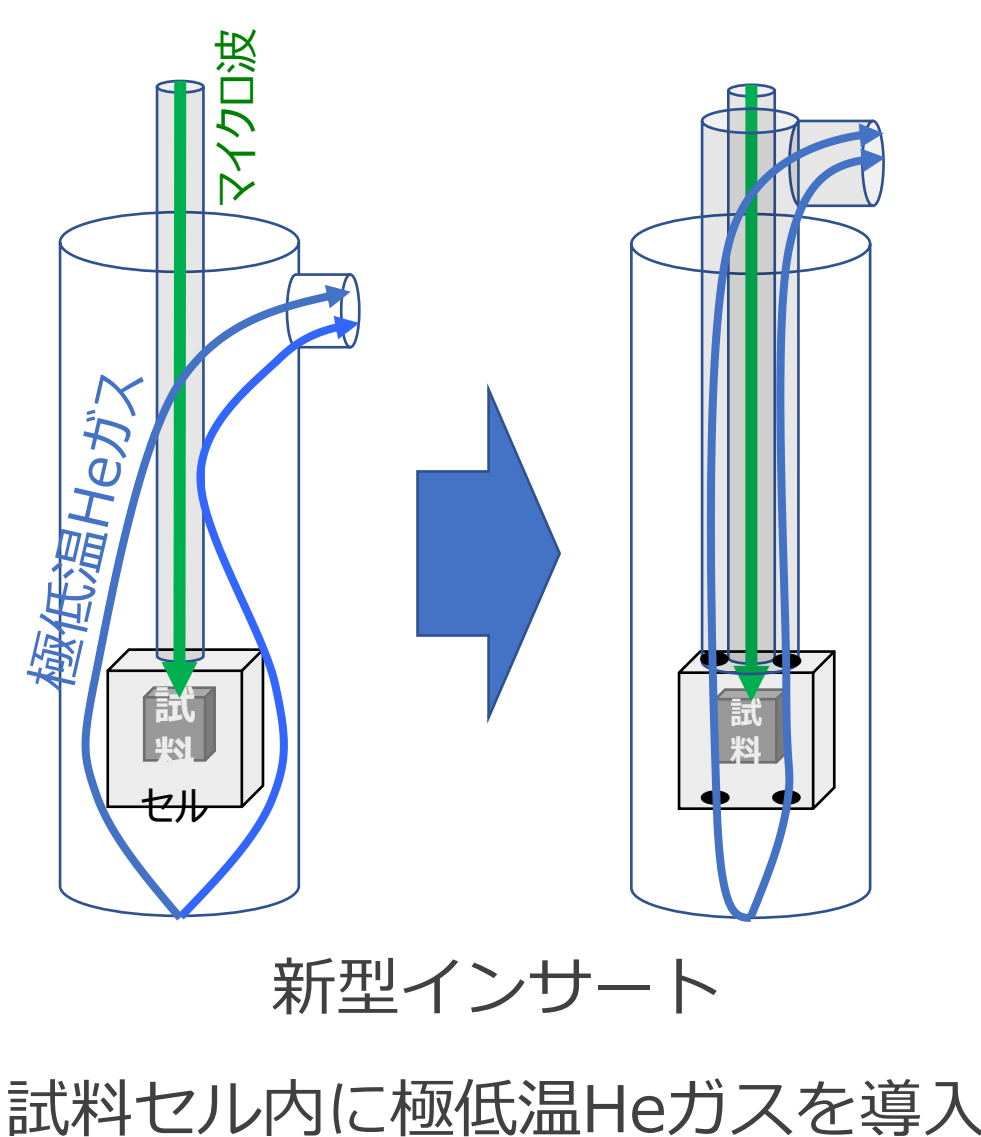


放熱板付きセル
 $T = 2.8$ K
 $P_H = 23\%$
(反射率実験用)



冷却能力が足りず到達偏極度が低い → マイクロ波の熱入力を限られた極低温Heガスで効率よく冷やすことが大事

3号機 (He-free) 6.7 T, 188 GHz (開発中) 高磁場化により冷却能力の低さをカバーして高い偏極度を実現する



これからの展望と戦略

「どう使ってよいかわからない」 → **好研究例の輩出**

「私の試料も測れないか？」 → **偏極性能の向上**

「僕も、私も」 → **無冷媒化によるユーザビリティ向上**

スピンコントラスト変調法をJRR-3, J-PARC MLF中性子施設における一般的な構造解析技術として確立する