

「何ができる?どこがすごい?」～各装置の紹介～

茨城県材料構造解析装置 iMATERIA

石垣 徹*

1. iMATERIA で何ができる?

本装置は基本的には粉末回折装置であり、粉末を初めとする材料の結晶構造に関する情報を得るための装置である。

iMATERIA では、種々の測定と広い d 領域の測定を目標とするため、背面散乱検出器(高分解能)バンク、90度検出器(特殊環境)バンク、低角検出器バンク、小角検出器バンクの4つの検出器バンクを設置している(図1)。通常、背面バンクでは、 $0.18 < d(\text{\AA}) < 2.5$ の範囲が測定可能で、このときの平均分解能は $\Delta d/d = 0.16\%$ (設計値)となる。また残りのバンクを利用する事により、分解能が変化しながら $2.5 < d(\text{\AA}) < 400$ の範囲が測定可能である。 d の大きな領域を測定するためには、Wide- d モードが用意されており、 $0.18 < d(\text{\AA}) < 5.0$ の範囲が $\Delta d/d = 0.16\%$ (設計値)の分解能で測定可能で、 $0.18 < d(\text{\AA}) < 800$ の範囲がカバーされる。このモードは単位格子の大きな物質の測定や磁気構造解析・ナノ構造解析に、有効になるものと考えられる。ただし、この場合には発生した中性子パルス全てを利用することはできず、1パルスおきの測定になるため、強度は標準モードの半分となる。 T_0 チョッパーが設置された際には、この回転数を 50 Hz に増加させることにより、背面バンクにおいて $d_{\min} = 0.09 \text{\AA}$ ($Q_{\max} < 70 \text{\AA}^{-1}$)までの領域の測定が可能になる予定である(High- Q モード)。このモードは結晶質試料の局所構造解析(PDF解析)を行うために、非常に効果的なものとなるはずである。

試料は通常 6 mm ϕ もしくは 10 mm ϕ の円筒バナジウム容器に封入して測定する。中性子ビーム高さは通常 20 mm であるため、中性子ビームを有効利用するためには、試料高さはそれ以上が望ましいが、少量の試料でも測定は可能である。ただし、試料が少なくなる分、測定時間は長くなる。現時点では試料交換機構を用いた室温測定のみ実施可能であるが、標準的な試料環境(温度(低温・高温)・高圧・磁場・化学反応セル)を数年かけて順次整備する予定であり、ユーザーは必要に応じて、それらを利用する事が可能となる。また、特殊な測定環境が必要な場合、ユーザーが製作した試料環境セル等を持ち込んでの測定も可能である。ただし、真空槽中に設置する事になるため、その大きさ等については、担

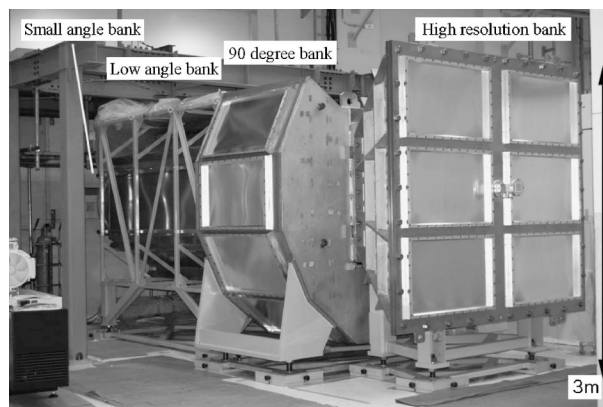


図1 iMATERIA. 右から高分解能バンク、特殊環境バンク(90度バンク)、低角バンクとなっている。小角バンクは、低角バンクの左後ろ側、真空槽で隠れている後ろ側に設置される。

当者に事前に相談いただきたい。

2. iMATERIA はどこがすごい?

シミュレーションにより見積もられている強度は、1 MW 時、 3.5\AA 付近で KENS の Sirius の約100倍であることから、リートベルト解析を行うための標準的な強度のデータを測定するために必要な測定時間は、実験室 X 線回折装置で用いられる数 100 mg の試料量で、10分程度と考えられている。それゆえ、材料研究者・技術者は、材料開発プロセスにおいて、中性子回折実験を化学分析と同じような手軽さで行う事が可能となるはずである。当面は 20 kW での運転となっているため、数 g の試料を用いた標準的な測定時間は1時間程度となっている。

試料は真空槽中に設置される。測定時間の短縮化により、試料交換や真空操作によるロスタイムがビームの利用率を左右することになるため、これを極力減少させる目的で試料搬送・交換機構を用意している。これにより試料を遮蔽体外部の保管庫にセットすれば、真空槽中の試料位置に順次搬送し、測定後保管庫まで自動で搬出することができる。室温の測定だけが連続する場合、この試料搬送・交換機構を用い

* 茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター; 教授(〒319-1106 茨城県那珂郡東海村白方白根 162-1 いばらき量子ビームセンター内)

IBARAKI Materials Design Diffractometer, iMATERIA; Toru Ishigaki(Ibaraki University, Tokai, Ibaraki)

Keywords: neutron diffraction, powder diffractometer, crystal structure analysis, rietveld analysis, industrial application

2009年3月24日受理

ば、ビームを止める事なくほぼ連続して測定を継続することが可能となる。

また、測定されたデータを解析するソフトウェア群についても準備が進んでおり、複数の粉末構造解析ソフトウェア、結晶構造データベース、可視化ソフトウェアを結合させた、解析ソフトウェアパッケージ(Z-code)は、材料の構造研究に非常に有効なものとなるはずである。現在、リートベルト解析プログラム(Z-rietveld)・可視化ソフトウェア(Z-ATOM)等のコード化が進行中で、iMATERIA のユーザー利用に合わせて公開される。

iMATERIA では通常の粉末回折装置に加えて、小角検出器を設置している事により、構造解析と同時に、ナノ構造の情報を合わせて測定する事も可能である。また、high-Qモードの測定では、結晶質試料の局所構造解析(PDF解析)も可能となる。さらに、広い検出器空間を利用した集合組織の観察も材料の研究には有効であり、今後のソフトウェア等の整備が期待されている。

図2に装置調整中にiMATERIAで測定されたSi粉末の回折図形を示す。挿入図に(311)反射の拡大図にSiriusのパターンを重ねて示している。Siriusに比べて、ピーク形状が

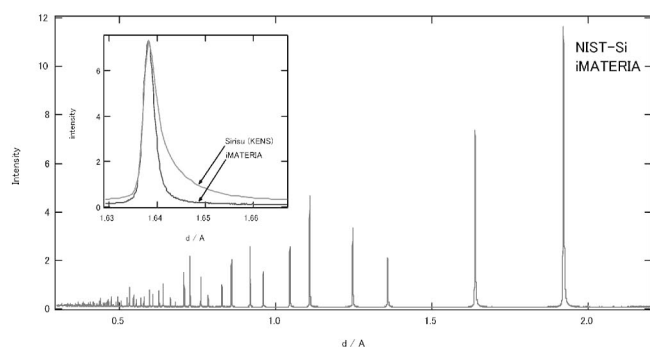


図2 iMATERIAにより測定されたSi粉末の中性子回折図形。挿入図にはiMATERIAとSiriusの比較を示している。

対称的であり、Siriusに比べてバックグラウンドも低くなっている。

本装置の特徴をこれまでの粉末回折装置と比較すると表1のようになる。

3. iMATERIA を活用するために

iMATERIAは2008年のビーム供用開始時から稼働を開始している。利用に関しては、茨城県の公募(産業利用)およびJ-PARCの公募(学術利用および産業利用)が年2回実施されている。本装置は、茨城県が中性子の産業利用を推進する目的で設置した装置であり、ビームタイムの約80%は茨城県を通じた、産業利用目的の公募に供されることになっている。茨城県の産業利用に関しては、コーディネータ(担当: 森井)が設置されているので、こちらに問い合わせを願いたい⁽¹⁾。J-PARCセンターの利用に関してはJ-PARCセンターユーザーズオフィスに連絡いただきたい⁽²⁾。装置に関して知りたい事が有れば、装置担当者にお問い合わせいただいてもかまいません。また、茨城県中性子利用促進研究会や中性子産業利用推進協議会に粉末回折・材料研究などをテーマとする研究会が設けられている⁽³⁾。これら研究会では中性子回折の基礎から最新情報、J-PARCの状況等についての情報が得られる。これらを利用してiMATERIAの利用が広がる事を期待している。

文 献

- (1) 茨城県中性子ビームラインの産業利用ホームページ <http://www.sf21-ibaraki.jp/>: 茨城県への利用申請はこちらから、装置の性能等も示されている。
- (2) J-PARC物質生命実験施設ホームページ <http://j-parc.jp/Mat-Life/ja/index.html>: J-PARCへの利用申請はこちらから、J-PARCの各装置の性能等も示されている。
- (3) 各研究会の開催予定など最新の情報は <http://www.sf21-ibaraki.jp/>に示されている。

表1 iMATERIA何ができる? どこがすごい?

	KENS Sirius	J-PARC iMATERIA
測定対象	弾性散乱	弾性散乱
測定領域	0.2Å < d < 3.5Å	0.09Å < d < 800Å
分解能	Δd/d = 0.1% (最高)	Δd/d = 0.16% (設計値)
中性子波長(またはエネルギー)およびフラックス	0.4Å < λ < 4.9Å	0.2Å < λ < 5Å 0.4Å < λ < 10Å (Wide-d mode)
得られる情報	結晶構造, 局所構造	結晶構造, ナノ構造, 局所構造, 結晶 PDF
対象研究分野	無機材料, 金属材料, 有機材料	構造科学・構造物性(無機物質, 金属, 低分子有機化合物)
試料サイズ	6 mmφ / 10 mmφ * 40 mm	6 mmφ / 10 mmφ * 20 mm
特殊環境	低温(最低 4 K), 高温(1000 K), 引っ張り試験機, 高圧セル	低温・高温・磁場・応力等を順次整備
測定時間	標準 4 時間程度	標準 1 時間(2009 年度) 標準 5-10 分程度(1 MW 時)
装置特徴	高分解能粉末回折装置 種々の試料環境	高能率中性子回折装置 試料交換搬送機構を備える。 短時間測定 低角バンク・小角バンクを備える。
装置運用状況	運転終了	供用中
J-PARC 関連装置		S-HRPD, NOVA, 匠, 大観