

令和元年度ソフトマター中性子散乱研究会
(第2回 iMATERIA 研究会 合同開催)

開催日：令和元年 8 月 21 日 (水) 10:15~16:55

場所：エッサム神田ホール 1 号館 401 号

〒101-0045 東京都千代田区神田鍛冶町 3-2-2

TEL 03-3254-8787

<http://www.essam.co.jp/hall/access/>

主催：中性子産業利用推進協議会

茨城県中性子利用研究会

共催：J-PARC MLF 利用者懇談会

協賛：総合科学研究機構(CROSS)中性子科学センター

参加費：10,000円

中性子産業利用推進協議会の会員企業の皆様と大学、研究機関の方は無料です。参加費は当日徴収させていただきます。なお、当日講演資料をUSBメモリで配付しますので、PCをご持参いただければ会場でご覧になることができます。

※ 協議会の会員企業・団体については下記 URL をご参照ください。

<http://www.j-neutron.com/participation/>

テーマ：動的核スピン偏極中性子小角散乱 (DNP-SANS) の現状と展開

—J-PARC MLF: iMATERIA 装置への誘い—

趣旨

中性子小角散乱法は、サブミクロンからナノスケールの物質の構造を解析する手法として、学术界はもちろん産業界においても活用されている。これまでは、重水等の同位体を用いたコントラスト変調中性子小角散乱法 (CV-SANS) が盛んに利用されてきた。多成分系の構造を詳細に解析する手法としてソフトマター分野で非常に有用である。一方、J-PARC MLFに設置されている茨城県中性子構造解析装置 iMATERIAでは、同位体置換法を用いることなくコントラスト変調を行う新手法として「動的核スピン偏極法」(DNP)を開発してきた。このたび、7テスラの世界最高レベルの超電導マグネットを用いてSBRゴムについて、プロトン偏極度(90%)を達成した。この手法は「製品そのもの」が分析できる手法として期待が大きい。本研究会では、DNP-SANSの開発経緯から、完成した技術の詳細までを紹介し、今後の利用体制に関して提案を行う。

プログラム

10:15~10:20 開会挨拶 研究会主査 小泉 智 (茨城大学)

<iMATERIA SANS の現状と同位体 (重水素) 置換法>

10:20~11:00 iMATERIA 装置における小角散乱と成果 (同位体置換法)

小泉 智 (茨城大学)

茨城県中性子構造解析装置 iMATERIA の装置性能の現状と、重水を用いたコントラスト変調中性子小角散乱 (CV-SANS) として、固体高分子形燃料電池の触媒層の構造解析の事例を報告する。触媒層の構造解析において、走査型電子顕微鏡と反射率法の併用が有効であることを述べる。

11:00～11:30 合成ゴムの架橋構造の解析

岸本 瑞樹、三田一樹 (三井化学)

架橋ポリオレフィンには、様々な産業材用途で使用されており、その機械物性や成形性を制御するには、結晶・架橋構造の精密な制御が必要不可欠である。中性子散乱法の活用により、結晶・架橋構造共存系の構造解析を試みた結果を中心に最近の中性子線に関する取り組みについて報告する。

11:30～12:00 重水素化溶媒膨潤法 CV-SANS による機能性有機薄膜の構造解析

松井 高史 (富士フィルム)

電子デバイス、ディスプレイ、磁気テープ、刷版など、様々な商品分野で利用される機能性有機薄膜、有機無機複合膜に共通する課題として、膜の耐久性向上が挙げられる。ポリイミド膜は、イミド鎖間で芳香環部が会合するイミドスタックを形成することにより、高い膜強度と耐溶剤性を示すが、高温 (>70°C) で DMSO (ジメチルスルホキシド) などに浸すと含有成分が溶け出し膜減りする。溶剤浸漬による膜中の構造変化を調べたいが、DMSO で膨潤させたポリイミド膜を SAXS で観測すると、硫黄を含む DMSO の吸収が強く、膜の散乱構造を見ることができない。一方、重水素化溶媒で膨潤させた膜を中性子小角散乱 (SANS) で観測すれば、膜の散乱を観測することができる。しかし、イミドスタックによる散乱の影響が強く、溶剤浸漬を受ける非スタック部の構造を解析することが困難であった。そこで、重水素化溶媒の比率を変えた数種類の DMSO/DMSO-d6 混合溶媒で、ポリイミド膜を膨潤させ、コントラスト変調 (CV) SANS 測定を行い、部分散乱関数分解を行うことで、イミドスタックとそれ以外の散乱を分離し、溶剤浸漬を受けやすい脆弱部の構造解析を行うことを試みた。iMATERIA にて実施したポリイミド膜の重水素化溶媒膨潤法 CV-SANS 解析のこれまでの成果について報告する。

12:00～13:00 休憩 (昼食)

<招待講演>

13:00～13:50 小型中性子源 RANS と SANS 産業利用への期待

大竹淑恵 (理研)

「いつでも、どこでも中性子線利用」を目指し理化学研究所では、「現場で非破壊観察や評価、分析に利用できる」小型中性子源システムによる計測装置開発やシステム高度化などを進めている。非破壊イメージングや、金属組織分析評価を目的とした中性子回折法による鉄鋼材料集合組織、相分率計測また、即発 γ 線分析や放射化分析などの定量分析の精度を上げつつ、ニーズに応える線源と計測技術、分析解析が進んでいる。2019 年度はいよいよものづくり現場へ普及可能な RANS-II も稼働開始や、RANS における J-PARC センターとの協力連携による高輝度冷中性子源開発、茨城大学開発の小角散乱装置によるさらなる産業利用などへの展開が期待されている。最新の RANS について紹介する。

<iMATERIA DNP-SANS の現状と期待>

13:50～14:30 iMATERIA における DNP-SANS の開発と性能

能田 洋平 (茨城大学)

iMATERIA 用の動的核スピン偏極装置の開発を進めてきた。磁場を 7T とすることで従来機 (3.5T) を大幅に上回る核スピン偏極度を達成可能である。既に、標準試料 TEMPO 含有ポリスチレンキャスト膜を対象に水素核スピン偏極 84% を達成しており、これは 3.5T における実績最大値の約 2 倍である。昨年度には、偏極スーパーミラー導入による中性子ビーム偏極化といったビームライン側の整備を経て、ブロックポリマーやシリカ充填ゴムを対象とした高偏極 DNP-SANS 実験に成功し、ユーザー利用プログラムを展開する準備が整った。幅広いコントラスト変化幅によって広がる実験の可能性、ラジカルドーピング法における新しいアプローチについても述べる。

14:30~15:00 ラジカル内在ジブロックポリマーと動的核スピン偏極法への期待

山本 勝宏 (名古屋工業大学)

高分子ブロック共重合体 (異種高分子が化学結合で連結) が形成するマイクロ相分離構造の特徴的サイズは、分子のサイズスケールであるナノメートルオーダーであるため、小角散乱法と相性が良い。二成分高分子系のブロック共重合体では X 線散乱法による研究が主であり、多成分混合系になると重水素化物を用いた小角中性子散乱法が有利となる。重水素化物の利用は、重水素化物を合成するコストと利用できる高分子が限られてしまうことがあり、動的核スピン偏極法(DNP)の利用には、重水素化が難しい高分子への展開に期待が持てる。動的核スピン偏極法には系内に電子スピンを添加する必要がある。通常、単なるブレンドでの導入が試みられるが、我々は高分子の側鎖に直接結合させた高分子を合成し、そのブロック共重合体を用いた系について調整している。実験は準備段階ではあるが、DNP-SANS での期待をお話する。

15:00~15:20 休憩

15:20~15:50 タイヤ用ゴムの内部構造解析に向けた DNP-SANS 法の応用

増井 友美、岸本浩通 (住友ゴム)

ゴム材料はポリマーを主成分とし、シリカやカーボンブラックなどのフィラー、その他にも多くの添加剤が入った非常に複雑な内部構造をしている。散乱手法はナノからサブマイクロメートルスケールの平均構造情報を定量的に得るのに有効な手法であるが、元素選択性がないため、添加物を除いたモデル系での実験が多く、実材料そのものの解析は困難であった。一方、動的核スピン偏極・小角中性子散乱法 (DNP-SANS) は、水素核スピンの偏極により中性子の散乱能を変調させることができる。このため、水素を多く含むポリマーのコントラストを変えることで実材料に近い配合でも詳細な構造解析が可能となる。本発表では、ゴム材料に DNP-SANS 法を応用した例および今後の期待について報告する。

15:50~16:20 タンパク質結晶解析への DNP の応用と

iMATERIA DNP-SANS への期待

新村 信雄、田中 伊知朗 (茨城大学)

タンパク質の酵素反応やDNAの情報伝達等の原子レベルでの機能解明は生命科学の中心課題の一つである。そこで重要な素過程はプロトン移動であり、水分子、アミノ酸残基や核酸の水素原子のプロトネーション構造解析が必須となる。このために大きな寄与が出来るのが中性子結晶解析 (Neutron Protein Crystallography : NPC) である。NPCの基本的原理はX線結晶解析 (XPC) でありXPCの生命科学への寄与は計り知れないくらい大きい。XPCの技術発展の過程を振り返るといくつかの大きなハードルを何度も超えながら今日まで目覚ましい発展を遂げて来たが、現在、クライオ電顕の出現で大きな岐路に立たされている。これまでのNPCはXPCに刺激を受けて発展してきたことは事実である。それならばNPCも同じ運命をたどるのか。答えは否であるが、NPCの抱える課題は2つある。一つは大型良質結晶育成と水素原子からの

非干渉性散乱である。前者は今回のテーマでは無いので割愛する。後者の問題解決になると期待されるのが今回のテーマである動的水素原子核偏極 (Dynamic Nuclear Polarization : DNP) である。研究会では、DNPがNPCに如何に寄与できるかと、そのための準備実験を開始しているので、そこでの結果を紹介する。

16:20～16:50 今後の展開－DNP-SANS 利用フォーラムの提案

小泉 智 (茨城大学)

iMATERIA 装置では、今年度下期より DNP-SANS の課題募集を行う計画である。試料準備や実験の手順に関して提案を行う。

16:50～16:55 閉会挨拶&お知らせ

峯村 哲郎 (茨城県)

☆ 交流会 : 17:15～19:15

神田駅近くの「ワインホール 130」で交流会を開催します。参加費は 4,000 円です。講演者と参加者のざっくばらんな意見の交換の場になりますので、是非ご参加下さい。参加希望者は 8 月 16 日 (金) までに、研究会参加申込みとともに登録下さるようお願い致します。参加費は当日いただきます。なお、当日キャンセルされた場合にも参加費をいただきますのでご了承下さい。

【参加申込み】

参加を希望される方は、下記の申込フォームからお申し込みください。

<https://docs.google.com/forms/d/e/1FAIpQLSeI8M9XJ69sIdU9-YzihoCJe-kCTstZZynBXWTOhRVWNQdHFg/viewform>

入力いただいたメールアドレスにお申込み確認のメールが自動的に送信されます。返信がご確認いただけない場合は、メールにてお申し込みください。

メール申込み先 : 中性子産業利用推進協議会 事務局 大内 薫

E-mail: info@j-neutron.com

(1)名前、(2)所属、(3)連絡先(電話番号, E-mail address)、(4)交流会への参加の有無(領収書を発行します)をご記入の上、メールにてお申し込みください。取りまとめの都合上、できるだけ8月16日 (金) までにご連絡をお願い致します。

<会場へのアクセス>

<貸し会議室>エッサム神田ホール 1号館
東京都千代田区神田鍛冶町 3-2-2
JR 神田駅北口徒歩 1分
東京メトロ銀座線神田駅 3 出口前
<http://www.essam.co.jp/hall/access/>



<交流会開催場所のご案内>

会費：4,000 円
時間：17:15～19:15
会場：ワインホール 130
(右下の案内図をご参照ください)
<http://tabelog.com/tokyo/A1310/A131002/13144314/>
東京都千代田区内神田 3-18-8 ナルミビル 4F
TEL: 03-5295-2525

