

# TOF-MIEZE スピンエコー法のデータ解析

## Data analysis of TOF-MIEZE spin echo method

小田達郎<sup>1</sup>, 日野正裕<sup>1</sup>, 遠藤仁<sup>2</sup>, 大下英敏<sup>2</sup>, 瀬谷智洋<sup>2</sup>

1 京大原子炉, 2 KEK 物構研

J-PARC MLF BL06 には, Modulated intensity by zero effort (MIEZE) および Neutron resonance spin echo (NRSE) と呼ばれる 2 種類の共鳴型中性子スピンエコー分光器がある. 共鳴型スピンエコー法では, 高周波磁場による磁気共鳴を利用して中性子のスピン状態を反転させるとともにエネルギー差のある重ね合わせ状態をつくる. それぞれの重ね合わせ状態間の位相差をスピン偏極度の変化として検出することで, 中性子の速度変化を検出し, 試料の中間散乱関数を得ることができる. パルス中性子源における飛行時間法と組み合わせた MIEZE (TOF-MIEZE) 型スピンエコー法では, もとの TOF スペクトルに正弦振動が乗ったエコーシグナルが得られる. 試料で準弾性散乱が起こった場合のシグナルのコントラストの減少が中間散乱関数に対応する.

TOF-MIEZE 法では, 従来のスピンエコー法と異なり, エコーシグナルが時間を変数として変化し, TOF スペクトルの中に多くの波の周期(数 100~10000 程度)が含まれる. また, 従来のスピンエコー法では足し合わされていた中性子のカウント数が多数の細かい時間ビンに分割されるので, 個別の正弦波に含まれるカウント数は少なくなり, 1 周期から数周期のシグナルに対して正弦波をフィッティングする単純なデータ解析が有効でない可能性がある. そこで, 我々は TOF-MIEZE シグナルに対してフーリエ変換を施した振動数スペクトルから得られる振幅の大きさの情報から, コントラストを計算するデータ解析法を考えている. パルス中性子ビームを用いた TOF-MIEZE 中性子スピンエコー法のための効率的なデータ解析法について議論する.

# 白色中性子ホログラフィーによる $RB_6$ (R:希土類)の 局所構造観測

## Observation of local structures of rare earth hexaborides by white neutron holography

上地昇一<sup>1</sup>、金澤雄輝<sup>1</sup>、福本陽平<sup>2</sup>、B. Paulus<sup>3</sup>、M. Lederar<sup>5</sup>、大山研司<sup>2</sup>、  
八方直久<sup>4</sup>、林好一<sup>5</sup>、木村耕治<sup>5</sup>、細川伸也<sup>3</sup>、波田拓馬<sup>4</sup>、原田正英<sup>6</sup>、  
及川健一<sup>6</sup>、稲村泰弘<sup>6</sup>、松浦航<sup>2</sup>、伊賀文俊<sup>2</sup>

1 茨城大工、2 茨城大院理工、3 熊本大院先端、4 広島市大院情報、  
5 名工大院工、6 J-PARC センター

物質科学では多くの場合、異種元素をドーピングすることで物性を発現、制御している。これは、ドーパント周りの構造の変化が、物性に影響を与えている事を意味している。したがって、ドーパント周りの構造(局所構造)を理解することは、物性現象の解明や、機能性材料の開発の効率化につながるため重要である。近年、局所構造の観測法としてX線・光電子を用いた原子分解能ホログラフィーが開発され、3次元の局所構造を約  $20\text{\AA}$  の範囲で観測することが可能となった。しかし、軽元素を含む材料には適用が困難である。そこで我々は、軽元素に対する感度が高い中性子を用いた原子分解能ホログラフィーをJ-PARC BL10において開発し、すでにEuドーピング  $\text{CaF}_2$  での局所構造観測に成功している[1]。この成功を受け、白色中性子ホログラフィーのより広い分野への応用を目指し開発を進めている。

本研究では強相関電子系  $RB_6$  (R:希土類)に注目し、Sm を 2%ドーピングした  $\text{La}^{11}\text{B}_6$ 、 $\text{Yb}^{11}\text{B}_6$  を用いて、Sm 周りの局所構造観測、および軽元素であり中性子の吸収体でもある B の局所構造観測を目的として白色中性子ホログラフィー実験を行った。図1はSmから見たSmを含む(100)面の原子像である。予測されるLa位置(図中○)と原子像は一致しており、Sm周りの局所構造観測に成功している。また、 $^{11}\text{B}$  の観測にも成功した。したがって、白色中性子ホログラフィーは希土類ホウ化物研究にも有効であり、強相関電子系に対して、局所構造理解の視点からの研究が期待できる。

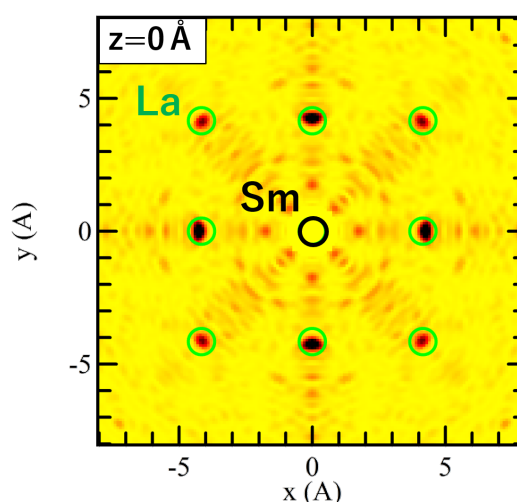


図1 Laを含む(100)面でのSm周りの原子像

[1] K. Hayashi et al. Sci. Adv. 3, e1700294 (2017).

# 中性子ホログラフィーによる B ドープ Si の局所構造の観測

## Local structure investigations of B doped Si by neutron atomic-resolution holography

金澤雄輝<sup>1</sup>、福本陽平<sup>2</sup>、上地昇一<sup>1</sup>、大山研司<sup>2</sup>、M. Lederer<sup>3</sup>、八方直久<sup>4</sup>、  
林好一<sup>3</sup>、木村耕治<sup>3</sup>、細川伸也<sup>5</sup>、波田拓馬<sup>4</sup>、原田正英<sup>6</sup>、及川健一<sup>6</sup>、  
稲村泰弘<sup>6</sup>、筒井一生<sup>7</sup>

1 茨城大工、2 茨城大院理工、3 名工大院工、4 広島市大院情報、  
5 熊本大院先端、6 J-PARC センター、7 東工大未来研

機能性材料の多くは、異種元素の添加により機能を発現させる。その典型的な例が B ドープ Si である。そのような材料では、添加元素(ドーパント)周辺の構造の変化(局所構造)が機能性にとって重要である。しかし、局所構造は並進対称性を持たないため通常の回折法では観測できない。この点、原子分解能ホログラフィーは、ドーパントまわりの局所構造を 20 Å の広い領域で 3 次元的に観測できるため、局所構造観測に最適である。単色ビームでのホログラフィーは原理的に虚像が再生されてしまう問題があるが[1]、虚像は多波長による測定で得られる複数のホログラムを用いることで、減衰させることができる。J-PARC での白色中性子ホログラフィー測定は TOF 法により一度の測定で 130 枚のホログラムを得ることが可能である。これは X 線や光電子ホログラフィーよりも鮮明な原子像が得られる可能性を示唆している。そこで、我々はこの利点を生かし、J-PARC BL10 において白色中性子ホログラフィーの開発を進めている。本研究では 0.13 at% B ドープの Si 単結晶の測定を行った。図 1 は B を中心に置いた時の (100)面の原子像であり、予想される Si 位置に○を示した。図 1 より像は予想される Si 位置に再生されていることがわかる。これはドーパされた B は Si と置換していることを意味する。本発表では実験の原理と最近の B ドープ Si の成果について詳しく報告する。

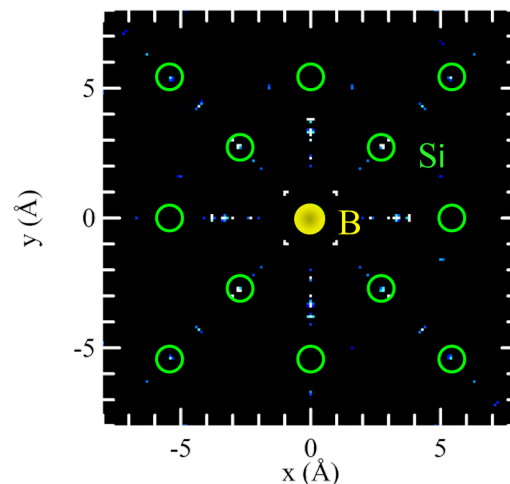


図1 Bを含んだ(100)面の原子像  
○は予想される Si 位置

[1] K. Hayashi et al., J. Phys.: Condens. Matter, 24 (2012) 9320.

# MLF 実験データ表示ソフトウェア「夕顔」 uGao, reconstruction of MLF plotter package

伊藤崇芳<sup>1</sup>、稲村泰弘<sup>2</sup>

1 CROSS 中性子科学センター、2 JAEA J-PARC センター、

MLF 中性子ビームラインで広く使われているデータ処理・解析用ソフトウェア群「空蝉」では、用途に応じたいくつかのデータ表示ソフトウェアを備えている。我々は最近、表 1 に記載した内容などを目的して「夕顔」と名付けたデータソフトウェアパッケージとしてこれらのソフトウェアの再構成・高度化に取り組んでいる。まもなく、ビームラインでの本格的な利用を進める段階であり、この取り組みの現状と今後の予定を新しい 2 次元データ表示ソフトウェア M2PlotPlus (図 1) を中心に紹介する。

---

Python3 への対応  
GUI ツールの Qt への移行  
2 次元データ表示ソフトウェア統合  
データスライス、データ積分機能高度化

---

表 1 夕顔の目的

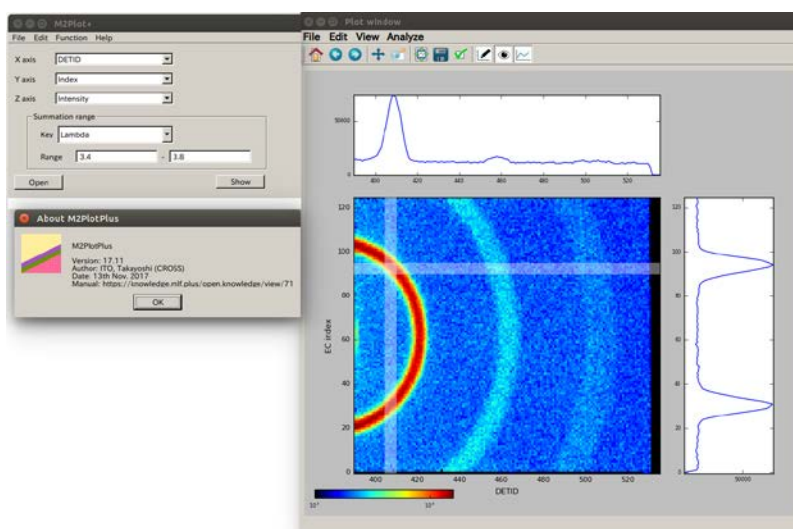


図 1 2 次元データ表示ソフトウェア M2PlotPlus

# $\gamma$ 線エネルギー解析を用いた白色中性子ホログラフィー での局所構造解析

## Investigations of Local Structures by White Neutron Holography with $\gamma$ -ray Energy Analysis

福本陽平<sup>1</sup>、上地昇一<sup>1</sup>、金澤雄輝<sup>1</sup>、大山研司<sup>1</sup>、林好一<sup>2</sup>、八方直久<sup>3</sup>  
波田拓馬<sup>3</sup>、木村耕治<sup>2</sup>、細川伸也<sup>4</sup>、原田正英<sup>5</sup>、及川健一<sup>5</sup>、稲村康弘<sup>5</sup>  
筒井一生<sup>6</sup>、B. Paulus<sup>4</sup>、M. Lederer<sup>2,7</sup>、P. Wellmann<sup>7</sup>

1 茨城大、2 名工大、3 広島市立大、4 熊本大、5 J-PARC センター  
6 東工大、7 Erlangen 大

シリコン半導体に代表されるように、多くの機能性材料の特性は添加されている微量不純物によって制御される。従って、不純物周りの構造(局所構造)変化が特性の発現において重要である。原子分解能ホログラフィーは局所構造の観測に優れている実験手法である。我々は、ホログラフィーにより軽元素の局所構造を観測するために、中性子ホログラフィーの開発を J-PARC の BL10 で行っており、既に Eu ドープ  $\text{CaF}_2$  の Eu 周りの局所構造の可視化に成功している[1]。

これまでの測定では、 $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (BGO)型  $\gamma$ 線検出器を用いているが、BGO 検出器はエネルギー分解能が低く、データには B 以外の信号も含まれている可能性がある。そこで、エネルギー分解能の高い Ge 型  $\gamma$ 線検出器を用いることで、BGO 検出器で得た原子像が確かに B から見たものであるかを確認した。図 1 は Ge 検出器での測定で得られた  $^{10}\text{B}$  を 0.26 at% 添加した Si 中の B 周りの原子像で、それぞれ B を含む(100)面(上図)と最隣接 Si 原子面(下図)で、Z は B を含む面からの距離である。P1、P2 の原子位置に像が確認できた。このことから、Si 中の B は Si と置換されていることが分かり、また BGO 検出器で得たデータが  $^{10}\text{B}$  からの信号であることが確認できた。一方で、P3 位置の原子像がずれており、この原因は現在検討中である。

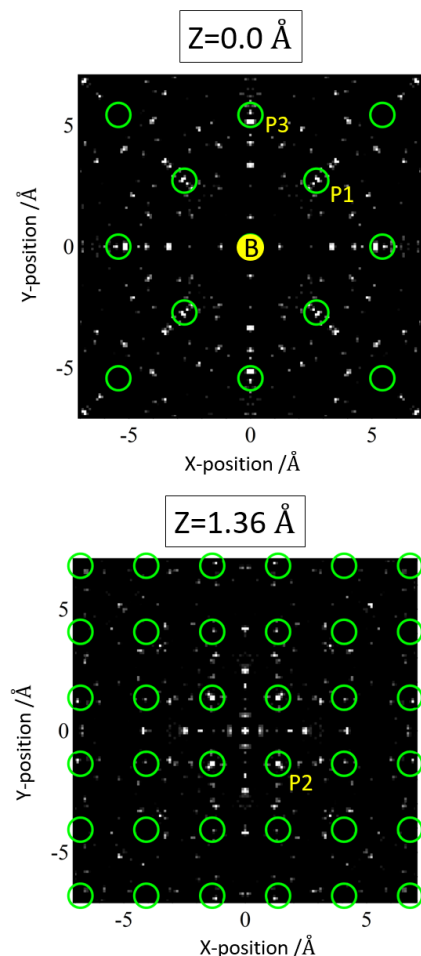


図 1  $^{10}\text{B}$  ドープ Si 中の B 周りの原子像。○は Si 原子位置。

[1] Hayashi et al, Sci. Adv. 3 (2017) e170029.

## 中性子小角・広角散乱装置(大観)の実験環境 Status of the small and wide angle neutron scattering instrument (TAIKAN)

森川利明<sup>1</sup>、高田慎一<sup>2</sup>、大石一城<sup>1</sup>、岩瀬裕希<sup>1</sup>、河村幸彦<sup>1</sup>、  
佐原雅恵<sup>1</sup>、鈴木淳市<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CROSS、<sup>2</sup>J-PARC Center

J-PARC MLF の中性子小角・広角散乱装置(大観)は広い  $q$  領域を測定できることから、ナノからミクロンスケールの特徴的な構造を持つ金属、磁性体、超伝導体、ソフトマター、生体高分子等の様々な試料の測定に利用されており、そのため実験環境へのユーザーの要望も多岐に渡っている。

そうした要望に応えるべく、大観では実験環境の整備、高度化を行ってきている。

大観の試料環境機器に関しては、2016 年度に導入したレオメータ(粘弾性測定装置:Anton-Paar社製 MCR302)の利用が増えてきており、レオロジー、コロイド分野での成果が創出されている。そして小型石英セルの導入や石英セルの直上流へのスリットの設置により、さらに高精度の実験が行えるようになった。また、高精度ガス/蒸気吸着量測定装置(MicrotracBEL 社製 BELSORP-max)のビームラインでの利用に向けた改造を進めている。試料交換機においては室温から約 100°Cまでの測定、in-situ 測定の要望が高いことから、高温制御環境の整備(制御システムの整備、ヒーター・試料温度の相関確認)を行った。

検出器に関しては、<sup>3</sup>He 検出器の増設を継続して行っているが、2017 年度は小角、中角、高角、背面の 4 つの <sup>3</sup>He 検出器バンクの内、高角バンクの <sup>3</sup>He 検出器の増設を行った。その結果、これまでよりも更に信頼性の高いデータが高効率に得られるようになった。

# 宇宙線 $\mu$ SR ラジオグラフィ法の開発 — 巨大建造物の化学的物物理的状态の診断 —

## Development of the Cosmic-Ray $\mu$ SR Radiography - Inspection of Chemical and Physical State of Large-Scale Architectures -

藤牧拓郎<sup>1</sup>, 永嶺謙忠<sup>2</sup>, 鳥養映子<sup>1</sup>, 白木一郎<sup>1</sup>, 斎藤成彦<sup>1</sup>, 三原基嗣<sup>3</sup>,  
下村浩一郎<sup>2,3</sup>, Amba Datt Pant<sup>2</sup>, 山梨大院<sup>1</sup>, KEK・IMSS<sup>2</sup>, 大阪大院<sup>3</sup>

2023 年までに、我が国の道路橋の 43% (17 万橋)、トンネルの 34% (3000 本) が建設後 50 年を超える。塩分を含む厳しい環境と激しい使用に曝された内部の鉄筋の腐食や応力緩和の診断法の開発は喫緊の課題である。

従来の宇宙線ミュオンラジオグラフィ(透過法、散乱法)は、鉄筋の腐食状態や応力状態には感度がほとんどない。我々は、宇宙線ミュオン中の  $\mu^+$  が 33% スピン偏極し、磁気プローブとしての能力を持つことに着目して、 $\mu^+$ SR 法による材料科学的なラジオグラフィの開発を行ってきた。宇宙線ミュオンには、 $\mu^+$  と  $\mu^-$  が 1.4:1 の比率で混合している。 $\mu^-$  は物質中で約 200 倍重い電子として振る舞い、核捕獲率の違いによる見かけの寿命から元素分析が可能である。

純鉄(試料 A; 純度 99.3%) の宇宙線ミュオン実験では、詳細解析の結果、回転周波数  $47.21 \pm 0.71$  MHz、緩和率  $8.7 \pm 4.6 \mu\text{s}^{-1}$  の回転を分離できた。

PSI の崩壊ミュオンを用いた同じ試料の実験により、回転周波数と緩和率が、誤差の範囲内で一致し、解析手法を含む宇宙線ミュオン実験の妥当性を検証することができた。市販の鉄筋及びプレストレストコンクリート用実用鉄鋼材料においても約 50 MHz の回転と、製造方法による緩和率の差異が観測された。

さらに、純鉄棒(純度 99.3%) に降伏応力を超えて引っ張り変形を加えた試料で、印加張力による周波数と緩和率の変化が確認できた。

塩水中の電気化学的加速腐食試験を施した鉄鋼棒では、XRD, FTIR, XPS により、塊となって析出する腐食生成物が赤金鉱 [ $\beta\text{-FeO}(\text{Cl}, \text{OH})$ ] の単一成分からなることを突き止めた。さらに、SQUID による磁化率、及び、 $\mu$ SR の温度変化から 80K 以下でスピングラス的なフラストレーションを持つことを見出した。形の残った腐食鉄鋼棒は、表面が錆びで覆われていても、腐食前の鉄鋼棒と同様の  $\mu$ SR 回転を示した。

これらの参照実験の結果は、宇宙線  $\mu$ SR ラジオグラフィが、巨大建造物中の鉄鋼棒の腐食状態と応力状態の検査に応用可能であることを強く示唆する。 $\mu^-$ SR でコンクリート中の鉄鋼の場所を特定し、 $\mu^+$ SR で鉄鋼の化学的物物理的状态を検出する 2 次元検出系の宇宙線ミュオン実験を進めている。

# MLF NOVA における Live Data Reduction の現状

## Status of Live Data Reduction for MLF NOVA

大下英敏<sup>1</sup>、大友季哉<sup>1</sup>、池田一貴<sup>1</sup>、本田孝志<sup>1</sup>、金子直勝<sup>1</sup>、  
 鈴谷賢太郎<sup>2</sup>、瀬谷智洋<sup>1</sup>、安芳次<sup>1</sup>、森山健太郎<sup>3</sup>、稲村泰弘<sup>2</sup>  
 1 KEK 物構研、2 原研 J-PARC センター、3 CROSS 東海

MLF にある高強度中性子全散乱装置 (NOVA) では、液体、ガラスなどの非晶質試料の構造解析が短時間でおこなえる。実験の効率化を図るため、我々は分散メッセージングのミドルウェアである redis (レディス) [1] を使用したオンライン解析システムを開発している。redis は計算機メモリ上にデータバッファ (redis server) を持つことができるため、計算機負荷が変動する状況においても高速且つ安定に動作することが期待される。我々はデータ処理として redis の出版／購読モデルを採用し、既存のデータ収集ソフトウェアである DAQ-MW [2] に組み込む改良をおこなった。DAQ-MW は複数の機能コンポーネントを組み合わせた DAQ システムを簡単に構築できる特長を持つ。図 1 に示すように、新しい DAQ システムでは、実験データと実験状況を出版するコンポーネント (Publisher と DaqInfoPublisher) が作成されている。redis server にストアされたデータは Subscriber プログラムによって購読 (取得) され、オンラインモニターを含む Live Data Reduction を実現する。本発表においては、MLF の NOVA における Live Data Reduction の現状について報告する。

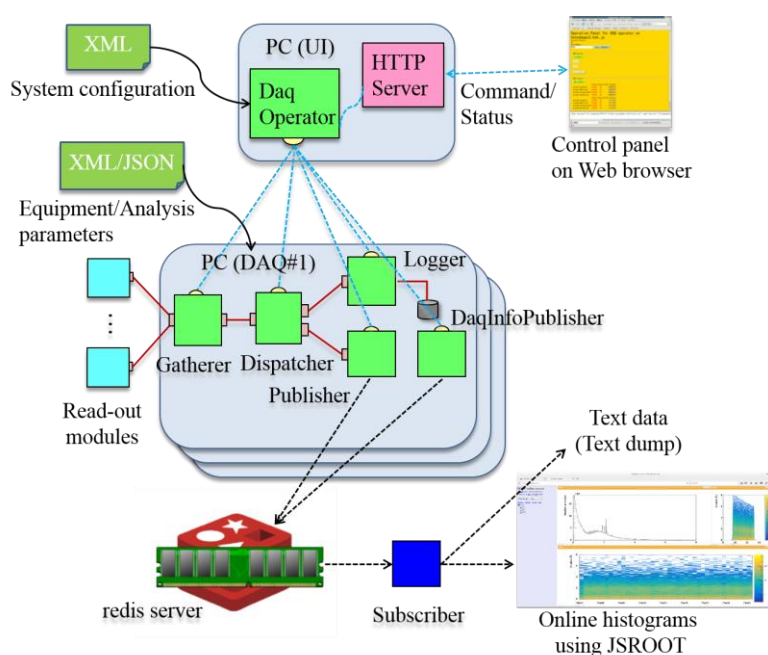


図 1 新しい DAQ システムの概念図

[1] Web site of redis, <http://redis.io>.

[2] K. Nakayoshi, et al., Nucl. Instr. and Meth. A **623** (2010) 537–539.



# X線吸収スペクトルの次元削減による データ可視化および物理量推定

## Data Visualization and Estimation of Physical Parameters using Dimensional Reduction of X-Ray Absorption Spectra

鈴木雄太<sup>1,3</sup>、日野英逸<sup>2</sup>、小嗣真人<sup>1</sup>、小野寛太<sup>3</sup>

(1. 理科大、2. 筑波大、3. 高エネ研)

マテリアルズインフォマティクス (MI) の発展に伴い、材料創製および機能解析の効率化が進んでいる。測定の高スループット化が進む一方で、測定データの解析は人手に依る部分も多く、しばしば材料開発の時間的ボトルネックとなる。X線吸収スペクトル (XAS) は材料解析に広く使われているが、熟練した研究者が多数のスペクトルを見比べて解析を進めることが多く、物理量の抽出には労力と時間を要していた。

そこで我々は、似た物理量に対応するスペクトル形状は似ているという仮定のもと、多次元尺度構成法 (Multi-Dimensional Scaling<sup>1</sup>) によってスペクトル同士の類似性を2次元で可視化することを試みた。これにより、内包する物理量に応じてスペクトルが分離することが期待される。本研究では、スペクトル同士の類似性尺度の検討と次元削減を組み合わせることにより、測定したスペクトルが含む物理量をデータの類似性から推定する方法論を提案する。

Mn の X線吸収スペクトルを例として、価数 (+2~+4)、対称性 (Td, Oh)、結晶場パラメータ 10Dq (0~2.5 eV) を変えて XAS を計算した。MDS により次元削減を行い、これらのスペクトルの類似性を2次元で表現したところ、価数や対称性、10Dq の値に応じて明瞭にスペクトルが分離していることがわかった (図1)。これにより、測定したスペクトルがこの図のどこに位置するかを計算することで、人間の主観によるスペクトルの比較を必要とせず、物理量を推定することが可能であることが示唆された。この方法論は任意のデータに適用できるため、今後、量子ビーム実験の発展に寄与すると期待される。

1. Borg, I. & Groenen, P.

*Modern multidimensional scaling : theory and applications.* (Springer-Verlag New York, 1997).

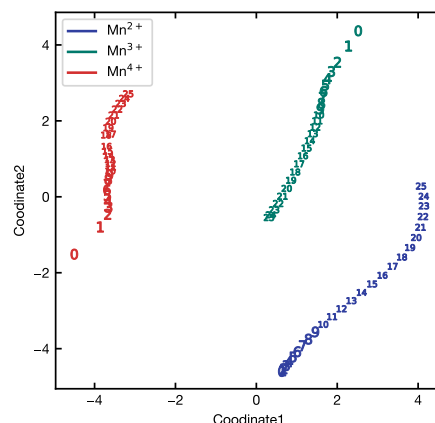


図1 Mn の XAS を MDS で次元削減した結果

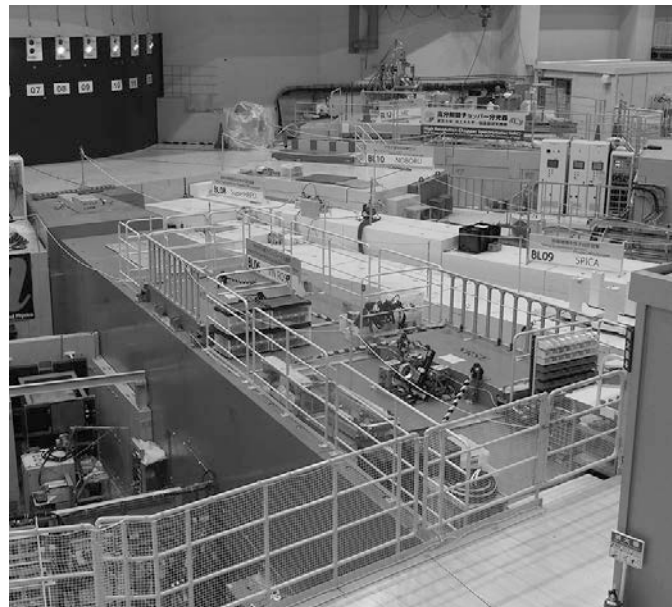
# J-PARC MLF BL06 中性子共鳴スピネコー分光器群 “VIN ROSE” の開発状況 Commissioning status of BL06 VIN ROSE at J-PARC MLF

遠藤仁<sup>1,2</sup>、日野正裕<sup>3</sup>、小田達郎<sup>3</sup>

1 KEK-中性子、2 J-PARC センター、3 京大原子炉実験所

J-PARC MLF BL06 に京都大学-KEK 連携によって設置した中性子共鳴スピネコー分光器群 “VIN ROSE” の現状について報告する。中性子スピネコー法では、中性子スピネという自由度を用いることで、中性子の波長分散に依らずに散乱前後の非弾性散乱過程による中性子のエネルギー変化の精密測定が可能であり、従って中性子非弾性散乱測定法において最高のエネルギー分解能のピコ電子ボルトを達成している。BL06 では、ビームを2分割することで NRSE (Neutron Resonance Spin Echo) と MIEZE (Modulated Intensity by Zero Effort) という特徴の異なる 2 台の中性子共鳴スピネコー分光器を設置している。MIEZE 型分光装置では、2017B 期より実験課題公募を開始した。NRSE においては、焦点間距離 2.5m の2次元回転楕円体ミラー(長さ 90cm) の試験を行い、良好な結果を得ている。

当日は、現時点におけるコミッショニングの進捗状況と、今後の予定、並びに展開可能なサイエンスの概略に関して発表する。



MLF/BL06 の外観(2017年10月)

# 高強度全散乱装置(NOVA)のための ラジアルコリメーター開発 Development of a radial collimator for high intensity total diffractometer, NOVA

角田茉優<sup>1</sup>、大友季哉<sup>1, 2, 3, 4</sup>、本田孝志<sup>2, 3, 4</sup>、池田一貴<sup>2, 3, 4</sup>、  
大下英敏<sup>2, 4</sup>、神原理<sup>4</sup>、馬場充<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>茨城大、<sup>2</sup>KEK 物構研、<sup>3</sup>総研大、<sup>4</sup>J-PARC センター

J-PARC MLF で稼働している高強度全散乱装置(NOVA)は、様々な試料環境を用いた実験を行なっている。高強度であることを活かした短時間測定も可能となっているが、試料環境によっては、輻射熱シールドや真空容器などからのバックグラウンドが高くなり、高強度を活かしきれなくなる。バックグラウンド低下のための効果的なデバイスとして、ラジアルコリメーターを NOVA に導入した。NOVA は、小角検出器から背面検出器まで、幅広い散乱角をカバーし、かつ全散乱測定のために 0.1 Å 程度までの短波長を利用する回折計であり、現状では、これらの性能を活かしつつバックグラウンドを低下させるようなラジアルコリメーター用の遮蔽材が存在しない。また、低散乱角側では、コリメーターブレードの設置が困難である。そこで、90 度バンクに限定し、遮蔽材として 50 μm 厚さのカドミウムを用いたラジアルコリメーターを導入し、90 度バンクでのバックグラウンド低減を担保しつつ、全散乱測定への影響を評価することとした。講演では、ラジアルコリメーターの仕様と合わせ、バックグラウンドの改善や S(Q)の導出による全散乱測定への影響評価について報告する。

# SINET5 を活用した商用クラウドサービスへの接続

## Connection to commercial cloud service using SINET5

江原 裕、岡崎伸生、伊藤崇芳  
CROSS 中性子科学センター

商用クラウド環境の一般化により、クラウドサービスを利用したいという要望や利用する機会がアカデミック分野でも増加しつつある。一方、MLF においては実験データの増大化により高速かつ大容量の計算環境のニーズがますます高まっている。そこで、CROSS 計算環境チームでは商用クラウドの一つであるアマゾンウェブサービス(AWS)をはじめとするクラウドコンピュータを活用したリモート解析システム開発に着手した。高効率計算環境を構築すべく CROSS 中性子科学センターのネットワークとクラウドコンピュータを高速回線で接続して利用する。具体的には以下の項目の利用により接続を実現した。

1. CROSS-SINET 接続(IPv4/v6Dual サービス)の利用
2. AWS ダイレクトコネクートの利用
3. SINET クラウド接続の利用

本内容について接続技術、実際の接続帯域などを報告する。

※1 AWS(Amazon Web Services):Amazon.com が提供しているクラウドコンピューティングサービス

※2 SINET(Science Information Network): 国立情報学研究所が構築運用する高速学術情報ネットワーク。

2016 年 4 月からは、従来の学術情報基盤である SINET4 を発展させた SINET5 の本格運用を開始した。クラウドやセキュリティ、学術コンテンツを全国 100G フルメッシュネットワークで有機的につなぎ、800 以上の大学等にハイレベルな学術情報基盤を提供している。

# 高温・高磁場偏極中性子小角・広角散乱実験法の開発 Development of small and wide angle polarized neutron scattering method - high temperature and high magnetic field experiment -

河村幸彦<sup>1</sup>、森川利明<sup>1</sup>、大石一城<sup>1</sup>、高田慎一<sup>2</sup>、岩瀬裕希<sup>1</sup>、  
佐原雅恵<sup>1</sup>、鈴木淳市<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CROSS、<sup>2</sup>J-PARC Center

J-PARC MLF の中性子小角・広角散乱装置(大観)は、広い波長領域の中性子と複数の検出器バンクの使用により、試料からの散乱を広い  $q$  領域で同時に測定することを目的に開発された。さらに非偏極ビームと偏極ビームを切り替えた測定も可能である。このため多くの分野のユーザーの利用があり、その要望に応えるために様々な実験環境機器の整備をしている。

現在、多くのユーザーが小角・中角検出器を主に利用しているが、鉄鋼・磁石材料の分野から結晶粒・析出物(小角・中角検出器で測定)と結晶構造(高角・背面検出器で測定)の高温・高磁場下の「その場同時測定」を行いたいという要望も寄せられるようになってきている。しかし、高温・高磁場中で偏極中性子散乱実験を行える装置は MLF に存在しない。我々が大観で開発するこの「その場同時測定法」は、より特性の高い材料の開発に最適な温度・磁場を探るための強力な手段となる。

我々は 1,000°Cまで試料を昇温可能なレーザー加熱装置を 10Tesla 超伝導電磁石または 1Tesla 電磁石と組み合わせて使用できるように改良を行ってきた(図 1)。また、材料の結晶構造解析を行うために背面検出器の装置分解能の評価を行い、データリダクション時の処理条件の最適化を行った。

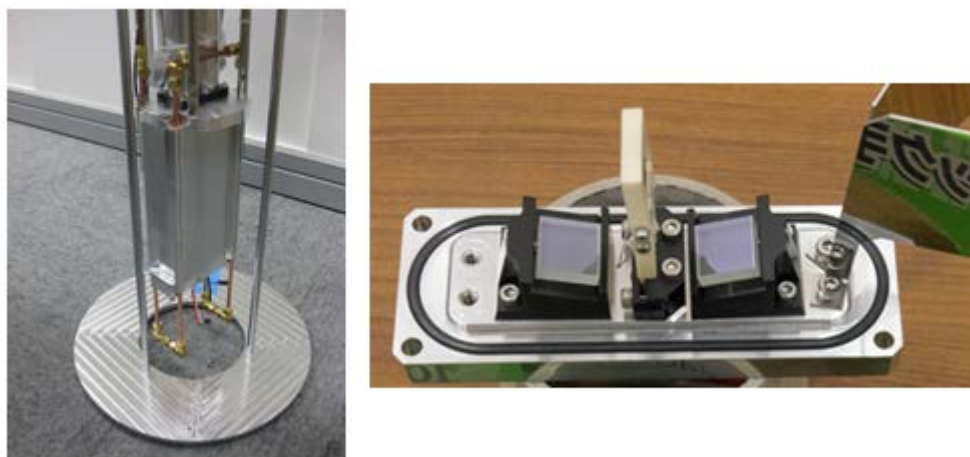


図 1. (左) 1Tesla 電磁石用レーザー加熱装置、(右) 試料ホルダー

# J-PARC MLF 偏極中性子反射率計「写楽」のオンラインデータ解析ソフトウェアの開発

## Online data reduction software of the Polarized Neutron Reflectometer “SHARAKU” at the J-PARC MLF

笠井 聡<sup>1</sup>、曾山 和彦<sup>2</sup>、青木 裕之<sup>2</sup>、宮田 登<sup>1</sup>、阿久津 和宏<sup>1</sup>、花島 隆泰<sup>1</sup>、  
鈴木 淳市<sup>1</sup>

1 CROSS 中性子科学センター、2 原子力機構 J-PARC センター

J-PARC の物質・生命科学実験施設(MLF)にある共用ビームラインの偏極中性子反射率計「写楽」(BL17)は、2012 年の初ビーム受け入れ以来、装置整備・高度化が進められ、着実に性能を向上させるとともに、利用者数を増やしている。2017 年度、我々は、写楽の大きな特徴である偏極中性子反射率計測の制御方式と解析機能に関して、装置の利便性向上を目指し、主に2点の開発を行った。

1 点目の制御方式の開発として 2016 年度より順次、装置の実験制御方式を従来のIROHAフレームワークを利用したソフトウェア制御（以後IROHA）から、IROHA2 フレームワーク（以後IROHA2）へと更新を行った。BL17 の機構が数多くのスリット・偏極機構などデバイスを制御している事により、従来のIROHA では短いタイミングでの実行制御は遅く緩慢となる。IROHA2 への移行と同時に次の高度化を行った。(1) 実行制御の高速化を図り、(2) 新規デバイス制御用ソフト開発、(3) オートアライメント対応、(4) リアルタイムで実験データをモニタ出来る Redis (Redis:REmote DIrectory Server)データベースを導入した。

2 点目の解析機能の開発として、2次元検出器（以後 MWPC: Multi Wire Proportional Counter）の利用拡大に合わせて、オンラインデータ解析機能を導入した。従来、BL17 で多用している0次元検出器は、アンプから出力される信号が単純であるため、リアルタイムでモニタが可能である。一方でMWPC 検出器のモニタは位置情報の追加によるデータ変換が必要となる。これを解決する為に、Redis を利用したリアルタイムモニタやオンラインデータ解析機能を開発し、利便性向上と効率化を目指した。

発表では、上記2点のユーザビリティ向上とソフトウェア開発の現状について説明する。また、次年度以降の高度化計画についても触れる。

# MLF 先進計算環境整備 2017

## MLF advanced computational environment in 2017

中谷健<sup>1</sup>

1 J-PARC センター/JAEA

今年度 J-PARC 物質・生命科学実験施設(MLF)では、MLF の各ビームラインのデータ取得システムにより収集される実験データを J-PARC 研究棟サーバー室の共通ストレージへ高速に転送・記録する MLF 先進計算環境(図 1)を整備中である。各ビームラインから送られる大量のデータの読み書きを遅滞なく行える様、MLF 第1・第2実験ホール歩廊エッジスイッチ～J-PARC 研究棟サーバー室コアスイッチの幹線部分は 40Gbps の光ファイバーケーブルを 2 本束ねた広帯域ネットワークにて構成している。実験ホール側には既設の GbE ネットワークケーブルと接続するためにアクセススイッチを配置し、各ビームラインのデータ取得システムと接続する。アクセススイッチとエッジスイッチの接続は 10Gbps である。J-PARC 研究棟サーバー室のコアスイッチ側にもエッジスイッチを配置し、200TB×2 の共通ストレージと接続する。コアスイッチ～エッジスイッチ間は 40Gbps で接続し、エッジスイッチ～共通ストレージ間は 10Gbps で接続する。コアスイッチ、エッジスイッチ、アクセススイッチは機器冗長、実験ホールアクセススイッチから共通ストレージまでは経路冗長の構成であり、障害発生時には自動的に切り替わる。

本発表では今年度の整備内容の詳細と来年度以降の整備予定について報告する。

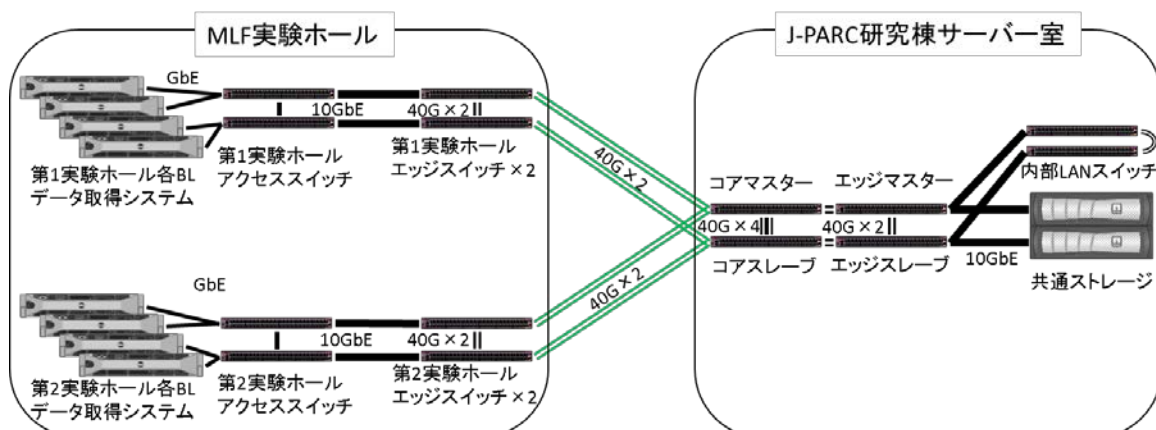


図 1 MLF 先進計算環境概略

## MLF 中性子分光器「四季」 Status of the Neutron Spectrometer 4SEASONS in MLF

梶本亮一<sup>1</sup>、中村充孝<sup>1</sup>、蒲沢和也<sup>2</sup>、稲村泰弘<sup>1</sup>、  
池内和彦<sup>2</sup>、飯田一樹<sup>2</sup>、石角元志<sup>2</sup>、村井直樹<sup>1</sup>

1 JAEA J-PARC センター、2 CROSS 中性子科学センター

J-PARC・MLF に設置されている中性子分光器「四季」は直接配置型の熱中性子非弾性散乱装置である [1,2]。共用装置のひとつとしてユーザーにビームタイムを提供し、ここ数年 2 倍程度の競争率の課題応募があるが、近年海外からの申請が占める割合が高くなっている。課題の多くは磁性・強相関電子系分野であり、2017 年には銅酸化物高温超伝導、スピン-軌道結合系、一次元磁性体、金属ナノ粒子等の分野の研究成果が生まれた [3-8]。単に実験課題を実施するにとどまらず現在も性能および操作性・安全性のさらなる向上を目指して装置の高度化が続けられており、2017 年では中性子ガイド管の交換、マグネットを使用可能にするための装置改造等を行った。本発表では、これらの装置整備状況、利用状況、研究成果について報告する。

- [1] R. Kajimoto *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **80**, SB028 (2011).
- [2] H. Seto *et al.*, Biochimica et Biophysica Acta **1861**, 3651 (2017).
- [3] M. Matsuura *et al.*, Phys. Rev. B **95**, 024504 (2017).
- [4] K. Iida *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **86**, 064803 (2017).
- [5] K. Matsuura *et al.*, Phys. Rev. Lett. **119**, 017201 (2017)..
- [6] C. Wang *et al.*, Phys. Rev. B **96**, 085111 (2017).
- [7] K. Tomiyasu *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **86**, 094706 (2017)
- [8] M. Kofu *et al.*, Phys. Rev. B **96**, 054304 (2017).



## MLF 中性子分光器の現状

### Present Status of the Neutron Spectrometers in MLF

梶本亮一<sup>1,2</sup>、横尾哲也<sup>1,3</sup>、中村充孝<sup>1,2</sup>、柴田薫<sup>1,2</sup>、川北至信<sup>1,2</sup>、松浦直人<sup>4</sup>、  
遠藤仁<sup>1,3</sup>、瀬戸秀紀<sup>1,3</sup>、伊藤晋一<sup>1,3</sup>、中島健次<sup>1,2</sup>、河村聖子<sup>1,2</sup>

1 J-PARC、2 JAEA、3 KEK、4 CROSS

J-PARC・MLF では現在 21 台の中性子実験装置が稼働または整備中であるが、そのうち 6 台が非弾性・準弾性散乱装置である。これら 6 台の特徴の異なる装置の組み合わせによって、MLF では固体物理、非晶質、液体、ソフトマター、生体物質から工業材料まで幅広いダイナミクス研究が可能になる。すでに稼働して久しい直接配置チョッパ型分光器の BL01 四季、BL12 HRC、BL14 アマテラス、および、逆転配置背面反射型分光器の BL02 DNA からは、スピン-軌道秩序系におけるスピン-軌道結合励起 [2]、ブリルアン散乱測定による金属磁性体のスピン波の観測を通じたベリー位相の観測 [3]、三角格子反強磁性体における階層的磁気励起 [4]、超イオン伝導体の準弾性散乱測定によるリチウムイオンの拡散現象 [5] 等、多くの重要な研究成果が生まれている。さらに順調にコミッショニングを続けていたスピンエコー分光器群 BL06 VIN ROSE も 2017B 期よりいよいよユーザー利用を開始し、偏極チョッパ分光器 BL23 POLANO もコミッショニングを開始した。本発表ではこれら MLF の中性子分光器群の特徴と目指すサイエンス、そして、装置整備・研究成果の最新のトピックスを総覧する。

[1] H. Seto *et al.*, *Biochim. Biophys. Acta, Gen. Subj.* **1861**, 3651 (2017).

[2] K. Matsuura *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **119**, 017201 (2017).

[3] S. Itoh *et al.*, *Nat. Commun.* **7**, 11788 (2016).

[4] S. Ito *et al.*, *Nat. Commun.* **8**, 235 (2017).

[5] K. Mori *et al.*, *Phys. Rev. Appl.* **4**, 054008 (2015).

# MLF 中性子データ処理環境「空蟬」の最新トピック

## Latest topics of 'Utsusemi', data reduction software at MLF, J-PARC

稲村泰弘<sup>1</sup>、伊藤崇芳<sup>2</sup>、安芳次<sup>3</sup>、大下英敏<sup>3</sup>

1. J-PARC センター、2. CROSS 中性子科学センター、3. KEK

「空蟬」は J-PARC, MLF における中性子散乱用データ処理・可視化環境の一つであり、多くのビームラインで導入されているソフトウェア群である(図1)。特に MLF が採用したデータ収集方式であるイベント記録方式のデータ(イベントデータ)をいち早く実用化し、特に中性子非弾性散乱測定における Multi-Ei 手法の実現や、単結晶試料の多次元データ測定・可視化手法の実現などに貢献してきた。イベントデータの利点の一つは新しい測定手法やデータ処理に対し非常に柔軟に対応できることである。例えば、試料環境の状態を同様のイベントデータとして取り込んで特定の状態のデータだけ取り出す処理、外場による試料の数秒単位の過渡状態を繰り返し発生させて測定し続けることで統計精度を上げる処理などが、空蟬を用いることで簡便に実行できる。これらはすでにユーザーに提供されている。

一方で MLF では長い間、測定中のデータを解析してその場で結果を見たいという要望に対し、十分に対応できていなかった。昨年度より MLF 計算環境チームでは、分散メッセージングミドルウェア Redis とデータ収集システムを組み合わせたシステムを用い、リアルタイムな情報取得やデータ処理を目指した開発に取り組んでいる。空蟬も率先してこのシステムを活用しイベント記録方式と組み合わせたリアルタイムデータ処理(Live Data Reduction)機能の開発を進めている。

本発表では、これらの空蟬の最新トピックについて紹介する予定である。

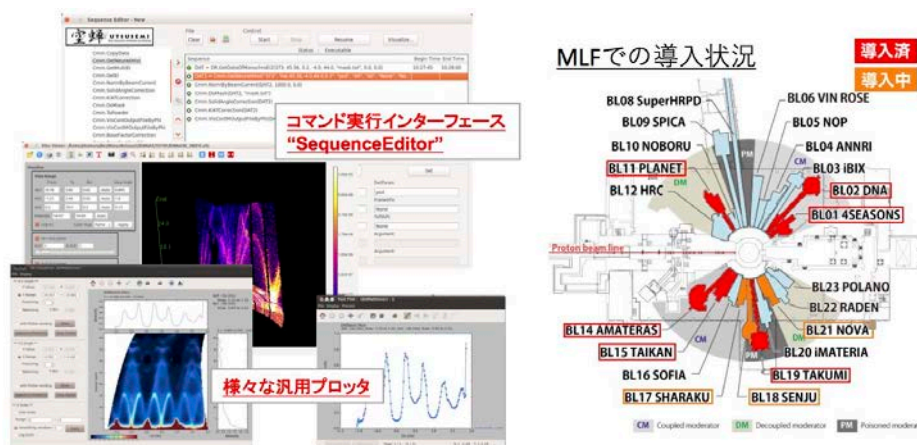


図1 空蟬環境のスクリーンショットと導入実績

# 単結晶 X 線精密結晶構造解析に堪える 試料環境制御アタッチメントの開発

## Development of Specimen Environment Control Attachments for Accurate Single Crystal XRD

坂倉輝俊<sup>1</sup>、村越洋介<sup>1</sup>、木村宏之<sup>1</sup>、佐賀山基<sup>2</sup>、岸本俊二<sup>2</sup>

1 東北大多元研、2 物構研

単結晶 X 線精密構造解析の精度と確度を向上させると、遷移金属元素などの価電子の空間分布をも正確に捉える事が可能となる。しかしながら、その為に必要とされる精度と確度を実現した上で、温度、磁場、電場などを制御するのは容易ではない。その理由は、様々な方位に結晶を回転させざるを得ない超精密計測法において、安定な試料環境制御を実現するのに十分な空間的大きさを持った一般的なアタッチメントはしばしば大きすぎる為である。中性子に比べ試料サイズを小さくせざるを得ない X 線回折では、省スペースでありながら十分な機能を発揮可能な各種試料環境制御アタッチメントの設計と開発はこれまでも技術上の課題であった。

現在我々が克服に取り組んでいるのは、室温以下に試料温度を制御しながら、0.5T 程度の磁場を実現するアタッチメントの開発である。省スペースで強磁場を印加する手法の第一候補は、Nd-Fe-B 磁石を Halbach 配列に配置する事である。例えば、図 1 は比較的安価な Nd-Fe-B 磁石 N40(残留磁束密度が 1.27T 程度)8 個で 2 極子の Halbach 配列を作り、その磁束線をソフトウェア FEMM<sup>[1]</sup>により計算したものである。紙面垂直方向の長さは無限大としているものの、紙面内方向は 150x150mm<sup>2</sup> と比較的省スペースである。中心の磁束密度は 1.15T である。精密計測法で問題となるのは、この紙面垂直方向の長さを十分に確保できない事と、8 極の磁石の一つ(大抵は上下方向の一つ)を小さくせざるを得ないという事である。また、X 線回折の確度を落とさないためには冷却法も冷媒ガス吹き付け法に限定される事から、他にも問題を生じる。これらの困難を解決するための取り組みの現状について報告する。尚、本研究は物構研量子ビーム研究助成によるものです。

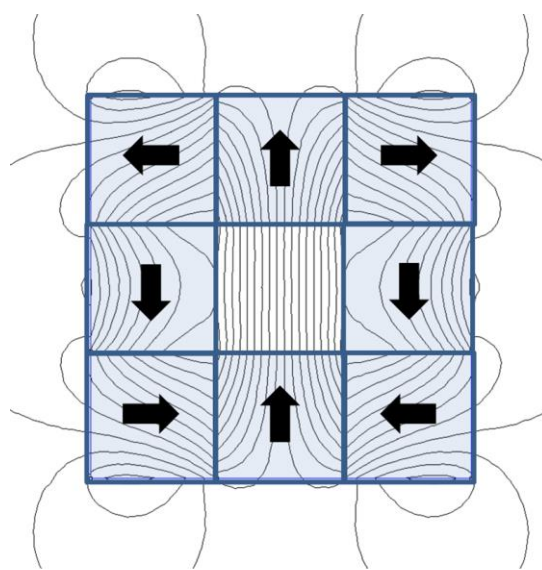


図1: 8個の正方形の磁石による  
2極子Halbach配列の磁束線

[1] <http://www.femm.info/wiki/HomePage>

# 並列充放電用自動試料交換機による 電池のその場中性子回折

## In-situ neutron diffraction of batteries by automatic sample changer for parallel charge and discharge

星川晃範、松川健、小貫祐介、石垣徹  
茨城大 フロンティアセンター

茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)は、ハイスループット型汎用中性子回折装置であり、産業利用を主軸に推進してきた。今後、中性子強度の増加とともに、これまで以上に短時間での測定が可能となる。したがって、今後、様々な反応過程における原子レベルの構造変化を観測できるようになることが期待されている。

こうしたなか、大容量・高性能電池の開発を行うにあたり、電池の反応過程におけるリチウムイオンの様子をその場中性子回折実験をすることで明らかにし、原子レベルでの構造変化をもとに材料開発を行うことができる。いくつか特性の異なる電池を評価するため、これらの電池の充放電過程をその場観察する場合、各々の電池を並列で充放電しながら、測定している電池(試料)を順番に交換することで、充放電過程をそれぞれ評価することができる。したがって、一つずつ個別に充放電させて測定するよりも、測定時間を短縮できることから、産業利用のユーザーから、並列充放電ができる試料交換機が望まれていた。

こうした中、我々は最大6個の電池がセットでき、並列で充放電しながら、サイクリックに試料交換できる自動試料交換機の開発を行った。充放電評価装置はTOSCAT-3100Kを使用しており、測定試料は上下に並べるように試料交換機へセットし、各試料への配線はコネクタを介して外部の評価装置まで接続される。測定の際には、ステージを上下させることで充放電しながら試料交換できる。実際に容量の異なるコイン型の電池(図1参照)に対する測定結果に関して、電池の正極と負極それぞれに着目し、リチウムイオンの移動に伴う構造変化の様子を報告する。



図1. 照射試料例

# 冷中性子ディスクチョッパー型分光器 AMATERAS の 2017 年度 A Cold-Neutron Disk-Chopper Spectrometer AMATERA in JFY2017

中島健次、河村聖子、菊地龍弥、古府麻衣子、稲村泰弘、  
青山和弘、若井大介  
J-PARC センター 物質・生命科学ディビジョン

J-PARC 物質・生命科学実験施設に設置された冷中性子ディスクチョッパー型分光器 AMATERAS(図 1)は、パルス整形チョッパーと J-PARC の結合型減速材の高ピーク強度の組み合わせにより、大強度、高分解能を両立する非弾性・準弾性散乱装置であり<sup>1)</sup>、2009 年の稼働開始以来これまで、装置の高度化を進めながら、磁性や液体、非晶質、生体物質内のダイナミクスから産業利用に至るまで広い研究分野での利用に供されてきている。

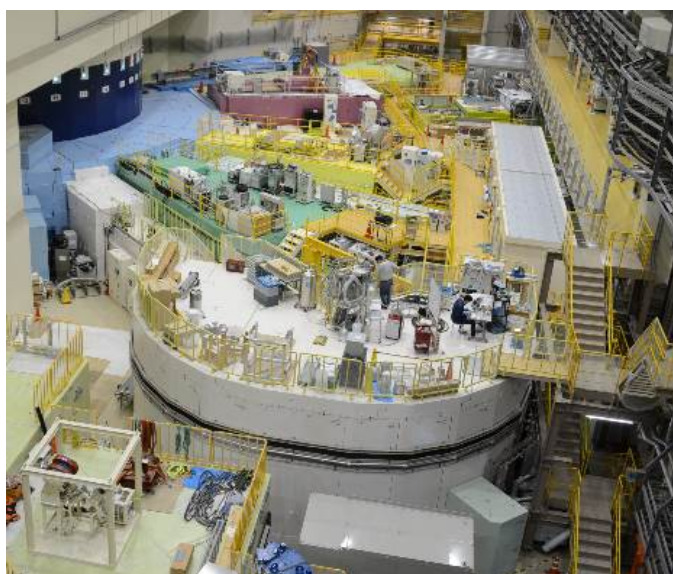


図 1 AMATERAS

2017 年度においては装置課題の他、2018 年 1 月現在、一般課題 25 件、JAEA プロジェクト課題 3 件を実施する予定である。また、これまで行われてきた AMATERAS の利用の成果として、2017 年内には、12 件の学術論文(掲載決定を含む)、2 件の学位論文、関連する成果を元にした 2 件の受賞、その他多数の学術的会合での発表等がなされた。一方で、装置の整備としては、実験の質を向上させるための試料環境装置等の整備・改修、検出器の増設等を進めてきている。装置は、建設から 8 年以上を経過し、故障も目立ち始めそれらに対する対応も行っている。2016 年に不具合が発生し最大回転数を抑えて運転していた高速ディスクチョッパーの 1 台も昨年夏に復旧した。

当日は、最近の成果例と合わせて、これら AMATERAS の近況を報告する。

## Reference

- [1] K. Nakajima et al., J. Phys. Soc. Jpn. 80 (2011) SB028

## PF SAXS ビームラインの開発状況

### Current upgrade status of PF SAXS beamlines

五十嵐教之<sup>1</sup>、高木秀彰<sup>1</sup>、米澤健人<sup>1</sup>、富田翔伍<sup>1</sup>、永谷康子<sup>1</sup>、森丈晴<sup>1</sup>、  
大田浩正<sup>2</sup>、谷田部景子<sup>1</sup>、高橋正剛<sup>1</sup>、小菅隆<sup>1</sup>、清水伸隆<sup>1</sup>

1 KEK-PF、2 三菱電機 SC

Photon Factory では、現在 BL-6A、10C、15A2 の 3 本の X 線小角散乱ビームラインが運用されている。BL-6A と 10C は偏向電磁石を光源とし、それぞれ 8.3keV 固定、7~14keV の光が利用可能な汎用ビームラインである。BL-15A2 は短周期アンジュレータを光源とするビームラインで、2.1~15keV の光を利用可能である。この光の特性を生かすために、汎用 X 線エネルギー(5.7~15keV)の SAXS/GISAXS-WAXD が実施可能な長尺実験定盤と、Tender 領域の X 線エネルギー(2.1~5.4keV)を利用した GISAXS を実施するための専用実験装置が設置されている。いずれのビームラインも、2013 年度以降の大規模な高度化に伴い、急速にハードウェアの整備を進めてきており、それに併せて測定や解析ソフトウェアの高度化、開発を推進している。これらのビームラインは、光学系の性能、回折計定盤の長さ、検出器の大きさ等、ビームラインごとに特徴はあるが、ユーザーの実験操作性は、統一されたものになっている。各ビームラインともに、小角領域及び高角領域の散乱測定用の検出器として、大小2台の PILATUS システムを導入している他、X線ビームシャッター、入射X線強度モニター、検出器及び機器の同期制御を行うパルスジェネレータを標準に整備している。さらに、STARS をベースとしたビームライン共通の GUI 制御ソフトウェアが整備されており、検出器と各種機器との同期制御測定を容易に行える環境が実現されている。

現在、BL-15A2 では、ビーム安定化を目指してビーム位置モニタ(Dectris RIGI)及びフィードバックシステムの導入を進めている。また、テンドーX線を利用した実験を推進するために、真空系の改良や整形スリットの更新、試料チャンバーの改造、テンドーGI 専用 GUI の開発を進めている。昨年夏には、画素欠損が増加していた真空/大気コンパチ PILATUS 2M のモジュール更新やモジュールスワップを実施し、問題の低減を図った。BL-6A でも、整形スリットの更新やインターロックシステムの改修を実施した。また、試料周辺環境整備を継続的に進めており、加熱冷却ステージの導入や異常小角散乱測定のための SDD システムの実装(真空利用含む)、光学膜厚計測システムの導入などを進めている。

ここでは、3 本のビームラインの整備状況、実験装置や各種ソフトウェアの高度化開発状況、及び試料周辺環境整備について最新の状況を報告したい。

# クランプセルを用いた圧力下の 低エネルギー中性子非弾性散乱の手法開発 Development of technique for low-energy inelastic neutron scattering using a high-pressure clamped cell

河村聖子<sup>1</sup>、服部高典<sup>1</sup>、佐野亜沙美<sup>1</sup>、菊地龍弥<sup>1</sup>、古府麻衣子<sup>1</sup>、  
中島健次<sup>1</sup>、宗像孝司<sup>2</sup>  
<sup>1</sup>J-PARC MLF、<sup>2</sup>CROSS

物性測定において、高圧環境は、温度、磁場等と並ぶ重要なパラメータのひとつである。MLF には高圧専用のビームラインもあり、高圧下における回折実験はすでに行われているが、チョッパー分光器を用いた非弾性散乱実験はほとんど行われていない。我々は、主に磁性、強相関係の研究を想定し、クランプ式圧力セルを用いた比較的低い圧力領域(1GPa以下)での低エネルギー中性子非弾性散乱測定の手法開発に取り組んでいる。

まずその第一歩として、最大圧力が 0.5GPa と低く、試料空間が大きい(φ 6.5)メゾライト製圧力セルを用いて、常圧での磁気励起スペクトルが既知である量子スピン系物質(CuCl)LaTa<sub>2</sub>O<sub>7</sub>[1]の粉末試料に対し、長距離反強磁性秩序を示す 5Kでの非弾性散乱測定を行った。圧力セル本体や圧力媒体等のバックグラウンドを差し引くと、図 1 のようなシグナルが観測された。広い  $Q$ - $E$  範囲で定量的な議論を行うことは難しいものの、低  $Q$ 、低エネルギー領域では、バックグラウンドの影響をあまり受けず、圧力セルが無い条件に近い磁気励起スペクトルが得られている。この他、圧力媒体の圧力依存性や、構造相転移を示す有機ラジカル磁性体[2]の試験測定も行ったので、当日はそれらの結果も紹介する。今後は、セルの材質や圧力媒体の評価、コリメーターの製作等を行っていく予定である。

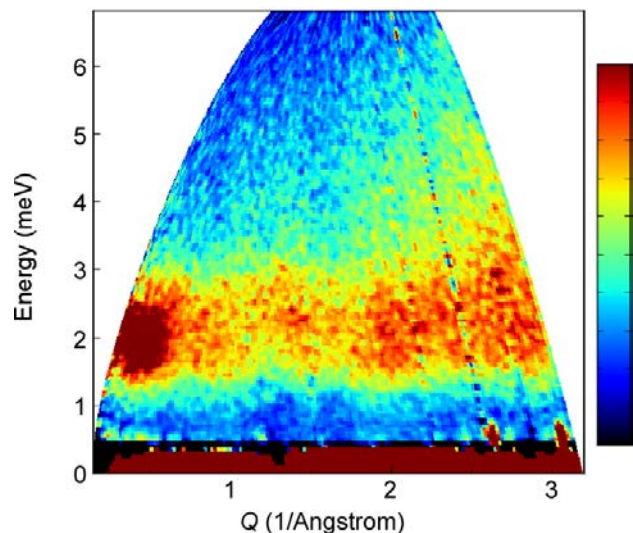


Fig. 1:  $T=5\text{K}$ 、 $P=1\text{ bar}$ (常圧)における (CuCl)LaTa<sub>2</sub>O<sub>7</sub> の QE マップ。

[1] S. Ohira-Kawamura et al., J. Phys.: Conf. Ser. 320 (2011) 012037.

[2] Y. Hosokoshi et al., Mol. Cryst. Liq. Cryst. 306 (1997) 423.

# 中性子ピクセル検出器 (Mpix) の開発 Development of neutron pixel detector

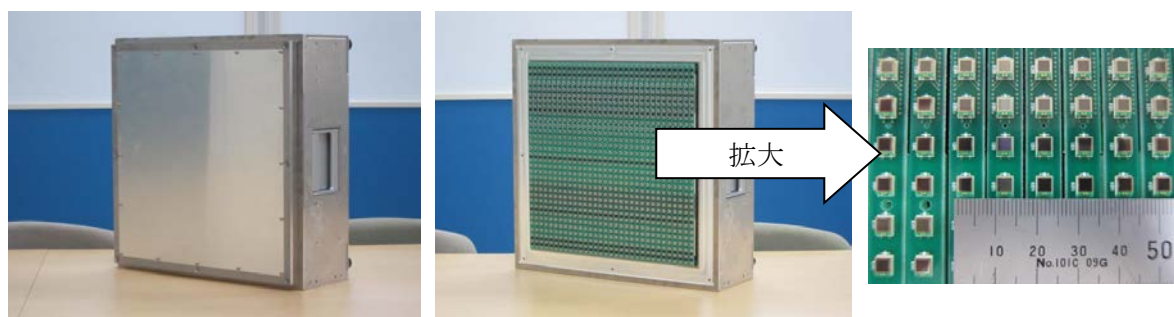
瀬谷智洋<sup>1</sup>・遠藤仁<sup>1</sup>・大下英敏<sup>1</sup>・佐藤節夫<sup>1</sup>・日野正裕<sup>2</sup>・小田達郎<sup>2</sup>

1 KEK 物構研、2 京都大学原子炉研究所

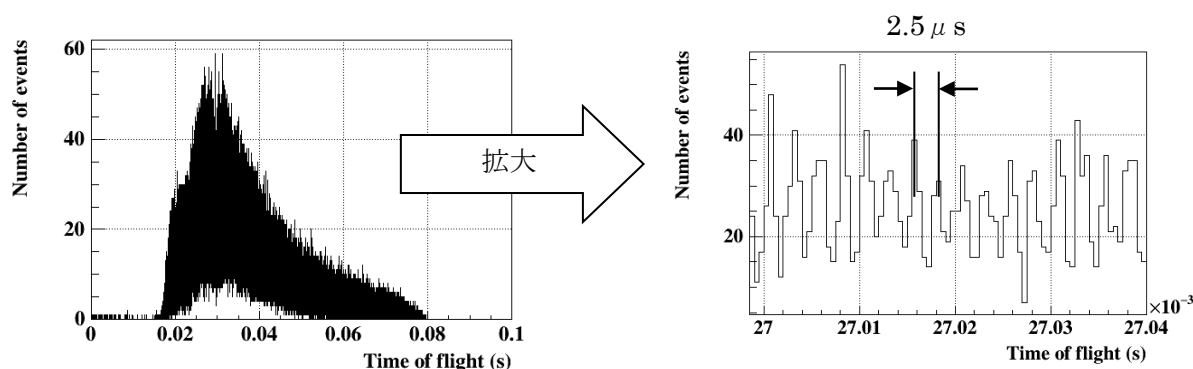
J-PARC MLF BL06 中性子共鳴スピンエコー分光器群(VIN ROSE)用の、ピクセル検出器を開発している。MIEZE シグナル(時間に対して中性子の強度が振動する Echo シグナル)の測定のため、薄い実効検出器厚さと高い時間分解能が要求される。MLF で広く利用されている  $^3\text{He}$  ガス検出器はこれらの点で、要求性能を満たすことができず、高速なシンチレータを使った大面積の検出器が必要となる。

我々は安価に、かつ大面積の検出領域を得るため、受光素子として MPPC(Multi-Pixel Photon Counter)を使用した検出器を開発している。有感領域は  $320\text{mm} \times 320\text{mm}$  で  $6\text{LiF/ZnS(Ag)}$  シンチレータを使用している。

本発表においては、開発状況について報告する。



検出器の外観と、検出面の拡大写真



BL06 で測定した MIEZE シグナル

$2.5 \mu\text{s}$  周期の振動が確認できる



# ノーマルモード蛍光X線ホログラフィー測定システムの整備 Measurement system improvement of normal mode X-ray fluorescence holography

八方直久<sup>1</sup>、窪田昌史<sup>1</sup>、松下智裕<sup>2</sup>、細川伸也<sup>3</sup>、木村耕治<sup>4</sup>、林好一<sup>4</sup>  
1 広島市大院情報、2 JASRI、3 熊本大院先端、4 名工大院工

ノーマルモードの蛍光X線ホログラフィー(XFH)では、特定元素からの蛍光X線強度の放出角度分布を測定する [1]。通常行っているインバースモードに比べて、大幅な測定時間短縮(半日~1日→1~2時間)が期待され、放射線ダメージに敏感なバイオ試料では重要な測定モードである。本研究では、ノーマルモード蛍光X線ホログラム測定システムの開発を行った。X線を全反射条件で試料に入射することで、検出器への散乱X線を低減することができる。全反射条件に試料位置を調整するために五軸(直線三軸、回転二軸)リモートステージの作製(図1)と、その制御ソフトウェアの整備を行った。また、放射線ダメージを軽減するために、X線照射位置を自動的に変えながら Quantum Detectors 社の2次元検出器 Merlin を連動させて測定するソフトウェアも作成した。標準試料の ZnO 単結晶については良質なノーマルホログラムが得られた。

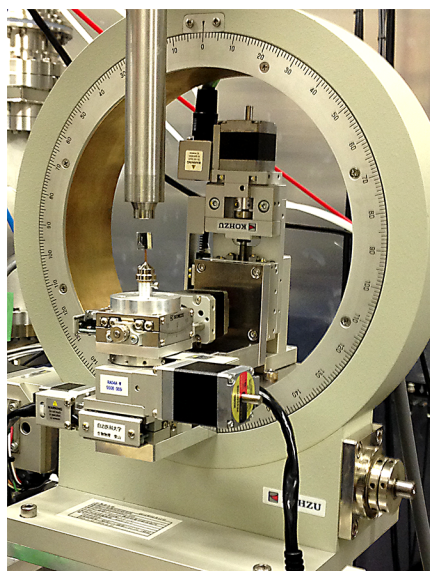


図1 ノーマルモード測定用  
自動ステージ

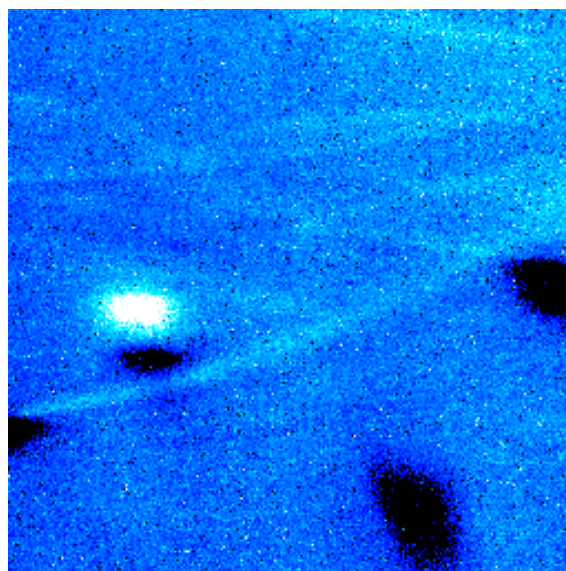


図2 ZnOのZn-K $\alpha$ ノーマルホログラム

[1] K.Hayashi, *et al.*, J.Phys.:Condens.Matter,24, 093201 (2012).

# 超高速ダイナミクスワーキンググループ 2017 年度活動報告

## Ultrafast dynamics WG 2017Fy

足立純一・山本樹・足立伸一・雨宮健太・岸本俊二・中尾裕則・野澤俊介・  
小菅隆・豊島章雄・菊地貴司・丹羽尉博・田中宏和・  
一柳光平・深谷亮・春木理恵・福本恵紀  
KEK PF

超高速ダイナミクスワーキンググループ (WG) は、次世代光源で実現されるフェムト秒領域での超高速ダイナミクス実験のための技術基盤を整備することを目標としている。そして、超高速実験に要求される技術要素の開発途上の過程で、PF 2.5 GeV リングおよび PF-AR において、放射光のパルス性を活用した実証実験を推進している。現在 WG として、レーザー-pump - 放射光 probe 実験のための基盤整備、パルスセクター開発、極短周期アンジュレータ開発、ハイブリッドモード運転活用のための検出システム開発に取り組んでいる。

ハイブリッドモード運転を活用するためのパルスセクターについて、3 号機の開発状況を紹介するとともに、2 号機の運用における問題点などを報告する。そして、WG として取り組んでいる 2 つの時間分解計測実験について、進捗状況を報告する。1 つは、PF スタッフ R&D ビームライン BL-19B において取り組んできたレーザー-pump - 放射光 probe による時間分解軟 X 線共鳴散乱実験である。もう 1 つは、広島大中島准教授に協力して行った、時間分解軟 X 線用 SDD のリストモードによる、AC 電場印加下誘電体の X 線吸収分光実験である。

WG では時間分解実験を活用していただくため、他大学・他機関との共同研究を積極的に進める方針である。ポスターでは、時間分解実験で準備している装置 { 軟 X 線パルスセクター・ピコ秒 Nd:YAG レーザー・時間ゲート機能付き軟 X 線 SDD・高繰返し高電圧パルス電源 } について仕様も紹介する。実現可能な実験について議論し、WG との共同研究も検討いただきたい。

**深部磁気モーメント可視化の為の  
ウォルター型スーパーミラー中性子顕微鏡の開発  
Development of a Neutron Microscope  
using Wolter Type I Supermirror  
for Observation of Deeply Buried Magnetic Moment**

曾山和彦 1、林田洋寿 2、丸山龍治 1、山崎大 1

山村和也 3、後藤惟樹 3、小林勇輝 3

1 原子力機構 J-PARC センター、2 CROSS 中性子科学センター

3 大阪大学超精密科学研究センター

磁気デバイス中の磁気構造を理解しその性能を向上させるためには、材料中の磁気構造をイメージングする技術が非常に重要であり、近年、磁気 Kerr 効果装置、スピン偏極走査電子顕微鏡、X線磁気円二色性測定装置などが開発・適用されている。しかし、これらの測定手法によって得られる磁気構造情報は、材料表面に限られるため、深部磁気構造を可視化できる測定手法が求められている。

中性子は、磁気モーメントに敏感で高い透過性を有することから、前述の電子線や X 線と相補的に磁気デバイス等の深部磁気構造を観察する最適なマイクロプローブとなり得る。本研究では、現状において十分な中性子強度を得られないという中性子顕微鏡の欠点を克服するため、

i) 高精度回転非球面多層膜スーパーミラーを用いたウォルター I 型拡大結像光学系の開発

ii) マイクロメートルオーダーの高効率・空間分解能を有する中性子ズーミング 2 次元検出器の開発

を融合することで、物質中の磁気構造をイメージする中性子顕微鏡の開発を目指している。

本報告では、ウォルター I 型ミラーに基づく中性子拡大結像光学系と中性子ズーミング 2 次元検出器を用いて、BL10 NOBORU で行った中性子特性測定について報告する。

# 工学材料回折装置「匠」2017 年度のまとめ

## Summary of the Engineering Material Diffractometer TAKUMI for FY2017

川崎 卓郎、ステファヌス ハルヨ、相澤 一也  
日本原子力研究開発機構 J-PARC センター

J-PARC 物質・生命科学実験施設 BL19 の工学材料回折装置「匠」では、TOF 中性子回折を用いて鉄鋼・軽金属合金などの金属材料や、誘電体・イオン伝導体セラミックスなど機能性材料の様々な環境下での力学特性・機能・構造の評価、および機械・熱加工によって製造された構造物内部の応力分布の評価などを行っている。

現在までにデータ処理ソフトウェアの更新、高角バンク二次元検出器の運用開始、周辺環境と光学機器の整備などを完了しており、2017 年度は、新規試料環境機器の導入や曲げ試験その場測定を試みが進行中である。また、力学試験中の中性子回折強度と試験片温度分布の同時測定技術や、画像解析によって試料の変形を評価する技術の導入も検討している。

今年度実施された課題の特徴としては、従来から行われている鉄鋼や Ti-Mg 系軽金属の評価に加え、研究開発段階の合金の測定や、低温環境での力学特性評価の増加が挙げられる。

当日は、2018 年 2 月現在における匠の状況と、最近の研究例、匠を用いて実施されている課題の傾向などについて報告する。

# タンパク質結晶のレーザー加工における位相決定への影響

## Influence of protein crystals on phase determination in laser processing

原田彩佳<sup>1</sup>、松垣直宏<sup>1,2</sup>、千田俊哉<sup>1,2</sup>

1. KEK-PF, SBRC

2. 総研大, 物質構造科学専攻

タンパク質 X 線結晶構造解析において、位相決定は最後の関門である。位相決定には、大きく分けて、分子置換法と重原子の異常分散を利用する方法 (SAD 法) の2つが主に使われているが、Native-SAD 法は、結晶中への重原子導入や、セレノメチオニンに置換した誘導体などを調製する必要がないため、迅速で一般的な位相決定法として期待を集めている。しかし、硫黄原子の K 吸収端が 5.0155 Å 付近と非常に長波長側にあるため、0.8 から 2.0 Å というシンクロトン放射光でよく使われる波長領域からはかなり離れている。通常の波長を用いた場合、硫黄原子の異常分散効果が微弱になるため高い測定精度が必要で解析が難しくなる。また、長波長であればあるほど異常分散効果は大きくなるものの、空気や溶媒の吸収効果による影響が大きくなり、測定誤差が大きくなる。

本研究では深紫外レーザーを用いてタンパク質結晶を球状や円柱状へ加工し、溶媒や系統誤差を少なくすることで高精度の回折強度データが収集可能になり Native-SAD 法による位相決定において優位に働くか、について検討を行っている。

Photon Factory BL1A において、波長 2.7 Å と 3.3 Å を用いて、複数の半径の異なる球状加工結晶を用いてそれぞれ回折強度データを収集した。本発表では、加工結晶のサイズとその波長依存性について検討を行ったので、その結果を中心に発表する。

## <sup>3</sup>He 中性子スピンフィルター開発の現状 Current Status of a <sup>3</sup>He spin filter development

奥隆之<sup>1</sup>、酒井健二<sup>1</sup>、廣井孝介<sup>1</sup>、渡辺真朗<sup>1</sup>、篠原武尚<sup>1</sup>、相澤一也<sup>1</sup>、  
猪野隆<sup>2</sup>、大河原学<sup>3</sup>、吉良弘<sup>4</sup>、林田洋寿<sup>4</sup>、桐山孝治<sup>4</sup>、鈴木淳市<sup>4</sup>、  
加倉井和久<sup>5</sup>、

1 原子力機構、2 高エネ研、3 東北大、4 CROSS

我々はパルス中性子散乱実験への応用を目的として、<sup>3</sup>He 中性子偏極フィルターの開発を行っている。<sup>3</sup>He 中性子偏極フィルターは、広いエネルギー範囲の中性子に有効である他、発散度の大きな中性子ビームの偏極も可能であるなど、優れた特徴を兼ね備えている。これまでに我々は、Volume Holographic Grating(VHG)素子を用いて、スピン交換光ポンピング(SEOP)用の小型レーザー光学系を開発し、シンプルで使い易いオンビーム SEOP 型 <sup>3</sup>He 偏極フィルターシステムを構築した。そして、そのシステムを用いて、J-PARC のパルス中性子ビームを用いて、小角散乱装置や反射率計における偏極度解析実験、偏極中性子イメージング試験などを行ってきた。現在、このシステムの適用範囲を拡張するため、<sup>3</sup>He フィルターセルの短波長中性子対応やセルサイズの大規模化、レーザー光学系他周辺技術の改良、施設整備などを進めている。学会では、開発の現状と今後の開発・整備計画について発表する予定である。