

東北大金研：中性子粉末回折装置（T1-3 HERMES）

装置責任者：大山 研司（東北大学金属材料研究所）

HERMES は実験利用棟 T1 熱中性子導管の第 3 ビーム孔 T1-3 に設置された粉末回折装置である。扇形の検出器バンク内に 1 度間隔で 150 本もの検出器を並べる事で、非常に高い検出効率が得られている原子炉で最も材料科学に適した装置である。操作は非常に簡単で、初心者であっても単独で実験が可能なることも特色である。結晶構造解析なら 1~2 時間程度、磁気構造解析でも 6 時間程度で高品質のデータが得られる。

1. 装置の概略

モノクロ	Ge311 固定ベント $2\theta_s = 90^\circ$ ($\lambda = 1.84\text{\AA}$) 高さ 20cm、ガイド管幅 2cm モザイク度 10'
コリメータ	第 1 (ガイド) : 12' 第 2 : Open 第 3 : 18' (7mm セル) ~ 24' (12mm セル)
角度範囲	耐加重ゴニオメーター $2^\circ \leq 2\theta_s \leq 160^\circ$
ビーム	20mm(H)×30mm(V)
距離	モノクロ~試料 : 250cm 試料~検出器 : 135cm
検出器	^3He カウンター×150
駆動系	粗動用 : 空気浮上式 微動用 : レール方式

2. 装置の制御

- 分光器制御プログラム
Labview 上の GUI 制御
データ形式はテキストファイル
- 温度制御プログラム
TEMCON
- その他
自動温度コントローラー、自動サンプルチェンジャーをプログラム制御することで、自動無人での運転が可能。冷凍器、高温炉などのアクセサリーにより、1.5K から 700K 程度の温度範囲で測定可能。

3. 装置の特色

HERMES は、高い検出効率と簡便な操作を特徴とし、だれにでも簡単にデータがとれる粉末回折装置である。特に、Li 電池、イオン伝導体、水素化合物など軽元素系環境材料での結晶構造・磁気構造解析に大きな成果を上げ続けている。通常のマシントイムは 1 グループ 2, 3 日で十分で、1 サイクル 10~15 グループが実験を行っており、国内では最もアクティブな装置の一つである。課題採択率は例年 70~80% 程度である。装置操作は全てマウスを用いたメニュー入力なので、特別なコマンドを覚える必要もなく、初めて HERMES で実験する初心者でも簡単に操作できる。また、RIETAN および Fullprof でのデータ解析については Web に具体的な情報を公開しており、初心者でも容易に解析ができる。

4. 装置の全景

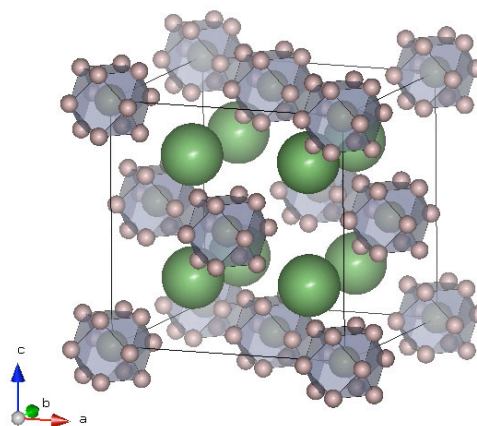


写真 1 : T1-3 HERMES。液体ヘリウム冷凍機を使用中

T1-3 HERMES での測定例

水素錯体での水素構造

図 1 は、水素錯体 Li_2NH での結晶構造モデルである。もうひとつ同等の可能性のあるモデルがあるが、どちらのもでも重要な点は、窒素を多数の水素がカゴ状に取り囲んでいる事である。図 1 のモデルなら窒素まわりに 12 個の水素位置がある。しかし、実際にはこの 12 個のうちの一つだけが本当の水素に占められていて、時間平均、または空間平均によって図 1 のような構造に見える。



(Ohoyama et al. J. Phys. Soc. Jpn. 74,(2005) 483).

図 1 水素錯体 Li_2NH の結晶構造モデル (空間群: $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$)。カゴ状になっているのが水素サイト。

偏極中性子回折による強磁性材料の観測

JAEA-KEK と共同開発で、HERMES において ^3He スピンフィルターを用いた偏極回折実験が可能となった。図 2 は、HERMES で測定した、Fe-Pt-B 系ナノコンポジット強磁性材料の偏極回折パターンである。ナノコンポジット材料は希土類を含まない磁石材料の候補として注目されており、そこでは軟磁性体と硬磁性体間の相互作用が重要と考えられている。図 2(b)と(c)は Flipper on と off の差で、強磁性成分に対応している。図からわかるように、黒丸の FePt は磁場を 5mT にしても強磁性成分が観測されるのに対し、 Fe_2B は 5mT ではピークが観測されなかった。これは、FePt が硬磁性体、 Fe_2B が軟磁性体であることに対応している。したがって、この結果は、HERMES で軟磁性相、硬磁性相を分離して観測できることを意味しており、両者の関係が重要となるナノコンポジット材料研究に有効と言える。

(Ohoyama et al. NIMA 680 (2012) 75.)

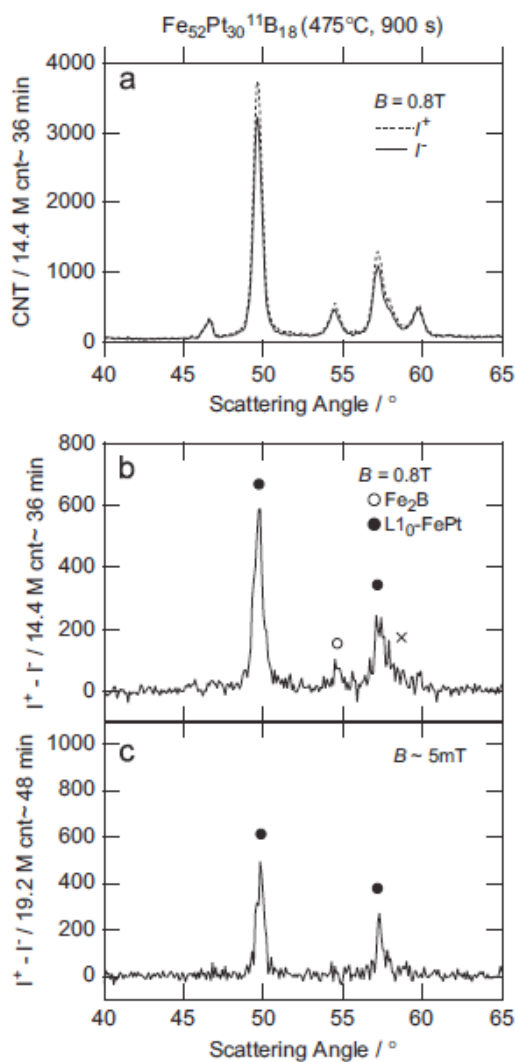


図 2 Fe-Pt-B 系名のコンポジット材料の偏極中性子回折パターン