MLF 試料環境

麻生 智一, 山内 康弘, 河村 聖子
(日本原子力研究開発機構 J-PARC センター)

Sample Environment at the MLF

Tomokazu Aso, Yasuhiro Yamauchi and Seiko Kawamura
J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency

ABSTRACT

In neutron scattering facilities, it is important to provide a wide range of state-of-the-art sample environment equipment for cutting-edge outputs on the academic and industrial research front. In the Materials and Life Science Experimental Facility (MLF) of J-PARC, a sample environment team has been officially organized with succeeding the previous ad hoc sample environment team, aiming to comprehensively measure safety of the sample environment in the MLF and to perform efficient user support in sample environment. In the MLF, each beamline (BL) has its own dedicated sample environment equipment, while some additional BL-common sample environment equipment is prepared by the sample environment team. MLF users can also bring their own equipment or devices for their experiment. All equipment and devices are required to pass a rigorous safety examination before being allowed in the MLF.

Keywords: *Sample environment, MLF, Safety examination*

1. はじめに

J-PARC 物質・生命科学実験施設 (MLF) は、大強度パルス中性子源として 2008 年から稼働を始め、この入門講座でも紹介があった様々な中性子散乱実験装置の設置、利用も順次行われてきた。中性子散乱実験においては、実験の目的に応じた試料環境を整えることが必要である。したがって試料環境は、より良い研究成果を創出するための重要な要素のひとつといえる。本稿では、MLF における試料環境の現状と利用について紹介する。

2. 試料環境チーム

これまで日本の中性子施設では、実験装置を担当する研究者が、試料環境機器を装置の一部として運用する慣習から、各実験装置が独自に試料環境機器を整備してきた。MLF でも、装置ごとにそれらの特色に合った試料環境機器が用意されている。このような運用方法には、装置担当者が直接ユーザーの意見を取り入れて、要望する実験条件に早期に対応できる利点がある。一方、海外の中性子施設で実験をしたことのある読者はご存じのように、海外の多くの施設では、中性子施設全体の試料環境機器の管理運営を統括する「試料環境チーム」が組織化されており、高温、低温、磁場、高圧などの試料環境ごとに専門の技術者が、開発、保守を行い、ユーザー実験で適切な機器を提供で

きるよう整備が進められている。また、試料環境チームに研究者が所属して開発に携わる施設もある。

MLF でも、海外施設の体制の長所を取り入れて、中性子施設全体を見渡した効率的な試料環境整備を目指し、2004 年に「試料環境タスク」が作られた。MLF が稼働する 4 年前のことである。この試料環境タスクで行ってきた主な議論のひとつに、試料環境の標準化が挙げられる。標準化は、装置との取り扱い部分のデザインや推奨機器のガイドラインを作ることで、機器の共有による実験の効率化、技術開発の経費や機器の維持管理費の削減、そして技術の共有化を図るものである。例えば、真空散乱槽を持つ装置におけるフランジサイズやフランジ面からビーム中心までの距離、試料テーブルを持つ装置におけるゴニオメーターからビーム中心までの距離など、推奨値が決められている [1]。MLF の多くの中性子実験装置は、この標準化に沿って設計されている。これによって機器の互換性が生まれ、必要に応じて 1 つの試料環境機器を異なる中性子実験装置で使用することも可能になっている。1 つの試料環境機器を複数の中性子実験装置で使えるようになると、購入すべき機器の台数を減らせるために予算的な無駄を省くことができる。また、ある分野の実験に必要な不可欠な試料環境機器であって

も、それが高価で使用頻度が低い場合、1 台の実験装置で購入するときの優先順位はどうしても低くなり整備が遅れてしまうが、施設全体の試料環境整備を統括的に見据えて複数の実験装置で利用できるものを整備していけば、そのような問題を回避でき、より多くのユーザーの要望にも応えることが出来るようになる。さらに、予備機の整備も容易になるので、万が一機器の故障等のトラブルがあっても、当初より目的としていた実験をそのまま行えるようになる。また、標準の冷凍機を決めたことで、保守・修理等の技術的な面で効率化にもつながっている。

MLF の運用が始まった 2008 年に、試料環境タスクは「試料環境チーム」となった。このときはまだメンバー全員が装置担当と兼任の研究者で、正式なチームと呼べるものではなかったが、徐々に技術者が加わり始め、試行錯誤しつつも実際のユーザー支援を始めていった。そして 2013 年 4 月、筆者らを含む正式な試料環境チームが発足した。現在の試料環境チームは、日本原子力研究開発機構 (JAEA)、高エネルギー加速器研究機構 (KEK)、そして総合科学研究機構 (CROSS) のスタッフで構成され、MLF の実験装置全体をサポートできるような試料環境の運営を目指している。これによって安全性についても統括的に安全対策を図ることができると期待している。また、チームを低温、磁場、高温、高圧、ソフトマターといった幾つかの専門的なサブチームに分けることによって、それぞれのチームで必要な知識や技術を向上させ、ユーザーの要望する実験環境を十分理解して臨機応変な対応ができる体制を確立したいと考えている。

3. MLF の試料環境機器

現在 MLF で運用されている試料環境機器の多くは、ビームライン (BL) が専有するもので、それぞれの実験装置担当者によって管理、運用されている。これらは、その装置の特色を利用した研究を行う上で必要性が高い標準的な機器であったり、装置の特性に合わせて設計がなされたものである。各 BL で運用されている代表的な試料環境機器を Table 1 に示す。各 BL で運用している試料環境機器の詳細は、現在、MLF のホームページや課題申請システムで確認できるように整備しており、近日中に閲覧できる予定であるので、MLF の実験を計画する際には参考にしていきたい [2]。また、表やホームページにはない機器でも、前章で述べた MLF 試料環境の標準化により、他の BL が所有する機器が使用できる場合もあるので、まずは装置担当者に相談されることをお勧めする。

超伝導マグネットや希釈冷凍機のように、高額だが使用頻度はあまり高くない機器を BL ごとに整備するのは、困難で、あまり合理的ではない。このような機器は、前述の試料環境チームによっ

て、目的に応じて複数の装置で使えるよう、汎用性をもたせたものを整備、運用するほうが効率が良い。現在このような BL 共通の試料環境機器は、次に紹介する 3 台 (縦磁場超伝導クライオマグネット、希釈冷凍機インサート、高温炉) が運用中である。試料環境チームは、それらの試料環境機器を実験装置で使うことになった場合、機器の立ち上げ、ユーザーの実験中の運転あるいはそのサポートを行っている。

Table 1 Typical SE equipment prepared by each BL.

BL	SE equipment
BL01	4K top-loading cryostat, High-temperature insert, Low-temperature insert
BL02	Top-loading cryofurnace, High-temperature insert, Low-temperature insert
BL03	Gas-flow cryostat, 3-axis goniometer
BL04	Automatic sample changer
BL05	Doppler shifter, XY moving stage
BL08	4K cryostat, Top-loading cryostat, V-furnace, Automatic sample changer
BL10	5-axis goniometer
BL11	Multi-anvil press (500t, 6-axis), Paris Edinburg press (200t), Pressure control system, Temperature control system (Mito system), Vacuum chamber globe box
BL12	4K cryostat, 6K cryostat, ^3He cryostat, 14T vertical-field magnet
BL14	4K bottom-loading cryostat, Top-loading cryostat
BL15	Automatic sample changer, Loading machine, 10T vertical-field magnet, Laser furnace, 4K bottom-loading cryostat, Air core electromagnet
BL16	Heater stage, Chiller stage, Laser heating stage, Langmuir trough, Solid/liquid interface cell
BL17	4K cryocooler, 1T magnet
BL18	4K cryostat, 2-axis goniometer, 1-axis goniometer, Pulse tube cryostat
BL19	Loading machine, Furnace system for high-temperature loading, Dilatometer, Cryogenic loading machine, Eurlen cradle, Gandolfi goniometer, Fatigue machine, High-temperature loading machine for small sample, 100K cooling chamber for loading experiment
BL20	Automatic sample changer, 30-sample changer, V-furnace, Atmosphere furnace, Cryofurnace, 1K cryostat
BL21	Automatic sample changer, Temperature-controlled sample changer, Top-loading cryostat, V foil heater, PCT hydrogen absorption/desorption measurement system, Impedance measurement system

(2015.7)

試料環境チームが管理する現在運用中の BL 共通の機器について、以下に紹介する。まず、Fig.1 は縦磁場超伝導クライオマグネット (Scientific Magnetics 製) である。最高磁場は約 7T で、偏極中性子実験でも使用できるように非対称コイル対を採用している。高い磁場を得るためには大きな

電流をコイルに流す必要がある。コイル線材を超伝導状態にしてコイルの電気抵抗をゼロとし、大電流を得るのが超伝導マグネットである。このマグネットでは、コイル線材を超伝導転移温度以下に冷却するのに液体ヘリウムを用いている。液体ヘリウムは、さらに、試料の冷却のためにも用いられ、液体ヘリウム槽の底からニードルバルブの細い隙間を通して流れ出たヘリウムをポンプで減圧することにより、試料を 1.5K まで冷却する。ちなみに J-PARC では、ヘリウム回収配管と回収されたヘリウムの液化システムを低温セクションが整備しており、いつでも装置担当者を通して寒剤の供給を申請することができる。クライオマグネット使用時にポンプで排気されたヘリウムや自然蒸発分は、回収配管を通して回収され、液化して再利用される。このクライオマグネットは、真空散乱槽とゴニオメーターのいずれにも設置できるように設計されており、MLF の多くの装置で使用可能である。ただし、入射窓はアルミニウムでできているため、装置によっては、実際の実験に不向きな場合もある。2012 年から既に運用が始まっており、これまで中性子小角・広角散乱装置「TAIKAN」(BL15)と試料垂直型偏極中性子反射率計「SHARAKU」(BL17)での一般課題に使用されたほか、冷中性子ディスクチョッパー型分光器「AMATERAS」(BL14)と極端環境微小単結晶中性子構造解析装置「SENJU」(BL18) [3]にてコミッショニングが行われた。装置によっては、マグネットから近い場所に鉄などの磁性材料が使用されている場合もある。この状況で磁場を印加していくと、磁力によってコイルに無理な力がかかり、マグネットの超伝導状態が壊される「クエンチ」や、最悪の場合、機器自体の破断を引き起こす恐れがある。また、マグネットの近くに設置されている装置側の周辺機器類の中には、漏れ磁場によって動作に影響が及ぶものもある。これら

Fig. 1 Vertical-field superconducting cryomagnet.

を回避するため、装置によって安全に印加できる最高磁場が異なるのでご注意ください。

次に、 ^3He - ^4He 希釈冷凍機インサート ((株) 大陽日酸製) を Fig. 2 に示す。最低温度は 100 mK 以下で、使いやすさを優先し操作が簡単なものを導入した。希釈冷凍機インサートは、クライオスタットに挿入されてシステムが冷却されることによって、 ^3He - ^4He 混合液が液化し、結果的に希釈冷凍によって極低温を生成することができる。しかし今のところ、この希釈冷凍機インサートをセットできるのは、上述のクライオマグネットしかない。磁場を印加せずに極低温実験をするにはマグネットは不要で、もっとコンパクトなクライオスタットのほうが望ましい。そこで試料環境チームでは、この希釈冷凍機インサートをセットできるトップローディング型 ^4He クライオスタットを現在準備中である。

Fig. 2 ^3He - ^4He dilution refrigerator insert.

もう 1 台の BL 共通試料環境機器は高温炉 (AS Scientific Products 製, Fig. 3) である。最高温度は真空中で 1600°C, アルゴン雰囲気中で 1300°C としている。主に準弾性および非弾性散乱の装置で使用するために購入されたもので、非干渉性散乱によるバックグラウンドをほとんど出さないことが知られているニオブを、ヒーター部と周囲の輻射シールドに使用した。通常の冷凍機と同様にアルミニウム製の断熱真空槽の窓からの散乱に加え、このタイプの高温炉ではニオブヒーターや輻射シールドからの散乱中性子によるバックグラウンドが大きいいため、幾つかの実験装置では揺動式のラジアルコリメーターが開発されている[4]。この高温炉はこれまで、AMATERAS (BL14) と TAIKAN (BL15) での実験に使用された。試料環境チームでは、この高温炉に対し、真空ポンプの制御パネルを製作してインターロックを設け、また、配電盤を取り付けるなど、ユーザーの利便性と安全性を考えたさまざまな改良を行っている。

Fig. 3 High-temperature furnace with a Nb heater.

本稿では述べないが、試料環境チームでは、上記以外にも、現在新しい機器を準備中である。今後もユーザーからの要望にできるだけ応えていきたいので、ご希望やご意見等があれば、装置担当者や試料環境チームにぜひお聞かせいただきたい。

4. 試料環境の使用と安全審査

すでに述べたように、MLFでの実験を計画したら、必要な試料環境機器がその装置で使えるかどうか、ホームページで確認するか、もしくは実験装置担当者に相談していただきたい、必要な機器がない場合や、特殊な試料環境を必要とする場合、MLFに機器を持ち込むこともできる、自身の試料環境機器を持ち込む場合、使用する実験装置の設計やMLFの試料環境標準化にもとづいて改造等が必要となる場合があるため、早めに装置担当者に相談することをお勧めする。

MLFでは、施設内で使用する機器について安全審査を行い、安全性について問題ないことを確認の上、使用することになっている。ユーザーの持ち込み機器や試料環境機器についても同様で、Fig. 4に示すようなシステムで安全性を審議している。

このようにMLFでは、実験の安全性には十分な注意を払っており、他の施設に比べて厳しい安全審査や様々なチェックがある。これは、J-PARCがある原子力機構が、周辺の原子力施設と同様に、県や自治体の安全協定に基づいて運転していることもあり、安全に対する意識が非常に高いためである。また、J-PARCハドロン施設でのトラブルなどにより、一層の安全重視の考えの下、組織改革やスタッフの意識向上のための安全文化醸成を進めている。一般の実験室でも起こりうるミスやトラブルが、ここでは事故にも発展しかねないもので、そのような場合、数か月以上のレベルで施設が停止する可能性がある。それを未然に防ぐためにも、安全審査にはユーザーにも多大なご協力をお願いすることになるが、ご了承願いたい。まだ、合理化できる点もあるかと思われるので、今後、ユーザーの声を聞きながら改善されていくものと考えている。

5. おわりに

MLFでは2008年の稼働から段階的にビーム出力が上がり、現在500kWの利用運転を行っている。今後さらに1MWに向けて出力が増強し、中性子散乱実験装置の増強、実験課題数やユーザーの増加が見込まれる。そこから様々な分野で多くのより良い成果を創出するためにも、MLFでは、ユーザーの要望に応えられるよう試料環境の整備に努めていく。また、試料環境チームでは今後、様々な環境条件の要望に応えられるような新規開発も行っていきたいと考えているので、皆様のご意見ご要望をお気軽にお寄せ下さい。

Fig. 4 Safety examination system for users' equipment and devices at the MLF.

参考文献

- [1] 真空散乱槽のフランジは JIS 規格で呼び径 200mm, 400mm, 800mm を標準とし, フランジ下面からビーム中心までの距離は 600mm が推奨. ゴニオメーター上面からビーム中心までの距離は, 大型の試料環境機器で 350mm, 小型機器で 210mm を推奨としている. その他の項目については, 試料環境チームにお問い合わせいただきたい.
- [2] <http://j-parc.jp/MatLife/ja/index.html>,
<http://jpms.j-parc.jp/j-pas/>.
- [3] Ohhara T, et al., *JPS Conf. Proc.* in press.
- [4] Nakamura M, et al., *JPS Conf. Proc.* in press.