

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター

分析計測標準研究部門 第1回シンポジウム

「計量標準と計測分析の融合」

JASIS2015コンファレンス

報告集

日時：2015年9月4日(金)10:00～15:00
場所：幕張メッセ国際会議場コンベンションホール A
主催：産業技術総合研究所 計量標準総合センター
分析計測標準研究部門



国立研究開発法人
産業技術総合研究所

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター

分析計測標準研究部門 第1回シンポジウム

「計量標準と計測分析の融合」

JASIS2015 コンファレンス

報告集

2015年9月4日（金）

幕張メッセ国際会議場コンベンションホール A

産業技術総合研究所 計量標準総合センター 分析計測標準研究部門

第1回シンポジウム報告集の発刊にあたって

平成27年（2015年）4月に、産業技術総合研究所（産総研）は、「エネルギー・環境」、「生命工学」、「情報・人間工学」、「材料・化学」、「エレクトロニクス・製造」、「地質調査」、「計量標準」という7つの研究領域からなる新たな国立研究開発法人となりました。分析計測標準研究部門は、計量標準総合センターを母体とする計量標準領域の一ユニットとして発足し、半年を経ずして、当研究部門の記念すべき第1回シンポジウムをJASIS 2015のコンファレンスとして開催することができました。ご多忙のなかご参加いただきました皆様、また、開催にご尽力いただきました関係各位に深く御礼申し上げます。

当研究部門は、医療用リニアックを用いた治療レベルの線量標準、食品の放射能測定、環境騒音の低減の測定に代表される、医療の信頼性、分析・検査産業の発展を支える放射線・放射能・中性子・音響・超音波に関連する国家計量標準の整備と普及を行う一方、ナノ材料の評価等に必要な微細構造解析ならびに製品装置・施設などの構造物の非破壊検査のために、陽電子、X線、レーザー光やイオン、超音波などをプローブとした先端計測・評価・分析および検査技術を研究開発することにより、分析・検査産業等を通じて、これらの分析と計測に関する標準と先端技術を普及して、より豊かで安全な社会の構築に貢献することをミッションとしています。

シンポジウムでは、最初に日立アロカメディカル株式会社の田中 一史様から医用超音波の計測技術と製品開発の最新の動向をお話いただき、次いで、当研究部門の超音波ならびに量子線、放射線に関する計量標準技術と計測分析技術のそれぞれの事例を紹介するとともに、今後の計量と計測の融合による新たな展開について提案いたしました。また、当研究部門全般の最新の研究成果をポスターにて発表いたしました。本報告集はシンポジウム当日の講演資料、ポスター発表資料を収録したものです。今回のシンポジウムが、皆様方への情報提供、ならびに今後の協力関係構築の契機となることを願ってやみません。

今後も内外機関との連携構築に向けてシンポジウムや公開セミナーを積極的に企画して情報発信を行っていく所存です。当研究部門の研究活動に対しましてご理解いただき、引き続きご指導、ご支援を賜りますよう、よろしくお願い申し上げます。

2015年10月

産業技術総合研究所 計量標準総合センター

分析計測標準研究部門

研究部門長 野中 秀彦

目 次

報告集の発刊にあたって.....	1
野中 秀彦	
プログラム.....	5
.....口頭発表.....	
【依頼講演】「医用超音波の最新計測技術と製品開発の動向」	9
田中 一史	
「分析計測標準研究部門の概要」	23
野中 秀彦	
「超音波に関する計測標準技術」.....	27
吉岡 正裕	
「超音波を応用した計測分析技術」	36
遠山 暢之	
「量子線、放射線に関する計測標準技術」.....	47
齋藤 則生	
「量子線、放射線を応用した計測分析技術」	55
鈴木 良一	

.....ポスター発表.....

「音響パワー測定で用いられる基準音源の校正方法に関する研究」	67
山田 桂輔	
「キャパシテーション発生量の計測技術に関する研究」.....	72
内田 武吉	
「効果的な除染計画・評価のための放射線・放射能測定装置の実用化開発」.....	77
黒澤 忠弘	
「X 線自由電子レーザー(XFEL)用常温カロリメータ」.....	82
田中 隆宏	
「熱量測定を利用した放射線量計測」.....	87
森下 雄一郎	
「放射線防護・半導体照射を目的とした高エネルギー中性子フルエンス率標準の供給開始」 ...	92
松本 哲郎	
「非密封放射性同位元素を用いた国際規格に基づく実用測定器評価試験」.....	97
柚木 彰	
「垂直型高強度陽電子ビーム極微空孔評価装置」	100
O'Rourke Brian	
「超小型量子線源を用いたプラント配管非破壊検査技術」	105
加藤 英俊	
「二次イオン質量分析(SIMS)のためのクラスターイオン源の開発」	110
藤原 幸雄	
「原子間力顕微鏡によるナノ物性計測技術」	115
井藤 浩志	
「インフラ診断用後方散乱 X 線イメージング装置の開発」.....	120
豊川 弘之	
「マイクロ蛍光ガス比例計数管による放射線イメージング装置の開発」.....	125
藤原 健	
「磁石高性能化のための円二色性光電子顕微鏡の開発と磁区観察」.....	130
田中 真人	
「超音波を応用した計測分析技術」.....	136
遠山 暢之	
「炭素繊維のねじり弾性率に及ぼす外径計測の影響」	138
藤田 和宏	
「パルスレーザー光を用いた光電子収量/分光装置の開発」	145
細貝 拓也	

－ プログラム －

開催日時 2015年9月4日(金) 10:00～15:00

【午前の部】

10:00 開会

10:00 分析計測標準研究部門の概要

分析計測標準研究部門長
野中 秀彦

10:30 【依頼講演】医用超音波の最新計測技術と製品開発の動向

日立アロカメディカル株式会社
第一メディカルシステム技術本部
第一製品開発部 主管技師
田中 一史

11:30 超音波に関する計測標準技術

音響超音波標準研究グループ
吉岡 正裕

12:00-13:00 休憩(昼食) & 【ポスター】

【午後の部】

13:00-13:30 【ポスター発表】(コアタイム) 分析計測標準研究部門の研究紹介

13:30 超音波を応用した計測分析技術

非破壊計測研究グループ
遠山 暢之

14:00 量子線、放射線に関する計測標準技術

副研究部門長
齋藤 則生

14:30 量子線、放射線を応用した計測分析技術

首席研究員
鈴木 良一

15:00 開会

口頭発表

【依頼講演】

医用超音波の最新計測技術と製品開発の動向

日立アロカメディカル株式会社 第一メディカルシステム技術本部

田中 一史

超音波画像診断装置は半世紀を超える歴史を持ち、今日では X 線、CT、MRI に並ぶ画像診断モダリティとしての地位を占める。超音波画像診断装置は、生体内に 2～10 数 MHz 程度の超音波パルスを送波し、体内の組成の異なる境界面などで散乱する音波の後方散乱成分を受信して画像化する。組成の異なる境界面の存在を音波の振幅変化で観測し、その位置は音波の往復時間と音束の方向で推測する。また血流などの動きの情報は音波の位相の変化で観測する。診断装置上では、断層画像を表示する B モード、血流情報を表示するドプラモードなどが一般的に使われ、最近では 3D 表示モードや、組織の硬さを推定表示するエラストモードなどが普及しつつある。

超音波診断装置が備える最も基本的な計測機能は、空間的な距離や血流の速度を計測する機能である。超音波診断における計測機能は、主に空間分解能の向上を目的として改良を重ねられてきた高画質化のための技術開発と、画像データ認識等による自動計測技術のような検査者の判断に委ねずに計測値の再現性を得る技術によって、精度の向上が図られてきた。超音波の断層画像は、画像化処理される過程で元の受信信号が持つ位相情報などを捨てているが、画像化には直接役立たない位相情報を観測することで、微小な変位を高精度に捉えられることを利用した微小変位量の計測技術（エコートラッキング）も実用化されている。

超音波診断装置は生体の音速が一定であるとみなしているが、実際には部位や臓器によりバラつきがあり、音速をベースに計算を行うフォーカスの性能が劣化し画質が低下する。このため、関心領域までの平均音速を補正し画質を向上する機能が実用化されている。将来的には部位別の音速を知ることができれば、画質向上のみならず、質診断の指標として期待される。

超音波診断装置の新技术である VFM 機能は、従来、プローブからの音線に沿う方向の成分しか表示できなかった血流表示を、心臓の壁運動の情報を加味することにより心腔内の血流をベクトルで表現する技術である。

超音波診断での計測精度に最も影響を与えるファクターは、検査者の技量であるといってもよいくらい、検査者に依存する部分が多い。特に、生体に接触させるプローブ（探触子）の位置を自由に決められるのは超音波診断の長所でもあるが、検査者の技量の差が最も出る部分でもあり、超音波を送受信する方向すなわち走査断面の選び方が適切でないと、装置の空間分解能がいくら優れていても計測精度を保證することができない。装置がこれを補うには、ある一つの走査断面だけでなく、周辺部も含めた体積をボリュームデータとして取り込み、後に最適な断面を再構築するという方法がある。これは 3D 超音波の技術応用の一つとして考えられている。

JASIS 2015 コンファレンス
分析計測標準研究部門 第1回シンポジウム

医用超音波の最新計測技術と製品開発の動向

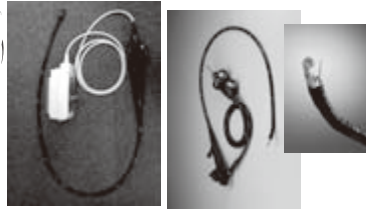
2015/09/04
日立アロカメディカル株式会社
第一メディカルシステム技術本部 田中一史

超音波(エコー)検査



超音波の検査部位...

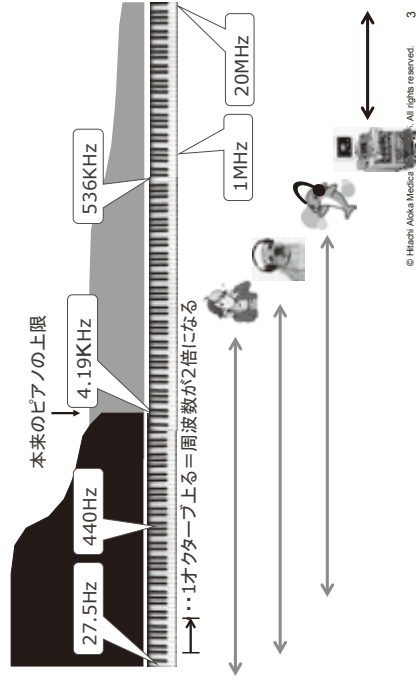
肝臟、胆囊、膀胱、消化管
腎臟、前立腺、膀胱
胎兒、子宮、乳腺
心臟、血管
筋肉、骨 等々



検査部位ごとに探触子(プローブ)を使い分ける

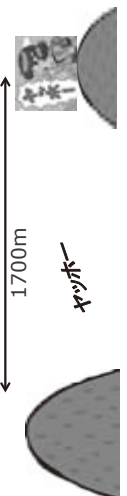
超音波画像診断装置とは

超音波診断装置が使う周波数



超音波画像診断装置とは

超音波診断装置のしくみ
「距離を知る」



1700m

ヤッホー

山頂で「ヤッホー」と叫んだら10秒後に「ヤッホー」が聞こえた
 空気中の音速=340m/秒 (15℃の時)
 ⇒ 隣の山までの距離=1700m

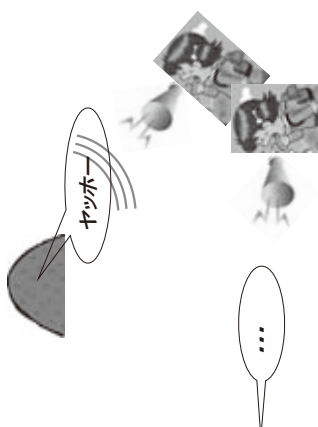
© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

4

超音波画像診断装置とは

超音波診断装置のしくみ
「方向を知る」

音を出し入れ(送受信)する方向を絞れば、反射物の方向がわかる



ヤッホー

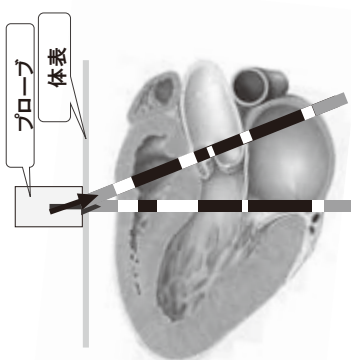
...

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

5

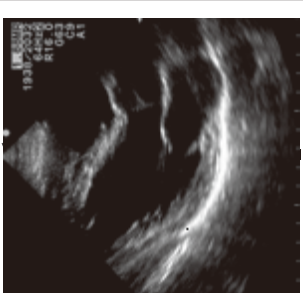
超音波画像診断装置とは

臓器各部までの「距離」と「方向」を知り、体の中の地図を作る
 反射の強さを「輝度」に変換して表示する



プローブ

体表

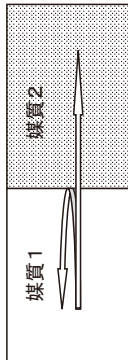


Bモード画像

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

6

超音波画像診断装置とは



媒質1

媒質2

異なる媒質の境界では、縦波の一部が反射し、一部が透過する

- 音響インピーダンス $Z = \text{密度} \rho \times \text{音速} c$...物質によって決まる
- 2つの物質 (Z_1, Z_2) の境界での反射率は

$$\frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2}$$

$Z_1 = Z_2$ の時、反射はゼロ
 Z_1, Z_2 の違いが大きいほど反射率が高い

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

7

超音波画像診断装置とは

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ALPHA VISION

体内には音響インピーダンスが異なる境界が多数存在する
音響インピーダンスの違いにより、反射波(エコー)の強弱が変わる

超音波診断装置で見ているエコーレベルは物質に依存するのではなく
物質の境界のありようを見ている
一様に見える臓器も、水を包む細胞で組成されているため、音響インピーダンスは一樣ではなく、至るところで反射が起こる

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

8

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ALPHA VISION

Bモード(断層像)

心臓(長軸)

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

9

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ALPHA VISION

Bモード(断層像)

肝臓と腎臓

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

10

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ALPHA VISION

Bモード(断層像)

胎児の頭部

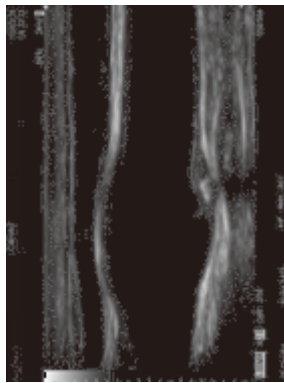
© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

11

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

Bモード(断層像)



頰動脈のプラーク

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

12

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

カラーモード(Flow)



心臟(心尖長軸)

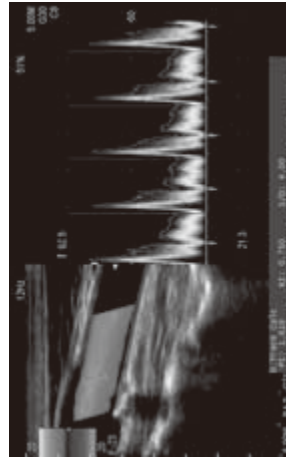
© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

13

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

カラーモードとパルス波長(PW)モード



頸動脈

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

14

超音波画像診断装置の画像

HITACHI
Inspire the Next

パワードモード(eFlow)



頸動脈

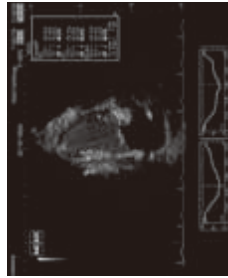
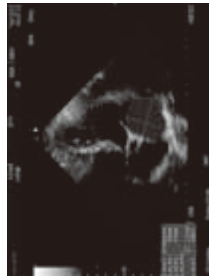
© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

15

超音波診断装置の計測機能

断層画像上での自動計測

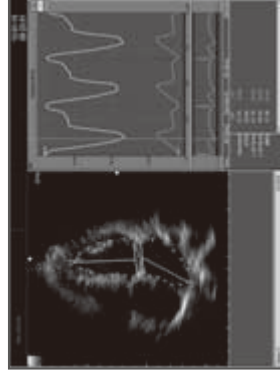
心臓は全周に渡り輝度認識できる品質で描画できないことが多い



臓器の断面形状を認識して、忠実度を向上する

超音波診断装置の計測機能

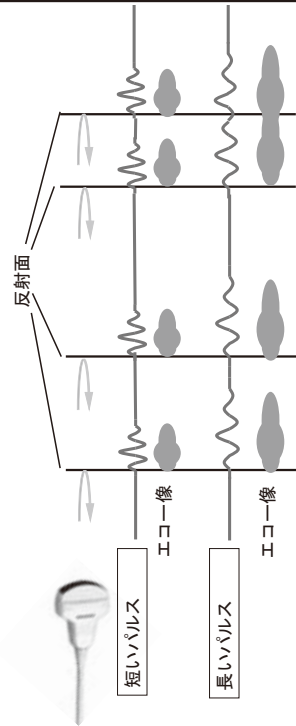
断層画像上での自動計測(輝度情報からの自動認識)



パターンマッチングにより臓器を自動追従するスペクトラッキング
心筋の動きを解析する

計測精度と分解能

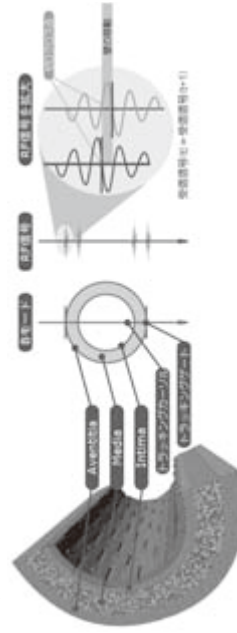
計測精度の限界＝画像としての分解能の限界



超音波画像は、包絡線を輝度に変換するため分解能はパルスの幅に制約を受ける

計測精度の向上

画像化する前の超音波受信信号(RF信号)で、信号の位相の時間変化を観測する



距離方向の相対変位の計測精度は画像分解能を大幅に超える

エコートラッキング法

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ADVANCED ULTRASOUND

生体の音速値の問題

組織による音速の違い

Reference :
Sound speed in various soft tissues at 20~37°C
Basis of Ultrasound_JSUMI_Vol.30 No.3(2003)
© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

24

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ADVANCED ULTRASOUND

生体の音速値の問題

超音波診断装置が生体の音速値を計算根拠として使う項目

- ① 深さ方向(ビーム方向)の距離
- ② 送信フォーカス、受信フォーカスの素子ごとの遅延時間
- ③ ビーム角度を制御(スラント表示やフェーズドアレイプローブ)するための遅延時間
- ④ ドプラー偏移周波数からの血流速度算出

音速補正機能は、③のうちの受信フォーカスの遅延時間を調整し、画質を向上する機能。

目的は、受信フォーカスの結像を良好にして方位分解能を向上するため。
「音速補正」というよりは、「受信フォーカス補正」という方が実態に近い。

25

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ADVANCED ULTRASOUND

音速とフォーカス

電子フォーカス

各振動子から音を出すタイミングを変えて湾曲した平面波を作る

全ての音が同じ時刻にフォーカス位置に届く

フォーカス位置

26

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
ADVANCED ULTRASOUND

音速とフォーカス

送信フォーカスと受信フォーカス

送信フォーカス1段が受け持つ距離は長い。
⇒ フォーカスが強くはない

受信フォーカスは、連続フォーカス(デジタル装置)。
⇒ 強力なフォーカス

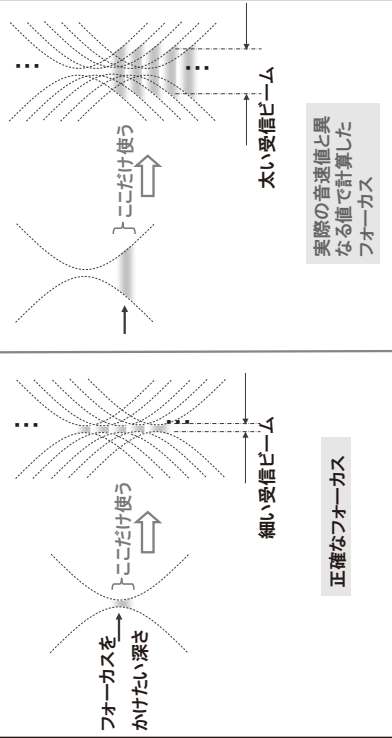
画像を作る上で支配的なのは、受信フォーカス

送信フォーカス 受信フォーカス

27

音速補正について

音速がずれるとなぜエコーが横に広がるのか・・・

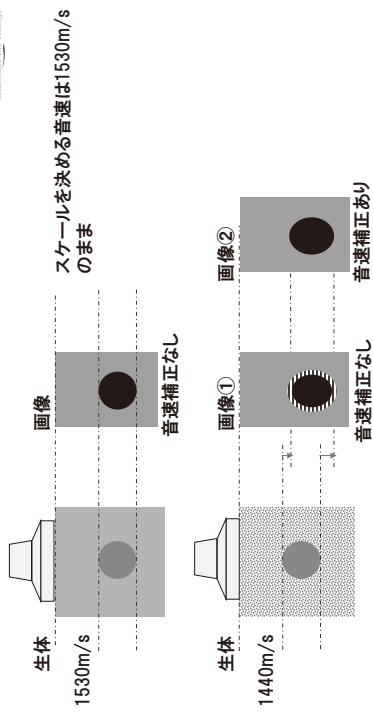


© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved. 33

音速補正について

音速補正と表示歪みの関係



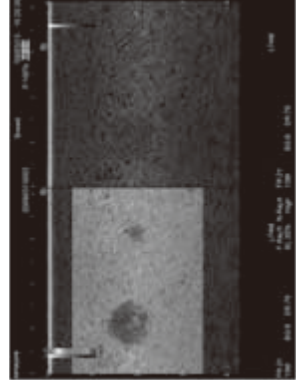
音速補正を行うと、フォーカスは良好になるが、歪は変わらない

音速補正について

受信フォークスの遅延時間補正だけの音速補正では
不十分

↑↑ 速度の差による画像の歪みも補正したい

⇒音速の分布を知りたい
(組織性状を見分ける指標の一つに)



© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved. 35

応用技術 ～ エラストグラフィ

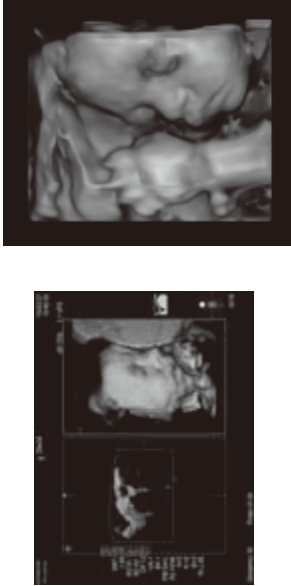
Real-time Tissue Elastography

Real-time Tissue Elastography は株式会社日立メディコの登録商標です。

応用技術 ～3Dエコー～

胎児3Dエコー

母親へのわかりやすさ

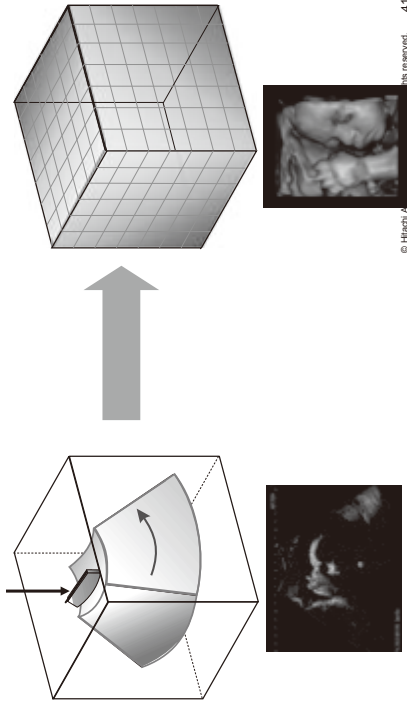


HITACHI Inspire the Next
ALOKA

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved. 40

応用技術 ～3Dエコー～

超音波の断層画像を立体(3D)化する



HITACHI Inspire the Next
ALOKA

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved. 41

応用技術 ～3Dエコー～

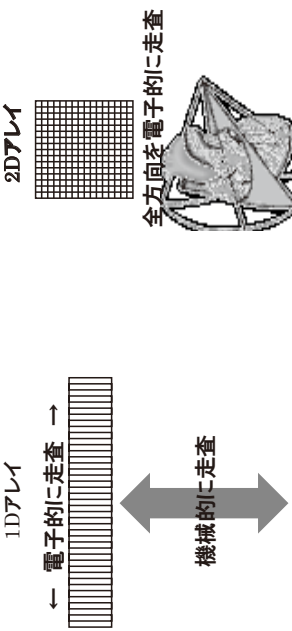
心臓のエコーを3D化したい
拍動する心臓の3Dは、メカニカル走査では間に合わない

1Dアレイ
← 電子的に走査 →

2Dアレイ

全方向を電子的に走査

機械的に走査



HITACHI Inspire the Next
ALOKA

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved. 42

3Dエコーと計測精度

断面で計測を行うことの限界

断面の選択を検査者の技量に委ねている

断面積・・・本当に最大径を測っているのか？



HITACHI Inspire the Next
ALOKA

© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved. 43

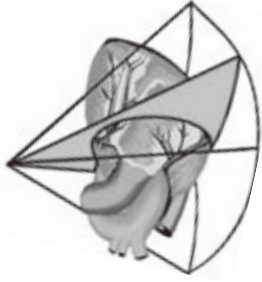
3Dエコーと計測精度

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
Hitachi ALOKA Medical Corp.

3Dによる検査者依存の解決方法
対象全体を取り込んでしまえば
最大径がどこかを自動的に判定できる

2Dアレイのプロローブが普及すれば...



© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

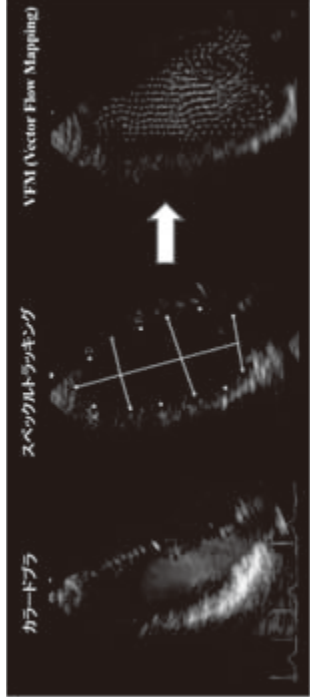
44

応用技術 ～VFM (Vector Flow Mapping)

HITACHI
Inspire the Next

ALOKA
Hitachi ALOKA Medical Corp.

血流の方向を可視化する技術
カラードプラーと壁運動の情報から、血流方向を推測する。



© Hitachi Aloka Medical, Ltd. 2015. All rights reserved.

45

HITACHI
Inspire the Next

- 22 -

分析計測標準研究部門の概要

分析計測標準研究部門 野中 秀彦

国立研究開発法人 産業技術総合研究所(産総研)は、日本の産業を支える「エネルギー・環境」、「生命工学」、「情報・人間工学」、「材料・化学」、「エレクトロニクス・製造」、「地質調査」、「計量標準」という7つの領域の研究開発を行う、我が国最大級の公的研究機関です。「計量標準」は5つのユニットからなる計量標準総合センターを母体とし、その中の1ユニットである分析計測標準研究部門は、3つの標準グループ(Standard Group)と5つの計測グループ(Measurement Group)が一体となって(表1)、計量標準の開発・維持・供給と先端計測分析技術の活用により研究開発・製造の現場で生じる課題の解決を目指します。

より具体的に、標準グループは、医療用リニアックを用いた治療レベル線量標準、食品の放射能測定、環境騒音の低減に資する標準などに代表される、医療の信頼性、分析・検査産業の発展を支える放射線・放射能・中性子・音響・超音波に関連する国家計量標準の整備と普及を行います。一方、計測グループは、ナノ材料の評価等に必要な微細構造解析と製品や施設など構造物の非破壊検査のために、陽電子、X線、レーザー光やイオン、超音波などをプローブとした先端計測、評価、分析および検査技術の研究開発を行います。当研究部門は分析・検査産業等を通じて、これらの分析と計測に関する標準と先端技術を普及し、より豊かで安全な社会の構築に貢献します。

なお、当研究部門のパンフレットには、各グループの概要、研究テーマ、産業界との連携、主な装置や計測技術、および研究部門としての活動内容が記載されていますので、そちらもご参照ください。

表1. 分析計測標準研究部門に属する研究グループの一覧。

研究グループ名	*	研究内容	主な応用分野
音響超音波標準研究グループ Acoustics and Ultrasonics S.G.	6	音響標準と超音波標準の研究開発と維持供給、関連する精密計測技術の研究開発。	音響機器、 医用超音波
放射線標準研究グループ Ionizing Radiation S.G.	6	放射線に関わる計量標準の開発・維持・供給および関連する計測技術の開発。	医療用放射線、 構造解析
放射能中性子標準研究グループ Radioactivity and Neutron S.G.	7	放射能および中性子に関わる計量標準の開発・維持・供給、および関連する計測技術の開発。	
X線・陽電子計測研究グループ X-ray and Positron M.G.	5	X線および陽電子をプローブとした計測技術の研究開発。	材料評価、 構造解析
ナノ顕微計測研究グループ Nanoscopic M.G.	7	電子線やイオンビーム等をプローブとしたナノ領域の計測技術の研究開発。	
放射線イメージング計測研究グループ Radiation Imaging M.G.	11	放射線をプローブとした可視化計測技術の研究開発。	インフラ診断
非破壊計測研究グループ Non-destructive M.G.	10	超音波等を用いた画像解析による非破壊計測技術の研究開発。	ナノ材料評価、 環境測定
ナノ分光計測研究グループ Nanoscale Spectroscopic M.G.	6	レーザー光等を用いたナノ領域の分光計測技術の研究開発。	

*カラムの数字は常勤研究職員数

計量標準総合センター 分析計測標準研究部門

社会安全・安心に向けた先端計測技術の開発

非破壊計測研究グループ

- レーザー超音波を利用した探傷可視化技術の開発
- モアレ縞を利用した変位ひずみ分布計測法の開発

超音波の可視化による探傷

トラス構造を利用した橋梁のたわみ計測

可搬型X線

個人向け放射線線量計

- 超小型X線源によるその場非破壊検査
- 電池寿命1年の個人向け放射線線量計の開発

放射線イメージング計測研究グループ

後方散乱X線を用いた構造物の検査

- 可搬型電子加速器を使ったインフラ診断
- 非破壊イメージング技術

5

計量標準総合センター 分析計測標準研究部門

新材料開発を支える計測・評価技術の開発

X線・陽電子計測研究グループ

陽電子消滅法による先端材料中のナノ空洞のサイズ・分布の評価

Low- β 線の空洞サイズ vs 陽電率

高密度短パルス陽電子ビームライン

ナノ顕微計測研究グループ

電顕による生体内ナノ物質の分析 質量分析による構造解析

- ナノ材料のイメージング・微量検出技術の開発
- ナノ材料計測の国際標準化の推進

フェムト秒速度吸収分光システム

- 透過吸収分光法による新材料の機能発現機構の解明
- 光の反射・干渉の高度制御技術の開発

量子化技術の確立

6

計量標準総合センター 分析計測標準研究部門

独自開発の最先端・革新的計測機器・手法の利用公開

つくばイノベーションナノテクノロジー拠点(TIA-nano)

- 先端機器共用イノベーションプラットフォーム(IBECS)
- 文部科学省事業ナノテクノロジープラットフォーム
- 微細構造解析プラットフォーム

ANCFで検索

超伝導分析機器

放射光分光元素分析装置 (放射線)

質量分析 (分子)

放射光分光元素分析装置 (放射線)

質量分析 (分子)

ナノ表面分析機器

表面プロファイル計測機

原子力分光装置

原子力分光装置

陽電子交絡測定 (ナノ単位)

陽電子交絡測定 (ナノ単位)

放射線測定器とビーム分析装置 測定方法の例

7

計量標準と計測分析の融合

医療現場

医療用 量子ビーム装置

計量標準

先端計測技術

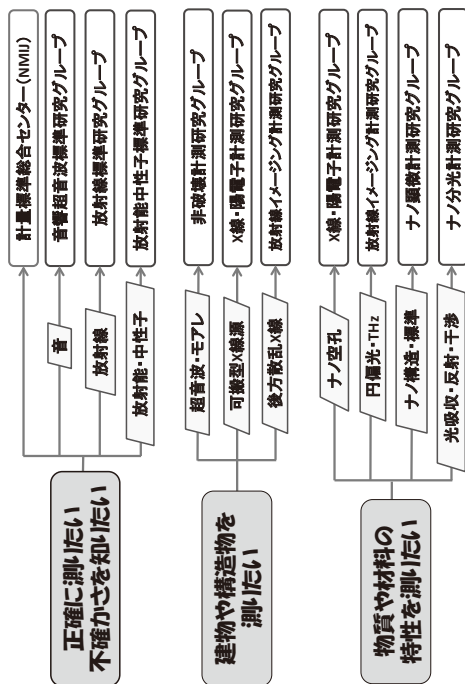
新開発検出器

小型量子ビーム源

ビーム線量標準の開発と線量の評価

8

產總研 分析計測標準研究部門



9

ご清聴ありがとうございました。

超音波に関する計測標準技術

音響超音波標準研究グループ 吉岡 正裕、内田 武吉、松田 洋一、堀内 竜三

要旨

産業技術総合研究所 計量標準総合センターにおいて、医用超音波機器の性能・安全性評価に資することを目的に研究開発と供給を行っている超音波計測標準について報告する。超音波パワー校正では、0.1 mW～15 W(超音波周波数 0.5 MHz ～ 20 MHz)を天秤法、15 W～100 W(1 MHz～3 MHz)をカロリメトリ法により、超音波音圧計測に用いるハイドロホンの感度校正では、周波数帯域 0.1 MHz～1 MHz を相互校正法、0.5 MHz～40 MHz をレーザ干渉法により、それぞれ標準供給するシステムを開発した。また、超音波診断装置の性能・安全性評価のために計測が求められる、超音波音場の特性を表す 3 種類の超音波音場パラメータを、ハイドロホンの平面走査により校正している。この校正の周波数帯域は 0.5 MHz～20 MHz である。今後も治療用超音波の高出力化、超音波診断機器の高分解能化に伴う広帯域化に対応できるよう、校正範囲を拡張していく予定である。

1. はじめに

超音波を用いた診断や治療の技術は、今や医療において不可欠となっている。診断や治療に用いる医用超音波機器の性能や安全性を確保するには、機器から照射される超音波の音場特性を水中で定量計測することが必須である。超音波を用いた診断・治療は、その効果を高めるために超音波を高出力化しているが、一方で安全性確保も考慮する必要がある。医用超音波機器の出力を最適化するための超音波音場の計測においても、超音波計測標準は重要な役割を果たすと考えられる。このため産業技術総合研究所 計量標準総合センター (NMIJ) では、超音波音場計測の定量的な基準となる計測標準や関連する計測技術の研究開発を行ってきた¹⁻⁸。NMIJ で開発した超音波パワー標準、超音波音圧標準 (ハイドロホン感度)、ならびに超音波音場パラメータ標準について報告する。

2. 超音波パワー標準

超音波パワーは、ある面を通過する超音波の単位時間当たりのエネルギー (単位 W) である。医用超音波機器の音源の振動面における超音波パワーは、機器の超音波出力を評価するために不可欠な計測値である。この出力計測に用いる基準超音波振動子に超音波パワーを値付けするため、NMIJ では天秤法による 1 mW～15 W (超音波周波数 0.5 MHz～20 MHz) の校正システムを開発した^{1,9}。図 1 に示したシステムの上部にある電子天秤より、吸音材の受圧板を水槽内に吊り下げる。基準振動子からこの受圧板に向けて超音波を照射すると、それにより生じた放射力のため、電子天秤による質量計測値が変化する。超音波照射の有無による質量計測値の差から求めた放射力と伝搬媒質である水の音速の積として、超音波パワーが算出される。

近年、超音波を用いた治療技術の高度化に伴い、医用超音波の出力が高くなる傾向にある。そのため、より高い出力を計測するための超音波パワー標準が求められている。しかし、超音波照射による発熱のため、受圧板が損傷することから、高出力超音波パワー校正に天秤法は使用できない。そこで、100 W まで校正可能な、カロリメトリ法による校正システムを新たに開発した⁵。カロリメトリ法は、伝搬に伴う超音波の吸収減衰により生じた水の温度上昇から超音波パワーを校正する。その原理上、反射に伴い超音波が水槽壁に透過すると校正の不確かさが大きくなる。また、水槽内外での熱交換や、超音波振動子が駆動用電気信号により発熱することも防ぐ必要がある。これらの要求を満たすため作成した水槽と基準振動子を図 5 に示す。

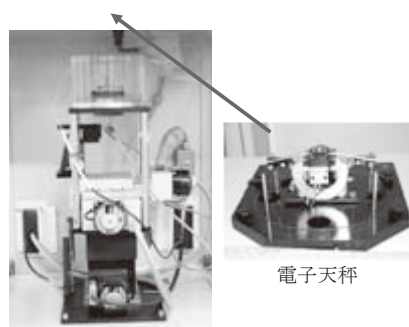


図 1. 天秤法による 1 mW～15 W 用超音波パワー校正システム。

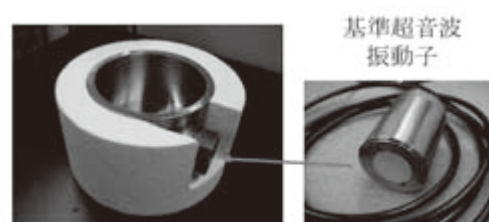


図 2. カロリメトリ法による 15 W～100 W 用高出力超音波パワー校正システム。

3. 超音波音圧標準

音圧とは、超音波により生じる静圧からの圧力変動（単位 Pa）である。水中で超音波音圧を計測するために用いられるハイドロホン、超音波音圧を電圧に変換するデバイスであり、医用超音波機器の超音波音場計測に多く利用されている。そのため変換係数である感度(単位 V/Pa)の精密校正が不可欠である。

我々は相互校正法によるシステムを開発し 100 kHz から 1 MHz の範囲で標準供給している^{7,10}。開発したシステムを図 3 に示す。超音波振動子は音源としてのみでなくハイドロホンとして用いることもできる。音源として用いた場合の送波電流感度（単位 Pa·m/A）と、ハイドロホンとして用いた場合の受波電圧感度の比が、振動子の特性に依存せず水の密度と超音波周波数で決まる場合、その超音波振動子は相反性を有する。相互校正法では送波電流感度、受波電圧感度ともに未知の 3 つの超音波デバイス、すなわち相反性を有する振動子、被校正ハイドロホン、音源となる超音波振動子の組み合わせを変えて、3 通りの超音波送受波を行い、それぞれの入力電流と出力電圧振幅を計測する。これらの計測値と前述の相反性の関係式から、被校正ハイドロホン感度が算出される。

相互校正法は超音波振動子やハイドロホンとの超音波送受波のみで感度の絶対校正が可能な方法はあるが、原理上球面波音場を用いる必要があるため、高い周波数での感度校正は困難である。広帯域化している医用超音波の計測に対応するためには 1 MHz 以下の周波数での感度校正も必要ではあるが、医用超音波として最もよく利用される数 MHz～十数

MHz まで対応することはできない。

そこで、0.5 MHz～40 MHz の範囲では、図 4 に示すレーザ干渉法によりハイドロホンの感度を校正するシステムを開発した^{2,3,6,11}。ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムに金を蒸着した薄膜に超音波を照射した際の振動振幅をレーザ干渉計により測定し、音圧振幅を算出する。次に薄膜とハイドロホンを入れ換えて、超音波受波時のハイドロホン出力電圧振幅を計測する。これら電圧、音圧振幅計測値の比からハイドロホン感度が得られる。

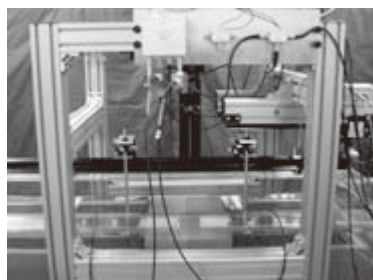


図 3. 周波数帯域 0.1 MHz から 1 MHz 用ハイドロホン感度相互校正システム。



図 4. 周波数帯域 0.5 MHz～40 MHz 用レーザ干渉法によるハイドロホン感度校正システム。

4. 超音波音場パラメタ標準

医用超音波機器の製造・販売事業者は、自社製品の性能や安全性を IEC 規格に準じて客観的に評価する必要がある。このため、感度校正されたハイドロホンをを用い、自社製品による超音波音場の特性を幾つかのパラメタとして計測する。事業者による超音波診断装置の評価結果の信頼性確保に資するため、NMIJ は自ら感度校正したハイドロホンを平面走査することにより、基準振動子から生じる超音波音場の、0.5 MHz～20 MHz のピーク負音圧(単位 Pa)、空間ピーク時間平均強度(単位 W/cm^2)、-6 dB 領域の空間平均時間平均強度(単位 W/cm^2)という 3 種類の超音波音場パラメタを校正するシステムを開発した^{4,12,13}。ピーク負音圧とは、音圧波形における負の瞬時ピーク値、時間平均強度とはある点を通過する超音波の単位時間、単位面積当たりのエネルギーである。事業者は、基準振動子の超音波音場の計測値を校正値と比較することで、計測結果の妥当性を確認できる。

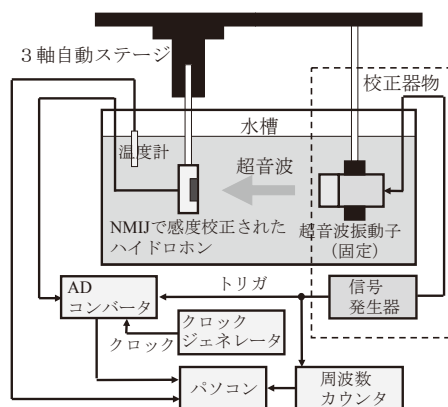


図 5. 超音波音場パラメタ校正のブロック図。

5. まとめ

NMIJ では、超音波パワー、超音波音圧（ハイドロホン感度）、超音波音場パラメタの 3 種類の超音波計測標準を供給している。それらの校正方法、校正範囲と不確かさをまとめ表 1 に示す。今後も治療用超音波の高出力化、超音波診断機器の高分解能化に伴う広帯域化に対応できるよう、超音波パワー標準は校正範囲を 200 W まで、ハイドロホン感度校正は校正周波数帯域を 0.05 MHz～100 MHz に拡張していく予定である。また、広帯域超音波の精密計測に不可欠なハイドロホン感度の位相特性の校正技術開発についても検討を進める。超音波音場パラメタ校正では、超音波物理療法機器の性能や安全性評価にも対応するため、有効放射面積とビーム不均等率を校正するシステムを開発する予定である¹⁴。

表 1. NMIJ で供給している超音波計測標準の校正範囲と不確かさ（ p_R はピーク負音圧， I_{SPTA} は空間ピーク時間平均強度， I_{SATA} は-6 dB 領域の空間平均時間平均強度の各校正値を示す）。

種類	校正方法	校正範囲	相対拡張不確かさ (信頼の水準約 95 %)
超音波パワー	天秤法	1 mW - 500 mW(15 MHz - 20 MHz) 1 mW - 15 W(0.5 MHz - 15 MHz)	5 % - 12 %
	カロリメトリ法	15 W - 100W(1 MHz - 3 MHz)	9 %
ハイドロホン 感度	相互校正法	100 kHz - 1 MHz	10 % - 13 %
	レーザ干渉法	0.5 MHz - 40 MHz	6.1 % - 17 %
超音波音場 パラメタ	平面走査法	0.5 MHz - 20 MHz	p_R 7 % - 10 % I_{SPTA} 14 % - 20 % I_{SATA} 14 % - 21 %

¹ T. Kikuchi, S. Sato, M. Yoshioka, Jpn. J. Appl. Phys. **41**, 3279 (2002).

² M. Yoshioka, T. Kikuchi, S. Sato, J. Lightwave Technol. **23**, 2112 (2005)

³ 吉岡 正裕, 産総研計量標準報告, **5**, 189 (2006).

⁴ M. Yoshioka, T. Kikuchi, Jpn. J. Appl. Phys. **50**, 07HC16 (2011).

⁵ T. Uchida, T. Kikuchi, Jpn. J. Appl. Phys. **52**, 07HC01 (2013).

⁶ Y. Matsuda, M. Yoshioka, T. Uchida, Mater. Trans. **55**, 1030 (2014).

⁷ 吉岡 正裕, 超音波テクノ, Vol. **26**, No. 6, 87 (2014).

⁸ 吉岡 正裕, 高橋 弘宜, 松田 洋一, 内田 武吉, 山田 桂輔, 堀内 竜三, 日本超音波医学会基礎技術研究会資料 Vol. **2014**, No. 5, 1 (2014).

⁹ IEC 61161 Ed. 3.0:2013.

¹⁰ IEC 60565 Ed. 2.0:2006.

¹¹ IEC 62127-2 Ed. 1.1:2013.

¹² IEC 62359 Ed. 2.0:2010.

¹³ IEC 62127-1 Ed. 1.1:2013.

¹⁴ IEC 61689 Ed. 3.0:2013.



超音波に関する計測標準技術

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 分析計測標準研究部門
音響超音波標準研究グループ
吉岡 正裕、内田 武吉、松田 洋一、堀内 竜三

国立研究開発法人 産業技術総合研究所



超音波計測標準

計測の対象

数10 kHz ～ 数10 MHzの周波数帯域の、
水中を伝搬する超音波

計測を求められる分野

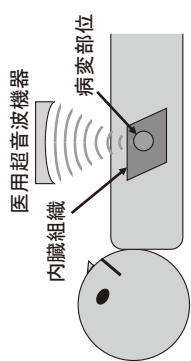
- ・ 診断・治療（医用超音波機器）
- ・ 産業応用（電子、光学部品の超音波洗浄等）

国立研究開発法人 産業技術総合研究所



医用超音波機器における 超音波計測の必要性

- ・ 国際規格に適した性能、安全性評価
- ・ 診断、治療の効果と安全性の最適化



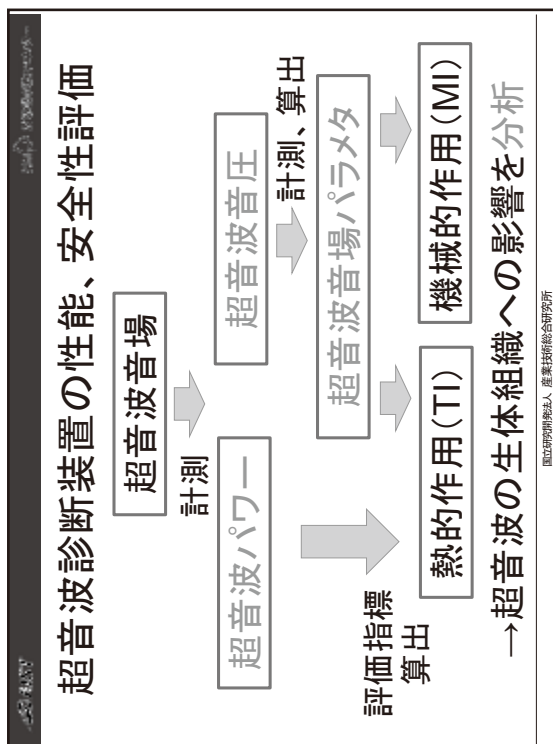
国立研究開発法人 産業技術総合研究所



産総研 計量標準総合センターで 供給している超音波計測標準

- ・ 超音波パワー
- ・ 超音波音圧
- ・ 超音波音場パラメタ

国立研究開発法人 産業技術総合研究所



超音波パワー標準

超音波パワー：
ある面を通過する超音波の単位時間当たり
のエネルギー(単位 W)

→ 医用超音波機器の音源の振動面における超
音波パワーは、機器の超音波出力を評価す
るために不可欠な計測値

国立研究開発法人 産業技術総合研究所



高出力超音波パワー計測の開発

- ・背景
 - 治療用高出力超音波パワー計測へのニーズの高まり
- ・天秤法の問題点
 - 高出力超音波による受圧板の破損
 - カロリメトリ法による高出力超音波パワー校正システムを開発

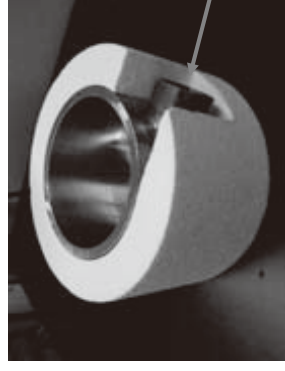
国立研究開発法人 産業技術総合研究所

超音波音圧標準

- 超音波音圧：
- ある点において、超音波により生じる静圧からの圧力変動(単位Pa)
 - 医用超音波機器から生じる超音波音場を特徴づける種々の超音波音場パラメタは、音圧の瞬時波形とその空間分布から算出される
 - 機器の性能・安全性評価のため超音波音圧標準の供給が不可欠

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

カロリメトリ法による 高出力超音波パワー校正



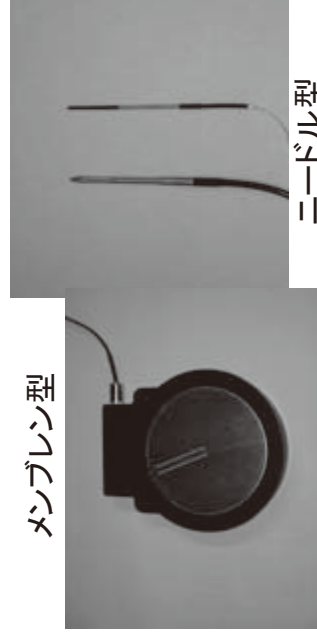
基準超音波
振動子



国立研究開発法人 産業技術総合研究所

◎ハイドロホン感度(単位V/Pa)校正により 超音波音圧標準が供給される

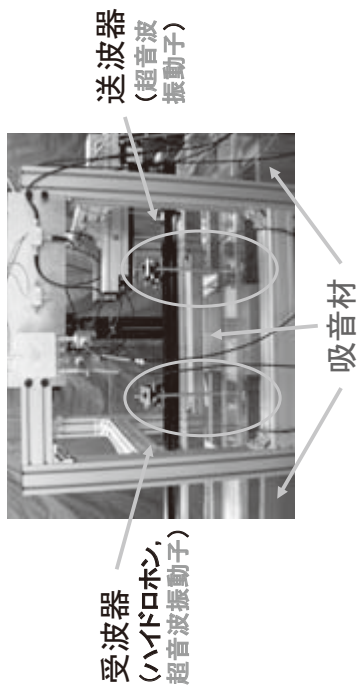
メンブレン型



ニードル型

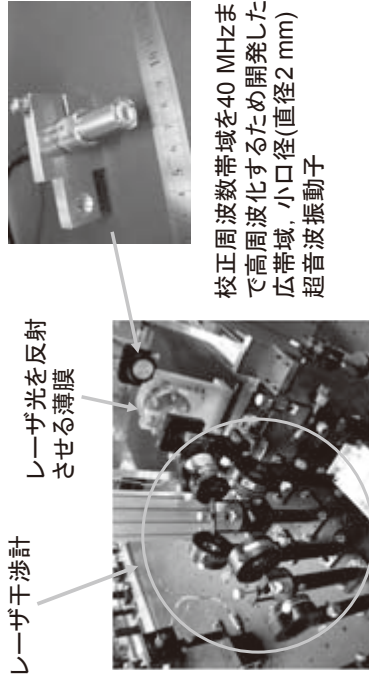
国立研究開発法人 産業技術総合研究所

相互校正法による低周波(1 MHzまで) ハイドロホン感度標準



国立研究開発法人 産業技術総合研究所

レーザ干渉法によるMHz帯域の ハイドロホン感度校正



国立研究開発法人 産業技術総合研究所

超音波音場パラメタ校正

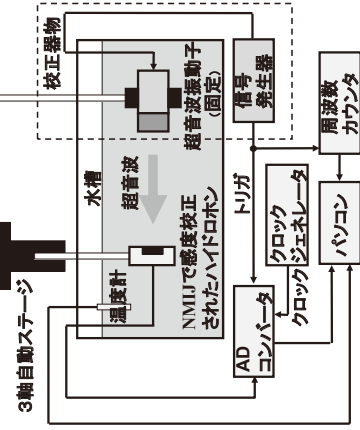
医用超音波機器の製造・販売事業者は、国際規格等に基づく機器の性能・安全性評価の実施を求められる

→ 事業者による超音波音場計測結果の妥当性確認に資する3種類の超音波音場パラメタを基準振動子に値付け

- ピーク負音圧 (単位 Pa)
- 空間ピーク時間平均強度 (単位 W/cm^2)
- 空間平均時間平均強度 (単位 W/cm^2)

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

超音波音場パラメタ校正 システムのブロック図



国立研究開発法人 産業技術総合研究所

種類	校正方法	校正範囲	相対拡張不確かさ (信頼の水準約95%)
超音波 パワー	天秤法	1 mW - 500 mW (15 MHz - 20 MHz)	5 % - 12 %
		1 mW - 15 W (0.5 MHz - 15 MHz)	
ハイドロホン 感度	カロリメトリ法	15 W - 100W (1 MHz - 3 MHz)	9 %
	相互校正法	100 kHz - 1 MHz	10 % - 13 %
超音波音場 パラメタ	レーザ干渉法	0.5 MHz - 40 MHz	6.1 % - 17 %
	平面走査法	0.5 MHz - 20 MHz	p_R 7 % - 10 % I_{SPTA} 14 % - 20 % I_{SATA} 14 % - 21 %

p_R : ピーク負音圧, I_{SPTA} : 空間ピーク時間平均強度,
 I_{SATA} : 空間平均時間平均強度の各校正値

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

今後の標準整備の予定
- 超音波パワー 校正範囲を200 Wに拡張 - ハイドロホン感度 周波数範囲を0.05 MHz～100 MHzに拡張 位相特性の校正技術の研究開発 - 超音波音場パラメタ 有効放射面積、ビーム不均等率を追加

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

超音波を応用した計測分析技術

非破壊計測研究グループ 遠山 暢之

社会インフラ、輸送機、プラントなどの構造物の欠陥検出を行うにあたって、従来の非破壊検査技術では、(1) 複雑形状物体の検査が難しい、(2) 検査に時間がかかる、(3) 欠陥有無の判断が難しい、等の課題がある。これらの課題を解決する検査技術として、レーザー励起超音波の伝搬映像をその場でほぼリアルタイムに計測・解析して、実構造物に内在する欠陥を遠隔で高速検査できるレーザー超音波検査システムの開発を行っている。本システムを各分野における構造部材の欠陥検出に適用した例を報告する。

1. はじめに

社会インフラ診断として、例えば鋼橋のき裂・腐食などの検査には、これまで近接目視検査が広く用いられてきた。しかし、この検査法は次のような欠点を有している。

- ① 点検員が対象物に近接目視するための足場が必要であり、場所によっては足場の設置点検員が対象物に近接目視するための足場が必要であり、場所によっては足場の設置が困難な点検困難箇所がある。
- ② 鋼部材のき裂損傷は塗膜割れの検出により行われるが、実際にはその一部しかき裂が発生しておらず、目視検査のみではき裂の発生を特定できない。
- ③ 表面の傷しか検出できない。塗膜下のき裂の有無を検出できない。
- ④ 溶接継手部等の複雑形状部や狭あい部の傷を検出することが難しい。

本研究では、これらの課題を解決するため、社会インフラ、輸送機、プラントなどの構造物の欠陥検出を従来の超音波探傷手法よりも1桁以上検査時間を短縮でき、欠陥検出の空間分解能も向上できる新たな非破壊検査技術として、レーザー超音波検査システムの開発を行い、各種実機構造部材の欠陥検出への適用試験を進めている。本検査システムを各分野における構造部材の欠陥検出に適用した例を報告する。

2. 研究開発の内容

本検査システムの概略図および装置の写真を図1および図2にそれぞれ示す。パルスレーザーから周期的に発振されたレーザー光を被検体表面に照射すると時間的に急峻な熱ひずみが発生し、非常に微弱ではあるが超音波が励起される。パソコンでレーザーと2軸ミラーおよび高速A/D変換ボードを同期制御し、レーザービームを被検体表面上で格子状に高速走査させながら、固定点に取り付けた受信探触子で超音波を検出する。検出信号は超低雑音増幅器で増幅後、周波数可変フィルタで高周波の電気ノイズや低周波の機械ノイズを除去後、高速A/D変換ボードでデジタル信号に変換されてパソコンに収録される。収録された信号はレーザー励起点から受信探触子に向かう複数の超音波であるが、超音波伝搬の相反性を利用して再構成することにより、あたかも受信探触子から発振される超音波

の伝搬映像が得られる。モニター画面上に超音波可視化映像の動画、静止画および最大振幅画像を表示し、欠陥による画像の乱れから欠陥を検出・評価する。本手法は励起側のレーザーを走査しているので、レーザーの照射角度や焦点距離を一定に保持する必要がなく、三次元任意形状物体を伝わる超音波の伝搬映像を短時間に得ることができる。

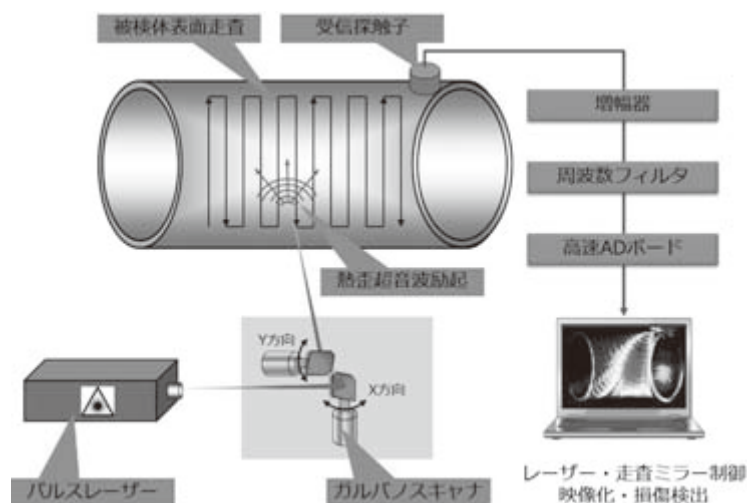


図 1. レーザー超音波検査装置のシステム構成図。



図 2. レーザー超音波検査システムの写真。

3. 研究開発の成果

開発したレーザー超音波検査装置を用いて、検査体を高速レーザー走査することによって検査体を伝わる超音波の動画映像をほぼリアルタイムに観察することができる。図3のように欠陥のあるところからは波紋が生じたり、図4のように進行波に乱れが生じたりするので、動画映像を観察することによって超音波検査の専門家でなくとも、欠陥を容易に

検出することができる。レーザー走査は、ガルバノスキャナーを利用した非接触高速走査なので、複雑形状物でも容易にかつ迅速に検査を行うことが可能である。また、従来の装置にはないユニークな機能として、超音波動画映像に検査品の写真画像をスーパーインポーズしてリアリティのある超音波映像にする機能や、レーザー走査条件や超音波受信条件を自動設定する機能、簡易検査報告書を作成する機能、欠陥検出を容易にするための画像処理機能（図5）、欠陥を自動検知する機能（図6）についても併せて付与し、利便性に優れた装置となっている。

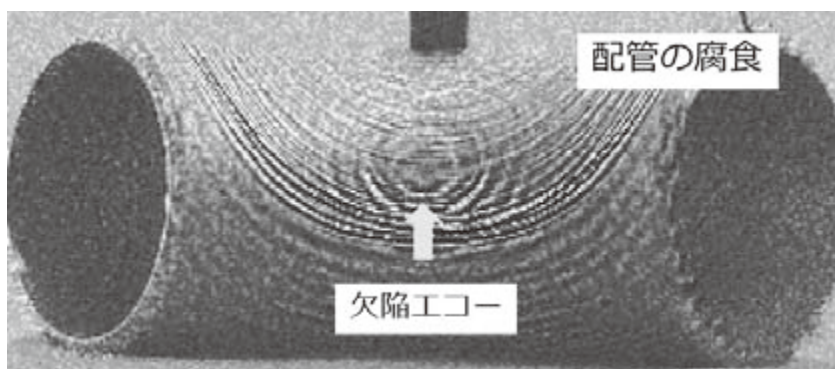


図3. 配管の腐食検出例。

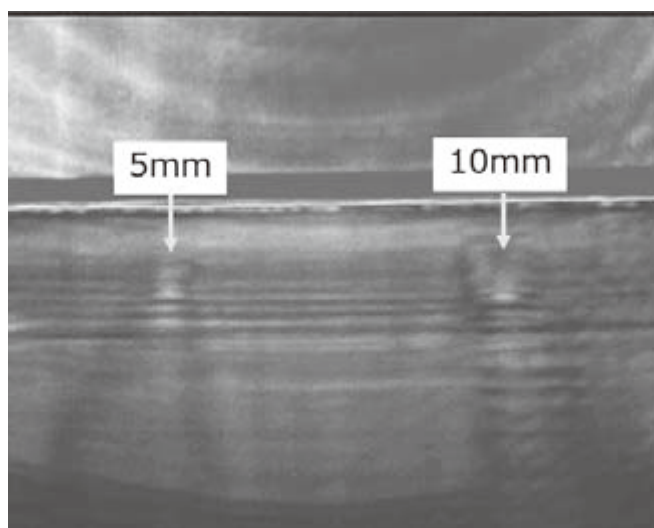


図4. CFRP/アルミニウム接着界面の欠陥検出例。

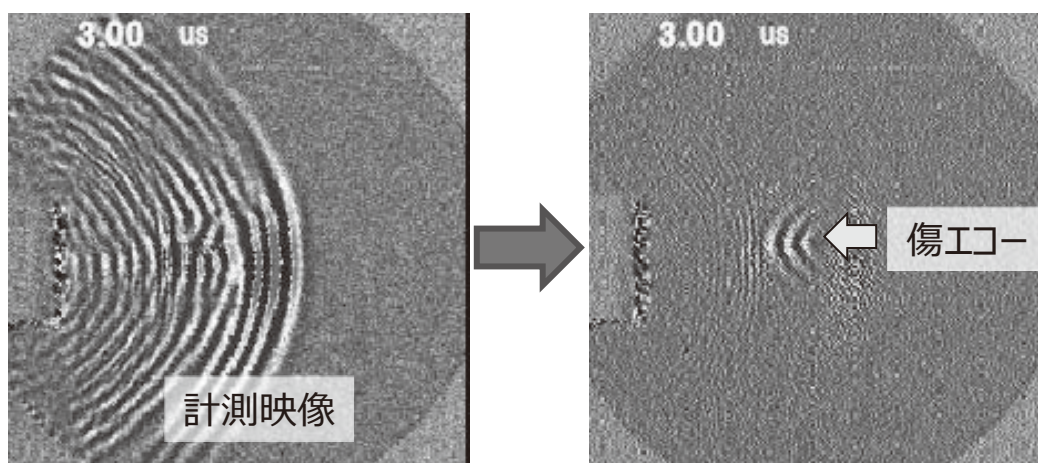


図 5. 画像処理による欠陥エコーの鮮明化の例。

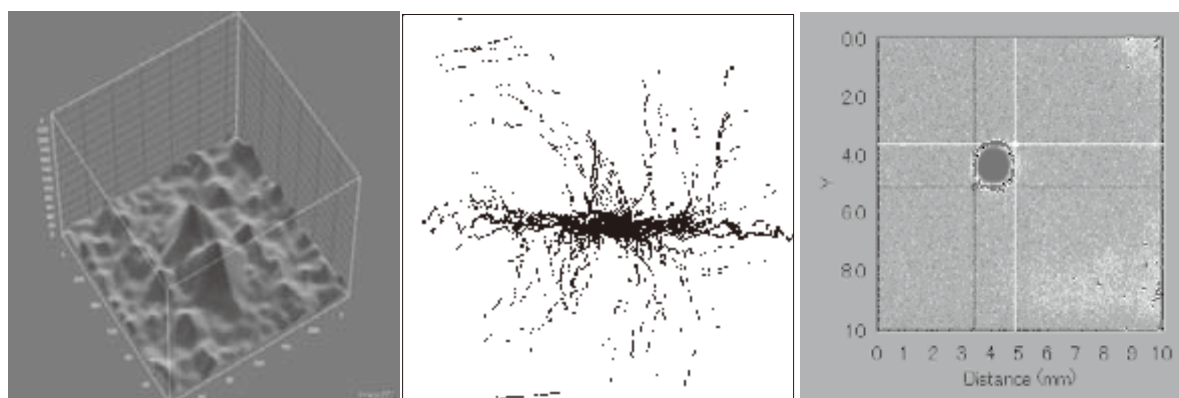


図 6 . 欠陥エコーを自動認識し、欠陥評価を行う画像解析機能の例。

4. まとめ

開発したレーザ超音波検査装置は、金属、セラミックス、樹脂、複合材料等のき裂、腐食、ボイド、剥離等の非破壊検査に有効であり、プラント配管、航空機・自動車等の輸送機、燃料電池の水素タンク、インフラの鋼橋など幅広い分野での適用が期待できる。

謝辞

本研究の一部は、総合科学技術・イノベーション会議の SIP（戦略的イノベーション創造プログラム）「レーザ超音波可視化探傷技術を利用した鋼橋の劣化診断技術の開発」（管理法人：JST）によって実施したものである。

2015/09/04 JASIS 2015 コンファレンス
産総研 分析計測標準研究部門 第1回シンポジウム

超音波を応用した計測分析技術

ー レーザー超音波伝搬の映像化による新しい非破壊検査技術 ー

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
分析計測標準研究部門
非破壊計測研究グループ
遠山 暢之

産業技術総合研究所

産業技術総合研究所

講演内容

- 研究開発の背景
- レーザー超音波可視化技術の概要
- レーザー超音波可視化探傷技術の開発
- 各種産業分野の非破壊検査への適用例
- 規格化と製品化
- 今後の課題と展開

産業技術総合研究所

産業技術総合研究所

非破壊検査の重要性

自然災害、人為的ミス
老朽化（経年劣化、疲労）

定期検査による欠陥の早期発見

直接的な人命被害
社会不安
経済的ダメージ
企業イメージの低下

定期検査中の航空機

原子炉冷却材再循環系配管の検査

非破壊検査

産業技術総合研究所

産業技術総合研究所

各種非破壊検査法

欠陥の検出

発生後

発生中

ひずみ・変位測定 ひずみゲージ 光ファイバ サンプリングモアレ

産業技術総合研究所

超音波探傷法の問題点

1. 複雑形状物体の検査が難しい
2. 検査に時間がかかる（手動走査、要接触媒質）
3. その場検査が困難（水浸）
4. 欠陥検出精度が悪い
5. 欠陥判定にかなりの専門性が必要

非破壊検査で主に用いられる波動

超音波探傷法による非破壊検査技術

レーザー超音波可視化探傷法による非破壊検査技術

複雑形状の実構造物に内在する欠陥をその場で、非接触で、高速で、高精度に検査できる超音波検査システムの開発

複雑形状部位の超音波探傷では反射波、回折波およびモード変換した波が干渉しながら伝播するため、得られた信号の解釈が極めて困難

➔

任意形状物体を伝搬するレーザー励起超音波を映像化する技術を開発

超音波探傷法による非破壊検査技術

開発技術のポイント

従来の可視化技術

- シュリーレン法 : 透明物体のみに適用可
- 光弾性法 : 透明物体のみに適用可
- 受信プローブ走査法 : 平面物体のみに適用可

計測が面倒で時間がかかる

➔

新技術

励起レーザー走査法

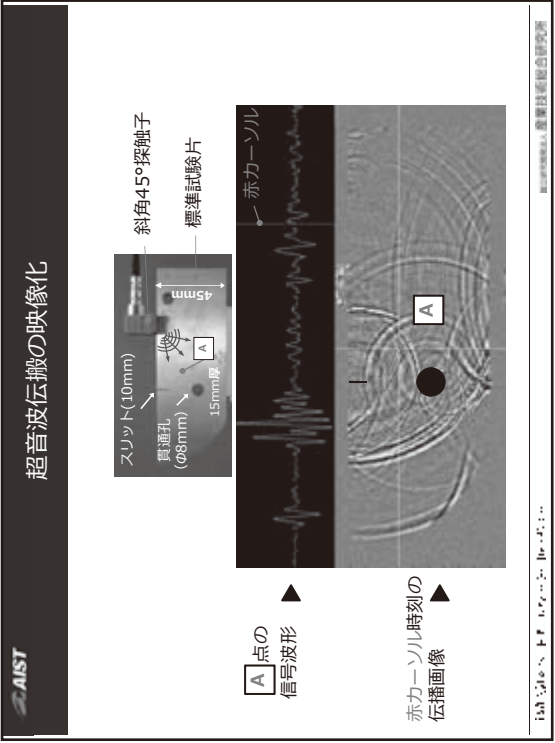
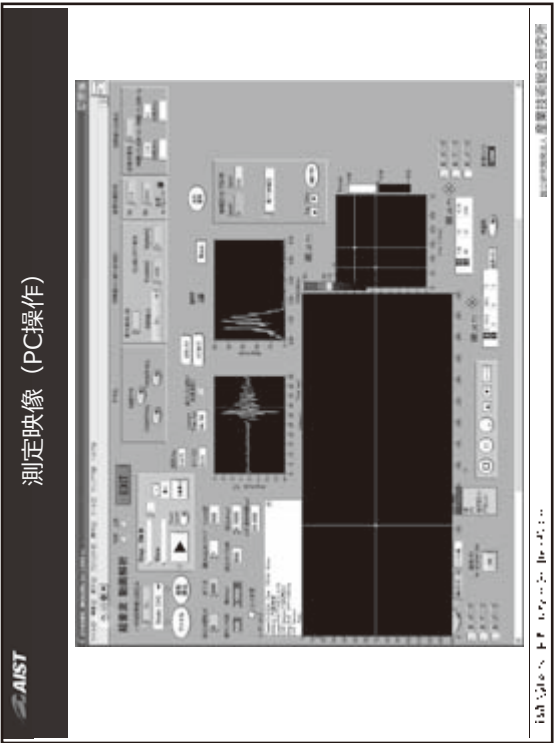
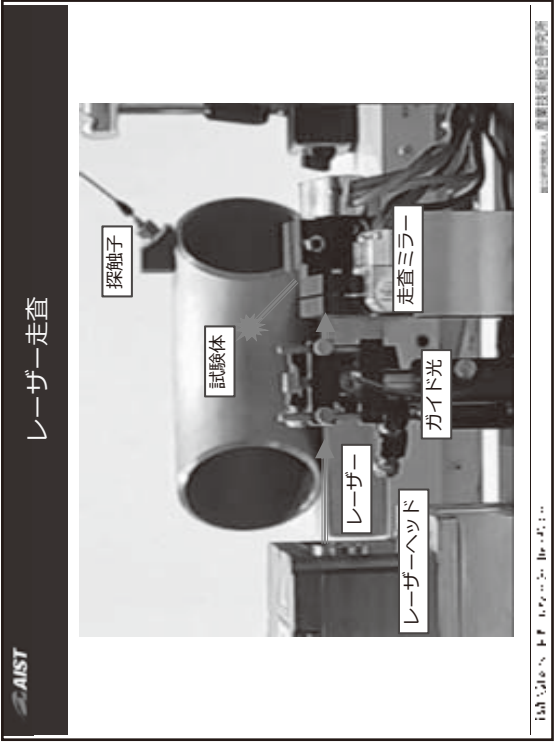
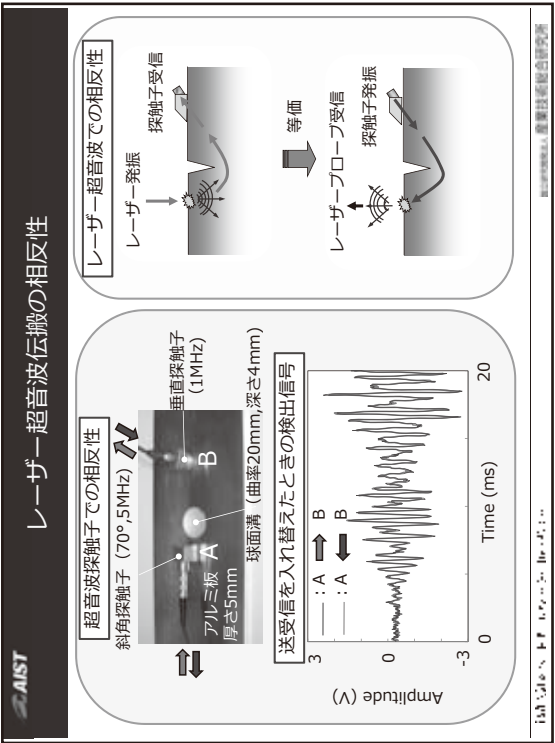
被検体形状、計測時間、可搬性、操作性
実構造物材に適用できる初めての技術

超音波探傷法による非破壊検査技術

レーザー超音波伝搬可視化技術の概略

超音波伝搬の相長性を利用して、励起側の走査で受信点から発振される超音波の伝搬映像を計測する。

超音波探傷法による非破壊検査技術



各種画像処理による探傷機能の付与

▼ アルミ平板・裏面スリットき裂からの散乱エコー

▼ SUS溶接部の表面スリットき裂

レーザー超音波可視化探傷システムの開発

特許名 超音波伝搬の検律化方法及び装置
 特許登録番号 第 4 5 9 5 1 1 7 号
 発明者 高井祐治、瀬田浩、遠山隆之
 出願人 国立研究開発法人産業技術総合研究所

可視化範囲：視野角55°以内
 被検体までの距離：0.1~2m
 走査速度：最大2kHz
 レーザ：YAG (1064nm)
 レーザ出力：最大2mJ
 パルス幅：1.6ns
 超音波透過板厚：0~100mm (金属)
 検出可能欠陥サイズ：0.2mm (5mm厚金属)

レーザー超音波可視化探傷測定機

AIST

各種産業分野への適用例（電子部品・デバイス関連）

Scanning electron micrograph (SEM) showing a surface with a regular grid of small, circular features. A white rectangular box highlights a specific area in the center of the grid.

サンプルサイズ

20 × 20 × 0.75mm

センサ：10MHz、垂直

走査範囲：12 × 12mm

計測時間：20秒

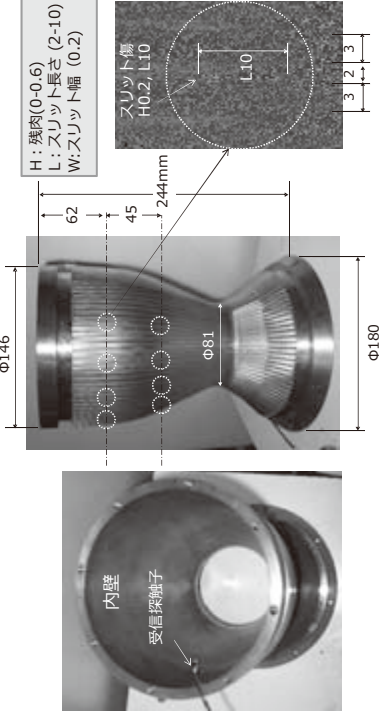
Scanning electron micrograph (SEM) of a chip. A white rectangular label is placed over a central feature. The label contains the text '埋め込みコンデンサ・チップ' and '600 × 300μm'. Three black arrows point upwards from the bottom edge of the image towards the chip.

埋め込みコンデンサ・チップ

600 × 300μm



各種産業分野への適用例（宇宙関連）



液体ロケット燃焼器模擬試験体と模擬き裂





レーザ走査ビデオ



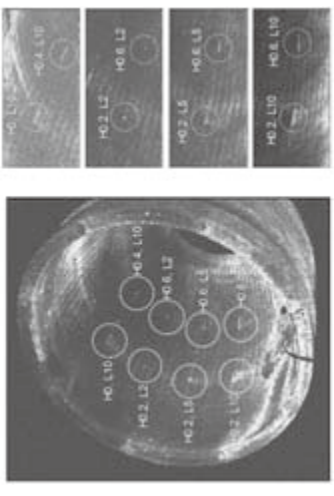
燃焼器外部からの走査

燃焼器内部からの走査





模擬き裂検出結果（外部からの走査）



全体画像
走査時間：200秒
長さ2mm、残肉約半分の深さの模擬き裂の検出に成功

詳細画像
走査時間：各80秒





各種産業分野への適用例（航空機関連）



ボーイング B787
複合材料が50%構造重量を占める（120t→100t）
一機当たりの炭素繊維の使用量30トン
Al合金20%、Ti合金15%、銅鉄10%
燃費20%向上を達成

航空機主翼構造



CFRP積層板の人工剥離検出

CFRP積層板内部の人工層間剥離検出

産総研技術移転センター 産業界共同研究

鋼橋検査（インフラ関連）への適用

産総研技術移転センター 産業界共同研究

超音波伝搬の映像化方法の規格化

一般的にはなじみがない方法のため、JIS化ではなく
TS（標準仕様書）化を目指した検証を実施

外部委員9名からなる規格化検討委員会を構成してTS原案を作成

日本工業標準調査会鉄鋼技術専門委員会の承認

「励起用レーザー走査による超音波伝搬の映像化方法」 TS Z0028

産総研技術移転センター 産業界共同研究

レーザー超音波可視化検査装置の製品化

産総研技術移転センター つくばテクノロジー（株）

産総研技術移転センター 産業界共同研究

[illegible]

Figure 1 shows a close-up of a metal surface with a circular feature. A white arrow points from a label '第一工段' (First Stage) to the feature.

完全非接触計測で磚子の実き裂工口を可視化

非接触式

工口



レーザー受信器を利用した完全非接触しーザー超音波鋼橋検査システム



あつち

レーザ超音波可視化探傷法を独自開発し、各種産業分野の実構造物材の非破壊検査に適用試験を進め、規格化および製品化を行った。

謝活卒

本研究の一部は、総合科学技術・イノベーション会議のSIP（戦略的イノベーション創造プログラム）「レーザー超音波可視化探傷技術を利用した鋼橋の劣化診断技術の開発」（管理法人：JST）によって実施したものである。

量子線、放射線に関する計測標準技術

放射線標準研究グループ 齋藤 則生、黒澤 忠弘、森下 雄一郎、加藤 昌弘
田中 隆宏、清水 森人

放射線標準研究グループでは、医療および産業に必要な放射線(ガンマ線、X 線、ベータ線など)の線量標準を開発している。また、放射線検出器の評価技術や放射線利用機器の安全性評価技術を提供している。以下いくつかのトピックについて紹介する。

1. 空間線量・個人線量の標準および計測技術¹

当グループでもっとも広く利用されている標準は、サーベイメータや個人線量計を校正するための標準である。 γ 線はグラファイト壁空洞電離箱(図 1)、X 線は平行平板形自由空気電離箱(図 2)、 β 線は外挿電離箱を国家標準器としている。これらの国家標準器と γ 線、X 線、 β 線の照射施設により、校正機関の標準器の校正や放射線検出器の試験などを行っている。

東日本大震災以後、サーベイメータなどの試験のために $0.2 \mu\text{Sv/h}$ 程度の非常に低線量率の γ 線標準が必要とされ、図 3 に示した低線量率 γ 線校正システムを開発した。現在、本システムを用いて、各種計測器の試験を行えるようになった。

これらの標準・計測技術は、放射線検出器の校正のみならず、放射線検出器の特性を評価するためにも、利用している。

2. マンモグラフィ診断の安心のための標準および計測技術²

マンモグラフィ診断装置は、CT や一般レントゲン撮影装置と異なった X 線発生装置を用いるため、専用の標準が必要とされる。そこで、当グループでは、マンモグラフィ X 線用の標準を構築し、診断装置の精度管理に貢献している。図 4 に校正施設の写真を示した。図中のマンモグラフィ X 線と示されている容器内には、Mo、Rh および W アノードの 3 種類の X 線管を装備して、Mo/Mo 線質以外に Mo/Rh、Rh/Rh、W/Rh、W/Ag、W/Al 線質が利用でき、マンモグラフィ診断装置の多様な X 線に対応している。

この施設を利用して、(株)千代田テクノルと共同で、ガラス線量計の特性を評価した。この成果として、(株)千代田テクノルは、マンモグラフィの精度管理のツールとして、マンモ QC・測定サービスを行っている。

3. 放射線治療のための標準および計測技術

放射線治療では、治療効果と副作用との兼ね合いから、照射する放射線の線量は非常に正確に決定する必要がある。そのため、当グループでは、さまざまな放射線治療の線量評価の不確かさ低減のために、標準の開発を行ってきた。



図 1. グラファイト壁空洞電離箱。

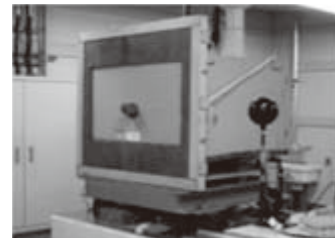


図 2. 平行平板形自由空気電離箱。



図 3. 低線量率 γ 線校正システム。

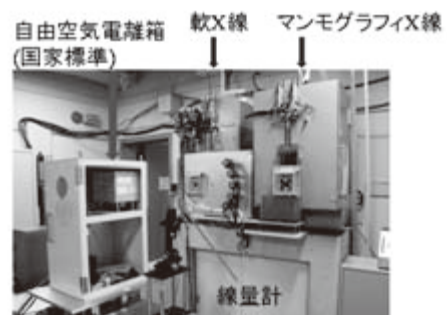


図 4. マンモグラフィ X 線校正施設。

図 5 に医療用リニアックと校正システムを示した。医療用リニアックは、放射線治療にもっともよく使われている治療方法である。当グループでは、グラファイトカロリメータを用いて、医療用リニアックで利用されている高エネルギー光子線の線量標準の開発に成功した^{3,4}。この標準を利用することにより、医療機関での線量評価の不確かさが約3%から約2%に低減できる。

当グループでは、医療用リニアック用の高エネルギー光子標準の他に、Co-60 γ 線水吸収線量⁵、目の治療用 Ru-106 アプリケータの線量標準を供給している。また、Ir-192 小線源治療用の標準供給を今年度開始する。高エネルギー電子線、炭素線や陽子線を用いた放射線治療に対しても、現在、線量標準の開発に取り組んでいる。



図 5. 医療用リニアックの線量を評価。

4. 福島復興支援のための活動⁶

福島県では空間線量がバックグラウンドに比べて高い地点があり、その源がどこにあるのかを迅速に見出すことが重要となっている。また、土壌などの汚染についても、簡易に放射能濃度の目安が得られると非常に便利である。このようなニーズの元、環境放射線計測用機器を開発した。この装置は、 γ 線のスペクトルを解析することにより、汚染の源の方向・距離や土壌の放射能濃度を簡易推定するものである。



図 6. 環境放射線計測用機器の開発。

5. 放射線計測技術の開発

当グループでは、上記に挙げたほか、高線量 γ 線水吸収線量計測技術、水カロリメータの開発、X 線自由電子レーザー強度計測技術⁷、放射光軟 X 線強度計測技術⁸、放射線検出器の開発などに取り組んでいる。

¹ 齋藤則生、黒澤忠弘、森下雄一郎、加藤昌弘、計測標準と計量管理、**57**, (3) 2 (2007).

² T. Tanaka, T. Kurosawa, N. Saito, Synthesiology, **5**, (4) 222 (2012).

³ 清水森人、線量校正センターニュース, **3**, 10 (2013).

⁴ M. Shimizu, Y. Morishita, M. Kato, T. Tanaka, T. Kurosawa, N. Takata, N. Saito, G. Ramanathan, P. D. Harty, C. Oliver, T. Wright and D. J. Butler, Radiation Protection Dosimetry, **164** (3), 181 (2015).

⁵ Y. Morishita, M. Kato, N. Takata, T. Kurosawa, T. Tanaka and N. Saito, Radiation Protection Dosimetry **154** (3) 331 (2013).

⁶ T. Kurosawaa, H. Iwase and N. Saito, Journal of Nuclear Science and Technology, **51** (5), 730 (2014).

⁷ M. Kato, T. Tanaka, T. Kurosawa, N. Saito, M. Richter, A. A. Sorokin, K. Tiedtke, T. Kudo, K. Tono, M. Yabashi and T. Ishikawa, Applied Physics Letters **101** (2), 023503 (2012).

⁸ T. Tanaka, M. Kato, T. Kurosawa, Y. Morishita, N. Saito, I. H. Suzuki, M. Krumrey and F. Scholze, Metrologia **49**, (4) 501-506 (2012).



量子線、放射線に関する
計測標準技術

齋藤 則生

黒澤忠弘*、森下雄一郎*、加藤昌弘*

田中隆宏*、清水森人*

*放射線標準研究グループ

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

放射線計測標準技術

2



簡易放射線測定器の指示値が・・・

同じ地点を同時に、異なるサーベイメータで測定すると表示が大きく異なることがあった。

サーベイメータ A

0.11 μ Sv/h

サーベイメータ B

0.37 μ Sv/h

- 装置が壊れている、不良品
- 測定方法が悪い
- 測定レンジの範囲外
- 校正していない、目盛りが不正確？

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

放射線計測標準技術

2



計測器の目盛りはどうやって決める？

- 精度の良い測定器（標準器）と比較（校正）
- 国内で最も精度の良い測定器は
 - 国家標準（放射線は当部門が保有）
- 国家標準の目盛りはどうやって決めている？
 - 定義に従って実現
 - 妥当性は、外国の標準研究機関と比較
 - 世界標準は質量（kg）以外存在しない

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

放射線計測標準技術

3



放射線標準
（ガンマ線・X線・ベータ線）が対象

- 放射線防護（サーベイメータ、個人線量計）
- 放射線診断装置（マンモグラフィ）
- 放射線治療（リニアック、粒子線、小線源）
- 福島復興に関わる計測技術の開発
- 標準と計測の融合

それぞれの場面で、エネルギー分布、線量率、発生源が異なるので、適した標準・計測技術が必要

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

放射線計測標準技術

4

- 49 -



放射線防護

放射線防護用の国家標準器

放射線防護



グラフアイト壁空洞電離箱 (ガンマ線)



ベータ線標準校正装置
(左: 外挿電離箱、右: 照射装置)



平行平板形自由空気電離箱
(X線)



JASIS 2016 コンプアレンス 2015/9/4

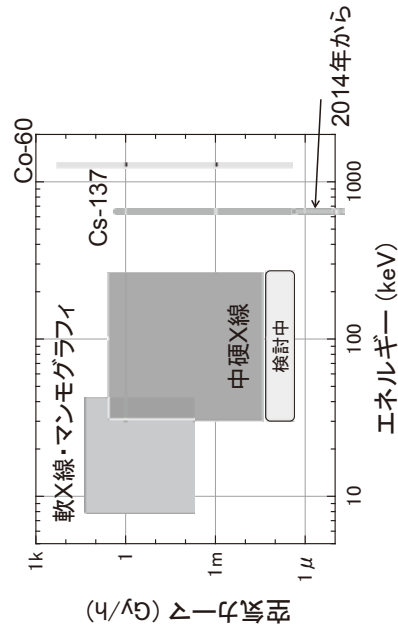
5



放射線防護

供給範囲

放射線防護



軟X線・マンモグラフィ
Cs-137
中硬X線
検討中
2014年から

エネルギー (keV)



JASIS 2015 コンプアレンス 2015/9/4

6



放射線防護

ガンマ線照射室

放射線防護



小γ線照射室



低線量率γ線照射装置



大γ線照射室

除染レベル(0.23 μSv/h)を
校正可能な校正装置
(株)川口電機製作所との共同研究



JASIS 2015 コンプアレンス 2015/9/4

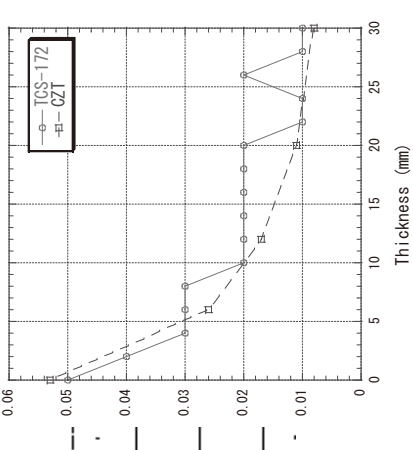
7



放射線防護

低線量率γ線照射装置内の線量率

放射線防護



側面と上面の
鉛厚を変化させ
た場合の線量
率の変化
鉛3cm厚とした
場合、
0.01 μSv/h以下
の環境を達成

Thickness (mm)



JASIS 2015 コンプアレンス 2015/9/4

8

放射線治療

放射線治療（外部）

1回の治療線量: ~ 2 Gy
合計: ~ 50 Gy
(全身被ばくの致死量: ~ 5 Gy)

加速器

- 医療用リニアック
- 粒子線治療（陽子線、炭素線）

放射線同位体

- ガンマナイフ（Co-60, 脳腫瘍）

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

11 腫瘍放射線治療部会

9

放射線治療

放射線治療（内部）

- 小線源治療
Ru-106 (β線, 眼)
~ 0.1 Gy/min at 2 mm
Ir-192 (RALS)
舌がん、食道がん、子宮がんなど
~ 0.1 Gy/h at 1 m
I-125 (前立腺がん)
~ 0.4 μGy/h at 1 m
- 内用療法
塩化ラジウム (Ra-223) の注射
永久刺入
約100個

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

11 腫瘍放射線治療部会

10

放射線治療

リニアックの設置数・患者数共に年々増加

粒子線治療施設数: 13
重粒子線: 3
陽子線: 9
両方: 1
治療数 ~ 5千人 (H25)
(公財) 医用原子力技術研究機構財団
のホームページに掲載データより

日本放射線腫瘍学会2010年構造調査結果より抜粋
<http://www.jastro.or.jp/aboutus/chid.php?id=00038>

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

11 腫瘍放射線治療部会

11

放射線治療

線量測定の不確かさと治療との関係

5%線量が少ない → 20%再発率が増加
5%線量が多い → 副作用が増加

±5%

不確かさの目標=2%

±2%

咽頭がんの再発率

咽頭細胞の壊死率

処方線量 (Gy)

From Stewart & Jackson
ICRU Report 24 (1976) Fig. 7.1 より抜粋

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

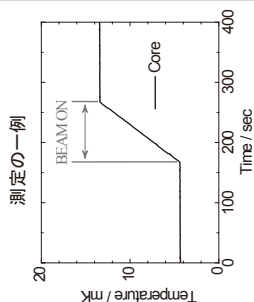
11 腫瘍放射線治療部会

12

線量計測技術(カロリメータ)



カロリメータ



室温で10 mK 程度の温度上昇を～0.1 % の精度で計測。



カロリメータの断面図

温度制御・計測技術の詳細はポスター

JASIS 2016 コンファレンス 2015/9/4

JASIS 2016 コンファレンス 2015/9/4

13

福島復興に資する計測技術の開発

- 低線量率 γ 線照射装置
- 除染前後における屋内外の光子スペクトルの変化
- 土壌中のRI濃度、また線量寄与の汚染域推定計測器の開発



除染レベル(0.23 $\mu\text{Sv/h}$)を校正可能な校正装置

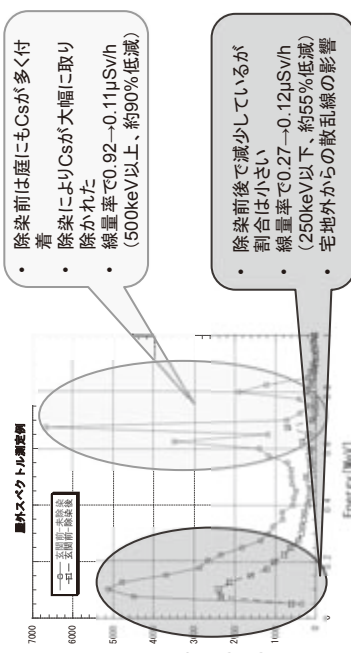
JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

14

除染前後における屋内外の光子スペクトルの変化

- 汚染域からの距離によってCsからの直接線、散乱線の成分が変化することが事前の調査で分かった。
 - 除染前後において光子スペクトルを測定し
 - 線量率に対する直接線、散乱線の寄与の割合
 - 特に除染後の屋内における線量寄与の要因推定
 - 建物の線量低減係数の評価
- に活用できるデータの収集を目的とする。



- 除染前は庭にもCsが多く付着
- 除染によりCsが大幅に取り除かれた
- 線量率で0.92→0.11 $\mu\text{Sv/h}$ (500keV以上、約90%低減)

- 除染前後で減少しているが割合は小さい
- 線量率で0.27→0.12 $\mu\text{Sv/h}$ (250keV以下、約55%低減)
- 宅地外からの散乱線の影響

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

土壌中のRI濃度、また線量寄与の汚染域推定計測器の開発

- 従来の技術
 - － 汚染域：コンプトンカメラ、ガンマカメラ
 - 重く、運搬・設置が大変
 - 測定時間が長い
 - 費用対効果が得にくい
 - － 土壌深さ：サンプリング手法
 - 採取発送等手間、時間がかかる

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

福島県立総合研究機構 環境科学部

環境放射線測定機器の開発

汚染域推定計測器



- 6方向に配置した放射線検出器により、全方位を一度に計測
- 汚染域の方向・大よその距離を推定
- センサー部分のみをコリメートすることによる軽量化(2.7kg)

汚染土壌深さ分布測定器



- 土壌表面に置くだけで、非破壊での深度分布の計測が可能
- 測定深度は5～30cm
- センサー部分のみをコリメートすることによる軽量化(2kg未満)

詳細はポスター

共同研究：(株)川口電機製作所

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

福島県立総合研究機構 環境科学部

放射線国家標準の利用

校正試験

校正機関の標準器、計測器の校正

受託研究・共同研究(高精度・広範囲の評価)

積算線量計、放射線耐性などの照射実験

試作品・製品の特性評価

－ エネルギー特性、線量率特性、角度特性、温度特性

遮蔽効果などの評価

コンサルティング

不確かさ評価、校正場開発など

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

福島県立総合研究機構 環境科学部

19

受託研究・共同研究の例

共同研究：(株)川口電機製作所

放射線測定のための
電荷・電流測定の評価



(株)川口電機製作所 提供

高精度振動容量型エレクトロメーター

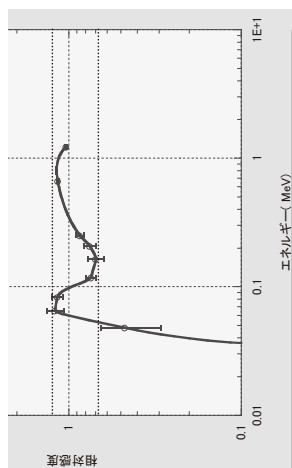
JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

福島県立総合研究機構 環境科学部

20

個人線量計 Dシヤトル 一線量計の特性評価－

受託研究・共同研究：
千代田テクノル(株)



JIS Z 4312_2013「X線、β線及び中性子用電子式個人線量(率)計」
エネルギー特性の規定: 相対レスポンス±30%
G2型(60keV~1.5MeV)、G3型(80keV~1.5MeV)

JASIS 2016 コンファレンス 2015/9/4

21

マンモグラフィ用ガラスバジジ特性評価

共同研究：千代田テクノル(株)



マンモ測定サービ
専用ガラス線量計
の特性評価

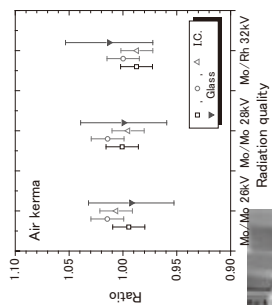
マンモグラフィ診断装置



PMMA
ファントム



校正済みの
線量計



不確かさの範囲内で、
電離箱とガラス線量計
の評価結果は一致

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

22

標準と計測の融合の例 X線自由電子レーザー計測技術

測定条件

- ・光子エネルギー: 4.4~16.8 keV
- ・繰り返し周波数: 10, 15, 30 Hz
- ・パルスエネルギー: 0.1 mJ/pulse

詳細はポスター

カロリメータ技術により高輝度X線極短パル
スレーザーのパルスエネルギー計測に成功
(プレスリリース 2012/7/9)

計量標準
計測分析

先端計測技術の定量性が担保され、
より信頼性の高い情報

まとめ

- ・ 放射線防護のための放射線標準(γ線、X線、β線)
- ・ 放射線治療のための放射線標準(カロリメータ)
- ・ 福島復興に資する計測技術の開発
 - － スペクトル評価、評価装置開発
- ・ 放射線標準の利用
 - － エレクトロメータ、Dシヤトル、マンモグラフィ線量計
- ・ X線自由電子レーザーの計測(先端計測分析支援)

計量標準
計測分析

先端計測技術の定量性が担保され、
より信頼性の高い情報

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

23

JASIS 2015 コンファレンス 2015/9/4

24

量子線、放射線を応用した計測分析技術

分析計測標準研究部門 首席研究員 鈴木 良一

当部門では、電子加速器を用いた陽電子ビーム、準単色 X 線、テラヘルツ光などの量子線、放射線の発生とそれを利用した先端材料の計測分析技術や、可搬型の X 線源等を用いた現場対応型の非破壊検査装置の研究開発を行っている。これらの研究開発では、標準のグループと連携して計測の信頼性を向上させている。

1. はじめに

電子加速器で発生した高エネルギーの電子ビームを用いることにより、制動放射 X 線、中性子線といった放射線だけでなく、陽電子、レーザーコンプトン散乱準単色 X 線、テラヘルツ光などの各種の先端的な量子ビームを発生できる。我々は、電子加速器技術をベースに、各種量子ビームの発生とそれを利用した計測・分析技術の開発を行っている。また、東日本大震災後に起こった福島第一原子力発電所の事故対策のために、これまでの技術的蓄積を利用して、個人向け放射線線量計の開発等も行っている。以下に最近の研究のトピックスについて述べる。

2. 個人向け放射線線量計の開発

これまで我々は電子加速器を利用して高エネルギー放射線の発生や計測技術の研究開発を行ってきた、放射線の検出・計測や省電力回路技術の経験があるため、福島第一原子力発電所事故の放射線対策の1つとして、個人向けの放射線線量計を開発した（図1）¹。

この線量計の開発にあたって、

- ・装着負担の少ないもの
- ・交換頻度の少ないもの
- ・低価格なもの
- ・全量を定期的に校正できるもの

という目標を設定し、1年以上電池交換不要で1時間毎に線量を記録し、随時積算線量を確認、パソコン等で詳細



図1. 製品化した個人向け放射線線量計。

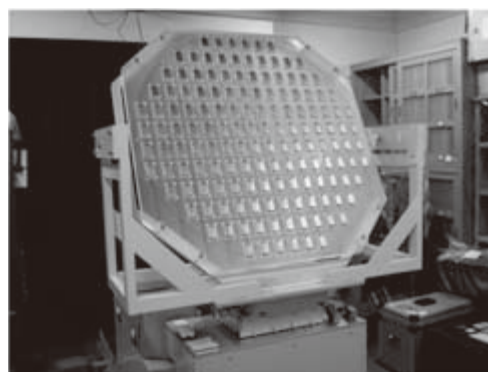


図2. 線量計大量校正システム。

データを表示できる線量計である。また、線量計の計測の信頼性を確保するため、放射線標準のグループと連携し、大量校正システム(図2)による全量の定期校正が可能なシステムを開発した。この線量計によって、生活の中でどのような行動をとった時にどの程度被曝するかを把握できることから、効率的な被曝低減対策をとることができる。この線量計と大量校正システムは、企業に技術移転して福島県内の住民の放射線被曝管理に利用されている。

3. 陽電子ビームによる先端材料評価

各種の機能性材料は、様々な表面処理によって機能が発現するものが多く、表面近傍の原子～ナノレベルの構造を調べることができる計測技術が必要とされている。電子の反粒子である陽電子は、原子が欠損した格子欠陥や高分子鎖の隙間などの原子～ナノレベルの空隙に敏感な計測法であることから、当部門では、電子加速器を用いて発生した高強度陽電子ビームを真空のビームライン(図3)中で単色化、短パルス化、マイクロビーム化など高度に制御することにより、表面からの深さが数 nm～数 μ m の範囲の任意の深さに陽電子を打ち込んで、陽電子の寿命を計測することにより、極微欠陥・空孔構造を測定する手法を開発した。これによって、金属・半導体電子材料や分離膜など様々な機能性材料の評価が可能である。

従来の陽電子ビームによる材料計測法は、真空中での計測しかできなかったが、高分子材料などは空気中の湿気によってその特性が変化することが知られており、このような実環境に近い環境での陽電子ビーム計測を可能にするため、陽電子マイクロビームを極薄の真空窓から大気中に取り出して試料に入射して陽電子やポジトロニウム(電子と陽電子の束縛状態)の寿命を計測する計測手法の開発にも



図3. 産総研電子加速器(左)と陽電子ビームライン(右)。

成功した（図4）。

この陽電子ビームを用いた材料計測技術は、IBEC・ナノテクノロジープラットフォームにおいて装置公開を行っている。

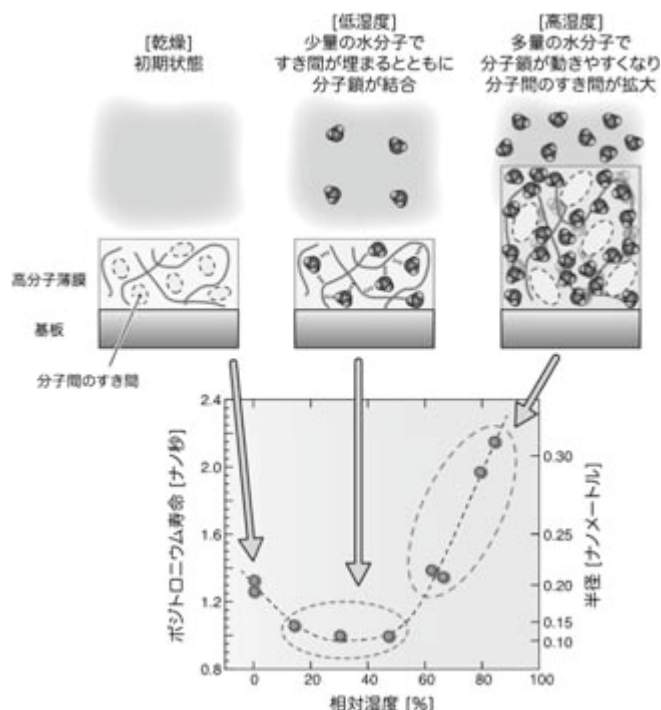


図4. 大気中陽電子・ポジトロニウム寿命測定で得られた高分子の湿度変化応答性の解析例²。

また、電子加速器で発生した高エネルギーX線を試料に入射し、試料内部で電子・陽電子対生成によって発生した陽電子の寿命によって材料内部の極微構造を知ることができる計測技術の研究も開発を行っている。これらの陽電子の寿命は、ピコ秒オーダーの計測が要求されることから、物質計測標準研究部門で開発した陽電子寿命測定用の標準物質を用いて陽電子寿命計測の信頼性向上をはかっている。

4. 可搬型のX線・中性子線非破壊検査装置開発

X線や中性子線などの放射線は、物質を透過する性質を利用して非破壊検査に利用されており、特に近年は高度成長期に建設された橋梁トンネル等の社会インフラやプラント等の産業インフラの健全性を評価するための現場で使用できる非破壊検査装置のニーズが高まっている。

当部門では、このような社会課題に対応するため、カーボンナノ構造体電子源を用いたバッテリー駆動可能な高出力X線源を開発した(図5)。このX線源は、ヒーター無しにパルス的に出力の高いX線を発生してX線非破壊検査等に利用することができる。現在このX線源を用いた透過像撮影と中性子源による水分計測

技術を組み合わせて保温材付きプラント配管等の産業インフラを人手をかけずに高い信頼性で健全性評価できる手法の開発を行っている。

また、可搬型の小型電子加速器による高エネルギーX線発生技術と高感度検出器技術を利用して、後方散乱法によりコンクリート構造物の内部を可視化する計測技術の開発も行っている。

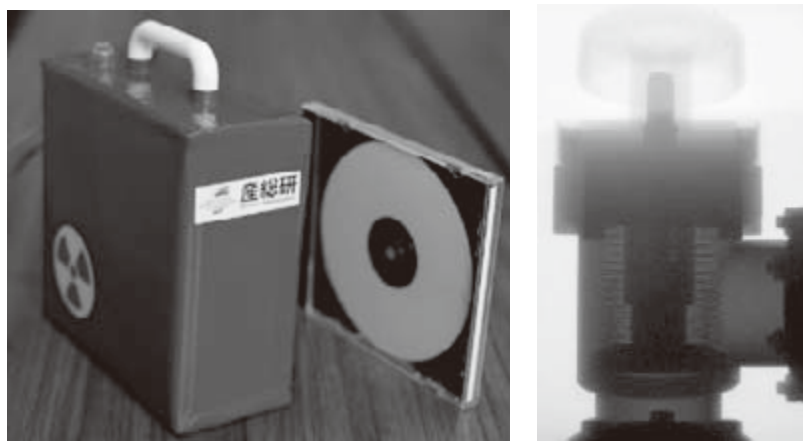


図5．バッテリー駆動超小型X線源（左図）と金属バルブのX線透過像（右図）³。

5. まとめ

電子加速器による量子線・放射線の発生とそれを利用した計測技術の研究は、様々な分野への応用が可能であり、本稿で取り上げたテーマ以外にも幾つか研究が行われている。これらの研究において、計測の信頼性を確保するには、標準関連の技術が不可欠であり、今後も標準のグループと連携して先端的な計測分析技術を開発していく。

参考文献

¹ http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2012/pr20120213/pr20120213.html

² http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2012/pr20120626/pr20120626.html

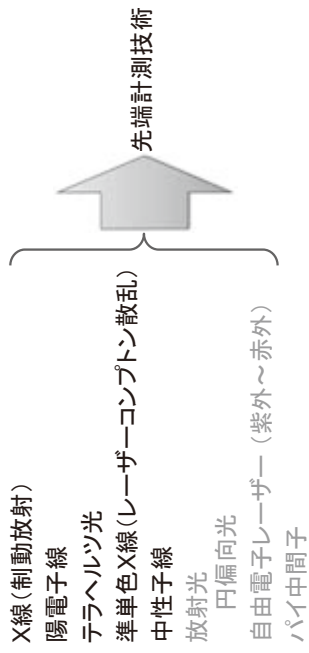
³ http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2014/pr20140603/pr20140603.html

量子線、放射線を応用した 計測分析技術

計量標準総合センター
分析計測標準研究部門 首席研究員
鈴木良一
X線・陽電子計測グループ
放射線イメージング計測研究グループ

電子加速器による量子線・放射線の発生

電子加速器 ⇒ 高エネルギー電子ビーム



産総研電子加速器技術開発の経緯

電子加速器の基礎技術開発(1979以前)

電子加速器技術(1980年以降)

500MeV電子リニアック、電子蓄積リングTERAS, NIJI-IV : 大型加速器
自由電子レーザー、陽電子発生

小型電子加速器技術にシフト(2001年以降)

陽電子発生用電子加速器(常伝導、超伝導)
フォトリソグラフSバンド電子加速器(準単色X線、テラヘルツ波)
Cバンド超小型(可搬型、非破壊検査)
Xバンド超小型(可搬型、非破壊検査)
カーボンナノ構造体X線源(可搬型、電池駆動)

2011年以降 大型加速器をシャットダウン
震災対応 線量データの公表
放射線線量計開発



標準部門と連携

コンクリート内部を可視化する後方散乱X線装置の開発

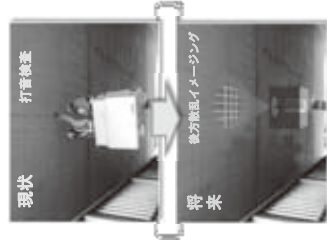
高周波加速を用いたX線発生装置開発に着手してCバンド高周波電子銃の加速空間と高周波電場システムを開発。後方散乱X線を用いたコンクリート構造物内部の可視化



従来の装置より断片的に小さく軽量



可搬型電子加速器



陽電子を用いた計測・検査

陽電子: 電子の反粒子
物質中で電子と消滅
ガンマ線を放出
物質の透過能力が高い
情報伝達媒体

医療診断: 陽電子放出核種がガンに行きやすいことを利用
情報: 消滅位置

材料評価: 陽電子が原子~ナノレベルの欠陥(空孔)に行きやすいことを利用
情報: 陽電子の寿命・電子運動量

PET(陽電子断層撮影)

陽電子の発生

Taコンバータ

電子ビーム

低速陽電子 W減速材

X線・陽電子計測研究 G 分析計測標準研究部門

○陽電子(電子の反粒子)で先端材料の極微構造を見る
○安心安全な社会実現のためのパーソナル放射線線量計及びX線非破壊検査技術の開発

■小型電子加速器による陽電子の発生と先端材料の極微構造評価への応用
一 高精度に制御した陽電子ビームによる薄膜の原子~ナノ空間測定
■福島県立大学 放射線計測 1 年以上の個人用放射線線量計の開発
■針葉樹型カーボンナノ構造体小型X線源による非破壊検査技術開発

小型電子加速器
超小型電子加速器
ガンマ線計測技術
陽電子やX線発生のための小型電子加速器開発、放射線計測技術

陽電子による先端材料の極微構造評価
(Advanced Nano Characterization Facility)

パーソナル放射線線量計の実用化
カーボンナノ構造体小型X線源による非破壊検査

技術ベース
先端計測の応用

陽電子ビーム欠陥分析

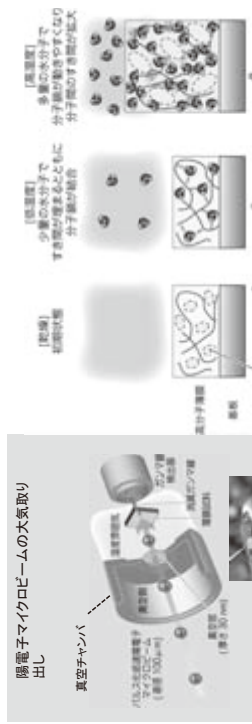
膜材料の評価に最適
深さ可変

0.11 keV カンヤ電

電子加速器
slow position pulsing system
Trigger
Start
Stop
陽電子消滅寿命
BaF2 + PMT

原子~ナノレベルの空孔に敏感

大氣中陽電子ビーム極微欠陥計測



世界で初めて大気中の陽電子ビーム
欠陥計測に成功

酸素バリア膜や水処理分離膜
など水分の影響のある高機能膜
の評価に有効



原発事故対応

- ・ アモルファスシリコン薄膜の欠陥と劣化機構の関係
- ・ イオン注入シリコンの熱処理による欠陥消失過程の解明
- ・ CuInSe薄膜欠陥と酸素との関係解明
- ・ シリカ膜の欠陥評価
- ・ 高誘電率薄膜の欠陥とリーク電流の関係解明
- ・ 低誘電率絶縁膜の誘電率と空洞構造との関係解明
- ・ アモルファスシリコン薄膜の欠陥と劣化機構の関係
- ・ イオン注入シリコンの熱処理による欠陥消失過程の解明
- ・ CuInSe薄膜欠陥と酸素との関係解明
- ・ シリカ膜の欠陥評価
- ・ 高誘電率薄膜の欠陥とリーク電流の関係解明
- ・ 低誘電率絶縁膜の誘電率と空洞構造との関係解明
- ・ 純鉄の破断に至る欠陥挙動解明
- ・ 銅メッキ膜の時間経過による欠陥挙動解明
- ・ 高分子膜のガス透過性の湿度依存性評価
- ・ 海水淡水化分離膜の空隙と分離性能の関係解明
- ・ 塗膜の紫外線影響評価
- ・ セラミック材料のガス透過性と空隙の関係評価

放射線量情報の取得・公開



開発に当たった条件設定

装着負担の少ないもの
交換頻度の少ないもの
低価格なもの
定期的に校正できるもの

重さ20g以下
交換頻度1年1回
電池寿命1年以上
低価格

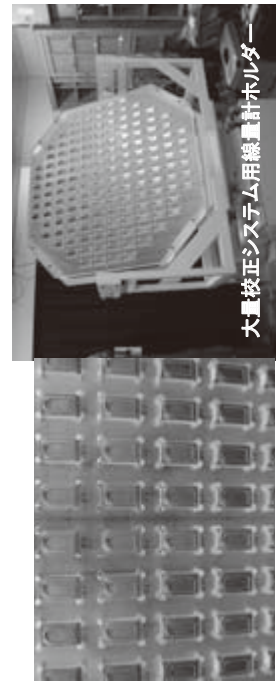


セシウム137標準線源による校正

- ・ 無線の利用
使い勝手の向上
効率的な全量校正の実現



計測の信頼性の向上



大量校正システム用線量計ホルダー

2011年5月頃より検討開始
産総研所内プロジェクト（2011年8月）
「MEMS技術を用いた携帯型放射線検出器の開発とその応用」
計測フロンティア研究部門
計測標準研究部門
集積マイクロシステム研究センター
先進製造プロセス研究部門

JST先端計測プロジェクト(2012年度)
「放射線計測領域」実用化タイプ(短期開発型)
軽量・小型電子式個人線量計の大量校正システムの実用化開発
千代田テクノル
産総研

開発した線量計を市民に配布し実証試験を実施

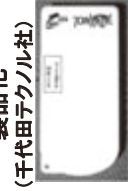
期間：1ヵ月

人数：230人

生活の中で使用して
線量を問題無く計測
できることを確認



製品化
(千代田テクノル社)



実証試験説明会 (H24.10.21)



H25.3より福島県
楢葉町等に納入



超小型電子加速器・X線源

電子源は熱陰極

真空排気装置

単三乾電池

電子銃

ターゲット

加速管

20mm

待機電力が大きい

2007.10.22
プレスリリース
乾電池で動作する超小型電子加速器
を開発

• 乾電池でも駆動が可能

カーボンナノ構造体X線源

針葉樹型カーボンナノ構造体

全重量: 2.5kg以下

155 mm x 160 mm x 70 mm

X線

電子源

電子

ターゲット

超高真空

高電圧 (120 kV)

開発したX線源によるX線透過画像

バルブ開

バルブ閉

厚さ数mmの金属を透過し、内部のバルブ開閉状態の確認が可能

φ70mm

撮影条件: 120kV

開発したX線管の寿命試験

バルブのX線イメージ1ショットで撮影 (投入電力15mWh)

電圧上昇 = 電子源の劣化

X線発生回数 [百万回]

調整不要

↑ 10倍向上

「1000万ショット」でも

2009年プレス発表時「100万ショット」

投入電力15mWhで「1000万ショット以上」X線射出が可能
本格的な非破壊検査で「10年以上」に相当



ポスター発表

音響パワー測定で用いられる基準音源の校正方法に関する研究

音響超音波標準研究グループ 山田 桂輔、高橋 弘宜、米嶌 和香子、堀内 竜三

要旨

OA 機器をはじめとする様々な機器の音響パワー測定に用いられる、基準音源の校正システムの開発について報告する。開発した校正システムは ISO 6926 に準拠した音圧法を用いて基準音源の音響パワーを校正するものである。精密に校正を行うため、測定室における音の反射や吸収の影響の評価及び低減を行った。2015 年度より 100 Hz ~ 10 kHz における校正サービスを開始しており、今後は低周波数領域の測定ニーズにも対応すべく校正周波数範囲を拡張していく予定である。

1. 研究・開発の背景

音響パワーは音源から放射される音の総エネルギー量に基づいた量であり、OA 機器をはじめ様々な機器の騒音評価に用いられている。対象機器の音響パワーを高精度かつ容易に測定するには、音響パワーが既知の基準音源（図 1）との比較測定を行うことが一般的である。そのため機器の音響パワー測定の信頼性確保には、基準音源の精密校正が不可欠である。高精度に校正された基準音源を用いれば、無響室のような高性能な音響測定室がなくても音響パワー測定の信頼性が担保できる。しかしこれまで、基準音源の音響パワーを国際規格 ISO 6926¹ に準じて精密校正できる設備を持つ校正事業者が国内にはなく、基準音源のユーザは海外の校正機関に依頼せざるを得なかったため、時間やコストの面で不便を強いられていた。そこで産総研は ISO 6926 に準拠した基準音源の精密校正システムの開発を行い、2015 年度より国内での基準音源の音響パワー校正サービスを開始した。

2. 開発した校正システムの概要

基準音源の音響パワーの測定法は、半無響室または残響室を使用する方法が ISO 6926 に規定されているが、我々は音響パワーの絶対測定における信頼性の観点から半無響室での音圧法による測定を採用した。音場に平面波のみが存在する場合、ある点での音圧の二



図 1. 基準音源(Brüel & Kjær type 4204)。

乗値は、単位面積あたりの音響パワーである音響インテンシティに比例する。半無響室での音響パワー測定ではこれを利用し、音源を囲む仮想半球面上での音圧と測定半球面の面積から音源の音響パワーを算出する。音圧から音響パワーへの換算式は以下のように表される²。

$$L_w = \overline{L_{pf}} + 10 \log_{10} \left(\frac{S}{S_0} \right) + C_1 + C_2 + C_3 \quad (1)$$

ただし、

$$\overline{L_{pf}} = 10 \log_{10} \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N 10^{0.1 L_{pi}} \right] \quad (2)$$

ここで、 L_w [dB]は音源の音響パワーレベル、 N は音圧レベル測定点数、 L_{pi} [dB]は i 番目の測定点の音圧レベルである。 $\overline{L_{pf}}$ [dB]は測定半球面上での二乗音圧の平均値をレベル表示したものであり、表面音圧レベルと呼ばれる。 S [m²]は測定半球面の表面積、 S_0 は1 m²である。 C_1 [dB]は音圧レベルと音響パワーレベルの基準値の違いに関する補正項、 C_2 [dB]は環境条件による放射インピーダンスの変化に関する補正項、 C_3 [dB]は空気中での音のエネルギーの吸収に関する補正項である。

図2に我々の音響パワー校正システムを示す。室の内壁を全て吸音くさびで覆った全無響室（縦8.0 m、横9.5 m、高さ7.2 m）において、網床に木板を敷くことにより床面を構築して半無響室を実現した。基準音源を囲む半径2 mの仮想半球面上に配置した20本のマイクロホンで音圧を測定し、音響パワーを算出する。

試験環境としては、基準音源を置く床面のみが音を全反射し、天井や壁などでの音の反射がないことが理想である。しかし現実にはマイクロホンを固定するフレームでの音の反射が誤差となるため、細いステンレス製のパイプを用いてフレームを構築することにより、剛性を確保しつつできるだけ音の反射を抑えている。

床面には厚さ48 mmの木板を用いており高周波数では完全反射と見なせるが、低周波数では床面を透過する音響パワーが増加して誤差となる。そこで低域での校正の信頼性の確保のため、床面を透過する音響パワーを理論的に推定して補正する手法を開発した³。図

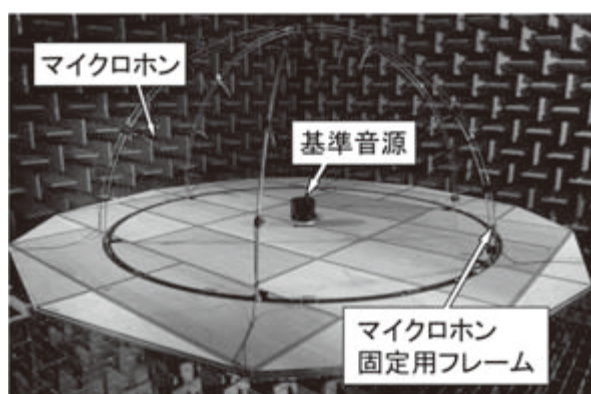


図2．基準音源の校正システム。

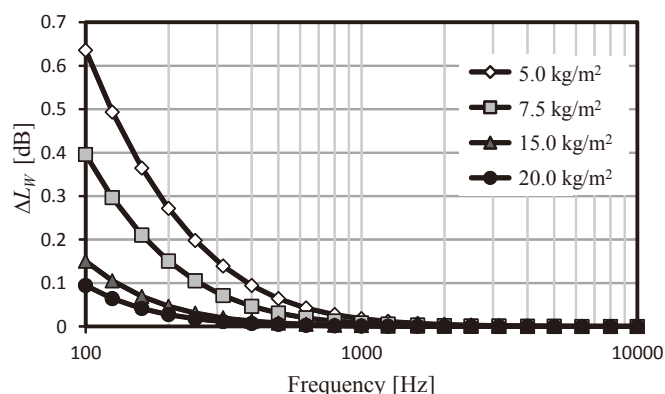


図 3．床面の質量と音響パワー透過による測定値の減少量 ΔL_w の関係。

3は開発した理論式により推定された、床面での音響パワー透過による測定値の減少量である。本理論式は床面の質量や空気中の音速などから透過音響パワーを算出するもので、実験的に妥当性を確認している³。

図 4は我々の校正システムによって測定された、基準音源の音響パワーの例である。同一の基準音源に対する測定において、海外の校正機関(SP Technical Research Institute of Sweden)による校正値と不確かさの範囲内で一致することを確認している。

3．校正サービスの開始

2015 年度より基準音源の校正サービスを開始した。校正周波数は 100 Hz ～ 10 kHz (1/3 オクターブバンド) であり、不確かさは 0.4 dB ～ 0.9 dB である。表 1 に校正周波数ごとの拡張不確かさを示す。なお、基準音源は一般的に電源周波数により音響パワー出力が変化するため、商用電源周波数 50Hz/60Hz それぞれに対し校正を受け付けている。

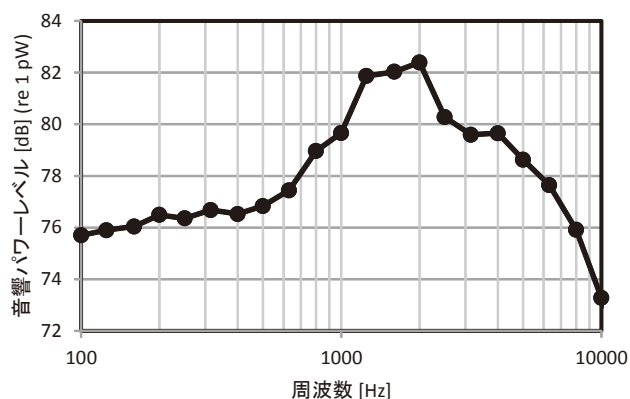


図 4．基準音源の音響パワー校正値の例。

(Reference sound source type 4204 s.n. 2574792: Brüel & Kjær)

4. 今後の展開

これまで機器の騒音評価で主に問題となっていた 100 Hz ～ 10 kHz の周波数帯に関し、基準音源の精密校正を実現した。しかし空調機の騒音などでは、100 Hz 以下の低周波数領域においても音響パワーの測定ニーズがあることをふまえ、今後基準音源の校正周波数範囲を拡張していく予定である。

表 1. 音響パワーレベル校正の校正範囲と不確かさ。

種 類	校正器物	校正範囲	拡張不確かさ ($k=2$)
音響 パワー レベル	基準音源	$100 \text{ Hz} \leq f \leq 10 \text{ kHz}$ (1/3 octave band)	0.8 dB : $f = 100 \text{ Hz}$ 0.6 dB : $f = 125 \text{ Hz}$ 0.5 dB : $f = 160 \text{ Hz}, 200 \text{ Hz}$ 0.4 dB : $f = 250 \text{ Hz}, 315 \text{ Hz}, 400 \text{ Hz},$ 500 Hz, 630 Hz, 800 Hz, 1.0 kHz, 1.25 kHz, 1.6 kHz, 2.0 kHz, 2.5 kHz 0.5 dB : $f = 3.15 \text{ kHz}, 4.0 \text{ kHz}, 5.0 \text{ kHz}$ 0.6 dB : $f = 6.3 \text{ kHz}, 8.0 \text{ kHz}$ 0.9 dB : $f = 10 \text{ kHz}$

¹ ISO 6926: 1999.

² ISO 3745: 2012.

³ K. Yamada, H. Takahashi, and R. Horiuchi, Acoust. Sci. & Tech. **36**, 4 (2015).

音響パワー測定で用いられる 基準音源の校正方法に関する研究

○山田 桂輔, 高橋 弘宜, 米嶌 和香子, 堀内 竜三

1. 研究・開発の背景

- OA機器をはじめとする各種騒音源の評価指標として、騒音源から放射される音の全エネルギーを表す音響パワーが用いられている。
- 一般に音響パワーの測定は、測定室の音響特性の影響を軽減するため、放射される音響パワーが既知の基準音源と呼ばれる機器との比較によって行う。
- 従って基準音源の精密校正が音響パワー測定の信頼性確保に必須である。
- ISO 6926に準拠した校正システムを独自に開発し、校正サービスを開始した。

2. 研究・開発の内容

開発した校正システムの概要

全無響室の網床に木板を敷き、半自由音場を実現した。基準音源を囲む仮想半球面上に配置した20本のマイクロホンで音圧を測定し、基準音源が放射する音響パワーに換算する。

反射音による誤差の低減

マイクロホン固定用フレームは細いステンレス製のパイプを用いて構築し、剛性を確保しつつできるだけ音の反射を抑えている。

低域での床面への透過音響パワーの補正

低周波数では床面を透過する音響パワーが増加し誤差となる。床面を透過する音響パワーを理論的に推定し補正する手法を開発した。

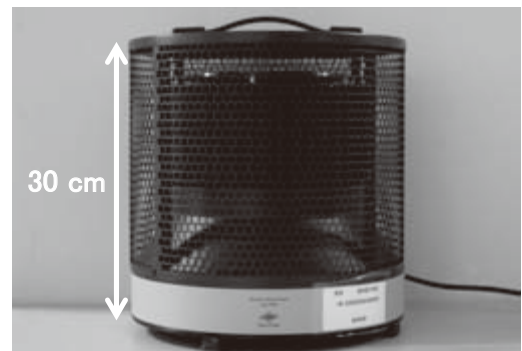


図1: 基準音源 (Brüel & Kjær type 4204)

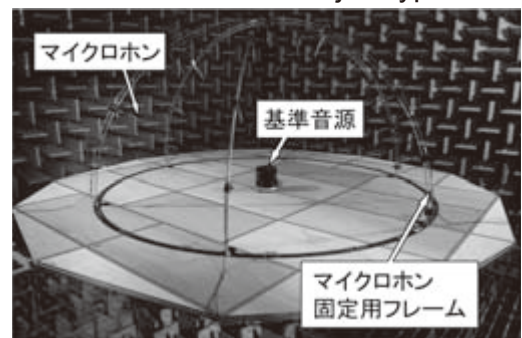


図2: 基準音源の校正システム

3. 成果および今後の展開

OA機器などの発生騒音を対象に、100 Hz ~ 10 kHzの範囲における基準音源の精密校正技術を確立した。最近では空調機の騒音など、100 Hz以下の低周波数域でも基準音源利用のニーズがあることから、今後はユーザの要望に答えるべく校正周波数の範囲を拡張していく予定である。

キャビテーション発生量の計測技術に関する研究

音響超音波標準研究グループ 内田 武吉、吉岡 正裕、松田 洋一、堀内 竜三

要旨

高出力水中超音波に付随して発生するキャビテーションはがん治療や遺伝子治療に応用されつつあるため、生体に対する影響が懸念されている。生体への影響を評価するためには、キャビテーション発生量を精密に計測制御する技術が必要である。NMIJ では、キャビテーションセンサの出力信号の周波数スペクトルの高周波成分(broadband noise)の積分値である broadband integrated voltage (BIV) を用いたキャビテーション発生量の計測技術を開発している。BIV を既存の評価方法であるソノケミルミネッセンスと比較した結果、両者に正の相関が認められた。この結果から、BIV はキャビテーション発生量の新たな指標として使用できる可能性がある。

1. はじめに

近年、超音波は診断能力の向上や治療を目的として高出力化の傾向にある。高出力水中超音波利用における重要な現象としてキャビテーションがある。キャビテーションは、液体に超音波を照射したときに、マイクロサイズ以下の多数の気泡が発生する現象である¹。キャビテーションにおいて発生した気泡は膨張収縮を繰り返し、やがて圧壊する。膨張収縮時の気泡周辺には数千度、数百気圧の局所的な反応場が形成され、圧壊時には衝撃波が発生する。このような現象を利用して、がん治療や薬物吸収の促進、遺伝子治療などが行われている²。しかしキャビテーションは、生体の正常組織に機械的ダメージを与えるネガティブな面も有しているため、キャビテーションは安全かつ効率的に利用することが重要である。そのためには、キャビテーション発生量を精密に計測制御する技術の開発が必要である。NMIJ では、キャビテーション由来の信号と言われている broadband noise³ を利用したキャビテーション発生量の計測技術の開発を行っている。今回は、broadband noise とキャビテーションの既存の評価方法であるソノケミルミネッセンス(SCL)との関係を実験的に評価した。

2. 研究方法

NMIJ では円筒形キャビテーションセンサを用いたキャビテーション発生量の測定を試みている^{4,5}。円筒形キャビテーションセンサの構造と写真を図1に示す。センサは、アクリル樹脂製の円筒形であり、外径 50 mm、内径 10 mm である。アクリル樹脂の内側に、音響アイソレータとして、厚さ 5 mm の独立気泡スポンジを接着した。さらに独立気泡スポンジの内側表面に、圧電材料である厚さ 110 μm のポリフッ化ビニリデン (PVDF) フィルムを接着した。独立気泡スポンジは空気層と等価と見なすことができるため、円筒形外側の気泡から発生した信号はスポンジで反射され PVDF まで届かない。そのため、このセン

サは円筒内側で発生した信号のみを選択的に受信することができる。

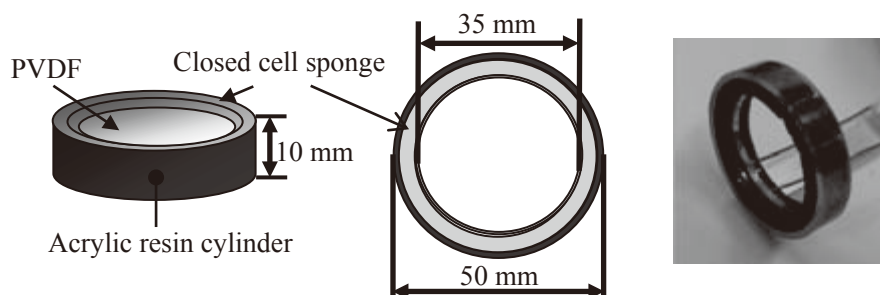


図 1. 円筒形キャビテーションセンサ。

超音波照射装置を図 2 に示す。定在波音場を利用するために、水槽の底部にステンレス振動板付きランジュバン振動子（HEC-45402、本多電子）を設置した。ファンクションジェネレータ（33250A、Agilent）の出力信号は、パワーアンプ（75A250、AR）で増幅され、ランジュバン振動子に印加した。ステンレス振動板の大きさは、直径 180 mm、厚さ 2 mm である。水槽の大きさ

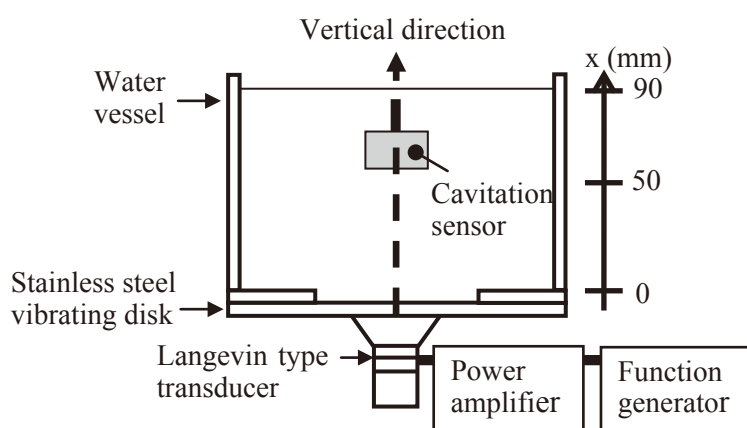


図 2. 超音波照射装置。

は、底面積が 190 mm×190 mm の正方形で高さは 120 mm である。蒸留水は底面から 100 mm の高さに固定した。ランジュバン振動子の駆動周波数は 150 kHz を使用した。

キャビテーション発生量は、broadband integrated voltage (BIV) を用いて評価した。BIV は、気泡由来の信号と言われている broadband noise の高周波成分を積分した値である。キャビテーションセンサからの出力信号をオシロスコープ（DSO-X3024A、keysight）で取り込んで周波数スペクトルを計算後、式（1）を用いて BIV を算出した。

$$BIV = \int_{f_1}^{f_2} V(f) df, \quad (1)$$

$V(f)$ はキャビテーションセンサで検出された信号波形 $v(t)$ の周波数スペクトルを表す。式（1）における積分範囲 f_1 、 f_2 は、試験的にそれぞれ 1 MHz と 5 MHz とした。

3. 研究結果と考察

BIV と既存のキャビテーション評価方法である SCL との相関について検討した。図 3 に

SCL の発光強度と BIV の関係を示す。SCL は、ルミノールアニオンとキャビテーションにより発生した活性酸素種との化学反応で青白く光る現象である。SCL の発光強度が強いほど、活性酸素種がより多く発生しており、キャビテーション発生量も多いと考えられる。発光強度測定には、フォトマルチプライヤ (C3830、浜松ホトニクス) 及びフォトカウンティングシステム (C3866、浜松ホトニクス) を使用した。結果として、SCL の発光強度と BIV には正の相関があることがわかった。

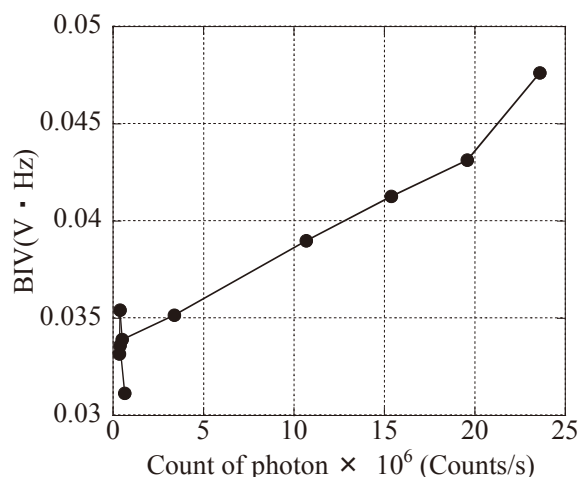


図 3. ソノケミルミネッセンスと BIV の関係。

図 2 に示した超音波照射装置の vertical direction の方向で、キャビテーションセンサを走査し、超音波伝搬方向のランジュバン振動子と水面との間に形成される定在波音場中の BIV を測定した。また、キャビテーション気泡の発生位置を確認するために、水槽の横から SCL の発光分布を撮影した。その結果を図 4 に示す。超音波伝搬方向の測定結果から、高さ 50 mm 以上で駆動周波数 150 kHz における定在波の周期に相当する 5 mm 間隔のピークが見られることが確認できた。また、高さ 50 mm 以上の BIV のピーク群は、SCL の発光分布とよく一致することが確認できた。

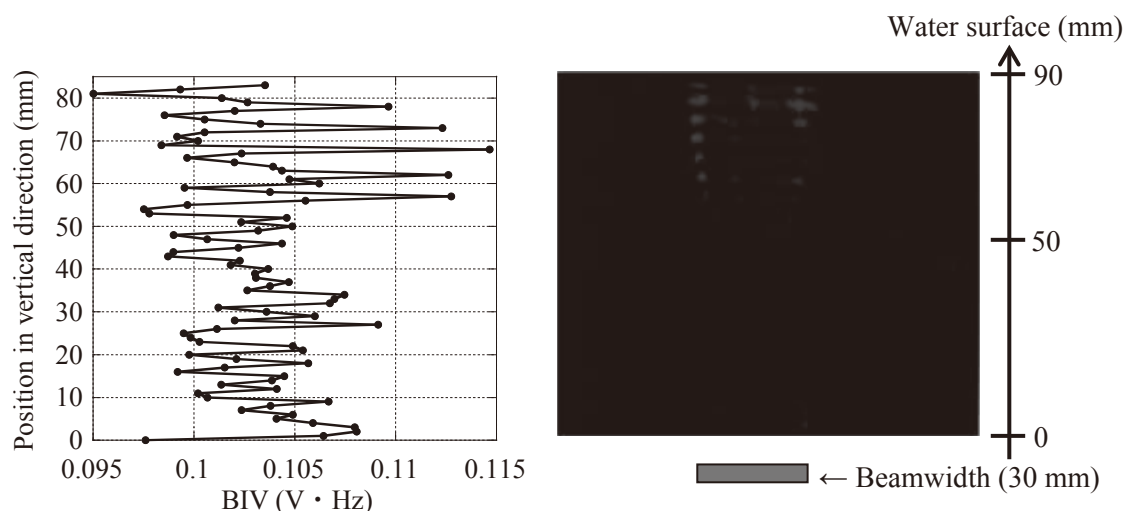


図 4. 超音波伝搬方向の BIV の変化及び同じ条件下で撮影したソノケミルミネッセンスの写真。

4. まとめ

我々の研究グループでは、キャビテーションセンサの出力信号から算出した BIV を用いたキャビテーション発生量の計測技術の開発を行っている。BIV と SCL の間に正の相関がある事を確認した。また、キャビテーションセンサを走査して得られた BIV の空間分布と

SCL の発光分布がよく一致した。以上により、BIV は、キャビテーション発生量の指標として使用できる可能性がある。

今後は、キャビテーションセンサを使用して、気泡の運動状態を判別できるか検討する予定である。キャビテーションにより発生した気泡は、超音波音圧の増加に伴い、安定的に膨張収縮を繰り返す *stable* 状態、気泡自体が激しく動く *inertial* 状態、圧壊の 3 種類に分かれる。理論上は、異なる気泡の運動状態は、異なる信号を発生させていることが報告されている。我々は、実験的に気泡の運動状態と信号の関係を評価する予定である。

¹S. Hatanaka, S. Hayashi, and P. Choi, Jpn. J. Appl. Phys., 49, 07HE01 (2010) .

²S. Umemura, S. Yoshizawa, Y. Matsumoto, K. Sasaki, R. Asami, and K. Kawabata, Proc. IEEE Ultrason. Symp., 99 (2009) .

³K. Yasui, T. Tuziuti, J. Lee, T. Kozuka, A. Towata, and Y. Lida, Ultrason. Sonochem., 17, 460 (2010) .

⁴T. Uchida, H. Sato, S. Takeuchi, and T. Kikuchi , Jpn. J. Appl. Phys., 49, 07HE03 (2010) .

⁵T. Uchida, S. Takeuchi, and T. Kikuchi, Jpn. J. Appl. Phys., 50, 07HE01 (2011) .

キャビテーション発生量の計測技術に関する研究

○内田武吉、吉岡正裕、松田洋一、堀内竜三、音響超音波標準研究グループ

1. 研究の背景

- がん治療や部品洗浄などでキャビテーションの利用が増加
- キャビテーションは超音波照射対象を破壊する可能性もあるため、安全且つ効率的な利用が不可欠
- キャビテーションの有効的な使用のためには、キャビテーション発生量を計測制御する技術の開発が必要

2. 実験

- 円筒形キャビテーションセンサを試作(図1)
- キャビテーション発生量を、センサ出力電圧の周波数スペクトルの高周波成分の積分値(BIV: Broadband Integrated Voltage)を用いて評価
- BIVの有効性を実験的に評価
 - BIVとソノケミルミネッセンス(SCL)の関係
 - BIVの空間分布とSCLの発光分布の比較

3. 実験結果

- SCLとBIVの間に正の相関を確認(図3)
- 超音波伝搬方向に走査したBIVの空間分布とSCLの発光分布が一致(図4、5)

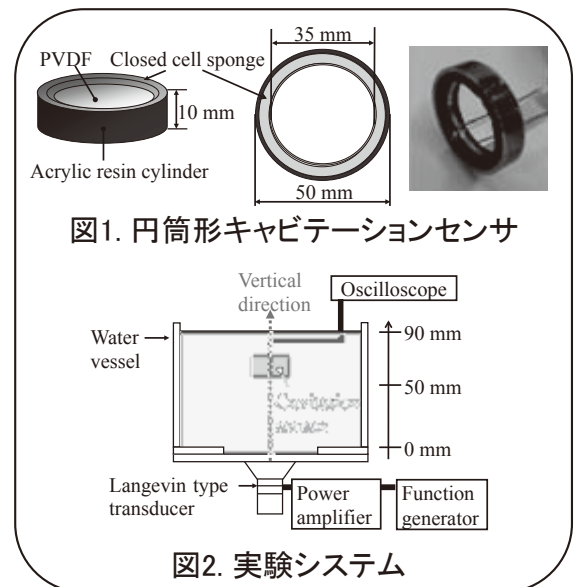


図1. 円筒形キャビテーションセンサ

図2. 実験システム

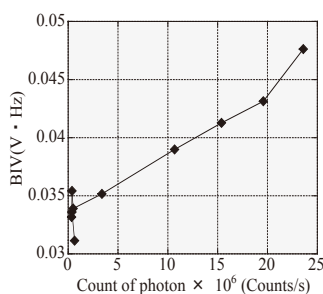


図3. SCLの発光強度とBIVの関係

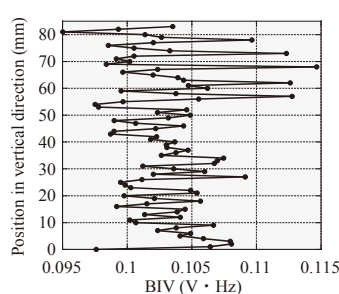


図4. 超音波伝搬方向のBIVの変化

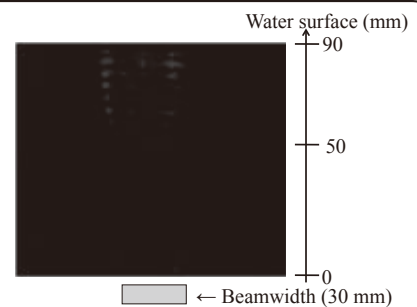


図5. 超音波伝搬方向のSCLの発光分布

4. 結論および今後の展開

- BIVがキャビテーション発生量の指標として使用できる可能性を確認
- 今後は、気泡の運動状態(膨張収縮や圧壊など)をセンサの出力で評価する予定

URL: <https://unit.aist.go.jp/rima/>

効果的な除染計画・評価のための

放射線・放射能測定装置の実用化開発

放射線標準研究グループ 黒澤 忠弘、齋藤 則生、加藤 昌弘

川口電機製作所 岩下 敦

要旨

住民にとって帰還した際の被ばく線量がどの程度になるのかは不安要素の一つとなっている。また除染しても大幅に線量率が下がらず、除染が的確に行われているか疑問視する声もある。これらの問題解決のツールとして、汚染域の方向・距離を推定できる測定器、及び非破壊にて土壤中の放射性物質の深度分布が推定可能な測定器の試作機を製作した。

1. はじめに

2011年3月11日の東日本大震災に伴う福島第一原子力発電所の事故により、広いエリアにわたって放射性物質が拡散した。特に福島県内においては、降り積もった放射性物質の割合が多く、除染や被ばく線量の管理が問題となっている。帰宅困難地域も除染が進み、避難先からの帰還が予定されているが、住民にとって帰還した際の被ばく線量がどの程度になるのかは不安要素の一つとなっている。また除染しても大幅に線量率が下がらず、除染が的確に行われているのか疑問視する声もある。これらの問題解決のツールとして、汚染域の方向・距離を推定できる測定器、及び非破壊にて土壤中の放射性物質の深度分布が推定可能な測定器の試作品を製作した。今回はこの基本特性について報告する。

2. 福島県内におけるスペクトル測定

原発事故後まもなく、様々な種類の線量計が広まり、線量計ごとに示す値が異なるといった問題が発生していた。線量計によっては、入ってくるγ線のエネルギーによって示す値が異なるといった特性があることから、場所によってγ線スペクトルが大きく異なるのではないかと考えた。そこで福島県内における光子スペクトル測定を行った¹。図1にその測定結果の一部を示す。飯館村や福島市内などを

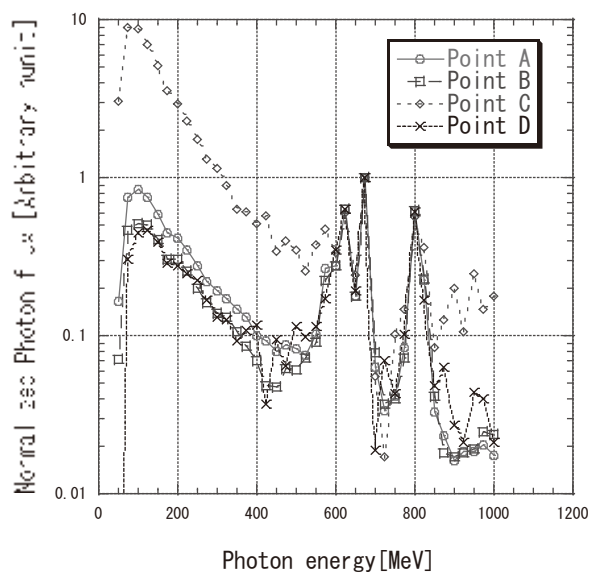


図1. 福島県内における光子スペクトルの測定例。

計測したが、場所によるスペクトル形状の違いは見られなかった。大きく異なったのは、除染後の地域のスペクトルである。そこでこの特徴を応用することを考え、測定器の開発に至った。

3. 測定器の概要

1) 汚染域推定用測定器

汚染域の同定には、ガンマカメラやコンプトンカメラといった装置が用いられている。しかしこれらの機器は、重量が重く（10kg 以上）、また非常に高価である（1000 万円程度）。そこで我々は、空間分解能は高くないが、測定位置から汚染域までの大よその距離が推定でき、また東西南北上下の 6 方向を同時に計測できる測定器を開発した。図 2 にその試作品を示す。測定値の解析にはスペクトルデータが必要なため、CsI(Tl)シンチレータとフォトダイオード、MCA を用いている。エネルギー分解能を向上させるために半導体検出器の採用も検討したが、価格面また低価格化とコンパクト化も重要だったことから、これらのことを考慮して CsI(Tl)シンチレータとフォトダイオードを用いることとした。線量寄与の方向もある程度推定したいと考え、検出器の周りを鉛で多い、コリメートしている。CsI(Tl)シンチレータ結晶のサイズは、10 mm×10 mm×10 mm の立方体である。これにフォトダイオードとプリアンプを接続し、この検出器ユニットを覆うように 25 mm 厚の鉛コリメータを配置している。必要最小限のコリメートにより、6 つの検出器

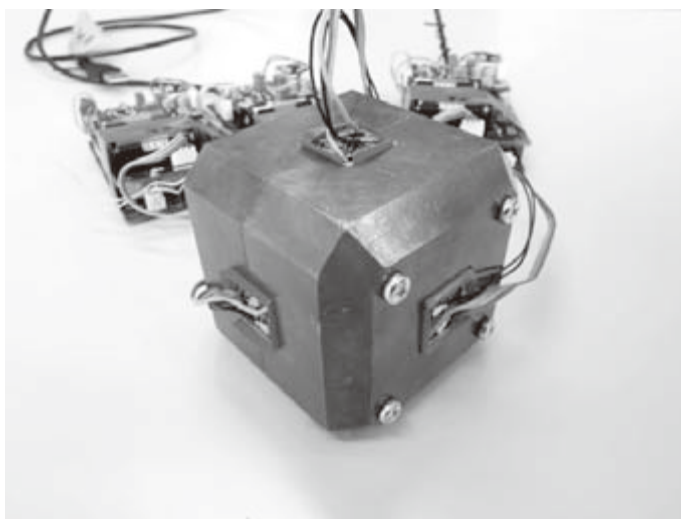


図 2. 汚染域推定用測定器の外観。

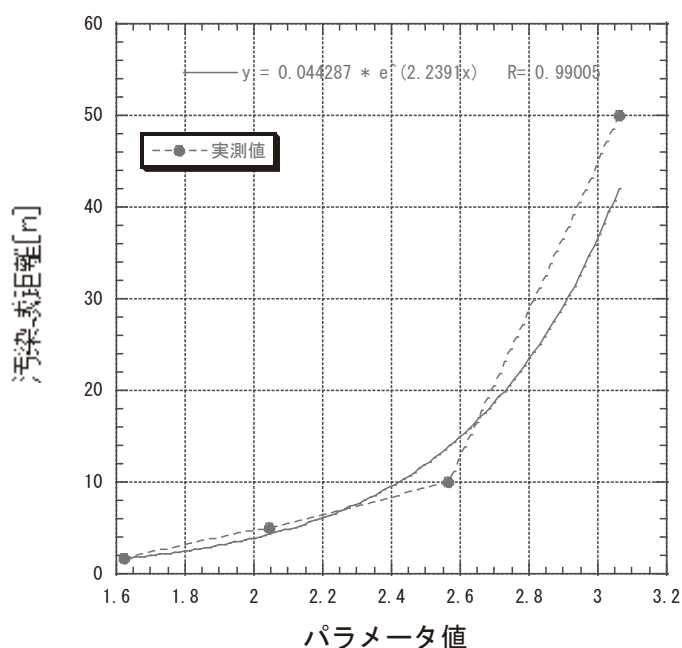


図 3. スペクトルデータから得られたパラメータ値に対する汚染域距離の関係。

を配置しても全体の重量は 3 kg 未満となった。これにより、容易に持ち運びできる重量、サイズとなった。アンプや MCA は USB コネクタ接続による電源で動作するようになってい。データ収集もこの USB を介して PC に送られることになる。

汚染域の距離を推定するために、測定されたスペクトルデータをいくつかのパラメータとして解析をし、図 3 に示すような、パラメータ値と汚染距離の関係性を求めた。このパラメータに対するフィッティング式を用いることにより、汚染域の距離を算出することが可能である。

2) 土壌中の放射性物質深度分布測定器

土壌表面に設置するだけで放射性物質の土壌中分布が測定できるよう、こちらもスペクトル測定を行う装置となっている。やはり低価格、軽量化を考慮して、前述した汚染域推定用測定器と同様に、CsI(Tl)シンチレータとフォトダイオード、MCA の組み合わせとなっている。ただこちらは地面下方向のみの計測であることから、効率を考えて検出器サイズを 25.4 mm×25.4 mm×25.4 mm のものを採用した。図 4 にその外観写真を示す。こちらも地面方向から来る光子のみを計測するように、周りを鉛で覆いコリメートしている。こちらも MCA 等は USB からの電源で動作し、通信も USB または Bluetooth での無線通信も可能である。全体の重量は約 2 kg となり、持ち運びが容易になっている。

深度分布の解析のために、測定したスペクトルをパラメータ化して解析を行っている。図 5 にパラメータと汚染物質の土壌深さを示した実測図とフィッティング式を示す。このように、フィッティング式によってどの程度の深さまで汚染土が分布しているか推定することが可能となっている。

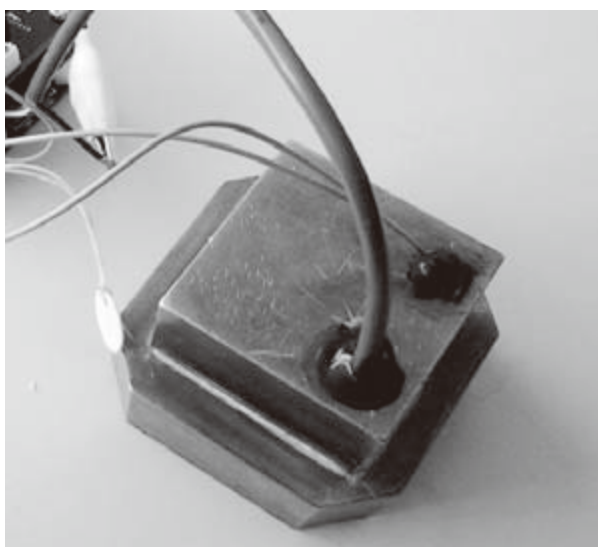


図 4. 土壌中の放射性物質深度分布測定器。

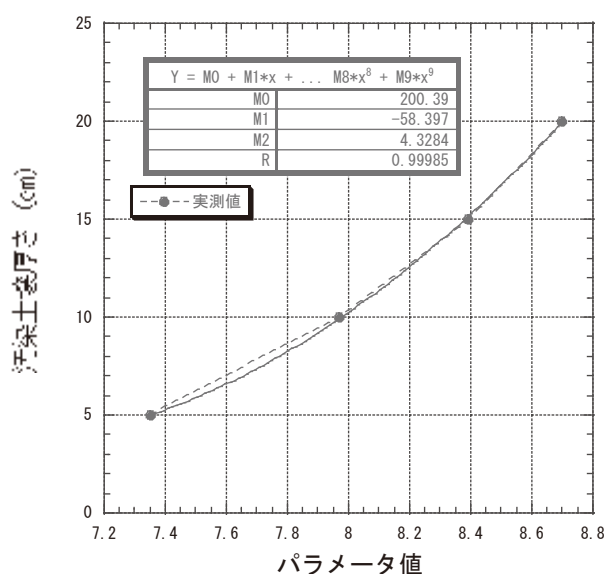


図 5. パラメータ値と汚染土壌深さの関係。

4. まとめ

汚染域の方向・距離を推定できる測定器、及び非破壊にて土壌中の放射性物質の深度分布が推定可能な測定器を開発した。目に見えない放射線は、帰還住民にとって漠然とした不安要素となっている。今回開発した測定器によって、数値として線量また汚染域などが分かることから、住民の不安を低減させるツールとして活用できるものとする。

謝辞

本研究開発は、「JST 研究成果最適展開支援プログラム A-STEP ハイリスク挑戦タイプ(復興促進型)」にて進められています。

引用文献

¹T.Kurosawa, H.Iwase, N. Saito, J. Nucl. Scie. Tech. 730, 51 (2014).

効果的な除染計画・評価のための 放射線・放射能測定装置の実用化開発

○黒澤忠弘、齋藤則生、加藤昌弘 放射線標準研究グループ
岩下敦 川口電機製作所

1. 開発の背景

原発事故後、福島県を中心に除染が進み避難先からの帰還が予定
住民にとって自宅周辺の汚染状況が見えず不安が増大



汚染域の方向・距離の推定、非破壊での汚染土壌深度分布の測定器を開発！！

2. 開発の内容

・汚染域推定用測定器

CsI(Tl)の結晶をコリメート付きで6方向に配置
スペクトル解析により、汚染域の距離を推定

・土壌中の放射性物質深度分布測定器

1インチ立方のCsI(Tl)をコリメートして土壌表面に
設置し、計測

同様にスペクトル解析によって、汚染土壌の深度
分布を非掘削にて計測

・機器の特徴

放射線を検出する結晶とプリアンプのみをコリ
メートすることにより、全体を軽量化(それぞれ2kg
以下)

汎用的な結晶の採用により、製作コストを低減

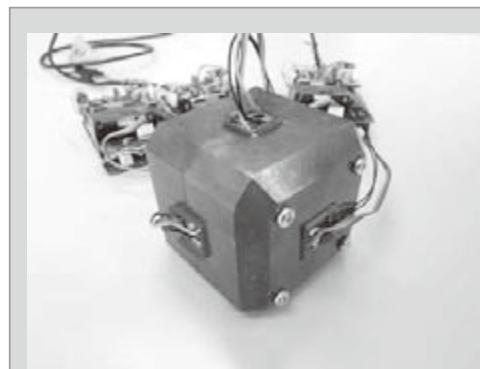


写真1. 汚染域推定用測定器



写真2. 土壌中の放射性物質深度
分布測定器

3. 今後の展開

より操作し易く、直感的に結果が分かるインターフェイスを開発予定
住民が自分で計測することにより、安心感を得られると考えられることから、自
治体等での活用を期待

X線自由電子レーザー(XFEL)用常温カロリメータ

放射線標準研究グループ 田中 隆宏、加藤 昌弘、齋藤 則生
高輝度光科学研究センター(JASRI) 登野 健介
理化学研究所 矢橋 牧名、石川 哲也

要旨

近年、X線自由電子レーザー(X-ray free-electron laser: XFEL)を利用した研究が国内外を問わず広く進められている。XFELの強度は、基本的な物理量である同時に、XFEL利用研究を理解する上で重要なパラメータとなる。しかし、非常に強力なXFELは従来の検出器を飽和させるため、絶対強度の評価が困難であった。

そこで、X線領域の放射光のパワーの絶対測定に関する当グループのノウハウを活かし、XFELの絶対強度が測定可能な常温カロリメータを開発した。

1. はじめに

近年、X線領域の自由電子レーザー施設の開発が世界中で進められている。2015年8月現在で稼働しているX線自由電子レーザー(X-ray Free-Electron Laser: XFEL)の施設は、アメリカ合衆国のLCLS(Linac Coherent Light Source)と日本のSACLA(SPring-8 Angstrom Compact free-electron Laser)^{1,2}の二施設のみであるが、ドイツ(ヨーロッパ)のEuropean XFEL、スイスのSwissFEL、韓国のPAL-XFEL (Pohang Accelerator Laboratory XFEL)などが開発中となっており、この新しい光源を利用した研究は今後増加していくものと考えられる。X線自由電子レーザーの光源としての性能を評価する上で、その絶対強度(ここでは、パルスエネルギー[J/pulse]もしくは平均パワー[W]とする)の測定は不可欠となる。そのため、XFELの強度を正確に測定する技術が求められてきた。当研究グループでは、極低温放射計³を絶対検出器としたシンクロトロン放射光(0.3~40 keV)の絶対強度の評価技術のノウハウを活かし、SACLAのXFELの強度の絶対測定を行ってきた⁴。しかし、この極低温放射計では配線用の超伝導ワイヤーの特性から、SACLAのXFELのような平均パワーが数mWを超えるような高強度の光の測定が困難となる。その他にも、液体ヘリウム冷却に必要なコストや、冷却時間(3日程度)などの運用面にも課題があった。そこで、SACLAのXFELの絶対強度を簡便に測定するために常温カロリメータを新たに開発し⁵、放射光を用いて性能評価を行ったので、その結果について簡単に述べる。

2. 研究方法

今回開発した常温カロリメータは、X線ビームの吸収による受光部の温度上昇の測定を基にした測定器である。図1に常温カロリメータの模式図を示す。常温カロリメータの主な構成は、受光部と二重の熱シールドであり、真空チェンバー内に設置されている。受光部は厚さ1mmの金の板と、壁厚0.2mmの銅製の筒でできており、受光部の吸収率は0.3~40keVのX線(光子線)に対してほぼ100%である(40keVの光子に対して吸収率99.7%)。

受光部にはヒーター（チップ抵抗）と温度計（微小サーミスタ）が取り付けられており、受光部が常に一定の温度となるように制御される。受光部の温度制御には、PID 制御を採用している。交流ブリッジ回路とロックインアンプで構成される温度測定システムを使い温度変化（微小サーミスタの抵抗値の変化）を測定している。この温度変化のデーターを、ヒーター出力の PID 制御にフィードバックしている。X 線ビームが受光部に入射すると、X 線の強度（パワー）の分だけヒーターの出力は低下する。つまり、この低下したヒーターの出力（電力）が X 線の強度に相当する（電力置換）。受光部の温度が、周辺の環境温度の変動に左右されないように受光部を熱シールドで二重に覆っている。この二重の熱シールドそれぞれにも、温度計とヒーターが取り付けられてあり、受光部と同様に温度が一定になるようにそれぞれにヒーターの出力を PID 制御している。

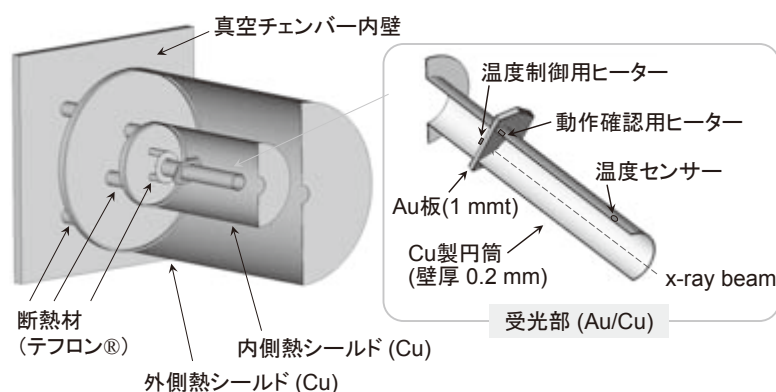


図 1. 常温カロリメータの模式図 （左）全体図、（右）受光部の拡大図。

常温カロリメータの性能評価は、受光部に取り付けた動作確認用ヒーターに既知の電力を入力することにより行うオフラインテストと、シンクロトロン放射光を使った極低温放射計との比較の 2 つの方法で行った。シンクロトロン放射光を使った実験は、高エネルギー加速器研究機構（KEK）の PF(Photon factor)のビームライン BL11B にて行った。放射光のエネルギーは 3.0、3.6、4.0、4.5 keV の 4 種類で比較（測定）を行った。なお、極低温放射計での測定条件に合わせるため、常温カロリメータによる測定でもパワーが約 0.15 mW になるようにスリットで光を絞った。今回は、極低温放射計との直接の比較ではなく、過去に極低温放射計で校正したフォトダイオードとの比較によって、常温カロリメータの性能評価を行った。

3. 研究結果と考察

オフラインテストでは、50 μ W~6.9mW の範囲の電力を動作確認用ヒーターに入力し、1% 以内の不確かさで外部入力パワーの測定ができることを確認した。なお、この 1%の不確かさの主因は、受光部内で生じる温度分布によるものである⁵。極低温放射計の不確かさ(0.3%程度)には及ばないが、XFEL 光源には発生機構に付随した変動（ビーム強度や位置など）が数%(標準偏差で約 10%)あるため、常温カロリメータの不確かさでも十分である。また、極低温放射計では約 4mW 以上のパワーが入射すると受光部が超伝導ワイヤー

の転移温度(約 9K)を超えるため正常な測定ができなくなるが、今回開発した常温カロリメータでは 4mW 以上の入射パワーに対しても正常に動作することが確認された。

常温カロリメータを使った放射光の平均パワー測定の様子を図 2 に示す。図 2 中で黒線（上側のグラフ）は受光部の温度変化（ブリッジ回路の出力信号で、数値が低いほど高温）を示し、赤線（下側のグラフ）は受光部の温度制御用ヒーターへの入力電力を示している。

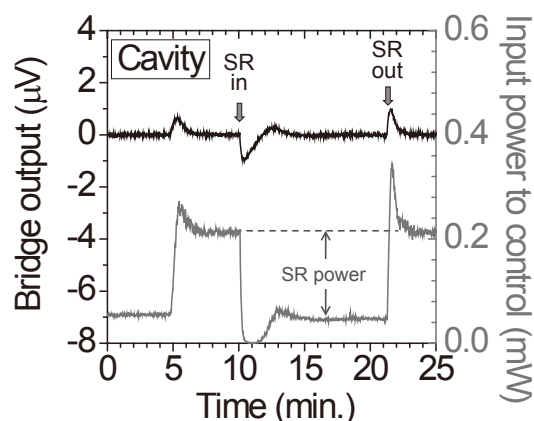


図 2. 常温カロリメータによる放射光の強度測定、(黒線): 温度測定用ブリッジ回路の出力信号（温度変化に対応するシグナル）、(赤線): 受光部の温度制御用ヒーターへの入力電力（青字で示した通り、電力の差分が放射光の平均パワーに相当）。

図 2 に示した通り、放射光（Synchrotron Radiation: SR）が入射することにより、受光部の温度が上昇し始めるが、PID 制御によりヒーターへの入力電力が減少し、ブリッジ回路からの信号は 0μV 近傍に戻る（放射光が入射する前の温度に戻る）。この減少した電力が入射した放射光の平均パワーになる。

図 3 に、極低温放射計（国家標準器）と常温カロリメータによって測定されたそれぞれの放射光の平均パワーの同等性の評価結果を示す。

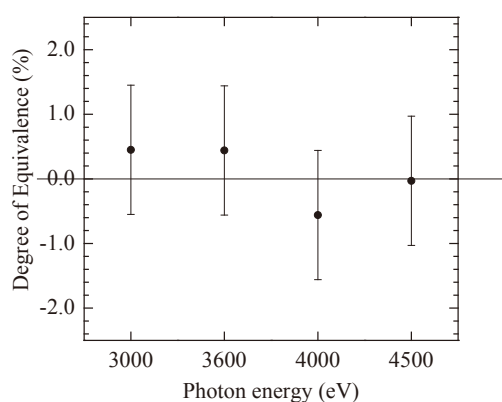


図 3. 極低温放射計と常温カロリメータの放射光の平均パワーの測定値の同等性⁵（縦軸の値がゼロに近いほど両者の計測値が一致していることを表す）。

図3に示す通り、今回の比較に使用したエネルギーにおいて、両者の測定値は良い一致を示した。なお、極低温放射計は、当グループが所有しているX線領域の放射光の強度の標準の国家標準器であり、ドイツとの国際比較により標準の同等性は確認されている³。したがって、今回開発した常温カロリメータによって測定されるパワーの絶対値ならびに不確かさの妥当性を確認することができたといえる。

4. まとめ

X線自由電子レーザー(X-ray Free electron laser: XFEL)の絶対強度を簡便に測定するため、常温カロリメータを開発し、その性能評価を行った。極低温放射計ほどの不確かさは達成できなかったが、XFELの強度を測定するには十分な不確かさであることを確認した。また、極低温放射計では測定が難しい4mW以上の強度でも正常に測定できることも確認し、放射光よりも強度の高いXFELの強度測定に適した測定器といえる。国家標準器である極低温放射計と比較を行い、常温カロリメータの測定結果の妥当性を定量的に確認することができた。

謝辞

本研究の一部は、文部科学省の科学技術試験研究委託事業「X線自由電子レーザー利用推進研究課題(平成21年度－22年度)」および理化学研究所「SACLA利用装置提案課題(平成23年度)」ならびに高エネルギー加速器研究機構 放射光共同利用実験(課題番号：2012G564)の支援により行いました。

参考文献

- ¹ T. Ishikawa *et al.*, Nat. Photonics **6**, 540 (2012).
- ² M. Yabashi *et al.*, J. Synchrotron Rad. **22**, 477 (2015).
- ³ T. Tanaka *et al.*, Metrologia. **49**, 501 (2012).
- ⁴ M. Kato *et al.*, Appl. Phys. Lett. **101**, 023503 (2012).
- ⁵ T. Tanaka *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **86**, 093104 (2015).

X線自由電子レーザー(XFEL)用常温カロリメータ

○田中隆宏^{1,2}, 加藤昌弘^{1,2}, 齋藤則生^{1,2}, 登野健介³, 矢橋牧名², 石川哲也²

産総研放射線標準グループ¹, 理研², JASRI³

1. 開発の背景

近年、X線自由電子レーザー(X-ray free-electron laser: XFEL)を利用した先端研究が国内外を問わず広く進められている。XFELの強度は、基本的な物理量である同時に、XFEL利用研究を理解する上で重要なパラメータとなることがある。しかし、非常に高輝度なXFELは、従来の検出器を飽和させるため、その絶対強度の評価が困難であった。

そこで、当グループの放射光の強度の絶対測定に関するノウハウを活かし、XFELの絶対強度が測定可能な常温カロリメータを開発した。

2. 開発の内容(スペック)

- ① 測定範囲
 - ✓ エネルギー: 0.5 ~ 40 keV
 - ✓ パワー: 0.05 ~ 10 mW
- ② 測定精度: $\pm 1\%$ (FELの強度変動を除く)
- ③ 優れた操作性
 - ✓ 室温動作(液体HeとN₂による冷却不要)
 - ✓ 複雑な解析が不要(電力置換法)

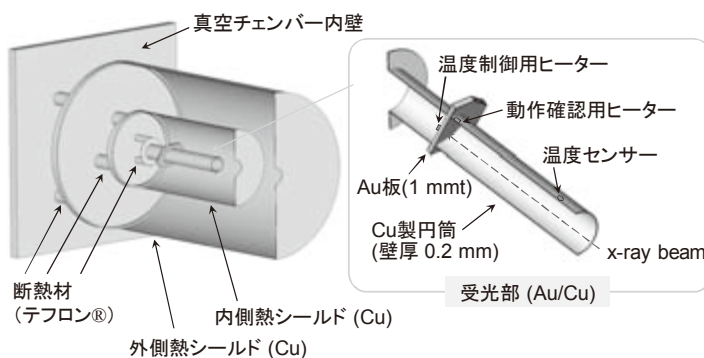


図1. 常温カロリメータの概略図

3. XFELの絶対強度測定

実験場所: SACLA (SPring-8
Angstrom Compact free-electron LAser)

測定条件

光子エネルギー: 4.4~16.8 keV
繰り返し周波数: 10, 15, 30 Hz
パルスエネルギー: 0.2 mJ/pulse
強度の変動: ~2% (during 180 s)

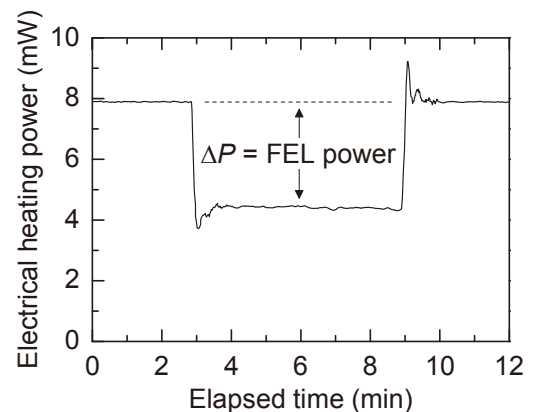


図2. XFEL強度測定の実例

4. 結論

- ・ XFELの絶対強度測定が可能であることを確認
- ・ SACLAのビームラインの性能評価(高次光の評価など)に活用
- ・ SACLAのビームラインに常設の強度モニターを校正

➡ SACLAの実験利用者にSIトレーサブルな絶対強度を提供

熱量測定を利用した放射線量計測

放射線標準研究グループ 森下 雄一郎、加藤 昌弘、清水 森人、田中 隆宏
黒澤 忠弘、齋藤 則生

要旨

放射線によるがん治療では放射線量を水吸収線量と呼ばれる単位で測定している。水吸収線量を正確に測定するためには、従来の空気を電離して電流を測定する方法より、水(またはそれに近い物質)が放射線から吸収する熱量を測定するほうが正確である。そこでグラファイトカロリメータとホイストンブリッジを使った高感度の温度測定法を組み合わせ、水吸収線量測定装置を開発した。

1. はじめに

放射線の線量計測は、電離箱などを使って、放射線を電荷に変換して計測することが多い。これは放射線の発見当時から行われ、現在でも放射線量の国家標準として利用されている。しかしこの方法では計測する量は電流[A]や電荷[C]であって、放射線量の基礎単位[Gy=J/kg]とは違っており、変換を必要とする。この変換は、現在でも値が大きく変更されるほど評価の難しいものであり、放射線量の不確かさを大きくする要因のひとつとなっている。

2. グラファイトカロリメータ

放射線量の定義に忠実な計測方法のひとつとして、カロリメータを使った熱量測定がある。カロリメータでは、放射線エネルギーを熱エネルギーに変換し、その結果生じる温度上昇 ΔT [K]を測定する。放射線を吸収した物質の比熱 c [J/kg/K]を考慮すると、吸収線量(単位質量あたりの吸収エネルギー)は $D = c\Delta T$ [Gy]で得られる。

水吸収線量は吸収体を水にすると最も定義に忠実な測定が可能であるが、水の比熱が大きい(4200 J/kg/K)、期待される温度上昇は小さい。このため水に原子的に近いグラファイト(比熱 700 J/kg/K)を使ってカロリメータを作成した¹⁾。

図 1(A)はグラファイトカロリメータの断面図である。カロリメータの大部分はアクリル(PMMA)でできたファントムであり、そのファントムの中に熱量を測定するためのグラファイト素子(図 1(B))が埋め込まれている。グラファイト素子の一番中心には直径 20 mm 厚さ 2 mm のコアがあり、それを取り囲むように円筒形のジャケットがあり、更にその外側を円筒形のシールドが囲んでいる。それぞれは空間的に 1 mm 離して配置することにより、お互いの熱のやり取りを遮断している。

3. 温度測定法

放射線による温度上昇は一般に非常に小さく、グラファイト(比熱 700 J/kg/K)が 1 Gy 放射線を吸収したときの温度上昇は 1.4 mK しかない。この小さな温度上昇を測定するために、図 2(A)に

示すような微小でありながら、高感度($dR/dT \approx 75 \text{ } [\Omega/\text{K}]$)なサーミスタを図 1(B)のようにグラファイト素子に埋め込んだ。この場合、1 Gy の放射線による抵抗(温度)変化は 0.1 Ω 程度であり、サーミスタの抵抗が 2000 Ω であることを考えると非常に高精度の抵抗測定が必要となる。そのためホイットストンブリッジとロックインアンプを組み合わせた抵抗測定器を開発した。これにより(相対的な)温度が 30 μK 程度で決定できるようになった。

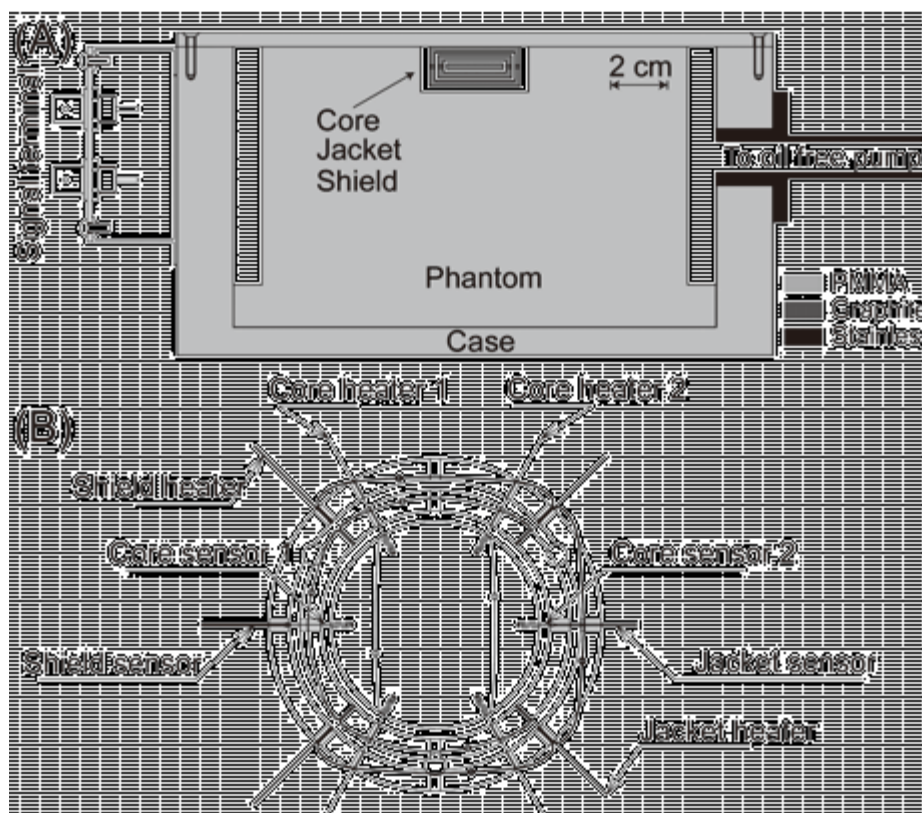


図 1. (A)グラファイトカロリメータの断面図と(B)熱量計素子。

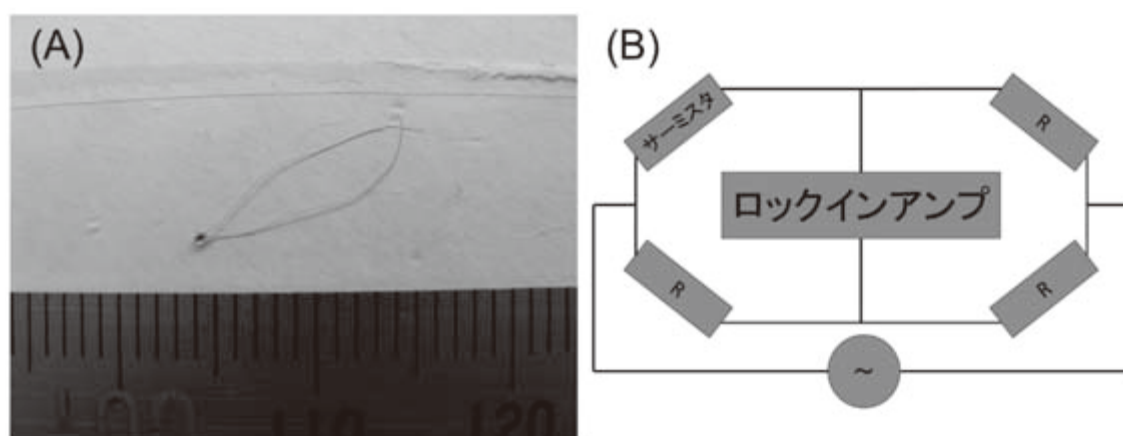


図 2. (A)温度測定用サーミスタ(B)温度測定法。

4. 線量測定法

カロリメータには図 1(B)に示すように、ヒーター用のサーミスタも埋め込まれている。これらを通電加熱することにより、グラファイト素子の温度は PID 制御できる。カロリメータによる線量の測定方法には準断熱法と定温度法の二つがある。

準断熱法ではシールドの温度を室温より若干高い温度で一定温度に PID 制御し、室温の変動による温度変化を遮断する。次にジャケットの温度が常にコアの温度と同じになるようにジャケットのヒーター出力を PID 制御し、コアを断熱状態にする。この状態で外部から放射線が入射するとコアの温度は上昇する。このときの吸収熱量率(電力)を P_{rad} 、測定時間を t 、温度上昇を ΔT とすると、 $P_{rad}t = M_{core}C\Delta T$ となる。ここで M_{core} はコアの質量、 C はコアの比熱容量である。

一方、定温度法ではコア、ジャケット、シールドの温度を常に一定に保つように各ヒーター出力を PID 制御する。このような制御を数時間行い十分安定な状態になるとコアに供給される電力 P_{core}^i は一定値を示すようになる。この状態で放射線を入射するとコアの温度は上昇しはじめる。しかし、コアのヒーターはコアの温度が一定になるように制御されているので、ヒーター出力を P_{core}^f に減らすことになる。すなわち $P_{rad} = P_{core}^i - P_{core}^f$ が成り立つ。

図 3(A)は医療用の高エネルギーX線発生装置(Linac)を用いて準断熱測定法による測定の一例である²。この測定法では積算した線量を温度上昇から決めるため、線源がパルス線源であっても計測が可能である。

一方、図 3(B)は定温度測定法による測定の一例である。この測定法では放射線がもたらす電力量を決める方法であるため、放射線は一定の出力でなければならない。そのためここでは Co-60 のガンマ線を利用している。

以上二つの測定により P_{rad} を 0.1 %以内の不確かさで決定できるようになった。ここで求まる量はグラファイト吸収線量に近い量であり、実際に必要とされる水吸収線量とは違う量である。このため、水吸収線量に変換するための補正が必要になる。この補正はモンテカルロ法によって求めており、最終的な水吸収線量の不確かさとして 0.5 %を達成している。

5. まとめ

現在、Co-60 ガンマ線の標準が全国的に供給されている。Linac を使った高エネルギーX線による標準も開発も成功し、標準供給の準備を行っている。このほかにも電子線、粒子線をつかった放射線治療に対する標準についても開発を推進している。

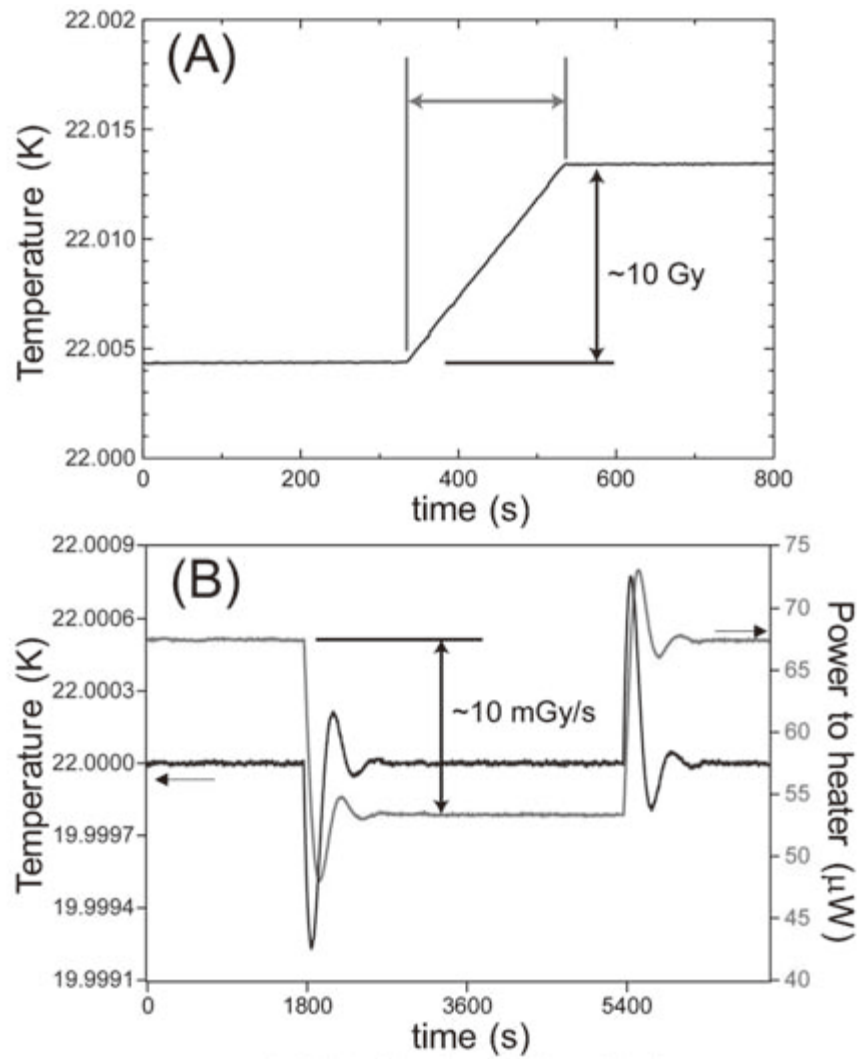


図 3. (A)準断熱測定と(B)定温度測定。

¹ Y. Morishita, M. Kato, N. Takata, T. et. al., Radiat. Prot. Dosim., 154 331-339 (2013).

² M. Shimizu, Y. Morishita, M. Kato, et al, Radiat. Prot. Dosim., 164 181-186 (2015).

熱量測定を利用した放射線量計測

○森下雄一郎、加藤昌弘、清水森人、田中隆宏、黒澤忠弘、齋藤則生
産業技術総合研究所 放射線標準研究グループ

1. 研究・開発の背景

放射線によるがん治療は、正常細胞よりがん細胞のほうが、放射線に対する耐性が弱いことを利用している。このため、正常細胞を傷つけずに、効果的にがん細胞を死滅させるには放射線の線量の決定が重要であり、国家標準のレベルでは0.5 %程度での水吸収線量の測定が要請されている。

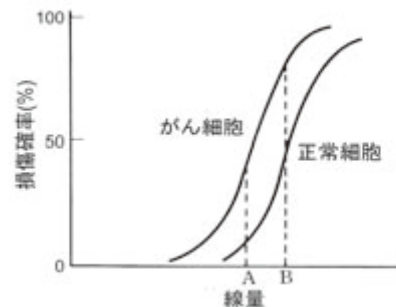


図1:がん細胞と正常細胞の放射線に対する感度の違い

2. 研究・開発の内容

温度上昇・比熱
一定温度を維持するための消費電力

吸収熱量(吸収線量測定)
吸収熱量率(吸収線量率測定)

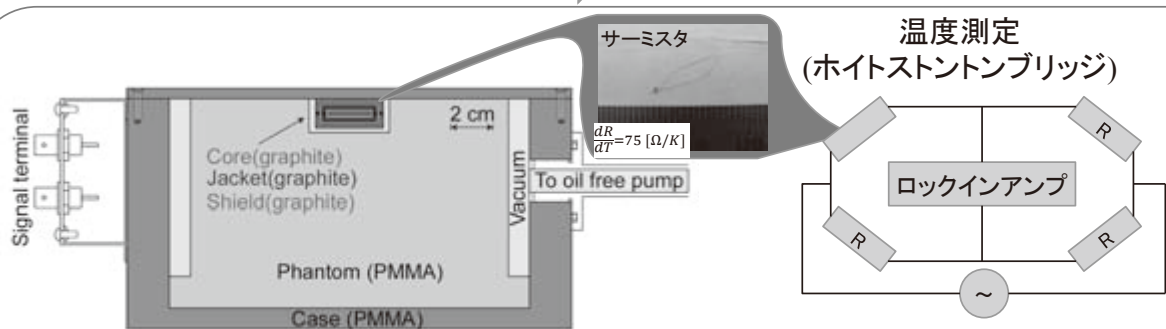


図2: グラファイトカロリメータと温度測定方法

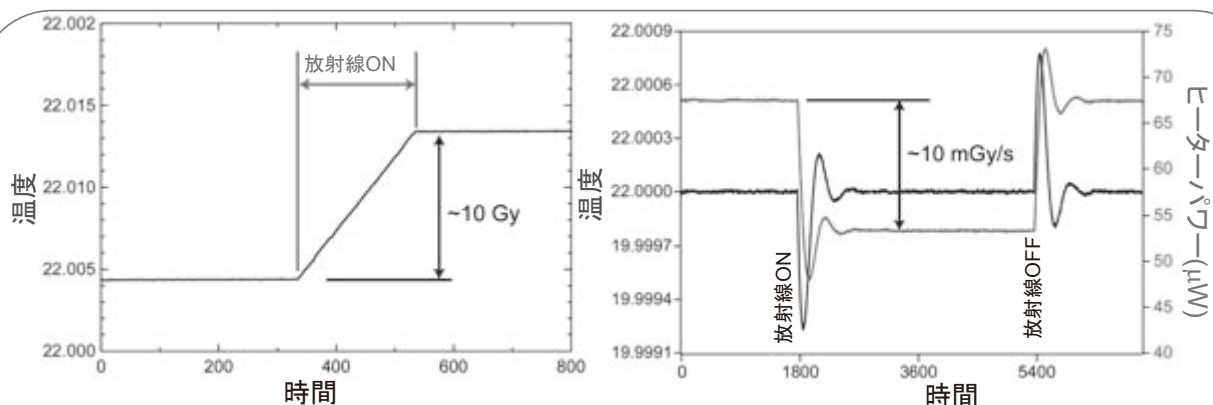


図3: 吸収線量(左)と吸収線量率(右)の測定

3. 結論および今後の展開

現在、Co-60ガンマ線の標準が全国的に供給されている。Linacを使った高エネルギーX線による標準も開発も成功し、標準供給の準備を行っている。このほかにも電子線、粒子線をつかった放射線治療に対する標準についても開発を推進している。

放射線防護・半導体照射を目的とした

高エネルギー中性子フルエンス率標準の供給開始

放射能中性子標準研究グループ 松本 哲郎、増田 明彦、原野 英樹

要旨

放射線防護や半導体ソフトウェアに対応するための照射試験利用を目的として、高エネルギー中性子フルエンス率標準の開発を行い、2014 年度に供給を開始した。

1. はじめに

産業技術総合研究所（産総研）では、熱中性子～14.8 MeV の 9 ケタにわたるエネルギー領域で、正確な中性子フルエンスや中性子線量を与える国家標準を開発し、供給してきた。近年、J-PARC 等の大型加速器の建設による放射線防護、半導体ソフトウェアの検証のため、高エネルギー中性子の利用が増えている。大型加速器施設では、加速ビームを利用することにより直接的に高エネルギー中性子を発生させたり、ビームライン上で 2 次的に高エネルギー中性子が発生したりする。したがって、放射線防護の観点から高エネルギー中性子の計測が必要とされている。また、地球上には宇宙線起因の高エネルギー中性子が降り注いでいるため、半導体が中性子入射によるエネルギー付与によってソフトウェアを起こすことが知られている。そのため、多くのメーカーで半導体による高エネルギー中性子の照射試験が行われている。そこで、45 MeV にピークエネルギーを持つ中性子に対する中性子フルエンス率($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$)標準の開発を行い、2014 年度に供給を開始した。

2. 高エネルギー中性子標準場の開発

45 MeV 高エネルギー中性子フルエンス率標準は、日本原子力研究開発機構（原子力機構）高崎量子応用研究所のイオン照射施設（TIARA）にある AVF サイクロトロンを用いて構築された。45 MeV 中性子は、AVF サイクロトロンから 50 MeV に加速された陽子ビームを約 3.8 mm 厚の濃縮 ^7Li 金属ターゲットに入射させ、 $^7\text{Li}(p,n)$ 反応によって生成される。中性子は、直径 10 cm のコリメータを通過し、測定・校正を行う中性子照射室に到達する（図 1）。

中性子エネルギー分布は、直径 7.62 cm×長さ 7.62 cm の液体シンチレータ（BC501A）を用い、中性子飛行時間法によって決定された¹。中性子飛行時間法は、中性子源と中性子検出器間の距離 $L(\text{m})$ と飛行時間 $T(\text{ns})$ から次式のように中性子エネルギー (MeV) が求められる（図 2）。

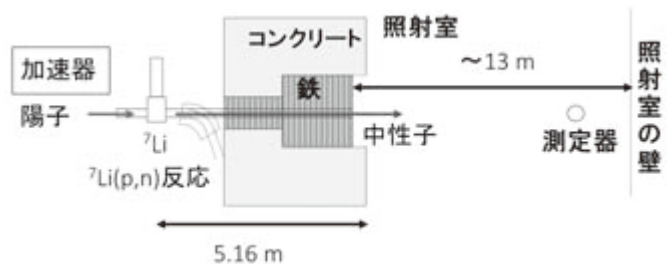


図 1 . TIARA ビームラインの概略図。

$$E = m_{n0} \left(\frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{v_n}{c} \right)^2}} - 1 \right)$$

$$= m_{n0} \left(\frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{L}{T_n c} \right)^2}} - 1 \right) \quad (1)$$

E_n : 中性子エネルギー
 m_{n0} : 中性子の静止質量
 L : 中性子の飛行距離
 T_n : 中性子の飛行時間
 V_n : 中性子の速度
 C : 光速

図3は、測定によって得られた中性子エネルギー分布である。低エネルギー領域にも中性子が生成されており、準単色と呼ばれる場であることが特徴である。中性子は、図3で示されている6 MeV以下にも存在しており、約100 keV以上の直接ターゲットから発生している中性子については、 ^6Li ガラスシンチレータによる測定を組み合わせることによって求められている¹。keV領域よりも低いエネルギー領域にも中性子は存在しており、その主な要因は室内において散乱減速された中性子である。それらは、ボナー球スペクトロメータによるアンフォールディング法によって求めている。

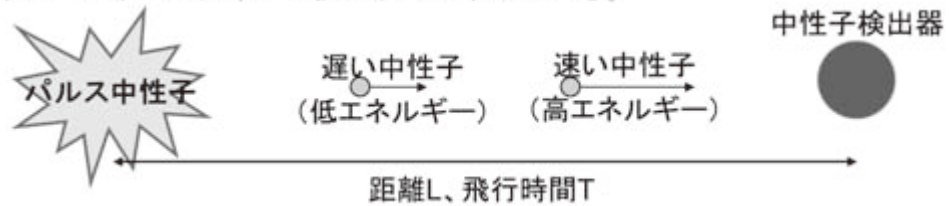


図2 中性子飛行時間法の原理

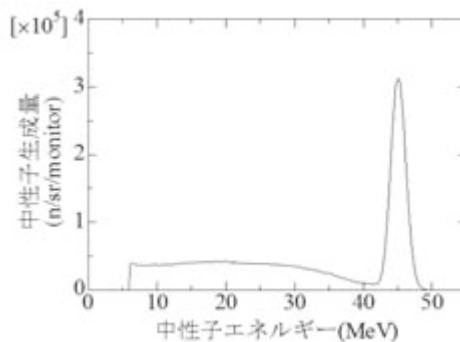


図3. 中性子エネルギー分布。

中性子フルエンスは、反跳陽子検出器によって決定された。反跳陽子検出器は、Si 半導体検出器(空乏層厚 0.5 mm×有感領域直径 60 mm)と液体シンチレータ(NE213、直径 7.62 cm×長さ 7.62 cm)を組み合わせた構造である。図 4 に示すようにポリエチレン板(直径 100 mm×厚さ 2 mm)をビーム中心に設置し、ポリエチレン中の水素原子核と中性子が弾性散乱反応を起こすことによって、水素原子核にエネルギーが付与され反跳陽子が生成される。反跳陽子検出器は、コリメートされたビームに直接当たらない位置で、ビーム軸に対して 10°の角度になるように設置される。反跳陽子検出器によって、ポリエチレン板から生成された反跳陽子を測定する。Si 検出器と液体シンチレータの 2 種類の検出器を組み合わせて測定することにより、それぞれの検出器内部でおこる様々な核反応に起因するバックグラウンド信号を除去することが可能になる。図 5 は、中性子フルエンス測定の様子である。図 6 に反跳陽子検出器によって得られた結果を示す。図 6 では、液体シンチレータからの出力波高(横軸)、Si 検出器からの出力波高(縦軸)の 2 次元プロットである。2 次元プロットからポリエチレン板から生成された反跳陽子とそのほかの荷電粒子がきれいに弁別できていることがわかる。ここから反跳陽子に起因する部分のみを切り出し、最終的に中性子フルエンスが導出される。

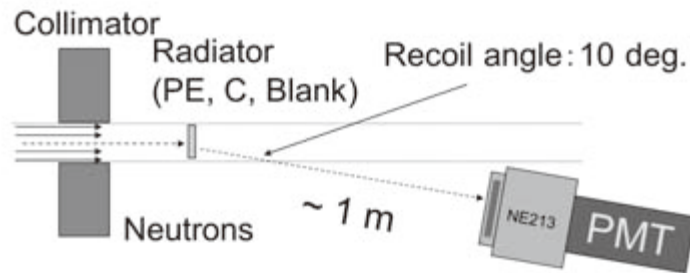


図 4. 中性子フルエンス測定の間略図。

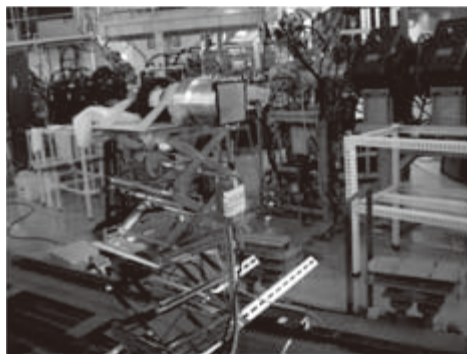


図 5. 中性子フルエンス測定の様子。

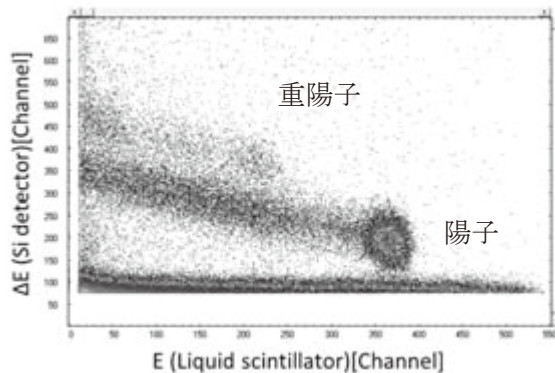


図 6. 反跳陽子検出器による出力。

表 1. 供給範囲。

フルエンス率 ($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$)	不確かさ (%)
$5.0 \sim 2.1 \times 10^4$	6.4

3. 高エネルギー中性子フルエンス率標準の供給

反跳陽子による中性子フルエンス測定の結果と加速器からのビーム電流、ターゲットと測定位置の距離の関係から、標準の供給範囲及び不確かさを決定した。供給範囲を表1に示す。不確かさは、主なものとして、反跳陽子検出器の検出効率を導出する際に使用する水素弾性散乱反応断面積の不確かさ、検出効率を導出する際のシミュレーション及びモデリングに起因する不確かさ、バックグランド補正に起因する不確かさ、及びモニタ検出器に起因する不確かさがあげられる。

前述したように高エネルギー中性子に対しては、完全な単一エネルギーによる場ではなく、低エネルギーの成分を含んだ準単色場となっている。そのため、より正確に 45 MeV に対する検出感度を求めるためには、20 MeV 以下の低いエネルギー領域に対する検出感度を知っていることが望ましい。産総研では、熱中性子から 20 MeV までのエネルギー領域で単色中性子を黒鉛パイルや 4 MeV ペレトロン加速器、300 kV コッククロフト加速器を利用して生成することが可能である。図7に中性子生成エネルギー範囲を示す。これらの中からエネルギーを選択し、検出感度を求めることにより、45 MeV における検出感度の正確性を向上させることができる。20 MeV 以下のエネルギー領域の内、熱中性子、24 keV、144 keV、565 keV、2.5 MeV、5 MeV、8 MeV、14.8 MeV(1.2 MeVと18 MeV は開発中)の各エネルギーに対する中性子フルエンスまたは中性子フルエンス率については、国家標準として整備されている。

4. まとめ

産総研では、原子力機構 TIARA を利用して、45 MeV に対する中性子フルエンス率の開発を行い、中性子フルエンス率の校正範囲及び不確かさを決定した。2014 年度に高エネルギー中性子フルエンス率の標準供給を開始した。放射線防護や半導体照射への利用や、新しい中性子線量計等の研究開発にも利用されることが期待される。

なお、本研究は、原子力機構原科研、高崎研の多くの方々の協力を得て行われたものであり、感謝申し上げる。

¹ A. Masuda et al. IEEE Trans. Nucl. Sci. 62 (3) 1295-1300 (2015).

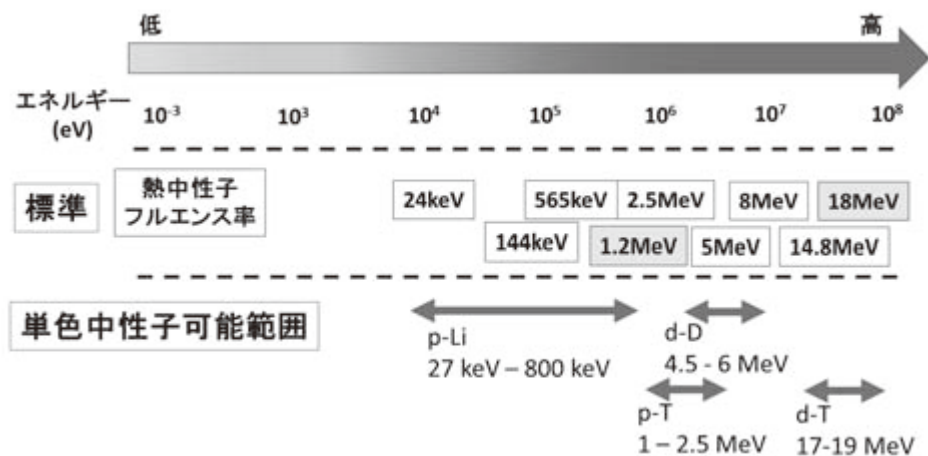


図7. 産総研で生成可能な単色中性子のエネルギー範囲と標準供給エネルギー。

放射線防護・半導体照射を目的とした 高エネルギー中性子フルエンス率標準の供給開始

松本哲郎、増田明彦、原野英樹

産業技術総合研究所・分析計測標準研究部門・放射能中性子標準研究グループ
メールアドレス: t-matsumoto@aist.go.jp

1. はじめに

- ・高エネルギー中性子(20 MeV以上)の利用



J-PARC(茨城)(JAEAのHPより)



国内外で開発の高エネルギー用
中性子サーベイメータ



医療・産業・研究用大型加速器

- ☆1次&2次高エネルギー中性子生成に対する放射線防護

宇宙線起因の高エネルギー中性子の影響

- ☆半導体素子と高エネルギー中性子との反応による動作エラー(シングルイベント現象)→照射試験
- ☆航空機乗務員被ばく評価

航空機高度
での粒子



2. 高エネルギー中性子標準場開発

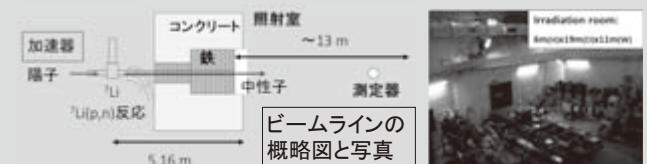
エネルギー45MeVの中性子基準照射が可能な標準場の開発を行う

技術課題

- ☆中性子エネルギー分布測定法の確立
- ☆中性子フルエンスの絶対測定

3. 高エネルギー中性子施設

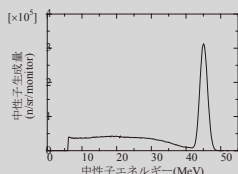
日本原子力研究開発機構 高崎量子応用研究所
サイクロトロン(イオン照射施設)



- ・ ^7Li (金属Li, 3.8 mm)に50 MeV陽子を照射して中性子生成
- ・10 cm 直径にコリメートされた中性子

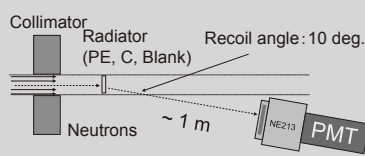
4. 中性子エネルギー分布

$^7\text{Li}(p,n)$ 反応によって発生される中性子エネルギー分布を
中性子飛行時間法によって全領域にわたって測定する手
法の開発

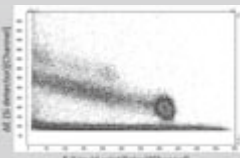


標準場の中性子
エネルギー分布

5. 中性子フルエンスの決定



検出器の
セットアップ



反跳陽子測定法により中性子フル
エンス(1cm²を通過する中性子の
数)を決定

中性子フルエンス率

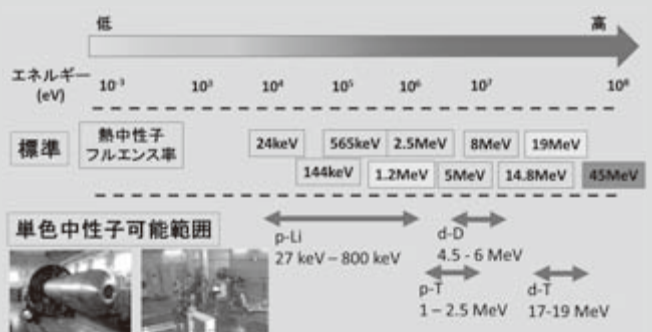
2.1×10^4 /cm²/s (6.5 m, 3 μA)

距離は6.5 m~13 m, ビーム電流は10 nA~3 μA で可変

→ 校正範囲: 5.0×10^0 /cm²/s ~ 2.1×10^4 /cm²/s

不確かさ: 6.4 %

6. 中性子照射可能範囲



産総研の中性子場において、2台の加速器や ^{252}Cf 線源、 ^{241}Am -Be線源を用いて広いエネルギー領域の中性子照射
及び測定機器の校正が可能であり、高エネルギー中性子照
射&校正において、低エネルギー成分の評価に役立つ。

→ 校正・照射・施設利用についてご相談受けてます

HP: <https://unit.aist.go.jp/rima/ract-neu/neutron/newhp.html>

まとめ

中性子のエネルギー分布、中性子フルエンス決定方法を確
立し、45MeVの中性子フルエンス率標準を立ち上げた。本年
度より、供給サービスを開始している。

謝辞

高エネルギー中性子フルエンス率標準の開発に当たっては、日本
原子力研究開発機構原子力科学研究所及び高崎量子応用研究所
のメンバー及び加速器オペレータに多大な協力をいただきました。
お礼申し上げます。

非密封放射性同位元素を用いた国際規格に基づく実用測定器評価試験

放射能中性子標準研究グループ 柚木 彰、佐藤 泰、海野 泰裕、古川 理央

要旨

体内放射能測定装置の評価試験のうち、よう素 131 非密封放射線源を用いた甲状腺モニタのレスポンス試験を産業技術総合研究所で行う予定である。高精度で安定した試験が実施できるよう、甲状腺モニタを模擬した測定システムを整備し、試験体系の評価に取り組んでいるので紹介する。

1. はじめに

放射性汚染測定器のレスポンスは、測定対象とする放射性物質と同じ放射性核種で、あらかじめ正確に放射能等が求められた標準線源を用いて評価する。平成 26 年度に実用測定器の一つである、体内放射能測定装置の日本工業規格 (JIS) 原案が審議された^{1,2}。その際、体内放射能測定装置のうち甲状腺モニタのレスポンス試験で、よう素 131 を用いることが国内製造業者にとって困難であることが議論となり、当該試験を産業技術総合研究所で実施することになった。本試験は、国際規格に基づく評価を可能にし、製品の国際競争力を高めることで、海外展開を強く支えることが出来ると期待される。

2. 試験内容

体内放射能測定装置の甲状腺モニタのレスポンス試験は、JIS の対応国際規格である IEC 61582 Ed.1 2004: Radiation protection instrumentation - In vivo counters - Classification, general requirements and test procedures for portable, transportable and installed equipment に基づいている。IEC 61582 では、設計検証として実施する形式検査の場合は、放射能が既知のよう素 131 を含むファントムを準備し、製造業者が指定した位置に置いて試験すること、と規定されている。試験対象である甲状腺モニタは試験依頼者が産総研の非密封アイソトープ使用施設に持ち込む。そして、産総研が維持する標準器で校正され、放射能の国家標準へのトレーサビリティを持つ、よう素 131 標準線源を用い図 1 に示す体系でレスポンスを評価する。併せて、出荷試験に用いる模擬線源との換算係数を実験的に求める。

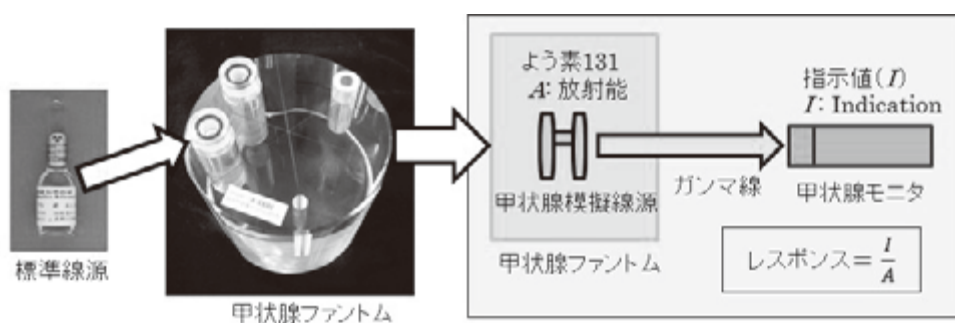


図 1. 甲状腺モニタのレスポンス試験の体系図。

3. 期待される効果

本試験により、国際規格に基づく甲状腺モニタのレスポンス評価が実現し、測定結果の説明性が高まる。さらに、製品の国際競争力が高まり、国内製造業者による海外展開が拡大する。

4. 試験実施に向けて

甲状腺モニタのレスポンス試験が高精度で安定して実施できるよう、産総研に甲状腺モニ

タを模擬した測定システムを整備し、計量トレーサビリティの確立、国際規格に基づく試験の標準化、不確かさ評価、及び遮蔽等の試験環境の妥当性を確認する。次に、諸外国の試験方法を評価し、それらを包含した新 IEC 規格の提案を目指す。

5. 実施概要

(1) 放射線測定システムの構築

一般的な甲状腺モニタと同様の放射線測定システムを構築し、線源評価、ファントムの影響評価を効率的に実施する。放射線検出器には直径及び高さが 2 インチの NaI(Tl)シンチレータ、及び 3 インチの NaI(Tl)シンチレータを用いたシンチレーション検出器を用い、放射線のエネルギースペクトルが分析できる測定回路を組み合わせた放射線測定システムの設計、組み立て及び基本特性の評価を行う。本測定システムは様々なファントムを用いた試験に対応でき、かつ移動が容易な一体形構造とする。

(2) 校正用線源の開発

よう素-131 非密封放射性同位元素溶液を充填した校正用線源を開発する。甲状腺の形状を模擬した線源容器を製作し、よう素-131 非密封放射性同位元素溶液を充填して、校正用線源とする。甲状腺の形状を模擬した線源容器を製作し、甲状腺の形状を模擬した線源容器の実用的な製作法と封入方法を決定して製作する。これをファントムに装着して放射線検出の効率や散乱の割合を評価する。異なる形状の線源を比較して最適な形状を決定し、JIS 審議の際の資料とする。また、バリウム-133 とセシウム-137 を組み合わせた模擬線源との比較を行い、日常的なレスポンス確認の精度を評価する。これらの評価に基づき、製造業者等が持ち込む製品の試を可能にする試験体系を構築する。

6. 今後の展開

非密封放射性物質を用いた放射線計測器の試験は、海外の製品規格や IEC 規格では常識的に規定されているが、国内での実施には制約があった。産業技術総合研究所の放射線施設を用いることで、非密封放射性同位元素を用いた試験が比較的容易に実施でき、品質の高い試験環境を供給できる。今後は、同様の試験を、放射性ガスモニタ、放射性ダストモニタ等にも展開できるように開発を進めていく予定である。

参考文献

¹ 高田千恵、内部被ばくの評価 1) 体外計測法による評価、RADIOISOTOPES **63**, 239 (2014).

² 柚木 彰、放射線防護計測機器の工業標準化動向、Isotope News **718**, 34 (2014).

非密封放射性同位元素を用いた国際規格に基づく実用測定器評価試験

○ 柚木 彰, 佐藤 泰, 海野泰裕, 古川理央, 放射能中性子標準研究グループ

1. 開発の背景

放射性汚染測定器のレスポンスは、測定対象と同じ放射性核種の標準線源を用いて評価する。体内放射能測定装置のうち甲状腺モニタのレスポンス試験で、I-131標準線源を用いることが国内製造業者にとって困難であるため、産総研で試験体制を整備することになり、実現性の確認が必要となった。

2. 開発の内容

産総研が維持する標準器で校正され、放射能の国家標準へのトレーサビリティを持つ、I-131標準線源を用い、図1に示す体系でIEC 61582 Ed.1: 2004に従ったレスポンス試験が安定して実施できることを確認する。そのために産総研に甲状腺モニタを模擬した測定システムを整備し、計量トレーサビリティの確立、国際規格に基づく試験の標準化、不確かさ評価、及び遮蔽等の試験環境の妥当性を試験する。

3. 期待される効果

従来の甲状腺モニタのレスポンス試験は、I-131からのガンマ線を模擬したCs-137とBa-133の混合線源が用いられていたため、スペクトル上の計数範囲のずれがレスポンスのずれの要因となっていた。国家標準にトレーサブルなI-131溶液を用いたレスポンス評価が実現することで線源に起因する不確かさが半減すると期待される。

4. 結論および今後の展開

甲状腺モニタのレスポンス試験に関し、非密封放射性同位元素を用い、精度向上を目指した試験の実現へ向けた取り組みを紹介した。本試験は、国際規格に基づく評価を可能にし、製品の国際競争力を高め、海外展開を強く支えたと期待される。今後は、放射性ガスモニタ、放射性ダストモニタ等に対しても、同様な取り組みを展開する予定である。

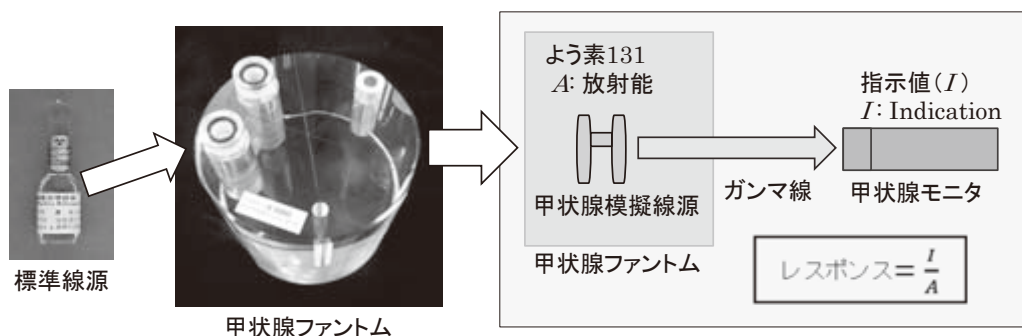


図1: 甲状腺モニタのレスポンス試験の体系図

垂直型高強度陽電子ビーム極微空孔評価装置

X 線・陽電子計測研究グループ オローク・ブライアン、鈴木 良一、大島 永康
小林 慶規

要旨

機能性材料の特性は、原子～ナノレベルの空孔に影響を受ける場合が多く、それらの計測・評価が重要である。陽電子はこのような極微小空孔に最も敏感なプローブとして知られている。X 線・陽電子計測研究グループでは電子加速器を用いて、液体などこれまで測定が困難だった試料の測定ができる垂直型高強度陽電子ビーム極微空孔評価装置を開発した。

1. はじめに

金属材料や半導体材料中の原子空孔や空孔クラスター、あるいは高分子材料やガラス材料中のアモルファス部のマイクロ細孔（サブナノメートル～ナノメートルサイズの空隙・自由体積空孔）は、材料の様々な特性・物性（機械的特性・電気的特性・不純物拡散/析出特性等）に影響を与える要因として知られている。従って、材料開発時には、空孔・空隙の評価が重要となる場合が多い。従来装置のビームラインは水平方向に設置されているため、液体や粉などの試料は測定不可能である。本研究では、新たに垂直型低速陽電子ビームライン¹を開発し、イオン液体など液体試料の測定を可能にした。

2. 陽電子ビームを用いた空孔評価法

陽電子寿命測定法(Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy: PALS)は、原子サイズ～ナノメートルの極微欠陥・空隙評価に最も効果的な材料分析法である。電子の反粒子である陽電子は、電子に出会うとガンマ線を放出して消滅する。陽電子を物質中に入射してから消滅するまでの時間（陽電子寿命）は、極微欠陥の有無や空隙サイズによって変化する。陽電子寿命を測定することにより欠陥や空隙のサイズを評価する PALS は、高感度（金属等では原子数比で 1-100 ppm）で空孔を検知し、また材料の電導性や結晶性を問わず非破壊的に利用できることから、金属・半導体・高分子など様々な材料の微小空孔評価に用いられている。

陽電子は、自然界にはほとんど存在しないが、放射性同位元素や電子加速器等を用いて、生成して利用することが可能である。我々の研究グループでは、電子加速器を利用して生成した高強度陽電子ビームを用いた PALS の高度化研究や、PALS を用いた材料開発に取り組んでいる。陽電子ビームの材料への入射エネルギーを変えることで、陽電子寿命の深さ依存性を評価することができる^{2,3}。また、陽電子ビームは生成直後は直径 10mm 程度であるが、陽電子ビーム集束システムを独自に開発したことにより、数十マイクロメートル

程度にまで収束することが可能となった。このため PALS の空間分解能が数百分の一にまで大幅に改善された。陽電子マイクロビームを用いた計測装置は「陽電子プローブマイクロアナライザー(Positron Probe MicroAnalyzer: PPMA)」と呼ばれ、材料中の任意の深さ(表面～数 m)の欠陥分布を可視化(イメージング)することが可能である^{4,5}。PALS や PPMA は、電子デバイスや機能性高分子膜等の先端材料の微小欠陥・空隙の評価が可能であり、以下のような課題に対して有効である。

- － 金属材料の空孔型欠陥評価（塑性変形、疲労破壊、水素吸蔵、水素脆化、照射損傷他）
- － 半導体デバイス関連物質の空孔型欠陥評価（イオン注入欠陥、表面界面構造、マイグレーション他）
- － 高分子材料の自由体積評価（ろ過膜、ガスバリア膜、変形、劣化他）

3. 垂直型陽電子ビームライン

1. ビームの発生

陽電子ビーム利用施設の概要を図1に示す。電子加速器の電子ビームをターゲット（タンタル、5 mm）に入射すると、高エネルギー電子、陽電子、X 線、中性子等のシャワーが放出される。真空側に設置した減速材（タングステン、厚さ 50 ミクロンを井形に組んだもの）を通して、低速陽電子ビーム（運動エネルギー～10 eV）を形成する。発生部から測定部まで、およそ長さ 18 m のビームラインを通して陽電子を輸送する。設置した陽電子ビームライン装置の断面図を図2に示す。

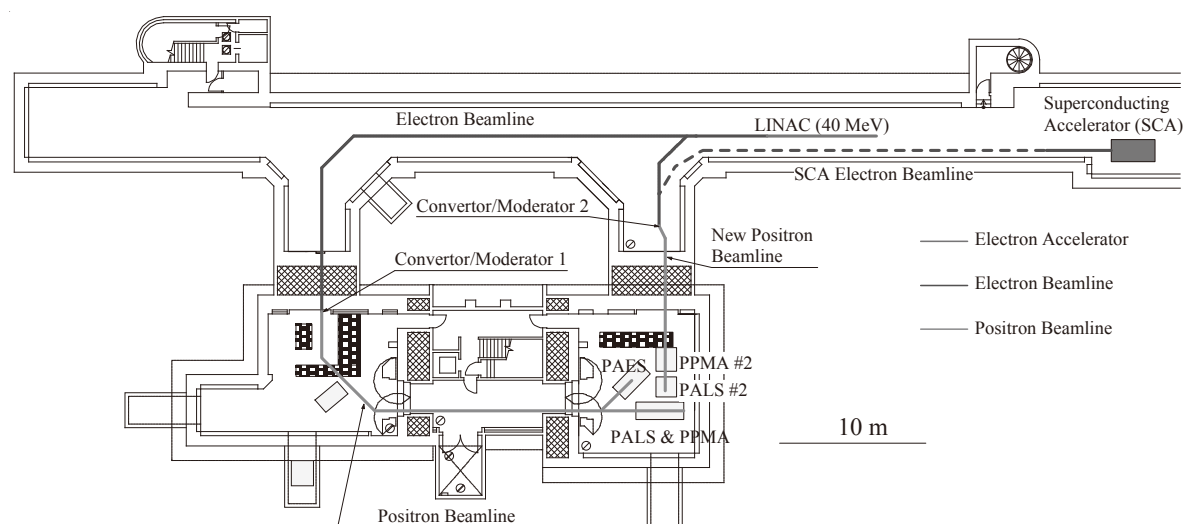


図1. 産総研の加速器ベース低速陽電子ビーム施設案内図。

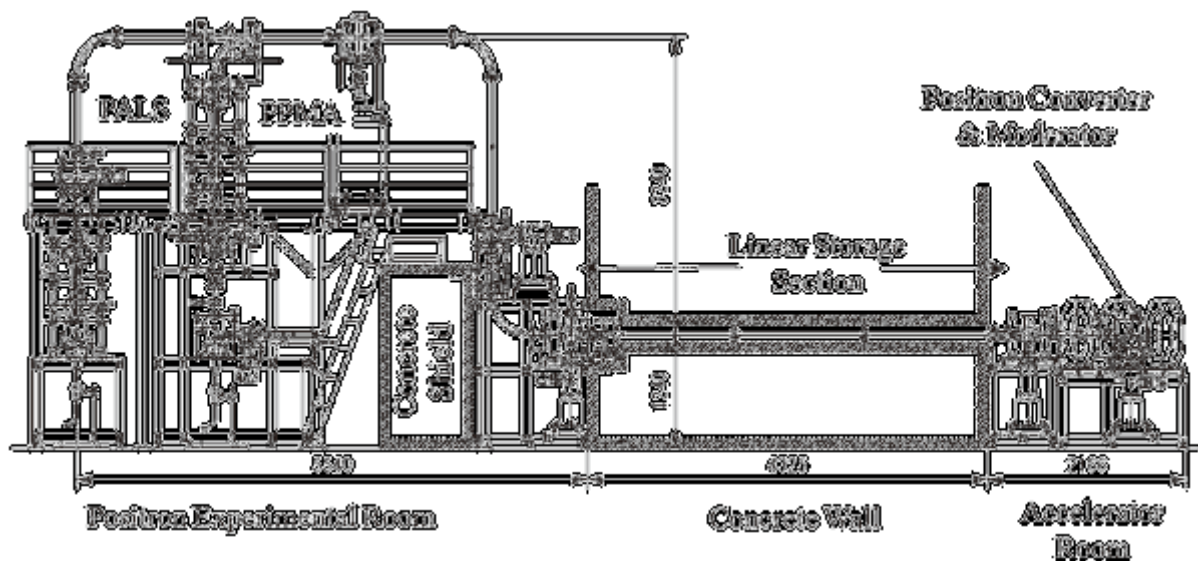


図 2. 垂直型陽電子ビームライン断面図。

2. 測定装置

測定室側にビームを垂直方向に入射できるポートが 2 本あり、第 1 のポートではビーム短パルス化後に陽電子寿命測定および消滅ガンマ線ドップラー広がり測定を、第 2 のポートではビーム集束（高輝度化）および短パルス化後に陽電子寿命測定を行う。なお、消滅ガンマ線ドップラー広がり測定では、空孔の総量や、空孔に隣接する元素評価が可能である。

4. イオン液体の陽電子寿命測定

本装置の機能を確認するため、イオン液体（PP13-TFSI）の液面付近での陽電子寿命を測定した。陽電子の入射エネルギーは 2 kV で、陽電子の平均打ち込み深さは 1 μm 以下である。時間分解能は約 300 ps であり、従来装置とほぼ同じ測定性能が得られた。100 万カウントを貯めたスペクトル(図 1)を 2 成分で解析した。その結果、 $\tau_1 = 0.46 \text{ ns}$ ($I_1 = 83.2 \%$)、 $\tau_2 = 3.34 \text{ ns}$ ($I_2 = 16.8 \%$) が得られ、先行研究（放射線同位元素を用いたバルク測定⁶⁾）と同じく、o-Ps（オルトポジトロニウム）の長い成分 (τ_2) が観察された。今後は陽電子の入射エネルギー、イオン液体の温度（特に融点付近）などの条件を変えながら、陽電子寿命を測定する予定である。

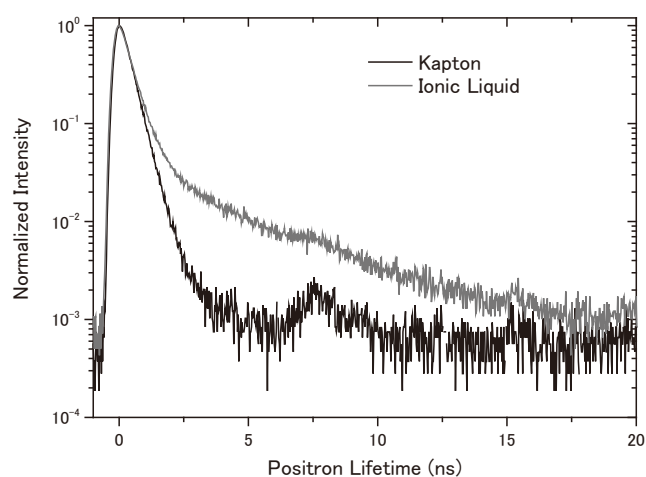


図 1．垂直型陽電子ビーム装置で測定したイオン液体 (PP13-TFSI) の陽電子寿命スペクトル。

5. まとめ

垂直型陽電子寿命測定装置を開発した。開発した装置を利用することによって、イオン液体の表面付近の陽電子寿命測定に初めて成功した。今後は開発した装置の特徴を生かして、今まで測定不可能な試料に適用するとともに、装置公開⁷により外部ユーザーに新しい測定方法を提供する。

参考文献

¹ B. E. O'Rourke, N. Oshima, A. Kinomura, R. Suzuki, JJAP Conf. Proc. **2** (2014) 011304.

² T. Akahane et al., App. Phys. Lett. A **51** 146 (1990).

³ R. Suzuki, T. Ohdaira, and T. Mikado, Rad. Phys. Chem. **58** 603 (2000).

⁴ N. Oshima et al., App. Phys. Lett. **94** 194104 (2009).

⁵ W. Zhou et al., App. Phys. Lett. **101**, 014102 (2012).

⁶ T. Hirade and T. Oka, J. of Phys.: Conf. Series **443**, 012060 (2013).

⁷ <https://nanonet.go.jp/>; <http://www.open-innovation.jp/ibec/>.

垂直型高強度陽電子ビーム極微空孔評価装置

○オローク・ブライアン、鈴木良一、大島永康、姜麗仙、小林慶規
X線・陽電子計測研究グループ

1. 研究・開発の背景

機能性材料の特性は、原子～ナノレベルの空孔に影響を受ける場合が多く、それらの計測・評価が重要である。陽電子はこのような極微小空孔に最も敏感なプローブとして知られている。X線・陽電子計測研究グループでは電子加速器を用いて、液体などこれまで測定が困難だった試料の測定ができる垂直型高強度陽電子ビーム極微空孔評価装置を開発した。

2. 研究・開発の内容

本研究グループでは、電子加速器を用いて高強度、エネルギー可変、パルス、低速陽電子ビームを発生して、陽電子計測技術の開発とともに、測定装置をナノテクノロジープラットフォーム[1]に登録して、外部ユーザーに公開している。測定可能な試料の範囲を拡大する目的で、新たなビームラインを開発した[2]。新ビームライン施設は利用ポートが2本あり、第1のポートではビーム短パルス化後に陽電子寿命測定(PALS = Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy)、第2のポートではビーム集束(高輝度化)および短パルス化後に陽電子寿命測定が可能である(PPMA = Positron Probe Micro-Analyzer)。新装置のポート2本とも垂直型になっている。垂直型にすると試料面が水平になるので、従来の装置で測定不可能な液体試料が測定可能になった。本装置の機能を確認するため、イオン液体(PP13-TFSI)の液面付近(1mm以下)での陽電子寿命を測定した(図1)。

イオン液体(PP13-TFSI)表面付近(打ち込みエネルギー=2 keV)の陽電子寿命スペクトルを2成分で解析をした。その結果、 $\tau_1 = 0.46$ ns ($I_1 = 83.2$ %)と $\tau_2 = 3.34$ ns ($I_2 = 16.8$ %)であった。

3. 結論および今後の展開

従来装置で測定できないイオン液体で測定を行った。長い成分(τ_2)はポジトロニウムがイオン液体中で形成されると予測する。今後は入射エネルギーや温度を変えて、ポジトロニウム成分の変化を調べる予定である。他の液体の測定も検討中である。

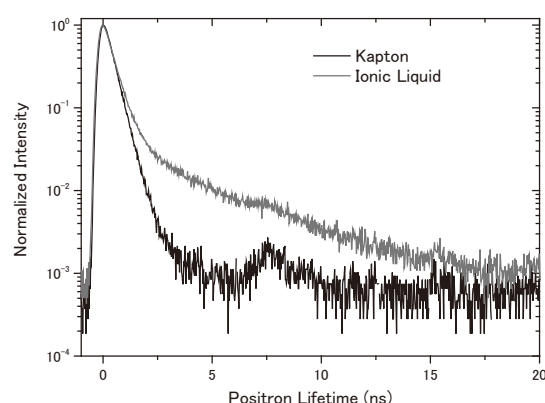


図1. 垂直型陽電子ビーム措置で測定したイオン液体(PP13-TFSI)の陽電子寿命スペクトル。

¹ <https://nanonet.go.jp/>

² B. E. O'Rourke, N. Oshima, A. Kinomura, R. Suzuki, JJAP Conf. Proc. 2 (2014) 011304

超小型量子線源を用いたプラント配管非破壊検査技術

X線・陽電子計測研究グループ 加藤 英俊、鈴木 良一

要旨

保温材を取り外さずにプラント配管の腐食などを検査可能な非破壊検査技術の開発を行い、本格的な非破壊検査で利用できる針葉樹型カーボンナノ構造体冷陰極電子源を用いた小型軽量・低消費電力な可搬型高エネルギーX線源の開発に成功してきた。現在、NEDO「インフラ維持管理・更新等の社会課題対応システム開発プロジェクト」において、中性子水分計によるスクリーニング検査及び小型X線源による配管肉厚計測、それらを搭載した自走ロボットの実用化開発を進めている。

1. はじめに

高度成長期に建設・製造された産業インフラは、築40年が経過した現在、保温材付配管の腐食や減肉が問題となっており、適切な維持管理が求められている。腐食や減肉を起こしやすい配管の分岐部や曲線部等は、保温材を剥がして部分検査及び修繕が行われているが、総長数百万kmにも及ぶ膨大な管理対象箇所（全長の約90%が水平直管部）があり、多くが高所となるため、その健全性を効率的に検査し維持管理することが課題となっている。

2. 中性子水分計と小型X線源による効率的なプラント配管の非破壊検査

配管の外面腐食は、海水等の水分が原因になって起こっており、保温材付配管の保温材部に含まれる水分と配管腐食（直管部）の関係は図1で示される。保温材部が含水なしの場合は、配管腐食の可能性が0%であり、含水ありの場合のみ配管腐食が発生している。保温材に含まれる水分計測が可能な

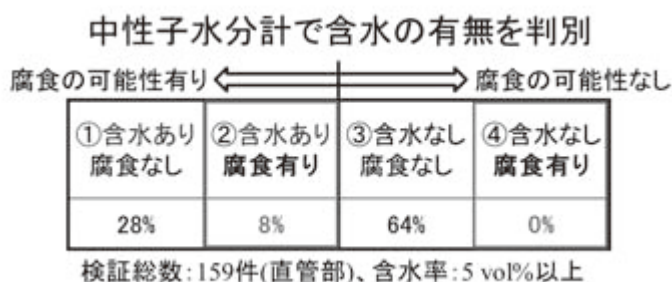


図1. 保温材の含水と配管腐食の関係¹。

中性子水分計によって、腐食の可能性のある箇所を絞り込むことで全体の検査対象箇所を36%に抑えることが出来る。そこで、プラント配管検査では、中性子水分計によるスクリーニング検査を実施し、腐食の可能性のある検査対象箇所を小型X線源による肉厚計測を行うことで腐食箇所を特定する。また、膨大な検査対象箇所、及び、足場仮設に伴う付帯コスト低減のため、中性子水分計、小型X線源と検出器をそれぞれ搭載可能な自走ロボットを製作し、効率的な非破壊検査を実施する。

3. 針葉樹型カーボンナノ構造体冷陰極電子源を用いた小型軽量な X 線源の開発

針葉樹型カーボンナノ構造体 (CCNS) を使用した非破壊検査用可搬型 X 線源の研究開発^{2,4}を進め、管電圧 150 kV、最大管電流 20 mA と高出力でありながら、厚さ 70 mm 以下、総重量 2.5 kg 以下の小型軽量な非破壊検査用パルス X 線源を実現した(図 2)。X 線出射方向 (放射線マークの位置から出射) に対する X 線源サイズが 70 mm 以下であり、今まで検査が難しかった狭い場所での X 線非破壊検査が可能になった。また、開発した X 線源は待機電力が不要で総合的なエネルギー消費が低いことから、USB 電源や乾電池でも駆動できる。単三乾電池一本で 100 回以上の X 線出射が可能である。商用電気配線の有無といった場所の制約なしに使用可能であるため、可搬型 X 線源としての利便性が高い。また、この X 線源は非破壊検査において金属製のバルブ等の X 線イメージ (図 3) が撮影可能な投入電力 15 mWh の条件で 1000 万回以上のパルス X 線発生が可能であることを確認している。これは、非破壊検査用 X 線源としての一般的な使用条件では 10 年以上交換せずに使用できる寿命に相当する。現在、配管検査において肉厚計測が可能なロボットに搭載した X 線非破壊検査装置の開発を進めている。ここで、本研究開発で使用した CCNS 電子源、及び電子源の長寿命化処理、カーボン系電子源における優位性を以下に示す。

①針葉樹型カーボンナノ構造体 (CCNS)

本研究開発で電子源として使用している CCNS は、先端がナノチューブと同等の曲率であり、基板側では太く、基板との結合が強固である (図 4)。この構造に電界を印加すると、先端に電界が集中し、電界電子放出現象により電子が放出されるが、クーロン力やジュール熱で壊れるとしても先端のみであり、大きく壊れることは無く、電界電子放出型電子源として理想的な構造となっている²。この



図2. 小型軽量な可搬型X線源。

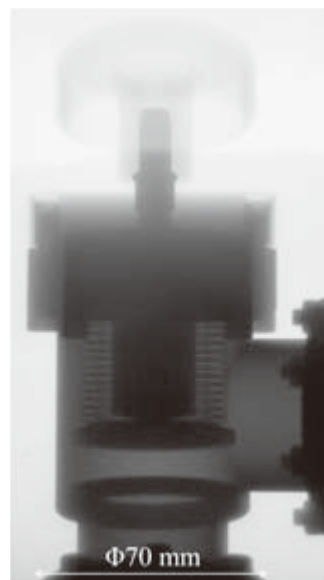


図3. 金属製バルブのX線イメージ(1ショットのパルスX線撮影)。

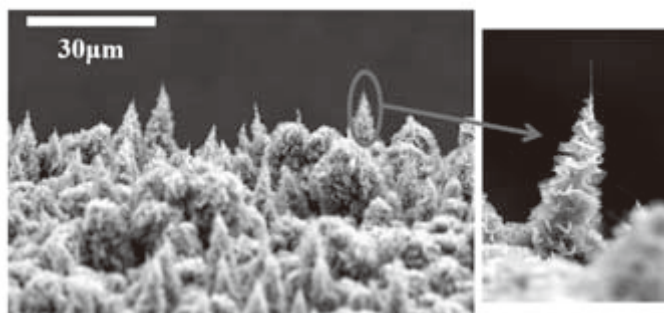


図4. 針葉樹型カーボンナノ構造体 (CCNS)。

CCNS は化学気層蒸着 (CVD) 装置によって様々な形状の基板上に成膜できる。電子源基板上に成膜された針葉樹型カーボンナノ構造体は基板全体にわたり適度な密度分布となっており、 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 以上の高い電流密度の電子を放出させることができる⁵。

②CCNS 電子源の長寿命化とカーボン系電子源における優位性

成膜した CCNS は出力安定化処理を施すことで、長寿命な電子源とすることが出来る。電子源の安定化処理工程においては、印加する電界強度を徐々に上昇させることで、CCNS の先端が徐々に破壊され、高い電流密度の電子を放出させることができるカーボンナノ構造体が基板上で形成される。図 2 は安定化処理後の CCNS (直径 1 mm) の電流電圧特性と F-N プロットである。数 MV/m の閾電界強度 (電圧) を超えると電子が放出し始め、印加電圧の上昇にともない指数関数的に出力電流が上昇する。この電流電圧特性 (図 5a) は、基板全域にわたる平均的な CCNS の先端曲率を反映する。F-N プロット (図 5b) における直線性は電界電子放出であることを示し、傾きから先端曲率を反映した電界増倍係数を得ることが出来る。実験値から得られた CCNS の電界増倍係数は 1562 であり、カーボンナノチューブ (CNT) とほぼ同程度となっている。図 6 は出力 (電流密度) と連続動作時間に関し、CCNS とカーボン系電子源の比較を行った結果である⁵。CNT に関しては、数多くの研究グループによって報告されてきた。この CNT を用いた実験では、基板への CNT 直接成膜 (directly grown)、もしくは、CNT を基板に接着 (printed) の 2 種類の電子源製作方法が行われている。基板の結合が強固な直接成長の方が高い電流密度の電子が放出可能であることがわかる。直接成長の CNT と比較しても、CCNS は高い電流密度の電子を放出させることができ、さらに連続動作時間が長い。これまで CNT 等冷陰極電子源を使用した X 線源等の実用化開発が行われてきたが、寿命が短い等が原因で実用段階に至っていない。一方、CCNS 電子源は出力電流密度が高く、寿命も長いことから、本研究開発における小型・軽量・低消費電力・長寿命な X 線源製作を実現した⁵。

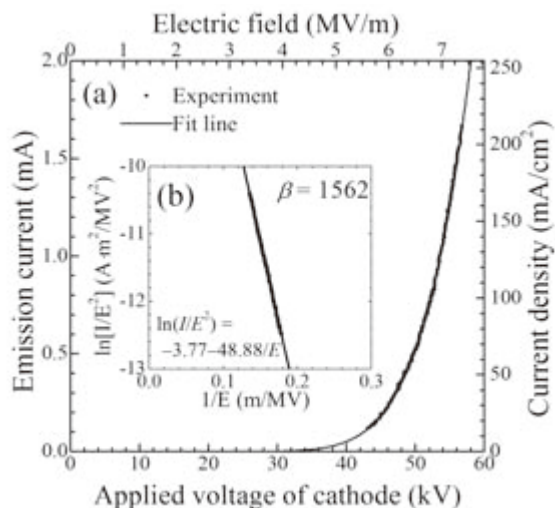


図 5. CCNS 電子源の (a) 電流電圧特性と (b) F-N プロット。

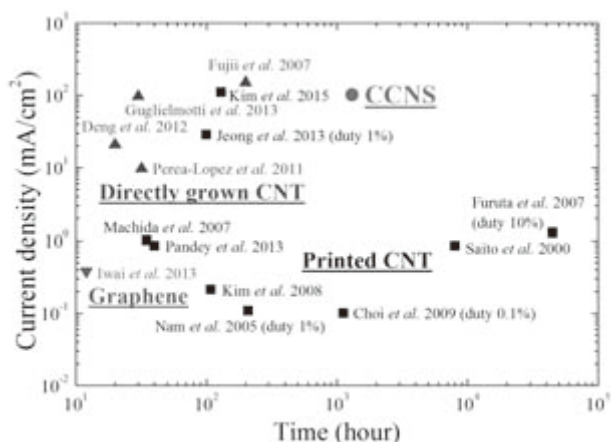


図 6. カーボン系電子源出力と動作時間。

4. 中性子水分計搭載自走ロボット

製作した中性子水分計搭載自走ロボットを図7に示した。中性子水分計は模擬配管試験（保温材＋外装板金）において、配管上に1～2cm程度の凹凸部があっても自律制御によって安定した走行が可能であり、配管フランジ部や架台部を検知し、停止や回避行動による通過が行えることを確認した。中性子水分計は、回転機構部に配置されており、配管上下部の水分計測を行うことが出来る。また、中性子水分計及び自走ロボットはバッテリーで駆動でき、無線によって遠隔操作や計測シーケンスに従った動作、水分計測が行えるようにしている。無線使用が制限される現場もあるため、有線でも使用できるようになっている。この自走ロボットによって高所にある水平直管部の水分計測が可能となる。今後、実配管試験を実施し、運用上の問題点等を洗い出し、改良を行っていくことで、検査現場で使える技術にしていく。

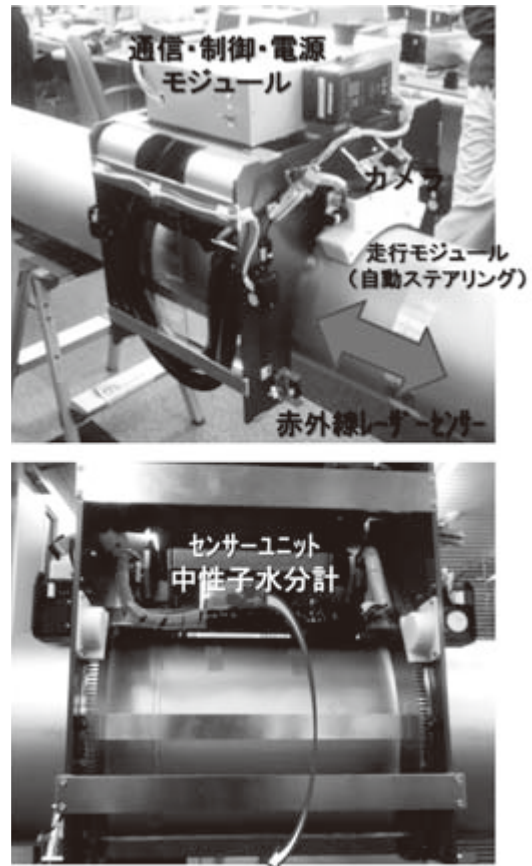


図7. 中性子水分計搭載型自走ロボット。

5. まとめと今後の展開

高度成長期に建てられた化学プラントにおける配管の健全性診断に使用するため、中性子水分計搭載自走ロボット製作や小型X線源開発を行った。今後、中性子水分計搭載自走ロボットの実配管試験や、配管検査用の小型X線源搭載メカを製作し、本非破壊検査技術開発によって、現場で効率的な配管検査を可能とする。

¹ 三浦到、鈴木良一、加藤英俊、青木徹、小池昭史、浅見研一、服部行也、「配管の断熱下外面腐食検査の合理化を目指した中性子センサー及びX線を搭載した自走ロボット開発」第33回日本ロボット学会学術講演会、RSJ2015AC1F3-05 (2015).

² 鈴木良一、小林慶規、石黒義久、X線分析の進歩、第41集、201-206 (2010).

³ 鈴木良一、検査技術、vol.17、No.1、pp.40-43 (2012).

⁴ 加藤英俊、鈴木良一、検査技術、Vol.20、No.1、pp.52-55 (2015).

⁵ H. Kato, B. E. O'Rourke, and R. Suzuki: Diamond & Related Materials **55**, 41 (2015).

超小型量子線源を用いた プラント配管非破壊検査技術

○加藤 英俊、鈴木 良一、X線・陽電子計測研究グループ

1. 研究・開発の背景

高度成長期に建設・製造された産業インフラは、保温材付配管の腐食や減肉が問題となっており、適切な維持管理が求められています。そこで我々は、保温材を取り外さずに配管の腐食などを検査可能な非破壊検査技術、及び、膨大な管理対象箇所に対応した自走ロボット(中性子水分計によるスクリーニング検査、小型X線源による配管肉厚計測)の開発を進めています。

2. 研究・開発の内容

中性子水分計によるスクリーニング検査  小型X線源による配管肉厚計測

中性子水分計で含水の有無を判別
腐食の可能性有り $\longleftrightarrow$ 腐食の可能性なし

①含水あり 腐食なし	②含水あり 腐食有り	③含水なし 腐食なし	④含水なし 腐食有り
28%	8%	64%	0%

検証総数: 159件(直管部)、含水率: 5 vol%以上

図1. 保温材の含水と配管腐食の関係



- ・水分計測下限: 5 Vol%
- ・計測範囲: 30 cm
- ・計測時間: 10 sec/1計測
- ・電源: バッテリー駆動
- ・重量: 約2.5 kg

写真1. ロボットに搭載する中性子水分計

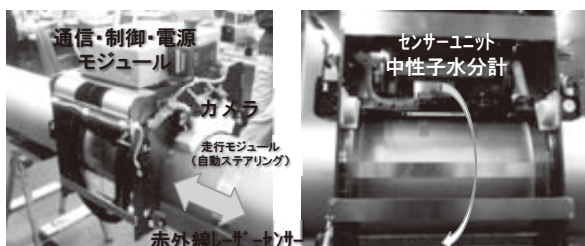


写真2. 中性子水分計搭載型自走ロボット

含水あり
腐食の可能性あり



写真3. 開発したパルスX線源

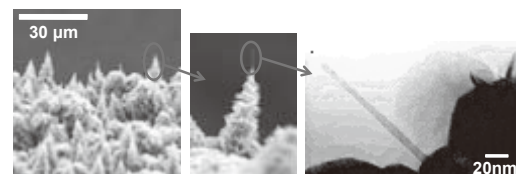


写真4. カーボンナノ構造体(電子源)



写真5. X線イメージ(金属製バルブ)

X線源仕様

- ・カーボンナノ構造体X線管
- ・最大管電圧: 150 kV
- ・最大管電流: 20 mA
- ・パルス幅: 1 ~ 100 ms
- ・寿命: 1000万ショット以上
- ・電源: USB5V
(バッテリー駆動)
- ・総重量: 2.5 kg以下

3. 今後の展開

非破壊検査技術を搭載した自走ロボットの実用化に向け、中性子水分計搭載型ロボットの実配管試験、保温材付配管の肉厚検査が可能なX線源の高エネルギー化、X線非破壊検査装置が搭載可能なメカの製作を行っていきます。

本研究の一部は、NEDO「インフラ維持管理・更新等の社会課題対応システム開発プロジェクト(平成26年度～30年度)」により行われました。

URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/>

二次イオン質量分析（SIMS）のためのクラスターイオン源の開発

ナノ顕微計測研究グループ 藤原 幸雄、齋藤 直昭

SIMS 用の一次イオンビーム源として、イオン液体を真空中でエレクトロスプレーする方式を用いた新クラスターイオンビーム源の研究開発を進めている。今回、プロトン導電性のイオン液体を一次イオンビームとして SIMS 分析を実施したところ、プロトン導電性イオン液体中のプロトンが有機分子に付着し、効率的にプロトン化分子が生成されて二次イオン強度を増大できることがわかった。

1. はじめに

二次イオン質量分析法（SIMS）は、イオンビームを試料表面に照射し、スパッタリングによって放出される試料原子（あるいは分子）の二次イオンを質量分析することにより、試料構成元素（あるいは分子）の同定ならびに濃度測定を行う分析法である（図1）。

分析対象が無機材料の場合には、酸素（ O_2^+ ）やセシウム（ Cs^+ ）あるいはガリウム（ Ga^+ ）等のイオンビームが用いられ、高い面分解能（～50nm 程度）の SIMS 分析が可能となっている。一方、有機材料の場合には、イオンビーム照射に起因する有機分子の結合の開裂や断片化（＝フラグメンテーション）が避けられず、分子量の大きな二次イオンはほとんど検出できないという問題があった。

ところが、近年、クラスターイオン（ C_{60}^+ や Au_3^+ など）を一次イオンビームとして用いることで、比較的大きな有機分子（分子量：数百～2,000 u 程度）も検出できるようになり、半導体産業のみならず、化学分野等においても、SIMS の応用範囲が広がっている（＝“クラスターSIMS”と呼ばれる）。

さらに最近では、“ガスクラスター”や“水溶液の帯電液滴”などの大きな質量を有するクラスターイオンを SIMS 用一次イオンビームとして用いることで、1 万 Da を超える大きな分子も検出できるようになり、化学やバイオメディカル分野においても SIMS 分析が応用されつつある。しかし、非常に大きな質量を有するこれらのクラスターイオンビームのビーム径は太く、高い面分解能でのイメージング測定は困難となっている。このため、大きな質量を有するクラスターイオンを集束性良くビーム化する技術の開発が急務となっている。

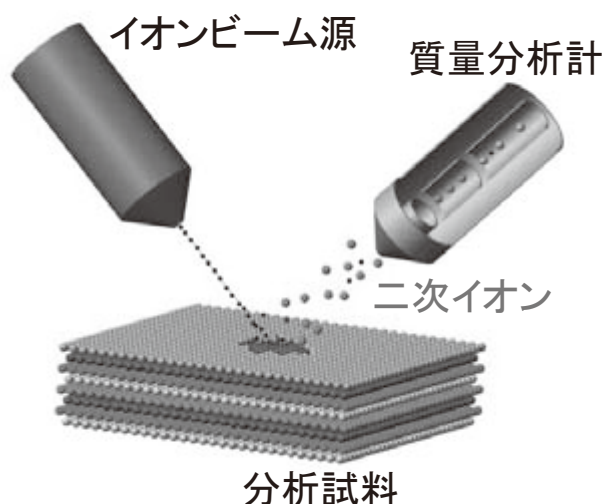


図1. 二次イオン質量分析(SIMS)の原理図。

2. 研究方法

エレクトロスプレー法は、電解液中から帯電液滴或多原子イオンを気相中に取り出すことを可能とするため、質量分析技術におけるイオン化法のみならず、SIMS 用の一次イオンビーム生成技術としても有望である。しかし、大気中でエレクトロスプレーをする場合には、大気中のイオン発散の影響が大きく、集束性の良いビームを生成することは難しい。集束性の良いビームを生成する観点からは、真空中でのエレクトロスプレーが有効である。一方、(蒸気圧の無視できない) 一般的な電解液を用いる場合には、蒸発と凍結が繰り返されるため真空中での安定なエレクトロスプレーは容易ではない。

そこで我々は、(蒸気圧のほとんど無い) “イオン液体 (Ionic liquid)” を高真空中でエレクトロスプレーする方式のイオンビーム源を提案し、研究開発を進めている。¹⁻³ (図 2) イオン液体は、室温においても液体状態である“塩 (えん)”の総称である。蒸気圧がほとんど無いため、真空中でも蒸発せずに液体として存在し、またそれ自体がイオン性の液体であるため、高真空中においてもエレクトロスプレーが可能であることが大きな特徴である。(ちなみに、水やメタノールのような蒸気圧が無視できない液体の場合には、蒸発や凍結が発生するため真空中での安定なエレクトロスプレーは難しい。)

イオン液体は多種多様なものが存在し、プロトン性のものと非プロトン性のものに分類される。既に、非プロトン性のイオン液体として、四級アンモニウム系の[DEME][TFSA] (分子量 426、陽イオン $C_8H_{20}ON^+$ 、陰イオン $N(SO_2CF_3)_2^-$) やイミダゾリウム系の[EMIM][TFSA] (分子量 391、陽イオン $C_6H_{11}N_2^+$ 、陰イオン $N(SO_2CF_3)_2^-$) を用いて実験を行っている。⁴⁻⁹ 今回は、プロトン性イオン液体として、[dema][TfO] (分子量 237、陽イオン $C_5H_{14}H^+$ 、陰イオン $CF_3SO_3^-$) を用いた。このイオン液体は、室温でも高いプロトン導電性を有し、燃料電池への応用が期待されている材料でもある。¹⁰ 開発したイオン液体ビーム源を TOF-SIMS 装置に取り付け、有機系試料の SIMS 分析を行った (図 3)。¹¹

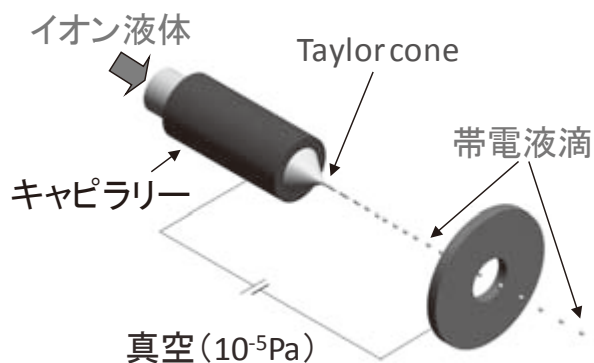


図 2. 真空エレクトロスプレーを用いたイオン液体ビーム源の概念図。

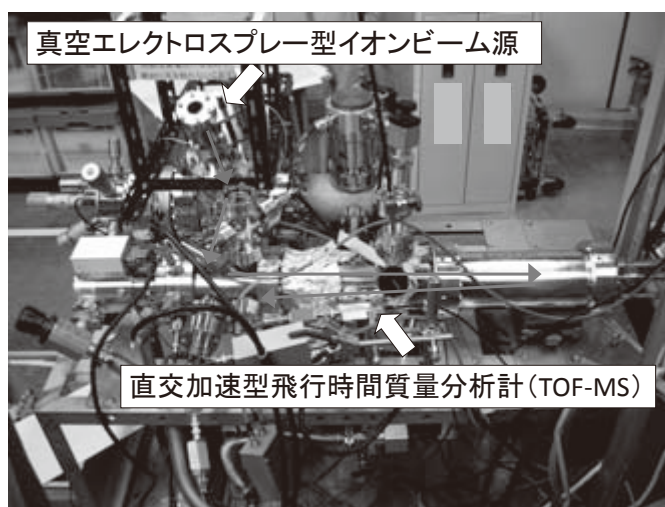


図 3. 構築した TOF-SIMS 装置。

3. 研究結果と考察

図4は、アミノ酸の一種であるアルギニン（分子量 174.1）に対して [EMIM][TFSA] ビームならびに [dema][TfO]ビームを照射して得られた SIMS 結果である。¹² それぞれのマススペクトルにおいて、最も大きな信号は、イオン液体の陽イオン ([EMIM]⁺ や [dema]⁺) の信号である。[EMIM][TFSA]ビーム照射の場合には、アルギニンに起因する二次イオンの強度は小さかった。一方、[dema][TfO]ビーム照射の場合には、アルギニン分子にプロトン (H⁺) が付加したプロトン化分子 (m/z 175.1) が大きな信号として検出された。この理由としては、プロトン性イオン液体[dema][TfO]は、プロトン供給源として試料分子にプロトンを供給し、プロトン化分子を効率よく生成できたためと考えられる。

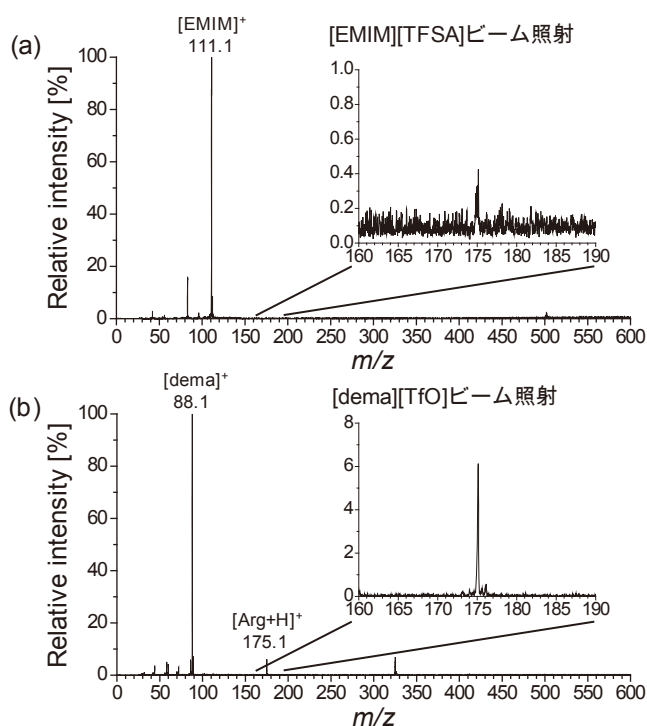


図4. アルギニン試料の SIMS マススペクトル
(a) [EMIM][TFSA]ビーム、(b)[dema][TfO]ビーム。

4. まとめ

二次イオン質量分析 (SIMS) 用の一次イオンビーム源として、イオン液体を真空中でエレクトロスプレーさせる方式を用いたコンパクトかつ高集束性のクラスターイオンビーム源の研究開発を進めている。開発したイオン液体ビーム源を用いて SIMS 分析を実施し、イオン液体ビーム照射によって有機試料の SIMS 分析が可能であることを確認した。また、プロトン性イオン液体は、プロトン供給源として作用しプロトン化の促進効果を持つため、有機系試料の SIMS 分析に有用であることがわかった。今後は、イオン源の改造等を行い、ビーム径の縮小や帯電液滴の質量電荷比 (m/z) の縮小などを進める予定である。

¹ Y. Fujiwara et al., Proc. 7th Int. Symp. Atomic Level Charact. for New Materials and Devices, 2009, p471.

² Y. Fujiwara et al., Vacuum 84, 544 (2010).

³ Y. Fujiwara et al., Jpn. J. Appl. Phys. 48, 126005 (2009).

⁴ Y. Fujiwara et al., Nucl. Instr. and Meth. B, 268, 1938 (2010).

⁵ Y. Fujiwara et al., Chem. Phys. Lett., 501, 335 (2011).

⁶ Y. Fujiwara et al., Jpn. J. Appl. Phys., 51, 036701 (2012).

⁷ Y. Fujiwara et al., J. Appl. Phys., 111, 064901 (2012).

- ⁸ Y. Fujiwara et al., Surf. Interface Anal. 45, 517 (2013).
- ⁹ Y. Fujiwara et al., e-Journal of Surface Science and Nanotechnology, 12, 119 (2014).
- ¹⁰ H. Nakamoto, M. Watanabe, Chem. Commun. 2539 (2007).
- ¹¹ Y. Fujiwara and N. Saito, Surf. Interface Anal. 46, 348 (2014).
- ¹² Y. Fujiwara and N. Saito, Appl. Phys. Express 8, 076601 (2015).

二次イオン質量分析(SIMS)のための クラスターイオン源の開発

○藤原 幸雄, 齋藤 直昭 ナノ顕微計測研究グループ

1. 研究・開発の背景

二次イオン質量分析法(SIMS)は、一次イオンビームを試料表面に照射することで生じた二次イオンを質量分析する手法である。

従来は、一次イオンビームとして酸素(O_2^+)やガリウム(Ga^+)等のイオンビームを用いていたが、近年、クラスターイオンビームを用いることで、有機系の大きな分子も検出できるようになり、シリコンなどの無機材料のみならず、有機材料等に対しても応用範囲が広がっている。

2. 研究・開発の内容

より高性能なSIMS用クラスターイオンビーム源を開発するため、イオン液体を真空中でエレクトロスプレーする方式を用いたクラスターイオンビーム源の研究開発を進めている。イオン液体は、蒸気圧がほとんど無いため、真空中でも安定にエレクトロスプレーできることが特徴である。

開発したイオン液体ビーム源をSIMS装置に取り付け、有機試料を分析した。

3. 結論および今後の展開

イオン液体ビーム照射を用い、有機試料のSIMS分析が可能であることを確認できた。特に、プロトン導電性を有するイオン液体を用いることで、有機分子にプロトンが付加した二次イオン(プロトン化分子)の生成量を増大することがわかった。

今後は、有機系試料のイメージング質量分析を可能とするため、イオンビームの集束性の向上等を進める予定である。

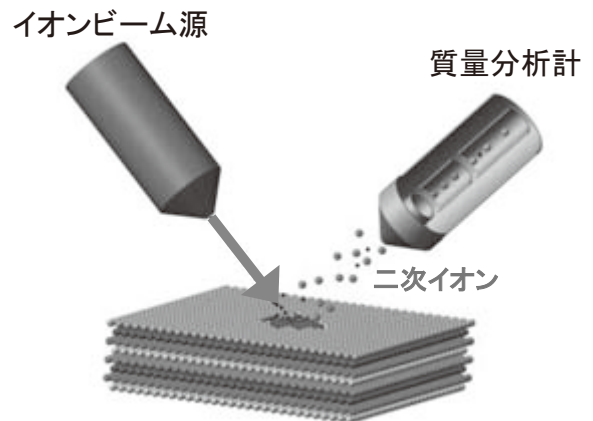


図1: 二次イオン質量分析(SIMS)の原理図

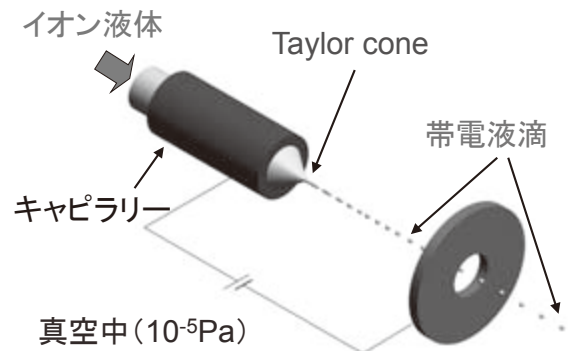


図2: 真空エレクトロスプレーを用いたイオン液体ビーム源の概念図

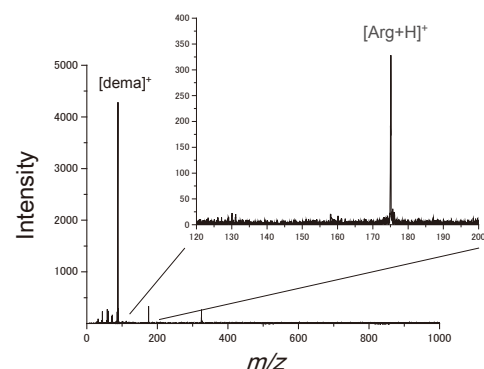


図3: イオン液体ビーム照射を用いたSIMS分析の結果(試料: アルギニン)

URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/>

原子間力顕微鏡によるナノ物性計測技術

ナノ顕微計測研究グループ 井藤 浩志、新妻 潤一

要旨

原子間力顕微鏡（AFM）は見たいものが見えないと良く言われる。機器の発明から四半世紀になり、多機能の装置が販売され始めたが、依然として、その完成度や試料処理ノウハウが十分で無いからである。現在も、目に見える速さで機器の改良が続いており、最先端の機器に対する期待も大きく、研究会で見る SPM 画像は、非常に綺麗である。これは、平坦な表面の計測は容易である反面、必ずしも平坦な清浄表面ではない、「実」材料・デバイスでは、非常に多くの計測ノウハウを要する。現状では、試料か装置のどちらか一方を工夫して計測可能にする必要がある。もう 1 つの問題は、ナノスケールでの機能発現（電気特性や機械特性等）を高分解能で可視化する要請である。ナノ物性（種々の機能発現）を、再現性よく計測するための原子間力顕微鏡測定環境を、産業技術総合研究所・微細構造解析プラットフォーム（公開機器）で提供している。高精度な計測のために、標準試料作製とその利用技術を開発し、ナノ材料やナノデバイス等の開発に必要な、精密な形態計測を実現している。nm の精度で最小線幅 3nm ラインスペースを含む標準試料を利用して、SPM プローブの空間周波数再生特性の計測を可能にし、ナノサイズのトレンチ深さ計測、表面粗さ、表面電位、機械物性等の信頼性を高めている。これらの機器は、公開利用を可能にしており、ナノスケールの標準試料、カンチレバーのレーザー励起法、カンチレバーの位置検出出力のスペクトル分析、環境対応チェンバーなどの技術が外部から利用可能になっている。

1. はじめに

我々の所では、ナノスケールでの機能発現を容易に再現性良く計測するためのシステムづくりに取り組んでいる。これらの取り組みの成果は、公開機器として利用可能にしている。公開機器を通じて、東京エレクトロン（株）との共同研究で得られた成果事例を述べる¹⁻⁴。

先端半導体デバイスのスケールが 20nm 未満になり、ナノメートル寸法の微細な汚れや欠陥の影響も無視できなくなってきた。汚れの寸法が小さくなると、体積に対して接触面積の割合が相対的に大きくなり、かつ、微細なパターンは倒れやすくなる。半導体製造プロセス後の洗浄工程が、プロセスの限界を決定づけるかどうかの検討を行った。合理的な洗浄工程を実現するためには、パターンを倒壊させる力に比べて、粒子を取り除く力が小さくなければならない。サブミクロン程度の粒子については、測定例があるが、100nm 以下の粒子に対しては詳細なデータが存在せず、詳しく調べる必要がある。洗浄工程の開発に必要な、粒子寸法と粒子を取り除くために必要な力の関係を詳しく調べた。

2. 実験装置

図1は、公開利用を可能にしている装置の概略で、ナノスケールの標準試料、カンチレバーのレーザー励起法、カンチレバーの位置検出出力のスペクトル分析、環境対応チェンバーなどの技術が利用可能になっている。我々の原子間力顕微鏡の特徴は、開発した機能をモジュール化する努力をしており、汎用 AFM、環境チェンバー、真空チェンバー、溶液測定モジュールなどの走査モジュールと、振幅制御法、周波数制御法、機械物性測定などの制御装置を組み合わせ利用可能にしている⁵⁻¹⁰。

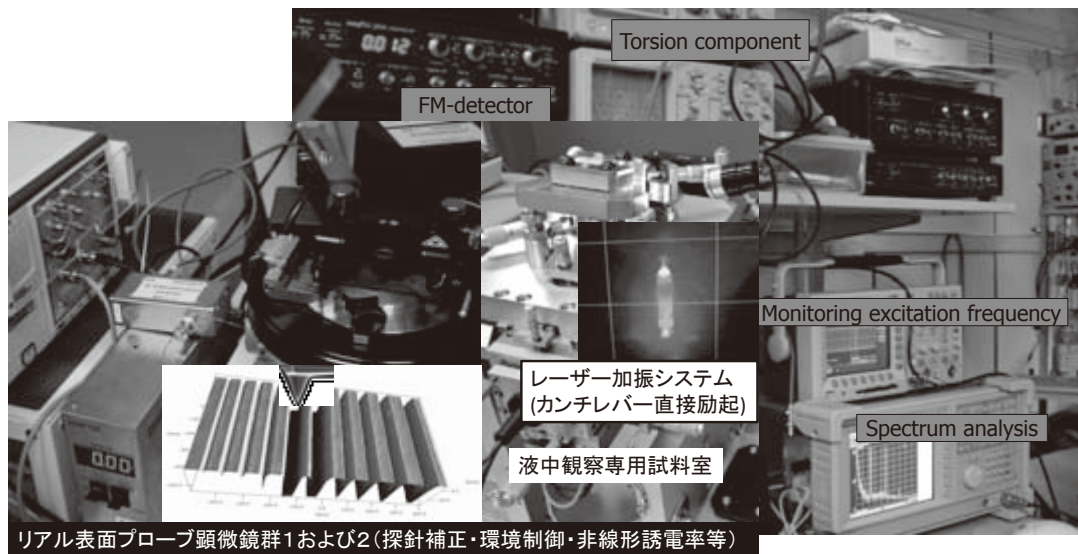


図1. 産総研・微細構造解析プラットフォーム リアル走査型プローブ顕微鏡 (RSPM)。

このため、非常に自由度の高い測定が可能になり、各種環境で、研究用途向けの高度なナノ物性測定を可能にしている。

3. 研究結果と考察

この機器構成で、微粒子の形状と剥離力を測定した例を示す。図2は AFM カンチレバーの先端形状を補正して粒径を計測し、カンチレバー先端で微粒子を動かすのに必要な摩擦力を計測するように構成した例である。(詳細はナノテクノロジーエクスプレス第33回参照) ここでは、PSL 粒子、および、シリカ粒子と剥離力の関係をしらべた(図3)。微粒子が付着直後の状態であれば、その剥離力(=粒子の付着力、又は、接着力)は 300 nm の PSL 粒子で約 250 nN、300 nN のシリカ粒子で約 100 nN であった。直径 20 nm の微粒子まで調べたが、粒径が小さくなるとともに、剥離力は小さくなった。この力は、30 nm のポリシリコンパターンを、探針を利用して、横から力を加えて倒す力である、1500 nN より十分に小さいことがわかった。これによりパターンを倒さずに、300 nm 以下の微粒子をシリコン基板から除去する(移動させる)することが可能であると考えられる。したがって、半導体が微細化されても、微粒

子状の残留物や汚れを除去することが可能である。上記の実験過程で、シリカ微粒子を数カ月間放置すると、剥離力が数倍になる現象が見られた。これは、大気中の水分で微粒子とシリコン基板の酸化膜が固着した結果と考えられる。したがって、汚れは付着後、ただちに除去することが必要である。

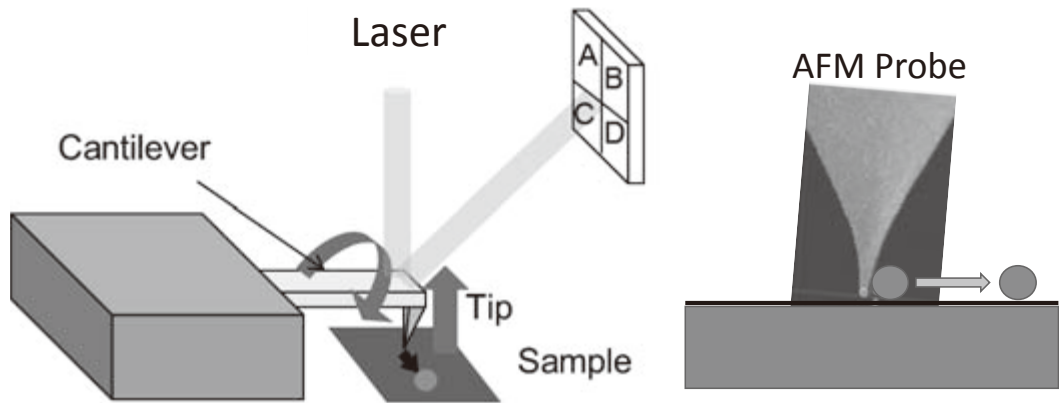


図 2. AFM 探針を利用した粒子の付着力（剥離力）測定の概要。

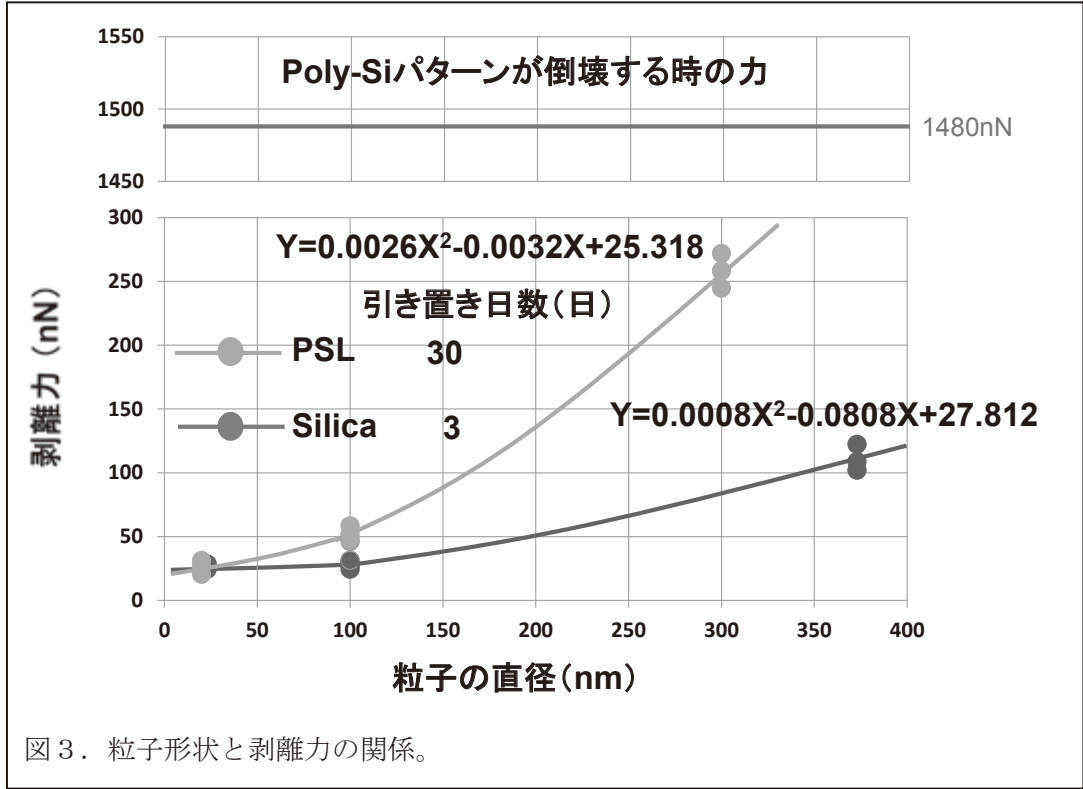


図 3. 粒子形状と剥離力の関係。

4. まとめ

これまで蓄積してきたノウハウや開発した機器をモジュール化して、外部に提供可能にした。この事例として、ナノ寸法の粒径、粒子の剥離力、パターンの倒壊させる力等を計測するシステムを構築し、次世代のシリコンウエハの洗浄工程の可能性を探

った。パターンを倒壊させる力、および、粒子を取り除く力を計測し、その大きさの比較を行った。その結果、微細化が進んでも、コンタミを長時間放置するようなことが無ければ、パターンを倒さずに微粒子を除去する洗浄工程を、構築可能であるとの知見が得られた。

5. 謝辞

本研究は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業の支援・協力を受けて行われた。

6. 参考文献・連携可能な知財・ノウハウ等

¹ H. Itoh, T. Fujimoto, and S. Ichimura, Rev. Sci. Instrum. 77, 103704, (2006).

² H. Takenaka, M. Hatayama, H. Ito, T. Ohchi, A. Takano, S. Kurosawa, H. Itoh, and S. Ichimura, J. Surf. Anal. 17, 264, (2011).

³ H. Itoh, H. Takagi, C. M. Wang, Proc. of SPIE Vol. 7971, 79711A, (2011).

⁴ 斎藤、川村、井藤、半導体製造機器の基礎データとしての微粒子計測、ナノテクノロジーエクスプレス 第33回、(2014) .

⁵ 特許第 4803440 号、特許第 5224084 号.

⁶ 標準試料を利用した定量測定.

⁷ ISO 文書に準拠した計測手順.

⁸ カンチレバーのレーザー励起法：高安定・高スループット計測を実現.

⁹ 溶液中での精密な形態計測法.

¹⁰ ダイヤモンドカンチレバーの利用技術.

「ナノ粒子のSPM分析」に関する研究支援

微細構造解析プラットフォーム 先端ナノ計測施設 (AIST-ANCF)

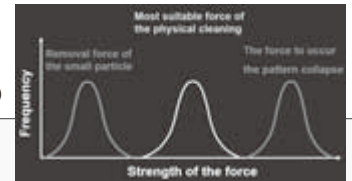
井藤浩志、伊藤洋子、新妻潤一

E-mail h.itoh@aist.go.jp

ユーザー: 東京エレクトロン(川村 茂、井内 健介、齊藤 美佐子)

目的: 半導体の洗浄工程を構築するために、微粒子の寸法と基板への接着力(剥離力)を計測し、ナノパターンが倒壊する力と比較したい。

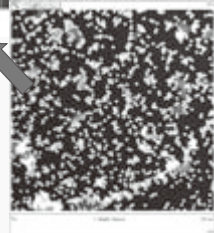
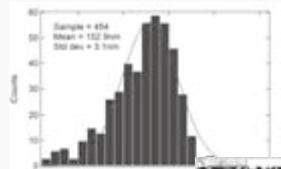
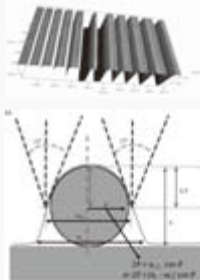
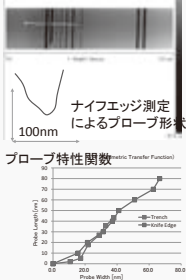
パターンが倒壊する力 < 粒子の基板への接着力 となれば洗浄機器が構築可能(右図参照)



粒子形状計測

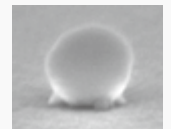
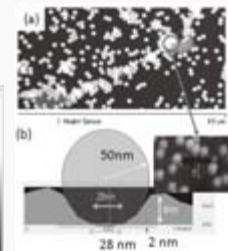
三次元形状と高さを利用した粒径分布の計測

AFM探針形状を計測



粒子幅から粒径を求める方法の概念図

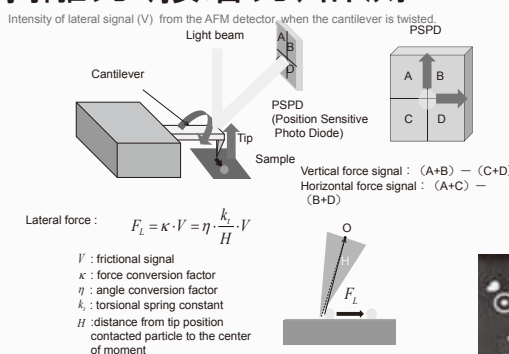
微粒子の基板への吸着状態



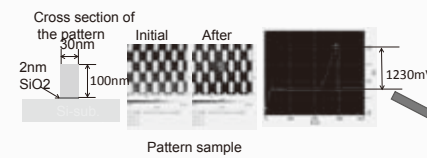
SEM image of 80nm silica onSi

図 (a)基板上に分散したPSLと(b)粒子変形量の測定

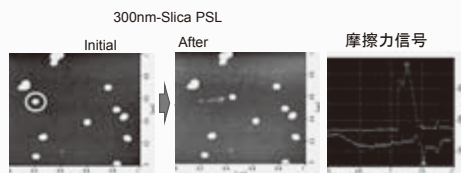
剥離力(接着力)計測



ポリシリコンパターンを倒壊する力

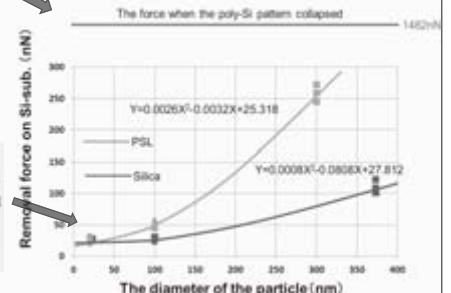


微粒子を剥離させる力



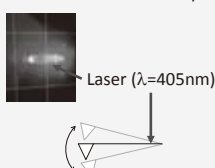
摩擦係数

微粒子(PSL・シリカ)の寸法と剥離力

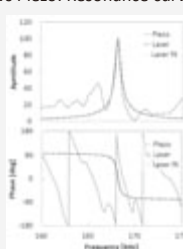


将来技術; 粒子画像計測の高速化

Laser excitation of AFM probe



Laser vs Piezo: Resonance curve



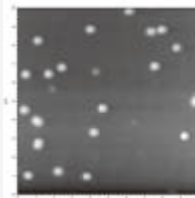
Modulation of laser intensity causes probe oscillation with the modulation frequency

Ideal single resonant peak realizes more stable AFM operation

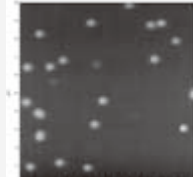
⇒ 高共振カンチレバーを安定に励起して利用

10 μm x 10 μm (500 x 500 pixels) (150nmPSL粒子)

60 seconds/frame



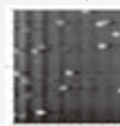
30 seconds/frame



20 seconds/frame



10 seconds/frame



現状の問題点

- ・現状の微小カンチレバーは先端のアスペクト比が小さい
- ・大振幅動作がやや困難

将来目標

- ・200~300nm位の高さのナノ構造をピクセル数を間引かずに(500画素程度で)1フレーム1秒程度で画像化

プロファイル

まとめ

- ・微粒子のナノ物性計測システムを開発した
- ・微粒子の形状、分布、剥離力、高速画像化が可能な公開機器支援体制を構築

インフラ診断用後方散乱 X 線イメージング装置の開発

放射線イメージング計測研究グループ 豊川 弘之、藤原 健

株式会社 B E A M X 萬代 新一、伊佐 英範

名古屋大学 遠山 貴之、瓜谷 章、渡辺 賢一、山崎 淳

概要

近年、我が国の社会インフラでは老朽化による事故が多くなっている。特に塩害によるコンクリート内部の鉄筋腐食、融雪剤による道路床版の劣化、グラウト充填不足によるプレストレストコンクリート用の線材破断事故などは重大な事故につながるため、早期の診断と対策が必要である。しかしこれらの現象はコンクリート深部で進行するため既存技術では精度良く計測できない。我々は X 線の反射を用いる後方散乱 X 線イメージング手法を応用し、道路床版やコンクリート橋内部の様子を、片側からのアクセスで可視化する技術の研究に取り組んでいる。本研究では小型電子加速器ベースの高出力 X 線発生装置と放射線検出器を新たに開発し、現場で利用し易いように全体を小型・軽量化する技術開発を行っている。

1. はじめに

国内の道路橋（2 m 以上）は約 70 万橋と言われている。そして竣工後 50 年以上経過する道路橋は、現在 16% であるが、10 年後には 40% に 20 年後には 65% に増加する。これらの 7 割は地方の市区町村が維持管理を行っているが、財源、人員、技術不足によって今後の維持管理が非常に厳しい見通しとなっている。道路橋梁点検は主に目視、打音によって行われ、内部を可視化する際に補助的に電磁波レーダと X 線が用いられている。

コンクリート橋梁や道路などのコンクリートの厚さは数 10 cm~数 m 程度であるが、鉄筋や PC 鋼線は表面から数 cm 下にも配置されている。多くの損傷事例ではコンクリート表層部から劣化が始まっているため、コンクリート表面から 10 cm 程度までにおいて鉄筋の減肉や PC 鋼線の破断の有無を検査することが必要である。これらの部材は大きさが数 mm~数 cm であり、検査では現場でこれらを識別できることが必要である。

電磁波レーダは、コンクリートに照射した電磁波の反射を用いるため片側からのアクセスで内部を簡便に検査できる利点がある。しかし空間分解能が低いため、鉄筋の減肉や PC 鋼線一本の破断の有無を可視化することは難しい。X 線透視検査は厚さ 40~50 cm 程度までのコンクリートを透視できる上に鉄筋減肉や PC 鋼線の破断など細かい構造を可視化できるが、厚さ 1 m 以上の透視は難しく、さらに X 線源とイメージング検出器の位置合わせが難しい。

そこで X 線の利点である高精細画像と、電磁波レーダの利点である片側アクセシビリティの簡便性を併せ持つ後方散乱 X 線イメージング装置を開発し、現場で利用できるように小

型・軽量なシステムとすることを考案し、原理実証試験に向けた装置開発を開始した。従来技術では見るができなかった大型コンクリート構造物内部の鉄筋や PC 鋼線などを X 線の反射を使って高精細に画像化する技術の実証を目指している。

2. 装置開発

X 線の反射を用いる後方散乱 X 線イメージング（図 1）は、通常の X 線が透過できない厚さ数 m の大型建造物でも、片側からのアクセスのみで内部を高精細に透視できる。最近、後方散乱 X 線イメージングを用いて深さ 3 cm のコンクリート内部の鉄筋可視化に成功した例があるが¹、本研究では深さ 10 cm のコンクリート内部を可視化する技術の実証を目指している。



図 1. 後方散乱 X 線イメージングの概念図。

インフラ診断用後方散乱 X 線イメージングでは高エネルギーかつ高強度の X 線源が必要である。我々はそのために C バンド (5.3GHz) 帯域の高周波を利用したコンパクト電子加速器の開発を行っている。また後方散乱 X 線を高効率且つ高速に計測する大面積 X 線検出器が必要であり、新たに一次元マルチスリット X 線検出器の開発を行っている（図 2）。従来の後方散乱 X 線イメージングでは直径数 mm の細いペンシルビーム X 線を対象物へ照射してビームをスキャンして画像を取得していたが、本研究では計測時間を短縮するためにファン（扇形）ビーム X 線を用いる。そのため X 線が検出された位置と方向を推定する X 線検出器が必要であり、我々はこれを一次元マルチスリット X 線検出器によって行うことを目指している。

現在、後方散乱 X 線イメージングの実証を行うために、電子加速器を 130 cm × 60 cm のテーブルに載せた原理実証システムの設計を進めており、近いうちに実験を行う予定である（図 3）。現在、C バンド加速管（図 4）の製作が完了しており、マイクロ波の投入試験を行っている。同加速管は内部に 4.5 セルの加速用空洞と 4 セルのカップリング空洞を持つ構造であり、空洞内部に励起される $\pi/2$ モードの進行波を加速に用いる。平均加速電界強度は約 10 MV/m であり、10 cm の長さで 300 mA の電子を 900 keV に加速する。マイクロ波入力ポートをステップ構造とすることで、コンパクトな構造ながらも安定した加速が可能である。

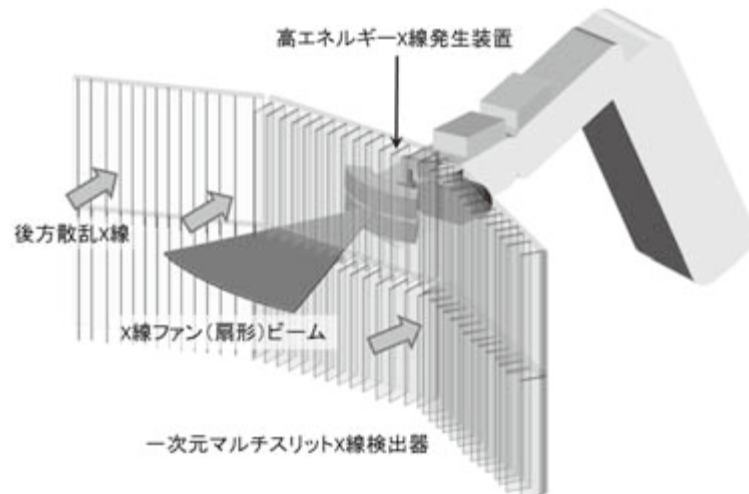


図 2. 小型電子加速器ベースの高エネルギーX線発生装置と一次元マルチスリットX線検出器を用いた後方散乱X線イメージング装置の概要。

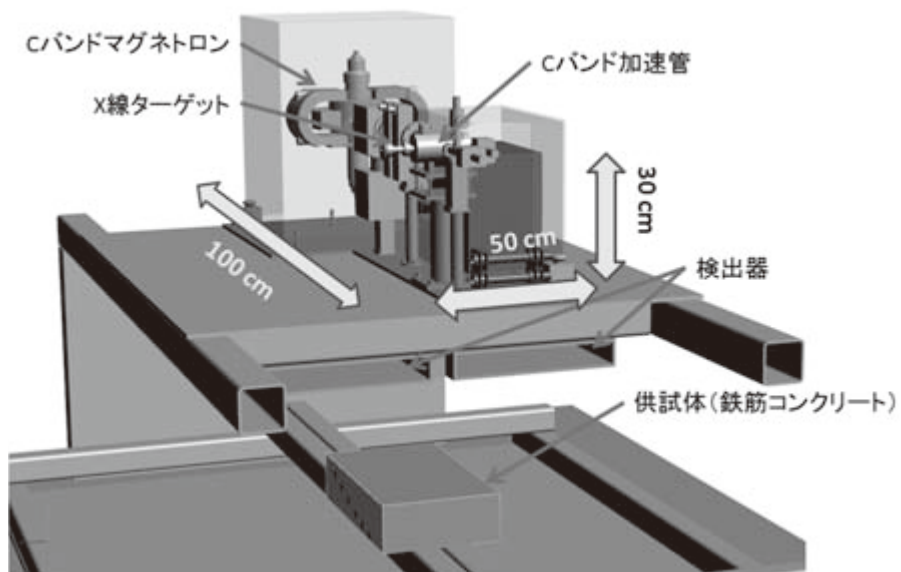


図 3. 後方散乱X線イメージングシステムの原理実証機。

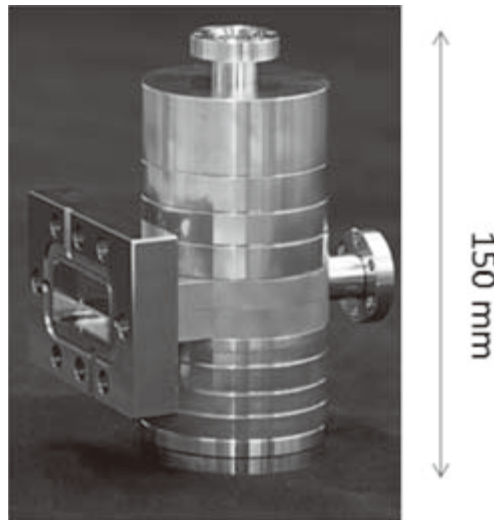


図 4. C バンドコンパクト加速管。

3. まとめ

塩害は我が国だけの問題ではなく、東南アジア諸国、南アジア諸国および高緯度地方で長い海岸線を持つ北欧諸国でも問題となっている。インフラ維持管理・更新・マネジメント技術の高度化は、高齢化した我が国にとって必須であるが、諸外国においても必要とされており、我が国がインフラ維持管理メンテナンス産業において世界市場を獲得するチャンスでもあると捉えている。

本研究は原理実証を1～2年で完了し、その後速やかに現場に適用する改良を行い、2年程で実用化を目指す。今後はインフラ検査企業や所有者・管理者と強く連携して研究を進めていきたいと考えている。

4. 謝辞

本研究の一部は総合科学技術・イノベーション会議のSIP（戦略的イノベーション創造プログラム）「インフラ維持管理・更新・マネジメント技術」によって行われました。

参考文献

¹ 仁木工芸株式会社 home page; http://www.youtube.com/watch?v=6xCa_7pF3PM、
http://www.nikiglass.jp/Radiation_TOP/SXI/SXI_TestReport1.pdf.

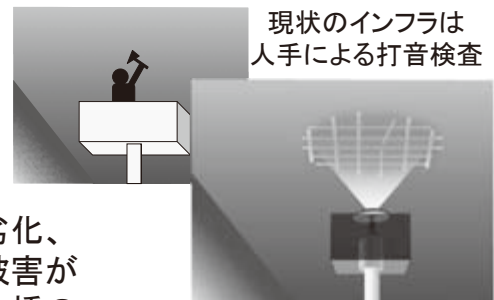
インフラ診断用後方散乱X線イメージング装置の開発

○豊川弘之¹, 藤原 健¹, 萬代新一², 伊佐英範², 遠山貴之³, 渡辺賢一³, 瓜谷 章³

¹放射線イメージング計測研究グループ、²株式会社BEAMX、³名古屋大学

1 開発の背景

- ◆多くの社会インフラは地方の市区町村が維持管理を担っている。実際は財源、人員、技術不足の3重苦で非常に厳しい状況。
- ◆日本は海岸線が長いので塩害による道路床版の劣化、鉄筋コンクリート（RC）中の鉄筋の腐食などの被害が多く、またプレストレスト・コンクリート（PC）橋のシース管のグラウト未充填によるPC鋼材の腐食・破断の発生も多く発生している。
- ◆現場で使えるX線内部可視化技術が求められている。



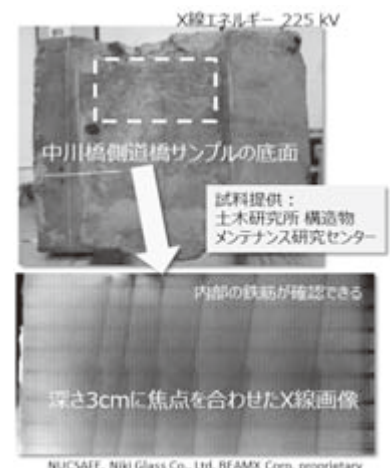
現状のインフラは
人手による打音検査

将来は後方散乱X線イメージング
装置による可視化検査

2. 研究・開発の内容

コンクリート内部を後方散乱X線で鮮明に可視化！
（現状では深さ3cm、今後は10cmを目指します）

- ◆現場で片面からの測定で内部を透視するX線撮影技術
- ◆PC鋼材破断の有無、RC鉄筋減肉をX線で高精細に可視化
- ◆900kVの強力X線を使って深さ10 cmまで透視
- ◆アスファルト下のコンクリート土砂化検査にも挑戦中
- ◆補修計画の精度向上と費用節減を達成

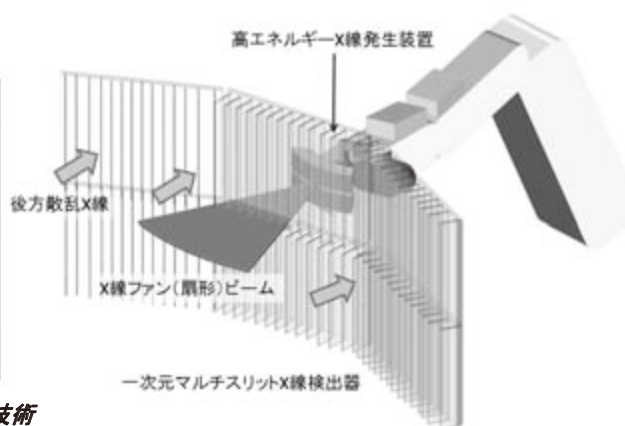


試料提供：
土木研究所 構造物
メンテナンス研究センター

内部の鉄筋が確認できる
深さ3cmに焦点を合わせたX線画像
NUCSAFE, Niki Glass Co., Ltd. BEAMX Corp. proprietary



高エネルギーX線発生技術
（Cバンド電子加速器）



ロボットアーム搭載（壁面、床面検査装置）



トンネル検査装置へ搭載

本研究の一部は内閣府SIP（戦略的イノベーション創造プログラム）「インフラ維持管理・更新・マネジメント技術」（平成26年度～平成28年度）により行われました。

URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/>

マイクロ蛍光ガス比例計数管による放射線イメージング装置の開発

放射線イメージング計測研究グループ 藤原 健、安本 正人、豊川 弘之

要旨

GEM(Gas Electron Multiplier)は CERN にて 1990 年代に開発され、二次元の比例計数管として高エネルギー物理など様々な分野で使われているが、我々は GEM を、HOYA 社の感光性ガラスを用いて新しいガラス製の GEM; Glass GEM を開発した。Glass GEM は従来の GEM に比べて高ゲイン、高い放電耐性、低アウトガスなどの利点があるが、本研究ではさらに Glass GEM と組み合わせるガスに シンチレーションガス(Ar/CF₄)を用いて、微細孔の一つ一つをマイクロ蛍光ガス比例計数管として動作させることに成功し、ミラー・冷却 CCD カメラ と組み合わせた新しい二次元放射線イメージング装置を開発した。

1. はじめに

X 線による放射線透過画像をデジタルデータとして高速に可視化するデジタルラジオグラフィは学術用途の他、医療や工業検査など様々な場面で活用されてきている。デジタルラジオグラフィに用いられる X 線検出器は X 線 CCD や、X 線イメージインテンシファイア、半導体検出器、フラットパネルディテクタなどが一般的であり、これらの検出器は X 線の反応媒体に「固体」を用いていることが共通点として挙げられる。一方、炭素や酸素、水素などの軽元素に対して高いコントラストを得るためには、従来の X 線管よりもエネルギーの低い、10 keV 以下の低エネルギー X 線が適している。しかし、これらの固体を用いた検出器では低エネルギー X 線に対する感度が低く、低エネルギー X 線のデジタルラジオグラフィは困難であった。そこで我々は X 線の反応媒体に「気体 (ガス)」を使用することで、10 keV 以下の X 線に対してより高感度な X 線検出器の開発を進めている。低エネルギーの X 線を放射線の電離作用により発生したわずかなガス中の電子を、強い電場によって増幅する電子増幅型ガス検出器とすることで、比較的小さな電荷を増幅して強い信号を得ることが可能になる。このような検出器として比例計数管が代表的なものとして挙げられるが、より空間分解能を向上させるために近年マイクロパターンガス検出器と呼ばれる微細加工技術で作られたガス検出器の開発されてきた。GEM(Gas Electron Multiplier)¹は CERN で 1990 年代に開発され、二次元のマイクロ比例計数管として高エネルギー物理など様々な分野で使われている。我々は GEM を、ガラスエッチングのプロセスを用いて新しいガラス製の GEM; Glass GEM を開発した^{2,3}。Glass GEM は従来の GEM に比べて高い増幅率、高い放電耐性、低アウトガスなどの利点がある。

本研究では Glass GEM と、蛍光ガス (Ar/CF₄) を組み合わせたマイクロ蛍光ガス比例計数管を開発した。さらにそれをミラー・冷却 CCD カメラと組み合わせた新しい二次元の放射線イメージング装置を開発した。これまでに有感面積 100 × 100 mm² の Scintillating Glass GEM を用いて、低エネルギー X 線のデジタルラジオグラフィの他、高エネルギー

X線のビームモニターとしても使用可能であることが示されている⁴。

2. 研究方法

Glass GEMはHOYA社製の有感面積 $100 \times 100 \text{ mm}^2$ のPEG3というウェットエッチングが可能なガラス材を用いた。表1にGlass GEMの基板で使用したPEG3と、従来のGEMで使用されるポリイミドの材質の比較を示す。PEG3は体積抵抗率がポリイミドと比較して低いため、基板を厚くしてもチャージアップが起こりづらく、放射線を照射した際の高計数率特性が従来のGEMに比べ大幅に向上する。

本研究では、PEG3上にウェットエッチングによってガラスに直接微細孔を形成し、さらにガラス基板の両面に電極を貼り付けることでGlass GEMを製作した。放射線の入射による信号を検出するメカニズムを図1に示す。まず、電極間に2 kV/mm程度の高電圧を印加することで、穴の中の電場で電子が加速され、ガス分子と衝突を繰り返すことで電子雪崩が引き起こされ電子を増幅する。我々はこのガスに蛍光ガスであるAr/CF₄ (90:10)を用い、電子雪崩による励起発光を冷却CCDカメラで捉えることで放射線を可視化している。また、CCD素子に直接放射線が当たることを防ぐため、検出器には図2のようにミラーを用いて放射線の入射による発光を90度曲げて捉える構造とした⁴。

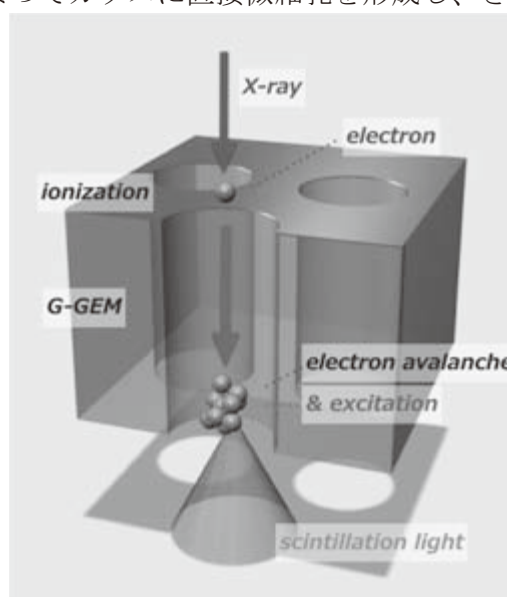


図 1. Glass GEM の発光メカニズム。

表 1. 作成した Glass GEM の仕様。

材質	PEG3	ポリイミド
熱伝導率 @25 °C (W/m K)	0.795	0.3 (@20 °C)
ヤング率 (GPa)	79.7	18.6
比誘電率@1 GHz	6.28	3.55
体積抵抗率 @25 °C ($\Omega \text{ cm}$)	8.5×10^{12}	$\sim 10^{18}$

表 2. 作成した Glass GEM と CERN GEM との比較⁵。

GEMの種類	Glass GEM	CERN GEM
孔径	170 μm	50 μm
孔ピッチ	280 μm	150 μm
厚み	680 μm	50 μm
絶縁体材質	ガラス	ポリイミド

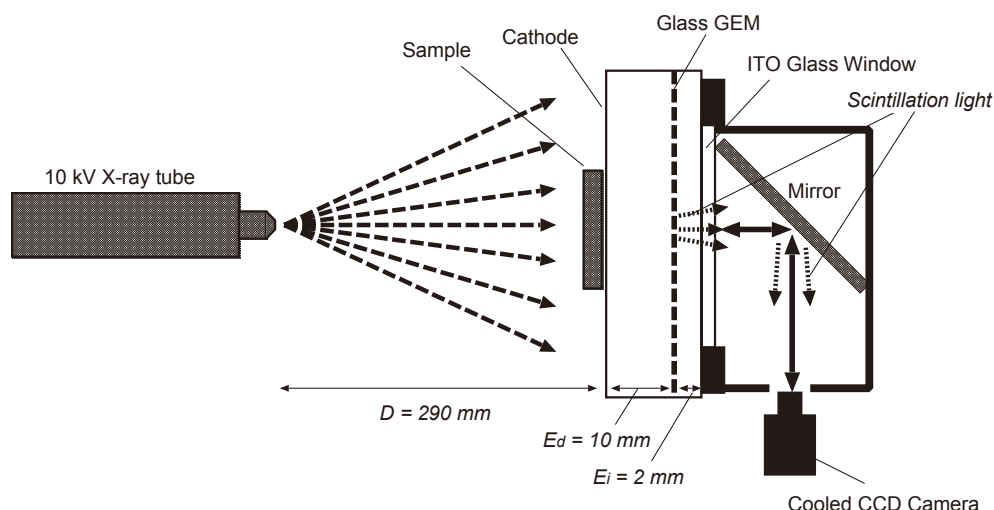


図 2. 検出器の概念図。

3. 研究結果と考察

X 線管と検出器を図 2 のように配置し、食品検査への適用を検証するためのデモンストレーション実験を行った。X 線源には管電圧 20 kV、電流 $100 \mu\text{A}$ の X 線管を用いた。Glass GEM をマウントしたチェンバーに Ar/CF₄(90:10)ガスをガスフロー(50ml/min)で流入し、使用した。ガス層の厚さは 10 mm とし、Glass GEM のガス増幅率はおおよそ 8,000 倍としている。この検出器では X 線がガスとの反応により生成した電荷を、Glass GEM の微細孔内で増幅し、その際にガスが励起されるため強い発光を観測できる。その発光をミラーを介して、冷却 CCD カメラ (BITRAN BL50H) で捉えることで X 線イメージングを可能とした。

X 線イメージング用のサンプルには市販の鮭フレークを用いて、鮭フレーク中に混在が問題となる、鮭の骨の X 線透過イメージングを行った。その結果を図 3 に示す。鮭フレーク中の骨の可視化に 500 ms で成功し、内部に混入した骨を高速にイメージングすることに成功した。

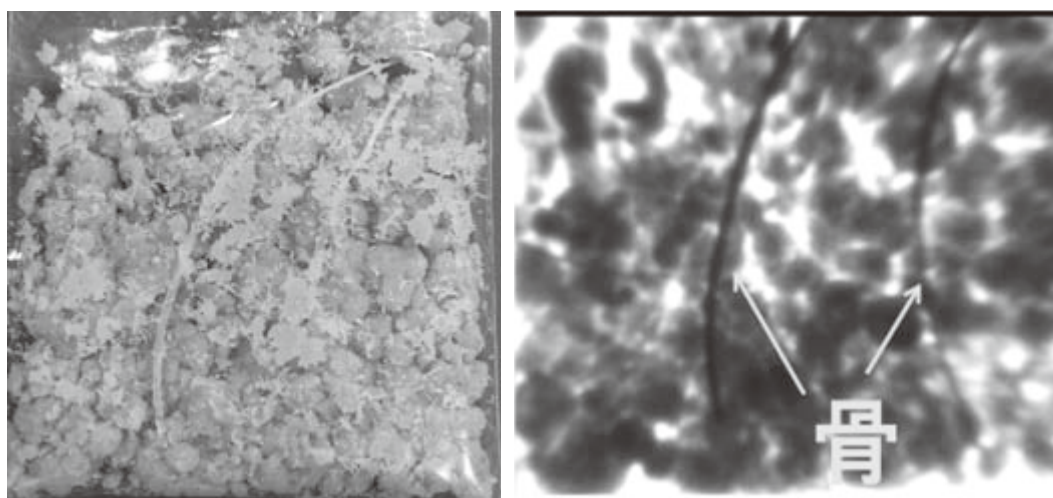


図 3. X 線撮像試験に用いた鮭フレークのサンプル(左)と得られた X 線透過イメージ(右)。

4. まとめ

本研究で開発した Glass GEM はまだ試作器段階ではあるが、ガスゲイン、エネルギー分解能、安定性とも極めて良好な結果が得られた。Ar/CF₄ガスと Glass GEM を組み合わせたマイクロ蛍光ガス比例計数管を開発し、10 keV 以下の低エネルギーX線を用いたイメージング試験を行った。ガス検出器の低エネルギーX線に対し高感度である特徴を活かし、また光学カメラの高分解能を活かしたイメージングが実証できており、今後低エネルギーX線管と組み合わせ、食品や医薬品など低元素のX線イメージングなどに活用していきたい。

参考文献

¹ F. Sauli, *NIM A*, vol. **505**, no. 1, pp. 195–198, Jun. 2003.

² H. Takahashi, Y. Mitsuya, T. Fujiwara, and T. Fushie, *NIM A*, vol. **724**, pp. 1–4, Oct. 2013.

³ T. Fujiwara, Y. Mitsuya, H. Takahashi, T. Fushie, S. Kishimoto, B. Guerard, and M. Uesaka, *J. Inst.*, vol. **9**, no. 11, pp. P11007–P11007, Nov. 2014.

⁴ T. Fujiwara, S. Tanaka, Y. Mitsuya, H. Takahashi, K. Tagi, J. Kusano, E. Tanabe, M. Yamamoto, N. Nakamura, K. Dobashi, H. Tomita, and M. Uesaka, *J. Inst.*, vol. **8**, no. 12, pp. C12020–C12020, Dec. 2013.

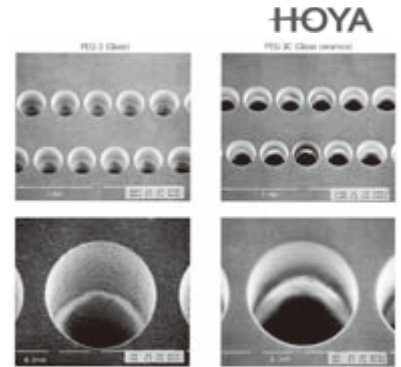
⁵ F. Sauli, “Development and applications of gas electron multiplier detectors,” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 505, no. 1, pp. 195–198, Jun. 2003.

マイクロ蛍光ガス比例計数管による放射線イメージング装置の開発

○藤原 健¹, 安本 正人¹, 豊川弘之¹
¹放射線イメージング計測研究グループ
 fujiwara-t@aist.go.jp

1 開発の背景

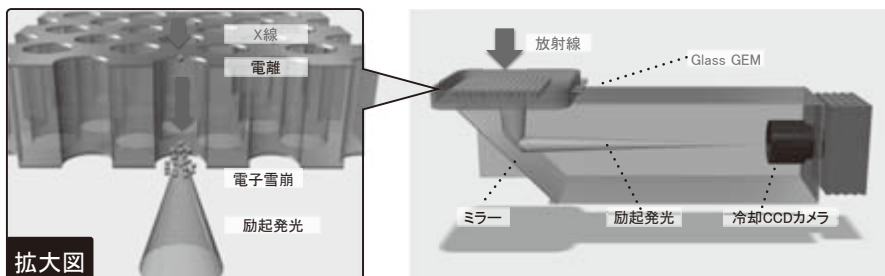
- ◆炭素材料や、食品検査、薬剤、生体試料などの軽元素で構成された物質の内部を観察する技術が求められている。
- ◆X線は内部を可視化するのに有用なプローブであるが、軽元素の可視化には10keV以下の低エネルギーX線が適している。
- ◆高速・大面積で低エネルギーX線を可視化できる技術がなかった。



ガラス微細加工技術を利用して直径170μmのガラス製マイクロ比例計数管を開発 (Glass GEM)

2. 研究・開発の内容

低エネルギーX線の透過画像を大面積で鮮明に可視化！
 （現状では空間分解能500um、有感面積最大300mm□）



- ◆蛍光ガス (Ar/CF₄) とガラス微細加工技術を組み合わせて、放射線イメージング装置を開発

装置の特徴

- ◆低エネルギーX線に高感度
- ◆軽元素に対し高いコントラスト
- ◆高速に撮像が可能

期待される応用例

- ◆高速食品検査
- ◆錠剤の3次元CT
- ◆炭素材料の非破壊検査・欠陥検査



本研究の一部は科研費「マイクロ蛍光ガス比例計数管を用いた放射線イメージングデバイスの開発研究」（平成26年度～平成28年度）により行われました。

URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/>

磁石高性能化のための円二色性光電子顕微鏡の開発と磁区観察

放射線イメージング計測研究グループ 田中 真人、豊川 弘之、小川 博嗣
無機機能材料研究部門 高木 健太、尾崎 公洋
早稲田大学 乙川 光平

要旨

高性能永久磁石の開発はモータの高性能化、さらには省エネ化に直結する。我々は重要な磁気特性である磁区構造を観測する手法として、磁気円二色性と光電子顕微鏡によるものに注目して研究開発を行っている。高温域での特性に優れている $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石の磁区構造を軟 X 線円偏光を用いて観測することに成功し、また汎用型の円偏光紫外線と光電子顕微鏡による磁区観察装置開発も進めている。これらから将来的には $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石の逆磁区発生機構を解明し、高性能化につなげていく。

1. はじめに

省エネルギー社会の推進は国家的な課題の一つである。その解決策としてモータの高効率化・省エネ化は非常に大きな役割を担う。2005 年の国内総電力使用量（約 1 兆 kWh）のうち、モータを搭載した機器の消費電力は半分以上を占めているためである¹。高効率なモータとして永久磁石をロータの中に埋め込んだ IPM モータ (Interior Permanent Magnet Synchronous Motor) と呼ばれるものが実用化されている。

この IPM モータの高性能化のための技術開発の要因の一つとして、埋め込まれる永久磁石の高度化が挙げられる。特に電気自動車・ハイブリッド自動車などの次世代自動車のモータは 200℃ 程度の高温環境下で作動するため、これらに用いる磁石は高温域で良い磁気特性を持つ必要がある。

一般的に用いられる強力な永久磁石である $\text{Nd}_2\text{Fe}_{11}\text{B}$ 磁石は高温での磁気特性があまり良くないために、Dy などの重希土類を添加していた。しかしながら Dy には 2011 年におきた中国からの輸入価格の急騰など、その安定供給には未だ問題が残っている。高性能な永久磁石を安定して産業界に供給するためには、重希土類などの希少な元素をなるべく使用しない磁石の開発が必要である。国内ではそのための解決策として、Dy を使わない、もしくは使用量を削減した $\text{Nd}_2\text{Fe}_{11}\text{B}$ 磁石作製方法の開発ならびに、新しい新規磁石の開発という 2 つの大きな方向で研究開発が進められている。

その中で産総研の無機機能材料研究部門では Sm-Fe-N 系磁石の焼結手法の開発を進めている^{2,3}。これは Sm-Fe-N 系磁石が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{11}\text{B}$ 磁石よりも高いキュリー温度をもつなど有力な材料候補だからである。しかしこの磁石は高温での分解などにより焼結が困難であり、今まではプラスチック等に磁石粉末を練りこんだボンド磁石としての利用が主であった。

無機機能材料研究部門の尾崎・高木らは高圧通電法による等方性 Sm-Fe-N 系磁石の焼結を報告した²。またより磁気特性の高い異方性の $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 磁石に関して同様の方法で焼結すると、保磁力が粉末状態の三分の一程度にまで減少することも判明した。さらに焼結条件の最適化を進めたところ、 Zn の添加によってこの保磁力の減少を抑制できることも判ってきた³。しかしながらこれらの保磁力変化のメカニズムはまだ明らかにはなっていない。この変化のメカニズムを明らかにすることで、 Zn 添加量や Zn 以外の最適な添加元素、より最適な焼結条件等の決定が容易になり、磁石の高性能化に貢献することができる。

磁石の重要な磁気特性の一つとして、磁区構造が挙げられる。特に磁区の試料作製条件や試料雰囲気（温度、印加磁場）による変化を観察することで、特に磁気特性劣化の要因の一つである逆磁区の発生・成長メカニズムを明らかにすることは非常に重要である。

そこで本グループでは無機機能材料研究部門と共同で、高性能磁石開発に資する円偏光励起による光電子顕微鏡(Photo-electron emission microscope; PEEM)を用いた $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石の磁区イメージング観測ならびにその手法開発を進めている。本稿では放射光施設 SPring-8 での円偏光軟 X 線を用いた磁区観察結果と、現在進めている円偏光紫外線と PEEM とを用いた汎用型の磁区観察装置開発の現状について概説する。最終的にはそれら結果を基にした本磁石の磁気特性の解明と更なる高性能磁石開発の指針を明示することを目指している。

2. 軟 X 線領域での PEEM を用いた $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石の磁区観察の現状

円偏光を用いた磁気特性計測の一つである磁気円二色性(Magnetic Circular Dichroism; MCD)は、左円偏光と右円偏光とで磁化した物質の光吸収に差が有る現象である⁴。特に軟 X 線領域の MCD 計測は、Fe、Co、Ni の 3d 電子軌道や希土類の 4f 電子軌道といった磁性に大きく関与する電子準位の情報を得ることができ、軌道・スピン磁気モーメントを元素ごとに決定できるなど有用である⁵⁻⁷。

この MCD と PEEM とを組み合わせることで、二次元的な MCD の情報すなわち磁区を観測する手法の開発が、SPring-8 などの放射光施設で進められている^{8,9}。SPring-8 BL25SU、17SU や KEK-PF などの施設では MCD ピークの光エネルギーでの左円偏光時と右円偏光時の PEEM 画像強度の差分をとることで磁区画像を観測(図 1 参照)しており、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{11}\text{B}$ 磁石の計測も既に報告されている^{10,11}。

我々も上記装置を用いて、無磁化もしくは面内方向に磁化させた Zn 添加および Zn 無添加の $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石試料の磁区画像計測を SPring-8 BL17SU および BL25SU にて進めてきた。



図 1. MCD と PEEM による磁区観察手法の概要図。

図 2 にその結果の一例を示す。図 2 左は無磁化の $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石表面の Fe L_3 端における視野 $10\mu\text{m}$ での磁区イメージング結果である。黒と白の箇所が見られるが、これはそれぞれ磁化方向(面内上下方向)が反対になっていることを示している。本試料では一つの結晶粒内で様々な方向の多磁区構造が観測されている。磁区のサイズは $0.5\text{--}3\mu\text{m}$ 程度である。

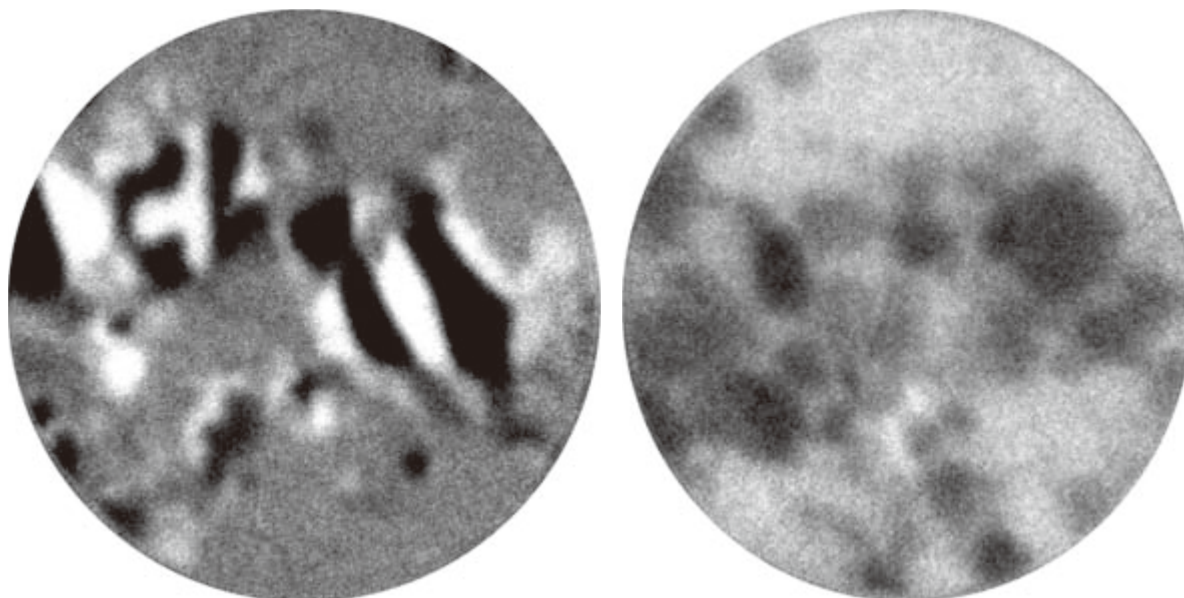


図 2. 軟 X 線 MCD-PEEM を用いた、(左) 無磁化の $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石表面の Fe L_3 端における磁区イメージング結果の一例、(右) 面内磁化 (図の上下方向) させた Zn 添加 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石表面の Sm M_5 端における磁区イメージング結果の一例。いずれもの SPring-8BL25SU にて、視野 $10\mu\text{m}$ で計測した。

磁化試料の場合、試料そのままでは試料の残留磁場により光電子軌道が曲がるために PEEM による結像が出来なかった。そのため純鉄製の小型の磁気閉回路を開発し、これにより試料からの漏れ磁場強度を元の値の約 $20\sim 100$ 分の 1 程度に減少できた。これにより図 2 右に示すような面内磁化した Zn 添加 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石の Sm M_5 端などでの磁区観測に成功した。黒色で示される箇所が磁区、灰色が磁化が弱い箇所を示している。他の試料では逆磁区の発生も確認している。今後逆磁区発生メカニズムの詳細な解析を進めていく。

3. 紫外領域での PEEM を用いた磁区観察装置開発の現状

放射光を用いた実験ではどうしてもマシン利用時間の制約があり、様々な試料の計測が困難である。そこでラボ利用が可能な磁区観察装置として、円偏光紫外線と PEEM によるものの開発を進めている。この装置は放射光による軟 X 線利用時のような元素選択性などはないために、この装置で様々な試料条件での観測をまず進めていき、その後重要な試料条件の観測を放射光施設において重点的に観測していくことを考えている。

図3に開発を進めている円偏光紫外線とPEEMによる磁区観察装置の外観を示す。試料はロードロックチャンバー→試料準備槽→PEEMチャンバーへと真空状態で移送される。試料準備槽ではArスパッタリングが可能である。現在円偏光光学系の開発と評価がほぼ完了しており、250～350nm程度の波長領域で左右円偏光を出射可能である。照射光の単色化はバンドパスフィルタで行う予定である。光源にはレーザー励起Xeランプを用いている。図4にこのPEEM装置で観測したAuメッシュならびにZn添加 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石(無磁化)の視野100 μm の光電子画像の一例を示す。この時照射光は白色のまま行った。このように光電子画像の取得にはすでに成功しており、今後円偏光励起による磁区画像計測を可能にしていく。

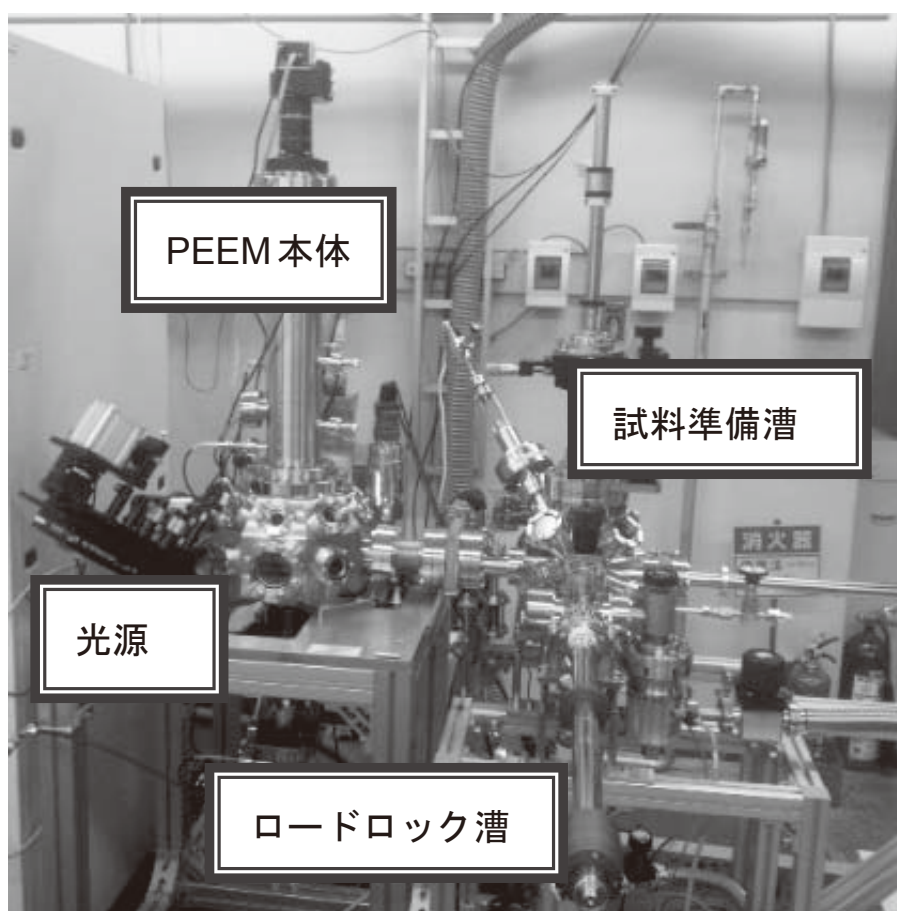


図3. 開発中の円偏光紫外線とPEEMとによる汎用型磁区観察装置。

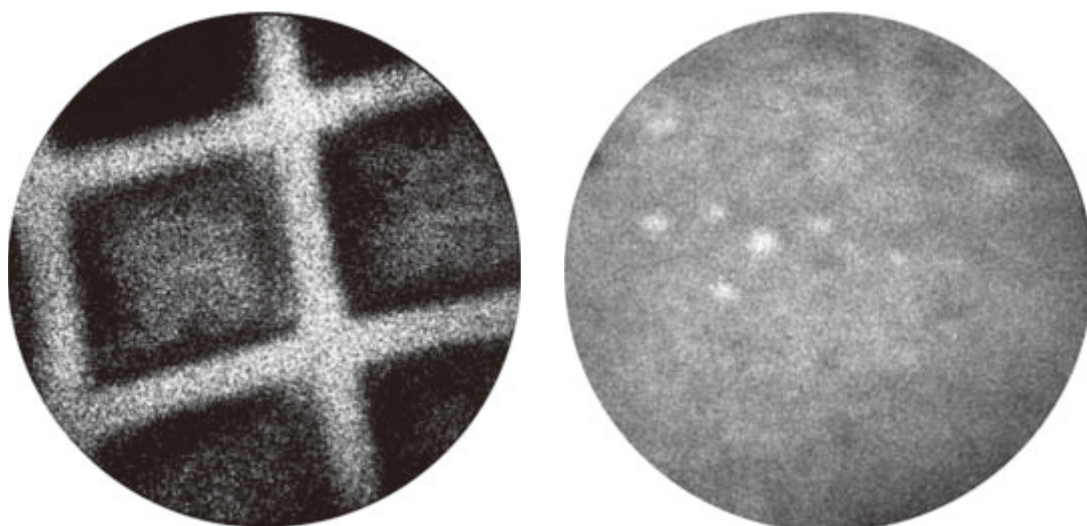


図 4. 開発中の紫外線 PEEM による光電子放出画像の一例。左) 金メッシュ、右) Zn 添加 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石(無磁化)の結果。視野はいずれも $100\mu\text{m}$ で計測した。

4. まとめ

放射光光源からの軟 X 線円偏光と PEEM とを用いて、 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石の磁区観察を進めてきた。また磁気閉回路などの要素技術の開発から、磁化した $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石においても PEEM による磁区観察に成功した。現在円偏光紫外線と PEEM による汎用型の磁区観察装置の開発を進めており、光電子画像の取得には成功している。今後この開発をさらに進めていく。これらにより今後より詳細に試料作製条件等を変えた磁区観察を進めていき、本磁石の磁気特性の解明と高性能化に寄与していく。

¹ 日経エレクトロニクス 2011 年 5 月 2 日号、

<http://www.nikkeibp.co.jp/article/reb/20110622/275169/>

² K. Takagi, et al., J. Magn. Magn. Mater., 324, 1337 (2012).

³ 高木健太, 尾崎公洋, 粉末および粉末冶金, 59, 564 (2012).

⁴ 佐藤勝昭, 『光と磁気』, 朝倉書店 (2001).

⁵ M. Tanaka, et al., J. Phys. D: Appl. Phys., 41, 055003(2008).

⁶ 小出常晴, “新しい放射光の科学”(菅野暁・藤森淳・吉田博 編), 第4章, 講談社 (2000).

⁷ 松村大樹, 雨宮健太, “内殻分光”(太田俊明・横山利彦 編), p.221-231, アイピーシー (2007).

⁸ K. Fukumoto, et al., Rev. Sci. Instrum., 79, 063903 (2008).

⁹ T. Kinoshita, et al., J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom., 185, 389 (2013).

¹⁰ S. Yamamoto, et al., Mater. T. Jim., 49, 2354 (2008).

¹¹ R. Yamaguchi, et al., IBM J. Res. and Dev., 55, 12 (2011).

磁石高性能化のための円二色性 光電子顕微鏡の開発と磁区観察

田中真人^{1,2}、小川博嗣¹、○乙川光平^{1,2,3}、豊川弘之¹、高木健太²、尾崎公洋²
放射線イメージング計測研究グループ¹、無機機能材料研究部門²、早稲田大学³

1. 開発の背景

モータ搭載機器の消費電力量は国内の約半分を占めるが、近年の永久磁石埋込型モータの実用化によりその省電力化が図られてきた。その中で永久磁石の高性能化は更なる省電力化に直結した課題である。産総研では一般的なNd-Fe-B系磁石を超え得る材料として、特に車載モータに必須な高温域での特性に優れるSm-Fe-N系磁石の焼結技術を開発している。本グループではこのSm-Fe-N系焼結磁石の高性能化に貢献すべく、光電子顕微鏡などを用いた当該磁石の磁区観察とその手法開発を進めており、その現状を説明する。

2. 開発内容と結果

円偏光励起による光電子顕微鏡(PEEM)画像強度の左・右円偏光での差分を取ることで磁区観察が可能になる。まずSPring-8に整備されている軟X線円偏光照射によるPEEM装置を用いて、磁区観察を行った結果の一例を図1に示す。このように磁化試料でもPEEMによる磁区観察に成功し、その磁区サイズは1-2 μm 程度と判明した。

さらに多くの試料の観察を可能にすべくラボ利用が可能な、紫外円偏光照射PEEMによる汎用型装置(図2参照)の開発を進めている。

3. 今後の展開

汎用型装置による磁区観察を可能にし、温度・印加磁場変化や試料条件による磁区変化を明らかにする。これらにより、高性能磁石開発に貢献するとともに、装置の実用化を目指す。

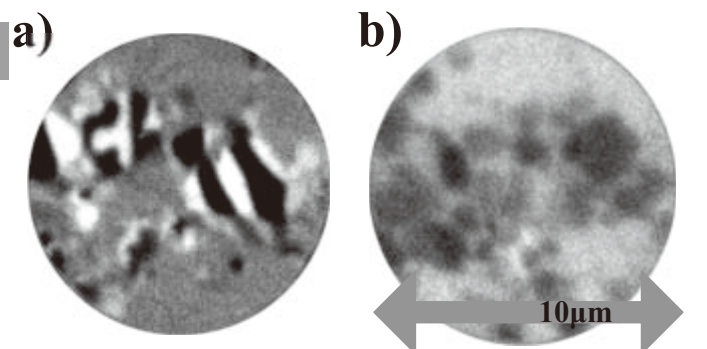


図1 (a) $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石(無磁化)
(b) Zn添加 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石(面内磁化)のSPring-8にて計測した磁区画像の一例

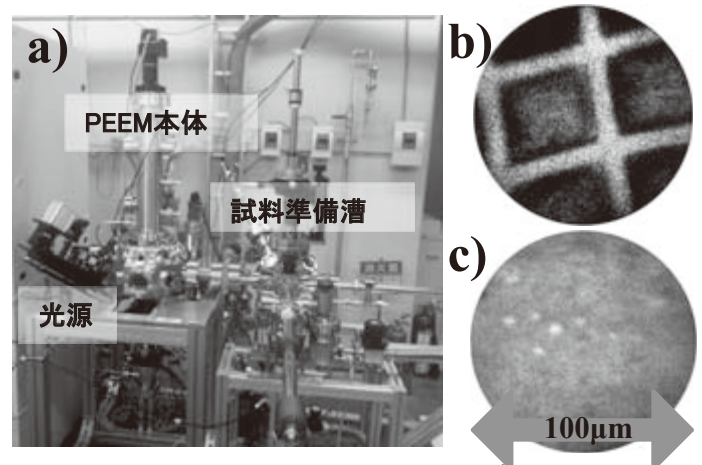


図2 (a) 開発中の汎用型紫外線PEEM、
(b) 金メッシュ、(c) Zn添加 $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ 焼結磁石(無磁化)のPEEM画像の一例

URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/>

超音波を応用した計測分析技術

非破壊計測研究グループ 遠山 暢之

社会インフラ、輸送機、プラントなどの構造物の欠陥検出を行うにあたって、従来の非破壊検査技術では、（１）複雑形状物体の検査が難しい、（２）検査に時間がかかる、（３）欠陥有無の判断が難しい、等の課題がある。これらの課題を解決する検査技術として、レーザー励起超音波の伝搬映像をその場でほぼリアルタイムに計測・解析して、実構造物に内在する欠陥を遠隔で高速検査できるレーザー超音波検査システムの開発を行っている。本システムを各分野における構造部材の欠陥検出に適用した例を報告する。

同内容は口頭発表でも報告（P36）

超音波を応用した計測分析技術

－ レーザー超音波伝搬の映像化による新しい非破壊検査技術 －

○遠山暢之、宮内秀和、山本哲也、時崎高志、非破壊計測研究グループ

1. 研究開発の背景

社会インフラや輸送機などの構造物の定期点検で多用されている超音波探傷技術は、(1)複雑形状物体の検査が難しい、(2)検査に時間がかかる、(3)欠陥検出精度が悪い、(4)欠陥判定にかなりの専門性が必要、などといった課題がある。

本研究では、これらの課題を解決する新しい検査手法として、レーザー励起超音波をその場でほぼリアルタイムに計測・解析して、実構造物に内在する欠陥を高速検査できるレーザー超音波検査システムの開発を進めている。

2. 研究開発の内容

パルスレーザーを被検体表面に照射して熱励起超音波を発生させ、レーザー照射点を高速走査しながら固定点で受信した超音波を収録する。それらの収録信号を再構成して、固定点から発生した超音波の伝搬を映像化する技術を開発した。

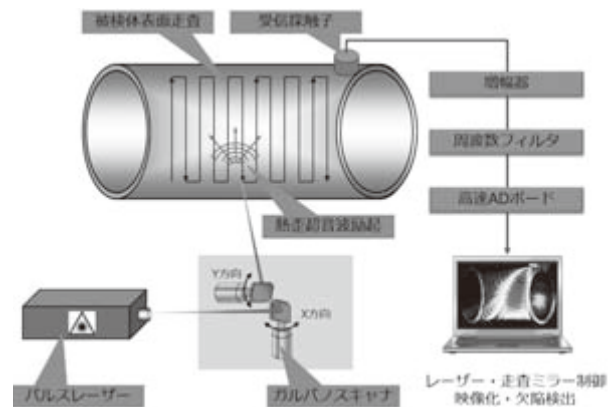


図1 レーザー超音波検査システム

3. 研究開発の成果

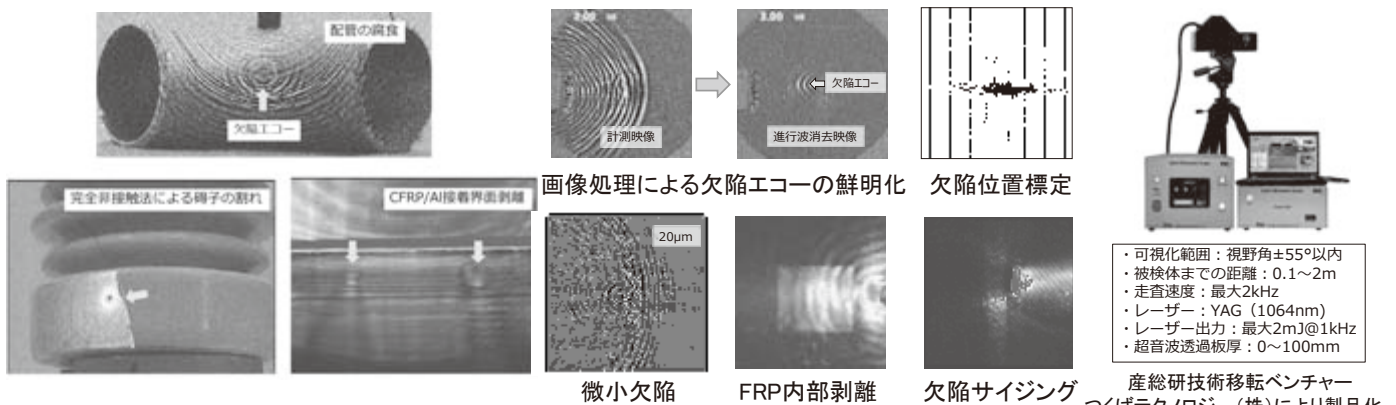


図2 開発した検査システムによる欠陥検出結果

4. 結論および今後の展開

- 金属、セラミックス、樹脂、複合材料等のき裂、腐食、ボイド、剥離等の検出が可能 → 各種産業分野の非破壊検査に適用
- レーザードップラー振動計や空中超音波を利用した完全非接触計測システムの開発



炭素繊維のねじり弾性率に及ぼす外径計測の影響

非破壊計測研究グループ 藤田 和宏、岩下 哲雄

要旨

炭素繊維の単繊維での力学的特性評価には直径の計測が不可欠である。特にねじり試験においては、弾性率の評価値に直径が4乗で影響することから、その評価には十分注意する必要がある。そこで、PAN系の炭素繊維についてレーザー回折を用いて、外径の軸方向の分布、断面内の分布を求めた。その結果、楕円断面としてねじり弾性率を評価するのが適当であると考えられた。

1. 緒言

CO₂ 排出量抑制のため移動体の軽量化が望まれており、近年は炭素繊維強化プラスチック（CFRP）の自動車への応用が期待されている。自動車部品では主に不連続繊維によって強化された熱可塑性プラスチックの使用が検討されている。熱可塑性樹脂マトリックス複合材料の成型は、射出成型やスタンピング成形、プレス成型にて複雑形状の部材を製作することが想定されている¹。このような成型時には繊維に様々な応力が負荷すると考えられ、材料設計には繊維の様々な方向の機械特性を把握することが重要になってくる。

我々は、単繊維による様々な特性評価手法開発を産業技術総合研究所の前身の一つである大阪工業技術試験所の時代から試みてきた^{2,3}。現在は、革新的新構造材料等研究開発委託事業の「革新炭素繊維基盤技術開発」プロジェクトにおいて、炭素繊維の様々な特性評価試験手法を開発し、標準化に向けてのデータ収集を行っている。

その中でねじり試験は簡便な試験であるだけでなく、同一試料を用いた場合の再現性の高い試験である⁴。しかし、繊維の断面が円形であるという仮定の下では、ねじり弾性率は直径の4乗で影響すること、またゲージ長さが通常の引張試験に比べて長くなることから、精度良く求めるためには直径もしくは断面形状と軸方向の分布が重要な要素となる。そこで、我々は炭素繊維の断面形状が軸方向にどのように変化しているのかを検討し、その弾性率への影響について調べた。さらに、外径の分布を測定するために新たに導入した装置について紹介する。

2. 実験

2.1 試料繊維と外径計測

試料繊維にはPAN系高強度系CF-Aを用いた。繊維の外径は、He-Neレーザーの回折を用いて計測した。1次回折による暗部をラインセンサー（浜松ホトニクス製S3904-2048Q）を用いて計測することで求めた。レーザーを遮る部分の幅が求まることから、計測できるのは一方向からの外径となる。

アセトンでサイジング剤を除去した繊維束から無作為に1本を取り出し、1端を台紙に張り付け、他端には紙小片を付けた約250mmの試験片を作製する。この台紙部分を図1

に示すようにレーザー光軸に垂直に固定した鉄板に磁石で止めて、試料繊維がレーザーの光路上に位置するように吊り下げて、外径を計測する。2mm ずつ台紙を上方に移動させながら 50 か所の計測を行った。すなわち、外径を計測した範囲は 98mm となる。これを、5 本の繊維について計測した。測定した繊維を特定するために CF-A-1～CF-A-5 と表現する。

次に、上記で外径を計測した範囲がゲージ長に含まれるように試験片を作製し、2.2 に示すねじり試験を行った。

さらに、そのゲージ部分を 4 つに分け、JIS R7607/ISO11567「炭素繊維—単繊維の直径及び断面積の試験方法」の D 法：直径をレーザー回折によって測定する方法を活用し、それぞれを図 2 のように紙枠に固定して、 -60° ～ $+60^{\circ}$ の範囲を 15° ずつ繊維を回転して外径を計測した。分割後の外径を計測したところは[1]～[4]と表現することにした。

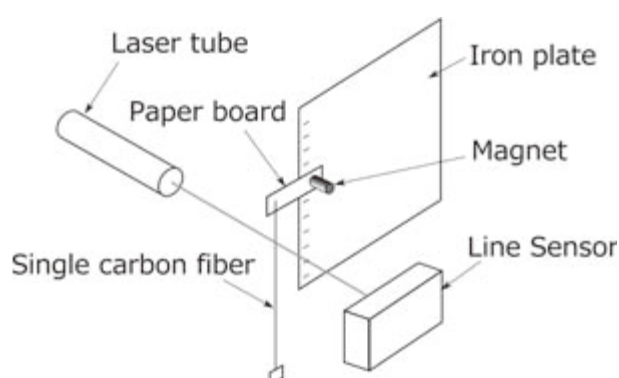


図 1. 炭素繊維の外径の軸方向の分布の測定。

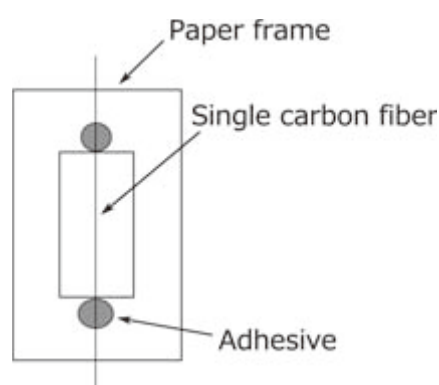


図 2. 外径の断面内分布測定用の試験片。

2.2 ねじり試験

ねじり試験は既報の通りに行った⁴。すなわち、図 3 に示すように、接着剤で試料繊維を台紙に張り付け、もう一方にガラス管を接着剤で固定した試験片を用いて行った。ガラス管を吊り下げ、台紙を固定し、ガラス管に初期回転を与えてから自由回転させ、ストップウォッチを用いて回転が停止した時間を計測し、周期を測定した。

ゲージ長は、2.1 によって外径の繊維軸方向の分布を計測した範囲を含む 100mm とした。

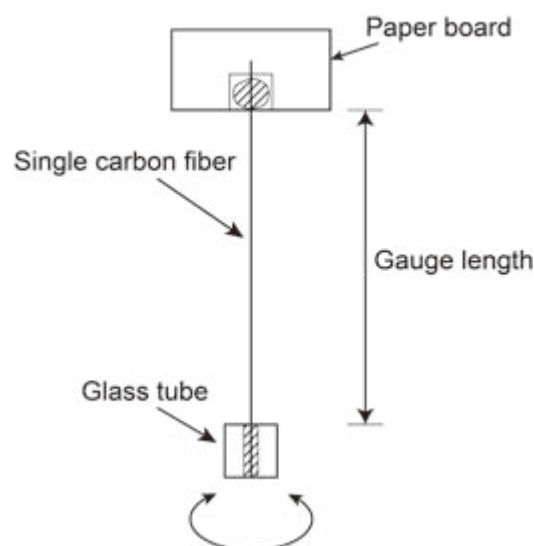


図 3. 単繊維でのねじり試験用試験片。

3. 結果と考察

3.1 繊維軸方向の直径分布

今回計測した繊維と同じ繊維束から 50

本を取り出して、外径を計測した時の分布を $0.2\mu\text{m}$ 間隔のヒストグラムで示したものが、図 4 である。両端に裾を引く山形の分布をしているように見える。

図 5 に繊維軸方向の外径の、軸方向の位置に対しての変動の例を示す。軸方向に外径は変化しているが、傾向や周期などは確認できない。図 6 は図 5 に示した繊維の軸方向に沿って 50 点測定した外径のヒストグラムである。50 本の繊維から求めたものとは異なり、中央部が高い頻度を有する分布ではなかった。繊維軸方向のばらつき、その広がりやの程度は繊維間の広がりとは大きく異なることはなかった。

3.2 繊維断面形状の考察

3.1 で示したように、繊維軸方向にその外径は変化している。レーザー回折による計測で測定できるのは、一方向から見た外径のみである。繊維断面が軸方向にどのように変化しているかは、様々なケースが考えられるが、単純には図 7(a) に示すような、断面はほぼ円形で、その大きさが変化している場合、もしくは図 7(b) 断面がほぼ楕円形状で、軸方向にその形状が回転している場合である。

断面について考察するため、ねじり試験の後、ゲージ内の 4 か所について、 120° の範囲で外径の計測を行った。表 1 に 3.1 で示した繊維の結果を示した。[1]～[4] は計測を行った 4 か所であり、 -60° から $+60^\circ$ までの 9 方向の平均、変動率と全体の最大値、最小値を示している。変動率を見ると、繊維ごとに軸方向の変動と断面内の変動とは近いことが分かる。また、最大値と最小値も近い値である。他の 4 本についても同様の傾向であった。このことから、軸方向に太さが変化していると考ええるよりは、楕円様の断面が軸方向に沿って少しずつ回転しているとする方が妥当であると考えられる。

3.3 ねじり弾性率への影響

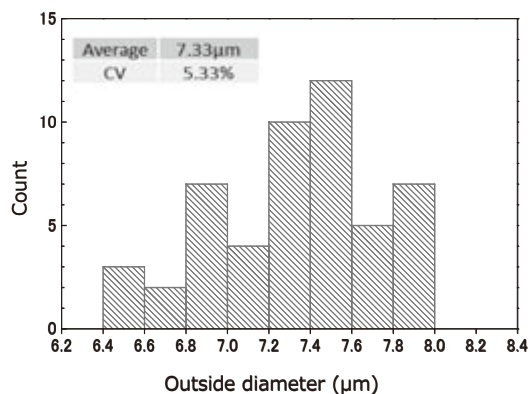


図 4. 50 本の炭素繊維の外径のヒストグラム。

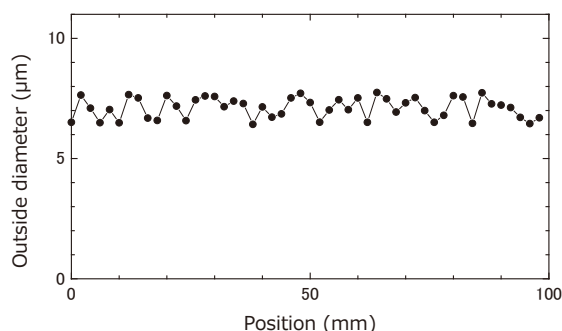


図 5. 外径の繊維軸方向の分布の例。

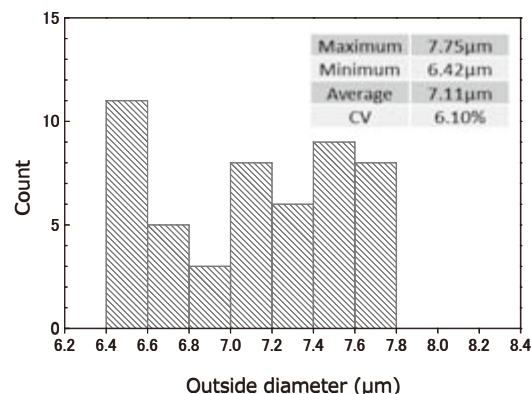


図 6. 図 5 の繊維の繊維軸方向の外径分布のヒストグラム。

ゲージ内の4か所について行った外径計測において、各繊維 0° で計測した4点より、上記に従い弾性率を求めた。また、各箇所の 120° 内の最大値の4か所の平均値、最小値の平均値を楕円断面のそれぞれ長径、短径として式(1)により弾性率を求めた²(表2)。

$$G = 64\pi \cdot I \cdot L \cdot \frac{d_{\max}^2 + d_{\min}^2}{d_{\max}^3 \cdot d_{\min}^3 \cdot T^2} \quad (1)$$

ここで、 G ：ねじり弾性率、 I ：ガラス管の慣性モーメント、 L ：ゲージ長さ、 $d_{\max}$ ：断面の長径、 $d_{\min}$ ：断面の短径、 T ：ねじり振動の周期である。繊維にもよるが、円形断面とした場合と楕円断面とした場合で20%以上の差が出るものもあった。5本だけの測定であるが、楕円断面とした場合の変動率は円形断面とした場合の5分の1程度であり、同一楕円断面という仮定が支持される。これらのことから、ねじり弾性率の評価には、断面形状の評価が重要であり、楕円断面とすることは有効な仮定であると考えられる。

4. 新規装置の試作

4.1 概略と主な仕様

図1に示したように、これまでの外径測定装置では軸方向の分布の計測は手で台紙を動かす仕組みのため十分な精度が得られなかった。また、ある程度の張力が必要なため、試料下部はおもりを吊り下げた状態にせざるを得ず、試料のねじりを一定に保つことはできなかった。その結果、軸方向に外径が変化していることは突き止めたが、周期のようなものがあるのか、あるとすればどれくらいなのかはわからなかった。さらに、断面内の分布を調べるためには、2.1に示したようにJIS R7607「炭素繊維—単繊維の直径及び断面積の試験方法」に沿った図2のような試験片を用いなければならず、よって 180° 計測することはできず、軸方向に沿った分布も計測することはできなかった。これらの制限を克服するため、新たに装置を試作した。

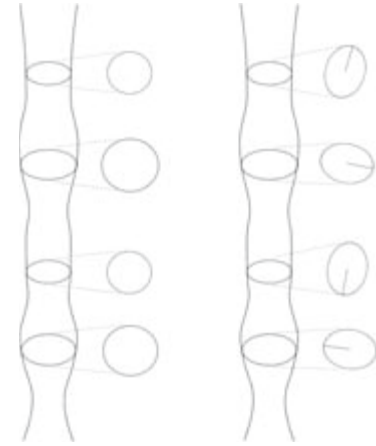


図7. 外径が変化する2種類の単純なモデル (a) 断面は円形で直径が変化 (b) 断面は同一楕円形で方向が変化。

表1. 4か所の断面内外径分布と軸方向分布の比較。

CF-A-2.				
	Max [μm]	Min [μm]	Ave [μm]	CV [%]
unidirection				
50 points	7.75	6.42	7.11	6.10
rotation				
[1]	7.56	6.35	6.97	6.29
[2]	7.66	6.68	7.11	4.98
[3]	7.60	6.47	7.13	6.16
[4]	7.65	6.42	7.04	7.19
Ave	7.66	6.35	7.06	6.10

試作した装置の概略を図 8 に、ステージコントローラー、外径計算機部を除いた装置の外観を図 9 に示す⁵。試験片には図 3 に示すねじり試験の試験片をそのまま使用することができる。上下に回転ステージが取り付けられており、回転ステージ間距離は手動で変えることができる。ガラス管が半分だけ下回転ステージに載った状態にすることで、繊維にテンションがかかり、しかもステージの回転に同期して試験片を回転させることができる。そのため、試料繊維をねじることなく回転させ断面内のプロファイルを測定することができる。また、上下の回転ステージの位置関係は変えずに、全体を上下させる Z 軸ステージも導入しており、繊維軸方向の外径の分布も同試験片で測定することができる。本装置の主な仕様は以下の通りである。

- ・ He-Ne レーザー：ビーム径 0.63mm ϕ 、半価幅 0.002nm

- ・ 電動上下ステージ：位置決め精度 0.03mm

- ・ 電動回転ステージ：位置決め精度 0.01°

- ・ センサー：画素サイズ 25x2500 μ m、素子数 2048、受光部長さ：51.2mm

4.2 外径の分布

新規装置を用いて CF-A の測定を行ってみた。図 10 は 100mm の試験片を用い、真ん中あたりを 1 方向から 0.4mm 毎に 51 カ所（20mm 分）計測した例である。連続して外径が変化している様子を測定できた。明らかに外径が大きくなったり小さくなったりしている。2mm ほどの周期らしきものが見られるところもあるが、広範囲に同じ変化をしているわけではないようである。

図 11 は 0.8mm 毎に断面内の分

表 2. 円形断面仮定と楕円断面仮定によるねじり弾性率の比較。

	Circle [GPa]	Ellipse [GPa]	Ratio of difference [%]
CF-A-1	15.29	15.72	2.81
CF-A-2	16.97	15.33	-9.67
CF-A-3	17.28	16.10	-6.84
CF-A-4	11.10	14.89	34.12
CF-A-5	12.98	16.23	25.02
CV(%)	17.99	3.52	

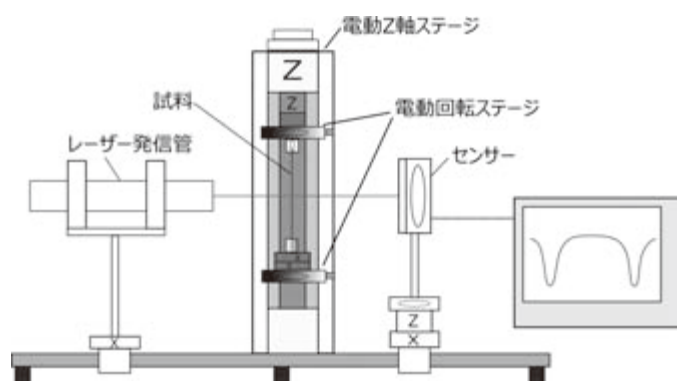


図 8. 新規試作した外径分布測定装置の概略。

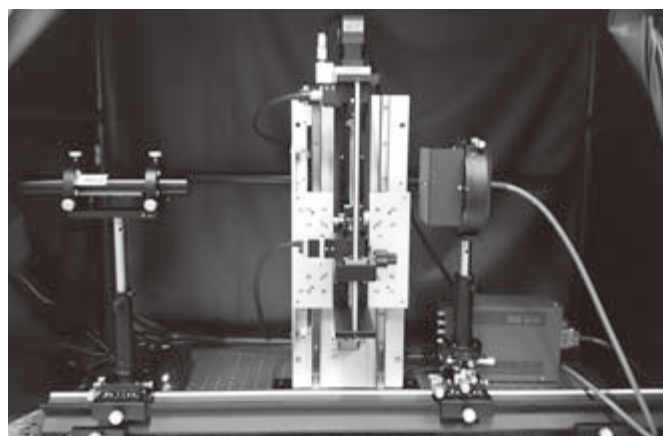


図 9. 新規装置の外観。

布を測定し、重ね合わせて示したものである。9.6～13.6 は測定位置で、図 10 に対応している。なお、わかりやすくするために長短を強調している。測定位置によらず、ほぼ同じ形状をしていることが分かる。ただし、同じペースで回転しているわけではなく、大きく回転するところとほとんど回転しないところがある。

5. 今後の展開

炭素繊維 CF-A の外径の分布を調べることで、ほぼ同一の断面が軸に沿って方向を変えているというモデルがほぼ正しいであろうということが分かった。今後は CF-A 以外の繊維においても測定を行い、どの繊維においても同様のモデルが適用できるのかを調べていく。ねじり弾性率には外径が 4 乗で影響することから優先したが、曲げや引張の特性においても、また界面接着性においても外径の影響は大きく、これらへの影響についても評価していく必要がある。それを踏まえて、規格としてはこういった形で外径を評価すべきかを検討していきたい。

謝辞

本研究は、NEDO の平成 26 年度革新的新構造材料等研究開発委託事業による「革新炭素繊維基盤技術開発」プロジェクトの一部として実施されました。心より御礼申し上げます。

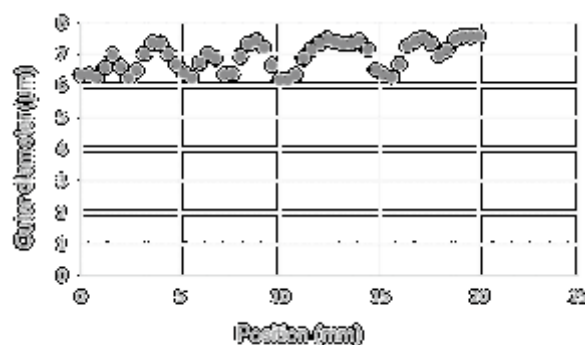


図 10. 新規装置による軸方向分布測定例、CF-A。

¹平成 20 年度－平成 24 年度成果報告書「サステナブルハイパーコンポジット技術の開発」, 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (2013).

²Y. Sawada and A. Shindo, Carbon, 30, pp.619-629 (1992).

³K. Fujita, Y. Sawada and Y. Nakanishi, Mater. Sci. Research International, 7, pp.116-121 (2001).

⁴藤田和宏, 小島実希子, 岩下哲雄, 材料試験技術, 58, pp.143-148 (2013).

⁵特願 2014-153793「直径分布測定装置」

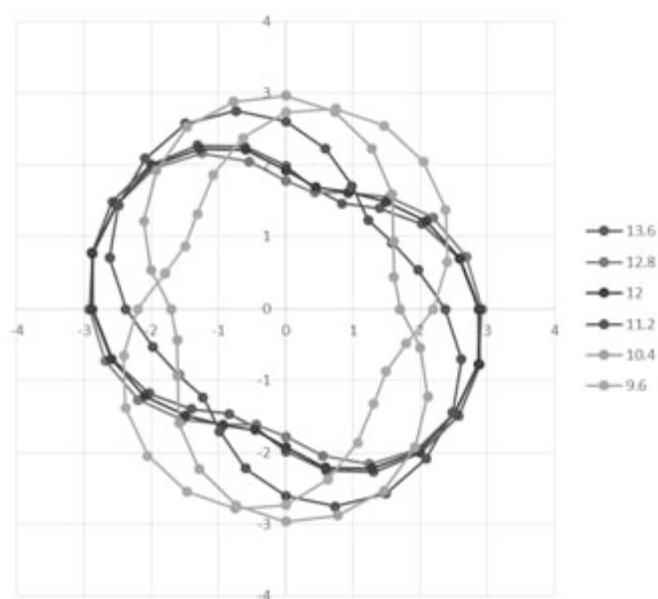


図 11. 新規装置による断面内分布測定例、CF-A。

炭素繊維のねじり弾性率に及ぼす外径計測の影響

○藤田 和宏、岩下 哲雄、 非破壊計測研究グループ

1. 研究・開発の背景

我々のグループでは、炭素繊維強化熱可塑性樹脂基複合材料への応用を想定し、炭素繊維単体による様々な特性評価手法開発を試みている。単繊維の評価では繊維断面のサイズ、形状の把握が重要である。ここでは、新たに開発した外径測定装置を紹介する。

2. 研究・開発の内容

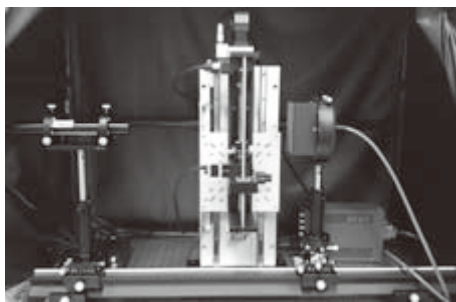


写真1.新規装置の外観

繊維の外径は、He-Neレーザーの回折を用いて計測した。計測位置を2mmずつずらしながら50点計測して繊維軸方向の分布を調べた。ねじり試験を行った後、紙枠に張り付けた試験片により、断面内の分布についても調べた。計測位置、方向を電動ステージでリモート制御できる装置を開発した(写真1.)。回転の周期など、より詳細に調べる予定である。

3. 結果と考察

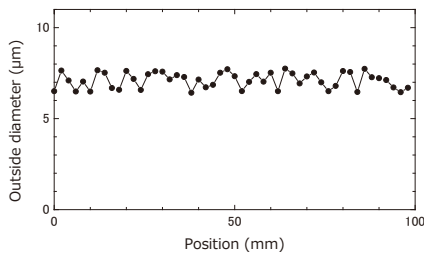


図1. PAN系CFの外径分布

表1. 軸方向と断面内の比較

	Max [μm]	Min [μm]	Ave [μm]	CV [%]
unidirection				
50 points	7.75	6.42	7.11	6.1
rotation				
[1]	7.56	6.35	6.97	6.29
[2]	7.66	6.68	7.11	4.98
[3]	7.6	6.47	7.13	6.16
[4]	7.65	6.42	7.04	7.19
Ave	7.66	6.35	7.06	6.1

表2. ねじり弾性率

	Circle GPa	Ellipse GPa	Ratio of difference %
CF-A-1	15.29	15.72	2.810
CF-A-2	16.97	15.33	-9.670
CF-A-3	17.28	16.10	-6.840
CF-A-4	11.10	14.89	34.12
CF-A-5	12.98	16.23	25.02
CV(%)	17.99	3.52	

4. 今後の展開

新規開発装置により、同一試験片での軸方向、断面の外径分布、ねじり試験の計測が行える。より詳細な繊維形状の把握を行っていく。

※ 本研究は、平成27年度「エネルギー使用合理化技術開発等委託事業（革新的新構造材料等技術開発（「革新炭素繊維基盤技術開発」）」プロジェクトの一部として実施されました。

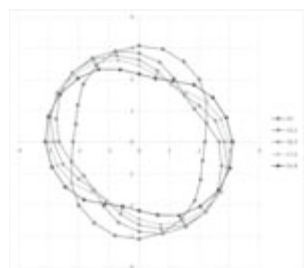


図2. 断面プロフィール

URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/>

パルスレーザ光を用いた光電子収量/分光装置の開発

ナノ顕微分光グループ 細貝 拓也、松崎 弘幸、古部 昭広、中村 健

我々は、有機半導体などの機能性有機材料を用いた次世代フレキシブルデバイスの研究開発を支援するツールとして、材料の電子物性を実環境下で計測できる新しい装置の開発を進めている。特に、大気下では原理的に難しい空準位の計測にチャレンジしている。本報告では、我々が最近に提唱した二光子光電子収量分光法 (2P-PYS)の原理を紹介し、その測定装置の研究開発状況を述べる。

1. はじめに

この 25 年間、情報化社会の発展およびエネルギー・環境問題の克服のため、既存の無機材料技術では困難な「大面積化・軽量化・フレキシブル化」が可能な有機デバイスに期待が高まっている。これに呼応するように、日・米・独・英・中国を中心として有機半導体の基礎・応用両面の研究が精力的に展開され、有機トランジスタや有機 EL、有機太陽電池に関する様々な技術革新が生まれるとともに、「有機半導体と無機半導体との本質的な違いとは？」と言った新たな基礎学理を追求する時代に入っている。

光や電場などの外場によって生じる分子の励起状態は、種々の化学反応の素過程として長年研究されており、近年では、励起一重項(S_1)や三重項(T_1)などの励起状態の電子準位の(束縛)エネルギーに大きな関心が寄せられている。 S_1 と T_1 の電子準位のエネルギーを評価するには、通常、光電効果によって励起状態から放出される電子の運動エネルギーを分析する必要がある。このような手法は二光子光電子分光法(2PPE)と呼ばれており、Ti:Sapphire レーザなどの超短パルスレーザを用いて、ポンプ光($h\nu_{\text{pump}}$)照射によって励起させた分子にプローブ光($h\nu_{\text{probe}}$)を照射することで励起準位からの光電子放出を引き起こし、超高真空下にある電子エネルギー分析器を用いて S_1 や T_1 準位のエネルギーを決定する[図 1]。しかし、一般的に 2PPE は巨額の開発費用と高度な測定技術を要するために市販化されておらず、世界中でも限られた台数しかない。加えて、装置開発の歴史と電子分光法の性質から、そのほとんどの研究対象は金属表面や単分子膜などのいわゆる表面科学の分野に限られている。

このような状況を勘案して、近年、申請者らは励起準位の新しい計測手法として二光子一光電子収量分光法(2P-PYS)を提案している¹。PYS は古くから光電効果の光エネルギー閾値分光法として知られており、材料の仕事関数やイオン化ポテンシャル(IP, 図 1)を大気などの実環境下で計測できる汎用性の高い分析機器として既に市販化されている。一方、申請者らが提案している 2P-PYS は PYS を発展させたものであり、2PPE と同様にポンプ・プローブ法によって励起準位からの光電子を検出するが、プローブ光の波長を走査することで PYS のような閾値分光法を励起準位で実施する(図 1 右)。この手法の利点は、超高真空環境で稼働する高額な電子エネルギー分析機器を必要としないことにあり、この点で 2PPE より操作が簡便かつ大幅に低コストの分析機器として開発することができる。

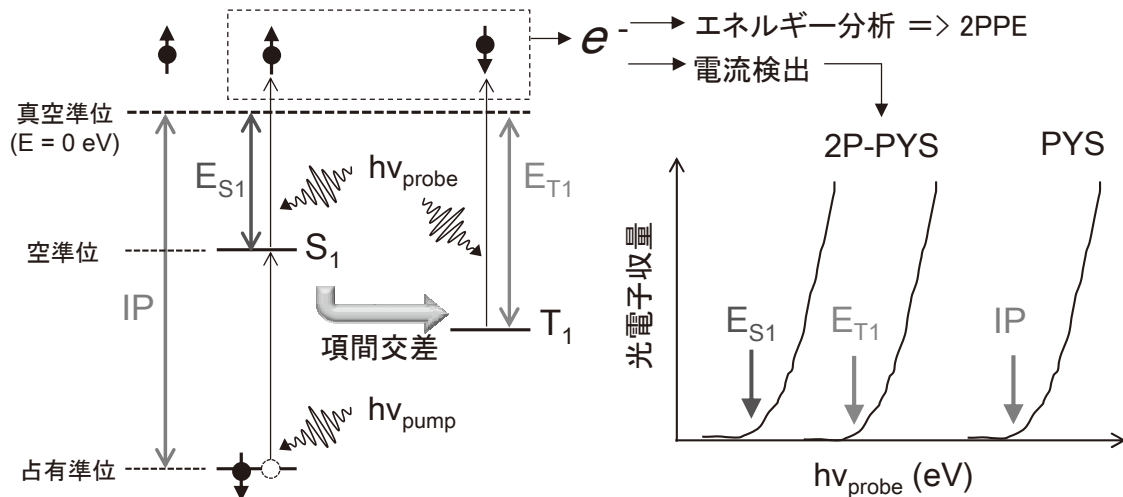


図 1. 2P-PYS の測定原理。2P-PYS は PYS と同様な、いわゆる光電効果の閾値エネルギー分光であり、PYS は 1 光子吸収過程であるのに対して、2P-PYS は $h\nu_{\text{pump}}$ と $h\nu_{\text{probe}}$ の二光子吸収過程によって試料から放出される光電子を測定する。2PPE と異なり電子エネルギー分析器を必要としないことから、測定環境に寄らず、大気などの実環境下での計測ができる。

2. 研究方法

PYS の計測システムは石井らが文献[2]で報告した光電効果によってアースから試料に流れる微小電流法を採用した。装置構成の概略と初期のテスト用に作製した試料周りの写真を図 2(a)と 2(b)に示す。試料ホルダーはテフロン板を用いており、試料を導電性両面テープでアース電極とともに留めている。光電子の捕集電極は $\Phi 1 \text{ mm}$ の銅線をおよそ内径 10 mm の輪状に変形して、試料面から目視で 1 mm 程度手前においた。電極および試料ホルダーは光学実験用に使われている試料ステージ上に固定した。外部回路との接続はワニ口クリップを用いた。なお、以上のシステムは大気下での二光子吸収による光電子放出の可能性を検証するために構築したものであり、後にノイズ対策と雰囲気制御のために ICF70 キューブをベースとした測定室を作製して実験を再度行った。光電子を捕集するための加速用および測定用の電源および電流計には Keithley 社のフェムト 6430 型サブフェムトアンペアリモートソースメータ(ノイズ性能: 0.4 fA)を用いた。測定プログラムは Labview を用いて作成した。測定試料には未洗浄の Au 基板または真空蒸着法で作製した平均膜厚 20 nm のペンタセンを用いた。光源には Nd:YAG パルスレーザ(繰り返し周期 10 Hz 、パルス幅 $<150 \text{ ps}$)の第三高調波($355 \text{ nm}(=3.49 \text{ eV})$)と比較のために 75 W の定常キセノン (Xe)光(波長 $>190 \text{ nm}$ 、エネルギー $<6.52 \text{ eV}$)をそれぞれ用いた。光学系の簡単な概略図を図 2(c)に示す。測定は全て室温で行った。照射光強度の測定は OPHIR 社のパワーメータ Nova を用いた。

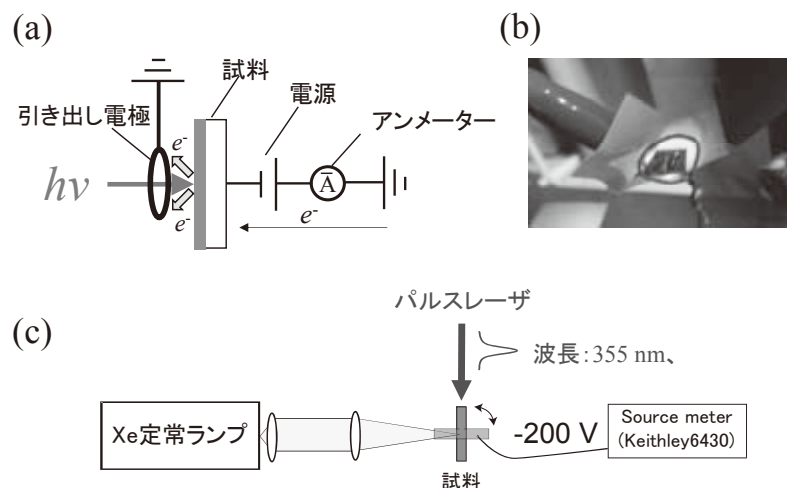


図 2. 測定装置の概略図。(a)測定試料周りの構成。(b)試料周りの写真。(c)光学系の構成。

3. 研究結果と考察

3. 1 簡易計測システムによる大気中光電子放出の検証

図 3(a)~3(b)に定常 Xe ランプまたはパルスレーザの強度を変えて Au 基板に照射した時の光電流値の結果を示す。測定は大気下で行った。光電流値は、定常光照射の場合(図 3(a))は光強度の一乗に比例して増加しており、一方でパルスレーザ光照射(図 3(b))では二乗にほぼ対応している。この結果は、定常キセノン光照射では一光子吸収過程、パルスレーザ光照射では二光子吸収過程により光電効果が起きたことを示している。汚れた Au 基板の仕事関数は文献[3]より 4.7 eV 以上であると考えられ、355 nm の一光子では光電効果に必要なエネルギーには足りないが、二光子吸収(6.98 eV)が起こることによって Au の仕事関数以上の励起エネルギーとなり光電子放出が起こるようになったと考えられる。

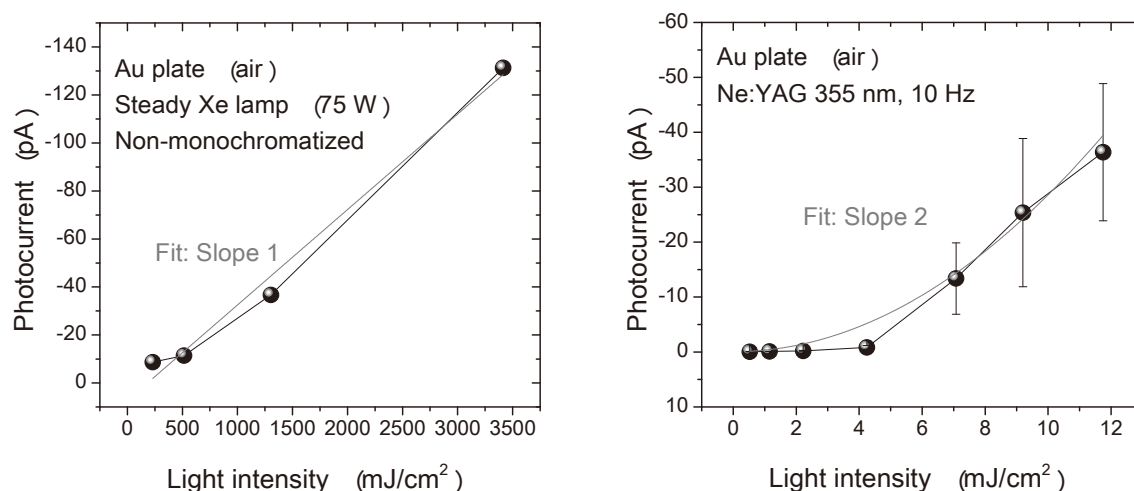


図 3. 未洗浄 Au 基板からの大気下光電子放出量の照射光強度依存性。(a) 定常 Xe ランプ、(b)パルスレーザ。(a)および(b)の赤線はそれぞれ一乗、二乗関数のフィット曲線。

3. 2 雰囲気制御小型測定室を用いた性能評価

前節で二光子吸収による大気下光電子放出が可能であることを示したが、一方で測定は開放条件であったためにノイズが大きいことが問題であった。ノイズは実験室に特有のものと人から発せられる電磁波に起因しており、特に後者は極微小測定において大きな問題である。図 4(a)に試料が無い状態で電圧を-200 V かけ始めてから測定した暗電流の時間依存性を示す。ベース電流が数 10~数 100 fA 流れており、ところどころ現れる $\sim\pm 300$ fA のスパイクは人の動作を意図的に行った直後の値である。

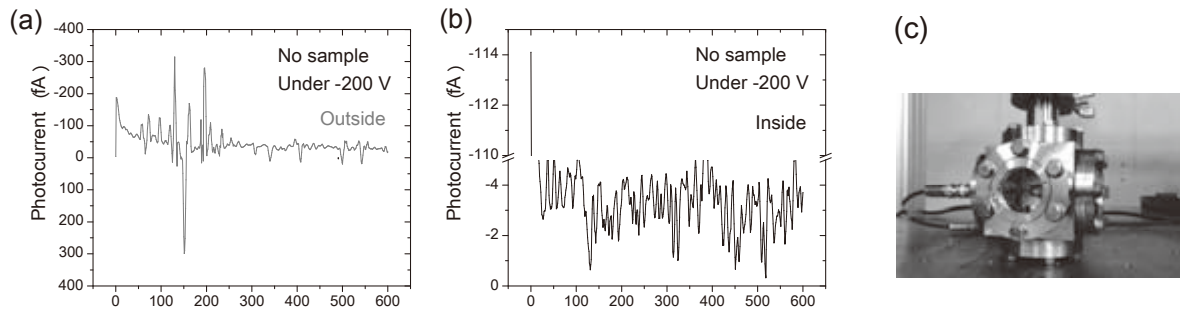


図 4. ノイズ性能の評価。(a)測定室の外または(b)測定室の内の暗電流値の時間変化。試料はなく、端子を浮かせた状態で-200 V の電圧を印加して測定した。(c)測定室の外観写真。

ノイズをカットし、かつ大気だけでなく超高真空や窒素下などの各種の雰囲気での測定に対応するために小型の測定室を作製した(図 4(c))。電流導入端子にはノイズを極力抑えるためにトライアキシャルフィードスルー(常温、500V 印加時において絶縁抵抗 1 G Ω 以上)を用いている。図 4(b)にその測定室内で評価した電流値変化の結果を示す。測定開始時の電流値は-114 fA であったが、すぐに数 fA 程度まで低下して安定的な電流が測れていることが分かる。図 4(a)の測定室外の結果と比べるとノイズが各段に低下しており、100~600 秒で測定された値の平均値と分散を求めたところ、 -3.2 ± 1.0 fA であった。ソースメータのノイズ性能が 0.4 fA であるとする、測定室の導入によって理想に近い低ノイズ性能を達成することができた。

図 5 に試料に Au 基板上、光源に 355 nm のパルスレーザーを用いた時の印加電圧依存性の結果を示す。印加電圧の掃引方向はプラスからマイナス方向とした。始めの +200 V 印加時に過渡的な応答が見られるが、その後は 0 V まで電流値にほとんど変化はない。一方、0 V を越えると一桁以上の急激な電流値の増大が見られた。捕集電極に対して正の電圧は、試料表面から放出される光電子を抑制する効果として働く

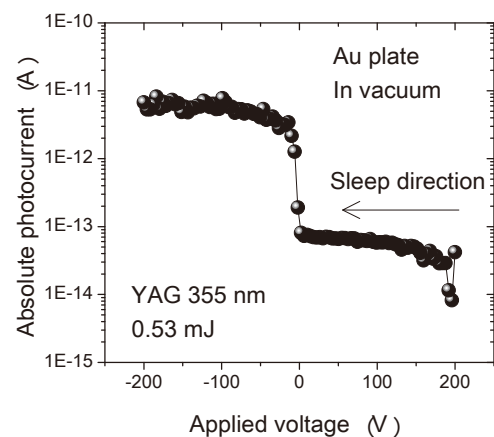


図 5. パルスレーザー照射下の Au 基板の電流電圧特性。縦軸は電流値の絶対値であり、測定はプラスからマイナス方向に電圧を掃引して行った。

ため、エネルギー的に光電効果が起こる条件であっても電流は流れない。従って、図 5 の負の電圧で光電流が増大しているのはレーザ光照射によって試料表面から放出された光電子が電圧に依存して加速されていることを示している。加速電圧を挙げることで光電子の捕集効率が向上する。しかし、実際には電圧印加直後は急激に上昇するが-100 V より大きくなると電流値はほぼ飽和した。千葉大学の石井らは文献[1]にて Cu 基板の PYS 測定 of 加速電圧依存性を報告しており、0 V からの急激な上昇の後には-200 V まで線形に上昇している。このことから、図 5 の結果は+100 V を越えると試料表面になんらかの理由で実行印加電圧を低下させる現象が起きていることが予想される。例えば、試料表面で測定中に+の電荷が溜まる現象(チャージアップ)が考えられる。チャージアップする量は単位時間当たりの光電子放出量に依存する。我々の実験系において光電子の捕集効率を向上させるためにも、電流電圧特性の照射光強度依存性を測定するなどして図 5 の飽和現象の原因を明らかにすることが重要と考えている。

図 6 に定常 Xe ランプまたはパルスレーザの強度を変えて Au 基板またはペンタセン薄膜に照射した時の光電流値の結果を示す。二つの試料で二光子吸収の光電効果による照射光強度の二乗に比例した光電流値の増加が観測された。したがって、金属だけでなく有機薄膜でも大気下の二光子吸収光電子放出が可能であることが分かった。測定室の採用によって低ノイズが達成されており、ペンタセン薄膜の場合は 0.05 mJ/cm² 程度の微弱光によっても 40 fA ほどの光電流値が

観測できた。本測定システムのノイズ性能を考慮すると、パルス光強度が十分に安定であれば 355 nm の強度を更に一桁程度落としても光電子を測定することが可能と言える。

なお、真空中と大気中との光電流値の比較実験も行ったところ、大気中では 5~10 倍程度電流値が減少する結果が得られた。

4. まとめ

我々はこれまでに、実環境下における励起電子準位の計測手法として 2P-PYS を提唱しており、本報告では原理検証のために行った種々の実験結果を報告した。金属および有機材料の二光子吸収による光電子放出が大気下で可能であることを確認した。また雰囲気制御小型測定室を開発することで暗電流時のノイズ性能±1.0 fA を達成し、ペンタセン薄膜に置いて 0.05 mJ/cm² 程度の Nd:YAG パルスレーザの第三高調波でも光電子の計測が可能

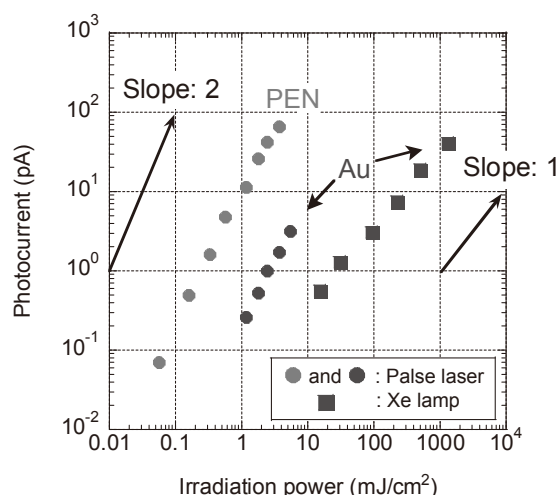


図 6. ペンタセン薄膜(膜厚：20 nm)および Au 基板からの光電子放出量のパルスレーザまたは Xe ランプ光(未分光)の照射光強度依存性。測定は大気下で行った。

であることを見出した。今後は、当初の目的である S_1 および T_1 準位を区別して計測するための空準位測定システムのさらなる高度化を進める予定である。

¹ 細貝拓也、松崎弘幸、古部昭広、中村健、「パルスレーザー光照射による大気中光電子放出」第 62 回応用物学会春季学術講演会、12p-P9-9 東海大学 湘南キャンパス(2015).

² 石井久夫、津波大介、末永保、佐藤信行、木村康男、庭野道夫、表面科学、28, 264 (2007).

³ A. Wan, J. Hwang, F. Amy, A. Kahn, Org. Electron. 6, 47 (2005).

パルスレーザ光を用いた光電子収量/分光装置の開発

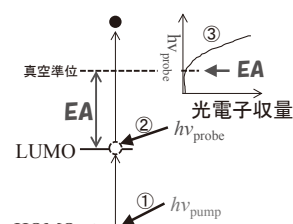
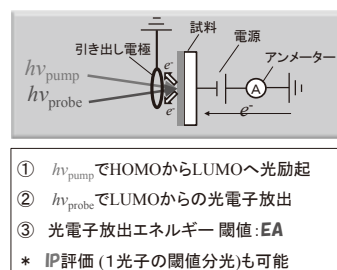
○細貝拓也¹ 松崎弘幸¹ 古部昭広^{1,2} 中村健¹ 1 産総研 2 徳島大学

1. 研究・開発の背景

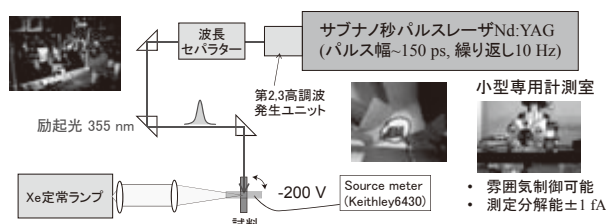
1. 有機ELや有機太陽電池の性能向上を目指し、より高性能な有機半導体材料の設計指針が求められている
2. スピン状態を考慮した空準位のエネルギー準位は、有機光デバイスの機能発現の鍵であるが、汎用的な計測手法は限られている
3. 本研究では、パルスレーザ光の二光子吸収を応用した新しい空準位測定法を提案する

2. 研究・開発の内容

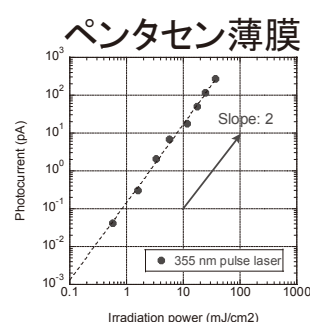
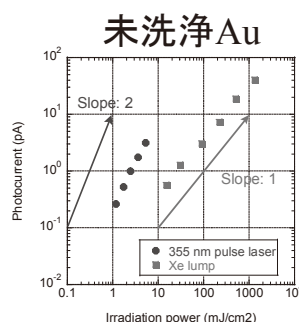
波長可変twoパルスレーザ照射による空準位閾値分光法の提案



2.1 パルスレーザ光を用いた二光子吸収による光電子放出の試験

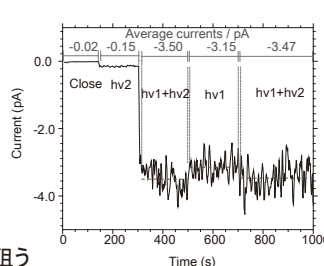
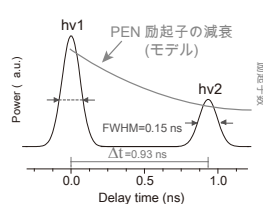
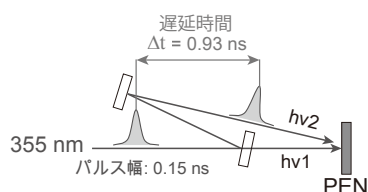


- ・未洗浄Auの仕事関数: ~4.7 eV (A. Wan, et al., Org. Electron. 6, 47 (2005))
- ・ペンタセン(PEN)のイオン化ポテンシャル: 5.1 eV
- ・Xeランプのエネルギー: > 6.5 eV
- ・Nd:YAG レーザ 第三高調波: 3.49 eV (1光子) -> 6.98 eV (2光子)



- ・二光子吸収による光電子放出(Slope: 2)を確認
- ・大気中でも0.1 mJ/cm²以下の微弱光で光電子検出が可能

2.2 光学遅延twoパルス光照射による励起子からの光電子放出の検証



$$I_{(h\nu_1 + h\nu_2)} > I_{h\nu_1} + I_{h\nu_2} \\ = I_{h\nu_1} + I_{h\nu_2} + \alpha$$

2パルス照射の電流値は、それぞれの1パルス照射の電流値より大きい
⇒ 励起子からの光電子放出(α)が起こっている可能性を示唆。

二つのパルス光(hν1+hν2)が干渉しない条件で試料の同一箇所に照射
⇒各パルス光の二光子吸収に加えて、励起子吸収からの光電子放出を狙う

3. 結論および今後の展開

- ・金属および有機材料の二光子吸収による光電子放出を大気下で確認した。
- ・光遅延条件において光電子放出を観測した⇒励起子ダイナミクス研究への応用の期待。
- ・今後は波長・遅延時間可変パルスレーザを用いた空準位測定システムの開発を進める。

分析計測標準研究部門 第1回シンポジウム
「計量標準と計測分析の融合」 JASIS2015 コンファレンス 報告集

2015年10月30日 発行

編 者 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター 分析計測標準研究部門
「第1回分析計測標準研究部門シンポジウム」実行委員会
野中 秀彦、齋藤 直昭、松林 信行、谷田 茂則、徳宿 由美子
TEL: 029-861-5300 FAX: 029-861-5881
URL: <http://unit.aist.go.jp/rima/index.html> e-mail: rima_info-ml@aist.go.jp

発行者 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター 分析計測標準研究部門

発行所 国立研究開発法人 産業技術総合研究所
305-8568 茨城県つくば市梅園 1-1-1 つくば中央第二

著者または編者の許可なく本報告集の全部もしくは一部を転載あるいは複製することを禁じます。

Printed in Japan

