国立研究開発法人 産業技術総合研究所



「安心・安全な社会を実現するための 副初票建設術」

JASIS20173277622

報告集

日時: 2017年9月8日(金)10:00~15:30

場所:幕張メッセ国際会議場 国際会議室

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



產業技術総合研究所

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

分析計測標準研究部門

第3回シンポジウム

「安心・安全な社会を実現するための 計測標準技術」

JASIS2017 コンファレンス

報告集

2017 年 9 月 8 日 (金) 幕張メッセ国際会議場 国際会議室

分析計測標準研究部門第3回シンポジウム報告集の発刊にあたって

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の第3回シンポジウムを、JASIS 201 7のコンファレンス(平成29年9月8日(金)10:00~15:30、幕張メッセ国際会議場 国際会議室)とし て開催することができました。ご多忙のなか本シンポジウムにご参加いただきました皆様、ならびに、 シンポジウムの開催にご尽力いただきました関係者の皆様に深く御礼申し上げます。

当研究部門では、音響・超音波、放射線、中性子線に関する国家標準の開発・維持・供給を行う一方 で、各種量子線、極短パルスレーザー光、イオンビーム、超音波などを用いた先端計測技術を研究開発 し、新材料の開発において不可欠な基礎物性値、欠陥・不純物の形状・濃度・分布、機能発現のメカニ ズムなどに関する計測データを提供することによる産業界への橋渡しを目指しています。

第3回シンポジウムでは「安心・安全な社会を実現するための計測標準技術」を講演テーマとして取 り上げました。シンポジウムの前半では、東日本旅客鉄道株式会社の栗林健一様から「鉄道構造物の維 持管理に関する研究」についてご講演いただき、鉄道構造物の維持管理サイクルにおける分析評価技術 の役割について、事例を挙げてご紹介いただきました。引き続き当研究部門のモアレ技術やX線イメー ジングによる構造物の診断に関する研究開発の事例を紹介いたしました。また後半では、当所の恒見清 孝排出暴露解析グループ長が「リスク評価によって『どれだけ安全なら十分に安全か?』を議論できる」 の講演の中で、分析計測技術の利用による個人リスク評価の可能性について紹介いたしました。次いで、 当研究部門の小型X線源、放射線量標準、レーザー走査超音波可視化技術を用いた安全・安心な社会の 実現への応用事例を紹介いたしました。さらに、ポスターセッションにて、当研究部門全般の最新の研 究成果を紹介いたしました。

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れば幸いです。

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開催して情報発信を 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。

2017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

H V

報告集の発刊にあたって・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
プログラム ・・・・・ 5
•••••□頭発表•••••
【依頼講演】「鉄道構造物の維持管理に関する研究」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
【依頼講演】「リスク評価によって「どれだけ安全なら十分に安全か?」を議論できる」・・・・・・・・・・・・・・16 恒見 清孝
「分析計測標準研究部門の概要」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・30 野中 秀彦
「モアレ技術による橋梁構造物の変位計測」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・34 李 志遠
「コンクリート内部を可視化する後方散乱 X 線イメージング装置の開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
「X線及び中性子を利用した化学プラント配管検査用非破壊検査システムの開発」・・・・・・・53 鈴木 良一
「外部放射線治療における線量標準の開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
「レーザー走査超音波可視化技術による構造接合部の非破壊検査」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・

・・・・・ポスター発表・・・・・

A.社会インフラの安全・安心を確保する先端計測

「レーザー励起超音波伝搬現象の映像化による欠陥評価技術」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
「機械学習によるパターン識別と社会インフラ診断への応用」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
「赤外線カラー暗視技術の研究開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
「ステンレス鋼の陽電子分光による疲労損傷評価」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・

B. 安全・安心な社会を構築する計測標準

「音響計測のトレーサビリティと標準開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	107
「超音波音圧標準の国際基幹比較- CCAUV. U-K4 - について」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	112
「放射線加工レベルの水吸収線量標準の開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	117
「医療用 Ir-192 密封小線源線量標準の開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	122
「放射性汚染検査装置の効率的校正を目的とした放射能標準開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	127
「ラドン濃度の絶対測定に向けた多電極比例計数管の開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	132
「甲状腺モニタ用ファントム標準化のための研究」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	138
「がん治療用中性子ビームのエネルギー分布測定技術」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	143

C. 次世代材料開発を支援する先端計測

「材料分析を目指した小型加速器中性子源の設計」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	153
「ナノプローブを利用した構造材料(CFRP)と接合界面の解析 - ナノテクプラットフォーム 連携成果 -」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	158
「二核金属錯体添加によるリン酸化ペプチドの電子移動解離タンデム質量分析法」・・・・・・・ 浅川 大樹	163
「中性子発生用電子ビームターゲットの開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	169
「硫黄化合物材料表面の酸化還元及び電子状態分光計測」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	174
「超高温熱膨張計測装置の開発」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	179
「電子材料の空準位エネルギー簡易計測手法の新提案:二光子―光電子収量分光法 (2P-PYS)」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	186

- プログラム -

開催日時 9月8日(金) 10:00~15:30

- 【午前の部】 司会:副研究部門長 時崎 高志
- 開会 10:00
- 10:00 趣旨説明など
- 10:15 【依頼講演】鉄道構造物の維持管理に関する研究
- 11:00 モアレ技術による橋梁構造物の変位計測
- コンクリート内部を可視化する後方散乱 X 線イメージング装置の開発 11:30
- 12:00-12:45 休 憩(昼食)&【ポスター発表】

【午後の部】 司会:総括研究主幹 権太 聡

- 12:45-13:15 【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
- 安全科学研究部門 13:15 【依頼講演】リスク評価によって「どれだけ安全なら十分に安全か?」を 排出暴露解析グループ 長 議論できる
- 14:00 X線及び中性子を利用した化学プラント配管検査用非破壊検査シス テムの開発
- 14:30 外部放射線治療における線量標準の開発
- レーザー走査超音波可視化技術による構造接合部の非破壊検査 15:00

15:30 閉会 臼田 孝

計量標準総合センター長

分析計測標準研究部門長 野中 秀彦

東日本旅客鉄道株式会社 主幹研究員 栗林 健一 様

非破壊計測研究グループ 主任研究員 李 志遠

放射線イメージング計測研究 グループ長 豊川 弘之

恒見 清孝

首席研究員 鈴木 良一

放射線標準研究グループ 主任研究員 清水 森人

非破壊計測研究グループ長 遠山 暢之

分析計測標準研究部門 副研究部門長 齋藤 直昭



【依頼講演】

鉄道構造物の維持管理に関する研究

東日本旅客鉄道株式会社 JR東日本研究開発センター 新幹線大規模改修・高速化グループ

栗林 健一

鉄道土木構造物は主な社会インフラの一つである。JR東日本の管内の主な鉄道土木構造物の設備数 量は、橋りょう(高架橋含む)約1万4970箇所、トンネル約1270箇所、盛土等の土工設備約5520kmで ある。鉄道構造物は、明治に開業して以来延伸され、高度成長期にあわせて設備数量が増大してきた。 また、構成される材料、建設時代によって大きく異なる。橋りょうは、古いものは鋼製が多く、徐々に鉄筋コ ンクリート造が増え、近年は橋りょうの長大化等もありプレストレスコンクリート造が現れてくる。トンネルに関 しては、古いものはレンガ造、ブロック造が多いが、経年70年未満のものは、全てコンクリート造、鉄筋コ ンクリート造となっている。

このように、膨大な数量でかつ経年や構造もさまざまな鉄道構造物を、お客様の安全と列車の安定輸送を確保しながら、より効率的に維持管理していくことが求められる。鉄道構造物は、レールや電車線のように耐用年数を超えたら交換・取替えをするということは非常に困難である。そのため、定期的な検査により構造物の状態(健全度)を診断し、健全度に応じた修繕を行ってきた。この維持管理のサイクルにより延命化を図り、鉄道構造物を次の世代へ繋いでいくことが求められる。

JR東日本では、開業後約 50 年となる 2031 年度から新幹線の鉄道構造物(図 1)の大規模改修を計 画している。大規模改修に向け、材料・工法開発でだけではなく、調査・診断技術の開発、施工計画・管 理の効率化に関する研究などを行っている。本講演では、この新幹線大規模改修を例にあげ、図 2 に示 す維持管理サイクルの各段階における研究状況や課題について紹介をおこなった。



(高架橋)



(トンネル)

図 1. 新幹線鉄道構造物



図 2. 新幹線大規模改修における維持管理サイクル



-10 -



-11 -

 び備メンナナンスの方向性 住産年齢人口20%減を見据えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見据えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見据えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見据えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見据えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見据えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見解えた仕事の仕組みをつくる 生産年齢人口20%減を見解えた仕事の仕組みをつくる と産年齢人口減少による作業員確保の困難 	(呂耒申モーゾリノバ) 回該時が1による共お刊レはC) ◆効率的な修繕方法の確立 ・メンテナンスを軽減する手法(機械化、ロボット化等) ・メンテナンス後の維持管理を見据えた修繕方法 Copyright 2017 East Japan Relived Company. All rights reserved 10	phytohytythiaa phytohytythiaa phytohytythiaa phytohytythiaa phytohytythiaa phytohytythiaa phytohiaa phytohia
弊社のメンテナンスを取り巻く情勢 社会インフラの老朽化による事故も発生 メンテナンスに対する世の中の関心が高まる トンネル天井板落下事故(2012.12.2) トンネル天井板落下事故(2012.12.2) トンネル大井板落下事故(2012.12.2)	Copriet 2017 East April All rights recerced	取力力力力效設備 取力力力力效設備 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 車 ■ ■ 車 車 車 ■ ■ ■ 車 車 ■ ■ ■ ■ ■ ■















床版上面



コンジュート橋(内側)

(別) ちょう しょう (の) (の)

◇コングリート橋:高欄取替

高欄取替

床版下函

張出し部

23

高機的 表面改修工の例

コングリート橋(高橋町)

Copyright 2017 East Japan Railway Company All rights reservea

【依頼講演】

リスク評価によって「どれだけ安全なら十分に安全か?」を議論できる

安全科学研究部門 恒見 清孝

国内における近年のリスク事象として、2011 年東日本大震災における福島第一原子力発電所事故に よる放射線の問題や、築地市場の豊洲移転における土壌汚染の問題などがある。その時に、基準を守 れれば安全なのか、どこまで安全なら安心なのかという議論になる。安心のことはさておき、このよ うなリスク問題や安全問題の問いを、「どれだけ安全なら十分に安全か? (How safe is safe enough?)」 ということでとらえることが重要である。これは、リスクは決してゼロになるものではないが、さま ざまな努力によりゼロに近づけようとする行動から発せられる問題である¹。

化学物質のリスクは、毒性の強さと曝露量とで決まる。毒性の強さとは、どの位の量までなら化学 物質を摂取しても大丈夫かの閾値を決めることであり、曝露量は、どの位の化学物質の量をヒトや生 物が摂取しているかを知ることである。その両者を比較判断するのがリスク評価であり、有害性評価 の閾値を超えて摂取している時には、リスク懸念ありとされる。日本では、2011 年施行の改正化審法 で、これまでの化学物質ハザード管理から、曝露と有害性の両方を考慮するリスク管理へ移行した。

一方、事故や災害のリスクは、発生確率と影響の大きさとで決まる。年間のリスク確率が受容レベルを超える時には、リスク懸念ありと判断される。その事故・災害リスクの受容レベルは各国で考え 方が異なる²。イギリスは、重大災害地域の近くの居住区域に適応するリスク基準を死傷レベルで年あ たり 10⁻⁵に定めている。オランダは、新設プラントの上限基準値を年あたり 10⁻⁶に定めており、既存 プラントでは年あたり 10⁻⁵ である。ドイツでは、リスクにもとづく基準策定には抵抗があり、日本の 法体系はドイツに近い。産総研では現在、水素エネルギーキャリアのリスク評価を進めており²、高圧 ガス保安法などのハザード管理からリスク管理への転換に向けた議論を始めている。

以上の化学物質の曝露や事故の影響の大きさを知る際に有効なのが、モニタリングによる曝露関連 の情報である。例えば、化学物質の大気中濃度、室内濃度、河川水中濃度、あるいは放射線の空間放 射線量が分かれば、ヒトや生物の曝露量の平均値や分布を計算によって推定でき、国や地域における リスク評価に用いることが可能である。

しかし、個人の安心にまで踏み込むならば、個々人の曝露量やリスクを正確に見積もることが求め られる。そこに、分析計測機器の役割があるのではないか。個人被曝線量は、長さ七センチほどの個 人線量計を身に着けることで、時間ごとの変化まで把握できる。そして個人の生活パターンを考慮し た将来の被曝線量の推定手法が開発中である⁴。自分の被曝線量を見て、どうすれば個人の被曝線量を 減らせるかのリスク対策も検討できる。

また、地震による建物種類別の倒壊リスクやヒトの死傷リスクが地域・区域別に推定されているが⁵、 建物・構造物の非破壊検査を分析計測機器で実施することで、自分の建物の脆弱性やリスクレベルを 把握することができ、検査実施後に耐震強化などのリスク対策を検討できるようになる。

以上のように、分析計測技術を利用することで、これまでの国、地域レベルの曝露量だけでなく、 個人の曝露量や脆弱性を見積もることができる。よって、分析計測技術の開発普及によって、今後の 安全安心の個人リスク選択社会の到来を期待したい。

¹日本リスク研究学会編リスク学事典, TBS ブリタニカ, pp.162-163 (2000).

² Kolluru *et al.*, Risk assessment and management handbook for environmental, health and safety professionals, pp.13.1-13.72 (1996).

³ Tsunemi *et al.*, Estimation of consequence and damage caused by an organic hydride hydrogen refueling station, International Journal of Hydrogen Energy 42, pp.26175-26182 (2017).

⁴ 内藤, 上坂, 個人線量と空間線量, 行動パターンとの関係-実測データから解析すると-, Isotope News No.739, pp.37-42 (2015).

⁵ 恒見, 川本, シナリオ型地震動予測による建物被害と死亡リスクの推定、日本リスク研究学会誌 23-4, pp.249-256 (2014).



-17 -







-20 -



20

19



機關

10⁻²

10-3

10-4

(蒲生, 2008)

24

(0.0701, 0.0710, 1.0110, 0.0201, 0.0100, 0.0100)

ALANDAL, R. R. L. M. R. C. W. N.

33

dident contraction and the defension

(恒見, 2017)

22 _ _















25_





39

differing which are produced in the law

どんなデータを集めたのか?

→ 行動記録表の記入およびGPSロガー

....

個人の滞在場所・生活パターン

1

10

→ D-シャトル(1時間毎)

個人の被ばく線量

Appendiate and

11



-27 -



28 _ _

安全安心の個人リスク選択社会への期待	 >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>	2020年 2020年 2030年 規制と自主管理 全を確保 全を体リスク 1 目指す社会 安全を確保 管理社会 安全から安心へ	 国・地域レベルのリスク評価 国・自治体による規制とモニタリング 公析計測技術による個人モニタリング 企業によるリスク対策と自主管理 個人による対策オブション選択 	(恒見, 2017) ル* ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
				49
1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.		4. まとめ		and the second second second second second

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。

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.	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.	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.	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.	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.	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.	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.	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、	
ナノ分光計測研究グループ Nanoscale Spectroscopic M.G.	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。] ⁻	

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













ø




モアレ技術による橋梁構造物の変位計測

非破壊計測研究グループ 李 志遠、王 慶華、津田 浩

要旨

構造物の設計段階あるいは使用中における変位やひずみを解析することは、構造 物の破壊を未然に防ぎ、安全性を確保するために不可欠である。そのため、広視 野かつ高精度・高速な光学的計測手法の開発が望まれている。本研究グループで は、構造物の変位分布を高精度で測定できる画像計測方法や材料のひずみ分布を 測定できる光学的手法を開発している。本手法を橋梁構造物であるインフラ構造 物のたわみ計測へ適用し、その有効性を示す。

1. はじめに

構造物の設計段階あるいは使用中における変位やひずみを解析することは、構造物の破壊を未然に防ぎ、安全性を確保するために不可欠である。特に大型機器の故障や社会インフラの事故や崩落などが問題視されている。一方で、電子部品や半導体チップでは、熱による熱ひずみや製作時の残留ひずみに起因してき裂が発生する場合がある。より信頼性の高い製品開発には、材料に生じるひずみ分布の測定が重要となる。このようなことから非破壊かつ全視野で検査可能な変位・ひずみ分布計測技術はますます重要になっている。光学的手法としては、デジタル画像相関法やスペックル干渉法などが開発されている。

ところで、モアレは2つのピッチ間隔が近い模様を重ねたときに現れる一種の拡大現象 である。我々の研究グループでは、このモアレ現象を利用して、空間的位相解析技術を導 入したサンプリングモアレ法¹や顕微鏡を用いた走査モアレ法による構造材料の変位・ひ ずみ分布計測に関する研究開発をしている。従来のモアレ法では、2つの格子を必要とす るが、我々が開発している手法では、撮影された繰り返し模様のデジタル画像に対してダ ウンサンプリング処理²、また微細格子のピッチに合わせた走査ピッチでレーザ顕微鏡や 電子走査顕微鏡で格子画像をスキャンするだけでモアレ縞を得ることができる。得られた モアレ縞の位相分布情報から高精度な変位・ひずみ分布を測定することができる³。

図1(左側)に1ミクロンピッチの格子模様を描写した複合材料の3点曲げ試験の電子 走査顕微鏡写真を示す。この格子画像に対して走査モアレ法を利用すれば、マイクロスケ ールのひずみ分布⁴を得ることができる。また図1(右側)に繰り返し模様を利用したイ ンフラ構造物のたわみ測定結果を示す。ここでは吊り橋のトラス構造を繰り返し模様とみ なすことで格子マーカを取り付けることなく、遠方に設置したデジタルカメラ1台で橋梁 全体にわたる広い範囲での変位分布を測定できる。この手法を用いることで簡便かつ低コ ストで橋梁などのたわみ測定ができる。

本稿では、最近開発した変形計測手法をインフラ構造物である橋梁のたわみ計測への適用結果を示す。



図1. 繰り返し模様を利用したモアレ法による光学的変位・ひずみ分布計測法をマイクロスケールでの材料ひずみ分布計測とメガスケールでのインフラ構造物の変位計測への応用

2. 新設した高速道路の初期たわみ計測

高速道路の橋梁延長 9,000 km のうち、約4割(3,700 km)が供用から 30 年以上経過す るものである。特に東北地方の構造物は積雪寒冷地特有の凍結防止剤による塩害と長年の 凍結融解の繰り返し作用から発生する凍害による複合劣化の進行が顕著であり、床版及び 橋梁全体の剛性(耐荷力)の低下が懸念される橋梁が多数存在する。このような橋梁につ いては、適切な維持管理のための現状把握と安全性確保のために補修・補強工事を適切な 時期に実施する計画性の確保が重要となる。

従来のサンプリングモアレ計測方法では、橋梁のたわみを計測するために測定ポイント の正面にカメラを設置(図 2(a))する必要があったが、実際の現場において、定常的に測 定ポイント正面にカメラの設置場所を確保することは難しい。そのため、橋梁の維持・管 理の面からは、可能であれば橋梁構造の一部である橋台にカメラを設置して(図 2(b))、 たわみを計測できることが望ましい。そのため、カメラからの距離によって、撮影される ターゲットの格子間隔が変化することや、計測時のカメラの揺れを補正することを考慮し て、新たなたわみ計測アルゴリズム⁵を開発し、橋梁の斜め方向や橋台にカメラを設置し てたわみを計測できるようにした。

図 2(c)に、橋軸方向からの画像撮影によるたわみ計測の一例を示す。この実験では橋梁 の壁高欄にターゲットを取り付け、2 台の散水車が時速 60 km で橋梁を通過する際に橋軸 方向から撮影されたターゲットの画像を用いてたわみを計測した。図 2(d)に示すように、2 台の散水車が測定ポイントであるターゲットを通過した時(図 2 右で、約 13 秒と 16 秒) にそれぞれ約 0.6 mm のたわみが計測された。また今回の技術で測定したたわみ量は、従 来のリング式変位計で測定したたわみ量と良く一致した。





(c)

(d)

図 2. サンプリングモアレ法による橋軸方向からの画像撮影による変位計測法の開発と社会インフラのヘルスモニタリングへの適用:(a)従来のモアレ計測方法の光学系、(b)新開発した橋軸方向からのたわみ計測法の光学系、(c)検証実験の様子、(d)2台の散水車が橋を通過した際に測定したたわみ量

3. 老朽化した自治体の跨線橋のたわみ計測

橋の下が河川や高速道路や鉄道が通る跨道橋・跨線橋に適用する場合、カメラの設置場 所が大きな問題となる。本研究ではカメラの設置場所の制限が少ない橋軸方向からの画像 撮影を行うことで、簡便に跨線橋のたわみ測定を実現できる。一般的に橋軸方向からの画 像撮影を行う場合、カメラと測定したい箇所(例えば橋の中央や橋脚部)までの距離が異 なるため、計測中にカメラがぶれると測定誤差となるが、サンプリングモアレ法では撮影 されたマーカ上の正確なピッチを算出できるため、カメラのぶれ補正を容易にすることが 可能である

この橋軸方向からのたわみ測定方法を、つくば市が管理している跨道橋である原山橋 (支間長 35.9 m)のたわみ測定に適用した。この橋は上部工形式が PC 斜材付 π型ラーメ ン桁で、床版厚さが 0.18 mの構造である。これに総重量が 20 トンのダンプカーを通過さ せ、24 fps の動画を記録することで、その時に発生した最大たわみ量を測定した。図 3 に 示すように跨道橋の橋軸方向にピッチが 50 mm のマーカをそれぞれ橋の中央部(1/2 点)と 橋梁とは伸縮機構で隔てられた本線道路道路に取り付けた。検査車両が橋梁を通過した際 に最大で 2.3 mm のたわみが生じることがわかった。



- 図 3. サンプリングモアレ法を用いた橋軸方向からの画像撮影による跨道橋のたわみ計測。 (左図) 橋軸方法からのたわみ計測原理,(右図)つくば市の跨道橋のたわみ実験
- 4. まとめ

我々の研究グループでは、モアレ法による光学的変位・ひずみ計測法を開発し、同手法 をマイクロスケールの材料ひずみ計測や、橋梁構造物のたわみ計測に適用している。同手 法を橋梁構造物のたわみを簡便かつ低コストで計測できるように、新たに橋軸方向からの 撮影画像から高精度なたわみ計測法を考案した。実橋を対象に散水車が通過する際に生じ るサブミリオーダーのたわみを従来のリング式変位計と同程度の精度で測定できること を確認できた。さらに自治体が管理している跨道橋のたわみ測定へ適用し、簡便にサブミ リのたわみを測定できることを確認できた。

今後は、この計測技術を半導体チップの熱ひずみ分布計測や、鉄道橋やトンネルといっ た社会インフラや高層ビルなどの変形分布計測に適用していく。

- ¹ S. Ri, M. Fujigaki and Y. Morimoto, Experimental Mechanics **50**, 501-508 (2010).
- ² S. Ri, S. Hayashi, S. Ogihara and H. Tsuda. Optics Express. 22, 9693 (2014).
- ³ Q. Wang, S. Ri, H. Tsuda and T. Tokizaki. Optics. 4, 43 (2016).
- ⁴ Q. Wang, S. Ri, H. Tsuda, S. Kishimoto, Y. Tanaka and Y. Kagawa. Applied Mechanics and Materials. **782**, 271 (2015).
- ⁵ デジタルカメラで撮影するだけで橋のたわみを計測する技術の開発, 産総研・プレスリリース (2016.8.31).







-40 -





-42 -









-44 -



コンクリート内部を可視化する後方散乱 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 BEAMX 萬代 新一、伊佐 英範 名古屋大学 大橋 和也、山崎 淳、渡辺 賢一、瓜谷 章

要旨

後方散乱 X線イメージングを用いて道路や橋などのコンクリート構造物を非破 壊検査する装置開発に関する研究を行った。電子加速器をベースとした高エネル ギーX線発生装置および一次元の位置分解能を持つマルチスリットを備えた X線 イメージング検出器を開発し、ファンビーム X線を用いた後方散乱 X線イメージ ングを試みた。本手法を実証するため試作装置を開発し、コンクリート構造物内 部の可視化に成功した。

1. はじめに

我が国では塩害による鉄筋コンクリート(RC)構造物内部の鉄筋腐食や融雪剤等による 道路床版劣化、プレストレスト・コンクリート(PC)のシース管内部のPC 鋼材の破断等 が問題となっている。塩害の被害は特に日本海側に多く、豪雪地域や過疎地も多く含む。 これらの地域では凍害の影響もあり、道路や橋梁には日常的に大きなストレスがかかって いる。

国内の道路橋は約70万橋以上あり、竣工後50年以上の割合は20年後に65%となる¹。 道路橋を含め多くの社会インフラは地方の市区町村の管轄下で保守・点検・改修が行われ ているが、財源、担当職員、技術等の不足によって、維持管理が厳しい状況である。

2. 研究の目的

本研究は RC 内部の鉄筋の腐食状況を外部から高精細に可視化する技術、および道路床 版内部のコンクリート土砂化やポットホール(内部空洞)の様子を可視化する技術を開発 し、これまで見えなかった損傷部位を非破壊で高精細に観察することを目指す。これによ って、社会インフラ劣化診断の精度と検査効率を向上させ、我が国のアセットマネジメン トの高効率化に寄与する。

3. 研究方法

コンクリート構造物の点検には目視、打音、超音波²、電磁波レーダー³、X線透過試験 などが用いられる。電磁波レーダーは片側からのアクセスでコンクリート構造物内部を可 視化できるため、現場での検査における利便性が高い。しかし空間分解能は5 cm~10 cm 程度であり、内部にある数 mm の異物や空洞、損傷など(以下、異物等と記述)の位置を 高精度で検知することは難しい。X線透過試験はコンクリート構造物内部の異物等の位置 を数 mm の空間分解能で可視化できるため、特定の部位を高精細に観察することに優れて いる。しかし実際の現場では、測定対象が数mの厚みを持つ場合や複雑な形状である場合 も多く、X線源と検出器の位置合わせが難しい場合や、検出器を置くスペースが限られて いる場合など、X線透過試験を適用できる状況が限られている。

そこで我々は、X線の反射を用いる後方散乱 X線イメージングに着目した。本手法は電磁波レーダーのように片側からのアクセスで被写体内部を可視化する X線撮影法であり、X線による高い空間分解能と、電磁波レーダーによる利便性を兼ね備えている。X線透過試験が適用できないような対象物に対しても、現場にアクセスさえできれば内部を可視化できるため、高精度の検査を現場で行うことができるようになると期待している。

我々はコンクリート深さ 10 cm の部分を可視化することを目標にした。そのためには加 速電圧の極めて高い X 線発生装置が必要である。しかし、管電圧が数 100 kV 以上では、 高電圧の絶縁等の問題から、直流タイプの X 線発生装置を現場に持ち出して利用すること が難しい。そこで我々は高周波電子加速を用いることにした。管電圧を概ね 500 kV 以上 とする場合は、高周波電子加速を用いることで装置全体を小型化可能である。電子加速器 技術を応用することで、一般的な直流タイプの X 線発生装置に比べてコンパクトにするこ とができる。

管電圧 900 kV の X 線発生装置を小型電子加速器をベースとして開発した。実際の現場 での撮影は、X 線発生装置をロボットアームやリニアステージなどの駆動装置へ搭載して 行うことになるため、装置をコンパクトにする必要がある。我々は 600 kW, 5 GHz の出力 を有するマグネトロンを高周波発振器として用い、X 線発生に特化した加速器設計を行う ことで、幅×奥行×高さが 90 cm×60 cm×70 cm に収まるコンパクトな大きさとした(図1)。

本研究では、新しい検出器の開発に取り組んだ。従来の後方散乱 X 線イメージングでは、 ビームコリメータを用いて X 線を細い棒状のビーム (ペンシルビーム) として検査対象に 照射し、ビームを X-Y 方向に走査することで後方散乱 X 線画像を計測する。この方法で は、大面積の測定に長時間を要することから実用化は難しいと判断した。そこで X 線を扇 状 (ファンビーム) として検査対象へ照射し、一方向のみに走査して画像を計測する方法 を試みた。ファンビームの厚みは数 mm とし、これをコンクリート表面に照射し、そこか ら散乱される X 線を、ファンビームに垂直となる方向に配置したスリットを通して検出す る。X 線を検出する素子はスリットごとに分割して個々に信号を読み出すことで、二次元 画像を得る。空間分解能は、ファンビームの厚さとスリットが見込む立体角によって決ま り、本研究では数 mm の分解能が得られる設定とした。開発した検出器の概略を図 2 に示 す。

4. 実験結果

本研究で開発した後方散乱 X 線イメージング装置を用いて、コンクリート構造物のサン プル内部の撮影を試みた結果を示す。図3はコンクリート表面に置いた工具(モンキーレ ンチ)の後方散乱 X 線画像である。空間分解能は約5 mm 程である。図4は RC サンプル 内部の鉄筋を撮影した画像である。コンクリートかぶり厚は左から4 cm、6 cm、8 cm、9 cm である。コントラストは低いが、一番右側にかぶり9 cm の鉄筋が確認できた。図5 はア スファルト舗装下の道路床版を後方散乱 X 線で撮影した画像である。健全な床版に比べて 土砂化した床版からの後方散乱 X 線強度が下がっており、土砂化部分の特定が可能である ことが分かった。



図1. 電子加速器ベースの小型高電圧 X 線 発生装置(Cバンド電子加速器 X線源)



図 2. 一次元マルチスリット X 線検出器



図3. 工具(モンキーレンチ)の写真(左) る線は裏面のコンクリートの隙間である。

図 4. RC サンプル内部の構造(左)と、内部鉄筋 と後方散乱 X 線画像(右)。画像中央に縦に走の後方散乱 X 線画像(右)。コンクリートかぶり 厚は4 cm、6 cm、8 cm、9 cm。撮影範囲は横 15 cm×縦 20 cm。

以上の結果から、本手法を用いることでコンクリート内部の高精細な非破壊検査が可能で あることが示された。今後は実際の現場でどのような検査に適用できるかについて検討を 進める予定である。

5. おわりに

後方散乱 X 線イメージングを用いて道路や橋などのコンクリート構造物を検査するた め、電子加速器をベースとした高エネルギーX線発生装置および一次元の位置分解能を持 つX線イメージング検出器を開発し、マルチスリットを用いたファンビームスキャンによ って後方散乱 X線イメージングの実証に成功した。本研究は、基礎技術、装置開発、試作 システム開発、並びに実証実験などをここ3年余りの短い期間で急ピッチで行ってきたと

ころである。今後は現場での検査に向けて装置を改良し早期の実用化を目指すとともに、 様々な用途へ本手法を適用して行きたいと考えている。



図 5. アスファルト舗装下の健全な道路床版(右)および土砂化した道路床版(左)を後方散乱 X 線で撮影した画像。撮影範囲は 20 cm×20 cm。

¹国土交通省:社会資本の維持管理・更新に関し当面講ずべき措置,平成25年3月21日. ²平田隆祥,魚本健人:超音波法によるコンクリート構造物のひび割れ調査に関する研究

(1),生産研究 52, pp. 493-496, (2000).

³国土交通省大臣官房技術調査課:非破壊試験によるコンクリート構造物中の配筋状態及 びかぶり測定要領,平成24年3月.









X線及び中性子を利用した化学プラント配管検査用 非破壊検査システムの開発

分析計測標準研究部門 鈴木 良一、加藤 英俊、藤原 健

日立パワーソリューションズ 服部 行也、浅見 研ー

静岡大学 青木 徹、小池 昭史

三菱ケミカル 三浦 到

要旨

わが国の産業を支えているプラントの配管等の産業インフラは、高経年化が課題となってきており、適切に維持管理するための効率的な検査技術が望まれている。我々は、化学プラント配管を対象として、中性子水分センサを搭載した水平配管移動ロボットによるスクリーニング検査システムと、小型軽量で管電圧が200 kV以上のエックス線源及び高効率検出器を搭載したロボットによる配管減肉検査システムの開発を行っている。本発表ではプロジェクトの概要と、エックス線非破壊検査システムの開発状況を報告する。

1. はじめに

エックス線非破壊検査法や中性子水分計測は、これまでも工場プラント配管等の産業 インフラ構造物等の検査に利用されてきたが、作業員が検査機器を手動で移動させなが ら行う検査が主で、特に高所に設置された構造物等の検査には足場設置が必要となり多 大なコスト・時間を要していた。これらの検査装置をロボットに搭載して検査を自動化 できれば、検査の大幅な効率化が実現できると期待される。

これらのインフラ検査の現場で使用する検査システムでは、

- ・容易に持ち運びできること
- ・省電力であること、バッテリーで長時間駆動できること
- ・計測の信頼性が高いこと
- ・労力をかけずに計測できること
- トータルコストが低いこと

等が必要である。

我々は、上記条件を満たして化学プラント保温材被覆配管の検査ができるシステムと して、中性子水分センサ搭載ロボットで配管の腐食の可能性をスクリーニング検査し、 X線非破壊検査装置搭載ロボットで配管減肉の詳細検査ができる非破壊検査システム の開発を行っている。

2. 配管検査用非破壊検査システム

開発を行っている化学プラント配管用非破壊検査システムは、図1右図のように中性 子水分センサやエックス線検査装置を配管水平部を移動するメカ(ロボット)に搭載し て自動検査を行うものである。従来の検査技術では、水平部配管の検査を行うには図1 左図のように全面的な足場を設置して保温材を剥がして配管の肉厚検査を行っていた



図1.(左)従来技術による配管検査、(右)本プロジェクトで開発を行っている非破 壊検査システムを用いた場合の配管検査。

が、図1右図のように配管を剥がさずに従来と同等以上の精度で配管肉厚検査ができれ ば検査総コストを大幅に削減でき、トータルコストを抑えながら安全性を確保してプラ ントを稼働できるようになる。

本プロジェクトで開発しているシステムは、6インチ保温材被覆配管検査用の中性子 水分センサを水平配管移動ロボットに搭載した検査装置と、配管肉厚検査用のエックス 線源及び検出器を水平配管移動ロボットに搭載した検査装置からなる。

3. 中性子水分センサを用いたスクリーニング検査システム

化学プラントの水平配管の腐食の主な原因は、配管の保温材に雨水等の水分が入り込

み、長期間保温材が濡れた状態になることであ る。そのため腐食の原因である水分の有無がわ かれば、配管の腐食の可能性を把握できる。配 管の保温材の水分を測定する水分計・センサは、 図 2 のように中性子散乱の保温材中の水分の 有無による変化を利用したものが日立パワー ソリューションズ社で製品化¹され、保温材被 覆配管の検査に使われてきている。この検査の 経験では、水分が検出されない配管は 100 % 配管の減肉が観測されず、水分が検出された配 管にある割合で減肉が観測されることから、水 分の有無を自動計測すれば腐食の可能性をス クリーニング検査できる。そこで、本プロジェ クトでは、この中性子水分センサを水平配管移 動ロボット(図3)に搭載したスクリーニング 検査システムを開発した。

この水平配管ロボットは、14.8 V のリチウム イオンバッテリーを電源とし、フランジ等の障 害物を検知して安全に停止したり、配管を支え ているサポートを回避して移動したりできる

2 88.81	r	16.38	(進行)計算 (進行)量)
保温村中水分	1	1	制中性子核出展
	0	10	0
ERH	-		1 84.93201





図 3. 中性子水分センサ搭載水平配管 移動ロボット

機構を備え、中性子水分センサを配管の周りに回転させて上部や下部の水分を自動的に 測定し、保温材中の水分の分布を計測できる。

この中性子水分センサをロボットに搭載したスクリーニング検査システムは、ほぼ装置が完成して基本動作試験の後、実プラント配管での実地試験を行っている。これまで、 250分で100mのスループットで実配管の検査ができることを確認した。

4. エックス線配管減肉検査システム

エックス線を用いた非破壊検査シス テムは、保温材を付けた状態で配管の 肉厚を従来の超音波による減肉検査と 同等の精度(0.3 mm)で検査できるこ とを目標として開発を行っている。配 管の肉厚は、図 4 のように配管の外側 の境界と内側の境界の位置をエッジ撮 像法により計測できれば精度よく検査 できる。外側の境界は、管電圧 100 kV 以上のエックス線源であれば比較的イ メージングが容易であるが、内側の境 界をイメージングするには、外径 165



図 4. エッジ撮像法による配管の肉厚検査。 配管外径 165 mm、肉厚 7.1 mm の場合。

mm、肉厚 7.1 mm の配管で 7 cm 以上の鉄部を透過しなければならない。この計測のためには、高エネルギーエックス線源とそれに対応した高感度の検出器が必要である。さらにこのエックス線源と検出器は中性子の検査システムと同様にバッテリーで駆動し配管の周りを回転・移動するロボットに搭載して長時間稼働させなければならないことから、小型軽量・低消費電力という条件もクリアしなければならない。

我々は、上記の条件を 満たしバッテリーで駆 動しロボットに搭載で きるエックス線源とし て、カーボンナノ構造体 電子源を用いた管電圧 200 kV 以上のエックス 線源を開発した。また、 この高エネルギーX 線 をイメージングできる 検出器として、高精度計 測用の CdTe 半導体素子 を用いた直接変換型の 検出器及び広範囲計測 用の光変換型検出器を 開発した。



図5. 開発した X線源、光変換型検出器、直接変換型検出器

開発したエックス線源及び検出器を用いて、5~7 cmの厚さの鉄板と鉛文字によりエックス線透過イ メージング能力を確認したところ、約0.1秒の1パル ス照射で5 cmの厚さを透過して鉛文字のイメージン グができ、18 パルス(計約2秒)の照射で7 cmの厚 さの鉄板を透過して鉛文字を画像化できることがわ かった(図6)²。この結果は、バッテリー駆動の小 型エックス線源・検出器で配管の内径部をイメージ ングできる能力があることを示しており、メカ・X 線源・検出器・画像処理技術を最適化すれば0.3 mm の精度での肉厚計測ができると考えられる。

また、本プロジェクトで目指しているような現場 での高エネルギーエックス線装置を使った検査作業 では、エックス線作業の安全性確保が重要である。 検査作業を行う場合、エックス線作業の管理区域・ 立ち入り禁止区域の設定が適正かどうかや、作業員 のエックス線被ばくが問題無いかを確認したり、被 ばくをできるだけ低減したりする措置が必要になる。 このための対策として、産総研が千代田テクノル社 と共同開発した通信機能を備えた γ線・高エネルギ ーエックス線用の小型線量計 D-シャトルを用いた IOT 型のエリアモニタ・トレンドモニタの導入を検 討している。



図 6. ロボット搭載用 X 線源で撮影 した鉄厚 7 cm 透過鉛文字



図 7. 小型線量計 D-シャトル

5. まとめ

中性子及びエックス線を用いて化学プラント配管を効率的に検査できる非破壊検査 システムの開発を進めており、中性子水分センサを搭載したスクリーニング検査システ ムは基本システムがほぼ完成し、実地試験によりその完成度を高めている。エックス線 検査システムは、ロボット搭載用のバッテリーで駆動するX線源及び検出器を開発し、 配管の肉厚計測に必要な鉄厚7 cmの透過イメージング能力を確認した。今後、エック ス線や検出器を配管検査用ロボット搭載して配管の検査精度を明らかにするとともに 現場での検証試験を行う予定である。また、バッテリーで駆動する小型エックス線源で 鉄厚 5~7cm を透過してイメージングできる能力は、配管の減肉だけでなく他の様々な 構造物等の検査に利用できると考えられ、他への応用展開も図る。

¹ http://www.hitachi-power-solutions.com/products/product02/p02_61.html. ² http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2016/pr20161221/pr20161221.html.

本研究は、NEDO「インフラ維持管理・更新等の社会課題対応シスステム開発プロジェク ト平成 26 年度~平成 30 年度」により行われた成果である。





-58 -



外部放射線治療における線量標準の開発

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

要旨

放射線標準研究グループでは外部放射線治療用の線量標準として医療用リニアック装置からの高エネルギー光子線をはじめとした治療用放射線の水吸収線量標準の開発に取り組んでいる。水吸収線量の計測は、吸収体の温度上昇から吸収線量を測定するカロリーメータと呼ばれる線量計を用いて行っており、現在は吸収体にグラファイトを用いたグラファイトカロリーメータ、同じく水を用いた水カロリーメータを所有している。カロリーメータによる線量計測によって、Coガンマ線、高エネルギー光子線の水吸収線量標準の不確かさは 0.8%にまで低減され、治療現場における水吸収線量計測の不確かさを2%以下に抑えることが可能となった。現在は、供給範囲の放射線の種類を高エネルギー電子線や陽子線、炭素線などに拡大するための研究開発を進めている。

高齢化の進行に伴い、新たにがんと診断される国内のがん患者数は年間100万人を超え、 がん治療にかかる医療費は年間4兆円にも達している^{1,2}。この状況に対応するため、がん 治療の安全性を保ちつつ、いかに効率を高めていくかが重要となっている。がん細胞と正 常細胞の放射線感受性の差を利用し、がん細胞を選択的に死滅させる放射線治療は、健康 な組織を温存させることができ、治療後の生活の質が良いことで知られる。我が国におけ る放射線治療の適用率はがん患者全体の25%にとどまるが、欧米では50%を超えており、 我が国における適用率も次第に欧米の水準に近づいていくと見込まれている³。

放射線治療の原理は細胞の放射線感受性の差にあるが、がん細胞も元は同じ細胞である ため、その差はそれほど大きいものではない。がん腫瘍に照射する放射線の線量が少なけ れば、がんの再発率は大きくなり、逆に多過ぎれば、正常組織が損傷を受け、重大な副作 用となって現れることがある。喉頭がんで報告された例では、照射した線量の±5%の多 寡によって、がんの再発率が±15%も左右され、副作用の発生率も±5%変動した⁴。この ことから、放射線治療では治療の前後に放射線治療装置から出る放射線の線量計測を行う ことで線量の管理を行っている。しかし、治療現場における線量計測の不確かさは3%で あ、喉頭がんの例からも分かるように十分な不確かさではない。そのため、放射線治療分 野ではこの線量計測の不確かさを2%以下に低減することが目標とされ、より不確かさの 小さい線量計測法の開発が行われている⁵。

一般的な放射線治療施設では、線量計測に自由空気式電離箱線量計が用いられている。 電離箱線量計は放射線研究の黎明期から用いられている古いタイプの線量計であり、2 つ の電極間に1kV/cm程度の電場を印加し、放射線の電離作用によって空気中に生じた電荷 を電極に収集して測定することで、放射線の線量を決定するものである。特に自由空気式 電離箱線量計は検出材料である電離箱内の空気が自由に入れ替わるため、長期安定性が非 常に優れており、放射線治療施設の線量の基準となる参照標準線量計として、これに優る ものは未だに見いだされていない。しかし一方で、空気を検出材料として使うために生じ る欠点がある。放射線治療は体内の組織が放射線から吸収するエネルギーをもって治療計 画を立案している。人体の大半は液体の水で構成されており、当然、基準となるのは水が 放射線から吸収したエネルギーの量を表す「水吸収線量(Gy,グレイ):1kgあたりの水が 放射線から吸収したエネルギーの量」となる。誰もが知っているとおり、空気の密度は水 の 800 分の1 ほどしかないため、自由空気式電離箱線量計の水吸収線量に対する感度は、 入射する放射線の種類やエネルギーなどの「放射線の質(「線質」と呼ばれる)」によって 大きく変化する放射線治療でよく用いられている高エネルギー光子線や電子線の計測に おいて重要となる電子に対する感度は電子の運動エネルギー、1-10 MeV の範囲内におい て 10%以上も変化してしまう。この自由空気式電離箱線量計の特徴が、治療現場における 線量計測の不確かさが3%から低減しない原因となっている。

自由空気式電離箱線量計は長期安定性に優れる一方、測定対象の放射線の線質によって 大きな感度変化が生じることが欠点であった。これを解決するために考え出されたのが、 水または、水に密度や原子番号が近い材料を検出材料とした線量計で水吸収線量の値を精 度良く決定し、その値でもって電離箱線量計の感度を校正するという方法である。現在、 この検出材料として我々が用いているのはグラファイトである。無論、グラファイトはそ のままでは線量計として機能しないが、これに温度センサーとしてサーミスタを取り付け、 放射線を照射した際のグラファイトの温度上昇を測定することによって、グラファイトが 吸収した熱量、即ち吸収線量を決定することができる。このような物質の温度上昇から吸 収線量を決定する線量計を熱量線量計(カロリーメータ)と呼び、我々はグラファイトカ ロリーメータによって、外部放射線治療用の放射線の水吸収線量を決定する技術の開発を 行っている。

図1にグラファイトカロリーメータの外観と内部の概略を示す。グラファイトカロリー メータの大部分は水等価材料の一つであるアクリルでできており、入射面側の中心部分に 吸収体である円盤型のグラファイト素子が埋め込まれている。グラファイト素子は中心部

分からコア、ジャケット、シ ールドの三層構造となってお り、それぞれに温度センサー 用とヒーター用のサーミスタ が埋め込まれている。測定で はそれぞれの素子の温度を PID 制御によって制御するこ とでコアを準断熱状態に保ち、 放射線が照射された際のコア の温度上昇から、放射線から 吸収したエネルギー、コアの



図 1. グラファイトカロリーメータの概略図 (産総研 TODAY 2012 年 2 号「電力置換型熱量計による 水吸収線量率標準」⁶より引用)

吸収線量を測定している。

カロリーメータで測定される吸収線量は放射 線治療分野で基準となっている水の吸収線量で は無く。グラファイトの吸収線量である。した がって、測定されたグラファイトの吸収線量を 水の吸収線量に変換する必要がある。この時の 補正はモンテカルロシミュレーションとグラフ アイト空洞電離箱による電荷測定の結果との組 み合わせで行っている。モンテカルロシミュレ ーションと電離箱による測定を組み合わせるの は、モンテカルロシミュレーションでは実際の 測定対象との間の系統的なずれを補正するため である⁷。



図 2. 電子線用グラファイトカロリ ーメータ

以上の方法を用いて産総研に設置された医療

用リニアック装置からでる高エネルギー光子線の水吸収線量を決定し、この値を基準に電 離箱線量計の校正サービスを実施している。高エネルギー光子線の水吸収線量校正から得 られる校正定数の不確かさは 0.8 %であり、これを一般の医療施設が利用した場合、水吸 収線量計測の不確かさは 2 %以下に低減される。標準供給能力の向上にあわせ、高エネル ギー光子線の水吸収線量校正定数は一般の医療施設に順次供給されていく予定である。

高エネルギー光子線以外の外部放射線治療で用いられている放射線に対しても、放射線 標準研究グループでは水吸収線量標準の開発を進めている。高エネルギー光子線と同じ、 医療用リニアック装置から出る高エネルギー電子線については、電子線用のグラファイト カロリーメータを開発し、水吸収線量標準の確立に向けた準備を進めている(図 2)。

我が国が世界に先駆けて開発を進めている陽子線や炭素線を用いた粒子線治療につい ても、線量標準の開発を進めている。陽子線や炭素線については、グラファイトカロリー メータでは無く、水そのものを吸収体とする水カロリーメータを採用することとしている。 水カロリーメータは測定値を変換する必要が無いため、粒子線のような放射線の物理デー タが不足しているケースではグラファイトカロリーメータよりも不確かさを小さくする



図3. 水カロリメータのガラスセル(左)と概略図(右)

ことができると期待されている(図3)。

これまでに紹介した以外にも、放射線標準研究グループは新しい放射線治療装置から出 る放射線の線量標準の開発も行っている。X線撮影などの診断で用いられる放射線と違い、 外部放射線治療ではがん細胞を死滅させることができるほどの大きな線量を用いるため、 治療装置に応じた線量の管理が必須となる。最新の治療装置が導入される際、線量の管理 に確証が持てない場合、医療現場では直ちに治療に使用することができない。放射線治療 に関する線量計測技術や標準の提供の遅れは、新しい医療技術を国民が利用できないとい う重大な不利益となるため、そのタイムラグを最小限に抑えることを最優先として、今後 も研究開発を進めていく。

¹ 公益財団法人 がん研究振興財団,「がんの統計 '16」, (<u>http://ganjoho.jp/data/reg_stat/statistics/brochure/2016/cancer_statistics_2016.pdf</u>).

- ² 厚生労働省,「国民医療費」,(<u>http://www.mhlw.go.jp/toukei/list/37-21.html).</u>
- ³ JASTRO データベース委員会,「全国放射線治療施設の 2012 年定期構造調査報告」, (<u>http://www.jastro.or.jp/aboutus/child.php?eid=00048)</u>.
- ⁴ J. G. Stewart and A. W. Jackson, "The steepness of the dose response curve both for tumor cure and normal tissue injury," Laryngoscope 85 (1975), 1107.
- ⁵ AAPM Report 85, "TISSUE INHOMOGENEITY CORRECTIONS FOR MEGAVOLTAGE PHOTON BEAMS".
- ⁶ 森下雄一郎,「電力置換型熱量計による水吸収線量率標準」, 産総研 TODAY 2012 年 2 号,
 (https://www.aist.go.jp/Portals/0/resource_images/aist_j/aistinfo/aist_today/vol12_02/vol12_02_

p22.pdf).

⁷ 清水森人,「医療用リニアックの高エネルギー光子線標準の開発」, 産総研プレスリリース, 2013 年 9 月 12 日.

日本国内のがん治療の状況	がんの新患者数: 100万人起 (2016年) がん治療にかかる国民医療費:約43兆円(平成26年度)	※厚生労働省の統計による 高齢化の進行に伴い新たにがんと診断される人の数が増え、がん治療に かかる医療費も年々増大している →医療費を抑えつつ,治療の効率を高めていくことが重要となっている.	A 服务制 Grave - Introvenation for fination action 2 2 MILLINEERING (開催時間)	A.SHERROW	日本国内における放射線治療の適用率	~25 %	イギリスやアメリカなどの欧米ではTerrent vitration 米では50 %を超えており、 今後も増加を続けると予想さ れている	我が国のがん患者数の推移 (がん統計およびJASTRO構造調査より)	AREEN GA- Internation for Instantion 4 Elements1 選罪技術社合研究所
ENROU-UNIC *	外部放射線治療における線量標準の開発	清水森人 田中隆宏,森下雄一郎,加藤昌弘,山口英俊,黒澤忠弘,齋藤則生 放射線標準研究グループ	特徴者的 Grave Internation for theory active 1 HILLIGHTERED 通復[[14]](14)](14)]	ASSENTATION.	外部放射線治療	リニアック装置などで発生させた放射線を体外からがん腫瘍に照射し, がん細胞を死滅させることでがんの治療を行う治療法	正常細胞とがん細胞の放射線感受性の差を利用し、がん細胞だけを選択的に死滅させる。 させる. 手術を必要とせず、臓器を温存するため、 術後の生活の質が非常に良い.	・ 地応汚練などに最適 ・緩和治療などに最適 ・ 医療費が少なくて済む 産総研のリニアック装置	ARREM GA- Internation for Internation 50 Examinant 2011年1月1日





- 66 -





- 68 -





レーザー走査超音波可視化技術による構造接合部の非破壊検査

非破壊計測研究グループ 遠山 暢之

要旨

構造物の健全性を確保するために、主に構造接合部の非破壊検査が行われている が、短時間で効率的に欠陥を検出できる新しい非破壊検査手法に対するニーズは 高い。このニーズに応えるために、我々のグループでは、レーザー励起超音波が 実構造物を伝搬する映像をその場で計測し、その伝搬映像を利用して構造物に内 在する欠陥を迅速に検出できるレーザー超音波検査システムの開発と製品化を進 めている。本検査システムの概要、各種産業分野における構造接合部の欠陥検出 例および最新の研究開発動向などについて報告する。

1. はじめに

輸送機器、社会インフラ、プラントなどの構造物の健全性を確保するために、溶接部や 接着部などの構造接合部の非破壊検査が行われているが、汎用的な非破壊検査手法では、 複雑形状部の検査が難しい、検査に時間がかかる、欠陥有無の判断が難しいなどの課題が ある。これらの課題を解決するために、レーザー励起超音波が実構造物を伝搬する映像を その場で計測し、その伝搬映像を利用して構造物に内在する欠陥を検出できるレーザー超 音波検査システムの開発を行ってきた¹。従来の超音波検査手法よりも大幅に検査時間を 短縮でき、非破壊でかつ遠隔で欠陥検出が可能な画期的な非破壊検査技術として、各種実 構造部材の欠陥検出適用試験を進めると同時に、産総研技術移転ベンチャーを通じて検査 装置の製品化を行い、各種産業分野の非破壊検査への適用が徐々に進んでいる。

さらに近年、遠隔検査および欠陥自動検出のニーズが高まっており、超音波検出に接触 式超音波探触子からレーザードップラ振動計(LDV)に置き換えた完全非接触計測システ ムの開発および超音波伝搬映像に機械学習による画像解析技術を適用し、欠陥部で発生す る散乱波を自動検出する欠陥自動検出機能の開発にも着手している。

2. レーザー走査超音波可視化システム

図1にレーザー超音波可視化システムの写真を示す。パルスレーザー(媒質:YAG,波 長:1064 nm,パルス幅:1.5 ns,ビーム径:1 nm,繰り返し周波数:最大2kHz,パルス エネルギ:最大2mJ)を用いて発振させたレーザー光のビーム径を焦点可変レンズによっ て絞り、2軸ガルバノミラーを用いて検査領域内の被検体表面を格子状に照射しながら高 速走査(最大毎秒2000点)を行う。レーザー光を表面に照射することで発生する熱励起 超音波を被検体表面の一点に固定した超音波探触子で検出する。検出された超音波信号を プリアンプで増幅し、周波数可変フィルタで必要に応じてフィルタ処理を行い、高速 A/D 変換ボードを介してコンピュータに収録する。ここで、超音波伝搬の相反性²(送受信を 入れ替えても受信波形が変化しないこと)を利用することで、各レーザー照射点で励起さ れた超音波信号の振幅を輝度変調しながら時系列的に画像表示すると、あたかも超音波探 触子から発生する超音波の伝搬を可視化することができる。ここで、レーザーの焦点距離 や入射角の調整はほぼ不要であるため、曲面や段差などを有する複雑形状物体に対しても 適用可能である。



図1. レーザー走査超音波可視化システム

3. 鋼橋の溶接部表面き裂検査

開発したレーザー超音波検査装置を用いて、茨城県内の国道に架かる跨道橋に発生して いる表面疲労き裂を塗膜上から検出できるかどうかの実地試験を行った。図2に実地試験 の様子および検査対象部位を示す。検査部位は主桁上フランジと補剛材の溶接部であり、 予め塗膜を剥がして磁粉探傷試験を行った結果、疲労き裂が確認されており、その後、剥 がした塗膜を修復している。



図2. 跨道橋における実地試験の様子



図3. レーザー超音波検査装置によって検出されたき裂エコー

図3にレーザー超音波検査装置によって得られた超音波伝搬映像に画像処理を施した結 果を示す。このような複雑形状の対象物でも超音波伝搬映像が計測可能であることをまず 実証することができ、さらに約15mmの幅で反射エコーが確認された。このエコー発生箇 所は磁粉探傷試験で検出された長さ約13mmのき裂箇所と正確に一致していた。以上のこ とから、本手法で塗膜上から疲労き裂の発生とその長さを推測できることが確認された。

4. CFRP/金属の接着接合部剥離検査³

自動車および航空機などでは、軽量化のために軽量材料を適材適所に用いるマルチマテ リアル化が進んでいるが、そのような異種材料間の接合に接着接合を適用する動きが高ま っている。しかし、一般的な機械接合に比較して接合の信頼性の確保が難しいことから、 接着接合部の効率的な検査手法の確立が求められている。

図4に示すようなCFRP/アルミニウム接着接合部に人工剥離を導入した試験体を作製し、 これらの人工剥離検出にレーザー走査超音波可視化法を適用した。まず、200 kHz の低周 波超音波を用いて接合部全体について迅速スクリーニング検査を行い、続いて 8 MHz の高 周波超音波透過法を用いて、スクリーニング検査により検出された 5×5 mm の剥離部の詳 細検査を行った結果を合わせて図5に示す。スクリーニング検査によって得られた超音波 伝搬可視化映像および最大振幅画像からすべてのサイズの人工剥離が検出されており、さ らに詳細検査によって剥離の形状を鮮明に映像化することができ、サイズも高精度に計測 可能であることがわかった。以上の結果より、接着接合部の検査に本手法の適用可能性が あることが確認された。



図 4. 接着接合部に人工剥離が導入された CFRP/アルミニウム試験体



図 5. CFRP/アルミニウム接着接合部のレーザー超音波検査結果 (左)低周波超音波を使用した迅速スクリーニング検査結果 (右)高周波超音波を使用した詳細検査結果 5. 今後の展開

これまでは高感度で低価格の接触式超音波センサを使用してきたが、遠隔検査に対する ニーズが高いことから、レーザー超音波の検出にレーザードップラ振動計を適用した計測 システムの開発に着手している(図1)。接触式超音波センサに比較すると感度が極めて低 いために、実用化に向けた課題はまだまだ多いものの、実験室レベルでは金属板および CFRP 板を伝搬する超音波の可視化映像の計測は実現できている。

また、人の目に頼らず、自動的に欠陥を認識し、検出さらには評価を行うことが可能な 画像解析手法についてもニーズが極めて高い。これに対して、機械学習に基づく超音波画 像解析による欠陥自動検出技術の開発を開始しており、将来的には両者を融合させた"欠 陥自動認識アルゴリズムを組み込んだ遠隔超音波可視化検査システム"の実現に向けて 研究開発を進めていく。

謝辞

本研究の一部は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委 託事業未来開拓研究プロジェクトおよび総合科学技術・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」(管理 法人:JST)によって実施したものである。

- ¹ J. Takatsubo, B. Wang, H. Tsuda and N. Toyama, J. Solid Mech. Mater. Eng., 1, 12 (2007).
- ² S. Yashiro, J. Takatsubo, H. Miyauchi and N. Toyama, NDT&E Inter., 41, 2 (2008).
- 3 遠山暢之、山本哲也、卜部啓、津田浩,日本複合材料学会誌,43,5 (2017).



















-79-



し、「「「」」、「」」、「」」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「

ポスター発表

レーザー励起超音波伝搬現象の映像化による欠陥評価技術 非破壊計測研究グループ 山本 哲也、叶 嘉星、ト部 啓、遠山 暢之

要旨

レーザーにより励起された超音波の伝搬現象をその場でほぼリアルタイムに計 測・再現して、実構造物や各種部材に内在する欠陥を高速診断できるレーザー励 起超音波検査システムの研究開発を当グループで行っている。被検体を伝搬する 超音波を可視化することで超音波非破壊検査に関する専門的知識を有していなく ても容易に欠陥診断を行うことができることが本手法の特徴の一つである。本シ ンポジウムでは、当グループで行っているレーザー走査による超音波伝搬現象映 像化探傷技術の特徴・動作原理について述べ、最新の取り組み状況について紹介 する。特に、完全非接触探傷を意図したレーザードップラー振動計による計測系 の構築、および取得された画像・映像からの欠陥の自動検出法に関して議論する。

1. はじめに

レーザーにより励起された超音波の伝搬現象をその場でほぼリアルタイムに計測・再現 して、実構造物や各種部材に内在する欠陥を高速診断できるレーザー励起超音波検査シス テム(図1)の研究開発を当グループで行っている^{1,2}。本検査システムは、レーザーによ り励起された超音波を可視化(動画表示)(図2)することにより欠陥検出を行う手法であ り、従来から一般的に行われている被検体からの複雑な波形(信号)成分から欠陥検出を 行う超音波探傷技術と比較して、欠陥判定において専門的な経験や技能が不要であり、複 雑形状部材の検査も短時間で行うことが可能である。

このシステムでは、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、 レーザー照射点を格子状に高速走査しながらもう1点に配置されたセンサで受信した超音 波信号を収録する。それらの収録信号を再構成することで、超音波が伝搬する様子を映像 化することができる。ここで、もし被検体に欠陥が存在すれば波紋状に拡がる欠陥エコー が伝搬映像として観察できるので、超音波非破壊検査に関する専門的な知識や経験がなく ても欠陥診断が可能となる。本装置を用いた映像化により、これまでサブミリオーダーま での極めて微小な欠陥検出を実現しており、本装置の高いポテンシャルが既に実証されて いる。本装置は既に産総研発ベンチャーを介して製品化(図 3)されており、国内外への 販売実績を有している。

このシステムを表面が高温・複雑形状である試験片や容易に立ち入ることが困難な場所 にある構造物、ライン生産工程における製品検査など、接触型センサを直接配置すること が困難なケースに適用を広げていくことを考えると、受信側も非接触化することが必要と なる。また、従来は可視化された動画像等を直接目で見て欠陥検出を行っていたが、当該 判定処理を自動化することができれば、検査における人的労力の更なる軽減を図ることが 可能となる。

本シンポジウムでは、当グループで行っているレーザー走査による超音波伝搬現象映像 化探傷技術の特徴・動作原理を説明し、完全非接触探傷を意図したレーザードップラー振 動計による計測系の構築、および取得された画像・映像からの欠陥の自動検出法の開発な ど、最新の取り組み状況について紹介する。

2. 測定手順

レーザー励起超音波映像化システムの概略を図1に示す。なお、ここでは従来の接触型 のセンサを用いたシステムについて記述する。パルスレーザーを被検体表面に照射して 熱歪超音波を発生させ、レーザー照射点を格子状に高速走査しながら、もう1点に配置 された探触子(センサ)で伝搬してきた信号(波形)を受信する。ここで、信号の励起 (送信点)に関しては、被検体表面上のある特定の検査範囲(複数点)についてレーザ ー走査により行い、信号の受信(受信点)に関しては、あらかじめ1点に定められた(固 定された)探触子により行う。機器類(レーザー、ミラー、高速 A/D 変換器等)につい ては、LabVIEW[®]により作成したソフトにより同期制御を行い、受信した波形データは、 低雑音増幅器、フィルタ、高速 A/D 変換器を介してパソコンに収録する。それらの収録 信号を再構成することで、超音波が伝搬する様子を映像化することができる。実際の測 定においては、上記のようにレーザーにより超音波を励起し固定点の探触子において信 号の受信を行っているのであるが、波動伝搬の相反性を利用することで、受信点である 探触子から発信された超音波の伝搬状況を動画像としてモニタ上に表示させて欠陥判定 を行うことになる。

3. 映像化の動作原理

パルスレーザーの2次元走査に関しては、受信センサの位置を固定して超音波の励起側 (送信側)となるレーザーの送信点(照射点)の位置を少しずつ変えながら送受信の操作 を繰り返すことで、レーザー照射点数に応じた本数の信号を計測・収録することになる。 ここで、ある1点でのレーザー照射点からの伝搬信号(波形)そのものは、被検体の形状 や送受信点における位置関係、欠陥における情報や探触子における特性等を含んだ極めて 複雑な波形となり、そのままの状態では判別が難しい。しかしながら、被検体を伝搬する 波の挙動を映像化することができれば、直観的な把握が可能となり欠陥診断が容易となる。 例えば、被検体表面上のある特定の検査範囲についてレーザー照射を行うことで、受信探 触子に近い点では波面が早く到来し、遠い点では波面が遅れて到着するといった位置情報 も波形成分として含まれることになり、それらの波形列を面状に並べて時間軸方向に対し てその強弱を可視化することにより波が拡がっていく様子を映像化することが可能とな る。これが超音波の伝搬状況を示す動画像となる。また、ある位置において時間軸に平行 な切断面で切り取ってその強弱を可視化すれば、その傾きが波の速度を示す B スコープ図 となる。もし、被検体に微小な欠陥が存在すれば、その点を中心として波紋状に拡がる欠陥エコーが伝搬映像として観察できるので、超音波非破壊検査に関する専門的な経験や技能がなくても欠陥検出が可能となる。

4. 現状の課題・解決策

レーザー励起超音波可視化システムの開発を行う過程で直面したこれまでの課題やそ の取り組みに関しては、前回の当部門シンポジウム報告集において特に数値(画像)処理 の観点を中心に記述した³。しかしながら、いまだ解決すべき課題が残されているのが現 状である。例えば、表面が高温・複雑形状である試験片や容易に立ち入ることが困難な場 所にある構造物、ライン生産工程における製品検査など、接触型センサを直接配置するこ とが困難なケースにおいては、レーザーによる非接触での超音波の励起のみならず、受信 側においても非接触となる完全非接触(送受信ともに非接触)での計測アプローチが必要 になる。当グループでは、本課題を解決する手法として空中探触子を用いた完全非接触欠 陥診断システムの構築(図4)を行い、各種被検体の映像化に成功している^{4,5}。空中探触 子は、被検体に直接触れることなく信号を検出することができるという極めて優れた特長 を有する一方で、被検体と空気という音響インピーダンスの大きく異なる空間を介して信 号をやり取りしなければならず、加えて、空間を伝搬する超音波は空気による減衰の影響 を受けるため、極めて微弱な信号を取り扱わなければならないというのが難点の一つであ る。そのため、本装置においては、プリアンプ、レシーバー、バンドパスフィルタにおけ る増幅機能を利用し、多段での信号の増幅を行っている。併せて、同一の検査領域を複数 回(本装置においては4~10回程度)レーザー照射して平均化(アベレージング)を行い S/N 比の向上を図っている。なお、通常の接触型探触子での計測の場合には、所望の信号 波成分が十分に大きいため、基本的に1回のみのレーザー照射による信号の受信(平均化 不要)で十分である。空中探触子を用いた測定における新たな観点として、本測定におい ては被検体に対して探触子を傾斜させて特定モードの板波を臨界角付近で受信するため、 探触子傾斜方向への指向性が生じ、空中探触子を従来のようにレーザーの2次元走査と組 み合わせて可視化しようとすると、接触型探触子を用いた場合における水面での波紋のよ うな広範囲にわたる円形状(放射状)の映像にはならず、傾斜方向(特定方向)のかなり 角度範囲の限られた扇形状の映像になり、かなり大きな被検体や広い領域の診断には適さ ない。そこで、空中探触子は受信点の移動が簡単であるという利点を活かすことにより、 レーザーの縦方向の1次元走査と被検体の横方向の機械的な移動を組み合わせることで、 接触型探触子に見られるような放射状に伝搬する映像に代わり、直線的に伝搬する超音波 の映像(図4)を用いることで広範囲にわたる検査領域の欠陥診断を行うこととした。

5. 最新の取り組み状況

当研究グループでは、前述の空中超音波探触子を用いた方法以外にも、現在、レーザー

ドップラー振動計(LDV)(図5)を使用した完全非接触による超音波の検出・映像化に取り組んでいる。本手法では、空中超音波探触子のケースと同じく極めて微弱な信号を取り扱うことになるため、受信信号に関してはアンプによる微弱な信号の増幅とともにアベレージングの利用によるS/N比の向上を図っている。一方、レーザードップラー振動計においては、空中探触子における前述の映像化の問題を考慮する必要がないので被検体の機械的な移動は用いずに、従来の接触型探触子での計測と同じく超音波励起用レーザーの2次元走査のみで、広範囲な検査領域の映像化を短時間で行うこととしている。また、レーザードップラー振動計は干渉を利用しており被検体で反射された送信レーザー光が適切に振動計に戻ってくる必要があるが、被検体の材質や表面の状態、レーザーの入射角によっては本条件が適切に満足されない場合がある。そこで、被検体表面上のレーザー照射点に再帰反射シールを使用して反射率の向上を図ることが多い。再帰反射シールは、照射されたレーザー光を入射波方向に適切に反射させた場合でも被検体からの超音波信号の受信が可能であることを最近の我々の実験により確認している。

また、従来は可視化された静止画や動画像を直接目で見て欠陥診断を行ってきたが、当 該判定処理を自動化(自動判定)することができれば、検査における人的労力の更なる軽 減を図ることが可能となる。機械による自動判定は、人間の目による見間違いや見落とし などのヒューマンエラー防止にも大いに役立つ。著者らはこれまで取得画像からの自動判 定の取り組みの一環として、各種アルゴリズムを適用した伝搬軌跡の追跡による欠陥位置 標定や円形状に拡がる波頭面からの欠陥中心位置の検出の報告を行ってきたが、より実用 的な自動検出化に向けて医療画像における患部の自動検出手法の応用を現在検討中であ る。機械学習の手法を適用すれば、ノイズに埋もれて人間の目では判断が困難な僅かな画 像の変化に関しても判別が可能であることが知られている。レーザードップラー振動計で 取得した極めて弱い信号の画像情報において本手法の適用が大いに期待される。

6. むすび

本シンポジウムでは、レーザー走査による超音波伝搬現象映像化の動作原理について述 ベ、当グループで行っている最新の取り組み状況について紹介した。本稿では特に、当グ ループで行っている完全非接触による超音波映像化探傷技術の取り組みの例として、空中 超音波探触子を用いた計測法の確立と、レーザードップラー振動計による計測法の構築に 関して言及した。前者は既に可視化に成功しており、後者は現在研究・開発を推進中であ る。完全非接触計測手法に共通する課題とその解決法、それぞれの手法における特徴等に 関しても記述した。また、取得された画像・映像からの欠陥の自動判定法に関しても簡単 に触れた。

今後とも更なる当該技術の高度化及び高感度化の取り組みを本検査装置に関して継続 的に行っていくとともに、成果の普及に向けてこれまで以上に実構造物や各種部材等への 適用によるレーザー励起超音波映像化探傷技術の適用性の範囲拡大に向けての検討等を 行っていく予定である。



図 1. レーザー励起 図 2. 欠陥検出画像の例 超音波検査システム 図 3. 産総研技術移転ベンチャー つくばテクノロジー(株)により 製品化



図 4. 空中探触子を用いた完全非接触検査

システムおよび伝搬映像の例

図 5. レーザードップラー振動計(L DV) を用いた完全非接触検査システム

謝辞 本研究は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(C) 25420426 の一部として実施されました。心より御礼申し上げます。

1高坪, 非破壊検査, 57(4), 162 (2008).

- ² 遠山他, 日本複合材料学会誌, 43(5), 201 (2017).
- 3山本他,分析計測標準研究部門第2回シンポジウム報告集,139(2016).
- ⁴卜部他, 非破壊検査, **61**(10), 537 (2012).
- ⁵卜部他, 日本複合材料学会誌, **38**(5), 183 (2012).

⁶遠山他,安全・安心な社会を築く先進材料・非破壊計測技術シンポジウム論文集,33 (2017).

Research Institute for Measurement and Analytical Instrumentation



〇山本哲也、叶嘉星、卜部啓、遠山暢之 非破壊計測研究グループ

1. 研究・開発の背景

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。これらの課題を解決する新しい検査手法と して、当グループでは、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、実構造物や各 種部材に内在する欠陥を高速検査できるレーザー励 起超音波検査システムの研究開発を進めている。

2. 測定手法

パルスレーザーを被検体表面に照射して熱歪超音波 を発生させ、レーザー照射点を格子状に高速走査しな がらもう1点に配置された探触子で受信した超音波を収 録する(図1)。それらの収録信号を再構成することで、 図2に示すような超音波が伝搬する様子を映像化するこ とができる。直観的に判別可能な"映像(画像)"を利用 することで、非破壊検査に関する専門的な知識や経験 がなくても欠陥診断が容易である。本装置は産総研発 ベンチャーにより既に製品化(図3)されている。

3. 現状の課題・解決策

表面が高温・複雑形状である試験片や容易に立ち入 ることが困難な場所にある構造物など、接触型センサ を直接配置することが困難なケースに適用を広げてい くことを考えると、受信側も非接触化することが必要とな る。当グループでは、空中探触子を用いた完全非接触 欠陥診断システムの構築(図4)を行い、既に各種被検 体の映像化に成功している。次のステップとしては、遠 隔での高感度な完全非接触での計測が実現できる レーザーにおけるドップラー効果を利用した超音波の 検出・映像化の研究開発を進めている。

また、従来は可視化された静止画や動画像を直接目 で見て欠陥診断を行ってきたが、当該判定処理を自動 化(自動判定)することができれば、検査における人的 労力の更なる軽減を図ることが可能となる。

最新の取り組み状況 4

完全非接触検査を意図したレーザードップラー振動 計による計測系の構築(図5)、および取得された画 像・映像からの欠陥の自動検出法に関して鋭意研究 に努めている。

図1. レーザー励起超音波検査システム



 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

- : YAG (1064nm)
- レーザー:YAG (1064nm) レーザー出力:最大2mJ@1kHz 超音波透過板厚:0~100mm

図2. 開発した検査システム による欠陥検出画像の例

図3. 産総研技術移転ベン チャーつくばテクノロジー(株) により製品化



図4. 空中探触子を用いた 完全非接触検査システム



完全非接触検査システム



10.0	50	c	-			
N 2	51	e		11	sР	20
6.0	54	6				12

機械学習によるパターン識別と社会インフラ診断への応用 非破壊計測研究グループ 叶 嘉星、山本 哲也、遠山 暢之、津田 浩 人工知能研究センター 人工知能応用研究グループ 岩田 昌也、村川 正弘

Abstract

Maintenance, rehabilitation and replacement of aging civil infrastructures pose worldwide pressing problems to human society. Artificial intelligent (AI) techniques have been regarded as efficient methodology to exploit massive sensor data for accurate inspection of structures. This presentation demonstrates our research results on tackling structure inspection issues using AI technologies, including the topics of water pipe leakage detection, computerized hammering echo analysis for concrete structure inspection, and ultrasonic wave propagation video sequence analysis. Those systems can be regarded as successful prototype of practical AI applications for SHM. Furthermore, we believe that data-driven AI techniques can further contribute to a wide variety of non-destructive evaluation applications, not limited to the examples discussed in this study.

1. Introduction

Machine learning has been quietly working in the background for years, powering mobile search engines and electronic commerce. But in recent years, it garnered plenty of interests due to its significant progress in multiple tasks, such as automatic speech recognition and visual object detection/classification. Fundamentally, the rapid rise in data and computing capabilities has made this exponential progress possible. The thrive of machine learning application development leads to a situation that wide variety of conventional fields start to "RETHINK" the way of working and expecting to replace part of current labors by using autonomous/intelligent systems so as to save the cost in operation. In the past couple of years, we drew special interests in the development of smart non-destructive evaluation systems by using advanced machine learning techniques and we report latest status in this report. At this well beginning, we first present a general scheme for



machine learning systems in Figure 1. All systems introduced in the following contests are complied with this high-level systematic design. Now, we introduce our practices in the intelligent non-destructive test systems by topics.

Figure 1. General flow of applied machine learning system .

2-1. 水道管の漏水を学習型異音解析技術で検知 [Detection of Water Leakage from Water Pipes Using a Learning-type Sound Anomaly Analysis Technology]

It is a joint research between Nihon Water Solution Co. Ltd (NWS) and AIST, which aims at developing a technology to narrow down the locations of suspected water leakage with high-accuracy in advance, using a sound anomaly analysis technology which learns judgments of skilled workers by machine learning. ¹ The background of this research is that a large amount of the water pipes will be soon reaching its statutory usage life (40 years) and should be carefully examined. Currently, water leakage detection relies heavily on the skilled workers, which are quite limited in Japan. To deal with such practical challenge, we proposed smart system for leakage detection. As follows, we present a chart (Figure 2) to illustrate how the proposed smart system facilitates current pipe condition inspection tasks.



Figure 2. Working flow of water leakage detection with AI-based leakage detection system.

Moreover, we present an algorithmic chart flow of the proposed system in Figure 3.From technical aspects, the proposed system had been established with two major features: 1. by providing the computer with case records of judgment made by skilled workers, the algorithm can automatically learn the optimum rules to detect leakage sound. The second feature is that we devised a set of efficient feature representations which are very sensitive for presence of water leakage and robust to environmental noise. As a result, proposed method reduced false alarm by four fifth, compared with previous devices, enabling a significant working load reduction for skilled workers.



Figure 3. Chart flow of water leakage detection with AI-based signal analysis system.

2-2. 学習型打音解析技術の研究開発 [Development of an analysis technology for hammering-echo based on machine-learning techniques]

Hammering inspection, as one most applied non-destructive test (NDT), had been extensively applied in plenty of infrastructure inspection tasks. However, there is one major drawback in current hammering inspection, which is it relies on subjective individual judgment in interpreting test results. In this research, we develop data-driven echo pattern analysis system with well-established objective for hammering investigation.² The system incorporates three key components: 1. Hammer positioning unit, which exactly captures the location of each hammering. 2. Hammering echo signal pattern investigation for anomaly degree computation. For each hammering echo, we will assign an anomaly degree indicating the defects through outlier pattern finding algorithm. 3. Noise robust matching between echo sound and location information sheet for report generation. We synchronize the two-way information so as to produce the anomaly degree map on the target inspection object. In Figure 4, we show the working image of the proposed system, and a condition map can be immediately obtained after hammering inspection. The system is under modification and we hope it can be simply used for various types of concrete structures.



Figure 4. Demonstration of the developed AI hammering inspection/visualization system.

After introduction the general idea and scheme, we get into details in the composition of the proposed hammering echo analysis system for concrete condition assessment. To summarize the key components, we present a diagram in Figure 5. Also, we present a brief introduction to each part.



Figure 5. The diagram of proposed hammering echo analysis system with key components.

At data/label collection stage, the onsite experts capture hammering echo data with manual labels. Those data is schemed to train the echo signal pattern analysis model. However, it is inevitable that human/device error can enter. We developed data filtering scheme to screen out those data errors. Subsequently, we investigate the captured audio data to segment all echo sounds. It is obvious that field working sites can be noisy and varying, to deal with the dynamic environmental sound, we proposed efficient echo signal detection algorithm with high accuracy and efficiency. Also, band pass filer is employed to remove the strong low frequency noises. After obtaining a batch of echo spectrum vectors, we further performed feature engineering, aiming at reducing the data dimension and retaining discriminant information in both OK/NG echoes as well.³ This step involves much statistical and physical knowledges, because it is the deterministic stage for achieving good pattern classification/machine learning systems. Finally, we deliver the well-designed features to classifiers, which in charge of discerning the echo reflecting normal or defective patterns. We begin with simple and fast linear classification algorithms, such as linear discriminant analysis (LDA) and logistic regression (LR). Then, we further evaluate non-linear schemes, including support vector machines (SVM). The performance can be improved together with incremental data collection size.



Figure 6. System design of hammering echo analysis system for concrete condition inspection.

Particularly, the proposed system has been equipped with an incremental learning algorithm that can continuously improve its performance as new data/label come into. In general, supervised machine learning algorithms can produce satisfying results for classification tasks. However, in real scenarios, i.e. hammering echo sound pattern classification we are encountering, it is impossible to collect all echo data with labels at once. An efficient mechanism is one must-have function in practical pattern classification system design. To demonstrate this idea, we present an illustration in Figure 6. The basic idea is that the echo data/labels can be collected at multiple sites and those data should be independent between each other. To elaborate our echo pattern classification system, we would like to take full advantages of those new-coming data. The model updating should be in parallel at multi sites and also, from ultimate objective viewpoint, every iteration of update should minimalize the echo pattern prediction error function. It is the design principal of our system.

2-3. 欠陥自動認識アルゴリズムを組み込んだ完全非接触超音波可視化検査

AI technologies demonstrated enormous potentials for real world visual information processing. We participated a project to devise computer vision/image processing techniques to develop efficient computerized ultrasonic wave propagation image analysis system for non-destructive testing (NDT) of plate structures. The system consists of three core components: 1. Background/foreground information decomposition. 2. Three-way information extraction from time-/x-/y- coordinates. It is noteworthy that the time information is quite important, especially by combining the temporal information with spatial (x-/y-) propagation. Such three-way data exploits rich information in the ultrasonic wave propagation image sequences and can greatly facilitate the video content analysis. 3. Supervised machine learning algorithms, i.e. support vector machines, for defect pattern detection. Since this project is still undergoing, we present some intermediate results as follows.



Figure 7. Demo of fore-/background decomposition of ultrasonic wave propagation images.

From the above chart (Figure 7), we can see the wave propagation images had been decomposed into two components: background low frequency dynamics (middle image) and foreground high frequency textures (right image). In our next step, we will focus on the patterns in high frequency region for defect detection. We will update the results soon.

¹プレス発表,"水道管の漏水を学習型異音解析技術で検知",2014年6月25日 産業技術総合 研究所 HP. (http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2014/pr20140625/pr20140625.html).

²プレス発表,"人工知能を用いた打音検査で点検漏れを防止するシステムを開発",2017年6月1日産業技術総合研究所 HP.

⁽www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2017/pr20170601/pr20170601.html).

³ Jiaxing. Ye; T. Kobayashi; X. Wang; H. Tsuda; M. Masahiro, "Audio Data Mining for Anthropogenic Disaster Identification: An Automatic Taxonomy Approach," in IEEE Transactions on Emerging Topics in Computing, no.99, (2017).

NUCLEAR

0.1014

ANG TARA

NACES (COM

4.0014

818



Maintenance, rehabilitation and replacement of aging civil infrastructures pose worldwide pressing problems to human society. Artificial intelligent (AI) techniques have been regarded as efficient methodology to exploit massive sensor data for accurate inspection of structures. This presentation demonstrates our research results on tackling structure inspection issues using AI technologies, including the topics of water pipe leakage detection, computerized hammering echo analysis for concrete structure inspection, and ultrasonic wave propagation video sequence analysis. Those systems can be regarded as successful prototype of practical AI applications for SHM. Furthermore, we believe that data-driven AI techniques can further contribute to a wide variety of non-destructive evaluation applications.

2812

125

1000

2-122

100

11-00

2. 研究・開発の内容

2-1 水道管の漏水を学習型異音解析技術で検知

今回用いた漏水異音解析技術の特徴は大きく2点ある。1点目は、人間が あらかじめ何が異常音であるかを決めておくのではなく、コンピューターに 熟練工の判断事例を与えて、異常音を検知するための最適なルールを自 動的に学習させる点にある。また、2点目の特徴は、コンピューターに判 断事例を与える際の音の特徴量の算出方法にある。一般的に異音解析 では、解析対象とする音の波形から、特徴量と呼ばれるコンパクトでかつ 判断に役立つ情報を算出する。従来の異音解析技術では、この特徴量と してフーリエ解析(周波数解析)の結果を用いることが一般的であったが、 漏水音の検知には不十分であった。そこで今回開発した異音解析技術で は、周波数解析に加えて、時間軸・向の変化も特徴量に加味することで、 コンピューターでの学習を行いやすくした。

2-2 人工知能を用いた打音検査で点検漏れを防止するシステムを開発。

機械学習による異音解析技術を適用する際は、学習のためのデータが十 分に集まっているかが課題となる。特にインフラ構造物を対象とする場合、 構造物の材質や形状、点検ハンマーの種類などのバリエーションが大きい ため、それらを網羅できるデータをすぐには集められない場合が多い。この 課題を解決するために、今回、装置を使いながら機械がその場で学習して いくオンライン学習手法を導入した。まず、点検作業前に、明らかに正常と 思われる箇所を打撃し(おおむね10秒程度)、それらの打音に共通の特徴 から検査対象の正常な打音のモデルを構成する。その後検査モードを開始 し、正常な打音モデルから逸脱した打音を異常として検出する。正常モデ ルから逸脱しなかった打音は正常であると仮定して、正常モデルを逐次更 新していく。このようにバリエーションが大きい対象物の正常データを、打音 検査を進めると同時に機械が学習していくことで、十分なデータが集まって いない段階でも検査が可能となる。



AZDRAGO COMPREMENTAL AND PROVIDENT AND

3. 結論および今後の展開

今後は、漏水異音解析検知技術を改善し、誤判定をさらに低減させる。今回開発したAI打検システムは、今後は実構造物での 実証試験を重ね、本システムの完成度を高めていく。また平成30年度以降の社会実装を目指して、SIP地域実装支援チームと 協力しながら、製品開発体制を平成29年度中に構築する。

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



赤外線カラー暗視技術の研究開発

ナノ分光計測研究グループ 永宗 靖、中村 健 分析計測標準研究部門 時崎 高志

要旨

暗視撮影を必要とする分野では、赤外線暗視カメラが使用されてきたが、従来技術ではモノクロの映像しか撮影出来なかった。一方、赤外線撮影において、肉眼に近いカラー映像が撮影出来れば、これまでとは質的に異なる情報が得られ、前述の分野などで新しい展開が期待される。本ポスターセッションでは、これまで開発してきた赤外線のみでカラー映像の撮影を実現する赤外線カラー暗視撮影技術の研究開発について紹介を行った。

1. はじめに

従来から、夜間の防犯や動物観察などの暗視撮影を必要とする分野では、赤外線暗視カメ ラが使用されてきたが、モノクロの映像しか撮影出来なかった。近年、より詳細な映像情 報を得るためカメラの HD (High-definition) 化が進められてはいるが、依然としてモノク ロ映像である。一方、赤外線撮影により肉眼に近いカラー映像が撮影出来れば、これまで とは質的に異なる情報が得られ、前述の分野などで新しい展開が期待される。

本研究では、これまで、赤外線照明だけを用いて被写体のカラー動画を得ることが出来 できる赤外線カラー暗視撮影技術を開発してきた¹⁻³。これは、物体の可視光領域の反射特 性と赤外線領域の反射特性の間にある弱い相関関係に基づいて赤外線画像に表色処理を 行い、可視光下での被写体の色と同一かそれに近い色にカラー化する技術で、暗闇(ゼロ ルクス)でも被写体のカラー動画をリアルタイムで撮影することができる。これまで、LED を順次交番点滅させる LED 点滅単板方式(方式1)¹、複合プリズムを用いた三板方式(方 式2)²、最先端の加工技術を用いた単板ベイヤー方式(方式3)³による赤外線カラー暗視 カメラを試作してきた。

2. 研究内容

図1は、可視光領域から近 赤外線領域に渡る人の目の3 つの錐体細胞(S, M, L)の光 感度特性⁴とシリコン(バル ク)の光感度特性(受光感度) を示す。暗視撮影技術の一つ として、人の目には見え難い あるいは見えない近赤外線 が、シリコンを受光部に用い



図 1. 人の目とシリコンの光感度特性

たイメージセンサーでは検出 可能であることを利用した技 術があるが、従来のモノクロ 撮影に対し、本撮影技術では、 人の目の錐体細胞や可視光用 カラーカメラが可視光領域に おいて行っているように、近 赤外線領域においても、波長 を3つの波長領域に分割して それぞれ被写体を撮影しそれ



図2.赤外線カラー暗視撮影

ら3つの画像に可視光の3原色に対応する色を表色することでカラー化を実現している。 この際、例えば、本技術の方式3では、ブロードな波長範囲を持つ近赤外線などを暗闇 における被写体に照射し、被写体に反射された近赤外線を、カメラに内蔵された赤外線領 域にも3つの分光特性を有するフィルターが被着されたイメージセンサー上にレンズで結 像することにより撮影する(図2)³。ここで、それぞれ撮影された3枚の分光画像に3原 色に対応する色をそれぞれ表色してカラー化するが、ある特定の表色により得られるカラ ー画像が可視光下での被写体の色と同一または近似した色によるカラー画像となる場合 があることが分かっている⁵。そして、高速でそのような表色を行う信号処理により、赤 外線カラー画像をリアルタイムで撮影、表示あるいは録画することが出来る。



図 3. 通常の可視光カラー撮影(左)と赤外線カラー暗視撮影(右)(VGA 画質)

3. 研究結果と考察

図3の左の写真は可視光下における撮影例、右の写真は本技術による赤外線カラー撮影画像の例である^{6,7}。表色に改善の余地はあるものの、赤外線撮影によるカラー画像に関して も可視光下における通常のカラー画像に近い演色性を有していることが分かる。

図4は、暗闇における様々な被写体の別の撮影例であるが、解像度がFull-HD(1920x1080 画素)と大幅に改善されており、HD化とカラー化の両方を実現している。



図4. 赤外線カラー暗視撮影(Full-HD 画質)

物質は、それぞれ特有の色を呈するが、その色あるいは反射スペクトルはその物質の持 つ可視光域における反射率、吸収率あるいは透過率によって決まる。電子物性的には、そ れらのパラメータは、物質表面または表面近傍の物質内の電荷と光子との相互作用に依存 する。ここで、物質固有の基礎吸収端または帯間遷移エネルギー準位が可視光域にある場 合、可視光域で変化する反射率、吸収率あるいは透過率を呈するので、その変化に伴う反 射スペクトルが色として人に認識される 5。

図 5(a)は、ある物質のバンドギャップ近傍のエネルギーバンド図を模式的に表したもの である^{6,7}。なお、ここでは、バンドギャップ内に不純物準位がある場合も併せて想定して



図 5. 相関関係発現の原理

いる。また、図 5(b)はそのような状況における散乱反射率(透過率)を示したものである。 次に、図 5(c)はシリコンの受光感度を示し、図 5(b)と図 5(c)の曲線を表す数値を波長毎に 掛け合わせて得られた数値による曲線すなわち検出率を図 5(d)に示す。

ここで、図 5(d)に見られるように、不純物がない場合、検出率は可視光および近赤外線 域をまたぐ 1 つのブロードなピーク構造となり(実線)、不純物がある場合は、可視光お よび近赤外線域にそれぞれ構造を有する 2 つのピーク構造となる(破線)。なお、価電子 帯のイオン化の程度は温度に強く依存が、室温などある程度安定した温度範囲ではイオン 化の深さは物質に依らず同程度であり、2 つのピーク構造の波長間隔も物質に依らず同程 度であると推定することが出来る。

このように、物体の可視光領域の反射特性と赤外線領域の反射特性の間に、弱いながら も相関関係を見出すことが出来る。そこで、このような相関関係を利用することで、赤外線 領域の反射測定により可視光領域の反射測定の結果すなわち素材の呈する色を推定すること が出来ると考えられる。

4. 今後の予定など

本赤外線カラー暗視撮影技術は、人体の 撮影など、医療への応用も可能であると 考えられる。図6は人の目の赤外線カラ ー画像例であるが、可視光画像とはやや 異なり、本来黒い光彩が青っぽく撮影さ れるのが特徴的である^{6,7}。本技術の一般 への展開や普及を促すには、顕微鏡との 組合せ等も有効ではないかと考えている。

本赤外線カラー暗視撮影技術や近赤外線を用いた技術の応用には、まだ、未開



図6.人の目の赤外線カラー暗視撮影例

拓の部分が多く、今後、新現象の発見など一層の発展が期待される。

¹ http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2011/pr20110208/pr20110208.html 産総研プレス発表 (2011.2.8).

² http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2012/pr20121203/pr20121203.html 産総研プレス発表 (2012.12.3).

³ http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2014/pr20140514/pr20140514.html 産総研プレス発表(2014.5.14).

⁴ http://www.cvrl.org/

5特許第 5874116 号.

⁶ MICROOPTICS NEWS 微小光学研究会機関誌 第 140 回微小光学研究会 Vol. 34, No. 2, p. 23-28 (2016.7.19).

⁷電気学会研究会資料 The Papers of Technical Meeting on "Optical and Quantum Devices", IEE Japan 光・量子デバイス研究会 OQD-16-076~079, p. 5-9 (2016.9.20).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

赤外線カラー暗視技術の研究開発

○永宗 靖、中村 健、時崎 高志 (国)産業技術総合研究所

1. 研究・開発の背景

夜間の防犯や動物観察など暗視撮影を必要とする分野では、赤外線暗視カメラが使用されてきたが、これまで、モノクロの映像しか撮影出来なかった。また、それらの赤外線撮影において肉眼に近いカラー映像が撮影出来れば、視認性が向上するだけでなく、これまでとは質的にも異なる情報が得られ、前述の分野などで新しい展開が期待される。



ステンレス鋼の陽電子分光による疲労損傷評価

X線・陽電子計測研究グループ Mao Wenfeng、オローク ブライアン、 大島 永康 製造技術研究部門 構造・加工信頼性研究グループ 原田 祥久、名越 貴志

Abstract

We have measured positron lifetime of SUS316L stainless steel which had been mechanically fatigued via a low cycle constant-strain fatigue test. Fatigue tests were performed at room temperature (26 °C) and high temperature (550 °C). An overall increase of positron average lifetime for cycle fatigued SUS316L at both 26 °C and 550 °C is observed with increasing fatigue cycle number, due to the generation of defects. The positron lifetime reaches saturation at 50 % of the fracture cycle number. The average positron lifetimes of 550 °C fatigued samples are smaller than those of the samples fatigue at 26 °C, indicating some defects are diffused out by annealing during the fatigue test.

1. Introduction

Fatigue of structural materials such as stainless steels is a major engineering problem and a lot of research effort has been directed to the development of methods to characterize the fatigue process ^{1, 2}. We have used positron annihilation lifetime spectroscopy (PALS) to characterize the defect evolution in SUS316L stainless steel as the material is progressively fatigued in a strain controlled fatigue test.

Positron annihilation techniques have been well developed for the studies of microstructural defects in condensed matter. When positrons are implanted into matter, they annihilate with electrons and emit gamma rays. The annihilation of positron with electron provides abundant information on the physical and chemical environment at the annihilation site. Defects such as vacancies and dislocations can be investigated using positron annihilation radiation.

2. Experiment

2.1 Fatigue sample preparation

The material used in this study was commercial SUS316L stainless steel. The samples were subjected to a low cycle fatigue test by using a servo hydraulic universal testing machine (MTS810). The strain amplitude was ± 0.2 %. Both room temperature (26 °C) and high temperature (550 °C) fatigue tests were done. The fatigue cycle number (N) and fractured cycle number (N_f) for SUS316L are listed in Table 1.

After the fatigue test, the central part of the fatigue specimen was cut by electrical discharge machining, and subsequently polished by mechanical and electro polishing. A total thickness of

about 300 μ m was removed from the surface. The obtained samples have dimensions of about $10 \times 7 \times 1.5$ mm. The sample preparation procedure is shown in Figure 1.

N/N_f	0.1 %	0.5 %	1 %	10 %	50 %	100 %
26 °C	247	1235	2471	24712	123558	247115
550 °C	-	-	1078	10781	53905	107810

Table 1. Cycle number (N) and fractured cycle number (Nf) in the fatigue test



Figure 1. Sample preparation

2.2 PALS measurement

The positron measurements were carried out at room temperature. A schematic view for the PALS setup is shown in Figure 2. The ²²Na source (0.7 MBq) sealed with 7 μ m thick Kapton was sandwiched between two identical samples. The radioisotope ²²Na decays by emitting a positron and a gamma ray which processes an energy of ~1.28 MeV. The 1.28 MeV gamma ray is detected and set as the start signal and 0.511 MeV gamma rays could be observed when a positron annihilates with an electron by 2- γ annihilation; such 0.511 MeV gamma rays are used as the stop signal. The time between the start signal and the stop signal corresponds to the lifetime of positron. A total of ~3M counts was recorded for each PALS spectrum. Some typical PALS spectra for the as received and fractured samples are shown in Figure 3.The time resolution function of the PALS set-up is about 200 ps (FWHM). All the data was analyzed using the PALSfit program typically using two lifetime components, which are then mathematically weighted to give the average positron lifetime.



Figure 2. Schematic view of PALS setup

Figure 3. Typical PALS spectra

3. Results and discussion

Figure 4 shows the relationship between average positron lifetime τ_{Ave} and fatigue cycle number N. The overall tendency is that the τ_{Ave} increase with N for both room temperature and high temperature fatigue tests, indicating more defects are introduced into the material with increasing fatigue cycles. The result is consistent with previous studies ^{3, 4}. The average positron lifetimes tend to saturate when the fatigue cycle exceeds 50 % of the fracture cycle number.



Figure 4. The relationship between average positron lifetime and fatigue cycle number

Nevertheless, comparison of the data between the room temperature fatigued samples and high temperature fatigued samples reveals that the average positron lifetimes of the high temperature fatigued samples are shorter than those in the room temperature fatigued samples. And an obvious increase of τ_{Ave} was observed at $N = \sim 250 \ (0.1 \ \% \text{ of cycles to fracture cycle number})$ for 26 °C fatigued sample, while $\tau_{Ave} \ (\sim 0.110 \text{ ns})$ for 550 °C fatigued sample with $N = 10781 \ (1 \ \% \text{ of cycles})$ to fracture cycle number) is slightly shorter than that of the as received sample $(\tau_{Ave} \text{ is } \sim 0.118 \text{ ns})$.
This suggests that some defects remain in the as received sample and are annealed out at high temperature. Thus it is considered that the shorter positron lifetimes of high temperature fatigued samples may be due to annealing of defects at 550 °C.

4. Summary

Overall, τ_{Ave} increases with increasing the fatigue cycle number. The relatively longer τ_{Ave} of 26 °C fatigued samples indicates more defects are accumulated during the 26 °C fatigue test; some defects appear to be mobile and diffused out at 550 °C. An increase of τ_{Ave} was observed at N =~250 cycles (0.1 % of cycles to fracture cycle number) for 26 °C fatigued samples, while the τ_{Ave} for 550 °C fatigued samples with 10781 cycles is slightly shorter than that of the as received sample. Defects remain in the as received sample. This study shows that microstructural evolution of defects during fatigue could be well studied by PALS technique.

Acknowledgement

This work was supported by Cross-Ministerial Strategic Innovation Promotion Program Unit D66 innovative Measurement and Analysis for Structural Materials (SIP-IMASM) operated by the Cabinet Office of Japan. The authors would also like to acknowledge Dr. K. Ito (AIST) for support with the positron measurements, Dr. K. Sakaki (AIST) and Dr. Y. Kobayashi (AIST) for useful discussion.

- ¹ U. Holzwarth et al. Phys. Rev. B **69**, 094110 (2004).
- ² E. Dryzek, M. Sarnek. Acta. Phys. Pol. A **125**, 710 (2014).
- ³ K. Sakaki, T. Kawase, M. Hirato, M. Mizuno, H. Araki, Y. Shirai, M. Nagumo, Scripta Materialia, **55**, 1031(2006).
- ⁴ Y. Uematsu, T. Kakiuchi, K. Hattori, N. Uesugi, F. Nakao, Fatigue Frac Engne Mater Struct, **40**, 1143(2017).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

ステンレス鋼の陽電子分光による疲労 損傷評価

^OWenfeng Mao¹, Brian O'Rourke¹, Nagayasu Oshima¹, Yoshihisa Harada², Takashi Nagoshi² ¹AIST National Metrology Institute of Japan, ²AIST Advanced Materials Research Institute

1. Research background

In recent years a lot of research has been devoted to enhancing the mechanical properties of structural materials and understanding the fundamental mechanisms of the fatigue induced material failure process. In our research, positron annihilation lifetime spectroscopy (PALS) was used to characterize the defect evolution in SUS316L stainless steel during fatigue.

2. Experiment

- Fatigue test with various fatigue cycle numbers at 26°C and 550°C
- Cutting and subsequent polishing of sample
- PALS measurement









Fig. 3 The average positron lifetime (τ_{Ave}) variation with fatigue cycle number N

- Overall, the τ_{Ave} increases with increasing the fatigue cycles.
- Relatively longer τ_{Ave} of 26°C fatigued sample indicates more defects are accumulated during the 26°C fatigue test, some defects appear to be mobile and diffused out at 550°C.
- An increase of τ_{Ave} was observed at ~250 cycles (0.1% of cycles to fracture cycle number) for 26°C fatigued sample, while the τ_{Ave} for 550°C fatigued sample with 10781 cycles is slightly shorter than that of the as received sample.
- Defects remain in the as received sample.
- Microstructural evolution could be well studied by PALS technique.

This work was supported by Cross-Ministerial Strategic Innovation Promotion Program Unit D66 innovative Measurement and Analysis for Structural Materials (SIP-IMASM) operated by the Cabinet Office of Japan The authors would also like to acknowledge Dr. K. Ito (AIST) for support with the positron measurements, Dr. K. Sakaki (AIST) and Dr. Y. Kobayashi (AIST) for useful discussion.



音響計測のトレーサビリティと標準開発

音響超音波標準研究グループ 山田 桂輔、高橋 弘宜、堀内 竜三

要旨

産業技術総合研究所は、音響測定の信頼性に寄与する国家標準の開発・管理・ 供給を行っている。音の国家標準は産総研が所持する標準マイクロホン音圧感度 校正装置であり、これを用いた標準マイクロホンの音圧感度校正サービスという 形で標準供給が行われている。また、近年の社会のニーズを受け、国家標準への トレーサビリティが確保された計測用マイクロホンを用いた、基準音源の音響パ ワーレベル校正サービスも開始された。

1. まえがき

ある測定器が校正(定量的基準との比較測定の結果とその不確かさ¹を与える行為)の 連鎖によって国家標準に関連付けられる、という性質をトレーサビリティと言い、そのよ うな測定器は信頼性の保証を国家標準までトレース可能である。国内では産業技術総合研 究所などが各量の国家標準の開発・管理・供給を行っており、音響超音波標準研究グルー プでは音響計測に関わる標準を扱っている。本稿では、国内における音響測定器のトレー サビリティと、音の標準について紹介する。

2. 音響測定器のトレーサビリティ

社会において音響測定の信頼性が重要となるのは、主にある地点での騒音(人が不快な ものとして認識する音)の大きさが問題となる場合である。そのため、空間中のある点に おける、音による圧力の大気圧からの変動分である音圧が測定されている。音圧の単位は パスカル (Pa)であるが、人間の最小可聴音圧である 20 μPa を基準としたデシベル (dB) 表示が一般に用いられており、これを音圧レベルと言う。



図1. 音圧測定に用いられる計測器の例

(a): サウンドレベルメータ(騒音計)、(b): 計測用マイクロホン、(c): 音響校正器



図 2. 音響測定器のトレーサビリティ

音圧レベルの精密測定に用いられる測定機器はサウンドレベルメータ(騒音計)

(図 1(a))及び計測用マイクロホン(図 1(b))である。また、これらの機器の測定現場 での安定性チェックのために、音響校正器(図 1(c))が用いられている。これらの測定器 は測定器メーカが持つ標準マイクロホンを用いて校正されており、測定器メーカは定期的 に自らの標準マイクロホンの校正を産総研に依頼し、産総研は国家標準を用いてこの標準 マイクロホンを校正している。これにより、測定器のトレーサビリティが確保されている。 (図 2)

一方、最近では低騒音な機器の開発のために、音源が発生する音そのものの大きさを評価することが必要となってきている。このような音源自体の評価に用いられるのは、音源から単位時間に放射される音の総エネルギーを表す音響パワーである。音響パワーの単位はワット(W)であるが、やはりデシベルで表示した音響パワーレベル(基準値:1pW)が一般に使われている。

音響パワーレベルの測定は、基準音源(図 3)と呼ばれる安定した音響出力を持つ音源 を用いた比較測定が一般的である。そのため、音響パワーレベル測定の信頼性の確保には 基準音源のトレーサビリティが重要である。現在、国際規格に準じた基準音源の校正を



図 3. 音響パワー測定に用いられる基準音源(Brüel & Kjær, type 4204)

行っている機関は国内には産総研以外にないため、ユーザは産総研に直接校正を依頼する か、メーカを通して国外機関に依頼している。

3. 音の国家標準と開発

音の国家標準は産総研が所持する標準マイクロホンの音圧感度校正装置である。標準の 供給(校正サービス)は、まず可聴域の周波数範囲(20 Hz~20 kHz)から開始された。校正 対象となるマイクロホンは、LS1形マイクロホンおよびLS2形マイクロホンである(図4)。 この周波数範囲では、標準マイクロホンの感度は音響カプラを用いた相互校正法²により 求められている(図 5(a))。近年になり、可聴域外の音の利用やそれにまつわる問題が社会 で発生し始めたため、低周波数域及び超音波域への校正周波数範囲拡張のニーズが高まっ た。しかし音響カプラを用いた相互校正法は低周波数域では SN 比、高周波数域では音の 波長との兼合いの問題から使用できないため、新たな校正方法としてレーザピストンホン 法³(図 5(b))および自由音場相互校正法⁴(図 5(c))と呼ばれる方法を開発し、校正周波 数範囲の拡張を実現した。低周波数域の校正周波数は1 Hz~20 Hz、校正対象のマイクロ



図 4. 産総研が校正を行うマイクロホン。 左から LS1 形(Brüel & Kjær, type 4160)、 LS2 形 (同 type 4180)、WS3 形(同 type 4939)







図 5. マイクロホン校正装置。(a):可聴域における LS1, LS2 マイクの音圧感度校 正装置、(b):超低周波域における LS1 マイクの音圧感度校正装置、(c):高周波 域における WS3 マイクの自由音場感度校正装置

ホンは LS1 形マイクロホンであり、超音波域の校正周波数は 20 kHz~100 kHz、校正対象のマイクロホンは WS3 形マイクロホンである。

基準音源の校正サービスは、国内での基準音源のトレーサビリティ確保を求める産業界 からの要望を受けて 2015 年に開始された。基準音源の校正は、国家標準へのトレーサビ リティが確保された計測用マイクロホンを用いた、半自由音場における音圧法⁵により行 われる (図 6)。基準音源の校正周波数範囲は現在 100 Hz~10 kHz(1/3 octave band)であり、 今後 50 Hz~20 kHz への拡張を予定している。



図 6. 基準音源の音響パワーレベル校正装置。20 点固定マイクロホンによる音圧法

¹ ISO, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (1995).

² IEC 61094-2:2009 Measurement microphones Part2: Primary method for pressure calibration of laboratory standard microphones by the reciprocity technique.

³ A. J. Rennie: A laser-pistonphone for absolute calibration of laboratory standard microphones in the frequency range 0.1 Hz to 100 Hz, NPL Acoustics Report Ac. 82 (1977).

⁴ IEC 61094-3:1995 Measurement microphones Part3: Primary method for free-field calibration of laboratory standard microphones by the reciprocity technique .

⁵ ISO 6926:1999 Acoustics -- Requirements for the performance and calibration of reference sound sources used for the determination of sound power levels.

Research Institute of Measurements and Analytical Instrumentation

音響計測のトレーサビリティと標準開発

○山田 桂輔、高橋 弘宜、堀内 竜三 音響超音波標準研究グループ

1. 研究・開発の背景

ある測定器が校正の連鎖によって国家標準に関連付けられる性質をトレーサビ リティと言う。産総研等が国家標準の開発・維持・供給を行うことで、国内のトレー サビリティ体系が整備されている。音響超音波標準研究グループでは音響計測 に関わる標準を扱っている。

音に関する主な測定量として、ある地点での音波の存在による圧力変動を表す 「音圧」と、騒音源が発する音エネルギーを表す「音響パワー」がある。どちらも当 該機器の校正サービスという形で標準の供給を行っている。

2. 音響測定器とトレーサビリティ

音圧の測定には、騒音計や計測用マイク ロホンが用いられる。また現場での動作確 認には、可搬型の小型音源である音響校正 器を用いる。いずれの機器も、産総研が絶 対校正した標準マイクロホンとの比較により 校正が行われる。

騒音源の音響パワー測定は、安定した音響出力を持つ音源(基準音源)との比較により行われることが多い。現在、国際規格に準じて基準音源を校正する機関が国内にないため、産総研がユーザの基準音源を校正している。

3. 音の国家標準と開発



図1:(a)騒音計と(b)基準音源



図2:音響測定器のトレーサビリティ

音の国家標準は、産総研が開発した標準マイクロホン音圧感度校正装置であり 、可聴域(20 Hz~20 kHz)を対象とし、音響カプラを用いた相互校正法を採用して いる。また近年、可聴域外の音の精密計測ニーズにも対応するため、超低周波数 域(1 Hz~20 Hz)及び空中超音波域(20 kHz~100 kHz)でも標準供給を開始し た。超低周波数域ではレーザピストンホン、空中超音波域では自由音場相互校正 法により、標準マイクロホンの絶対校正を実現している。一方、基準音源の校正 には、計測用マイクロホンを用いた音圧法を採用している。校正周波数範囲は現 在100 Hz~10 kHzであるが、今後50 Hz~20 kHzまで拡張の予定である。

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

技術を社会へ Integration for Inpovation Integration for Innovation

超音波音圧標準の国際基幹比較 - CCAUV. U-K4 - について

音響超音波標準研究グループ 松田 洋一、 吉岡 正裕、内田 武吉、 堀内 竜三

要旨

我々は、超音波診断装置から出力される音圧の振幅を定量的に計測し生体安全性 を確保する目的で、音圧の振幅計測に使用するハイドロホンの感度校正装置を構 築し、2005 年から依頼試験により超音波音圧標準を供給してきた。このハイドロ ホン感度校正の国際基幹比較 CCAUV. U-K4 が 2014 年から 2015 年にかけて実施 され、当所を含む 5 機関が参加した。本稿では、本国際基幹比較の概要と結果に ついて報告する。本国際基幹比較の最終報告書は、国際度量衡局の Web ページ (http://www.bipm.org/metrology/auv)にて公開されている。

1. ハイドロホン感度校正の国際基幹比較 CCAUV. U-K4 について¹

医用超音波の音圧計測には、ハイドロホンと呼ばれる圧電センサが用いられる。これまでに、ハイドロホン感度校正の国際基幹比較は2回実施されている。第1回目は1999年から2003年に実施され、英国NPL、蘭国TNO、独国PTB、中国NIM、メーカのFORCE Institute (絶対感度校正ではなく、NPL および PTB で校正された同社の基準ハイドロホンとの比較感度校正を実施)の5機関が参加した。校正周波数範囲は1MHzから15MHzであった。 当所は当該標準の開発中であったため、この国際基幹比較には不参加であった。

第2回目となる今回の国際基幹比較 CCAUV. U-K4 では、校正周波数範囲が 0.5 MHz から 20 MHz に拡張され、英国 NPL(幹事機関)、独国 PTB、日本 NMIJ、中国 NIM、伯国 INMETRO の5機関が参加した。幹事機関は、図1に示す圧電プラスチックフィルム製の メンブレンハイドロホン2個を被校正物として参加機関に送付した。参加機関は、被校正物の絶対感度校正を0.5 MHz から 20 MHz の8 つの周波数(0.5, 1, 2.25, 3.5, 5, 10, 15, 20 MHz) で実施し、自由音場での開放端電圧感度とその不確かさを幹事機関に報告した。



図 1. 被校正物のメンブレンハイドロホン

2. ハイドロホンの絶対感度校正法および光干渉法による当所の感度校正装置

ハイドロホンの自由音場感度(感度)は、音圧の振幅分布が一様な平面波をハイドロホンの受波部に垂直に入射したときの、乱されていない、すなわちハイドロホンがないときの計測点における超音波音圧の振幅とハイドロホンを設置したときに生じる出力電圧の振幅との比として定義される。国際規格 IEC 62127-2 によれば、ハイドロホン感度の絶対感度校正法には、光干渉法と相互校正法、平面走査法がある²。本国際基幹比較において、NPL, PTB, NMIJ は光干渉法を、NIM, INMETRO は相互校正法を採用した。

当所が採用した光干渉法は、校正用音源から出力された超音波信号を光干渉計と被校正 物であるメンブレンハイドロホンとを用いて同一位置で交互に計測し、ハイドロホンの自 由音場感度を求める校正方法である。今回の0.5 MHzから20 MHzの周波数範囲における 感度校正では、直径が6 mmから25 mmの3種類の平面振動子を校正用音源として使用し、 発生させた超音波を10 cmから37 cm離れた遠距離音場で計測した。遠距離音場は平面波 に近いほぼ理想的な校正環境であり、ハイドロホンの受波部における空間平均効果等をわ ずかに補正するだけでハイドロホン感度を求めることができる。

図2に光干渉法による当所のハイドロホン感度校正装置^{3,4}の概略図を示す。まず、校正 用音源から出力された超音波による変位の振幅を光干渉計によって計測する。本装置では、 光学的に透明な水中を伝搬する超音波を計測するために、計測点に検出用レーザ光を反射 するペリクルが設置されている。ペリクルは、光干渉計側の表面に金をコーティングした プラスチックフィルムであり、メンブレンハイドロホンとほぼ同径(約10 cm)の円形フ レームに取り付けられている。ペリクルは超音波の波長に比べて十分に薄いため、超音波 はほとんど振幅を低下させることなくペリクルを透過して光干渉計に検出される。

光干渉計の出力信号U(t)は、増幅後にデジタイザに記録され、高速フーリエ変換(FFT) によって変位の振幅U(f)が計算される。音圧の振幅P(f)は、変位の振幅U(f)を用いて $P(f) = 2\pi f \rho c U(f)$ により算出される。ここで、fは超音波の周波数である。 ρ およびcは 水の密度および水中を伝搬する超音波の音速であり、水温の実測値から算出される。ペリ クルの透過に伴うわずかな変位の振幅低下および光干渉計で用いる光検出器の周波数特 性は、別途計測して補正する⁵。校正用音源はトーンバースト波で駆動されており、音源 からの直接波とペリクルの円形フレーム等からの反射波とは到達時間差を用いて分離さ れる。このことにより、反射波の影響を受けずに音圧の振幅を計測することができる。



図2. 光干渉法による当所のハイドロホン感度校正装置の概略図



図 3. 光路長安定化マイケルソン光干渉計の概略図および測定時の様子

次に、光干渉計の計測点と同一位置に被校正物であるメンブレンハイドロホンを設置し、 光干渉計のときと同様に出力信号 $V_{h}(t)$ をデジタイザに記録した後、FFT によって出力電 圧の振幅 $V_{h}(f)$ を計算する。ハイドロホンの感度M(f)は、 $M(f) = V_{h}(f) / P(f)$ により求 められる。これらの $P(f) \ge V_{h}(f)$ は、ほとんど同一の計測系を用いて計測される。このた め、求められたハイドロホンの感度M(f)では、計測系の周波数特性の影響はほぼ完全に 相殺されている。

図3に超音波の検出に用いる光路長安定化マイケルソン光干渉計の概略図および測定時 の様子を示す。検出用レーザは、周波数安定化 He-Ne レーザ(光の波長 633 nm)である。 検出用レーザから出力されたレーザ光は、偏光ビームスプリッタ(PBS1)を用いて参照光と 信号光とに分割される。これらの参照光と信号光は、それぞれ基準となる参照鏡(Mirror) および超音波を計測するペリクル(Pellicle)で反射された後に元の経路を戻り、再び偏光ビ ームスプリッタ(PBS1)で重ね合わされ、光検出器(PD1)によって計測される。超音波による 変位の振幅は 0.1 nm 以下であり、検出用レーザ光の波長よりもはるかに小さい。そのため 光干渉計の感度を最大化および外乱による機械的な振動を除去する目的で、光検出器 (PD2)の出力信号をフィードバックして参照鏡(Mirror)を取り付けた圧電素子(PZT)を駆動 し、参照光と信号光との位相差が 1/4 波長になるように制御している。

3. 当所の校正結果およびその同等性評価について

図4に、2つの被校正物(IP999, ER070)に対する当所の全校正結果を示す。横軸は超音波の周波数であり、縦軸はハイドロホンの感度、エラーバーは拡張不確かさを表す。2つの 被校正物は同じ構造であるが、同じ周波数での感度に最大で1.7倍の差が認められた。

図5は、被校正物 IP999の校正値の同等性評価の結果である。横軸は機関名であり、縦 軸は基幹比較参照値(重み付け平均値)からの相対偏差を表す。エラーバーは、相対拡張 不確かさである。当所の校正結果は、基幹比較参照値をエラーバーの範囲内に包含してお り、全ての被校正物・周波数において不確かさの範囲内で基幹比較参照値に一致した。こ のことにより、当所の超音波音圧標準の国際的な同等性が確認された。さらに依頼試験で 供給している超音波音圧標準(ハイドロホン感度校正)の妥当性が示された。



図 4. 2 つの被校正物(IP999, ER070)に対する当所の全校正結果



図 5. 被校正物 IP999 の校正値の同等性評価の結果

- ¹ S.Rajagopal et al, Metrologia, 53, Tech. Suppl., 09004 (2016).
- ² IEC 62127-2, Geneva, Switzerland, (2013).
- 3 吉岡正裕, 産総研計量標準報告, 5, 189 (2006).
- ⁴Y. Matsuda, M. Yoshioka, and T. Uchida, Materials Transactions, 55, 1030 (2014).
- ⁵ M. Yoshioka, S. Sato, and T. Kikuchi, J. Lightwave Technology, 23, 2112 (2005).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

超音波音圧標準の国際基幹比較 - CCAUV. U-K4 - について ^O松田洋- 吉岡正裕 内田武吉 堀内竜三 音響超音波標準研究グループ 1. はじめに

- 当所では、医療の安全性確保のため、医用超音波機器から出力される音圧の 振幅計測に必要な標準(ハイドロホン感度校正)を2005年から供給してきた。
- 当所が供給する標準の国際的な同等性を確認するため、2014年から2015年にかけて実施されたハイドロホンの国際基幹比較CCAUV. U-K4に参加した。
- 本国際基幹比較の概要、当所の校正値とその国際的な同等性を報告する。

2. 基幹比較概要·校正装置等

- ●本国際基幹比較の概要(表1)
- ●当所の絶対感度校正装置:光干渉 計を用いて測定した入射音圧振幅と ハイドロホン出力電圧振幅との比から開放端電圧感度を求める。(図1)
- 校正器物とその校正の様子(図2)

3. 校正結果•同等性評価

- 当所の全校正結果(図3 左)
- 校正値の同等性評価の一例:器物 IP999について、10 MHzにおける校正 値の同等性評価の結果(図3 右)

4. 結論

- 本国際基幹比較で、当所の校正値は 全ての器物・周波数について、不確か さの範囲内で基幹比較参照値に一致 した。これにより当所の超音波音圧標 準の国際的な同等性が確認された。
- ●当所が依頼試験で供給している超音 波音圧標準(ハイドロホン感度校正) の妥当性が示された。

表1国際基幹比較CCAUV.U-K4の概要

名称·実施期間	CCAUV. U-K4・2014年3月~2015年9月			
幹事機関	NPL(英)			
参加機関	当所, PTB(独), NIM(中), INMETRO(伯)			
校正器物(Ser. No)	メンブレンハイドロホン2個(IP999, ER070)			
校正周波数(MHz)	0.5, 1, 2.25, 3.5, 5, 10, 15, 20 (8周波数)			
Webページ	http://www.bipm.org/metrology/auv/			



図1 当所装置(光干渉法)とハイドロホン感度 M(f)





図2 メンブレンハイドロホンとその校正の様子



図3 当所の全校正結果(左)と同等性評価の一例(右)

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



放射線加エレベルの水吸収線量標準の開発

放射線標準研究グループ 山口 英俊

現在、産業技術総合研究所の放射線標準研究グループでは、工業や農業利用に用いられている高線量の放射線の水吸収線量標準を確立するために研究を進めている。本研究では、アラニン線量計を用いて試験的に5kGy程度まで照射を行った。

1. はじめに

身近な放射線利用といえば、診断や治療といった医療分野での放射線利用が挙げられる。 しかし、実際には医療機器の滅菌や食品の殺虫・殺菌、輸血用血液の照射といった工業・ 農業用の用途にも、放射線は利用されている。これらの工業・農業用の用途では、照射対 象物に与える線量はおよそ数+Gyから数百kGy程度の範囲に及ぶ。この範囲の線量を放 射線加工レベルと呼ぶ。医療分野では、照射対象が人体であるため、線量管理が非常に重 要である。放射線加工レベルでは対象物が製品であるが、医療機器や食品など、製品が使 用される際に人体に接触する・吸収されるといったプロセスを経て、人体に影響を及ぼす 可能性があるため、同様に線量管理が重要となる。

放射線加工レベルでは、品質管理の際に線量計の測定値から導出される量は水吸収線量 である。一般的に、各国の水吸収線量の一次標準は医療レベルの線量範囲に対してまず確 立されている。これは、医療レベルの線量範囲に対しては物理的な測定法を用いた絶対測 定が可能であるからである。放射線加工レベルの水吸収線量は、医療レベルから拡張する ことが必要であり、ICRU Report 80 には、水吸収線量を工業レベルまで拡張するためには、 医療レベルでも工業レベルでも使用できる参照標準線量計が必要であると述べられてい る。参照標準線量計としては、現在、フリッケ線量計や重クロム酸線量計、アラニン線量 計などの化学線量計が他国で標準として用いられているが、扱いの容易さや広い測定可能 範囲などといった利点から、アラニン線量計が最も利用されている線量計である。当研究 室では、アラニン線量計を用いた放射線加工レベルの水吸収線量標準の開発を進めている。

2. 研究方法

放射線加工レベルの線量標準の開発として、約100kGyまでの範囲で検量線を作成する 予定である。国家標準機関である産業技術総合研究所(産総研)が所有する⁶⁰Coの照射場 のみを使用して検量線が作成できれば良いが、2017年9月現在、産業技術総合研究所の線 源の水吸収線量率は、線源から1mの点で20Gy/h以下である。そのため、100kGyを照 射しようとすると、何か月にもわたって照射を行わなければならず、現実的ではない。こ の問題を解決するために、現在、量子科学技術研究開発機構(量研)高崎量子応用研究所 の高線量率の⁶⁰Co照射場を利用して、放射線加工レベルの線量の照射を行っている。 実験方法は以下の通りである。まず、産総研の⁶⁰Co照射場の線源から1mの点で電離箱 (PTW-30013)と電位計(Advantest, TR8401)を用いて水吸収線量率を 導出した。次に、アラニン線量計 への照射を行った。アラニン線量 計へ与えられた線量は、最初に導 出した水吸収線量率と照射時間の 積によって決定した。産総研では、 約 0.01~0.3 kGy の範囲でアラニ ン線量計への照射を行った。



図1. アラニン線量計の外観

図1にアラニン線量計の外観を示す。

アラニン線量計は4つのアラニンペレットと1つの容器で構成されており、容器の中に4つのペレットを入れて、蓋をして使用した。アラニンペレットは Harwell 社製のペレット を使用した。

アラニンペレットの信号値は ESR 装置を用いて測定した。ESR 装置は Bruker Biospin 社 製の EMX micro 6/1 spectrometer と標準共振器を使用した。共振器の感度の変化等を補正す るために、リファレンス信号として Mn²⁺の信号をアラニンペレットの信号値の測定前後に 測定した。また、ESR 信号の測定の際にアラニンペレットを固定するために、ポリスチレ ン製のペレットホルダーを使用した。照射日から測定日までの経過日数が異なったため、 文献値¹を参考に 17 ヶ月で 4%信号が減衰すると仮定して、減衰補正係数 *ky*を導入し、ペ レット毎に下記の式を用いて信号値を得た。

$$Signal = \frac{A_{ala}}{A_{ref}} \frac{1}{m_{ala}} k_f - \frac{A_{u.a.}}{\overline{A}_{ref}} \frac{1}{\overline{m}_{u.a.}}$$

ここで、*A*_{ala}は照射したアラニンの信号値、*A*_{ref}はリファレンス物質の信号値、*m*_{ala}はアラ ニンペレットの質量、*A*_{u.a}は 4 つの未照射のアラニンペレットの平均値、*A*_{ref}は未照射の アラニンペレットと同時に測定したリファレンス信号の平均値、*A*_{u.a}は未照射のアラニン ペレットの質量の平均値である。上式によって得られた信号値と、アラニン線量計に与え られた線量を用いて検量線を作成した。

量研での照射は約0.3~5 kGy の範囲で行った。量研での照射においてアラニンペレット に与えられた線量は、量研の公称線量率と照射時間の積とした。量研で照射したペレット は産総研に持ち帰り、産総研の ESR 装置で信号を測定した。

3. 研究結果と考察

3-1. 産総研での照射

産総研の⁶⁰Co線源を用いて 照射を行い得られた検量線を 図2に示す。図中の点は各アラ ニンペレットの信号値を示し ており、図中の赤線は測定点を 3次関数でフィッティングした 検量線である。R二乗の値がほ ぼ1となっており、図中の検量 線はよいフィッティングを示 しているといえる。既知線量

(108.2 Gy)を照射したアラニンペレットの信号値を測定し、
図 2 の検量線を用いて信号値から線量を逆推定した結果を表1に示す。既知線量は、電離箱によって決められた線量率



と照射時間の積である。既知線量とアラニン線量計による線量測定値の差は約0.37%となった。ここまでの線量測定に係る不確かさを概算したところ、約2%(k=2)となった。 一般的にアラニン線量計の不確かさは2~4%程度であり、上記の線量測定値の差は不確か さの範囲内にあり、結果は妥当であるといえる。

表1. 検量線を用いて信号値から線量を推定した結果

Delivered Dose / Gy	Measured Dose / Gy	Difference / %
108.2	108.6	0.37

3-2. 量研での照射

量研で照射を行い、産総研で 信号値を測定し、3-1の産総 研での照射結果と組み合わせ て得られた検量線を図3に示す。 図2と同様に、点が測定値を示 し、赤線が3次関数による検量 線を示している。図3の検量線 においても、R二乗の値がほぼ 1であることから、3次関数が よいフィッティングを示して



図3. 量研での照射によって得られた検量線

いるといえる。

3-3. 今後の課題

3-1でアラニン線量計の線量測定に係る不確かさは約2%となったが、今後、約100 kGyまで線量範囲を拡張すると不確かさが増えることが予想される。現在、不確かさの大 部分を占めているのが、同じ線量を照射した4つのペレットの信号値の再現性に関わる部 分である。ESR 測定の再現性が低い原因として、現在使用しているペレットホルダーでは、 ホルダー内の一定の位置にペレットが完全に固定されるわけではなく、少しの隙間がある ことが挙げられる。ホルダー内に隙間があることで、毎回異なる位置にペレットが固定さ れていることになり、同じ線量を照射したペレットでも信号値がばらついたと考えられる。

そのため、今後線量範囲を拡張する上で不確かさを低減するために、より高精度にペレ ットの位置を固定できるようなシステムを導入する必要がある。

また、今回はアラニン線量計の信号値のフェーディングを文献値から引用したが、今後 は実際に長期にわたって信号を測定し、フェーディングの影響を評価しなければならない。 さらに、照射中の温度や線量率などによっても信号値が変わることが知られているので、 これらの効果についても評価して、補正係数を導入する予定である。

4. まとめ

現在、当研究室ではアラニン線量計を用いた放射線加工レベルの水吸収線量標準の確立 を目指して研究を行っている。試験的に産総研と量研の⁶⁰Co照射場で照射を行った結果、 フィッティングのよい検量線が得られることが分かった。今後は線量範囲の拡張と不確か さの低減を行い、さらに、信号値に影響する要因について、各種補正係数の導出を行う予 定である。

¹ P.H.G Sharpe and J.P. Sephton, IAEA-TECDOC-1070. (1999).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

放射線加エレベルの水吸収線量標準の開発

○山口英俊 放射線標準研究 グループ

1. 研究・開発の背景

放射線加エレベルの線量(数十Gy~数百Gy)の用途: 医療機器の滅菌や食品照射 照射製品や照射装置の品質管理は線量測定によって行われているが、線量計が校 正されていることが、品質管理の信頼性に関わってくる

→放射線加工レベルの線量標準確立の要望

- 測定可能な線量範囲
- 一般的な不確かさ
- 扱いの容易さなど

アラニン/ESR線量計 - (図1)が標準線量計と して最適

産総研の照射場と量子科学技術研究開発機構の照射場で、4.4 kGy程度まで試験的に照射を行った結果、図2のような検量線が得られた

また、線量測定に係る不確かさを概算すると、約 2 %(k=2)となった

3. 考察•議論

ESR信号の再現性に関わる不確かさ>1%

- 1. ペレットの固定精度(図3中心)
- 原因 2. ペレットの円柱軸方向の向き(図3右)
 - | 3. リファレンス信号(Mn²⁺)のS/N

4. 結論および今後の展開

試験的な照射の結果、アラニン線量計による不確かさは約2%で、その大部分をESR測定の再現性の不確かさが占めていた

今後、ESR測定中の固定精度を上げたうえで、線 量範囲の拡張や不確かさの低減を目指す



図1. 今回使用した線量計



図2.10 Gy~4.4 kGyまでの検量線



図3. 今回測定に使用したホルダーと 制御不可能なペレットの位置・向き



医療用 Ir-192 密封小線源線量標準の開発

放射線標準研究グループ 黒澤 忠弘 日本アイソトープ協会 三家本 隆宏

要旨

医療用 Ir-192 密封小線源治療では、その治療計画策定のために基準空気カーマ率 を用いている。国内におけるトレーサビリティ確立のため、産総研において標準 の開発を行った。

1. はじめに

近年、Ir-192 密封小線源を患部に挿入してがん組織に照射するがん治療(RALS)が広く 行われている。機能温存に優れた治療で患者への負担も小さいことから、特に子宮頸がん や舌がんの治療法の1つとして活用されている。線源は、直径2mm、長さ5mm程度のカ プセルの中に充填されている(図1)。線源の強さは約2か月半で半分に減衰するため、1 年に2~4回程度新しいものに交換されるが、線源交換時はもちろん、日々の線量評価が 必要である。評価した線量(ガンマ線基準空気カーマ率)を基に照射時間や照射位置の治 療計画を立てるため、線量の不確かさが治療時の線量、ひいては治療の成果に影響を及ぼ す可能性がある。日本国内でも小線源治療用 Ir-192線源を用いた治療が広がり、トレーサ ビリティの確立が重要となってきている。線源の線量評価は、通常、井戸形電離箱を用い て行われる。しかし、これまでは井戸形電離箱の校正は国外の標準に頼らざるを得ず、海 外へ線量計を輸送するコストや時間(約二か月)がかかることが大きな問題となっていた。 また国内では、メーカーによる不確かさの大きい性能試験が行われているのみであった。

国外の国家標準研究 所においても、Ir-192 線源に対する空気カ ーマ率準の開発・ 供給が乾も行われてい る。このような現状 を踏まえ、産総の ながで Ir-192線源の 空気カーマ率標準の 開発を進めてきた。 今回、基準空気カー マ本の結果について、 報告する。



図 1. Ir-192 密封小線源のダミー線源

2. 照射装置及び測定手法

測定は、日本アイソトープ協会にて行った。照射時は、線源が鉛の容器内部に導入される。鉛容器の上面にコリメートの解放部があり、上方に向けて照射される配置となっている。空気カーマ率の絶対測定には、グラファイト壁空洞電離箱を用いた。これは、従来から産総研での Cs-137, Co-60 の空気カーマ率標準設定¹に用いている電離箱で、空洞部の容積は約 60 cc である。線源から検出器の中心部までの距離は 1 m、照射野は約 20 cm φ である。



図2. 照射容器及び測定体系

3. 空気カーマ率の導出

治療計画で必要となる値は、Reference Air-kerma rate(基準空気カーマ率)である。これは

線源から1m位置での空気カーマ率であるが、線源から評価点まで真空であると定義されている。通常は空気が存在し、この空気によって減衰や散乱が生じるが、これらの影響がない場合の空気カーマ率を評価する必要がある。電離箱による測定電流から、基準空気カーマ率の導出には以下の式を用いている。

$$\vec{R} = \frac{I}{m} \cdot \left(\frac{W_{air}}{e}\right) \cdot \frac{1}{(1-\vec{g})} \cdot \frac{s_{gra}}{s_{air}} \cdot \frac{\mu_{air}}{\mu_{gra}} \cdot k_{air} \cdot k_{wall} \cdot k_{steve}$$

I --- 測定電流(C/s)* 温度・気圧・湿度補正済み
m --- 空洞内の空気質量(kg)
W/e --- 空気のW値
g --- 制動放射による損失割合
s --- 質量阻止能
μ --- 質量エネルギー吸収係数
k_{air} --- 線源から測定位置までの空気による吸収、散乱補正
k_{wall} --- 壁補正係数
k_{stem} --- ステム散乱

それぞれの物理定数や補正係数を評価するにはスペクトルデータが必要となる。このス ペクトルについては、Ge半導体検出器による測定値を用いている。壁補正係数、空気によ る吸収、散乱補正は、実測による評価が非常に困難なことから、EGS5²を用いたモンテカ ルロシミュレーションによって評価した。

4. 結果

開発された国家標準の不確かさは1%以下と小さく、その測定技術が正しいかどうかを 検証する手段がない。そこで他国の標準研究所の値と比較し、その値が大きくずれていな いこと(測定の同等性)を確認するために国際比較を行った。Ir-192線源に対する基準空 気カーマ率の国際比較の結果を図3に示す。ガンマ線基準空気カーマ率の国際標準はなく、 各国がそれぞれ国家標準の値を定めている。そこでこの国際比較では、BIPMの値を参照 値(図中で1.00の値)として各国の国家標準の値がどれだけずれているかを比較した。こ の国際比較の結果から、産総研の値は各国の国家標準値と不確かさの範囲内で一致してい ることが確認できた。



図3. 国際比較の結果。2015年4月に実施。

4. まとめ

産総研は、開発した国家標準を用いて日本アイソトープ協会が所有する井戸形電離箱に 対して、ガンマ線基準空気カーマ率の校正を行った。アイソトープ協会では、この井戸形 電離箱を基準として、今後各病院が所有する線量計の校正を行っていく予定である。国内 で迅速に線量計を校正できることから、海外に校正を依頼する場合に比べて線量計の校正 に必要な期間を大幅に短縮でき、品質管理の空白期間を最小限にできる。また、費用の面 でも安価になることから、国家標準にトレーサブルな線量計が広く普及し、高精度な線量 測定が行えることで、より品質の高い放射線治療に向けた照射データの定量性向上が期待 できる。

¹ T.Kurosawa, et al.: Angular dependence of the wall correction factor for air kerma measurements using cylindrical cavity chambers, App. Rad. Iso. 62, 805-808, 2005.

² Hirayama H., et al.: The EGS5 code system. Japan: High Energy Accelerator Research Organization; 2005 (KEK Report 2005-8).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

医療用Ir-192密封小線源線量標準の開発





→不確かさの範囲内で一致し、良好な 結果となった

4. 今後の展開

日本アイソトープ協会でJCSS校正の準備を進 めており、来年度以降に病院向けに供給を開 始する予定である。





圕

放射性汚染検査装置の効率的校正を目的とした放射能標準開発

放射能中性子標準研究グループ 佐藤 泰、柚木 彰

要旨

大きな有感面積を持つ放射性汚染検査装置を効率よく校正できるようにするため、従来と比べ有感体積の大きい2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管を開発するとともに、均一性の高い面線源製作法を開発した。

1. はじめに

大面積 2π ガスフロー式マルチワイヤ比例計数管(荷電粒子測定装置)は面線源の荷電粒子放出率の校正に用いられる。面線源の荷電粒子放出率は、放射性汚染モニタリングに用いられるサーベイメータの機器効率決定の際に基準として用いられている。サーベイメータの校正は広く行われており、JCSS 登録事業者になる手続きを進めている企業もある。従来、産業技術総合研究所計量標準総合センターでは 10 cm×10 cm の面線源を用いて標準を供給していたが、面線源を規定する ISO 8769 では標準的な面積として 10 cm×15 cm も指定されており¹、この大きさでの標準供給が、原子力業界及び放射線防護関連業界から強く求められていた。有感面積の大きいサーベイメータの場合、10 cm×10 cm の面線源では、すべての有感面積をカバーできず、機器効率を得るために複数回の測定が必要となっていた。10 cm×15 cm の面線源であれば、より少ない回数の測定で効率よく機器効率を得ることができる。従って、新たに大面積 2π ガスフロー式マルチワイヤ比例計数管を製作し、これにより、10 cm×15 cm の面線源用いて標準供給の範囲拡大を行うこととした。これに加え、大きな面線源を均一性よく製作する印刷技法を用いた、面線源製作方法を開発し、10 cm×15 cm の面線源を製作した。

2. 大面積2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管

2.1 大面積 2 π ガスフロー式マルチワイヤ比例計数管の動作原理と面線源の荷電粒子放 出率

大面積 2π ガスフロー式マルチワイヤ比例計数管は、計数ガスを装置の中に流しながら動 作させる窓なしの比例計数装置であり、面線源を装置の中に装荷して測定を行う。荷電粒 子により電離された電子を、高電圧を印可した複数のワイヤーで集め、パルス計数を行う。 α/β の弁別は、印可する電圧を調節し、 α 線を安定的に計数できる電圧と β 線を安定的に 計数できる電圧を使い分けることにより行われる。閾値は、 α 線の場合はノイズレベルよ り高いエネルギーとし、 β 線においては、0.6 keV とする。 2π 方向、即ち、この線源から 上方向に放出される荷電粒子の、単位時間当たりの数を、線源の荷電粒子放出率とする。 荷電粒子放出率は以下の式 1)により求められる²。 ρ は荷電粒子放出率、R は計数率、 τ は 不感時間、bは線源を置かなかった場合の計数率である。

$$\rho = \frac{R}{1 - R\tau} - b \tag{1}$$

2.2 大面積2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管の構成

大きさ 10 cm×15 cm の面線源の荷電粒子放出率の測定するために、有感体積が 27 × 32 × 2 cm の大面積 2 π ガスフロー式マルチワイヤ比例計数管を製作した。この比例計数管 より得られた電気的パルスを計数するため、高圧電源、プリアンプ、アンプ、ディレイゲ ートジェネレータ、シングルチャンネルアナライザ、カウンタ等により計数回路を組んだ (図 1)。計数ガスは、アルゴン 90%、メタン 10%の通称 P-10 と呼ばれる混合ガスを使用 した。気圧は大気圧で、レギュレータ及びニードルバルブにより流量を調整した。



図1. 大面積2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管のブロック図²

2.3 大面積2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管の特性及び不確かさ

大面積2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管の特性として、α線を放出する核種である²⁴¹Amおよびβ線を放出する核種である³⁶Clのプラトー曲線を図2に示す。プラトーとは、印加電圧を変化させても計数率がほぼ変化しないことであり、この領域が充分広けれ

ば、安定的に計数率を測 定できると考えられる。 図2により、²⁴¹Amの場合、 印加電圧を 800 V 程度に するのが望ましいと考え られ、³⁶Clの場合、印加電 圧を 2300 V 程度にするの が望ましいと考えられる。 ²⁴¹Amおよび³⁶Clに対する 荷電粒子放出率の不確か さは、それぞれ、1.5 % (*k*=2)、1.6 % (*k*=2)と評価さ れた(表 1)



図 2. ²⁴¹Am (A)および ³⁶Cl (B)のプラトー曲線

	Am-241	Cl-36
Counting	0.03	0.05
Plateau	0.52	0.70
Threshold	0.35	0.26
Background	< 0.01	< 0.01
Dead time	0.02	0.02
Time base	0.02	0.02
Instrumental correction	0.36	0.17
Combined uncertainty	0.73	0.77
Expanded uncertainty (k=2)	1.5	1.6

表1. 荷電粒子放出率の不確かさバジェット表

3. 印刷技法による均一性の高い面線源の製作

3.1 面線源の製作方法³

面線源を製作する方法としては、濾紙に放射性溶液を滴下する方法、放射性溶液を基材 に塗布する方法、電着する方法、エッチピットに付着させる方法、イオン交換膜に吸着さ せる方法がある。

濾紙に放射性溶液を滴下する方法は、滴下した放射性溶液の量を測定することが可能で あるが、均一性が他の方法と比べて高くできないという特徴がある。放射性溶液を基材に 塗布する方法では、溶液に固まる成分が含まれており、基材に何度も塗ることにより、均 一性を高くできるが、製造には時間と手間がかかる。電着する方法では、条件により、非 常に高い均一性をもつ線源を製造することができる。エッチピットに付着させる方法は、 化学腐食により形成される小さな窪みであるエッチピットに、放射性溶液を付着させ、そ れを薄膜で封じる方法である。均一性が高く、損傷しにくく、化学的抵抗性もある線源を 製造できる。イオン交換膜に吸着させる方法は、イオン性の放射性溶液をイオン交換膜で 吸着させる方法である。高い均一性が得られる方法である。

3.2 印刷技法による面線源の製作

本研究で開発した、印刷技法による面線 源の製作は、インクジェットプリンタのイ ンクに放射性溶液を混合し、基材に印刷す ることにより面線源を製作する方法であ る³⁻⁵。面線源の製作に当たり、マスターマ インド社製の工業用インクジェットプリ ンタ MMP900RT を用いた。⁶⁰Co を適切量 印刷するため、1本のインクカートリッジ に⁶⁰Co 溶液(6 MBq/g)を、シリンジを用 いて 0.5 ml 注入した。注入したインクがイ



いて 0.5 ml 注入した。注入したインクがイ 図 3. インクジェットプリンタによる線源製造

ンクと均一に混ざるように、⁶⁰Co 溶液を注入したカ ートリッジは十分振盪攪拌した。インクジェットプ リンタによる線源印刷の様子を図3に示す。線源は アルミ板(厚さ0.1 mm)に印刷した。印刷インク が定着するようにアルミ板表面は、表面処理剤によ り加工した。作成した線源を図4に示す。またこの 線源をイメージングプレートにより測定し、荷電粒 子放出率の均一性を確認した。イメージングプレー トによる測定結果を図5 に示す。本線源は、 JISZ4334⁶に規定されている均一性±10%について、 十分にそれを上回る極めて高い均一性をもった線 源であることが確認できた。また、荷電粒子放出率 は400 s⁻¹程度であり、一般的な表面汚染モニタを校 正するのに適切な β 線放出率が得られた。



図4. 印刷により製作された線源



図 5. 面線源の荷電粒子放出率の分布

4. まとめ

大きな有感面積を持つ放射性汚染検査装置を効率よく校正できるようにするため、2πガ スフロー式マルチワイヤ比例計数管を開発するとともに、均一性の高い印刷線源を製作し た。今後、これらを用いて jcss 校正が行われる予定である。

¹ISO 8769, Organization for International Standard (2016).

²Yasushi SATO et. al, RADIOISOTOPES, **61**, 3, 117-120 (2012).

³ Yasushi SATO et. al, Applied Radiation and Isotopes, **60**, 543-546 (2004).

⁴Takahiro YAMADA et.al, Applied Radiation and Isotopes, **70**, 1964-1968 (2012).

⁵Masahiro OHSHIRO et.al, Applied Radiation and Isotopes, **109**, 397-401 (2016).

⁶JISZ4334, 日本工業規格 (2005).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

放射性汚染検査装置の効率的校正を 目的とした放射能標準開発

○佐藤泰, 柚木彰 放射能中性子標準研究 グループ

1. 背景

産業技術総合研究所計量標準総合センターでは10 cm×10 cmの面線源を用い て標準を供給していた。原子力業界及び放射線防護関連業界から、有感面積の 大きいサーベイメータを効率的に校正するため、10 cm×15 cmの面線源での標 準供給を強く求められていた。

2. 研究・開発の内容

大面積2 π ガスフロー式マルチワイヤ比 例計数管は、計数ガスを装置の中に流し ながら動作させる窓なしの比例計数装置 であり、面線源を装置の中に装荷して測 定を行う。今回、大きさ10 cm×15 cmの 面線源の表面放出率の測定するために、 有感体積が27 × 32 × 2 cmの大面積2 π ガスフロー式マルチワイヤ比例計数管を 製作した。

3. 装置の特性

α線を放出する核種である²⁴¹Amとβ線を 放出する核種である³⁶Clのプラトー曲線を 図2に示す。プラトーとは、印加電圧を 変化させても計数率がほぼ変化しないこ とであり、これが充分広いので、安定的 に計数率を測定できると考えられる。校 正する量である、面線源の荷電粒子放出 率についての不確かさは、²⁴¹Amでは、 1.5%(*k*=2)、³⁶Clでは1.6%(*k*=2)であった。

4. 今後の展開



図1 大面積2πガスフロー式マル チワイヤ比例計数管のブロック図



図2 大面積2πガスフロー式マルチ ワイヤ比例計数管のプラトー曲線

本大面積2πガスフロー式マルチワイヤ比例計数管を用いて10 cm ×15 cmの 面線源によるjcss校正を行う予定である。



ラドン濃度の絶対測定に向けた多電極比例計数管の開発 放射能中性子標準研究グループ 古川 理央、柚木 彰、佐藤 泰、海野 泰裕

要旨

大気中に存在する自然放射性核種のラドン(²²²Rn)とその子孫核種による肺へ の a 線被ばくは肺がんの原因になると考えられ、放射線防護の観点から、ラドン 濃度[Bq/m³]を管理する動きがある。ラドン測定器の信頼性確保のために測定器の 校正は不可欠であり、諸外国の計量標準機関においてラドン濃度の国家標準によ る標準供給が行われている。一方、日本では国家標準による標準供給の実績が無 く、国家標準の立ち上げが要望されてきた。放射能中性子標準研究グループでは、 2020年の標準供給開始を目指し、ラドン濃度の国家標準の立ち上げを行っている。 今回は作製した多電極比例計数管(Multi-electrode proportional counter; MEPC)の 特性評価を行った。

1. はじめに

ラドン(²²²Rn)は大気中に存在する自然由来の放射性物質である。親核種はラジウム (²²⁶Ra)であり、子孫核種には²¹⁸Po、²¹⁴Po、²¹⁴Pb、²¹⁴Bi、²¹⁰Pb、²¹⁰Bi、及び²¹⁰Poがある。 子孫核種は安定な²⁰⁶Pbに至るまで全て放射性である。ラドン(半減期約 3.8 日)の短半減 期子孫核種(²¹⁸Po(半減期約 3 分)、²¹⁴Po(半減期約 164 μs))は肺に沈着し、α線被ばく を起こす。肺へのα線被ばくは肺がんの原因になると考えられ、ラドン濃度[Bq/m³]に規制 を導入し肺へのα線被ばくを管理する動きがある。WHOなどの国際機関の勧告を受け、 日本でも規制の導入に向けた取り組みがなされている。ラドンの発生源には花崗岩などの 岩石やコンクリートがあげられ、閉鎖的な空間で高濃度になりやすい事から、規制の対象 としてはトンネル工事等の地下の作業現場や花崗岩などの鉱物を扱う工場などが考えら れる。

ラドン濃度測定の信頼性確保のために測定器の校正は不可欠であり、規制が導入されて いる欧州などを中心に、諸外国の計量標準機関においてラドン濃度の国家標準による標準 供給が行われている。一方、日本では国家標準による標準供給の実績が無く、国家標準の 立ち上げが要望されてきた。

NMIJ 放射能中性子標準研究グループでは、ラドン濃度の国家標準の立ち上げを行っている。標準となる測定器として、ラドン濃度の絶対測定が可能な「多電極比例計数管

(Multi-electrode proportional counter; MEPC¹」を作製した。MEPC で計数効率を測定原理から計算し絶対測定を行うにあたり、ラドンとその短半減期子孫核種から放出された α 線が 有効体積内においてすべて一様に検出されていることを確かめる必要がある。MEPC は、 α 線による電離電子のガス増殖が均一になるよう電極構造に工夫が施されており、今回は その電極の効果を評価した。

2. 開発した標準器の概要

図1に MEPC の写真を示す。MEPC は胴部分 SUS304、フランジ部分 PEEK 樹脂製の円 筒形であり、内径 7 cm、長さ 32 cm である。フランジの中心から円筒の長手方向に金メッ キのモリブデン製の陽極線が張られている。フランジ部分にはガスインレット、アウトレ ットの他、後述するリング状の電極が設置されている。MEPC はラドンとキャリアガス (PR ガス)の混合ガスを MEPC 内部に導入し、α線のパルス測定を行い、α線の波高スペクト ルを得ることが可能な比例計数管である。

MEPC で絶対測定が可能である理由は、計数効率を測定原理から計算することができる ためである。ラドンを MEPC 内に導入して十分時間が経過すると、ラドンと短半減期子孫 核種 (²¹⁸Po、²¹⁴Po) は放射平衡に達し、3 核種の濃度は全て等しいと考える事ができる。 ラドンは気体で一つの原子から放出された α 線は全方向に渡って検出可能であるのに対し、 ²¹⁸Po、²¹⁴Po は正に帯電した金属イオンで MEPC 内壁に付着するため、内側に向かって放 出された α 線のみ検出可能である。従って原理的にはラドンの検出効率 $\epsilon_{Rn-222} \approx 1$ 、²¹⁴Po、 ²¹⁸Po の検出効率はそれぞれ $\epsilon_{Po-218} \approx \epsilon_{Po-214} \approx 0.5$ と考えることができる。

原理的には²²²Rn、²¹⁸Po、²¹⁴Poの検出効率の総和は2となりその逆数は0.5であるが、先行研究によると、実際の測定での補正項を考慮するとシミュレーションの評価により検出 効率の逆数は0.524で、その標準不確かさは0.005であったと述べられている²。

MEPC は原理通りの絶対測定を可能にするため、全ての a 線が等しく検出されるような 工夫を施している。通常の比例計数管では、フランジ近傍で電場が歪み、その部分で生成 された電離電子と中心付近で生成された電離電子ではガス増殖の度合いが異なる。MEPC では、フランジ近傍の電場の歪みを補正し、電離電子のガス増殖を計数管内の位置によら ず一様にすることを目的とし、MEPC の両端のフランジ部分には中心から 0.5 cm 毎に 6 本 の同心円状の電極(リング電極)を設置した。それぞれのリング電極には式(1)で求められ る陽極線からの距離に依存した電圧を印加する。

- V: リング電極の印加電圧[V]
- U: 陽極線の電圧[V]
- a: 陽極線の半径[m]
- b: 計数管の半径[m]
- r: 陽極線からの距離[m]

3. 実験方法

国立研究開発法人 量子科学技術研究開発機構 放射線医学総合研究所のラドン実験 棟にて、MEPC のリング電極の効果として波高分布にどのような影響が現れるのかを検証 した。測定系を図2に示す。6 MBq の²²⁶Ra を焼結させたセラミックスをラドン発生源と して用いた。ラドン発生源から発生したラドンは、ラドン発生源の入った容器を通過する PR ガスにより下流に輸送されるようになっている。MEPC 内にダストが入るのを防ぐた めフィルター(孔径 0.3 μm)を用い、念のため高湿度環境を避けるべくシリカゲルを使用 した。MEPC の陽極線には 1200 V、リング電極にはそれぞれ式(1)で求められる電圧を印加 した。

4.実験結果と考察

図3に示したように、MEPCによってラドンと短半減期子孫核種(²¹⁸Po、²¹⁴Po)のそれ ぞれのα線エネルギーに対応したピークを含むα線の波高スペクトルを取得することがで き、十分な精度で測定が可能である事が期待できる。図3にはリング電極を印加した場合 と印加しない場合のそれぞれで得られたスペクトルも示している。リング電極を印加しな い場合、ピークの高エネルギー側にテールが現れた。今後は引き続き MEPC の特性評価を 行い、これらの評価結果に基づき、MEPC の特性を把握し校正に最適な測定条件を検討す る。

5.標準供給までの課題

ラドン濃度は 2020 年に標準供給を開始する予定である。標準供給体系として、校正依頼 者が持ち込んだ測定器を MEPC で校正するシステムを予定している。校正依頼者には校正事 業者の他、測定装置のメーカなどを想定している。

現在 MEPC の特性評価と同時に、標準供給開始に向けた校正システムの設計を行ってい る。校正システム概略を図4に示す。MEPC は PR ガスをキャリアガスとして稼働するが、 校正対象となる測定装置は空気で稼働するものが多く、直接 MEPC で校正する事ができな い。そこで PR ガスと空気の両方で稼働する測定器を仲介器としてその PR ガスと空気の 動作特性の違いを補正し、MEPC で値付けされたラドンで仲介器を校正し、校正対象とな る測定装置の校正は仲介器によって行う必要がある。今後は仲介器を始め、校正を行うチ ャンバーの開発などを行い、校正システムを構築する。

6.まとめ

NMIJ 放射能中性子標準研究グループでは、「多電極比例計数管(Multi-electrode proportional counter; MEPC」を標準器とし、ラドン濃度の国家標準の立ち上げを行っている。日本ではこれまでラドン濃度の国家標準による標準供給の実績が無く、ラドン濃度の規制の導入に伴い放射線防護への利用が期待される。今回の結果から、MEPC でラドンと短半減期子孫核種のα線の波高スペクトルを取得できることが示され、十分な精度で測定が可能である事が期待できる。今後はこれらの評価結果に基づき MEPC の特性を把握し校正に最適な測定条件を検討すると共に、校正システムの構築を行う。



図 1. 多電極比例計数管(Multi-electrode proportional counter; MEPC)外観



図2. MEPC の特性評価に用いた測定系の概要



図 3. MEPC のリング電極を印加した場合と印加しない場合のα線スペクトルの違い



図4. 校正システムの概要

¹古川理央、海野泰裕、M. Janik、柚木彰、栗原治、「多電極比例計数管によるラドン濃度の測定のば らつき要素の検討」保健物理学会第 50 回研究発表会、B4-6 ホルトホール大分(2017). ²I. Busch, H. Greupner, and U. Keyser, NIM A. 481, 330–338 (2002). Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

ラドン濃度の絶対測定に向けた 多電極比例計数管の開発

○古川理央、柚木彰、佐藤泰、海野泰裕 放射能中性子標準研究グループ

1. 開発の背景

- 大気中に存在する自然放射性核種のラドン(²²²Rn)とその短半減期子孫核種(²¹⁸Po及び ²¹⁴Po)による肺へのα線被ばくは肺がんの原因になると考えられている。
- ▶ 日本ではラドン濃度の国家標準による標準供給の実績が無く、国家標準の立ち上げが 要望されてきた。
- ▶ 放射能中性子標準研究グループでは、2020年の標準供給開始を目指し、ラドン放射能 濃度の国家標準の立ち上げを目指している。

2. 研究・開発の内容

- ▶ 標準器として、ラドン放射能濃度の 絶対測定が可能な多電極比例計数 管(Multi-electrode proportional counter; MEPC)を作製した(図1)。
 - MEPC内部にラドンガスを導入し、 パルス測定を行ってα線スペクトル を得る。
 - α線の計数効率を計数管内の位置 によらず一様にするため、計数管 端部の電場の歪みを補正する電 極(リング電極)を設置した。
- ►MEPCで絶対測定されたラドンガス で参照器を校正し、参照器によって 校正機関又はユーザーの測定器を 校正する(図1)。

3. 考察·議論

> リング電極の効果の評価(図2) リング電極を印加しない場合、 ピークの高エネルギー側のテー ルが現れる →リング電極を印加すると電子の 余計な増倍が抑えられる可能性 がある。

4. 今後の展開

- ▶ 校正システムの設計(図3)
- ▶ 測定結果の検証
- ▶ 不確かさの評価





図2 取得されたα線スペクトル(陽極線に1200Vを印加した)



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

技術を社会へ Integration for Innovation

甲状腺モニタ用ファントム標準化のための研究

放射能中性子標準研究グループ 柚木 彰

要旨

体内被ばくを評価するために震災後に広く使われている体内放射能測定装置に ついて、平成 27 年に JIS Z 4343 が制定された。これを受け、産総研では国内の甲 状腺モニタのレスポンスを評価出来る試験治具を整備して、試験条件の最適化に 向けた試験を続けている。前回報告までに線源と検出器の位置関係及び線源の大 きさに起因する測定の不確かさを評価した。今回は、ファントムの違いによる校 正結果のばらつきを評価した。ファントム及び校正用線源の寸法・形状は、ファ ントム毎にばらばらであるが、検出器前面から校正用線源の中心までの距離が 100 mm を超えるとレスポンスの違いは高々数パーセントとなり、ファントム相互 のレスポンスを換算出来る見込みが得られた。

1. はじめに

身体に取り込まれた放射性物質による内部被ばくを評価するために、その放射能を測定 する装置として、体内放射能測定装置(体外計測装置、In vivo counter)が用いられている。 本装置について IEC 61582 Ed.1 2004 "Radiation protection instrumentation - In vivo counters -Classification, general requirements and test procedures for portable, transportable and installed equipment" を対応国際規格として、平成 27 年に JIS Z 4343 (体内放射能測定装置-γ線放 出核種)が制定された。これを受け、産総研では体内放射能測定装置のうち甲状腺モニタ のレスポンスを評価出来る試験治具を整備して、試験条件の最適化に向けた試験を続けて いる。前回報告までに線源と検出器の位置関係及び線源の大きさに起因する測定の不確か さを評価し、線源から検出器全面までの距離が 50 mm の場合の、レスポンス試験に関わる 測定の合成相対標準不確かさを 3.7%と見積もった¹。甲状腺モニタのレスポンス試験に関わる 現定の合成相対標準不確かさを 3.7%と見積もった¹。甲状腺モニタのレスポンス試験にある。 現状では様々なファントムが用いられており、相互の互換性も確認されていない。そこで、 現在入手可能な複数のファントムを用いてレスポンス試験を実施し、そのばらつきを評価 することとした。

2. 試験の内容

レスポンス試験は NaI(TI)シンチレーション検出器を用いた、一般的な甲状腺モニタと同様の放射線測定システムについて実施した。そのセットアップを図1に示す。試験に用いるファントムは、図1の右上の頸部模擬ファントムと記された位置に設置した。校正用線源は、それぞれのファントムが指定する容器に、よう素131溶液を指定の液量まで充填したものを用いた。ファントムの外形を図2に示す。なお、IAEA/ORINSファントムの場合には照射中心が指定されているが、液量の指定が無かった。この場合、液量を変えながら

レスポンスを測定し、レスポンスが最大となる液量で試験した。また、京都科学製の頸部 模擬ファントムの場合は、液量は指定されるが照射中心が指定されていなかったので、線 源の高さを変えてレスポンスを測定し、レスポンスが最大となる高さで試験した。



図1. 甲状腺モニタレスポンス試験モックアップの外形



(1) 0支由で製品刷



(2) CANBERRA 製品用





(3) ANSI/IAEA

試験の対象としたファントムは、いずれも国内外において広く使われている。(1) 及び (2) は米国製品で使われているファントムである。(3) は IAEA と ANSI の提案に基づく ファントムで米国の ANSI/HPS N13.44-2014 "Thyroid Phantom Used in Occupational Monitoring"で規定されている。(4) は 1956 年に米国 ORNL で開発されたファントムで²、 IAEA/ORINS ファントムとして国内で多くの甲状腺モニタの校正に使われている。(5) は 京都科学が開発した頸部模擬ファントムで ICRU REPORT 48 "Phantoms and Computational Models in Therapy, Diagnosis and Protection"に記載されている。線源及びファントムに関わる試験条件を表1に示す。

X	略称	液量 [cm ³]	線源容器及びよう素 131 溶液量
(1)	ORTEC	20	20 mL ガラスバイアル
(2)	CANBERRA	20	20 mL ポリエチレンバイアル
(3)	ANSI/IAEA	30	30 mL ポリエチレンバイアル
(4)	IAEA/ORINS	30及び40	20 mL アクリル製円筒容器 2 本
(5)	京都科学	16.7 及び 20.4	アクリル製、甲状腺形状模擬
			(成人女性用 16.7 cm ³ 、成人男性用 20.4 cm ³)

表1. 線源及びファントムに関わる試験条件

上記(1)~(5)のファントムについて、どれかが基準となっている状況ではない。国際 規格としては、計算による線量評価を目的として平均的な人間の身体をモデル化した、 ICRP Pub.110 "Adult Reference Computational Phantoms"がある。全身をモデル化しているの で甲状腺だけに着目すると形状の模擬が粗くなっているが、基準ファントムの候補と考え ている。

3. 試験の結果

上記の試験治具を用い、複数のファントムに対する甲状腺モニタのレスポンスを試験した。各ファントムでのレスポンス(*R*)は、よう素 131 溶液からの 364 keV のガンマ線の計数(*C*)、よう素 131 溶液の放射能(*A*)より、次式にて求める。

$$R = \frac{C}{A}$$

さらに ANSI/IAEA ファントムでのレスポンスを基準 (R_0) とし、他のファントムで得た レスポン (R) との比を相対レスポンス (r) として求める。

$$r = \frac{R}{R_0}$$

図 3 に検出器前面から線源中心までの距離と相対レスポンス(r) との関係を示す。 IAEA/ORINS ファントムを除いて相対レスポンス(r) は 0.95~1.05 の範囲にある。 IAEA/ORINS ファントムについても検出器前面から校正用線源の中心までの距離が 100 mmを超えると相対レスポンスは 0.95~1.05 に収まる。ファントム及び校正用線源の寸法・ 形状は、ファントム毎にばらばらで、互換性はない。しかしながら、相対レスポンスの違 いは高々数パーセントとなり、ファントム相互のレスポンスを換算出来る見込みが得られ た。今後は他の寸法・形状の検出器で同様の試験を行い、相対レスポンスのずれを確認す る。なお、ORINS (30 mL) 及び ORINS (40 mL) はいずれも IAEA/ORINS ファントムを 用いて評価したレスポンスであるが、検出器前面から校正用線源の中心までの距離による
変化が他のファントムと異なっている。これは図 2(4) に示されるように IAEA/ORINS ファントムは他のファントムと異なり、線源容器を検出器から見て左右に並べて2本入れ る構造となっており、検出器をファントムに近づけた場合の校正用線源までの距離が、他 のファントムに比べて小さくなりにくかったからであると考えている。



図3. 検出器~線源距離とレスポンスの関係

4. まとめと今後の予定

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を標準化するため、試験治具 を開発してファントムの違いによるレスポンスのばらつきを評価し、検出器前面から校正 用線源の中心までの距離が 100 mm 以上ではファントム相互のレスポンスを換算出来る見 込みが得られた。従ってレスポンス試験の標準化は可能であると考える。しかし、現場に おける甲状腺放射能の測定では、検出器を身体の頸部にほぼ密着するまで近づけている。 この時、検出器全面と線源中心(すなわち甲状腺)との距離は、ICRP Pub.110 の Fig. E. 10 に従うと約 20 mm となり、レスポンスが大きくばらつく恐れがある。試験精度を上げる努 力の他に、測定器の開発による精度向上が求められる。また、体内放射能測定装置は米国 製品が市場の大部分を占めており、米国 ANSI の規格との整合が重要になる。今後は ICRP Pub. 110 に従って、基準となる新たな試験用ファントムの可能性を確認する一方、ANSI 規格との整合を図りながら、試験条件、線源及びファントムの標準化を進める予定である。

1 産総研分析計測標準研究部門第2回シンポジウム報告書(2016) 95-99 頁.

² Marshall Brucer. Thyroid Radioiodine Uptake Measurement: A Standard System for Universal Intercalibration. ORINS 19. June 1959.

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

甲状腺モニタ用ファントム標準化のための研究

柚木 彰 放射能中性子標準研究グループ

1. 開発の背景

体内被ばくを評価するために震災後に広く使われている体内放射能測定装置 について、平成27年にJIS Z 4343が制定された。これを受け、産総研では国内 の甲状腺モニタのレスポンスを評価出来る試験治具を整備した。現状では試 験用のファントムが幾種類もあって試験結果がばらつくため、ファントムの比較 を行い標準化を図る必要があった。

2. 試験の内容

図1に示す複数の甲状腺モニタ用ファン トムに、それぞれのファントムが指定す る容器にI-131溶液を充填した校正用線 源を装着する。そして、NaI(TI)シンチレ ーション検出器を用いた甲状腺モニタの レスポンスを比較した。

3. 試験の結果

ファントム及び校正用線源の寸法・形状 は、ファントム毎にばらばらで互換性は ない。しかしながら、図2に示すように検 出器前面から校正用線源の中心までの 距離が100mmを超えるとレスポンスの 違いは高々数パーセントとなり、ファント ム相互のレスポンスを換算出来る見込 みが得られた。

4. 結論および今後の展開



50 100 150 200 250 300 検出器前面から線源中心までの距離 [mm]

●京都科学(20.4mL)

図2. 検出器~線源距離とレスポンスの関係

甲状腺モニタのレスポンス試験に用いられる代表的なファントムを用いて、レス ポンスを比較した。体内放射能測定装置は米国製品が市場の大部分を占めて おり、米国ANSIの規格との整合が重要になる。今後はICRP Pub. 110 "Adult Reference Computational Phantoms"に従って、上記ファントムの基準となるよう な新たな試験用ファントムの可能性を確認する一方、ANSI規格を広く調査し、 IEC規格及びJISとANSI規格との整合を目指す。

0.75

0.70 ٥



がん治療用中性子ビームのエネルギー分布測定技術 放射能中性子標準研究グループ 増田 明彦、松本 哲郎、原野 英樹 筑波大学 熊田 博明、高田 健太、大西 貴博、榮 武二

要旨

ホウ素中性子捕捉療法(BNCT)のための中性子源は、各地の医療機関に配備可 能な加速器中性子源への移行が進められている。加速器中性子源では、施設によ って得られる中性子のエネルギー分布が固有であり、実験的評価が必要とされて いる。本研究では、施設開発段階で利用可能な微弱ビームを利用し、³He 比例計 数管ベースのボナー球スペクトロメーターを用いて中性子スペクトラルフルエン スの測定を行った。また、治療用大強度中性子ビームに対応できる検出器の開発 も進めている。

1. はじめに

ホウ素中性子捕捉療法(boron neutron capture therapy、BNCT)は、中性子を利用したがん治療法 である。¹⁰Bを含み、かつがん細胞に選択的に取り 込まれやすい薬剤を患者に投与し、中性子を照射 すると、図に示すようにがん細胞内で¹⁰Bと中性子 の核反応により⁴He 粒子と⁷Li 粒子が生成される。 これらはがん細胞の大きさと同程度の飛程を持つ 高 LET 放射線であり、がん細胞に選択的にダメー ジを与えることができる(図 1)。BNCT はこれま で原子炉施設を大規模拠点として研究開発が進め



図 1. がん細胞に取り込まれた¹⁰B と中性子の核反応によりがん細胞を 選択的に破壊する BNCT

られてきた一方で、近年は各地の医療機関に配備可能な加速器中性子源の開発が急速に進められている。

加速器 BNCT 中性子源には、10⁹ cm⁻²s⁻¹という大強度の熱外中性子(0.5 eV~10 keV) を生成する一方で、治療に伴う被ばく線量を抑えるために熱中性子、速中性子、ガンマ線 を極力抑制することが求められている。そのため、各開発グループが様々なアプローチで 中性子源を開発しており、中性子生成に用いる加速器ビームの種類やエネルギー、中性子 発生核反応、中性子エネルギー変調機構等が異なり、結果として得られる中性子ビームの エネルギー分布も施設依存性が強い。そのため、患部に適切な線量を付与し治療効果を最 適化するために、モンテカルロ計算によるシミュレーションに加え、実験的な測定による 評価手法の確立が求められている。

2. ボナー球スペクトロメーターによる中性子エネルギー分布測定の実証と施設評価 本研究では、いばらき中性子医療研究センターで開発中の加速器 BNCT 中性子源¹に対

し、ボナー球スペクトロメーター (BSS) を用いて 中性子ビームのエネルギー分布と強度を測定した。 当該施設では、8 MeV の陽子ビームと Be ターゲッ トによる Be(p,n)反応により中性子を発生させ²、フ ッ化カルシウム減速材等を用いて治療に適した熱 外中性子を生成する。今回は、施設開発中に利用可 能な微弱ビーム(陽子ビームピーク電流 16 µA、パ ルス幅400 µs、繰り返し5 Hz、平均ビーム電流で治 療時のおよそ 1/3000) を活用し、豊富な実績のある ³He比例計数管を検出素子としたBSSによる測定を 実施した。BSS は、検出効率の中性子エネルギー依 存性(応答関数)の異なる検出器群であり、各検出 器による測定を逐次行い、それらの計数結果群と応 答関数マトリックスから逆問題的に中性子スペク トラルフルエンスを導出するものである。今回用い た BSS の応答関数を図 2 に示す。対象とするエネ ルギー範囲で応答関数形状に有意な差が得られる 8個の検出器を採用した。

治療はビームポートと呼ばれるコリメーター出 ロ付近で行われるが、ビームポート付近に検出器を 設置した場合には検出器とコリメーター構造物で の中性子散乱の影響が大きく適切な測定ができな いことから、治療室の中ほどで測定を行い、モンテ カルロ計算との比較を通じてビームポートでの中 性子特性を評価した。モンテカルロ計算には PHITS コード³を用い、治療室内の中性子ビーム軸上での 中性子スペクトラルフルエンスを評価した。中性子 源や治療室内の構造は図 3 に示すように計算体系 に再現されている。得られた結果を図4に示す。中 性子源の評価に適した測定地点として、コリメータ ーや遮蔽壁との相互作用の影響が許容範囲に収ま り、かつエネルギー分布の特徴が異なる、ビームポ ートから1mおよび2mの位置を選定した。測定の 様子を図5に示す。



図 2. BSS の応答関数。実線で示した検出器を用いた



図3. 中性子源および治療室の体系



図 4. 中性子ビーム軸上の中性子ス ペクトラルフルエンスのモンテカ ルロ計算結果。

測定結果をアンフォールディングして導出した1mおよび2m地点の測定結果を図6に 示す。アンフォールディングには MAXED_FC33 コード⁴を用い、アンフォールディング の初期条件として与える初期推定スペクトルとしては図4に示したモンテカルロ計算の結 果を利用した。いずれの結果もモンテカルロ計算による中性子エネルギー分布を概ね再現 する結果となり、モンテカルロ計算の実験的検証と なるとともに、BSS を用いたアンフォールディング による中性子エネルギー分布測定が加速器 BNCT 中 性子源に対して有効であることの検証となった⁵。ま た、これらの測定結果とモンテカルロ計算との比較 から外挿して導出したビームポートにおける中性子 スペクトラルフルエンスも図 6 に示した。この結果 によると、入射陽子ビーム電荷量あたりの熱外中性 子フルエンスは 3.65×10¹¹ cm⁻²C⁻¹であり、設計ビー

ム電流によって治療に十分な強度の熱外中性子が 得られることを確認することができた。

3. 治療レベルの中性子強度に対応する検出器の 開発

施設完成後に得られる治療レベルの中性子ビー ムに対しては、³He 比例計数管を用いた BSS では 正確なパルス信号計数が困難となるため、大強度 にも対応できる検出素子の検討を行っている。³He 比例計数管に代えてボナー球検出器に挿入する低 エネルギー中性子検出器として、従来から用いら れている金の放射化検出器⁶のほか、⁶Li ガラスシ ンチレーターを用いたアクティブ検出素子の開発 を進めている。⁶Li ガラスシンチレーターに接続し た光電子増倍管からの信号を電流積分値として取



図 5. 治療室における、BSS による 中性子ビーム測定



図 6. ビームポートから1mおよび2 m 地点の測定結果(破線はモンテカ ルロ計算結果)と、ビームポートに おける中性子スペクトラルフルエン スの評価結果

得することで治療レベルの中性子強度に対応し、⁷Li ガラスシンチレーターとの差分をと ることによってガンマ線信号の影響を補正する。これまでに、産総研の熱中性子場におい て中性子強度に対する線形性を確認しており、さらに詳細な検出器特性の評価を進めてい る。

4. まとめ

加速器 BNCT 中性子施設において、施設開発段階で利用可能な微弱ビームを活用し、³He 比例計数管を用いた BSS による中性子ビーム測定を行った。結果はモンテカルロ計算によ るシミュレーションと概ね一致し、計算の妥当性と測定手法の有効性が確認された。この 結果は、開発途上における施設の中性子生成能力の検証データとなった。現在は、施設完 成後の治療レベルの大強度中性子ビームの測定を能動検出器で行うために、検出素子とし て Li ガラスシンチレーターを用いた BSS の開発を行っている。新たな検出器による治療 レベル中性子ビームの測定においては、微弱ビームに対する測定結果が重要なリファレン スデータになると期待される。

謝辞

本研究は、JSPS 科研費 JP25871197、JP16K21679、JP16K09030、および公益財団法人精密 測定技術振興財団助成金の助成を受けたものです。

- ¹ H. Kumada, A. Matsumura, H. Sakurai, T. Sakae, M. Yoshioka, H. Kobayashi, H. Matsumoto, Y. Kiyanagi, T. Shibata, H. Nakashima, Appl. Radiat. Isot. **88**, 211-215 (2014).
- ² H. Kumada, T. Kurihara, M. Yoshioka, H. Kobayashi, H. Matsumoto, T. Sugano, H. Sakurai, T. Sakae, A. Matsumura, Appl. Radiat. Isot. **106**, 78–83 (2015).
- ³ T. Sato, K. Niita, N. Matsuda, S. Hashimoto, Y. Iwamoto, S. Noda, T. Ogawa, H. Iwase, H. Nakashima, T. Fukahori, K. Okumura, T. Kai, S. Chiba, T. Furuta, L. Sihver, J. Nucl. Sci. Technol. **50**, 913–923 (2013).
- ⁴ M. Reginatto, P. Goldhagen, Health Phys. 77, 579–583 (1999).
- ⁵ A. Masuda, T. Matsumoto, K. Takada, T. Onishi, K. Kotaki, H. Sugimoto, H. Kumada, H. Harano, T. Sakae, Appl. Radiat. Isot. **127**, 47-51 (2017).
- ⁶ A. Masuda, T. Matsumoto, H. Harano, H. Yoshitomi, Y. Tanimura, Y. Shikaze, S. Kurashima, H. Seito, M. Hagiwara, Y. Unno, J. Nishiyama, M. Yoshizawa, 2014 IEEE NSS/MIC Conference Record (2014).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

がん治療用中性子ビームのエネルギー分布測定技術

○増田 明彦¹、松本 哲郎¹、原野 英樹¹、熊田 博明²、高田 健太²、大西 貴博²、榮 武二²
 放射能中性子標準研究グループ¹、筑波大学²

1. 研究の背景



がん細胞に集積しやすい ¹⁰B製剤を投与 ¹⁰B製剤を投与



加速器中性子源への移行

原子炉を用いた 黎明期

各地の医療機関に配備可能な小~中型 加速器中性子源の開発が急速に進行 中性子エネルギー分布の 施設依存性が強く、 実測による評価が重要

2. 中性子エネルギー分布の測定

いばらき中性子医療研究センター(東海村)にて、施設開発中の微弱ビームを用いて測定を行った。



3. 結論および今後の展開

- ▶ 加速器BNCTにおける治療用中性子ビームの強度・エネルギー分布をボナー球スペクトロメーターを用いたアンフォールディング法により測定・評価した。
- ▶ 測定手法の有効性の実証と、開発段階におけるBNCT施設の性能評価(陽子ビームあたり得られる中性子量の評価)に成功した。
- ▶ 現在は、施設完成後の治療レベルの大強度中性子ビームの測定を能動検出器で行うために、検出素子としてリチウムガラスシンチレーターと電流モード動作させた光電子増倍管を用いることで高計数率に対応したボナー球検出器の開発を進めている。

本研究は、JSPS科研費JP25871197、JP16K21679、JP16K09030、および公益財団法人精密測定技術振興財団助成金の助成を受けたものです。

技術を社会へ Integration for Innovation

微小空隙評価のための高強度低速陽電子ビーム利用施設

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

要旨

陽電子消滅寿命測定法は、電子の反粒子である陽電子を材料中に打ち込み、電子 と消滅するまでの時間(寿命)を測定することで、材料中に存在する微小な空孔・ 空隙の構造情報を抽出する分析手法である。産業技術総合研究所の低速陽電子ビ ーム利用施設では、電子線形加速器で発生させた高強度の低速陽電子ビームを用 いて、陽電子消滅寿命測定法による微小空隙評価技術の研究開発と、その技術を 利用した先端材料分析に取り組んでいる。

1. はじめに

材料に含まれる微小な空隙、例えば、金属・半導体結晶に含まれる原子空孔欠陥や原子 空孔クラスター、高分子材料中の自由体積空孔は、それら材料の機能特性(力学的強度、 電気的特性、分子透過性、光学特性等)に大きな影響を与える。このため、微小空隙が関 与する先端材料の開発においては、空隙のサイズや濃度を制御する技術と同時に、その空 隙を評価する分析技術も不可欠である。しかしながら、こうした空隙のサイズはサブナノ からナノメートルのスケールであり、電子顕微鏡やX線回折等の手法ではそのサイズ同定 及び構造解析が困難である。また、先端材料の高機能化に伴い、表面において機能性を発 現する材料や薄膜、イオン注入試料等の微小空隙評価が要求されており、表面近傍から深 さ方向への深査が可能な分析技術のニーズが高まっている。

陽電子消滅寿命測定法は、電子の反粒子である陽電子を材料中に照射して、材料中に含 まれる空隙の情報(サイズや相対量)を取得するユニークな分析手法である¹。物質中に打 ち込まれた陽電子が電子と衝突すると対消滅を起こし、この時に2本のγ線が放出される。 その際、物質中の電子と結合してポジトロニウムと呼ばれる束縛状態を形成し、消滅する こともある。陽電子やポジトロニウムの消滅寿命は物質中の電子密度に依存する。とりわ け、電子密度の低い原子空孔欠陥や空孔クラスターに捕捉されると、寿命が伸びる傾向と なる。陽電子消滅寿命測定法では、この性質を利用して、材料中に打ち込まれた陽電子な いし形成されたポジトロニウムの消滅寿命を測定することで、微小空隙のサイズ同定や相 対量評価の分析に資することができる。また、単色陽電子のビーム(低速陽電子ビーム)を 用いれば、試料への打ち込みエネルギーを変えることで、特定の深さ(表面から数マイク ロメートル)の空隙情報を抽出可能であり、薄膜試料の評価や欠陥の深さ分布を調べるこ ともできる。

2. 低速陽電子ビーム利用施設

産業技術総合研究所(産総研)の低速陽電子ビーム利用施設では、専用の電子線形加速器

(加速エネルギー40 MeV)を利用した低速陽電子ビーム発生技術の開発と、それを利用した 微小空隙の評価・分析技術の開発に取り組んでいる。高エネルギー電子ビーム(パルス幅1 µs、繰り返し周期 50 Hz)を Ta 標的に照射し、標的中での制動放射 X 線発生と追随する電 子-陽電子ペア生成過程によって、高強度の白色陽電子を発生させている。これら陽電子 を井桁状に組まれた W 箔(50 µm 厚)で減速・単色化し、数 eV 程度のパルス状低速陽電子 ビームを生成している。得られたビームは、リニアストレージと呼ばれる電磁トラップで 捕捉後、準直流的に引き出され、様々な実験に用いられる。

図1に低速陽電子ビーム利用施設の概観を示す。現在、垂直型の陽電子寿命測定装置が 稼動しており、文部科学省「ナノテクノロジープラットフォーム」事業等において、共用 設備として公開している²。また、陽電子寿命の3次元分布(平面(x,y)+深さ(z))イメージ ングが可能な陽電子プローブマイクロアナライザーが開発されている。

これら分析装置を利用した空隙評価の事例を、以下に示す。

- ・金属材料の空孔型欠陥評価
 疲労破壊、水素吸蔵合金、ステンレス鋼の水素脆化
- ・半導体デバイス用膜の空孔型欠陥評価
 イオン照射欠陥、低誘電率(Low-k)膜、界面欠陥
- 高分子材料の自由体積評価
 分離膜、絶縁膜、イオン交換膜



図1. 産総研の低速陽電子ビーム利用施設

3. 垂直型陽電子寿命測定装置

垂直型の陽電子寿命測定装置を図2に示す³。 上部から輸送されてきた準直流的な陽電子ビー ムをチョッパーによって電気的に切り出して、 短パルス列を形成する。これらにプレバンチャ ーとバンチャーで速度変調を加えて各々のパル スを時間的に圧縮し、試料へ打ち込む。この結 果、試料でのパルス時間幅(時間分解能)は、半 値半幅で 200 ps - 300 ps に達する。試料中で発 生した消滅 γ 線を試料背後に設置された BaF2 シンチレーターと高速の光電子増倍管で検出し て、試料入射時から信号検出までの時間(寿命) を測定する。本装置の特徴は、陽電子ビームを 試料へ鉛直方向に入射することが可能なため、 薄膜やバルク材料だけでなく、従来困難であっ た液体や粉末材料にも適用できることである。 試料には高電圧を印加できるようになっており、 打ち込みエネルギー(1 keV-30 keV)、すなわち 打ち込み深さを制御した測定が可能である。



図 2. 垂直型陽電子寿命測定装置 3

4. 陽電子プローブマイクロアナライザー

マイクロメーターサイズに絞った陽電子ビームを用いて、試料の平面走査と表面からの 探査を可能にした、空隙サイズ・分布の3次元イメージング技術、陽電子プローブマイク ロアナライザー(Positron Probe Micro Analyzer, PPMA)が開発されている⁴。測定原理を図3 に示す。延伸した金属材料の欠陥生成メカニズムの解明や、イオン照射ガラスの3次元欠 陥イメージング⁴等の測定実績がある。また、陽電子マイクロビームをナノメーター厚の SiC 窓を通して大気中に取り出して、大気圧環境・湿潤調整下で計測可能な PPMA も開発 されている^{5,6}。



図3. 陽電子プローブマイクロアナライザーの実験原理4

5. まとめ

産総研低速陽電子ビーム利用施設では、電子線形加速器で発生させて高強度の低速陽電 子ビームを用いて、微小空隙評価・分析技術の開発と、その共同利用を推進している。本 稿では、本施設に設置されている垂直型陽電子寿命測定装置と陽電子プローブマイクロア ナライザーを紹介した。今後、分析装置の高度化(測定の高速化や高分解能化)に向けて、 陽電子ビームの高強度化を進めていく。

- ¹ 産総研 Today Vol. 14-9 (2014).
- ² http://unit.aist.go.jp/rima/nanotech
- ³ B. E. O'Rourke *et al*, JJAP. Conf. Proc. **2**, 011304 (2014).
- ⁴ N. Oshima et al, Appl. Phys. Lett. 94, 194104 (2009).
- ⁵ N. Oshima *et al*, Appl. Phys. Exp. **4**, 066701 (2011).
- ⁶ W. Zhou *et al*, Appl. Phys. Lett. **101**, 014102 (2012).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

微小空隙評価のための 高強度低速陽電子ビーム利用施設

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

1. 研究の背景

各種材料の高機能化に伴い、材料中のナノからサ ブナノメートルサイズの微小空隙の構造評価・分析 のニーズが高まっている。本施設では、電子加速器 で発生した高強度低速陽電子ビームを用いて、微小 空隙の分析・評価技術の開発を行っている(図1)。

2. 低速陽電子ビーム利用施設

●垂直型陽電子寿命測定装置(図2,表1)

パルスビーム方式の陽電子寿命測定による空隙の サイズ・相対量評価が可能。地面垂直方向からの陽 電子入射が可能であり、薄膜・バルク試料だけでなく、 粉末や液体試料の空隙評価を実施できる[1]。

●陽電子マイクロプローブアナライザー(図3)

陽電子マイクロビームを用いた、局所的な微小空隙 サイズ・分布の3次元(平面(*x*,*y*)、深さ(*z*))イメージング 技術[2]。大気圧・湿潤制御下で計測可能な大気圧 PPMAも開発されている[3]。

- 3. 微小空隙評価の事例
- ●金属材料の空孔型欠陥評価
 疲労破壊、水素吸蔵合金、ステンレス鋼の水素脆化
 ●半導体デバイス用膜の空孔型欠陥評価
- イオン照射欠陥、低誘電率(Low-k)膜、界面欠陥 ●高分子材料の自由体積評価
 - 分離膜、絶縁膜、イオン交換膜

4. 結論および今後の展開

現在、陽電子ビームの高強度化に向けた、ビームラ インの改修を進めている。陽電子寿命測定装置は、 「ナノテクノロジープラットフォーム事業」において、共 用設備として利用可能である。

- [1] B. E. O'Rourke et al., JJAP Conf. Proc. 2 (2014) 011304.
- [2] N. Oshima et al, Appl. Phys. Lett. 94 (2009) 194104.
- [3] N. Oshima et al, Appl. Phys. Exp. 4 (2011) 066701.



図1. 低速陽電子ビーム利用施設の写真



表1. 装置仕様(公称値)

A Theorem		
	時間分解能	200 ps - 300 ps
	ビームエネルギー	1 keV - 30 keV
line -	ビーム径	0.1 mm - 10 mm
s an-Hall	計数率	100 s ⁻¹ - 2000 s ⁻¹ (計測条件に依存)
11.25		

図2. 垂直型陽電子寿命測定装置 [2]



図3. 陽電子マイクロプローブアナライザー (PPMA) [3]

URL:http://unit.aist.go.ip/rima/



材料分析を目指した小型加速器中性子源の設計

X線·陽電子計測研究グループ 木野 幸一¹⁾、オローク ブライアン¹⁾³⁾、 満汐 孝治¹⁾ 鈴木 良一¹⁾、大島 永康¹⁾³⁾、林崎 規託¹⁾²⁾

放射線イメージング計測研究グループ 小川 博嗣¹⁾³⁾、田中 真人¹⁾³⁾、藤原 健¹⁾ 清 紀弘¹⁾、豊川 弘之¹⁾³⁾、黒田 隆之助¹⁾³⁾、

構造材料研究部門 軽量金属設計グループ 渡津 章 1)

新構造材料技術研究組合¹⁾東京工業大学²⁾先端オペランド計測技術 OIL³⁾

要旨

現在我々は材料分析を目指して、電子線形加速器を用いた小型加速器中性子源の 設計・建設を行っている。特にパルス中性子透過法によるブラッグエッジイメー ジングに着目している。このとき、高い中性子波長分解能と強度が要求される。 このために、中性子源において複数の最適化を行った。最適化の下で得られる中 性子のエネルギースペクトルをモンテカルロシミュレーションにより予測した。

1. はじめに

中性子は電荷が無いため物質透過能力が高く、材料やその製品を非破壊で分析するのに 適している¹。我々は材料分析を目指して特に、時間的にパルス状に発生する白色中性子 ビーム(パルス中性子ビームと呼ばれる)と、中性子に計測試料を透過させて計測する方 法(中性子透過法と呼ばれる)を組み合わせる計測手法に着目している。この手法はパル ス中性子透過法と呼ばれる。測定試料が多結晶である場合、透過した中性子の中性子波長 スペクトルには、中性子の物質との回折現象に起因するブラッグエッジと呼ばれる構造が 現れる。ブラッグエッジの分析から材料中の結晶の組織や配向や歪み等の情報を得ること ができる²。さらに中性子の検出に2次元検出器を用いることで、これら情報を2次元画 像として得られる利点がある。これらを合わせた手法は、ブラッグエッジイメージングと 呼ばれる。

得られる情報のうち、結晶歪みや結晶相の分析には、高い中性子波長分解能が求められる。また、2次元画像を得るためには、高い中性子の統計が必要となる。このために我々の設計には、これらの条件を満たすように最適化を施している。本報告では、まず設計中の中性子源とその最適化について説明する。さらに、モンテカルロシミュレーションを使って予測される中性子ビームの特性について報告する。

2. 中性子源の構成と最適化

中性子源の全体図を図1に示す¹。中性子源は主に、電子加速器、中性子発生部、中性 子計測用ビームラインで構成される。電子加速器は、3本の加速管から成るSバンドの電 子線形加速器である。発生する電子ビームのエネルギーは約36 MeV であり、パワーは最 大 10 kW である。また、約8 μ s のマクロパルス幅のパルスビームであり、パルスの繰り返 しは 100 Hz である。



図 1. 中性子源の全体図¹。主に、電子加速器、中性子発生部、中性子計測用ビームラインで構成される。図中の(a)~(e)は表1の(a)~(e)に対応する。

中性子発生部では、電子ビームが金属ターゲットに照射される。ターゲット内では電子 ビームと金属の原子核の相互作用によりガンマ線が発生し、さらにガンマ線と金属の原子 核との光核反応が起き、高速中性子が発生する。この中性子が本中性子源で得られるパル ス中性子ビームの起源である。金属ターゲットの上側には、20Kに冷却された固体メタン あるいは固体メシチレンの減速材があり、金属ターゲットおよび減速材はグラファイトの 反射体で囲われている。高速中性子は直接、もしくは反射体で反射されて減速材に入り、 減速材との散乱により熱中性子まで減速される。熱中性子はオングストロームオーダーの 波長をもつため、結晶と回折を起こすことができる。中性子発生部には減速材から外側に 向かって孔が設けられており、ここから熱中性子ビームがとり出される。熱中性子ビーム は、電子ビームと同期した 100 Hz のパルスビームである。また、中性子発生部は、内側か ら鉛、ホウ酸レジン、鉛、コンクリートの多層構造により放射線を遮蔽している。

計測用ビームラインは熱中性子取り出し部からビーム下流へと続く放射線遮蔽体である。不要な遅い中性子を除去するためのディスクチョッパーと呼ばれる装置や中性子ビームを効率よく下流に導くための中性子ガイドミラー管が設置される。減速材から8m下流には、材料分析を行うための空間が設けられる。この空間でパルス熱中性子ビームを試料に照射し、透過した中性子を2次元検出器で捉えデータとして記録する。

これら構成要素に対して、表 1 の最適化を行っている。(a)と(b)は主に高波長分解能に 寄与する。ブラッグエッジから得られる情報の中でも、結晶の組織や歪みの分析には高い 波長分解能が要求される。本中性子源では、中性子の速さすなわち波長は、中性子が減速 材から検出器まで飛行する時間の計測によって得られる。減速材中では中性子は多数回の 散乱によって減速するが、あるエネルギーにまで減速するにも散乱の回数にはばらつきが ある。すなわち、減速材から放出される中性子には時間のばらつきがあり、これを抑制す ることにより中性子の飛行時間すなわち波長の分解能を向上させるのが(a)の最適化であ る。また波長分解能を向上させるには、中性子の飛行距離を長くして飛行時間を長くする 方法もある。本中性子源では飛行距離を8mとしている。飛行距離を長くすればするほど 波長分解能は向上するが、一方で飛行時間が長くなりパルスの繰り返し数を下げる必要が 生じるために、試料に照射する中性子の強度が低下してしまう。このバランスを考慮し(b) の最適化を施した。(c)~(e)は計測時間を短くするのに寄与する。(c)のように高いパワーの 電子ビームを供給できる電子加速器を採用する。中性子強度は電子ビームパワーに比例す る。また、パルス中性子は電子ビームのパルスと同期するが、この周波数を測定対象や測 定手法にマッチングさせることが大切である。本中性子源では、材料分析をブラッグエッ ジイメージングによって行うことを目標としている。例えば鉄鋼材料では、ブラッグエッ ジの現れる中性子波長は最大で0.4 nm 程度である。100 Hz のパルス中性子は 10 ms 毎に発 生するが、8 m 中性子を飛行させた場合、10 ms の間で0 から約 0.5 nm の間の中性子を使 うことができる。すなわち、効率良い計測を行うことができる。(e)は中性子を高効率で検 出することで、計測時間の短縮を図っている。

表 1. 中性子源の最適化一覧。表中の(a)~(e)は図 1 の(a)~(e)に対応する。

(a)	非結合型中性子減速材(デカップルド)の採用
(b)	飛行路長の最適化(8m)
(c)	国内の既存の小型中性子源トップクラスである約 10 kW の電子ビームの採用
(d)	パルス中性子繰り返し周波数の最適化(100 Hz)
(e)	高性能中性子検出器の利用(検出効率20%@中性子波長4A)

3. 中性子源の特性予測

設計中の中性子源体系におけるモンテカルロシミュレーションを行い、パルス中性子ビ ームの特性予測を行った。シミュレーションには、PHITS コード³を用いた。また、シミ ュレーションの各事象は、シミュレーションの計算時間短縮のため電子ビームではなく、 金属ターゲットから放出される約 1 MeV のエネルギーをもつ高速中性子の発生から始め た。これには、予め同じく PHITS を使って 35 MeV, 10 kW の電子ビームをタンタルターゲ ットに照射して得た高速中性子のスペクトルデータを用いた。シミュレーション上で、減 速材からビームライン下流側8mの位置に到達した中性子のフラックスを計数した。得ら れたエネルギースペクトルが図2である。減速材からは減速中の中性子も放出されるため、 高速中性子から計数されている。エネルギーが下がるにつれてスペクトルは一旦フラット になるが、約0.3 eV 以下でフラックスが一旦低下している。これは、本中性子源が非結合 型減速材を用いているためである。非結合型減速材では、減速材から放出される中性子に は時間のばらつきを抑制するために、中性子取り出し部を除き減速材の周囲が熱中性子吸 収材で囲われている。本中性子源ではカドミウムを熱中性子吸収材に使用しているが、カ ドミウムは約0.3 eV以下で強く中性子を吸収する。この効果がスペクトルに現れている。 これよりエネルギーが低いところでは、約5meVにピークが生じている。固体メタン減速 材の温度は 20 K に設定されているが、20 K はエネルギーに換算すると約 5 meV である。 すなわち、このピークは中性子と減速材が熱平衡になっているため生じたものである。本 中性子源で目指す材料分析に関わるブラッグエッジは、中性子波長が 0.2~0.4 nm 付近の領

域に現れる。この波長は図2の両矢印に示すエネルギー範囲に相当するが、この範囲は上記の熱平衡のピークと重なっており、効率よく材料分析ができることがわかる。室温のエネルギー25.3 meV は波長約 0.2 nm に相当するが、これ以下のエネルギーの中性子フラックスの積算値は、約 12000 (n/(cm²・s))となった。



図 2. 飛行距離 8 m の位置での中性子エネルギースペクトル。このシミュレーションで は中性子ガイドミラーは使用していない。

4. まとめ

材料分析を目指した小型加速器中性子源の設計を、中性子波長分解能や強度の観点で最 適化して進めている。モンテカルロシミュレーションにより、この設計での中性子エネル ギースペクトルを明らかにした。今後、中性子源の詳細パラメータをシミュレーションに より最適化する。

謝辞

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業革新的新構造材料等研究開発の結果により得られたものです。

¹ 産総研ニュース「構造材料開発の高度化を加速する小型加速器中性子施設の構築に着手」 (2017 年 8 月 1 日) http://www.aist.go.jp/aist j/news/au20170801.html.

² R. Woracek, J. Santisteban, A. Fedrigo, M. Strobl, Nucl. Instr. Meth. A (2017) in press.

³ T. Sato *et al.*, J. Nucl. Sci. Technol. 50:9, 913-923 (2013).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

材料分析を目指した小型加速器中性子源の設計

○木野 幸一1.3, オローク ブライアン1.3.5, 満汐 孝治1.3, 鈴木 良一1.3, 大島 永康1.3.5, 林崎 規託1.3.4, 小川 博嗣^{2,3,5}, 田中 真人^{2,3,5}, 藤原 健^{2,3}, 清 紀弘^{2,3}, 豊川 弘之^{2,3,5}, 黒田 隆之助^{2,3,5}, 渡津 章^{3,6} X線・陽電子計測研究グループ¹, 放射線イメージング計測研究グループ², 新構造材料技術研究組合³, 東京工業大学4. 先端オペランド計測技術OIL⁵. 構造材料研究部門 軽量金属設計グループ⁶

1. 小型加速器中性子源設計の背景

時間的にパルス状に発生する白色中性子ビームと、試料を透過した中性子 を計測する方法を組み合わせる分析手法(パルス中性子透過法)が、材料を 構成する結晶の歪み、組織、配向などの非破壊イメージング分析に有効であ る。そこで、この手法に適した小型加速器中性子源の設計を行っている。

2. 中性子源の構成と工夫点

主に電子加速器、中性子発生部、計測 用ビームラインで構成される(図1)。電 子ビームを重金属ターゲットに照射し、 光核反応によって生じた高速中性子を 減速材で冷却し、熱中性子ビームとし て取り出し計測に用いる。

パルス中性子透過法の材料分析 への活用には高強度(計測時間 の短縮)かつ高波長分解能(分析 能力の向上)のパルス中性子ビ ームが必要である。このために 表1の最適化を施した。

3. 中性子の特性予測

モンテカルロシミュレーションにより得た中性子 ビームのエネルギー分布を図2に示す。材料分 析に利用できるエネルギー域(図中矢印で示す 節囲)に熱中性子ピークがある。



図1 小型加速器中性子源全体図。

表1 最適化一覧。図1の(a)~(e)の場所に対応する。

- (a) 非結合型中性子減速材(デカップルド)の採用
- (b) 飛行路長の最適化(8m)
- 国内の既存の小型中性子源トップクラスである約10kWの電子ビームの採 (c) Ħ
- (d) パルス中性子繰り返し周波数の最適化(100Hz)
- (e) 高性能中性子検出器の利用(検出効率20%@中性子波長4Å)



図2 中性子計測位置での中性子ビームのエネ ルギー分布。ガイドミラー管なしの場合。

4. 結論および今後の展開

材料分析を目的として、パルス中性子透過法に有効な小型加速器中性子源の 設計を行っている。今後もモンテカルロシミュレーション等を用いて、各種の設 計パラメータの最適化を進める予定である。

謝辞 この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業 革新的新構造材料等 研究開発の結果により得られたものです。



ナノプローブを利用した構造材料(CFRP)と接合界面の解析

- ナノテクプラットフォーム連携成果 -

ナノ顕微計測研究グループ 井藤 浩志、本田 暁紀、青山 保之、七里 元晴 物質材料研究機構 内藤 公喜

筑波大学 堀池 靖浩

要旨

構造材料として炭素繊維強化プラスチック(CFRP)等の複合材料を使用して、より軽量な自動車や航空機実現する動きが加速しつつある。しかしながら、部材どうしの接合、部材の劣化、接合の損傷などのメカニズムは明確になっていない。部材の接合のメカニズムがわかれば、補強が不要になり、メンテナンスの簡素化が実現し、より大きな市場での応用が期待される。本研究では、接合界面の解析に利用する、近接場を利用した赤外分光法の分解能と、接合界面への適用の可能性を検討した。

1. はじめに

低炭素社会の実現に向けて、構造材料として炭素繊維強化プラスチック(CFRP)等の 複合材料を使用して、より軽量な自動車や航空機実現する動きが加速しつつある。しかし ながら、金属材料と比べて、その部材どうしの接合、部材の劣化、接合の損傷などのメカ ニズムは明確になっていない。部材の接合のメカニズムがわかれば、補強のための金属ボ ルトを減らせるとともに、メンテナンスの簡素化が実現し、より大きな市場での応用が期 待される。本研究では、原子間力顕微鏡に適した平坦な CFRP の断面を作成し、低加速 SEM で観察を行った。この後、原子間力顕微鏡用いたナノスケールの機械物性や赤外分光を利 用して、樹脂界面の状態を分析するに当たって、近接場光学顕微鏡(NSOM)モードだけ でなく、ナノ FTIR 法で取得した分光スペクトルの分解能をテストした結果を報告する。

2. 研究方法

近接場光学を利用したナノプローブ顕微鏡は、表面の光学特性の画像化に利用されるこ とが多いが、共焦点光学顕微鏡の分解能を大きく越えることが難しいため、(特に産業分 野での)利用が進んでいなかった。近年、赤外分光モードをもつ近接場光学顕微鏡が開発 され、ナノプローブ法で分子振動情報が得られるようになり、分析に利用が始まりつつあ る。特に、散乱型の赤外吸収計測機能をもつ NSOM では、近接場そのものではなく、探針 と試料相互作用による近接場光の変化分を検出する方法で、光の波長を大幅に上回る計測 が可能になってきた。10 nm クラスの分解能が得られれば、さまざまなナノ材料や接合界 面の解析に利用することができる。NSOM の分解能は、量子ドットや表面構造物のエッジ などを利用した行われることが多いが、この方法では、10 nm クラスの構造物の検出限界 寸法を測定することが難しい。本研究では、シリコンとシリコン酸化膜の多層膜を利用して、赤外吸収スペクトルの空間分解能を詳細に調べた。図1の構造の多層膜断面を用意した。表面は、化学機械研磨しており、3nm以下の平坦性に仕上げてある。このため、形状アーティファクトが非常に小さいと予想され、10nmクラスの細線がスペクトルとして検出可能かどうかの判定が可能になる。

次に、自動車や航空機に使用される炭素繊維樹脂の断面を切断・研磨を行い、平坦面の 作成を行った。炭素繊維と周辺のエポキシ樹脂の硬さが異なるために、材料間の段差が生 じやすい。断面をイオンミリングで作成すると、硬いカーボン繊維部分がイオンエッチン グされにくく、50 nm 程度の凹凸ができることが多い。これを避けるために、微粒子ダイ ヤモンドの研磨剤とアルミナ研磨剤を併用して研磨を行い、10 nm 以下の凹凸の表面を作 成し、SEM と光学像で評価を行った。

3. 研究結果と考察

図1は、作成したパターンの概略図(a)と断面 TEM 画像(b) である。このパターン について、(分光なし)の NSOM 画像、FTIR スペクルのラインプロファイルで評価を行っ





た。この結果、10 nm の SiO₂ラインが画像で確認できた。この結果、10 nm クラスのパタ ーンが確実に分離できることが示された。さらに、図 2 の A-B ラインに沿って、100 本の スペクトルを取得して、2 次元表示したものが図 3 である。15 nm のシリコンパターンが 明確に分離できている。以上のことから、AFM ベースのナノ FTIR 技術で、10 nm クラス の分解能が得られることがわかった。このことから、実材料やその接合断面などを 10 nm クラスの分解能で解析できる可能性を示した。



図4は、研磨断面の走査電子顕微鏡(SEM)画像である。電子線による帯電を防ぐため に、加速電圧は500 eV まで下げている。直交した2種類の繊維が観察されている。この加 速電圧では、帯電も少なく、良好な画像が得られている。AFM 画像を観察すると、カーボ



ンファイバーと樹脂の境界で、10 nm以下の段差が観察されるが、イオンミリング表面と 比較しても段差は小さく、ナノプローブ技術を適用するために、適した表面の作成ができ た。同様な研磨方法で、作成した CFRP と樹脂の接着界面の NSOM 画像が図 5 である。樹 脂の違いによる光学特性の違いにより、界面を識別することができた。



4. まとめ

CFRP の繊維と樹脂、あるいは、CFRP 同士の接合部位の化学結合状態などを解析することは、非常に重要である。この解析にナノ FTIR 法が利用可能かどうかの検討を行ったが、 10 nm クラスの分解能が FTIR スペクトルベースで得られ、界面の化学結合状態を調べる ことができる可能性を示した。樹脂同士の接合は、金属の溶接等に比べて、未解明の部分 が非常に多い。このことが、実用化の1つの壁となっており、今後は、実材料(CFRP 接 合面など)の解析に応用することを検討したい。

5. 謝辞

本成果については、文科省ナノテクプラットフォーム事業、JST 戦略的イノベーション創造プログラム 「構造材料の未活用情報を取得する先端計測技術開発」の助成を受けて実施致しました。

※一部、企業との共同研究成果を含み、全てのベストな計測結果を公開出来ない点は、 お詫び申し上げます。わかりにくい点については、著者まで問いわせ下さい。 Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

ナノプローブを利用した構造材料(CFRP)と接合界面の解析 - ナノテクプラットフォーム連携成果 -

井藤 浩志1, 内藤公喜2、堀池靖浩3, 本田 暁紀1, 青山 保之1, 七里 元晴1 ナノ顕微計測研究グループ 1, 物質材料研究機構2, つくば大学3 E-mail: h.itoh@aist.go.jp

1. 研究・開発の背景

構造材料として炭素繊維強化プラスチック(CFRP)等の複合材料を使用して、より軽量な自動車 や航空機実現する動きが加速しつつあるが、金属材料と比べて、その部材どうしの接合、部材の 劣化、接合の損傷などのメカニズムは明確になっていない。部材の接合メカニズムの解明により、 補強のための金属ボルト等を減らし、メンテナンスの簡素化が実現すれば、より大きな市場での 応用が期待される。本研究では、CFRPの断面のナノスケールの機械物性や赤外分光を利用して、 樹脂界面の状態を分析する可能性について検討した結果を報告する。



4. その他(問合せ先等)

※1 当日のパネルには担当が不在ですので、内容は、本コンファレンス(JASISコンファレンス)
 内の下記会場で、井藤まで問合わせ下さい。(受付でコンタクトをとれます。)
 9/8(金) 9:30~16:00 105会議室 走査型プローブ顕微鏡技術セミナー(聴講は有料)
 ※2 IST SIDの成界を含み、計測は、NaoSnoo社(ドイバ)の協力による

※2 JST-SIPの成果を含み、計測は、NeaSpec社(ドイツ)の協力による。

技術を社会へ Integration for Innovation

二核金属錯体添加によるリン酸化ペプチドの電子移動解離

タンデム質量分析法

ナノ顕微計測研究グループ 浅川 大樹

質量分析法の技術革新、特にエレクトロスプレーイオン化およびマトリックス支援レー ザー脱離イオン化法の開発により、生体分子や合成高分子などの分子量一万を超える化合 物の分析が可能となった。質量分析の利点は混合物試料でも高感度に分析が可能である点 である。この特徴から、薬物やタンパク質、代謝物をはじめとする微量生体成分の分析に 欠かせない技術となっており、質量分析法は生命科学分野、特に医薬品開発などにおいて 中心的な役割を果たしている。

混合物試料でも測定可能であるという質量分析の特徴は、理想的な条件においては一つ の化合物が一つのシグナルを与えることに起因する。従って、測定対象試料中に複数の化 合物が存在する場合においても任意の分子の検出が可能である。その一方で、この特徴は、 質量分析から得られる情報は分子の質量のみであるという欠点でもある。複雑な有機化合 物の構造を質量の情報のみで同定することは不可能であり、質量分析による有機化合物の 同定は種々の断片化技術との組み合わせにより行われる。ここではタンパク質の断片化に よる質量分析を用いた同定法を例として説明する。図1に示したように、まずタンパク質 分子はトリプシンなどの消化酵素により任意のアミノ酸残基のペプチド結合が切断され、 消化ペプチドが生成する。この消化ペプチドをエレクトロスプレーイオン化質量分析法



図1. 酵素消化による断片化を用いたタンパク質同定法

(ESI-MS) やマトリックス支援レーザー脱離イオン化質量分析法(MALDI-MS)で測定、 得られたマススペクトルを MASCOT (Matrix Science) などのデータベースと照合すると いうプロセスで行われる。しかしながらデータベースを用いる手法の欠点は、未知タンパ ク質の同定や、翻訳後修飾の同定などが困難であることである。これらデータベースに記 載されていない未知タンパク質を同定するためには、生の質量分析のスペクトルの情報か らアミノ酸配列の推定を行う必要がある。しかしながら、酵素消化による断片化を用いる 手法では生成する消化ペプチド間の結合順序の情報が失われているため、元のタンパク質 の構造情報を再構築することは難しく、新しい断片化技術を用いたタンパク質同定法の開 発が求められている。

データベースを用いずに未知タンパク質のアミノ酸配列を得るためには、生体中に存在 する生のタンパク質を直接質量分析で分析を行い、質量分析装置内でタンパク質の断片化 を行う必要があると考えている。質量分析装置内で試料化合物の断片化を行い、生成した フラグメントイオンの質量を計測する手法はタンデム質量分析法と呼ばれている。図2に タンデム質量分析法の概略図を示す。タンデム質量分析法ではまず1st MS により分析対象 のタンパク質イオンを単離する。その後、このタンパク質をガスと衝突させるなどして活 性化させ、断片化を行う。生成したフラグメントイオンは2nd MS により質量が計測され る。図2に示したように得られたフラグメントイオンの質量からタンパク質のアミノ酸配 列の再構築を行う。



図 2. タンデム質量分析法による断片化を用いたタンパク質同定法

タンデム質量分析法によりタンパク質の構造を決定するためには、タンパク質のアミノ 酸配列を再構成するための情報を持ったフラグメントイオンを生成させなければならな い。つまり、タンパク質分子の特定の結合を選択的に切断し、規則的なフラグメントイオ ンを生成させる活性化手法が必要である。この目的に対し、タンパク質主鎖の N-Cα 結合 を選択的に切断する電子捕獲解離 (ECD)、電子移動解離 (ETD)をはじめとする「ラジ カル分解法」(図 3)が提案されている。



図 3. ラジカル分解質量分析法の概要



図 4. プロトン化ペプチドの sub-structure。電子の付加しうるサイトは アンモニウム基とカルボニル基。

まず我々は、このラジカル分解法における N-Ca 結合の選択的フラグメンテーションの メカニズムについて検討を行った。図4にプロトン化したペプチドの Sub-structure を示す が、電子が付加しうるサイトは、プロトン化したアミノ基(アンモニウム基)とカルボニ ル基である。これらの過程を区別するために、我々は、分子内にプロトンを持たない亜鉛

ーポリヒスチジン複合体をプローブとして用い、ETD MS²の実験を行った。^{1,2}この亜鉛ー ポリヒスチジン複合体においても N-Ca 結合の選択的フラグメンテーションが観測された ため、ETD において電子はカルボニル基に付加していると考えられる。この亜鉛ーポリヒ スチジン複合体のフラグメンテーション過程をより詳細に検討するために、密度汎関数理 論による計算(M06-2X/6-31++G(2d,p))により分解経路の探索を行った。この結果を図 5 に示す。この分解過程においては、実験結果より示唆されたように、まず電子が亜鉛ーポ リヒスチジン複合体のペプチド主鎖のカルボニルπ*軌道に付加し、アミノケチルアニオ ンラジカルが生成する。このラジカルは、24 kJ/mol の低い活性化エネルギーで N-Ca 結合 の切断が起こり、フラグメントの複合体[(c'1-H)/z•/Zn]+が生成する。この際に生成した c'1 フラグメントは不安定なイミノエノレート基(-CONH)を有する。フラグメントイオン がより安定化するために、c'1フラグメントのイミノエノレート基と z•2 フラグメントのペ プチド結合の間でプロトン移動が起こる。この反応の活性化エネルギーはわずか6 kJ/mol であり、N-Cα 結合の切断の後、速やかに進行すると考えられ、フラグメントの複合体 [c'₁/(z•2-H)/Zn]⁺を経由して、[z•2-H+Zn]⁺が生成される。このように ETD による N-Cα 結合 の選択的フラグメンテーションはカルボニル基への電子付加によることが実験・計算化学 の両面から示された。



図 5. 亜鉛・ポリヒスチジン複合体の分解メカニズム

この ETD によるラジカル分解は、ペプチドイオンと負イオンの再結合反応によるため、 金属イオンとペプチドを結合させ、ペプチドイオンの持つ正電荷が大きくすることで反応 効率が増大することを明らかにした。^{3,4}この現象をリン酸化ペプチドの分析に応用するため、リン酸基と特異的に結合する金属錯体 Phos-tag を用いた。⁵トリプシン消化リン酸化ペプチドの分析例を図6に示すが、従来のラジカル分解質量分析法では、リン酸化ペプチドのアミノ酸配列を再構成するために十分な情報を得ることができなかった。一方、リン酸基に特異的に配意する錯体 Phos-tag を用いた場合、リン酸化ペプチドの配列情報を得ることができ、リン酸化のサイトも決定することができた。現在、更なる分解効率の向上のために新規錯体を開発中である。



図 6. トリプシン消化リン酸化ペプチドのラジカル分解質量分析スペクトル

 ¹ Asakawa, D.; De Pauw, E., Difference of Electron Capture and Transfer Dissociation Mass Spectrometry on Ni²⁺-, Cu²⁺- and Zn²⁺-Polyhistidine Complexes in the Absence of Remote Protons. J. Am. Soc. Mass Spectrom. 2016, 27, 1165-1175.
 ² Asakawa, D.; Yamashita, A.; Kawai, S.; Takeuchi, T.; Wada, Y., N-Cα Bond Cleavage of

² Asakawa, D.; Yamashita, A.; Kawai, S.; Takeuchi, T.; Wada, Y., N-Cα Bond Cleavage of Zinc-Polyhistidine Complexes in Electron Transfer Dissociation Mediated by Zwitterion Formation: Experimental Evidence and Theoretical Analysis of the Utah-Washington Model. J. Phys. Chem. B **2016**, *120*, 891-901.

³ Asakawa, D.; Takeuchi, T.; Yamashita, A.; Wada, Y., Influence of Metal-Peptide Complexation on Fragmentation and Inter-Fragment Hydrogen Migration in Electron Transfer Dissociation. J. Am. Soc. Mass Spectrom. **2014**, *25*, 1029-1039.

⁴ Asakawa, D.; Wada, Y., Electron Transfer Dissociation Mass Spectrometry of Peptides Containing Free Cysteine Using Group XII Metals as a Charge Carrier. *J. Phys. Chem. B* **2014**, *118*, 12318-12325.

⁵ Asakawa, D.; Osaka, I., High-Confidence Sequencing of Phosphopeptides by Electron Transfer Dissociation Mass Spectrometry Using Dinuclear Zinc(II) Complex. *Anal. Chem.* **2016**, *88*, 12393-12402.

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

二核金属錯体添加によるリン酸化ペプチドの電子移動 解離タンデム質量分析法

○浅川大樹 ナノ顕微計測研究グループ

研究・開発の背 Peptide/Protein タンパク質の配列を正確に決定するためのタンデム質量分析法の開発 タンパク質主鎖を選択的に切断するため、タンパク質のラジカル化を利用 正確な配列決定が可能だが、分解効率の低さが欠点 リン酸化ペプチドをターゲットとした、高感度な配列解析法を開発 VAQIGT125Epsix ЧP ice. 移動解離のメカニ 3 π 60 リン酸基に特異的に配位する二核亜鉛錯体の添加 H⁺を持たない亜鉛ーヒスチジン錯体をモデルとして、 により、リン酸化ペプチドの価数増加、および分解 第一原理計算によりペプチドのラジカル化に伴う解 効率の向上が確認された 離のメカニズムを解明した。 O GEAL 4 12×1 # 22m,1 2n,L-[M-4H]+2H]* VAGIGTIPSER Anakas a. et. al ALUDAWA, PT-10 2016 127 001-001 2016 27 1115-1171 第一原理計算の結果から、二核亜鉛錯体添加法に おいても、ペプチド主鎖のラジカル化により分解が 起こることが示された。 αカゼイン消化物の分析により、タンパク質のリン Mechanism of N-C_bond cleavage 酸化サイトを直接決定できることを示した。 PEAKS with "Do.1" 副反応として錯体の分解が起こるので、本手法によ り適した錯体の開発が必要である。 tide 106-119, [**2n,L-046-2H]+2H]* 8TD-6857 Mechanism of ligand dissociation VAQUE (VAN)SAEEB



中性子発生用電子ビームターゲットの開発

放射線イメージング計測研究グループ 小川 博嗣¹⁾³⁾、豊川 弘之¹⁾³⁾、清 紀弘¹⁾ 黒田 隆之助¹⁾³⁾、藤原 健¹⁾、田中 真人¹⁾³⁾

X線・陽電子計測研究グループ 鈴木 良一¹⁾、満汐 孝治¹⁾、木野 幸一¹⁾ 大島 永康¹⁾³⁾、オローク・ブライアン¹⁾³⁾、林崎 規託¹⁾²⁾

構造材料研究部門 軽量金属設計グループ 渡津 章 1)

新構造材料技術研究組合¹⁾東京工業大学²⁾先端オペランド計測技術 OIL³⁾

要旨

電子加速器を用いた中性子源では、電子ビームを重金属ターゲットに照射し中性子を 発生させる。中性子源の高強度化のためには、電子ビームのハイパワー化が有効であ るが、ビームパワー増大に伴う発熱密度の増加に耐えられるターゲットを開発する必 要がある。本研究では、高強度電子ビーム(ビームパワー10 kW)に適用できる水冷 式固体ターゲットの基本設計を行った。

1. はじめに

中性子は透過力が高いため、材料内部の様々な組織を非破壊で直接観察できる強力なプ ローブである。高強度小型中性子源の開発は、中性子ビームを用いた材料解析技術の産業 利用を促進させるために重要であり、我々は電子加速器を用いた小型加速器中性子源の開 発・建設を行っている¹。中性子源の高強度化を実現するための主要な技術開発要素の一 つとして高強度電子ビームの熱負荷に耐えられるターゲットの開発が挙げられる。本発表 では、小型電子加速器で加速可能なエネルギー E=30 - 40 MeV 領域の高強度電子ビーム (ビームパワー 10 kW)の高熱負荷に対応できる水冷式固体ターゲットの設計について紹 介する。

2. 高強度電子ビームターゲットの検討

高強度電子ビーム(E=30 - 40 MeV 領域)の中性子源ターゲットは、固体または液体 ターゲット方式が存在する。一般に kW クラスの電子ビームで用いられている固体ターゲ ット周囲を水冷する方式では冷却能力が不足するため、10 kW の熱負荷に耐えられる冷却 方法を採用する必要がある。

固体ターゲット方式では、京都大学原子炉実験所の電子加速器中性子源において重金属 ターゲットを分割し、ターゲット間に冷却水路を設けた固体ターゲットを用いて長年の運 用実績があり、5 kWの電子ビームに対して中性子生成が報告されている²。一方、液体タ ーゲット方式は、ELBE(ドイツ)の超電導電子加速器施設で40 kWの電子ビームに対し て採用されており³、液体 Pb ターゲットを中性子源に用いて液体 Pb を循環させ熱交換器 を介してビームにより加熱されたターゲットを冷却している。本研究では、上記の中間の ビームパワーである 10 kW の電子ビームに対し、装置構成や運用面でメリットがある前者 の固体ターゲット方式で冷却可能なターゲット構造の検討を行う。

中性子源ターゲットでは、ターゲットの前段で電子ビームを光子に変換し、後段で光子 から光核反応により中性子を発生させる。電子ビームを分割したタンタルターゲットに照 射した時の粒子・重イオン輸送計算コード PHITS ⁴によるビームエネルギー付与分布の計 算例を図2に示す。電子ビームがターゲット前段で停止するため、前段に集中してエネル ギーが付与されている。そこで、前段側のターゲット板を薄く、熱負荷の小さい後段側の ターゲット板を段階的に厚くなるよう1~5 mm 厚に分割し、分割したターゲット板間に 1.5 mm 幅の冷却水路を設け、各タンタル板を冷却できる構造を採用した。このターゲット 構造では、ターゲット1枚あたりの発熱量が抑えられ、ビーム照射による局所的な発熱に 対して冷却が可能である。



図1. 中性子発生用電子ビームターゲット



図2. ターゲットへのビームエネルギー付与分布

3. ターゲット熱解析

電子ビーム照射によるターゲット温度上昇を定量的に調べるため、以下に示す一様発熱の平板の伝熱式⁵を用いて評価した。発熱密度 Hw は、上記の PHITS 計算により得られた エネルギー付与から導出した(図3参照)。

$$Tw = \frac{Hwd}{h}\frac{d}{2} + Tm$$
$$h = \frac{\lambda_f}{D}Nu$$

Tw: ターゲット表面温度 [℃]
Tm: 冷却水平均温度 [℃]
Hw: 発熱密度 [W/m³]
h: ターゲット表面の熱伝達係数 [W/m²/K]
D: 板間流路代表長さ [m]
d: ターゲット板厚さ [m]
Nu: ヌッセルト数
λ_f: 冷却水の熱伝導率 [W/m/K]

ターゲット前段のタンタル板 2~4 枚目で発熱密度が最大になっており、この領域での ターゲット表面温度を直径 10 mm および 20 mm の円内に一様分布する電子ビームに対し て上記の式を用いて計算したターゲット表面温度と冷却水流速の関係を図4に示す。ビー ムパワー10 kW でターゲット表面温度を 100 ℃以下で運転する場合、ビーム径 10 mm では、 流体誘起振動などの振動現象が発生する流水速度 10 m/s 以上でなければ冷却が行えない。



図 3. ターゲット中心断面におけるビームによる発熱密度分布

一方、発熱密度を下げるためビーム径を20mmに広げると、流水速度2m/s以下で冷却可 能であることが分かった。より正確な温度評価のため熱流体解析を実施し、10kW電子ビ ームの冷却が可能な冷却水速度および電子ビーム径の条件を求め、ほぼ良い近似で上記の 式で評価できることを確認している。



4. まとめ

本研究では、10 kW の高強度電子ビーム (E=30 - 40 MeV) に適用できる中性子源ター ゲットの基本設計を行った。PHITS コードおよび熱解析により、ターゲット表面温度を評 価し、この時に必要な冷却水流量および冷却可能な電子ビーム径の条件を求めた。現在、 これらの結果をもとに冷却水循環システムを含めた詳細設計を行っており、今後、ターゲ ットの製作を実施する。

謝辞

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業 革新的新構造材料等研究開発の結果により得られたものです。

¹産総研ニュース「構造材料開発の高度化を加速する小型加速器中性子施設の構築に着手」 (2017 年 8 月 1 日) http://www.aist.go.jp/aist j/news/au20170801.html.

- ² K. Kobayashi et al., Annu. Rep, Res. Reactor Inst. Kyoto Univ. 22, 142 (1989).
- ³ E. Altstadt et al., Ann. Nucl. Energy 34, 36 (2007).
- ⁴ T. Sato et al., J. Nucl. Sci. Technol. 50, 913 (2013).
- 5 K. Haga et al. \checkmark JAERI-Tech 99-081 (1999).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

中性子発生用電子ビームターゲットの開発

 〇小川博嗣^{1,3,5}、木野幸一^{2,3}、大島永康^{2,3,5}、豊川弘之^{1,3,5}、オローク・ブライアン^{2,3,5}、鈴木良一^{2,3}、 清紀弘^{1,3}、黒田隆之助^{1,3,5}、藤原健^{1,3}、田中真人^{1,3,5}、満汐孝治^{2,3}、渡津章^{3,6}、林崎規託^{2,3,4} 放射線イメージング計測研究グループ¹、X線・陽電子計測研究グループ²、新構造材料技術研究組合³、 東京工業大学⁴、先端オペランド計測技術OIL⁵、構造材料研究部門 軽量金属設計グループ⁶

1. 電子ビームターゲット開発の背景

中性子は透過力が高いため、材料内部の様々な組織を非破壊で直接観察で きる強力なプローブである。高強度小型中性子源の開発は、中性子ビームを 用いた材料解析技術の産業利用を促進させるために重要であり、我々は電 子加速器を用いた小型加速器中性子源の開発を行っている。

2. 電子ビームターゲット開発の内容

電子加速器を用いた中性子源では、電子ビー ムを重金属ターゲットに照射し(図1)、制動放 射により生成した光子の光核反応によって中 性子を発生させる。電子ビームがターゲット前 段で停止するため、前段に集中してエネルギ ーが付与されている(図2、図3)。そこで、前 段側のターゲット板厚を薄く、熱負荷の小さい 後段側のターゲット板を段階的に厚く分割し、 ターゲット板間に冷却水路を設け、各ターゲッ ト板を冷却できる構造で設計した。

3. ターゲット熱解析

ターゲット表面の最高温度を一様発熱の伝 熱式から評価した結果を図4に示す。より正 確な温度評価のため熱流体解析も実施し、 10kW電子ビームの冷却が可能な冷却水速 度および電子ビーム径の条件を検討した。



4. 結論および今後の展開

高強度電子ビーム(ビームパワー10kW)に適用可能な水冷式固体ターゲットの 基本設計を行った。現在、この結果をもとに詳細設計を行っており、今後、製作 を実施する予定である。

謝辞 この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業 革新的新構造材料等 研究開発の結果により得られたものです。

> 技術を社会へ Integration for Innovation

硫黄化合物材料表面の酸化還元及び電子状態分光計測

放射線イメージング計測研究グループ 池浦 広美 日本原子力研究開発機構 関口 哲弘

要旨

硫黄は、環境中に有機あるいは無機硫黄化合物として様々な形態で存在するた め、一般的な湿式の化学状態分析法では同定が困難である。そのため、放射光を 用いたX線吸収分光法(XAS)が非侵襲で直接的に分析できる有力な計測法とし て広く利用されている。今日、環境試料だけではなく、医薬品や機能性材料など 様々な分野においても硫黄化合物は重要な役割を果たしている。このように、硫 黄の分析は安全・安心の社会の実現のためにも、今後ますます必要なツールにな ると予想される。本研究では、放射光を利用した化学種及び酸化数の同定手法を 含硫黄有機材料計測へと発展させることを目指す。

1. はじめに

硫黄は、-2価(無機硫化物)から+6価(硫酸塩)までの広範囲の酸化数を取り、全ての 元素の中で最大の酸化還元能を有する。植物の必須栄養元素であり、人の身体を構成する のに不可欠な必須ミネラルの一つでもある。また、医薬品にはヘテロ結合をもつ化合物が 多く、炭素や酸素と同様に硫黄原子を含む有機化合物は生理活性を示す部分構造を有し、 硫黄を含む医薬品は 30 パーセントにも達すると言われている。近年では、肝臓で生合成 されるグルタチオン(グルタミン酸、システイン、グリシンの3つのアミノ酸から成るト リペプチド)が種々の生理活性を有し、生体を酸化ストレスから保護する強力な抗酸化物 質として広く認識されている。グルタチオンは還元性のチオール基を持ち、過酸化物や活 性酸素を還元して消去する機能を有し、自身は酸化型のグルタチオンジスルフィドに変換 される。細胞内のグルタチオン値が高値であると、老化やがん化を制御するとも言われて おり、生体内の硫黄化合物に関する研究は今日重要な研究テーマの一つとなっている。

また、材料分野においても今日の有機合成技術の進歩により、新奇な含硫黄有機化合物 からなる、機能性材料、導電性高分子、太陽電池、燃料電池など数多くの工業製品が開発 され、これらの化学状態や電子状態などの物性計測及び反応機構の解明はより良い材料開 発を目指す上で必要不可欠となっている。

一方で、四日市ぜんそくの原因としても知られる、石油や石炭などの硫黄分を含む化石 燃料が燃焼するときに発生する二酸化硫黄(SO₂)などの硫黄酸化物(SO_x)による大気汚染 問題も過去のものではなく、現在、隣国の中国で深刻化している。特に、SO₂の長距離輸 送中に酸化されて生成する硫酸は、酸性雨の原因であり、国境を超えて発生源から遠く離

の酸性化による魚類の死滅、森林の枯死、歴史的建築物や石像の腐食等の被害が広がっている。日本でも隣国の中国からの微粉子状物質(PM2.5 など)が海を越えて運ばれてきており、越境大気汚染はヨーロッパ諸国などの他人事ではなく、アジア諸国においても国

際的な取り組みが必要になっている。このように硫黄化合物の計測技術は社会的にも重要 性が増しており、硫黄の分析は安全・安心の社会の実現のためにも、今後ますます必要な ツールになると予想される。

硫黄は、環境中に有機あるいは無機硫黄化合物として様々な形態で存在するため、一般 的な湿式の化学状態分析法では同定が困難である。そのため、近年、放射光を利用したX 線吸収分光法(XAS)が環境試料を非侵襲で直接的に分析できる有力な計測法として、化 学種及び酸化数の同定に貢献してきた。本研究では、これまで環境試料の分析に用いられ てきた手法を、含硫黄有機材料の計測へと発展させることを目指す。

2. 研究方法

放射光を利用したX線吸収分光法は、材料科学,生物学,地球物理学,環境科学,医学 などの様々な研究分野において、試料の評価,分析に欠かせないツールとなっている。化 学結合に関与しない1s内設電子を励起するため、励起する元素の空軌道の情報を得ること ができるという特徴を持ち、吸収端近傍のXAS上に空軌道の微細構造が現れる。これら の微細構造を指紋スペクトルとして利用することで、電子状態だけでなく、化学状態およ び酸化状態についての分析が可能である。我々は、放射光を利用した分析手法の開発の一 環として、これまで種々の硫黄化合物のXASおよび電子分光計測を行ってきた。いくつ かの硫黄を含む高分子化合物に関しては既に報告を行っている¹⁻³。ここでは、硫黄のXAS を用いた化学種及び酸化数の同定手法を含硫黄有機材料計測に応用した例として、硫黄を

側鎖に持つポリアセチレン誘導体の光酸化 ドーピングの生成物検出について報告する。

実験は、高エネルギー加速器研究機構の放射光実験施設、BL27AのInSb(111)二結晶分 光器からの軟X線を用いて行った。X線吸収 スペクトル測定には試料電流法を用いた。エ ネルギー校正は Na₂SO₄ のメインピークを 2482.6 eV とした。

ポリアセチレン誘導体である PATAC-Me (図 1 挿絵) [poly(bis-methylthioacetylene)] 多結晶粉末 (Sigma-Aldrich Inc.) をトルエン に溶かし、超音波にかけ、溶液 (1.5 mg/g) を調製した。ドロップキャスト法によりシリ コン基板上に約 1 μ m の PATAC-Me 塗布膜を 作製した。光照射光源として、出射口にビー ムターナダイクロイックミラーを搭載した 100 W の DC アーク水銀ランプ (Oriel instruments) を用いた。光照射は主に 240 ~ 255 nm の波長を用いて大気中で行った。



図 1.硫黄の K 殻吸収端近傍 XAS スペクトルの光照射時間依存性

3. 研究結果と考察

図1に PATAC-Me 塗布膜の硫黄の K 殻吸収端近傍 XAS スペクトルの水 銀ランプによる光照射時間依存性の 結果を示す。マジックアングルの約 55 度のX線入射角で測定した時の スペクトルで、偏光依存性はなく、 PATAC-Me はランダムに配向してい た。ピーク1は主にS1s → σ^* (S-C) 軌道への励起に帰属でき、S-C 結合 が減少していることがわかる。ただ し、S1s → π^* (C=C)軌道への励起も



図2.スペクトルピーク位置と酸化数の検量線

多少含んでいると推察できるが、両者のエネルギー差は1eV以下で、ピーク幅も広く、分 光器の分解能も0.8 eV 程度であることから、ピーク分離は難しい。ピーク2と3は、ピー クのエネルギー位置と酸化数との関係(図2)から、それぞれ-S(O)CH₃と-SO₃-の官能基 に帰属できる。図2の相関関係を利用すると、側鎖-SCH₃から主鎖ポリアセチレン(PA) への部分電荷移動 CH₃S⁶⁺-PA⁶⁻が+0.5 e と見積もられ、硫黄原子が部分正電荷δ+を帯びてい ることからがわかる。そのため、負に帯電した酸素原子を引き付けやすく、酸化され易い 状態にあることがわかった。側鎖-SCH₃はまず-S(O)CH₃に酸化され、続いて-SO₃-に酸化 されたと考えられる。観測されたイオン種 PA⁺-SO₃-は自己ドープ型導電性高分子に類似し ていることから、酸化によってホールドーピングが引き起こされることが明らかとなった。 ここで、SO₂、CH₃SO₂、CH₃SH などの揮発性の生成物や光脱離生成物は、吸収端におけ る質量吸収係数の減少から 120 分の光照射で、約40%と見積もることができる。表1に PATAC-Me の XAS スペクトルのピーク位置と化学種の帰属をまとめた。

	硫黄 K 吸収端ピーク位置 (eV)					
試料		1	2	3		
未照射		2473.9	2477.2	2481.3		
UV 照射		2473.9	2476.3	2481.1		
元素 S*	2473.1					
Na_2SO_4					2482.6	
帰属	S–S	S-C	S=O	SO_3^-	SO_4^-	
酸化数	0	+0.5	+2	+3	+6	

表 1. PATAC-Me の硫黄 K 殻吸収端近傍 XAS スペクトルのピーク位置と化学種の帰属

* 硫黄元素のデータは参考文献4から引用 .
図 3 に PATAC-Me 塗布膜表面の硫黄 の K 殻吸収端近傍 XAS スペクトルの各 ピーク 位置 から 帰属 された 化学種 -SCH₃ (ピーク 1)、-S(O)CH₃ (ピー ク 2)、-SO₃⁻ (ピーク 3)の光照射時 間依存性のグラフを示す。-S(O)CH₃は 指数関数的増加を示し、時定数 $\tau \sim 21$ 分 を用いたカーブフィッティングによく 一致した。一般にスルホキシド (R-SO-R)は有機合成においては重要 な反応中間体として知られている。こ の場合も、安定な 1 価のスルホナート



図 3. PATAC-Me 塗布膜表面の反応生成物収 量の光照射時間依存性

(R-SO₃⁻)への中間体と推察される。また、-SCH₃は S-C 結合の切断による減少、-SO₃⁻は 大気中に酸素との反応による増加が観測され、いずれも光照射時間に比例していた。この 比例関係は反応速度が一定である零次反応を示唆しており、反応動力学見地から、光触媒 的に反応が進んでいる可能性が見出された。

4. まとめ

これまで環境試料計測に利用されてきた硫黄の XAS による化学種や酸化数の同定手法 を、硫黄を側鎖に持つポリアセチレン誘導体である PATAC-Me 塗布膜表面の光酸化反応の 研究に応用した。硫黄 K 殻吸収端近傍 XAS スペクトルのピークエネルギー位置と酸化数 との相関関係から、PA-S-CH₃中の S-C 結合が切断され、大気中の酸素と反応し、 中間 体の-S(O)CH₃を経て、-SO₃-が生成することが明らかとなった。また、側鎖-SCH₃から主 鎖 PA への部分電荷移動 CH₃S⁶⁺-PA⁶⁻が+0.5 e であること、イオン種 PA⁺-SO₃-の生成から光 酸化によってホールドーピングが引き起こされることを実証した。本研究における応用例 からも、硫黄の XAS は環境試料のみならず複雑な反応系においても有効な化学種及び酸 化数同定の手法であり、今後さらに様々な系への適応が期待される。

謝辞

本稿で紹介した放射光測定は,高エネルギー加速器研究機構、物質構造科学研究所、 BL27A および日本原子力研究開発機構のエンドステーションを利用して実施しました。ス タッフの方々に深く感謝いたします。

¹H. Ikeura-sekiguchi, and T. Sekiguchi, Phys. Rev. Lett. 99, 228102 (2007).

²H. Ikeura-sekiguchi, and T. Sekiguchi, Surf. Inter. Anal. 40, 673 (2008).

³H. Ikeura-sekiguchi, and T. Sekiguchi, Jpn. J. Appl. Phys. 53, 02BB07 (2014).

⁴S.C.M. Myneni, Rev. Mineral. Geochem. 49, 485 (2002).

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

硫黄化合物材料表面の酸化還元 及び電子状態分光計測

[○]池浦広美¹、関ロ哲弘² 放射線イメージング計測研究グループ¹、原子力機構²

1. 研究の背景

硫黄は、-2価(無機硫化物)から+6価(硫酸塩)までの広範囲の酸化数を取り、 全ての元素の中で最大の酸化還元能を有する。有機あるいは無機硫黄化合物 として様々な形態で存在するため、一般的な湿式の化学状態分析法では同定 が難しく、近年、放射光を利用したX線吸収分光法(XAS)が環境試料を非侵襲 で直接的に分析できる有力なツールとなっている。

2. 研究の内容

XASは化学結合に関与しない内殻1s電子を励 起するため、元素を選別した空軌道の情報(微細 構造)を得ることができる。指紋スペクトルとして 利用することで、電子状態だけでなく、化学状態 および酸化状態についての評価が可能となる。 本研究では、絶縁性の高分子材料への適用につ いて検討した。図1にポリアセチレン誘導体塗布 膜の水銀ランプによる光照射時間依存性の結果 を示す。図2にピークエネルギー位置と酸化数と の関係性について示す。

<u>3.</u>考察•議論

図1のピーク1はS 1 $s \rightarrow \sigma$ *(S-C)軌道への励起 で、S-C結合の切断が観測された。ピーク2と3は エネルギー位置と酸化数との比例関係(図2)か ら、それぞれ–S(O)CH₃と–SO₃-の官能基に帰属で きる。負イオンの検出から、光酸化反応によって 分子レベルでホールドーピングが起こっているこ とが明らかとなった。

4. 結論および今後の展開





図2 酸化数の検量線

技術を社会へ Integration for Innovation

超高温熱膨張計測装置の開発

非破壊計測研究グループ 岩下 哲雄

要旨

接触法と非接触法を同時に二つの方法で熱膨張による寸法変化を測定する装置を 開発した。接触法では、高密度等方性グラファイト材料を参照材料、測定治具そ して発熱体として用いた。非接触法ではレーザーマイクロゲージ(LMG)を用い た。そして、2400 ℃の超高温まで線熱膨張率および熱膨張係数の正確な測定は、 これら二つの方法で互いに確認できるように開発した本装置によって達成できた。

1. はじめに

著者の所属している産業技術総合研究所の前身のひとつである大阪工業技術試験所で は、これまでに 2000 ℃を超える高温下での機械的強度や電気抵抗などの物理特性を計測 する装置を開発し、様々な人造グラファイト材料の高温での温度依存性を評価してきた¹。

材料を高温下での製造プロセスで利用するためには、材料自体の耐火・耐熱などの耐熱 衝撃性が求められる。一般に、材料は温度変化で体積が変わるので、1 ℃の温度変化に対 する寸法変化率、すなわち、熱膨張係数(coefficient of thermal expansion, CTE)が耐熱衝撃 性評価の指標となる。

人造グラファイト材料は、シリコン半導体製造、電炉製鋼、アルミニウム精錬などに使われている。高温に耐え、かつ導電性を有する発熱体および電極材料として、それら製造に必要不可欠な材料である。近年、これらの製造業の製造工程は大型化され、人造グラファイト材料による温度制御の重要性は増している。炭化ケイ素(SiC)単結晶などパワー半導体材料の製造には 2000 ℃を超える高温での結晶成長プロセスが必要とされるため、超高温域での物性評価が非常に重要となってきている。

そこで著者は、人造グラファイト材料の超高温域での熱膨張を接触法と非接触法により 同時に測定できる装置の開発に取り組んできた。

2. 装置開発

高温での耐火物などの熱膨張を試験する方法は、JIS R2207「耐火物の熱膨張の試験方法」 で規格化されている。接触法による測定装置は、熱機械分析装置(thermal mechanical analysis, TMA)とも呼ばれる。TMA による線熱膨張率の測定において参照物質として従来用いら れてきた高純度アルミナ焼結体は、2000 ℃を超える高温では使用できず、より耐熱温度 の高いグラファイト材を使用するしかない。他方、レーザーマイクロゲージ(LMG)をは じめとするレーザー光走査型寸法測定器を用いた非接触法の熱膨張率の測定は、超高温で は電気炉からの放たれる光が強烈で受光部に散乱光が入り込むため、これまでは 1800 ℃ 程度までの温度が上限であった。 今回、発熱体および計測ジグだけでなく、参照物質にも高密度等方性グラファイトを用 いて超高温用の熱膨張計測装置を開発した^{2,3}。TMA では、高密度等方性グラファイトの 耐熱温度である 3000 ℃付近まで計測できるが、超高温領域では、炉内温度と炉外に設置 した差動トランス(伸び計)との温度差が大きく、測定誤差が大きくなる。そこで、レー ザー光走査型寸法測定器を導入して、接触法と非接触法による計測を互いに比較できるよ うに工夫した。非接触法による測定については、電気炉内部からの散乱光が LMG の受光 部に入りにくくするように設計した。これらの結果、2400 ℃まで両方法による熱膨張率 の同時計測が可能になった。

図1には開発した装置の概念図を示す。試験片と計測ジグを容易にセットできるように、 高密度等方性グラファイトの発熱体を電気炉の前後面に配置した。なお、前面の発熱体は、 電気炉のドアの内側に取り付けてある。図1(b)には、ドアを開けたときの発熱体の様子も 描いている。ドアに発熱体を配置したことにより、サンプル交換は容易になった。左右面 には LMG による計測ができるように光路を確保した。試験片と接触法による計測用の検 出棒と差動トランスは電気炉の上下方向に配置した。また、この装置の試験片サイズは、 直径 20 mm×長さ 100 mm の丸棒とした。これは、工業用カーボン材料の物理特性測定方 法の JIS 規格(JIS R7222)に準拠したサイズである。

実際の電気炉内部の写真を図2に示す。電気炉は倉田技研㈱の特注品である。カーボン 断熱材に囲まれた空間の中心部分に試験片を保持する支持筒をセットした。接触法による 熱膨張を計測するための検出棒が試験片の上部に接触して、断熱材中を経て電気炉の上部 へとつながっている。支持筒と検出棒の材質は、高密度等方性グラファイトを用いた。支 持筒の背後には、発熱体としての等方性グラファイト板が見られる。

LMG のレーザービームを受光するための支持筒や電気炉に工夫を凝らした。その様子 を図 3 に示す。今回開発した LMG は、東京光電子㈱製の LMG D5-1505 II-HS を用いた。 レーザービームの幅は 150 mm である。電気炉の外側に LMG の発信部と受光部を設置す るが、レーザービームを電気炉内に取り入れる窓は、150 mm の幅とする必要はなく、長 さ 100 mm の試験片の上部と下部にそれぞれビームが照射されるように穴を準備すれば、 熱膨張の測定は可能である。支持筒も同様に、試験片の上下の端部が露出されるように穴 があけられており、レーザービームとの関係を示したのが図 3 である。

3. 測定結果

接触法による熱膨張測定には、熱膨張率が既知な参照物質を用いて装置定数を求めてお く必要がある。JIS R2207 法によると、参照物質と測定ジグ(検出棒および支持筒)は、 同じ材質とすることとなっている。今回の参照物質は、高密度等方性グラファイト(新日 本テクノカーボン社製 IGS743)とした。

図 4 は、LMG を用いて計測した参照物質の熱膨張による伸び量から求めた線熱膨張率 と熱膨張係数の温度依存性を示す。因みに、昇温および降温の速度は 10 ℃/分である。 1400 ℃までの測定結果は、従来法によって計測された熱膨張率から計算した参照伸び量 とよく一致していた。また、1400 ℃以上の高温領域のデータは、今回初めて得られた計 測結果であり、新規な参照データとなる。

接触法による昇温過程と冷却過程の伸び量は、検出棒など計測ジグの熱膨張が試験片を 加熱している電気炉の温度変化に正しく追従できないために通常一致しない。測定温度が 高くなるとなおさら一致しない。他方、非接触法の昇温過程と冷却過程の計測データには、 ほとんど差異がない。これは、非接触法による熱膨張計測の特徴であり、利点でもある。

今回開発した装置を用いることにより、2400 ℃といった超高温域、言い換えると、黒 鉛化の初期段階の試験片の寸法変化を"その場計測"が可能である。図5は、冷間等方プ レス成形後一次焼成(炭素化)されたグラファイト素材の測定結果である。1000 ℃まで は正の熱膨張を示したが、1000 ℃以上になると熱処理に伴う急激な熱収縮が始まること がわかる。この熱収縮の挙動は、1600 ℃付近で変化することが今回初めて見いだされた。 この試験結果は、熱処理による歩留まりの低下を改善する基礎データとなる可能性がある。

人造グラファイト電極の黒鉛化プロセスにおいては、パフィング(puffing)と呼ばれる 異常な熱膨張が観測されることが知られている⁴。この現象が起こると、製品としてのグ ラファイト電極がダメージを受けるため、このパフィング現象を回避するための先行研究 が重要となる。今回開発された装置を用いて、まだこのパフィング現象を直接観察した経 験はないが、高温度域まで寸法変化を精度良く測定できることは、パフィング現象の分析 に役立つと思われる。

- ¹ 官民連帯共同研究報告書「炭素および炭素ハイブリッド複合材料の物理特性の評価・向 上に関する研究」,大阪工業技術試験所(1992).
- ² 岩下哲雄, "人造グラファイト材料用高温熱膨張計測装置の開発", 炭素[No.268], 135-137 (2015).
- ³ プレス発表, "約 2400℃まで熱膨張を正確に計測できる装置を開発", 2013 年 11 月 25 日, 産業技術総合研究所 Web Site.

(http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2013/pr20131125/pr20131125.html).

⁴ I. Mochida, K. Fujimoto and T. Oyama, Chemistry and physics of Carbon, Vol. 25 (P. A. Thrower, ed.) (1994) pp.111-209, Marcel Dekker, New York.





図1. 超高温熱膨張計測装置の模式図 (a)前面からの透視図、(b)上からの透視図



図2. 電気炉内部の様子



図3. レーザービームと試験片を保持した支持筒の写真



図4.LMGで測定した参照材料(高密度等方性グラファイト 線熱膨張率と熱膨張係数測定結果(昇温速度:10℃/分)



図 5. 冷間等方プレス成形後一次焼成(炭素化)されたグ ラファイト素材の高温熱処理にともなう寸法測定結果 (昇温速度:10 ℃/分)

Research Institute for Measurements and Analytical Instrumentation

超高温熱膨張計測装置の開発

〇岩下 哲雄(非破壊計測研究グループ)

開発の背景

熱膨張係数は、材料の耐熱衝撃性の指標のひとつである。

2000°C越えた高温での熱膨張を計測するため,発熱体および計測ジグだけでなく,熱膨張計測の参照物質でさえもグラファイト材とする装置を開発した。JIS R2207「耐火物の熱膨張の試験方法」の接触法および非接触法の両方が可能な装置とした。そのシステムを紹介するとともに,実際の熱膨張現象の計測結果を示す。



技術を社会へ Integration for Innovation

電子材料の空準位エネルギー簡易計測手法の新提案:

二光子—光電子収量分光法(2P-PYS)

ナノ分光計測研究グループ 細貝 拓也、松﨑 弘幸、中村 健

有機半導体などの機能性有機材料を用いた次世代デバイスの研究・開発を支援す るツールとして、材料の空準位を分析する手法に興味がもたれている。本報告で は、我々が近年に提唱した空準位を励起準位として簡易計測可能な二光子-光電 子収量分光法 (2P-PYS)の開発状況を述べる。

1. はじめに

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 長年研究されてきた。近年では、有機 EL や有機太陽電池に代表されるように励起一重項 (S₁)や三重項(T₁)などの電子準位(ここでは励起準位と呼ぶ)に大きな関心が寄せられてい る。S₁とT₁の電子準位を評価するには、通常、二光子-光電子分光法(2PPE)と呼ばれる手 法が用いられる。この手法は Ti:Sapphire レーザなどの超短パルスレーザを用いて、ポンプ 光(hv_{pump})照射によって励起させた分子にプローブ光(hv_{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 S₁や T₁ 準位のエネルギーを決定する(図 1)。しかし、一般的に 2PPE を開発するためには巨額の 開発費用がかかるだけでなく、それらを扱うための高度な測定技術を要するために市販化 されていない。加えて、装置開発の歴史と電子分光法の性質から、その適用対象は金属表 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 ー光電子収量分光法(2P-PYS)を提案した¹。PYS は光電効果の閾値分光法として古くから 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 簡易に計測できる。2P-PYS は PYS を応用したものであり、2PPE と同様にポンプープロー ブ法によって励起準位からの光電子を計測するが、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行う(図 1 右)。この手法の利点は、超高真空環境 および高額な電子エネルギー分析器を必要としないことであり、2PPE より操作が簡便か っ大幅に低コストに開発することができる。本研究では、2P-PYS の開発の取り組みとし てポンプープローブ分光技術を用いた有機半導体ペンタセン薄膜の励起準位からの光電 子放出について検討した。



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 hvpump と hvprobe 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。

2. 研究方法

PYS の計測システムは石井らが論文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。装置構成の概略は既報¹を参照されたい。試料チャンバーは ICF70 キューブをベースとし、雰囲気制御のために大気下だけでなく超高真空対応にもな っている。試料ホルダーは SUS304 板を用いており、その上に試料を導電性両面テープで 固定した。光電子の捕集電極は内径 10 mm、厚さ 2 mm の輪状の銅板として、試料面から 目視で 1 mm 程度手前においた。この捕集電極はチャンバーを通してアースに接しており、 試料側とは同軸のトリアキシャルコネクターで回路を接続している。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 ITO コートガラス基板上に真空蒸着法(真空度 10⁶ Pa)で作製し た平均膜厚 15 nm のペンタセン(C₂₂H₁₄)を用いた。膜厚と蒸着速度の計測には水晶振動子 膜厚計を用いた。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 ps) の第三高調波(355 nm(=3.49 eV))を用いた。パルスレーザ光はそのままの照射、またはハー フミラーによってポンプ光とプローブ光に分け、遅延ステージを用いて遅延時間Δ*t*を変え て試料に照射した。時間原点は二つの光照射によって光電子量が最大となる光路長から決 定した。pump 光強度の調整には回転式反射型可変 ND フィルターを用いた。測定は全て 室温、1 Pa 程度の真空下で行い、光電子の捕集効率を上げるために加速電圧-200 V を試料 に印加した。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. ペンタセン薄膜からの二光子光電子放出のポンプ-プローブ測定

ポンプ光とプローブ光の強度を 1.25 mW/cm², 0.79 mW/cm²に固定して、遅延時間 Δt を走査 しながらポンプ光によって生成した励起種からの光電子放出 ΔI を計測した。実験結果およ び計測手順、 ΔI の算出を図 2 に示す。 Δt =0 ns 辺りの条件下では FWHM=305 ps のガウス 関数上の電流分布が見られた。これは用いたパルスレーザの時間的な重ね合わせの時間 (=150 ps x $\sqrt{2}$)におおよそ対応しており、二光子の同時吸収による光電子放出によるもの と考えられる。一方、このガウス分布から十分離れた Δt 領域、つまりに二つのパルスは時 間的な重なりから十分離れた状態においても 30 fA 程度の電流値が見られた。このことは、 観測された電流値はポンプ光によって発生したペンタセン薄膜中の過渡種からの光電子 放出に起因していることを示唆している。

この可能性を検証するため、プローブ光の光強度を一定(=2.46 mW/cm²)にして、ポンプ 光の強度を変化させながら同時照射の電流増加成分(すなわち励起種からの光電子放出 量)を見積もった(図 3)。その結果、電流増加成分はポンプ光の強度の一乗に比例した。 これはすなわち、 Δt =0.5 ns の条件で放出された光電子は一光子吸収過程によるものであ ることを示している。



図 3. $\Delta t = 0.5$ ns の条件下において計測した ΔI のポンプ光強度依存性

Han らの文献³によると、ITO 基板上のペンタセンのイオン化ポテンシャルは 4.90 eV、 電子親和力は 2.70 eV である。今回用いた光源のエネルギーは 3.49 eV であり、ペンタセン の最高占有準位からの光電子放出は二光子吸収過程でしか起こらず、図 3 のように一光子 吸収過程で光電子放出が起こるのは何らかの励起準位に由来していると考えられる。しか しながら、上記の Han らが観測した電子親和力は終状態に電子が一つ存在するイオン化状 態のものであり、今回観測する対象の中性励起種の電子準位はクーロン相互作用によって 束縛エネルギーがより大きくなっていることが考えられる。実際、2PPE で計測したペン タセン薄膜の S₁および T₁準位のピークエネルギーは 3.31 eV、4.27 eV と見積られている⁴。 今回用いた光のエネルギーからすると、S₁からの光電子放出は可能であるが、T₁からでは 0.78 eV ほど光エネルギーが不足していることになる。実際には熱エネルギーおよび薄膜中 の分子間相互作用や分子配列の不均一性によって T₁の 4.27 eV の値より小さいエネルギー が取り得ることも考えられるが、いずれにしろ今回観測した過渡種からの光電子放出が起 こった原因の更なる実験的な検証が必要と思われる。

4. まとめ

本報告では、我々がこれまでに進めている 2P-PYS の研究開発状況を紹介した。ポンプ 一プローブ分光システムを新たに組み込むことで、Δ*t* =0.5 ns の条件下でペンタセン薄膜 中に生成した過渡種からの光電子放出が確認された。今度は、当初の目的であるポンプ光 とプローブ光を分光することで光電子放出の閾値分光測定システムを開発する予定であ る。

5. 謝辞

本研究は科学研究費補助金[16K17975]の支援によって行われた。

¹T. Hosokai, H. Matsuzaki, A. Furube, K. Nakamura, Appl. Phys. Exp., 10, 022401 (2017).
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).
³W. Han, H. Yoshida, N. Ueno, S. Kera, Appl. Phys. Lett., 103, 123303 (2013).
⁴C. W-Lun, M. Ligges, A. Jailaubekov, L. Kaake, L. Miaja-Avila, X.-Y. Zhu, Science, 334, 1541 (2011).

Research Institute for Measurement and Analytical Instrumentation

電子材料の空準位エネルギー簡易計測手法の新提案: 二光子—光電子収量分光法(2P-PYS)

細貝拓也 松崎弘幸 〇中村健

ナノ分光計測研究グループ

. 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開発が求められている
- 2. 異なるスピン状態である<u>励起一重項(S₁)および三重項(T₁)</u> <u>状態の電子準位</u>は有機光デバイスの機能発現の鍵である が、その汎用的な計測手法は限られている
- 3. 本研究では、大気下や低真空などで励起準位の計測が可能な新しい計測手法を提案し、その開発状況を紹介する

研究・開発の内容





光学遅延システムを用いた分子エキシトンからの光電子放出の検出



- 大気下における二光子吸収の光電効果を有機半導体ペンタセンで確認
- 課題番号: 16K1795
- 科研費
- 励起種からの光電子放出の選別に成功 => 励起一重項と三重項の選別が可能
 今後は波長・遅延時間可変パルスレーザを用いた励起準位計測システムを開発する

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



分析計測標準研究部門 第3回シンポジウム

「安心・安全な社会を実現するための計測標準技術」 JASIS2017 コンファレンス 報告集

2017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内「第3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、権太 聡、松林 信行、徳宿 由美子、吉田 明子
 TEL: 029-861-5300 FAX: 029-861-5881
 URL: http://unit.aist.go.jp/rima/index.html e-mail: rima-sympo-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予稿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



AIST17-X00008