

公益財団法人 若狭湾エネルギー研究センター

The Wakasa Wan Energy Research Center

研究年報

令和3年度 第24巻

Annual Report of the Wakasa Wan Energy Research Center

Vol.24 2021



目次

1. はじめに	4
2. 研究成果	5
2.1. 医療分野	5
2.1.1. 粒子線がん治療高度化のための生物応答解明研究	5
2.1.1.1 異種放射線の併用によるがん治療の高度化に向けた治療生物学的な検討	5
2.1.1.2 子宮頸がんモデルマウスに対する粒子線治療の有効性と治療効果予測に関する基礎的検討	7
2.1.1.3 陽子線による頭頸部がん治療時に伴う口腔粘膜炎に対する防護剤の開発	8
2.1.1.4 放射線被ばく事故に対応した DNA 損傷解析による被ばく線量評価法の実用化	10
2.1.1.5 骨髄幹細胞の粒子線障害に対する NO を介した細胞競合による組織再生能維持機構の解明	11
2.1.1.6 陽子線治療に伴うがん免疫応答の解明と新規免疫放射線療法の開発	13
2.1.1.7 細胞の放射線感受性を決定する情報伝達機構の解明	14
2.1.2. 粒子線照射技術の高度化研究	15
2.1.2.1 「放射線の見える化」膜の開発	15
2.1.2.2 粒子線の線質測定技術開発	17
2.2. 育種分野	18
2.2.1. 植物・菌類のイオンビーム育種研究	18
2.2.1.1 ペチュニア種子胚の γ H2AX 染色	18
2.2.1.2 重イオンビームにより誘発される染色体再構成を利用した新育種技術の開発(1) －高LETイオンビームによる変異誘発の多様性の実証－	20
2.2.1.3 重イオンビームにより誘発される染色体再構成を利用した新育種技術の開発(2) －主要穀物育種におけるイオンビーム照射技術の利用－	21
2.2.1.4 山田錦 FW1 号の育成	22
2.2.1.5 重イオンビーム照射を用いた食用ラン藻スイゼンジノリ(Aphanothece sacrum)の増殖と細胞外多糖合成にかかわる突然変異体作出の試み	24
2.2.1.6 セントポーリア‘キラウエア’へのイオンビームによる変異拡大の試み	26
2.2.1.7 重イオンビーム処理による超高温・乾燥耐性植物パールミレットの倍加半数体作成技術の開発	26
2.2.1.8 イオンビーム照射による有害元素低蓄積シイタケ菌株の作出	27
2.2.1.9 花卉園芸植物へのイオンビーム照射による新品種の育成	27
2.2.2. 生物資源のDNA情報・特性等の解析評価研究	28
2.2.2.1 福井県産生物資源の DNA マーカーの開発	28
2.2.2.2 福井県産生物資源の代謝産物分析	29
2.2.2.3 食品の価値を高める指標としての抗酸化活性評価手法の開発	30
2.2.2.4 ミディマトに関する DNA マーカーの開発	31
2.2.2.5 育種に供試するためのニンニク無菌苗栽培法検討	31

2.2.3.	植物工場関連品種改良	32
2.2.3.1	トマト苗人工光育苗システムにおける生理障害の抑制	32
2.3	レーザー分野	34
2.3.1.	レーザー技術を活用した除染技術、切断技術の開発	34
2.3.1.1	最新のレーザー技術を取り入れたレーザー切断機材の試作	34
2.3.1.2	廃止措置適応に向けたレーザー除染に関する技術動向の調査	35
2.3.1.3	大型水槽内でのレーザー切断時における粉じん挙動データの取得及び濁水水質調査	36
2.3.1.4	ステンレス鋼レーザー加工時に発生する微粒子の発生抑制および漏洩防止を目指した基礎データ収集作業	37
2.3.2.	レーザー技術の産業利用	38
2.3.2.1	金属材料へのレーザー照射による脱鋭敏化の検討作業	38
2.3.2.2	レーザー溶接中に発生する微粒子の可視化手法の検討	39
2.4	宇宙開発分野	41
2.4.1.	宇宙で利用される機器・材料の評価技術開発	41
2.4.1.1	イオンビームによる宇宙産業育成事業	41
2.4.1.2	陽子線および重粒子線を用いた衛星搭載デバイスの放射線耐性検証と軌道上実証	43
2.4.1.3	超小型衛星搭載積層プラスチックシンチレータに対する陽子応答実験	45
2.4.1.4	宇宙放射線計測装置の放射線耐性試験	46
2.4.1.5	超小型X線天文衛星に搭載する信号処理回路の放射線耐性試験2	47
2.4.1.6	シリコン半導体素子のプロトン起因シングルイベント効果研究	49
2.4.1.7	超小型衛星搭載用電子機器の放射線耐性調査	51
2.4.1.8	8 MeV 陽子線を用いたペロブスカイト太陽電池の放射線耐性評価	52
2.4.1.9	放射線検知器応用を見据えた InGaP 太陽電池の高温における陽子および He イオンによる劣化特性の検討	54
2.4.1.10	プロトンによる二次電子放出特性測定	56
2.5	エネルギー分野	58
2.5.1.	放射線計測技術の開発	58
2.5.1.1	リチウム含有液体シンチレーターの開発と評価	58
2.5.2.	様々なエネルギーの技術開発	59
2.5.2.1	セラミックが吸放出する成分の評価	59
2.5.2.2	溶融ナトリウムを用いたアンモニア合成装置の開発	61
2.5.2.3	ナノ構造化を活用した新規水素貯蔵材の開発 —気相からの急冷とイオン照射—	62
2.5.2.4	ナノ構造化を活用した新規水素貯蔵材の開発 —摩擦強加工による金属材料のナノ構造化—	64
2.5.2.5	加速器照射を利用した規則性 Fe-Al 合金中の空孔制御による多量水素貯蔵に関する研究	66
2.5.2.6	自然エネルギーによる水素製造のためのマグネシウム再生技術の開発	68

2.6. 多様な分野の活動を支える技術開発	69
2.6.1. 加速器技術の開発・高度化	69
2.6.1.1 若狭湾エネルギー研究センター加速器施設の現状	69
2.6.1.2 シンクロトン加速高周波制御系のデジタル化	71
2.6.1.3 シンクロトン出射ビームラインのプロファイルモニタの改良2	73
2.6.2. 加速器利用分析技術の開発・高度化	75
2.6.2.1 イオンビーム分析法によるリチウム酸化物中の水素およびリチウム濃度同時測定	75
2.6.2.2 TOF-ERDA を用いた DLC 膜中酸素量の解析に向けた初期検討	77
2.6.2.3 角度分解 TOF-ERDA 測定装置の時間分解能の評価	78
2.6.2.4 非ラザフォード弾性散乱による Sr ₂ IrO ₄ の酸素欠損の定量	79
2.4.2.5 後方散乱で観測される複合核共鳴ピークプロファイルの散乱角度依存	81
2.6.3. 放射線場で利用される機器・材料の評価技術開発	83
2.6.3.1 水素注入によるジルコニウム合金の微細組織変化	83
2.6.3.2 動的変形観察手法を用いた照射硬化量測定技術の高度化	85
2.6.3.3 照射欠陥移行現象の体系化による核融合炉真空容器内トリチウムの蓄積量評価	87
2.6.3.4 ダイバータ用タングステンの照射硬化に伴う結晶方位配向性の影響に関する研究	89
2.6.4. 材料技術の開発	91
2.6.4.1 シリコン薄膜の光の干渉による発色方法の実用化	91
2.6.4.2 プロトン照射による鉄系超伝導薄膜の臨界電流特性の増強に関する研究	93
2.6.4.3 フレキシブル性と耐久性を有する導電性皮膜の開発に関する調査研究	95
2.6.4.4 超強加工による微細結晶粒金属材料の創製と評価	97
2.6.4.5 熱処理条件の異なる Ge ₁₂ Sb ₂ Te ₁₅ の熱電特性と微細構造	98
2.6.4.6 Ti 合金 HIP 処理材のマイクロスラリージェットエロージョン試験後の表面組織	100
2.6.4.7 マグネシウム合金の腐食挙動に及ぼす添加元素の効果	101
2.6.4.8 芳香族ポリアミドおよび紡糸法の制御による高性能ファイバーの創製	102
3. 外部発表、特許、品種登録	103
3.1. 外部発表	103
3.2. 特許	109
3.3. 品種	109

1. はじめに

若狭湾エネルギー研究センターは、平成10年の開所以来、設立目的である「エネルギーに関連した科学技術の地域産業への普及等による地域活性化」のため、種々の活動を行ってきました。

令和3年度は、第5期中期事業計画の2年目にあたり、これまでの取組みを十分に踏まえ、引き続き、3つの柱と位置付ける「研究開発」、「産業支援」、「人材育成・交流」に基づいて、以下の事業運営を進めました。「研究開発」においては、粒子線がん治療普及に向けての高度化研究、イオンビームによる育種技術開発、原子炉廃止措置におけるレーザー技術の応用、宇宙機器の放射線耐性評価研究、様々なエネルギーの技術開発、加速器を利用した分析技術や材料評価技術の開発を行いました。また、「産業支援」では、原子力発電所廃止措置への県内企業参入に向けた情報交換会開催や嶺南地域の企業を中心とした新製品開発への支援、「人材育成・交流」では、コロナ禍の下、IAEAと連携したオンライン会合、WEBシンポジウム実施などにより、原子力人材育成に取り組みました。

当センター研究開発部は、加速器室、生物資源研究室、粒子線医療研究室、エネルギー材料グループ、エネルギー開発グループ、レーザー技術開発室、照射支援室の7つのグループより構成されています。本書は、令和3年度に研究開発部で行われた研究の成果をまとめた研究成果報告集（研究年報）です。研究成果は大きく6つに分けられ、医療分野、育種分野、レーザー分野、宇宙開発分野、エネルギー分野、多様な分野の活動を支える技術開発、に関するものです。医療分野における成果では、異種放射線の併用による粒子線がん治療高度化のための生物応答解明研究、粒子線照射技術の高度化研究が挙げられます。育種分野では、植物・菌類のイオンビーム育種研究、生物資源 DNA 情報等の解析評価研究、植物工場関連技術開発、レーザー分野では、レーザー技術を応用した除染技術・切断技術の開発と産業利用、宇宙開発分野では、宇宙で利用される機器・材料の放射線耐性評価技術の開発、エネルギー分野では、水素エネルギー利用や放射線計測技術の技術開発、そして、多様な分野の活動を支える技術開発では、加速器技術の開発・高度化、イオンビーム分析技術の開発・高度化、放射線場で利用される機器・材料の評価技術開発、材料技術の開発などが挙げられます。特に、当センターの加速器が作り出す高エネルギーイオン放射線場は、宇宙における放射線環境を模擬できることから、宇宙機搭載用機器の材料評価や材料開発に有用であり、そのニーズも高まっています。

また、これらの研究成果の多くは、学術的な新知見や、将来の実用化に貢献できるシーズを提供できるものと期待されます。

当研究センターにおいて、令和3年度の活発な研究活動を推進することができましたことは、ひとえに関係者の皆様方のご支援とご指導によるものであり、厚く御礼を申し上げます。職員一同、これまで以上の努力を重ね、より高度な研究開発とその成果の産業・社会への還元を目指していく所存ですので、今後、さらなるご支援、ご鞭撻のほどをよろしくお願い申し上げます。

令和4年11月

公益財団法人 若狭湾エネルギー研究センター
所長 岩瀬 彰宏

2. 研究成果

2.1. 医療分野

2.1.1. 粒子線がん治療高度化のための生物応答解明研究

2.1.1.1

異種放射線の併用によるがん治療の高度化に向けた治療生物学的な検討

Therapeutic Biological Verifications for Advanced Treatment of Cancer by Combining Heterologous Radiations

前田宗利*¹、前田未佳*¹、松本英樹*²、水嶋慧*¹、山東新子*¹、久米恭*¹

Munetoshi MAEDA, Mika MAEDA, Hideki MATSUMOTO,

Satoshi MIZUSHIMA, Shinko SANDO and Kyo KUME

Abstract

At Fukui Prefectural Hospital, a new clinical trial of “Combined Concurrent Chemoradiotherapy” has been started, which can concentrate radiation doses on the local tumor site by the combined irradiation with proton beams and X-rays. We are pursuing various therapeutic biological verifications in anticipation of further advancement of this therapeutic procedure under regional cooperation in Fukui area.

要約

福井県立病院において、従来の X 線治療に加えて線量分布の良好な陽子線治療を併用する新しい「混合化学放射線治療」の臨床研究が開始されている。我々は、地域に根差した連携の下、本治療法の更なる高度化を見据えた様々な治療生物学的検証を進めている。

緒言

がん治療の高度化を図る方法の一つに、既存治療法の長所を組み合わせた集学的治療法の積極的な活用が挙げられる。福井県若狭湾エネルギー研究センターの多目的シンクロトロン・タンデム加速器を用いたこれまでの研究から、陽子線照射と X 線照射の併用により、両者の単独照射の結果から予測される効果よりも効率よく細胞死が誘導されることが見出された¹⁾。本研究は、陽子線と X 線の照射の順番、照射の間隔、線量の組み合わせが細胞死の誘導に与える影響を解析し、併用照射による細胞死増大の最適化条件およびそのメカニズムの解明を目指すものである。また、モデル動物を用いて異種放射線の併用による治療効果を解析し、混合放射線治療の更なる高度化に向けた基礎的なデータを蓄積して行く。本研究の推進は、放射線治療によるがんの治療効果の向上に資するのみならず、薬剤併用などによる集学的治療法の確立においても将来的に必要不可欠な知見の蓄積につながると考えられる。

成果の概要

1. 併用照射における可変パラメーターが細胞死に関わる分子機構に与える影響の解析

陽子線あるいは X 線を単独で照射した細胞、および陽子線と X 線を併用して照射した細胞における遺伝子発現変化を GeneChip[®]を用いて解析した。細胞種や照射条件に依存せず、「細胞周期の進行抑制」および「DNA 損傷修復」に関連する遺伝子群の発現が顕著に誘導されたが、これらの応答は陽子線あるいは X 線の単独照射の場合よりも両者を併用した場合において強く誘導されており、併用照射においてより重篤な DNA 損傷が形成される可能性が示された。

これまでに、X 線照射から短時間のうちに陽子線を照射すると細胞致死効果が増強されることを報告している^{2,3)}。また、DNA 損傷の生成量およびその修復効率の解析から、X 線照射後に陽子線を照射した場合には、修復されにくい DNA 二本鎖切断が多く形成されることも明らかにした⁴⁾。一方で、遺伝子発現解析においては、「陽子線照射後に X 線を照射した細胞群」と「X 線照射後に陽子線を照射した細胞群」の遺伝子発現パターン間に顕著な違いは見られず、いずれの場合にも、細胞増殖が誘導される細胞集団と細胞死に向かう細胞集団が混在していた。陽子線と X 線の双方に照射された細胞では、生存応答と致死応答の競合が生じており、重篤度の高い DNA 損傷が形成されることによりこれらの応答のバランスが変化し、X 線照射から短時間のうちに陽子線を照射した場合に細胞死が増大すると考えられる。

*¹(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室、*²福井大学・医学系部門・放射線基礎医学分野
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、福井大学と共同で実施したものである。

2. 腫瘍移植モデル動物を用いた陽子線とX線の併用照射による治療効果の検証

ヒト肺癌細胞 (A549 Red-FLuc, PerkinElmer) をヌードマウス (BALB/cAJcl-nu/nu) の大腿部に移植した担がんモデルマウスを作製し、表 1 に示した条件を用いて陽子線と X 線を併用 (1 日 1 セット) した分割局所照射による 8 日間 (8 セット) の治療を行った。このがん細胞にはホタル由来のルシフェラーゼ遺伝子が組み込まれているため、ルシフェリンを投与すると生きているがん細胞だけが発光する。このため、生体内の目に見えない非常に微弱な発光や蛍光を定量化することができる発光/蛍光イメージングシステム (IVIS) を用いて発光強度を計測することで腫瘍分布を精密に測定することができる (図 1)。照射の順序にかかわらず、「1.0 Gy→1.0 Gy (総吸収線量 16 Gy)」および「2.0 Gy→2.0 Gy (総吸収線量 32 Gy)」群では、腫瘍の増殖はほぼ抑制されたものの、ほとんど縮小しなかった。一方、「3.5 Gy→3.5 Gy (総吸収線量 56 Gy)」(図 2) および「5.0 Gy→5.0 Gy (総吸収線量 80 Gy)」群では、腫瘍が縮小し有意な治療効果が観察された。この時、「陽子線照射後に X 線を照射」した場合よりも「X 線照射後に陽子線を照射」した場合に有意な治療効果の増強が認められた (図 2)。

表 1 モデルマウスに対する陽子線と X 線を併用した模擬治療の条件

照射の順番と間隔		線量の組み合わせ (1 セット/1 日)	総吸収線量 (8 セット)
陽子線照射 ↓ 2 時間 ↓ X 線照射	X 線照射 ↓ 2 時間 ↓ 陽子線照射	1.0 Gy → 1.0 Gy	16 Gy
		2.0 Gy → 2.0 Gy	32 Gy
		3.5 Gy → 3.5 Gy	56 Gy
		5.0 Gy → 5.0 Gy	80 Gy

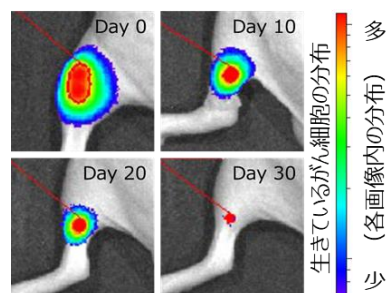


図 1 IVIS を用いて発光強度 (光子数) を計測して、腫瘍分布の経時変化を精密に測定する様子。

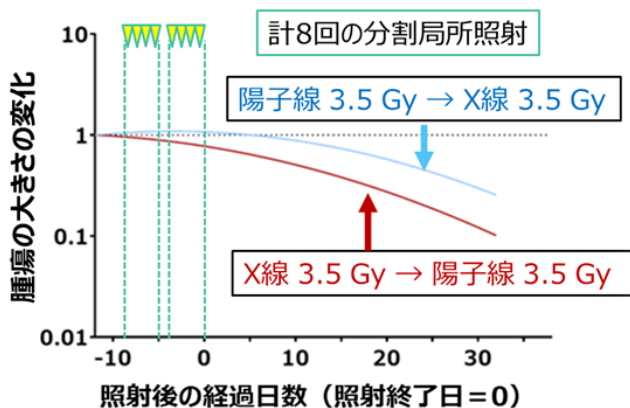


図 2 担がんモデルマウスに対する陽子線と X 線を併用した 8 回の分割局所照射による治療の効果 (総吸収線量 56 Gy)。照射終了日を 0 日目とおき、IVIS を用いて経時的に腫瘍の発光強度を測定して治療開始前の発光強度を基準に腫瘍の大きさの時間変化を求めた。図中の黒色点線は照射前の腫瘍の大きさ (=1) を示している。各群 5 匹ずつの測定結果を基に GraphPad Prism 8.4.3 を用いて統計解析を行った。

結言

本研究から、モデル動物に対する陽子線と X 線を併用したがん治療においても、「X 線照射から短時間のうちに陽子線を照射すると細胞致死効果が増強される」ことが実証された。陽子線と X 線を併用する場合、その照射方法を最適化することで治療効果が 1.2~1.5 倍程度増強される可能性があり、臨床への応用が期待される。また、近年、異なる線質の放射線を併用する集学的がん治療が検討されてきており、異種放射線の照射順序が DNA 損傷の重篤度に影響を与える可能性を明らかにした本研究は、先行研究として重要な価値を有すると考えられる。我々は引き続き、陽子線治療を基軸とした集学的治療によるがん治療効果および QOL (quality of life 生活の質) の更なる向上を目指した研究開発を進めて行く。

参考文献

- 1) 佐々木誠 他、放射線生物研究、51、4、382-396 (2016)
- 2) 前田宗利 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報(平成 30 年度)、21、24-5 (2019)
- 3) 前田宗利 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報(令和元年度)、22、20-1 (2020)
- 4) 前田宗利 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報(令和 2 年度)、23、5-6 (2021)

2.1.1.2

子宮頸がんモデルマウスに対する粒子線治療の有効性と治療効果予測に関する基礎的検討
A Basic Study on the Efficacy and Prediction of Therapeutic Effects of Charged Particle Irradiation
on a Mouse Model of Cervical Cancer

清野泰^{*1}、牧野顕^{*1}、森哲也^{*1}、岡沢秀彦^{*1}、久米恭^{*2}

Yasushi KIYONO, Akira MAKINO, Tetsuya MORI, Hidehiko OKAZAWA and Kyo KUME

Abstract

In model mice implanted with HeLa (adenocarcinoma), SiHa and ME-180 cells (squamous cell carcinoma), which are cervical cancer, carbon beam irradiation was suggested to be more effective than X-ray or proton irradiation. On the other hand, ¹⁸F-FLT PET imaging 26 hours after irradiation could predict the change in tumor volume after irradiation only in ME-180 cells irradiated with carbon beams.

要約

子宮頸部腺がんである HeLa 細胞と扁平上皮がんである SiHa 細胞と ME-180 細胞を移植したモデルマウスに X 線、陽子線、炭素線を照射した結果、炭素線照射が腫瘍体積の増大抑制に有効であることが示唆された。一方で、照射 26 時間後に行った ¹⁸F-FLT PET 撮像では、照射後の腫瘍体積の変化を予測することができたのは、炭素線照射を行った ME-180 細胞だけであった。

緒言

子宮頸部腺がん罹患者は増加傾向にあるが、検診で見つかり難い上に、放射線治療や化学療法が効きにくい性質を持っていることから、有効な治療法の開発が望まれている。そこで、粒子線治療は放射線治療抵抗性のがん細胞に対して従来の放射線治療よりも効果があるというこれまでの共同研究成果¹⁾をもとに、子宮頸がんの腺がん細胞に対する粒子線治療の有効性の検討と、治療戦略の決定や患者の QOL の向上に重要なファクターである治療開始早期における治療効果予測を PET 分子イメージングにより達成可能であるかの検証を、子宮頸がんモデルマウスを用いて行った。

方法

子宮頸部腺がんである HeLa 細胞と扁平上皮がんである SiHa 細胞と ME-180 細胞を移植したモデルマウスを作製し、5 Gy の X 線、陽子線、炭素線をそれぞれ照射し、放射線を照射しないコントロール群マウスと比較した。照射 26 時間後に、細胞増殖能を画像化する PET 薬剤である ¹⁸F-FLT を尾静脈より投与し、PET 撮像を行い、腫瘍部分への ¹⁸F-FLT の集積量を測定した。また、PET 撮像後から 7 日間経日的に移植した腫瘍の体積を計測した。なお陽子線と炭素線の照射は福井県若狭湾エネルギー研究センターで実施した。

結果・考察

HeLa 細胞では、炭素線照射群では 4 日目以降でコントロール群に対して有意な腫瘍体積変化の抑制がみられたが、X 線照射群と陽子線照射群では、コントロール群に対して有意な差はみられなかった。SiHa 細胞では、いずれの照射群でも照射 3 日目以降でコントロール群に対する有意な腫瘍体積変化の抑制がみられた。ME-180 細胞では、X 線照射群の 4 日目以降と炭素線照射群の 6 日目以降でコントロール群に対して有意な腫瘍体積変化の抑制がみられた。一方 ¹⁸F-FLT の集積量の有意な低下は ME-180 細胞の炭素線照射群でのみ観察された。この結果は、照射翌日のタイミングでは治療効果予測することが困難であることを示唆しており、今後は照射 48 時間後などの検討を行う必要がある。

結言

腺がんを含む子宮頸がんに対して、炭素線は高い治療奏功性を示すことを明らかにした。¹⁸F-FLT-PET による放射線治療の治療効果予測については、予測できる場合と困難な場合があり、今後、PET の撮像タイミングを詳細に検討することにより、予測が可能になると考えている。

参考文献

- 1) 清野泰 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報(令和2年度)、23、10(2022)

^{*1}福井大学・高エネルギー医学研究センター、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センター・公募型共同研究事業により、福井大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターが共同で実施したものである。

2.1.1.3

陽子線による頭頸部がん治療時に伴う口腔粘膜炎に対する防護剤の開発
 Development of a Radioprotective Agent against Oral Mucositis
 associated with Proton Beam Head and Neck Cancer Therapy
 松本英樹*1、山村睦朗*2、渡邊幸彦*2、千田裕一郎*2、前田宗利*3、久米恭*3
 Hideki MATSUMOTO, Yoshiro YAMAMURA, Yukihiko WATANABE,
 Yuichiro CHIDA, Munetoshi MAEDA, and Kyo KUME

Abstract

The objective of the present project is to develop a radioprotective agent against oral mucositis associated with proton beam head and neck cancer therapy. We examined the minimum effective dose of agent A against radiation-induced oral mucositis in intravenous administration and the effect of agent A on the antitumor effect by proton beams. Normal male mice (Jcl:ICR, 7~8 weeks old) and immune-deficient male mice (BALB/cAJcl-*nu/nu*, 5~6 weeks old) were used for the minimum effective dose trial of agent A and the effect trial of agent A on the antitumor effect by proton beams, respectively. Normal mice were irradiated to only head and neck area and tumor (A549)-bearing immune-deficient mice were irradiated to only transplanted tumors with proton beams of 20 Gy in 4 fractions (5 Gy/day, 4 days in a row). Agent A was administered into tail veins of normal mice and into the peritoneal cavities of tumor-bearing immune-deficient mice 1 h before irradiation. After irradiation with proton beams, the pathological conditions of mucosae in the oral cavity of normal mice were observed on gross and the growth of transplanted tumors in the immune-deficient mice was precisely measured. The minimum effective dose of agent A against radiation-induced oral mucositis in intravenous administration was 0.01 mg/kg body weight. The minimum effective dose, 0.01 mg/kg body weight in mice is equivalent to 0.81 µg/kg body weight in human weighing 60 kg. The administration of agent A never constricted the antitumor effect by proton beams. We will examine the mechanisms of agent A as a radioprotective agent against oral mucositis associated with proton beam head and neck cancer therapy aiming for practical use.

要約

陽子線による頭頸部がん治療時に伴う口腔粘膜炎に対する防護剤を開発するために、陽子線誘発口腔粘膜炎に対する防護剤としての薬剤 A の最低有効投与量および陽子線による抗腫瘍効果に対する薬剤 A の影響に関して解析した。正常マウス(Jcl:ICR、雄、7~8 週齢)を陽子線誘発口腔粘膜炎に対する防護剤としての薬剤 A の最低有効投与量の解析に、免疫不全マウス(BALB/cAJcl-*nu/nu*、雄、5~6 週齢)を陽子線による抗腫瘍効果に対する薬剤 A の影響の解析に使用した。正常マウスの頭頸部および担がん免疫不全マウスの移植腫瘍(A549 腫瘍)にのみ陽子線を分割照射(5 Gy/日、4 日間連続、合計 20 Gy)した。薬剤 A は正常マウスに対しては尾静脈から静脈内投与し、担がん免疫不全マウスに対しては腹腔内投与した。陽子線照射後、正常マウスについては口腔粘膜炎の病態を肉眼観察し、担がん免疫不全マウスについては移植腫瘍の増殖動態を精密に測定した。マウスにおける陽子線誘発口腔粘膜炎に対する防護剤としての薬剤 A の最低有効投与量は、0.01 mg/kg 体重であった。この用量は体重 60 kg のヒトを対象として体表面積によるヒト等価用量に換算すると、0.81 µg/kg 体重となる。薬剤 A は陽子線による抗腫瘍効果を妨げることはなかった。今後は薬剤 A の実用化を目指して、陽子線誘発口腔粘膜炎に対する防護剤としての薬剤 A の作用メカニズムを明らかにしていく。

緒言

頭頸部がんの放射線治療時には、X 線、陽子線、あるいは炭素線のいずれの線質を用いた場合においても放射線性口腔粘膜炎がほぼすべての患者に発症する。しかしながら、この放射線性口腔粘膜炎に対する防護剤/治療剤は国内外において未開発であり、含嗽、ステロイド軟膏塗布、消炎鎮痛剤投与などの対症療法がおこなわれているのみである。この放射線性口腔粘膜炎に対する防護剤の候補薬剤 A の有効最低投与量および陽子線による抗腫瘍効果に対する影響について詳細に解析した。

*1 福井大学・医学系部門・放射線基礎医学分野、*2 丸石製薬株式会社・研究本部、*3 (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
 本研究は、(公財) 若狭湾エネルギー研究センター・公募型共同研究により、福井大学、丸石製薬株式会社と(公財) 若狭湾エネルギー研究センターが共同で実施したものである。

成果の概要

1. 薬剤 A の放射線性口腔粘膜炎に対する防護剤としての最低有効投与量

若狭湾エネルギー研究センターの陽子線がん治療研究装置を用いて、正常マウス(Jcl:ICR、雄、7～8 週齢)の頭頸部のみに陽子線を分割照射(5 Gy/日、4日間連続、合計 20 Gy)し、薬剤 A 投与群には照射 1 時間前に薬剤 A (0.1 あるいは 0.01 mg/kg 体重)を尾静脈から静脈内投与した。陽性対照としての薬剤 A 投与群には照射 1 時間前に薬剤 A (3.0 mg/kg 体重)を腹腔内投与した。照射後、表 1 に示す項目について肉眼観察し、病態をスコア化し、最低有効投与量を検討した。その結果、薬剤 A を 0.01～3.0 mg/kg 体重で投与したいずれの実験群においても有意な口腔粘膜炎に対する防護効果が確認された(図 1)。従って、薬剤 A の陽子線による口腔粘膜炎に対する防護剤としての最低有効投与量は、0.01 mg/kg 体重であった。この用量は体重 60 kg のヒトを対象として体表面積によるヒト等価用量に換算すると、0.81 μ g/kg 体重の投与量となる。

表 1 肉眼観察項目とスコア。

観察項目	スコア
顎下腺炎による体毛の汚れ	0～5
紅斑(口腔内)	0～5
びらん/浮腫(口唇・舌)	0～5
充血(口腔内)	0～5
出血(口腔内)	0～5
粘膜剥離(口腔内)	0～5
膿瘍形成(口腔内・舌)	0～5

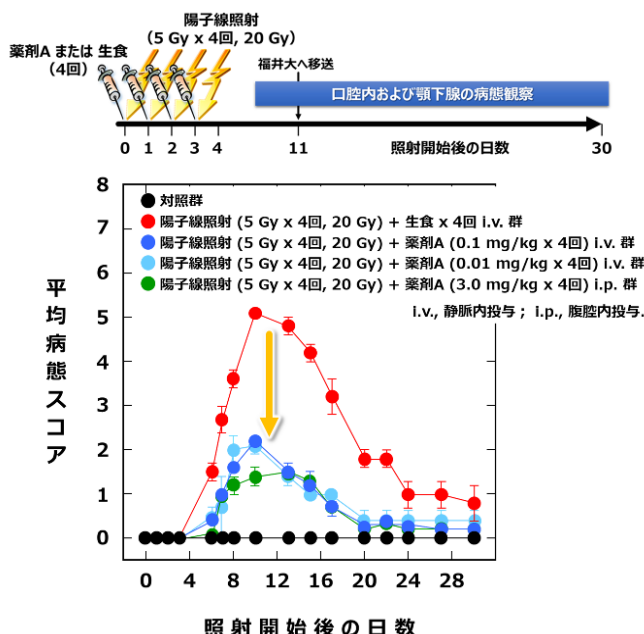


図 1 正常マウス頭頸部への陽子線分割照射による口腔粘膜炎に対する薬剤 A の防護効果。

2. 薬剤 A の陽子線による抗腫瘍効果に対する影響

担がん免疫不全マウス(BALB/cAJcl-nu/nu、雄、5～6 週齢)の移植腫瘍(A549 腫瘍)にのみ陽子線を分割照射(5 Gy/日、4日間連続、合計 20 Gy)し、薬剤 A 投与群には、照射 1 時間前に薬剤 A (3 mg/kg 体重)を腹腔内投与した。照射後、移植腫瘍の増殖動態を精密に測定し、腫瘍増殖曲線を作成し、解析した。その結果、薬剤 A は陽子線による抗腫瘍効果を抑制しない、つまり陽子線による治療効果を妨げないことが明らかになった(図 2)。

結言

今後、さらに放射線性口腔粘膜障害防護剤としての薬剤 A の実用化へ向けた当該共同研究を実施することにより、陽子線治療を施行される頭頸部がん患者の QOL の改善および治療奏効率の向上が期待され、福井県立病院陽子線がん治療センターにおける陽子線がん治療の最適化への貢献するための科学的エビデンスの蓄積の一端を担うことを目指す。

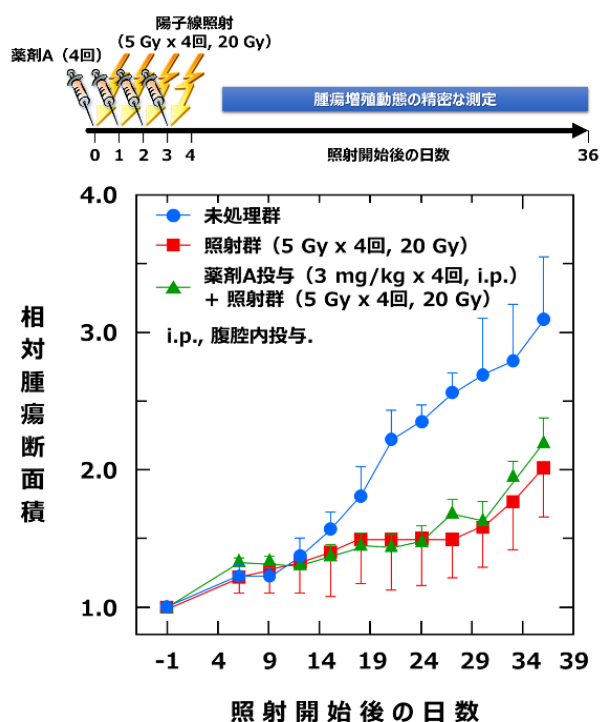


図 2 薬剤 A の陽子線による抗腫瘍効果に対する影響。

2.1.1.4

放射線被ばく事故に対応した DNA 損傷解析による被ばく線量評価法の実用化

Research for Practical Application of Exposure Dose Evaluation Method by DNA Damage Analysis

Corresponding to Radiation Exposure Accidents

松尾陽一郎*¹、泉佳伸*¹、清水喜久雄*¹、久米恭*²

Youichirou MATUO, Yoshinobu IZUMI, Kikuo SHIMIZU and Kyo KUME

Abstract

The biological dosimeter system that measures biological responses to ionizing radiation is necessary for the situation of radiation exposure accidents. It is possible to estimate the quantity of radiation exposure without using factors such as radiation load coefficients if we can evaluate DNA injury directly. We study a new method to evaluate DNA lesions caused by various LET radiation using a polymerase chain reaction.

要約

本研究はポリメラーゼ連鎖反応(PCR)を用いて、放射線による DNA 損傷を指標として、緊急被ばく時の生体影響評価および吸収線量の評価を行うものである。従来の物理・化学反応を用いた被ばく線量測定手法と原理的に異なり、生体影響の要因となる DNA 損傷に基づく評価手法を開発する。

緒言

本手法は PCR による増幅率がサンプルの鋳型 DNA の量に比例することに着目し、増幅した DNA 量から未損傷の鋳型 DNA 量(PCR の活性を持つ未損傷 DNA 量)を評価するものである。令和3年度は、陽子線およびガンマ線を照射した場合の DNA 損傷について、PCR を用いて評価した。

研究成果

実験試料として、塩基配列が既知である出芽酵母 S288c 株の *URA3* 遺伝子領域を PCR 法により増幅させたものを用いた。DNA サンプルは、TE 緩衝液(10 mM Tris-HCL, 1 mM EDTA, pH 8.0)中に溶解し、濃度 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、容量を 100 μl とした。試料に対し、若狭湾エネルギー研究センターにて陽子線(200 MeV、LET:0.45 keV/ μm)を、また、大阪大学産業科学研究所にて Co ガンマ線(LET:0.2 keV/ μm)を照射した。吸収線量は 0 ~ 1.0 Gy である。結果を図 1 に示す。陽子線と比較して、ガンマ線照射の場合、未損傷の鋳型 DNA 量が減少する割合が高いことが示唆される。シミュレーションによる DNA 一本鎖切断および二本鎖切断の収量を推定した研究¹⁾では、陽子線照射による一本鎖切断の収量はガンマ線と比較して低く、二本鎖切断については同程度と報告されている。これら先行研究の結果と本研究の結果は定性的に一致した。

PCR による DNA 損傷の結果と比較するために、 γH2AX による細胞核内での DNA 二本鎖切断生成量を評価するための実験環境を整備した。本年度は、福井大学が保有する軟 X 発生装置にて照射した場合の、軟 X 照射による γH2AX の foci を評価した。次年度に、粒子線およびガンマ線を照射した場合の、細胞核内での DNA 二本鎖切断生成量を評価し、PCR による評価の結果との比較を行う計画である。

結言

PCR により、陽子線およびガンマ線を照射した DNA の未損傷の鋳型 DNA 量を評価した。今後、細胞核内の二本鎖切断生成量を評価し、PCR による評価の結果との比較を行う。

参考文献

1)渡邊立子、重粒子線トラックと DNA 損傷、放射線化学、89、13-19 (2010)

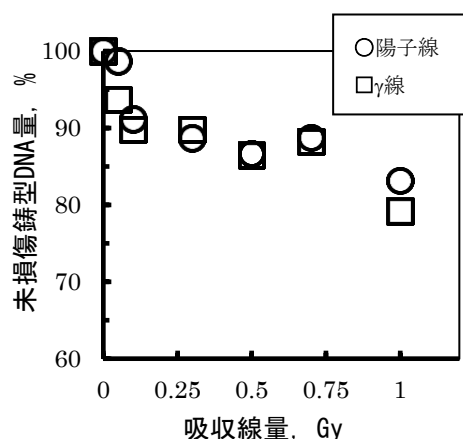


図 1 陽子線およびガンマ線照射による PCR での DNA 鎖切断の評価結果

*¹福井大学附属国際原子力工学研究所、*²(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
本研究は科学研究費助成事業 基盤研究(B) 21H01861 の助成を受けた。

2.1.1.5

骨髓幹細胞の粒子線障害に対する NO を介した細胞競合による組織再生能維持機構の解明
 Elucidation of Maintenance Mechanisms for Tissue Regenerative Potential by Cell Competition
via NO in Damaged Murine Bone Marrow Stem Cells Irradiated with Particle Beams

松本英樹^{*1}、前田宗利^{*2}、平山亮一^{*3}

Hideki MATSUMOTO, Munetoshi MAEDA, and Ryoichi HIRAYAMA

Abstract

The objective of the present project is to elucidate maintenance mechanisms for tissue regenerative potential by cell competition *via* nitric oxide (NO) in damaged murine bone marrow hematopoietic stem cells and multipotent progenitor cells irradiated either with X-rays or particle beams. We examined the radiosensitivity of these cells after irradiation with X-rays, proton or carbon beams. Normal male mice (C57BL/6JJcl, 6~7 weeks old) were exposed to 0.01 to 10 Gy of X-rays, proton or carbon beams. The bone marrow cells were prepared from both femurs 1 day after the irradiation. These cells were cultured in the MethoCult medium to form colonies. Then the surviving fractions were obtained by counting the number of colonies to analyze recovery kinetics of these cells. In any cases, dose-survival curves of these cells showed the low-dose hyper-radiosensitivity coupled with a following increased radioresistance under 0.5 Gy and decreased exponentially in dose dependent manner over 0.5 Gy. These findings suggest that any DNA damage response after irradiation with X-rays, proton or carbon beams was not evoked in the damaged of murine bone marrow hematopoietic stem cells and multipotent progenitor cells, and that these damaged stem and progenitor cells may be excluded by cell competition, then the intact stem and progenitor cells may be renewed.

要約

骨髓造血幹細胞/多能性前駆細胞の X 線、陽子線あるいは炭素線障害に対する組織再生能維持機構を明らかにするために、正常マウス(C57BL/6JJci、雄、6~7 週齢)を用いて、骨髓造血幹細胞/多能性前駆細胞の X 線、陽子線あるいは炭素線に対する感受性を MethoCult 法による造血コロニーアッセイによって詳細に解析した。X 線、陽子線あるいは炭素線照射 1 日後の造血幹細胞/多能性前駆細胞はいずれの場合においても 0~0.5 Gy の間で低線量超高感受性およびそれに続く放射線抵抗性の増大を示し、0.5 Gy を超えると生存率は指数関数的に急激に減少した。これらの結果は、X 線、陽子線あるいは炭素線を照射された骨髓造血幹細胞/多能性前駆細胞では DNA 損傷に対する修復応答が誘導されず、DNA 損傷を有する当該細胞は排除され、無傷の当該細胞によって骨髓が再構築されることが示唆された。

緒言

近年、放射線発生/照射装置の進歩や照射方法の改善により、強度変調放射線治療(IMRT)や画像誘導放射線治療(IGRT)のみならず、陽子線および炭素線によるがん治療も急速に普及してきていることにより、放射線がん治療の症例数は増加してきている。しかし、これらの方法による放射線がん治療では、腫瘍の周辺の正常組織に低線量被ばく域が存在している。陽子線や重粒子線を用いた粒子線がん治療においても、その物理学的特徴から腫瘍組織に放射線の線量を集中させることができるが、腫瘍の周辺の正常組織における線量をゼロにすることは困難である。本研究では、粒子線がん治療の安全性を担保するために、被ばくした正常な骨髓造血幹細胞/多能性前駆細胞に対する X 線、陽子線あるいは炭素線の影響を検証した。得られた放射線感受性の詳細な解析は、被ばくした骨髓内で生じていると考えられる「細胞競合による組織再生能維持機構」の解明に繋がると考えられる。

成果の概要

正常マウスに 0.01~10.0 Gy の X 線(X 線照射装置 (HW-200R)、福井大学)、陽子線(陽子線がん治療研究装置、若狭湾エネルギー研究センター)あるいは炭素線(重粒子線がん治療装置 (HIMAC)、量子科学技術研究開発機構)を単回全身照射した。陽子線および炭素線はブラッグピーク手前の平坦部で照射した(図 1)。

^{*1}福井大学・医学系部門・放射線基礎医学分野、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室、^{*3}(国研)量子科学技術研究開発機構・量子生命・医学部門・量子医科学研究所
 本研究は、文部科学省・科学研究費助成事業・基盤研究(B) 20290600 により実施したものである。

照射 1 日後に大腿骨から骨髓細胞分画を調製し、マウス細胞用 MethoCult 培地 (MethoCult GF M3434, ST-03444, STEMCELL Technologies) で培養した後、形成されたコロニー数から造血幹細胞/多能性前駆細胞の生存率を求めて放射線感受性を解析した。

照射 1 日後の造血幹細胞/多能性前駆細胞の生存率曲線は、X 線、陽子線あるいは炭素線、いずれにおいても 0~0.5 Gy の間で、生存率が線量依存的に低下してから線量の増加と共に回復する V 字型の線量応答、すなわち、低線量超高感受性およびそれに続く放射線抵抗性の増大を示し、さらに線量が増加すると生存率は指数関数的に低下して 5.0 Gy で約 10%、10.0 Gy で約 1%であった(図 2)。

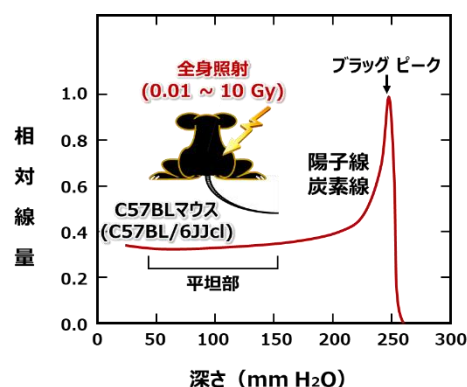


図 1 マウスの照射位置。

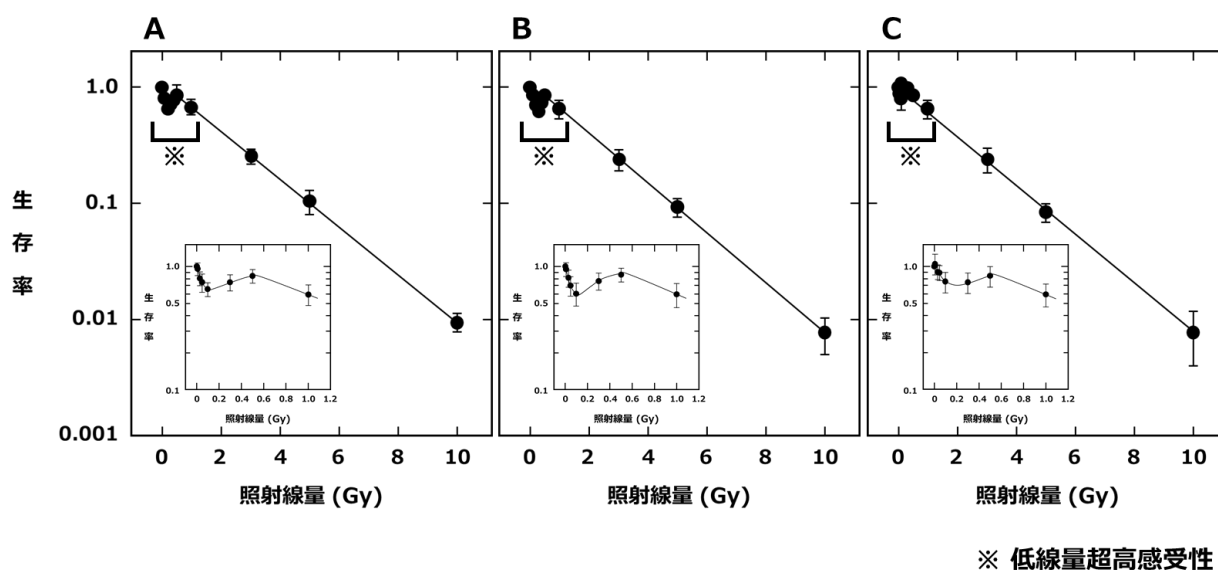


図 2 正常マウス骨髓造血幹細胞/多能性前駆細胞の放射線感受性。(A) X 線に対する感受性、(B) 陽子線に対する感受性、(C) 炭素線に対する感受性。

結言

照射 1 日後の正常マウス骨髓由来の造血幹細胞/多能性前駆細胞の生存率曲線は、X 線、陽子線あるいは炭素線、いずれの線質の場合においても 0 ~ 0.5 Gy において細胞死が増大し低線量超高感受性を示すことから、低線量の被ばくによってアポトーシスが誘導されていることが示唆された¹⁾。また 1 Gy 以上の被ばくにおいては指数関数的に生存率が低下し、相同組換え修復および非同末端結合による DNA 損傷修復が行われていないことが示唆された²⁾。

X 線、陽子線あるいは炭素線を照射された正常マウス骨髓由来の造血幹細胞/多能性前駆細胞では DNA 損傷に対する修復(回復)応答が誘導されず、DNA 損傷を有する造血幹細胞/多能性前駆細胞は細胞競合によるアポトーシスによって排除され、無傷の造血幹細胞/多能性前駆細胞によって骨髓が再構築されることが示唆された³⁾。

参考文献

- 1) Marples, B., Collis, S.J. Low-dose hyper-radiosensitivity: Past, present, and future. *Int. J. Radiat. Oncol. Biol. Phys.*, 70: 1310-1318 (2008)
- 2) Utsumi, H. *et al.*, Requirement for repair of DNA double-strand breaks by homologous recombination in split-dose recovery. *Radiat. Res.*, 155: 680-686 (2001)
- 3) Bonder, T., Medzhitov, R. p53-mediated hematopoietic stem and progenitor cell competition. *Cell Stem Cell*, 6: 309-322 (2010)

2.1.1.6

陽子線治療に伴うがん免疫応答の解明と新規免疫放射線療法の開発

Elucidation of Cancer Immune Response with Proton Therapy and Development of New Radioimmunotherapy

酒井佳夫*¹、Alessandro NASTI*²、Tuyen Thuy Bich HO*²、小川憲彦*³、宮澤正樹*³、関晃裕*¹、
稲垣慎吾*³、野村博樹*³、久米恭*⁴、前田宗利*⁴、金子周一*^{1,2}

Yoshio SAKAI, Alessandro NASTI, Tuyen Thuy Bich HO, Norihiko OGAWA, Masaki MIYAZAWA, Akihiro SEKI, Shingo INAGAKI, Hiroki NOMURA, Kyo KUME, Munetoshi MAEDA and Shuichi KANEKO

Abstract

Pancreatic ductular adenocarcinoma (PDAC) is the most serious malignancy in the digestive system because of the difficulty of diagnosis in early stages as well as lack of conventional chemotherapies for the radical treatment in advanced stages, therefore, generally exhibits very poor prognosis. We conducted proton irradiation treatment on PDAC murine models at WERC. We investigated immune response of the model to the proton irradiation.

要約

膵がんは初期の診断が困難であり、進行期においては従来の化学療法のみでは寛解が難しく、多くの場合予後不良であり、消化器系においてもっとも深刻な悪性腫瘍である。本研究では、陽子線を用いた膵がんに対する新たな治療方法の開発を目的とし、マウス膵がんモデルの陽子線照射に対する免疫応答を調べた。

緒言

膵がんは2019年には36,356人の死因となり、部位別死亡数で第4位を占めている¹⁾。同年の膵がんの部位別罹患数は43,865人であり¹⁾、罹患数と死亡数が近い。この理由には、90%以上が膵がん診断時のステージがⅢ以上の進行状態にあることがあげられる²⁾。化学療法として nab-Paclitaxel + Gemcitabine、FOLFIRINOX 治療が開発されてきたが、2年生存率は約10%にとどまる。また、膵がん全体の5年生存率は10%未満であり、部位別悪性腫瘍の予後で最も不良である。こうした背景により、早期診断方法の開発とともに、根治的外科的治療の適応のない進行膵がんに対して、より有効な新しい治療法が開発が予後改善に極めて重要である。本研究は、マウス膵がんモデルを用いて、陽子線治療の効果、生体の免疫反応の詳細を解析し、新たな免疫放射線治療開発への基礎的データを獲得することを目的としている。

成果の概要

3種類のマウス膵がん細胞株を用いて、マウス大腿皮下・背部皮下腫瘍モデル(膵がんモデル)、マウス大腿皮下・肝転移腫瘍モデル(膵管腺がん=PDACモデル)を作成した。これらのモデルの大腿部腫瘍へ若狭湾エネルギー研究センター多目的イオン加速器により200 MeV陽子線8 Gyを照射した。また、陽子線に抗がん剤、免疫修飾 anti-PD-L1抗体を併用した。膵がんモデルのうち1種類において、陽子線および免疫修飾抗体治療による腫瘍増殖抑制効果を照射/非照射部位の双方で確認した。PDACモデルのうち2種類に対する陽子線および免疫修飾抗体併用治療を行い、大腿および背部の腫瘍組織を免疫組織化学染色したところ、CD8⁺T細胞、CD11c⁺樹状細胞(DC)、およびCD86⁺M1マクロファージの浸潤が治療により促進されたが、CD4⁺T細胞およびF4/80⁺細胞の浸潤には明らかな影響はみられなかった。

結言

マウス膵がんモデルのうち1種類において、陽子線照射と免疫修飾抗体の併用治療による照射部位にかかわらず抗腫瘍効果を確認した。引き続き、膵がん腫瘍に対して陽子線を照射した際の生体に生じる反応について詳細に解析を進めている。また、遠達効果(Abscopal effect)の機序についてさらに解析する予定である。

参考文献

- 1) 国立がん研究センターがん情報サービス「がん統計」、
https://ganjoho.jp/reg_stat/statistics/data/dl/index.html#a14、最終閲覧令和4年8月23日
- 2) がんプラス、「膵臓がんのステージ分類と検査 治療戦略とは」、
<https://cancer.qlife.jp/pancreas/article4180.html>、最終閲覧令和3年7月27日

*¹金沢大学・医薬保健研究域・医学系、*²金沢大学・医薬保健学総合研究科(情報医学開発講座)、*³金沢大学大学院・先進予防医学研究科(システム生物学分野)、*⁴(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
本研究は、金沢大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

2.1.1.7

細胞の放射線感受性を決定する情報伝達機構の解明
Analysis of Signal Transduction Mechanism Deciding Cellular Radiosensitivity
前田宗利*¹、前田未佳*¹、富田雅典*²
Munetoshi MAEDA, Mika MAEDA and Masanori TOMITA

本研究では、X線マイクロビームによって細胞の局所を照射した場合、その照射領域（細胞核、細胞質、細胞全体）に依存して細胞の放射線感受性が異なることを見出し、そのメカニズムに ATM (ataxia telangiectasia mutated) タンパク質が重要な役割を果たすことを解明した¹⁾。低線量の放射線にさらされた細胞では、細胞核に由来する細胞死を誘導する機構と細胞質に由来する DNA2本鎖切断を修復して生き残らせようとする機構が競合しており、これらが ATM によって調節されている。次のステップとして、細胞内および細胞間の情報伝達を制御する「ハブ」としての ATM の新たな機能について詳しく検証を進めていく。現在、細胞質への照射の有無により、細胞内の機能性タンパク群の誘導動態変化を観察して ATM タンパク質をハブとした細胞内/細胞間情報伝達を詳しく解析するための予備的検討を実施している。また、この機構は、正常組織への悪影響が少なくがん組織を効率的に死滅させる超高線量率 (FLASH) 照射における放射線感受性変化のメカニズムや放射線感受性の個人差とも関係していると考えられる。本研究の推進により、「放射線エネルギー付与の時空間的分布に依存した細胞の放射線感受性決定機構」の解明に繋げていきたい。

参考文献 1) M. Maeda *et al.*, *Sci Rep.* 11, 13113 (2021)

*¹(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室、*²(一財)電力中央研究所・サステナブルシステム研究本部・生物・環境化学研究部門

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと(一財)電力中央研究所の共同研究として実施したものである。

2.1.2. 粒子線照射技術の高度化研究

2.1.2.1

「放射線の見える化」膜の開発

Development of "Visualization of Radiation" Film

砂川武義*¹、Glenn HARVEL*²、青木祐太郎*¹、畑下昌範*³、久米恭*⁴、佐倉俊治*⁵

Takeyoshi SUNAGAWA、Glenn HARVEL、Yutaro AOKI、Masanori HATASHITA、Kyo KUME and Toshiharu SAKURA

Abstract

A PVA-KI gel dosimeter has a sensitivity for X/ γ ray, charged particle and neutron. The absorbed dose is indicated as a function of change of color. We have developed an *in situ* measurement system of color change of PVA-KI gel dosimeter by using a combination of a color sensor and LED. The usefulness of this system was investigated for the gel irradiated with He Ions.

要約

PVA-KI ゲル線量計は、X/ γ 線、荷電粒子線、中性子などの照射による吸収線量を色の変化で表示する。本研究では光センサーと LED を組み合わせて PVA-KI ゲル線量計の色の変化を *in situ* で測定するシステムの構築を行った。本システムを He イオン照射された PVA-KI ゲルに適用し、有用性を明らかにした。

緒言

福井工業大学ではこれまでに、部分ケン化ポリビニールアルコール (PVA) とヨウ化カリウム (KI) を原料に、X 線、 γ 線、陽子線、重粒子線、中性子線に感度を持つゲル状化学線量計 (PVA-KI ゲル) を開発してきた¹⁾。現在、PVA-KI ゲルへの X 線、陽子線、重イオン照射におけるゲル線量計の詳細な特性を明らかにすることが求められている。本研究では、発光ダイオードとカラーセンサを組み合わせ、He イオン照射と光吸収測定を同時に行うことが可能な *in situ* 測定システムを構築し、He イオン照射による受光カウントの時間分解測定を行うことにより、PVA-KI ゲルへの粒子線照射の特性を明らかにすることを試みた。

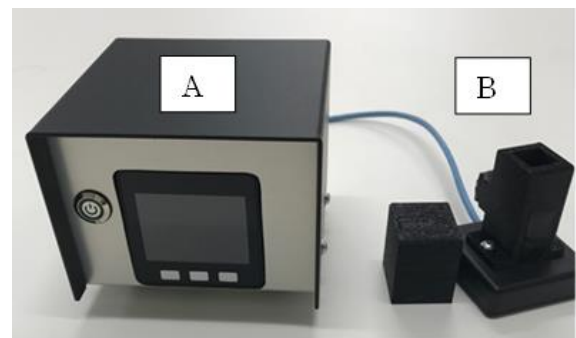
実験方法

In situ 測定の開発

福井工業大学では、有機 EL パネルとデジタル写真撮影を組み合わせ、測定された画像を RGB 変換するシステムを開発し、PVA-KI ゲルへの X 線照射において、吸収線量と RGB の G 値・B 値に比例関係があることを見いだした²⁾。本研究では本システムを発展させ、発光ダイオードとカラーセンサを組み合わせた。加速器が設置されている管理区域内に照射試料と共に設置し、He イオン照射と測定を同時に行うことが可能な *in situ* 測定装置 (PVA-KI ゲル測定装置) を開発した。

In situ 測定装置

図 1 に *in situ* 測定装置の写真を示す。本装置は、320×240 TFT カラーディスプレイ、microSD カードスロットを備えた SoC 搭載モジュールである M5STACK-BASIC (M5Stack 社製)、タイマー基板、電源からなる測定装置 (A) と、光源として発光ダイオード (中心発光波長 500 nm) を設置し、対面に受光部としてカラーセンサ (S11059-02DT/03DS (浜松ホトニクス社製)) を設置したセルホルダー (B) からなる。ここで、測定装置とセルホルダーは約 50cm のケーブルで繋がっている。測定に使用するカラーセンサの Green、Blue、Red の感度波長は 455 - 630 nm、400 - 540 nm、575 - 660 nm である。

図1 *In situ* 測定装置の概要及び写真

*¹福井工業大学・工学部・原子力技術応用工学科、*²オンタリオ工科大学、*³(公財)若狭湾若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、*⁴(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室、*⁵(株)NUCLEAR TECHNOLOGY

本研究は、福井工業大学、(公財)若狭湾エネルギー研究センター、(株)NUCLEAR TECHNOLOGY の共同研究として実施したものである。

In situ 測定

本研究で使用した PVA-KI ゲルは、PVA(重合度 2000、ケン化度 86.5-89.0 mol%):5.5 wt%、KI:9.1 wt%、ホウ砂:3.6 wt%、果糖:4.9 wt%、H₂O:76.9 wt%で作製し、光路長 1 cm の PMMA 製ディスプレイセルに封入して用いた。He イオン照射は、若狭湾エネルギー研究センター(WERC)に設置されている多目的シンクロトン・タンデム加速器(W-MAST)を使用した。照射条件は、エネルギー 220 MeV、1スピル 2.0 秒(うちビーム取り出し 0.4 秒)であった。He イオンの線量率は 4 Gy/分である。本研究では 4 Gy 照射を 5 回行い積算で 20 Gy となるように照射した。ここで、He 照射における吸収線量は、照射試料の手前に設置された電離箱を用いて測定された。図 2 に照射状況の写真を示す。測定装置(A)は鉛板で囲み設置した。測定試料はセルホルダー(B)に設置し He 照射を行った。受光カウント測定は 10 秒間隔で行った。

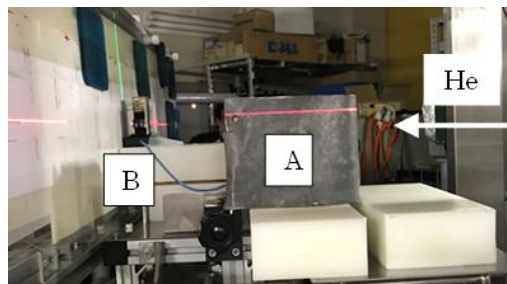


図 2 He イオン照射状況の写真

結果と考察

図 3 に PVA-KI ゲルへの He イオン照射によるカラーセンサ Blue (455 - 630 nm) 測定における受光カウントの時間分解測定結果を示す。ここで He イオン照射は 4 Gy 照射(緑色線)後 10 分間隔を空け(赤色線)、再び 4 Gy 照射を繰り返した。図 3①に関しては、He イオン照射後受光カウントが減少し約 3 分後に極小を示しその後増大する傾向を示した。②～⑤に関しては、He イオン照射後受光カウントが減少し、約 5 分後に一定になる傾向が見られた。図 4 に、図 3 の結果を基に 4 Gy 照射直後の受光カウント(緑色)と照射後 10 分間隔を空けた時(赤色)の受光カウントの吸収線量依存性の結果を示す。4 Gy 照射直後の受光カウント(緑色)は吸収線量の増大と共に線形的に減少する傾向が見られる。4 Gy 照射直後の受光カウント(緑色)と照射後 10 分間隔を空けた時(赤色)の差に関して、図 4①は 31 カウントに対して、②～⑤は 62 カウントであった。この傾向は、PVA-KI ゲルへの X 線照射における吸光度測定において、低吸収線量域の吸光度が比例関係からずれる傾向²⁾と同じであると考えられる。

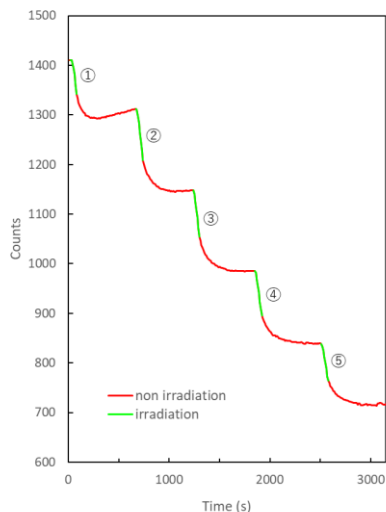


図 3 He イオン照射における受光カウントの時間分解測定結果

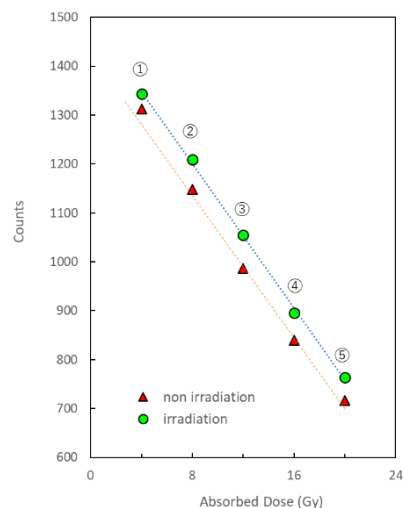


図 4 He イオン照射における受光カウントの吸収線量依存性

結言

本研究では、He イオン照射と同時に受光カウントの測定を可能とする *in situ* 測定装置の開発を試み、低線量領域において、吸収線量に対して受光カウントが線形性からずれることを明らかにした。本測定システムにより、PVA-KI ゲルへの放射線照射効果に関する特性を明らかにすることが可能であると考えられる。

参考文献

- 1) 砂川武義、青木祐太郎、放射線化学、120、53-60 (2021)
- 2) 砂川武義、Glenn Harvel、青木祐太郎、福井工業大学研究紀要、51、50-55 (2021)

2.1.2.2

粒子線の線質測定技術開発

Development of Radiation Quality Measurement Technique for Particle Beam

松尾陽一郎^{*1}、安田仲宏^{*1}、泉佳伸^{*1}、久米恭^{*2}

Youichirou MATUO, Nakahiro YASUDA, Yoshinobu IZUMI and Kyo KUME

Abstract

To advance treatment planning systems in particle therapy, developments on radiation quality measurement techniques were carried out, by both of CR-39 analysis technique advancement and fluorescent labeled tissue-equivalent biocompatible materials development.

要約

粒子線を用いた治療計画システム高度化に資する目的で、荷電粒子線の線質測定技術の開発の一環として、CR-39 読み取り技術の高度化と、蛍光標識した生体親和物質の開発を推進した。

緒言

CR-39 読み取り技術の高度化としては、重粒子（炭素線）がん治療で発生しうる標的核破砕反応による余剰線量測定手法開発を行った。また蛍光標識した生体親和物質に関する研究では、DNA や RNA を構成する単位でもある「オリゴヌクレオチド」と「蛍光物質」を結合させた物質を用い、放射線による生体物質の損傷量及び線量を評価する技術を開発した。

研究成果

(1) CR-39 検出器による炭素線の線質評価と核破砕反応の解析

若狭湾エネルギー研究センターで炭素線をCR-39に照射し、エネルギー50 MeV/n以下の炭素線によりCR-39で発生した核破砕片の生成確率（反応断面積）を測定した。同時に、破砕片の電荷、放出角度を精密に測定した。これまでに得られている50 MeV/n以上の領域に比べ、反応断面積が数倍大きいことが示され、ブラッグピーク近傍ではより高い確率で核破砕反応が起きていることが分かった。このエネルギー領域で破砕片の電荷、放出角度の情報が得られたのは世界で初めての成果である。今後、統計量を上げることでデータの信頼性を向上させ、結果を公表する予定である。

(2) 蛍光標識した生体親和物質の開発

オリゴヌクレオチドを蛍光物質およびクエンチャー物質を用いて標識した試料を用い、放射線によるDNA鎖切断量を蛍光分光光度計で読みとり評価する手法を開発している。令和3年度は、オリゴヌクレオチドの塩基配列を変更することによる放射線感受性の向上を評価した。出芽酵母の *URA3* 遺伝子の配列の一部（以下、*URA3* 配列）および、チミンとグアニンで構成される配列（以下 TGT 配列）のオリゴヌクレオチドに対し、大阪大学産業科学研究所にて γ 線を、若狭湾エネルギー研究センターで He 線(220 MeV)を照射した。吸収線量は 0～0.05 Gy である。蛍光物質 6-FAM の蛍光強度($\lambda_{em}=516$ nm)の変化を評価したところ、 γ 線では *URA3* 配列と比較して TGT 配列では感受性が向上することが示されたが、He 線ではこの効果は見られなかった。

結言

CR-39 検出器により、治療領域エネルギーの重粒子線（炭素線）による核破砕反応の精密分析を開始した。また、生体親和物質を用いた DNA 鎖切断の評価では、配列による感度への効果について、 γ 線と He 線とで異なる結果が示された。

^{*1}福井大学附属国際原子力工学研究所、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
本研究は、福井大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

2.2. 育種分野

2.2.1. 植物・菌類のイオンビーム育種研究

2.2.1.1

ペチュニア種子胚の γ H2AX 染色

Visualizing γ H2AX of Petunia Seed Embryo

高城啓一*1、石井公太郎*2、阿部知子*2

Keiichi TAKAGI, Kotaro ISHII and Tomoko ABE

Abstract

We achieved to visualize γ H2AX in an embryo of water-imbibed petunia seed. This allows for early determination of inhibitor action on DNA repair system in petunia seeds.

要約

我々は、ペチュニア吸水種子中の種子胚における γ H2AX の可視化に成功した。このことは、ペチュニア種子における DNA 修復機構に対する阻害剤の作用早期判定を可能にする。

緒言

我々は DNA 修復系に対する阻害剤を用いることで、イオンビームによる突然変異誘発を促進する研究を行っており、モデル植物シロイヌナズナにおいて、特定の阻害剤が突然変異誘発を促進することを見出している。今後、この方法を実用作物に適用することを考えているが、適用に当たっては阻害剤が作用するかどうかや、作用する時期を早期に判定する事が必要である。

H2AX は、ヒストン H2 のサブタイプの一つである。DNA 二本鎖損傷(DSB)が生じると、損傷部位の近傍に存在する H2AX が ATM や ATR のような DNA 損傷応答に関わるタンパク質リン酸化酵素によってリン酸化を受け、 γ H2AX となる¹⁾²⁾。したがってこの γ H2AX を可視化することが出来れば、DNA 損傷応答が機能しているかどうかや、DSB 量の変化を推定することが可能となる。シロイヌナズナではこの方法を用いて、種子における阻害剤作用の判定を行った。

そこで本報告では、シロイヌナズナとはタイプの異なる種子構成を持つ観賞用作物ペチュニアにおいて、吸水させた種子胚中での γ H2AX 検出を試みた。

材料と方法

実験材料には、市販されているペチュニア(*Petunia x hybrida*)の種子を用いた。乾燥種子に対して X 線照射装置を用いて X 線 500Gy を照射した後表面滅菌し、2% スクロース、0.3% グランガムを含む 1/2 MS 培地上に播種し、30°C のグロースチャンバー内に静置して吸水させた。

吸水させた種子は吸水 150 分後に 4% パラホルムアルデヒドを含む固定液で固定した後、実体顕微鏡下で種子胚を摘出した。摘出した種子胚は、植物組織に対するホルマウント免疫組織化学法³⁾、および脳組織に対する透明化手法⁴⁾を種子胚用に改変した手法を用いて γ H2AX 可視化処理を行った。 γ H2AX を可視化するための一次抗体として、マウス抗シロイヌナズナ γ H2AX モノクローナル抗体⁵⁾を、二次抗体として AlexaFluor488 結合ロバ抗マウス IgG 抗体(Thermo Fisher)を用いた。

可視化処理を施した標本は、レーザー共焦点顕微鏡(LSM780, Carl Zeiss)でデータを取得し、Image J で画像解析を行った。

結果と考察

シロイヌナズナの種子は胚乳を含まず子葉に発芽に必要な脂質等を蓄積するが、ペチュニアは有胚乳種子であり胚乳と胚が区分されている。したがってシロイヌナズナの場合は、固定後に種皮を取り去りそのまま染色へ移行したが、ペチュニアでは種皮を除去した後、胚を胚乳から分離して染色を施した。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、*2(国研)理化学研究所・仁科加速器科学研究センター・イオン育種研究開発室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、(国研)理化学研究所と共同で実施したものである。

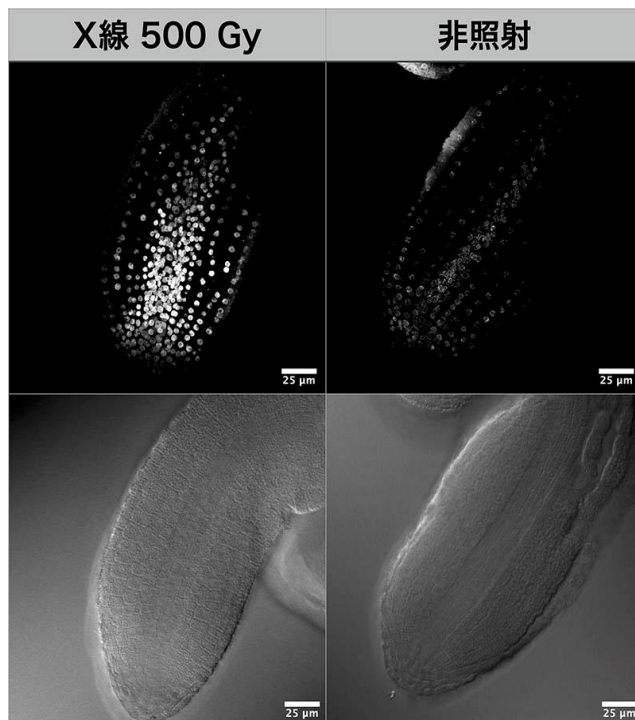


図1. ペチュニア胚根端における γ H2AX シグナル(上段)、および微分干渉像(下段)

図1に、X線500Gyを照射した種子(左上)、および非照射種子(右上)における、吸水150分後の種子胚主根中心部での γ H2AX像を示す主根先端部の構造はシロイヌナズナと類似していた。X線500Gyを照射後吸水させた種子では、核上に非常に明確な γ H2AXシグナルが検出された。一方、非照射種子の根端での γ H2AXシグナルは、照射根端と比較すると明らかに低いことがわかった。しかしながら、非照射種子根端においても微弱ながら γ H2AXは検出された。

以上の結果から、ペチュニア吸水種子胚で γ H2AXの可視化が可能であることが明らかとなった。また、遅くとも吸水150分後にはDNA損傷応答が機能し、H2AXのリン酸化が生じていることがわかった。非照射胚においても微弱な γ H2AXシグナルが検出された。この結果に関しては、吸水前の保管中に種子胚中に蓄積されたDNA損傷が影響した可能性と、吸水時に行った滅菌処理が影響した可能性が考えられる。もし前者であるとすれば、この γ H2AX可視化を用いる手法は、種子の品質判定にも適用できる可能性がある。

結言

ペチュニア種子胚において γ H2AXを可視化することが可能となった。本報告で用いた手法は、今後、ペチュニア種子胚での、DNA損傷応答開始時期の判定や、DNA修復系阻害剤作用の判定に用いる。また、イネ等他の実用作物種子胚におけるDNA損傷応答やDNA修復系阻害剤の作用判定に対する適用も試みる予定である。

参考文献

- 1) E. Rogakou *et al.* J Biol. Chem. 273(10), 5858 (1998)
- 2) J. Friesner *et al.* Mol. Biol. Cell 16(5), 2566 (2005)
- 3) M. Sauer *et al.* Nature protocols 3(2), 7 (2006)
- 4) K. Chung *et al.* Nature 497, 332 (2013)
- 5) K. Takagi. 若狭湾エネルギー研究センター研究年報 17, 6 (2015)

2.2.1.2

重イオンビームにより誘発される染色体再構成を利用した新育種技術の開発(1)

—高LETイオンビームによる変異誘発の多様性の実証—

Development of New Plant Breeding Technique Using Heavy Ion Beam-Induced Chromosomal Rearrangement
- Demonstration of Diverse Mutation Inductions by High-LET Ion Beam Irradiation -

畑下昌範*1、高城啓一*1、阿部知子*2

Masanori HATASHITA, Keiichi TAKAGI and Tomoko ABE

Abstract

Ion beam irradiation has been useful for breeding of higher plants. As ion beams with high linear energy transfer (LET) value cause large DNA damage in only a few small area, novel mutants without detrimental characteristics have been efficiently obtained. In this study, the biological effects of carbon beams with different LET values in regard to germination rate of Arabidopsis seeds were investigated.

要約

イオンビーム照射は、主に高等植物の品種改良の手段として用いられてきている。高い線エネルギー付与(LET)をもったイオンビームは、大規模なDNA損傷をごく少数の箇所に局所的に引き起こし、その結果として有害な形質を付随することなく、新規な変異体を効率的に獲得することができると考えられている。本研究では、同じ炭素イオンビームにおいて異なるLETで照射したときのシロイヌナズナ種子の発芽率における生物効果について調査した。

緒言

イオンビーム照射技術は、主に、日本独自の新しい突然変異育種技術として進展してきた。最近の理化学研究所によるモデル植物の変異体を用いた解析の結果から、アルゴンなどの重イオンビーム照射が今までにないタイプの変異を誘発することが明らかになってきた。そこで、本研究においては、若狭湾エネルギー研究センターのシンクロトロンから得られる炭素イオンビームに対しデグレーターを用い、ビームエネルギーを下げることでより高いLETの炭素イオンビームを試料に照射することを検討してきた。今回は、異なるLETの炭素イオンビームを用いてシロイヌナズナ種子に照射したときの発芽率における線量反応の差異を調査した。

結果の概要

LETの異なる炭素イオンビームの照射がシロイヌナズナ種子の発芽率に与える影響について調査した。実験材料として、シロイヌナズナの種子を使用し、炭素イオンビームの照射は、従来の照射法(LET:57keV/μm)およびアクリル板を3.5mm挿入した照射法(LET:160keV/μm)でそれぞれ種々の線量で行った。照射後の種子は殺菌処理後、1/2MS、3%スクロース含有ジュランガム培地のプレートに播種した。プレートは、22°C、16時間明期8時間暗期で設定した照明付培養器の中で保存し、照射条件ごとに発芽率を調査した。その結果、従来の照射法においては、200Gyを照射しても発芽率が90%以上を維持しているのに対し、アクリル板を3.5mm挿入した照射法では120Gyから160Gyの照射線量で発芽率の低下が見られ、200Gyにおいては発芽率は20%台にまで低下した。この結果は、高LET炭素イオンビーム照射による種子内部のDNA損傷のダメージが極めて大きなものであることを示している。前回イネで報告した時と同様に、シロイヌナズナにおいても、若狭湾エネルギー研究センターのシンクロトロンから得られる炭素イオンビームに関してデグレーターを用いて変化させるLETの範囲で、線量に対する生物応答は変化することが明らかになった。

今後の課題と展望

今後は、この照射法を用いて照射した種々のモデル植物種子および穀類種子の後代を育成することで獲得した変異体の形質の固定化の確認作業と変異体の特性調査、ゲノム解析による変異箇所の同定および変異様式の解明を行っていく予定である。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、*2(国研)理化学研究所・仁科加速器科学研究センター・イオン育種研究開発室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、(国研)理化学研究所と共同で実施したものである。

2.2.1.3

重イオンビームにより誘発される染色体再構成を利用した新育種技術の開発(2)
—主要穀物育種におけるイオンビーム照射技術の利用—Development of New Plant Breeding Technique Using Heavy Ion Beam-Induced Chromosomal Rearrangement
- Application of Ion Beam Irradiation Technique to Staple Grain Breeding -

畑下昌範*1、高城啓一*1、三浦孝太郎*2

Masanori HATASHITA, Keiichi TAKAGI and Kotaro MIURA

Abstract

Recent studies have shown that probabilities of deletions, insertions and base substitutions in ion beam induced mutations depend on linear energy transfer (LET) and heavy ion beam irradiation with high LET value induces large deletions and chromosomal rearrangements. In this study, many mutants of rice (Nihonbare) were obtained from seeds irradiated with high LET carbon beams. DNA preparations for whole genome sequencing were tried out to identify mutation sites and clarify mutation patterns in this case.

要約

最近の研究から、イオンビームにより形成される変異の種類において、大規模な欠失や挿入および点変異の塩基置換などを引き起こす割合が線エネルギー付与(LET)に依存して変化し、高 LET の重イオンビーム照射が大きな欠失や染色体レベルでの再構成を誘発していることが明らかになってきた。本研究においては、イネ日本晴種子への高 LET 炭素イオンビーム照射により、多数の変異体を作成してきた。今回、変異体の変異箇所の同定および変異様式の解明を行うために、全ゲノム解析に供試する DNA サンプルの調製を行った。

緒言

イオンビームは、ビームの速度が低速になると、高速の時よりも周囲の物質との相互作用時間が長くなり、その結果、より大きなエネルギーを周囲の物質に付与することになる。よって、同じイオン種においても試料に打ち込む時のエネルギーを変えることで、LET を変化させることができる。若狭湾エネルギー研究センターのシンクロトロンで 660MeV に加速した炭素イオンビームの照射法では、LET はおよそ 57keV/μm であるが、照射試料の上流にデグレーダーを挿入し、試料位置での炭素イオンビームのエネルギーを下げることで、高い LET を得ることができる。こうした照射法で獲得されたイネ日本晴変異体の変異箇所や変異様式を明らかにするために必要となる全ゲノム解析用の DNA サンプルの調製を行った。

結果の概要

イネ日本晴変異体を系統ごとに播種後成長した植物体を用い、1系統当たり10 個体をランダムに選び、各個体から葉を 10mg ずつ採取し、合計 100mg となるようにした。それらの葉をステンレスビーズが入ったサンプルチューブに入れて、液体窒素で凍結させた。そのチューブをビーズ式細胞破碎装置にセットし、3,000rpm で 60 秒間破碎した。ゲノム DNA の抽出には DNeasy Plant Mini Kit (QIAGEN) を用いた。抽出した DNA は超微量分光光度計を用いて、濃度測定を行った。ライブラリ調製は抽出した DNA を超音波処理によってランダムに断片化し、両末端に所定の配列を含むオリゴヌクレオチド DNA アダプターを付加することで行った。オリゴヌクレオチド DNA アダプターを付加した断片化 DNA は、磁気ビーズを用いたサイズ分画を行い、約 400-450bp の長さの断片を集め、PCR で増幅した後、反応液の成分およびプライマーを除去するために再度磁気ビーズ法によって精製した。本研究では、超音波処理によって DNA を断片化した DNA を用いてライブラリを調製することとしたため、酵素的手法による断片化を採用した場合と比べて、ゲノム全体をより均一にカバーする高品質なライブラリが調製可能となる。

今後の課題と展望

イネ日本晴変異体の全ゲノム解析に必要なシーケンシングライブラリの構築を行った。今後は、これらのライブラリを用いて全ゲノム解析を行い、導入変異数の定量および変異様式(塩基置換、数 bp レベルの欠失変異、数 Kbp レベルの欠失変異、染色体の再構成)の解明を行っていく予定である。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、*2 福井県立大学・生物資源学部・創造農学科
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、福井県立大学と共同で実施したものである。

2.2.1.4

山田錦 FW1 号の育成
Development of "Yamadanishiki FW1"
三浦孝太郎*1、高城啓一*2
Kotaro MIURA and Keiichi TAKAGI

Abstract

"Yamadanishiki", an elite variety of sake brewing rice, is difficult to cultivate in Fukui Prefecture due to its low resistance to lodging and late heading. We had achieved to develop novel cultivar "Yamadanishiki FW1" which is suitable for cultivation in Fukui Prefecture. In this report, we examined reproducibility of phenotypes of this cultivar. According to the results of examination, we have applied for variety registration of this cultivar.

要約

酒米のトップブランド品種「山田錦」は、倒伏性や出穂期の問題から福井県での栽培が難しい。我々は令和2年度までに福井県での栽培が容易な「山田錦 FW1 号」を開発した。令和3年度はその再現性の確認と、品種登録申請を行ったので報告する。

緒言

酒米のトップブランド品種である「山田錦」は、主に兵庫県で栽培され、米粒が大きく通常の米と比較するとタンパク質・アミノ酸が少なく心白（米粒の中心が白く濁る）が大きいという日本酒醸造に重要な形質がある。しかしながら、草丈が高い、茎がもろい、晩生、脱粒性（稔った種子がばらばらと穂から脱落する性質）が高いという栽培が困難になる性質があるため、福井県ではほとんど栽培されていない。これまでに実施した研究開発により、福井県若狭湾エネルギー研究センターの粒子線加速器システムを用いた炭素イオンビーム照射により、「草丈が低い」、「茎が丈夫」、「山田錦よりも早生」、「脱粒しない」という形質をそれぞれ有する変異体の選抜に成功し、それぞれが単年度の収量試験であるものの山田錦よりも多収となった。特に早生および脱粒しない系統で収量が著しく向上しており、福井県内での「多収」という面から見た「新山田錦」の育成には成功した。さらに、これらの多収山田錦の酒米特性について評価したところ、「粒が大きい」、「心白が大きい」という重要形質は維持していたが、もう一つの重要な形質である「デンプンの溶けやすさ」が変化し、山田錦と比較して糊化ピーク温度が高くなっていた。一般的にイネのデンプンの溶けやすさは、開花20日までの平均気温と強い相関があり、気温が上昇すると溶けにくくなる。そこで早生化した山田錦系統群において早生化度とデンプンの溶けやすさの相関を調べたところ、早生になるほど栽培は容易になり多収になるが、早生化による平均気温の上昇のためデンプンが溶けにくくなり商品価値が下がるというトレードオフの関係があり、著しい品質の低下を招かない程度の5日から10日程度の早生化が重要であることを明らかにした。

上記の結果から、作りやすく多収でかつ品質の高い品種を作り出すため、難脱粒性系統と出穂時期を調整した早生系統との交配により「草丈が低い」、「茎が丈夫」、「山田錦よりも早生」、「脱粒しない」の形質を併せ持つ「山田錦 FW1 号」を育成しその品種登録のための栽培試験を行った。

材料と方法**植物材料**

本実験では、令和2年に福井県あわら市二面88-1の福井県立大学生物資源開発研究センター、実験圃場で採種した種子を用いて研究を行った。

定植

種子は、200倍に希釈したベンレートTに24時間浸漬し、その後、水道水に移して4日間吸水し、みのる式育苗マットに1穴あたり1粒を播種した。その後、生物資源開発研究センターの育苗温室にて1ヶ月間育苗したサンプル

*1福井県立大学生物資源学部創造農学科、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室
本研究は、福井県立大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターが、(公財)若狭湾エネルギー研究センター公募型共同研究事業として実施したものである。

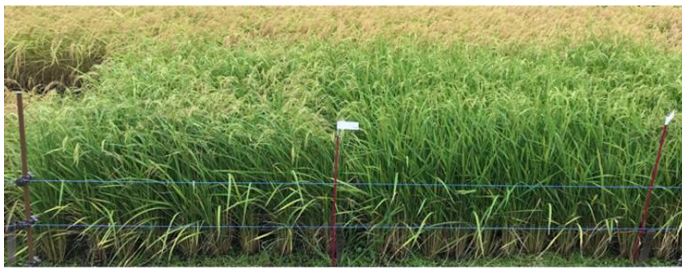
ルを、令和2年5月15日に福井県立大学あわらキャンパス内の水田に定植した。各品種をA区、B区の2区制で栽培し、各區で200個体を栽培した。

形質調査

農林水産省品種登録ホームページに公開されている稲種審査基準に基づいて評価を行った。公開されている87項目の形質うち、66項目について形質調査を実施した。

結果

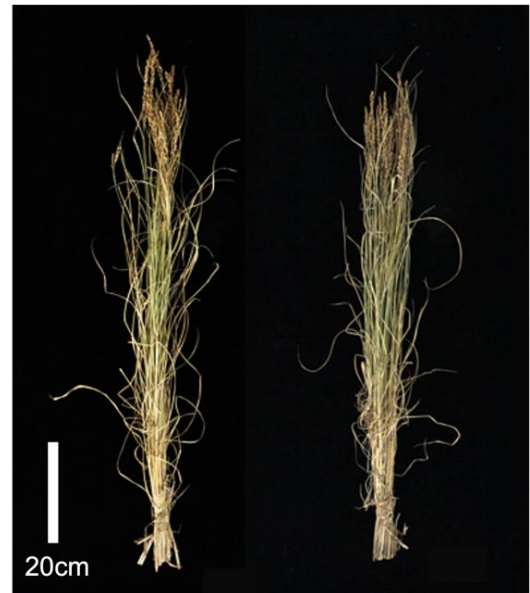
今回は昨年度得られた山田錦 FW1 号の 66 項目の形質調査を実施した。その結果、山田錦 FW1 号では、「出穂期」、「脱粒性」、「稈の長さ」の形質で親品種の山田錦と明確な区別性を示した。山田錦が A 区 B 区共に 8 月 27 日に出穂したのに対し、山田錦 FW1 号は A 区 B 区共に 8 月 18 日に出穂し、早生していることが示された(図1)。穂の握り締めによる脱粒性試験を実施したところ、山田錦の脱粒性は A 区 115.0(SD=28.1)粒、B 区 103.3(SD=35.0)粒であったのに対し、山田錦 FW1 号は A 区 8.0(SD=2.9)粒、B 区 7.9(SD=2.8)粒となり、難脱粒化していることが示された(図2)。図3に両品種の稈の長さを比較した写真を示す。山田錦の稈の長さが A 区 89.2 (SD=4.0)cm、B 区 87.9(SD=3.2)cm であったのに対し、山田錦 FW1 号は A 区 84.0 (SD=3.9)cm、B 区 83.3 (SD=2.9)cm となり、5-6cm ほど矮化していることが示された(A, B 区とも $p < 0.01$)。



山田錦FW1号 山田錦
図1 山田錦 FW1 号の出穂期の写真



山田錦 山田錦FW1号
図2 山田錦 FW1 号の脱粒性の写真



山田錦 山田錦FW1号
図3 山田錦 FW1 号の稈の長さの写真

結言

令和3年度の研究によって、新たに育成した「山田錦 FW1 号」が有用形質を再現する事を確認でき、品種登録に必要なデータを抽出する事ができた。このデータを用いて、令和4年4月に品種登録出願を行い、受理された。今後は、水稻生産者・酒造会社と連携して現場レベルで山田錦 FW1 号を栽培するメリットが出せるのかを調査していく予定である。

2.2.1.5

重イオンビーム照射を用いた食用ラン藻スイズンジノリ (*Aphanothece sacrum*) の増殖と細胞外多糖合成にかかわる突然変異体作出の試み

Development of Mutants Related to Growth and Exopolysaccharide Synthesis of Edible Cyanobacterium *Aphanothece sacrum* (Suizenji Nori) Induced by Ion-Beam Irradiation

大城 香*¹、吉川伸哉*¹、高城啓一*²

Kaori OHKI, Shinya YOSHIKAWA and Keiichi TAKAGI

Abstract

Construction of mutant library of cyanobacterium *Aphanothece sacrum* (Suizenji-nori) was performed using a carbon ion beam irradiation. Screening of phenotypic mutants related to exopolysaccharides synthesis, growth and nitrogen-fixation is in progress.

要約

炭素イオンビーム照射を用いて、ラン藻 *Aphanothece sacrum* (スイズンジノリ) の増殖・細胞外多糖(EPS)合成・放出にかかわる突然変異体ライブラリー作出を試みた。照射後に出現したコロニーから、EPS 合成、増殖速度、窒素固定能を指標にスクリーニングを行い、関連遺伝子に変異の可能性がある株の取得を行っている。

緒言

スイズンジノリ(*Aphanothece sacrum*)は、九州地方で 300 年以上前から食用として養殖されてきた淡水性単細胞ラン藻で、細胞外に多量の細胞外多糖(EPS)を放出し細胞塊を形成する特徴を持つ。本ラン藻の EPS は、高い保水力、優れた金属吸着能等を有する機能性生物ポリマー¹⁾として注目され、サクラン[®]の名称で化粧品添加剤として使用されている。今回は、EPS 合成・細胞外放出の分子機構を明らかにすることとともに、高 EPS 合成、高増殖速度、高窒素固定能を持つ株を得ることを目的に、炭素イオンビーム照射を用いて上記表現型にかかわる突然変異体ライブラリー作出を試みた。

材料と方法

材料と培養: 熊本県の養殖場(熊本県スイズンジノリ本舗丹誠堂)で養殖されていたスイズンジノリから独自に確立したクローン単藻株(FPU2 株)の直線増殖期の細胞を用いた。本種は多量の EPS により直径 1cm~2cm の細胞塊を形成して増殖しているため、細胞塊を金属メッシュ上で破碎・ろ過し直径約 3mm 以下にしたものをプラスチックバッグに入れて炭素イオンビーム照射に供した²⁾。

炭素イオンビーム照射: 炭素イオンビーム照射には、福井県若狭湾エネルギー研究センターの多目的加速器システム(生物照射コース 高エネルギー)を用いた。炭素イオンビームの試料表面における推定エネルギーは 450MeV であった。照射線量は、2019 年 7 月に実施した実験で致死率 94.1%を得た 750Gy を用いた。致死率は、出現コロニー数を異なったマイクロタイタープレート(Nunc™ 150628 Nunclon 12-Well)から 5 ウェル選別し、非照射対照での生成コロニー数に対する割合を平均値±SD として示した。

照射細胞の培養: 照射した細胞塊は、約 10ml の窒素源を含まない培地に懸濁し、氷冷下で超音波処理(15 秒 8 回、Ultrasonic Processor XL2020)により細胞塊を破碎し、3L の培養液に懸濁し、ナイロンメッシュ(20µm、NYTAL SEFR-AG)を通過した細胞を大部分が単細胞になっていることを確認した後用いた。細胞懸濁液は、目的に応じた細胞密度に希釈したのちマイクロタイタープレートに 1 ウェル 2ml ずつ分注し、23°C、冷陰極管光(15µmol・m⁻²・sec⁻¹、12 時間明・12 時間暗サイクル)のもとで静置培養を行った。マイクロタイタープレートの培地は、約 2 か月ごとに上清を取り除き新しい培地と交換した。上記過程はすべて無菌状態で行い、最終懸濁液にはカビ等の発生を防ぐためアンホテリシン B(終濃度 250 µg・L⁻¹、Wako、019-23891)を加えた。

*¹福井県立大学海洋生物資源学部 *²(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室
本研究は、福井県立大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

結果と考察

各スクリーニングのために用いた培地、細胞密度、使用細胞総数は、表 1 にまとめた通りである。微生物においては、総細胞数が 10^8 個あると効率よく突然変異体を得ることができると言われている。今回の実験では、使用した総細胞数は、約 5×10^7 個で、突然変異体取得にほぼ十分な細胞数を使うことができたと考えている。イオンビーム照射による致死率は、 $89.2 \pm 3.6\%$ であった。この値は、平成 19 年 7 月 29 日に実施した際の値 ($91.2 \pm 3.8\%$) とほぼ同じであった。

表 1 スクリーニングに用いた培地と細胞数

培地中窒素源	細胞密度 (cells/ml)	総細胞数 ($\times 10^7$)
無	3670 \pm 620	4.42
	8699 \pm 1870	1.78
有	1740 \pm 374	0.34

プレートの上に付着する性質があることから、細胞外多糖合成能の低下した細胞は付着せず液中に浮遊することを期待していたが、浮遊細胞は全く現れなかった。この結果は、EPS を合成しない突然変異体が生じて、多くの EPS を合成する細胞にトラップされてプレート底面に付着してしまい、浮遊してこなかったという可能性も考えられる。そこで、今回は、培養約 1 か月後にプレートの上清を、培地約 300ml を入れたガラス培養瓶に移し、浮遊細胞の出現を観察中である。

ラン藻では、グラム陰性細菌の EPS 合成・放出関連遺伝子のオルソログは見つかってはいるものの、それらはグラム陽性細菌で報告されているような EPS・細胞外放出関連遺伝子オペロンを形成せず、ゲノム上に散在している³⁾。スイゼンジノリについても、全ゲノム解析からゲノム上にオルソログが散在している結果を我々は既に得ている⁴⁾。そのため、突然変異体作出に遺伝子ノックアウトの手法を用いることは困難が予測され、本研究で用いたような突然変異誘発処理後に表現型を指標にスクリーニングを行う手法が有効と考えられる。

今回は、生育に必要な窒素源を窒素固定のみで供給可能な細胞を得るために、培地から窒素を除いた条件でのスクリーニングを行っている。スイゼンジノリは、窒素が十分に利用できる条件では光合成色素のフィコエリトリンを大量に合成するため暗褐色を呈するが、窒素制限条件ではフィコエリトリン含量が減少し黄緑色となるため、細胞の色によるスクリーニングが可能と考えている。スイゼンジノリは窒素固定に必要な遺伝子群 (*nif* クラスタ、窒素固定酵素構造遺伝子以外に、窒素固定能発現に必要な複数の遺伝子がクラスタを形成してゲノム上に存在する) すべてを持っており、窒素固定酵素の mRNA も発現していることが確認されている (兼崎と大城、未発表)。しかし野生株では、窒素源を除いた培地での増殖は見られなかったことから、本種は窒素固定だけで増殖を維持する能力は無いと考えられた (大城、未発表)。今回の実験では、窒素固定のみで増殖維持が可能な細胞が得られることが期待される。

スイゼンジノリは増殖速度が非常に遅いため、突然変異体を選別・同定するためには 1 年以上の期間が最低必要である。そのため、今回の照射による新規突然変異体は現在のところまだ得られていない。

結言

目的とする形質を持った変異体のスクリーニングは今後も継続して実施する。我々は既に本種の全ゲノム塩基配列を決定している (DDBJ, BDQK01000001-20)。得られた変異体については、ゲノムの比較を行い原因遺伝子の特定につなげていく予定である。

参考文献

- 1) M.Okajima-Kaneko *et al.* Pure Appl Chem. 79, 2039 (2007).
- 2) 大城香 *et al.* 若狭湾エネルギー研究センター研究年報 17, 61 (2016)
- 3) S.Pereira *et al.* FEMS Microbiol Rev. 33, 917 (2009).
- 4) K.Ohki *et al.* J.Gen.Appl.Microbiol. 65, 39 (2019)

2.2.1.6

セントポーリア‘キラウエア’へのイオンビームによる変異拡大の試み
Attempt to Diverse Mutations by Ion Beam Treatment to *Saintpaulia* ‘Kilauea’細川宗孝^{*1}、津崎智久^{*1}、高城啓一^{*2}

Munetaka HOSOKAWA, Tomohisa TSUZAKI and Keiichi TAKAGI

セントポーリアの‘キラウエア’は全ゲノム解読が整備され、今後モデル植物として活用されることが期待されている。そこで、本品種にイオンビームを照射し、変異を拡大させることを目的とした実験を行っている。セントポーリアの‘キラウエア’の葉柄を0.3%の次亜塩素酸ナトリウム溶液で10分間殺菌し、水でよくすすいだ。次に、葉柄を厚さ1mmほどに薄くスライスし、修正MS培地に置床した。その後、若狭湾エネルギー研究センターにて、プロトンビーム(200MeV)を最大60Gyまで照射し、照射後再分化培地で培養を継続して、定芽出現率、1外植片あたりからの平均不定芽数、バクテリアによるコンタミネーション率をそれぞれカウントした。プロトンビーム照射により不定芽が出現した外植片の割合については、25Gyまでは通常の組織培養と同じように不定芽が出現したが、30Gyより強い照射強度では、不定芽が出現しない外植片が目立った。プロトンビーム照射における、1外植片あたりから出現した不定芽数の平均については、照射強度25Gyまでは1外植片あたりから出現する不定芽数は10本以上だったが、30Gy以上では、大きく減少する結果となった。プロトンビームによるコンタミネーションに起因した外植片の死亡率については、20Gyより強い照射強度のサンプルでは外植片からのコンタミネーションの発生率が低かった。現在、花色の濃淡個体や、フリルが強い個体、弱い個体などの変異体が確認されており、変異率は全体で5%程度であった。

^{*1}近畿大学大学院農学研究科、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室
本研究は、近畿大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

2.2.1.7

重イオンビーム処理による高温・乾燥耐性植物パールミレットの倍加半数体作成技術の開発

Development of Doubled Haploids Production System through Heavy-ion Beam Irradiation of Pearl Millet

畑下昌範^{*1}、高城啓一^{*1}、石井孝佳^{*2}、吉田健太郎^{*3}

Masanori HATASHITA, Keiichi TAKAGI, Takayoshi ISHI and Kentaro YOSHIDA

パールミレットは、最も優れた高温耐性と乾燥耐性を持つ作物である。アフリカ、インドを中心に栽培され、国際半乾燥熱帯作物研究所(ICRISAT)で品種改良が進められている。パールミレットは、他殖性作物であるため、自家交配を用いて変異2代目(M2)での変異選抜をすることができず、変異選抜が難しい。最近、トウモロコシで開発されている倍加半数体作成技術の基盤となる遺伝子MATRILINEAL(MTL)が単離された。この遺伝子を破壊した変異体を交雑親に用いることで、花粉側の遺伝子情報によらず、雌しべ側の染色体を倍加し、自家交配不能な作物でもM2での変異選抜が可能となる。本研究では、重イオンビーム処理によりパールミレットの変異体集団を整備し、MTL遺伝子が破壊されたパールミレット変異体系統を選抜することを主な目的にする。そして、MTL遺伝子破壊パールミレットによるパールミレットの倍加半数体作成技術を確立する。

R3年度は、若狭湾エネルギー研究センターにおいて、減速体の厚さを調整することにより2種類の異なるLETの炭素イオンビームを調整し、パールミレットの種子に対しそれぞれのビームを複数の線量区で照射した。発芽率の調査やその後の幼苗の生育状況から、それぞれのLETの炭素イオンビームで変異体を獲得するのに適切と思われる線量を決定し、2回目の照射機会において、選抜用種子に対しその決定した線量で炭素イオンビーム照射を行った。それらの照射種子を用いて、照射当代の育成中である。

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、^{*2}鳥取大学乾燥地研究センター、^{*3}京都大学大学院農学研究科
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが鳥取大学および京都大学と共同で実施したものである。

2.2.1.8

イオンビーム照射による有害元素低蓄積シイタケ菌株の作出

Establishment of Shiitake Mushroom Strains with Low Toxic Element Accumulation by Ion Beam Irradiation

高城啓一^{*1}、畑下昌範^{*1}、牛島秀爾^{*2}、寺島和寿^{*2}

Keiichi TAKAGI, Masanori HATASHITA, Syuji USHIJIMA and Kazuhisa TERASHIMA

シイタケ等きのこ類はセシウムやカドミウム等の重金属を多く蓄積する傾向があり、福島第一原子力発電所事故により飛散した放射性セシウムをシイタケが蓄積することで、被災地における原木栽培は壊滅的な被害を被っている。また、カドミウムの蓄積については欧州での規制が強化され、当該地域への輸出障壁となることが危惧されている。そこで我々は、イオンビーム照射によるセシウム低蓄積、及びカドミウム低蓄積品種の育成を実施している。

平成3年度は、実用品種菌興240号、および菌興301号の、陽子線、および炭素線照射に対する感受性を、菌糸伸長を指標として調査し、それぞれのイオン種に関して各菌株の最適線量を決定した。また、これらの菌株や、すでに得られた菌興115号の変異株の特性をさらに向上させるため、これらに対して再びイオンビームを照射し、日本きのこセンターに供試した。

照射した菌糸体からは、これまでにカドミウムやセシウムの子実体への蓄積が少ない系統が分離、選抜されているが低減率や子実体の特性に関して更なる優良な特性の変異株を得るため、照射-選抜作業を継続する。

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、^{*2}(一財)日本きのこセンター・菌茸研究所
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと(一財)日本きのこセンターが生物系特定産業技術研究支援センター イノベーション創出強化研究推進事業の助成を受け共同研究として実施した。

2.2.1.9

花卉園芸植物へのイオンビーム照射による新品種の育成

Development of Commercial Varieties of Flowering Plants by Ion Beam Irradiation

畑下昌範^{*1}、高城啓一^{*1}、鈴木勝久^{*2,3}

Masanori HATASHITA, Keiichi TAKAGI and Katsuhisa SUZUKI

花卉園芸植物の品種改良においては、花色、花形、草姿などに関する種々の遺伝資源を利用することで品種開発が行われている。その遺伝資源を生み出した元となるものは、膨大な時間をかけて形成されてきた自然界で生じる突然変異であろう。その遺伝資源を積極的に創出していく手段として、人為的な突然変異誘発がある。その突然変異誘発法においては、必要な箇所だけに変化を起こさせ、それ以外には影響を極力与えないような効率の良い方法が求められている。その有力な方法の一つとしてイオンビームによる変異誘発法がある。

我々は、ビンカ (*Catharanthus roseus*) の組織に対してイオンビームを照射し、その後の枝変わり変異体を選抜することにより、花に絞りのある変異体を選抜してきた。具体的には、ピンクの花弁に絞りの入ったせと福 CAMR、赤色の花弁に絞りの入ったせと福 RMR、紫色の花弁に絞りの入ったせと福 VMR といった新品種を作出してきた。今回は、ボルドー色の花弁を有するビンカの幼苗に対し、プロトンビームを照射し、挿し木で増殖した個体の中から、枝変わりとして花に絞りの入った変異体を選抜した。選抜した枝を挿し木により増殖を繰り返しても、変異形質が変化しないことを確認した。本変異体は、花の絞りなどの特徴から既存品種と比べて有意に区別できることから、新品種に値するものであると判断し、せと福 BUMR と命名して品種登録の出願を行った。

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、^{*2}ハクサンインターナショナル株式会社、^{*3}プランツファーム SETO
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターとハクサンインターナショナル株式会社とプランツファーム SETO との共同研究として実施したものである。

2.2.2. 生物資源のDNA情報・特性等の解析評価研究

2.2.2.1

福井県産生物資源のDNAマーカーの開発

Development of DNA Markers for Biological Resources of Fukui Prefecture

田中良和*1

Yoshikazu TANAKA

Abstract

DNA markers have been developed for assessment of genetic purify of F1 hybrid of colorful midly tomatoes (Fukui No. 1826 and Fukui No. 1832) improved by Fukui Prefecture.

要約

福井県が開発したカラフルミディトマト(福井 1826 号および福井 1832 号)の F1 純度検定に有効な DNA マーカーを開発した。

緒言

2020 年に販売が開始された「越の宝石(じゅえりー)」は、福井県園芸研究センターが開発した 2 種類のカラフルミディトマト(福井 1826 号および福井 1832 号)と赤色トマトをセットにしたものである。この福井 1826 号と 1832 号は一代交雑品種であり、したがって採種時には母親系統の自殖種子が混入していないことを確認する必要がある。本研究では、AFLP (Amplified Fragment Length Polymorphism) 法を用いて親子間の多型解析を行い、得られた多型から STS (Sequence Tagged Site) 化マーカーを作成したのでこれを報告する。

成果の概要

材料は、福井 1826 号とその親系統である B14 と B11、そして福井 1832 号とその親系統である A25 と B43 であり、これらは福井県農業試験場園芸研究センターから供試された。DNA は QIAGEN 社の DNeasy Plant mini kit を用いて抽出精製し、AFLP は ABI 社の AFLP Plant Mapping kit の手順を参考にして行った。DNA 多型は 3% PrimeGel Agarose PCR-Sieve HRS (TaKaRa 社) を用いて電気泳動を行い検出した。その結果、福井 1826 号についてはプライマー *EcoRI* (acc) / *MseI* (cat) の組合せで約 180bp、福井 1832 号については *EcoRI* (cgg) / *MseI* (cat) で約 530bp の多型を両親間で見出すことができた。これらの DNA 断片について塩基配列を決定し、得られた情報から STS (Sequence Tagged Site) 化プライマーを作成した(図1)。

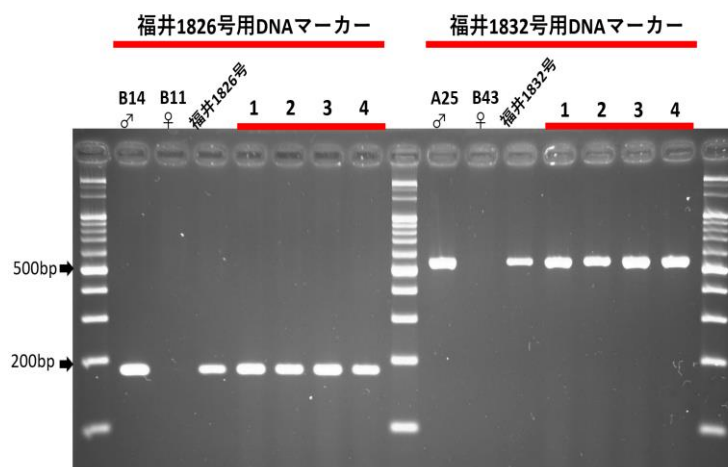


図1 カラフルミディトマト(福井 1826 号および福井 1832 号)の F1 純度検定用 DNA マーカーの電気泳動像
サイズマーカーは 100bpDNA ラダー、レーン1から 4 は市販のカラフルミディトマト(1, 2は福井 1826 号、3, 4 は福井 1832 号)

結言

カラフルミディトマトの F1 純度検定に使用可能な DNA マーカーを作成した。本 DNA マーカーを用いれば効率的に母親系統の自殖種子の混入を防ぐことが可能である。AFLP による多型は DNA バンドが多数出現するために判別が難しい場合が多いが、ターゲット DNA 断片の塩基配列情報から STS 化 DNA マーカーを作成して、より簡便で判別しやすい DNA マーカーが作成できた。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として実施したものである。

2.2.2.2

福井県産生物資源の代謝産物分析

Analysis of Metabolites for Agricultural Products of Fukui Prefecture

遠藤伸之^{*1}

Nobuyuki ENDO

Abstract

For agricultural products such as midi tomatoes and leafy vegetables, we investigated whether the constituent ingredients and metabolites are different between Fukui prefecture products and those of other areas. We also investigated whether they had some characteristics as Fukui prefecture products.

要約

ミディトマトや葉物野菜などの福井県産農産物について、他産地の類似品目と含有する成分・代謝産物が異なるかを比較調査し、福井県産の特徴を有するか調査を行った。

緒言

地場産の野菜や果物などの農産物を地域のブランド製品とするには、消費者の信頼を損なわない品質管理や、他産物との差別化が必要である。また、近年では産地偽装や特産品の海外への不正流出による経済的被害が問題となっており、これは県特産物のブランド化にあたっても想定しておくべき問題である。そのためには、これら地場農産物の品種や生産地を的確かつ迅速に判別する技術の開発が必要とされている。そこで、福井県の特産物や野菜に対して、品種や産地識別に利用できる代謝産物の網羅的解析を用いた県産物カタログを構築し、他県産物との差別化、福井県産物のブランド化に寄与することを目的とした研究を実施した。

成果の概要

越のルビーを主に、福井県産および県外産品の小型～中型トマト 30 種を試料とし、含有する成分の分析を実施して、県産品の特異性を植物の含有物から判別する手法の開発を試みた。ガスクロマトグラフ質量分析法 (GCMS)、液体クロマトグラフ質量分析法 (LCMS, HPLC) を用いて、脂肪酸代謝物およびテルペン類化合物などの臭気成分、グルタミン酸や γ -アミノ酪酸 (GABA) などの栄養成分、ショ糖や果糖、オリゴ糖といった糖類について含有量比較を行い、品種ごとの特徴探索を昨年度に継続して実施した。含有量の絶対値では、個体差や装置感度の変動の影響が大きく、特徴づけは困難ではあるものの、データを蓄積して統計的処理を行い、複数の成分について相対評価を行うことで品種の特徴が確認できた。

また、トマト以外の水菜、春菊、ほうれんそうなどの葉物野菜についても、トマトと同様に臭気成分、栄養成分、糖類の分析を実施し、比較評価に必要なデータを蓄積した。現時点では、トマト以上に同産地であっても個体差が大きいものの、品種による差異は認められる。葉物野菜についても、更なるデータを蓄積と統計的処理を引き続き実施することで特徴づけは可能であると考えられる。

結言

福井県産および類似品のミディトマトや葉物野菜を試料とし、県産品の特異性を植物の含有物から判別する手法の開発を試みた。成分判定に有望な測定条件や分析手法、試料の前処理法といった分析に関わる技術については確立できている。今後は R3 年度に引き続き、測定個体数を増やし精度を高くするとともに、識別を困難にする大きな要因となっている農場別の差異や収穫時期の違いなどを、多変数解析等も行い、多次元でのマッピングで解決が可能かどうかを試みる予定である。

また、本研究で分析を実施している成分には、トマトでは GABA やグルタミン酸、葉物野菜ではオリゴ糖やビタミン類など、よく知られている栄養成分や生体機能性を示す成分も多く含まれている。これらの成分分析手法とそれによって得られる結果は、有用成分の高含有などによる食品の高価値化の根拠を示すことができ、他県産物との差別化、福井県産物のブランド化に寄与することから、これらの成分を多く含む育成法や新品種の開発に活用できる。

^{*1}(公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室
本研究は、(公財) 若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として実施したものである。

2.2.2.3

食品の価値を高める指標としての抗酸化活性評価手法の開発

Development of Antioxidative Activity Evaluation Method as an Index to Added Value of Food

遠藤伸之*1

Nobuyuki ENDO

Abstract

In order to establish a simple and accurate method for evaluating the elimination activity of reactive oxygen species (ROS) and free radicals included in foods, we have performed the research using an electron spin resonance (ESR) spectroscopy. The reactivities of hydroxyl radical, superoxide anion radical, alkyl radical, alkoxy radical and singlet oxygen with components in several foods were evaluated by spin trapping-ESR method improved for food analysis.

要約

電子スピン共鳴(ESR)装置を用い、食品が有する活性酸素種やフリーラジカルに対する消去活性を、簡便で精度よく評価する手法の確立を目指した研究を実施している。液体、固体、粉末、脂状、水溶液などのさまざまな状態である食品に対して、ヒドロキシルラジカル $\cdot\text{OH}$ 、スーパーオキシドアニオンラジカル $\cdot\text{O}_2^-$ 、アルキルラジカル $\cdot\text{R}$ 、アルコキシルラジカル $\text{RO}\cdot$ 、ヒドロペルオキシドラジカル $\text{ROO}\cdot$ 、一重項酸素 $^1\text{O}_2$ との反応性について、食品を試料とするために改良したスピントラッピング-ESR法で評価し、抗酸化活性を正しく評価する新しい手法を開発した。

緒言

食品の機能性の中でも抗酸化活性は、生活習慣病や老化、発がんとの関連性が示唆される酸化ストレスを抑制する能力として特に注目されており、抗酸化活性の高い食品は付加価値が高まる例が多い。このため、抗酸化活性を有する成分を多く含む食品の検索が進められているが、簡便かつ確実に評価する方法は少ない。

そこで、我々は、さまざまな状態(液体、固体、粉末、脂状、水溶液など)である食品に対して、抗酸化活性を正しく評価する新しい手法を開発してきた。研究には主に福井県内・周辺地域で産出する農水産物や地元の特徴的な食材を用い、抗酸化活性の評価を試行した。本研究の成果によって、県産農水産物・食品の価値向上に寄与する基礎技術の確立を図る。

成果の概要

福井県の特産品であるミディトマト、葉物野菜などの他、梅干し、ラッキョウ、総菜など加工食品を試料として用い、6種の生体内で実際に生成・作用している活性酸素種に関して簡便にかつ再現性高く消去活性(抗酸化活性)を評価する際の試薬、測定条件や試料処理について最適化を行うことで、手法の確立に成功した。相対的な評価は基準とする試料の消去活性を1とし、相対値をレーダーチャートで図示することで簡単に比較できる。ミディトマト2種についての比較例を図1に示した。抗酸化活性が高いものほど六角形が大きくなり、更に、この手法で得られた抗酸化力値と実際の生体影響の相関については、アミノ酸、核酸、糖といった生体分子に対する酸化ストレス緩和効果と合わせて評価し、一致することが確認できた。

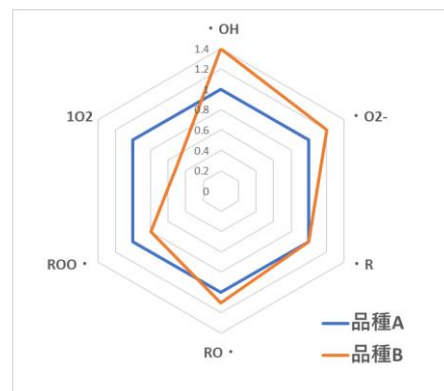


図1 ミディトマト2種的一方を1とした相対評価

結言

本研究での成果は、食品の機能性評価法として既存法より得られる情報が多く、科学的根拠が高い手法であるうえ、様々な食品に適応可能な手法である。今後は、確立できた手法について利用・応用可能な食品や農産物の生産者との取り組みを行い成果の活用を目指すとともに本手法の公知を図る。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として実施したものである。

2.2.2.4

ミディトマトに関する DNA マーカーの開発
Development of DNA Markers for Middy Tomato
田中良和*¹
Yoshikazu TANAKA

ミディトマトは福井県が発祥の地で強いブランド力がある。近年では県外への出荷量も増えており、そのため供給能力の強化が課題となっている。したがって、福井県が新たに開発中のミディトマトには栽培の安定化、省力化を可能にする形質が付与されることが望まれており、その効率的な育種を行うためには目的に合った DNA マーカーが必要である。本研究では、受粉しなくても果実が正常に成熟する単為結果性という性質を判別するための DNA マーカー開発を目的として、AFLP (Amplified Fragment Length Polymorphism) 法による DNA 多型の検出を行った。用いた試料は全て福井県農業試験場から供試されたミディトマトで、単為結果性を示す 3 種、そして非単為結果性の 3 種を使用した。AFLP は ABI 社の AFLP Plant Mapping Kit のプロトコルに準じて行い、DNA 多型は、TaKaRa 社の PrimeGel Agarose PCR-Sieve HRS を 3% の濃度で用いて検出した。その結果、AFLP Plant Mapping Kit に示されているプライマーの組合せ 64 種類のうち、6 種類において単為結果性、あるいは非単為結果性に特異的な DNA バンドを検出した。現在、これらの特異的 DNA バンドの塩基配列情報をもとに STS (Sequence Tagged Site) 化プライマーを作成しているところである。

*¹(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室

2.2.2.5

育種に供試するためのニンニク無菌苗栽培法検討
Aseptic Propagation of Garlic for Mutation Breeding
高城啓一*¹、田中良和*¹、小関大輔*²、伊藤夢子*²
Keiichi TAKAGI, Yoshikazu TANAKA, Daisuke OZEKI and Yumeko ITO

ニンニクはあまり種子をつくらない作物で種子の入手が難しく、通常は種球(鱗茎)で増殖するため、種子を介して突然変異育種を行うことが非常に難しい。また、水中飛程の短いイオンビームでは、種球を出発材料として用いることも困難である。そこで、ニンニク根端からの組織培養による不定芽形成し、その不定芽を無菌的に育成して得られた苗を圃場栽培に移し、通常の苗と同様に生長させることが可能かどうかを確かめた。

令和 2 年 12 月から根端を Haque らの方法¹⁾を改変した方法で不定芽を誘導し、無菌育成した苗を、令和 3 年 11 月に圃場に定植し、令和 4 年 5 月に収穫を行ったところ、根端誘導培養苗から通常販売されている苗と同等の鱗茎が得られることが確認できた。一本の根端から数個体分以上の不定芽が得られるため、この手法を用いれば突然変異体選抜に必要な数の変異体を比較的容易に得られるのではないかと考えられた。

今後は得られた鱗茎をさらに定植、育成し、種球として利用できる状態に生長するかどうかを確認するとともに、増殖方法の省力化を検討する。

参考文献

- 1) Haque, M.S. et al., Plant Cell, Tissue, Organ Culture, 50, 83 (1997)

*¹(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、*²株式会社アサヒ農園
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと株式会社アサヒ農園の共同研究として実施したものである。

2.2.3. 植物工場関連品種改良

2.2.3.1

トマト苗人工光育苗システムにおける生理障害の抑制

Suppression of Physiological Disorders in a Closed System for Growing Tomato Seedlings
with LEDs as the Main Light Source畑下昌範^{*1}、井村裕治^{*2}

Masanori HATASHITA and Yuji IMURA

Abstract

The closed system for the cultivation of tomato seedlings reduces the risk of disease and insect damage without using agricultural chemical. Recently, the closed system for growing tomato seedlings has been developed using white LED lights instead of fluorescent lights as a main light source. Various intensity patterns were tested in order to obtain the best cultivation conditions as compared with the cultivation under the fluorescent lights. However, tomato seedlings grown under white LED lights for a long time were affected by physiological disorders maybe due to high growth rate. In the present research, the suppressions of the physiological disorders were studied for the stable cultivation of high quality seedlings.

要約

閉鎖系における生産システムにおいては、農薬を散布することなく、虫害のリスクを軽減できるという利点がある。近年、蛍光灯に代わって白色 LED を主光源とするトマト苗育成栽培システムが開発されてきている。我々は白色 LED の光強度や照射時間のパターンを変えてトマトの育苗を行い、蛍光灯を用いた場合との比較から育苗に適した白色 LED の照射条件の検討を行ってきた。しかし、白色 LED の長時間照射によるトマト苗栽培においては、その高い生育速度に起因すると思われる生理障害の発生が認められた。本研究では、安定的に高品質なトマト苗を育苗することを目的として、この生理障害の抑制について検討を行った。

緒言

現状の人工光型育苗装置による育苗では、照明に蛍光灯を使用しているため、電気代も高く、定期的な交換作業や経時的な照度の低下など課題も多かった。このような課題を解決する方法として、LED の利用がある。LED は省電力とされ、その寿命も長く、最近ではレタス系葉菜類の人工光型植物工場において普及し始めている。この白色 LED を用いて、その光強度および照射パターンを変えてトマトの育苗を行い、蛍光灯を用いた場合との比較から育苗に適した白色 LED の照射条件の検討を行ってきた。その中で、今後普及が予想される新たな高品質台木品種を用いた接ぎ木苗の生産において、接ぎ木部に生理障害が頻発して発生することがわかってきた。その原因は不明であるが、近年、トマト苗を LED で育苗中に葉の表面や葉脈にこぶ状の塊が発生することが報告されている¹⁾。そして、その葉におけるこぶ状の塊の発生は、遠赤色光の補光により抑制されること²⁾、紫外線強度に依存していること³⁾、高湿度で頻発しやすいこと⁴⁾が報告されている。

白色 LED 照明下でのトマト接ぎ木苗の育苗においては、台木と穂木との組み合わせによって、接ぎ木部に生理障害が発生する。接ぎ木部のところが葉緑素を失ってやや褐変し、一見カルス化したような現象を見せる。それが進行すると、その周辺も含めて壊死が起こり、最終的には株が枯死してしまうものである。太陽光を利用するハウスにおいては、トマト接ぎ木苗を育苗してもこのような現象は起こらない。また、蛍光灯照明下の人工光栽培においても、このような現象は起こらない。白色 LED 照明下においてのみこのような生理障害が見られる。現在利用している白色 LED は図1に示す通り、400nm 以下の紫外光

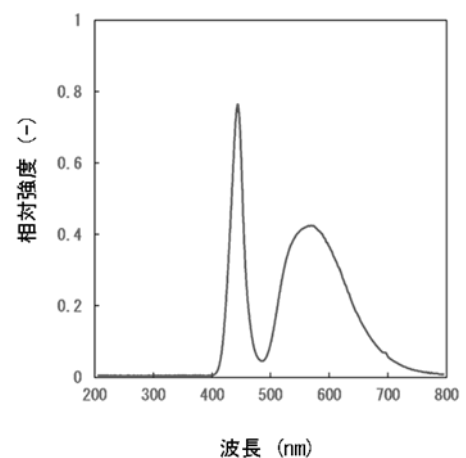


図1 白色LEDのスペクトル

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、^{*2}福井シード株式会社
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと福井シード株式会社が共同研究として実施したものである。

を含まない。その一方、白色蛍光灯は紫外光も含んでいるため、生理障害の抑制に必要な光は紫外光であると推察された。

本研究においては、白色 LED 照明下でトマト接ぎ木苗を育苗する際に頻発する接ぎ木部の生理障害の抑制を目的として、同照明下における紫外光の追加および葉のこぶ状の塊の発生に関係している湿度に着目して、育苗試験を行った。

結果の概要

白色蛍光灯を紫外光照射用の光源として利用することを考え、閉鎖系栽培システムの栽培ベッド上に複数本設置された白色 LED の間に白色蛍光灯を設置する形で栽培ラインを整備した。生理障害が発生しやすい台木と穂木との組み合わせで接ぎ木苗を作製し、その栽培ラインで栽培試験を行った。白色 LED の照明条件や施肥条件、温度条件などは慣行とした。対照となる通常の栽培条件では、すべての苗の接ぎ木部に生理障害の発生が見られた一方で、今回検討した条件では、接ぎ木部の生理障害はかなりの頻度で抑制された。しかし、苗の生育が遅れるため、栽培期間を延長する必要があることが明らかになった。

次に、湿度に関する検討を行った。暗期においては、光源が点灯していないことで、光源からの発熱を除去する必要がないために、空調の稼働が落ち、苗からの蒸散速度が除湿速度を上回って、湿度が 100%の状態が長時間続く。そこで、除湿機を導入し、湿度を 80%以下で維持することを試みた。しかし、準備した除湿機の除湿能力では苗の蒸散量を上回ることができず、湿度を低下させることはできなかった。そのため、栽培試験をすることはできなかった。

結言

LED を主光源として用いるトマト接ぎ木苗閉鎖型栽培システムにおいては、台木と穂木の組合せによっては接ぎ木部で生理障害が発生し、最終的には株が枯死してしまい、苗の生産が極めて困難であった。そこで、人工光栽培条件下でトマト苗の葉に発生するこぶ状の塊を抑制する栽培条件を参考にして、接ぎ木部に起こる生理障害の発生を抑制できる条件の検討を昨年度と今年度において行った。その結果、昨年度においては二酸化炭素濃度を大気と同じ濃度まで下げることで接ぎ木部に起こる生理障害の発生を抑制できること、および今年度においては庫内の栽培ベッドに白色蛍光灯を追加して設置することで、接ぎ木部に起こる生理障害の発生を抑制できることが明らかになった。しかし、生理障害の発生を抑制できる栽培条件では苗の生育が遅れるため栽培期間の延長が必要となり、生理障害の発生の抑制と栽培の短期間化とを両立する栽培条件は昨年度と今年度の試験からは見いだせなかった。

- 参考文献** 1) 浄閑正史、浄閑正史、特願 2015-132237 (2015)
2) T. Eguchi et al., HortScience 51(6) 712-719 (2016)
3) C. Kubota et al., Scientia Horticulture 226 366-371 (2017)
4) S. P. Lang et al., J. Am. Soc. Hortic. Sci. 108 266-271 (1983)

2.3. レーザー分野

2.3.1. レーザー技術を応用した除染技術、切断技術の開発

2.3.1.1

最新のレーザー技術を取り入れたレーザー切断機材の試作 Development of Laser Cutting Equipment Incorporating the Latest Laser Technology

山田知典^{*1}

Tomonori YAMADA

Abstract

In the decommissioning of nuclear power plants, it is necessary to cut pipes in narrow place. We have developed a laser cutting system which will be applied to the cutting of pipes just plumbed in the actual plants, and evaluated its performance.

要約

原子力プラントの廃止措置における解体撤去工事では、狭隘な場所で配管等の切断を行う必要がある。そこで、配管の1次切断を想定したレーザー切断機材を試作し、その動作確認を行った。

緒言

原子力プラントの廃止措置における解体撤去工事について、対象設備・配管は、設置レイアウトの関係上、狭く設置されていることが多い。この状況で配管の1次切断を想定した場合、切断機材には狭いところでも運用可能な小型・可搬式のものが必要とされる。本研究では、最新のレーザー技術の導入及び狭隘部での使用という観点から、レーザー切断機材の試作を行い、300A配管に取り付けて動作確認を行った。

成果の概要

最新のレーザー技術調査により、若狭湾エネルギー研究センター所有の1kWファイバーレーザーよりも安価で、さらにレーザー発振器のサイズがコンパクトな、4kWファイバーレーザーの導入が可能であることが確認できた。従来のレーザー切断ヘッドは、出力1kWに対応していたが、最新のレーザー技術を導入することで、初期費用の削減や切断性能の向上に繋がることから、試作したレーザー切断ヘッドは、最大出力4kWに対応させた。また、従来の直線的な構造を、L型にすることで、狭隘部での作業性を向上させた。図1は、高出力対応のL型レーザー切断ヘッドの外観である。ヘッド駆動機材に関しては、従来の知見を踏まえて配管への取り付け方法を改良するとともに軽量化を行った。図2は、レーザー切断機材の動作確認の様子であり、レーザー切断ヘッドとヘッド駆動機材を組み合わせて300A配管(材質SUS304、外径318.5mm)に取り付けて切断を行い、動作に問題が無いことを確認した。

結言

最新のレーザー技術の導入及び狭隘部での使用という観点から、高出力対応のL型レーザー切断ヘッドを試作した。また、ヘッド駆動機材については、従来の知見を踏まえて取り付け方法を改良するとともに、軽量化を図った。レーザー切断機材を300A配管に取り付けて切断を行い、動作に問題が無いことを確認した。今後は、実用化を推進するために、取扱性の観点から、さらに改良をするための検討を進める。

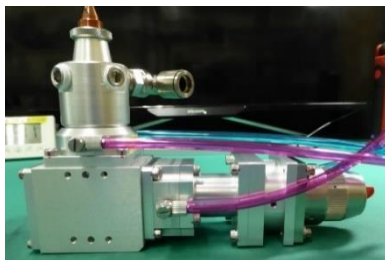


図1 高出力対応のL型レーザー切断ヘッドの外観



図2 300A配管の切断中の様子

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・レーザー技術開発室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが関西電力株式会社、日本原子力発電株式会社、北陸電力株式会社の3社からの受託研究として実施したものである。

2.3.1.2

廃止措置適応に向けたレーザー除染に関する技術動向の調査
Survey of Technological Trends Related to Laser Decontamination for Decommissioning Adaptation前田敏男^{*1}

Toshio MAEDA

Abstract

One of the applications of the laser peeling technique, which is often used for the decontamination at nuclear power plants, is the smoothing and exfoliation of the surface of concrete, rubber lining and so on. For the starter of the feasibility study, we researched the needs related to the laser peeling technique in the nuclear power and laser industries and universities. We research patents related to the laser peeling and confirmed the existence of the technical seeds related to surface treatment of concrete and peeling of rubber lining.

要約

原子力施設で除染に用いられるレーザー剥離技術の他分野への応用例の一つとして、コンクリートやゴムライニング剥離にレーザーを用いることの可能性を見極めるため、原子力関連会社やレーザーメーカー、大学に対し、ニーズを調査した。また、レーザー技術に関する特許調査を行い、コンクリートやゴムライニング剥離に関する技術シーズの存在を確認した。

緒言

原子力施設の廃止措置では、鋼材・コンクリート構造物等の放射性廃棄物が大量に発生するが、レーザー除染技術では、放射性物質を含む表面材料のみを剥離できるため、2次廃棄物の発生を低減し、効率的に汚染層を除去できる可能性がある。本研究では、原子力施設で除染に用いられるレーザー剥離技術をコンクリートやゴムライニング剥離に応用する可能性を検討するため、原子力関連会社やレーザーメーカー、大学等に対しニーズ調査を行い、併せて出願特許や論文を検索し、レーザー技術のシーズ調査を行った。

成果の概要

原子力関連会社やレーザーメーカー、大学に対してレーザー剥離技術のニーズ動向を調査した。原子力分野では、福島第一原子力発電所の廃止措置の現場でニーズが高まりつつあることを確認した。さらに、レーザー技術に関する国内外の特許調査から、レーザー技術の特許件数が、G21F9/00(放射性汚染物質の処理:汚染除去装置)、B23K26/00(レーザービームによる加工)、B08B7/00(清掃関連)で増加傾向にあることを確認した。この特許件数の傾向からも、原子力分野では、放射性汚染物質の除去装置としてニーズが高いことが確認できた。これらの調査に加え、実用化されているレーザー剥離技術に関する文献の調査を行った。福島第一原子力発電所の廃止措置においてフランジタンク内面の金属表面に付着している放射性物質の除去に関する論文が認められ、一般産業では、配管等の金属表面の錆取りにレーザー剥離技術を応用した例が確認されたが、コンクリートやゴムを対象に実用化されているレーザー剥離技術は確認できなかった。ただし、コンクリートやゴムを対象としたレーザー剥離技術としては、特許の対象であることや基礎研究が行われていたことが確認できており、これまでに若狭湾エネルギー研究センターで開発を進めてきたレーザー除染技術を利用できる可能性があることが確認できた。

結言

原子力施設へのレーザー除染技術の適応として、コンクリートやゴムライニング剥離における技術利用の可能性を確認した。調査結果から、コンクリートやゴムを対象とした特許や基礎研究があることが確認できたが、コンクリートやゴムの種類に対するレーザー加工性能や、現場で使用する際の安全対策を検討する必要があり、今後は、こうした観点から実用化に向けて研究を進める。

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・レーザー技術開発室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが関西電力株式会社、日本原子力発電株式会社、北陸電力株式会社の3社からの受託研究として実施したものである。

2.3.1.3

大型水槽内でのレーザー切断時における粉じん挙動データの取得及び濁水水質調査
 Dust Behavior during Laser Cutting and Water Quality during Muddy Water Cleaning in Huge Water Tank
 宮本勇太*1、植村勝*2、五十嵐昌宏*2、前田敏男*3
 Yuta MIYAMOTO, Masaru UEMURA, Masahiro IGARASHI and Toshio MAEDA

Abstract

The laser cutting of test pieces which simulated the structural materials of the Advanced Thermal Reactor “FUGEN” was performed at a water depth of 10 m. During the cutting process, we obtained data on the behavior of particulate matter such as dust and dross generated by underwater laser cutting, and changes in water quality related to the cleaning of water in test tank that became muddy after cutting.

要約

新型転換炉原型炉「ふげん」の実機解体を想定し、炉内構造材を模した試験体(コールド材料)を用い、水深約 10 m の試験水槽を利用した水中レーザー切断を実施した。本研究では、水中レーザー切断により発生する粉じん等の粒子状物質やドロスの挙動、及び切断によって濁水となった試験水槽水浄化に係る水質変化等に関するデータを取得した。

緒言

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構(以下「原子力機構」という。)の新型転換炉原型炉「ふげん」では、廃止措置が進行中である。原子炉本体の解体は、工期短縮、二次廃棄物量低減等の観点で優位と考えられる水中でのレーザー切断工法を適用するため、解体用プールを設置し、水中で遠隔操作により行う計画である。「ふげん」の原子炉本体の構造材は、約 25 年間の運転による中性子照射により放射化しており、切断時には放射性物質を含む粉じん等の粒子状物質やドロスが発生することから、事前にそれらに関わるデータを取得することが重要である。

成果の概要

試験は、水中切断に必要な大型試験水槽(水深約 10 m)を有する原子力機構「ふくいスマートデコミッションング技術実証拠点」の廃止措置モックアップ試験フィールド水中技術実証試験エリアで実施した。

水中レーザー切断の状況を図1に示す。レーザー切断により、水中及び気中へ移行する粒子状物質やドロスが発生する。それらの発生量、粒形分布等について、フィルタによる粉じん採取及び計測装置等を用いて、切断速度、水深等の条件の違いによるデータを取得した。

また、切断によって水槽水は濁水化し、視認性低下等による切断状況のモニタに支障が生じる。このため、循環型の粉じんろ過装置を設計・製作し、ろ過による濁水浄化の際の視認性の変化、それに伴う試験水水質等のデータを取得した。

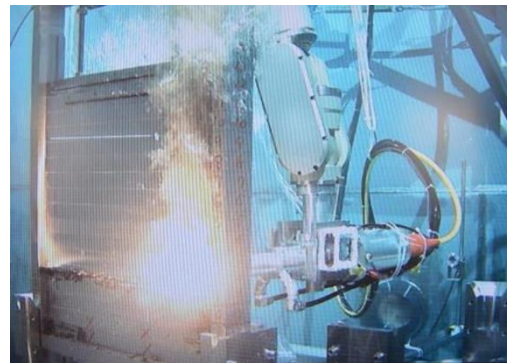


図1 水中レーザー切断状況

結言

本試験において、水中レーザー切断により発生する粉じん等の粒子状物質やドロスの挙動や濁水水質に関する多くのデータを取得した。

*1(国研)日本原子力研究開発機構・教員廃止措置実証部門・新型転換炉原型炉ふげん・廃止措置部・技術実証課、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・企画支援広報部、*3(公財)若狭湾エネルギー研究センター・レーザー技術開発室
 本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが(国研)日本原子力研究開発機構からの役務契約として実施したものである。本研究は、(国研)日本原子力研究開発機構施設供用制度を利用した。

2.3.1.4

ステンレス鋼レーザー加工時に発生する微粒子の発生抑制および漏洩防止を目指した
基礎データ収集作業Basic Data Collection Which Can be Used as a Guide for Suppressing Microparticle
Generation during the Laser Processing of Stainless Steel西尾繁^{*1}

Shigeru NISHIO

Abstract

In order to get a guide for suppressing microparticle generation during the laser processing of stainless steel, precise measurements of the change in the test piece weight and size distribution of the microparticles generated during laser irradiation were performed. In addition, the shape of the microparticles and the contained elements in them were observed using a scanning electron microscope and an energy dispersive X-ray spectroscope.

要約

レーザー加工時の飛散物発生をコントロールする技術の開発に資することを念頭に、レーザー照射中における試験体の重量変化精密測定、発生する微粒子の粒径分布変化測定を実施した。加えて、走査電子顕微鏡やエネルギー分散型 X 線分光器を用いて、煙道で捕集した微粒子の形状観察および元素マッピングも実施した。

緒言

レーザーをステンレス鋼に照射すると、発生する大量の熱によってステンレス鋼は融解し、一部は微粒子となって飛散する。金属を含む微粒子は人体に有害であることが多く、ステンレス鋼のレーザー加工では、微粒子の発生を可能な限り抑え、さらに微粒子が発生した場合でもフィルターによる捕集が容易となるよう、発生した微粒子が粗大化するよう加工条件を調節することが好ましい。

しかし、ステンレス鋼のレーザー加工には物理変化、化学変化、物質移動等が関係しており、その実態は極めて複雑である。そのため、どのような方策を取れば加工品質に影響を与えることなく微粒子の発生を抑制できるか、あるいは発生する微粒子を粗大化できるか、今のところ全く分かっていない。大まかな方向づけをするためにも、まずはレーザー照射に関連するあらゆるタイプの基礎データが求められている。

本事業では、ステンレス鋼レーザー加工時の飛散物発生抑制および漏洩防止に資することを念頭に、レーザー照射中における試験体の重量変化精密測定、発生する微粒子の粒径分布変化測定を実施した。加えて、走査電子顕微鏡やエネルギー分散型 X 線分光器を用いて煙道で捕集した微粒子の形状観察および元素マッピングも実施した。

成果の概要

照射試験のために焦点距離 300mm のレーザーヘッドを準備した。レーザーパワー0.5、1.0kW、焦点距離±0、-5、-10mm を組み合わせて得られる6条件について、それぞれ 5 個の試験体を準備し、10 秒間のレーザー照射中の試験体重量変化精密測定、発生する微粒子の粒径分布変化測定を実施した。加えて、走査電子顕微鏡やエネルギー分散型 X 線分光器を用いて煙道で捕集した微粒子の形状観察および元素分析も実施した。その結果、レーザーパワーを大きくすると測定範囲内(0.2~10 μm)では発生する微粒子数が少なくなり、その平均粒径も小さくなることが分かった。

結言

発生する微粒子数やその平均粒径はレーザーパワーに依存した。今後さらに基礎データを蓄積し解析を進めることによって、レーザー加工時の飛散物発生を効率的に抑制する技術の実現が期待される。

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・レーザー技術開発室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが(国研)日本原子力研究開発機構からの役務契約として実施したものである。

2.3.2. レーザー技術の産業利用

2.3.2.1

金属材料へのレーザー照射による脱鋭敏化の検討作業

Examination work for desensitization of metal materials by laser irradiation

山岸隆一郎^{*1}、前田敏男^{*1}

Ryuichiro YAMAGISHI and Toshio MAEDA

Abstract

We performed laser irradiation on the surface of sensitization-processed SUS304 samples, and evaluated the irradiation effect by microscopic observation and elemental analysis of cross sections.

要約

鋭敏化処理を行った SUS304 試験片表面にレーザー照射を行い、照射効果を断面の顕微鏡観察や元素分析により評価した。

緒言

ステンレス鋼は 600℃～800℃程度の加熱により、不純物由来の炭素が固溶限界を超え、クロム炭化物が結晶粒界に析出する現象、いわゆる鋭敏化が生じる。この鋭敏化は粒界腐食を生じ易くする原因として知られているが、溶接等でも容易に生じやすいため、対策が必要となる。

鋭敏化の改善方法としては、合金固有の温度に加熱保持した後に急冷させる固溶化熱処理が一般的である。ステンレス鋼の固溶化熱処理温度は 1000℃～1100℃程度である。そこで、加熱後に一定時間この温度に材料を保持した後に急冷させ、鋭敏化が起きやすい温度領域をできる限り早く通過させる必要がある。ただし、この固溶化熱処理を原子力関連施設等で用いられるような大きな構造体に対して行うのは、現実的に困難である。

そこで、レーザーによる局所的加熱に着目した。レーザーは、熱処理炉等を用いた雰囲気加熱とは異なり、加熱範囲を対象のごく一部のみにも留めることができる。また、レーザー走査により、点加熱から特定面の範囲の加熱までへと拡張が可能となる点も、鋭敏化を改善するための加熱方法として適していると考えた。

本研究では、レーザー照射による脱鋭敏化処理の可能性を検討するための基礎データ取得を目的とし、鋭敏化処理を行ったステンレス鋼表面に対するレーザー照射を行い、断面観察により照射効果を評価した。

成果の概要

SUS304 鋼を 650℃に温度設定した電気炉内に約 500 時間静置することで作製した鋭敏化処理試料片に対し、発振出力と走査速度をパラメータとして、レーザー照射ヘッドを把持したロボットアームの駆動による直線状単走査の照射を行い、レーザー照射試料片とした。その後、照射方向と直交する方向に切断し、樹脂包埋した後に断面鏡面研磨を行い、電子プローブマイクロアナライザ (EPMA) で元素分析を行った。また、研磨面を電解エッチングし、CCD 方式の光学顕微鏡で、粒界偏析成分溶出の痕跡を観察した。

光学顕微鏡による観察結果からは、今回行った比較的短時間のレーザー走査だけでも粒界偏析が低減し、鋭敏化の速やかな解消が起きたことが示唆される観察結果が得られている。また、元素分析からも、レーザー照射により、クロム原子が速やかに移動したことを示唆させる結果が得られている。

結言

レーザー照射による脱鋭敏化処理の可能性を検討するため、鋭敏化処理を行った SUS304 試験片に対するレーザー照射を行い、結晶粒界のクロム炭化物の偏析状況を観察することで、照射効果を評価した。

特定の照射条件の試料片からは、比較的短時間の照射でもクロム原子が結晶粒中へと再拡散し、速やかな脱鋭敏化が起きたことが示唆される結果が得られており、レーザー照射による脱鋭敏化技術の発展を期待させるものとなった。

^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・レーザー技術開発室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが(国研)日本原子力研究開発機構からの勤務契約として実施したものである。

2.3.2.2

レーザー溶接中に発生する微粒子の可視化手法の検討
Examination of Visualization Method for Scattering Particles during Laser Welding

山田知典^{*1}、佐藤雄二^{*2}

Tomonori YAMADA and Yuji SATO

Abstract

For the quantitative evaluation of a phenomenon during laser welding, we examined a method for visualization of laser welding process using a high-speed camera.

要約

レーザー溶接中に発生する微粒子を定量的に評価するために、高速度カメラを利用したシャドウグラフ撮影と2色温度測定を組み合わせた可視化手法を検討した。

緒言

レーザー技術は、遠隔操作機器とのマッチング性、コンパクト性において優れるという特徴を有することから、分析、診断、加工をはじめ様々な分野に利用されている。原子力発電所においても、レーザー技術の特徴を活用し、作業者の被ばくや二次廃棄物の低減、作業効率の向上、汚染拡大防止の観点から、現場への適用を目指した研究開発が行われている。レーザー加工技術を原子力発電所の現場に適用する場合、対象物が放射性物質を含む場合があるので、レーザー照射を行った際に発生する放射性物質を含有する微粒子の把握及びその制御が課題とされている。

本研究では、様々なレーザー加工技術の中でレーザー溶接技術に着目し、レーザー照射により発生し、溶接品質に影響を与えるスパッタ(微粒子)の可視化手法について検討を進めている。昨年度の成果からスパッタの可視化にはシャドウグラフ撮影が有効であることが確認できたが、より定量的に評価するには、溶接中の現象に大きな影響を与える温度と関連付けて評価することが重要となる。そこで、今年度は、シャドウグラフ撮影と2色温度測定を組み合わせた可視化手法を検討した。

成果の概要

図1にシャドウグラフ撮影の実験配置を示す。X軸ステージに試験体であるステンレス鋼 SUS304 を固定して移動させ、上部からレーザーを照射することで、ビードオンプレート溶接を行った。この時、レーザー照射部を挟み込むように、高速度カメラ及びレーザー照明を設置し、その様子をシャドウグラフ撮影した。レーザー溶接には、ファイバーレーザーを用いており、波長は、1070 nm である。レーザー溶接条件は、レーザー出力 400 W、溶接速度 10 mm/s であり、高速度カメラの撮影条件は、フレームレート 6000 fps、シャッター速度 1/950000 s である。また、レーザー照明の波長は、640 ± 10 nm であり、高速度カメラの先端に取り付けたバンドパスフィルターの波長は、レーザー照明の波長に合わせて 640 ± 10 nm を選定した。

図2に2色式画像温度測定の実験配置を示す。温度測定には、カラーの高速度カメラを使用しており、赤と緑の2波長の画像から表面温度を算出した。この撮影では、照明は使用せず、高速度カメラのレンズの先端に1064 nm に対応したノッチフィルター、1000 nm に対応したショートパスフィルター、UV-IR カットフィルターを取付けて、レーザー照射部を直接観察した。レーザー溶接条件は、シャドウグラフ撮影と同様であり、高速度カメラの撮影条件は、フレームレート 6000 fps、シャッター速度 1/40000 s である。

図3にシャドウグラフ撮影の結果を示す。レーザー照明の波長が昨年度と異なるが、昨年度と同様にレーザー溶接中の挙動を撮影することに成功した。ここでは、レーザーヘッドの真下に、直径約 1 mm の熔融池が形成し、溶接方向に向けてレーザー溶接が進行する様子が観察できた。さらに、熔融池から切り離された熔融金属がスパッタとなって溶接方向後方に飛散する様子の観察に成功した。図4に2色式画像温度測定の結果を示す。温度測定範囲は、1601℃～2028℃であり、レーザー照射により急激に加熱された熔融池内の温度や、熔融池から飛散するスパッタの温度の測定に成功した。

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・レーザー技術開発室、^{*2} 大阪大学接合科学研究所・接合プロセス研究部門・レーザープロセス学分野

本研究は、大阪大学接合科学研究所の共同研究員の一般公募研究課題として(公財)若狭湾エネルギー研究センターが大阪大学接合科学研究所と共同で実施したものである。

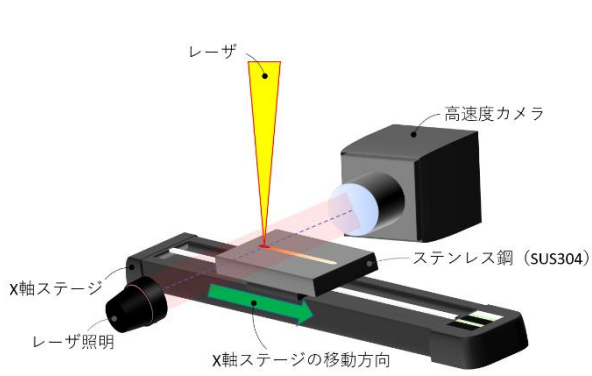


図1 シャドウグラフ撮影の実験配置

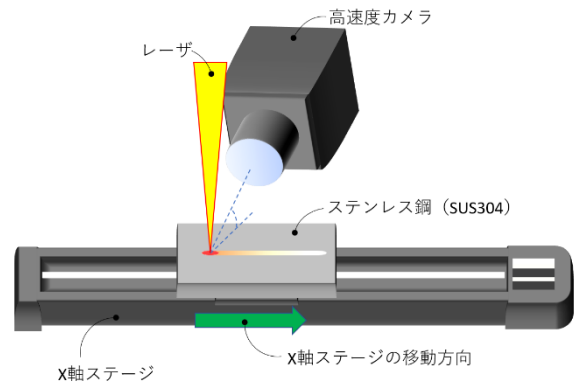


図2 2色式画像温度測定の実験配置

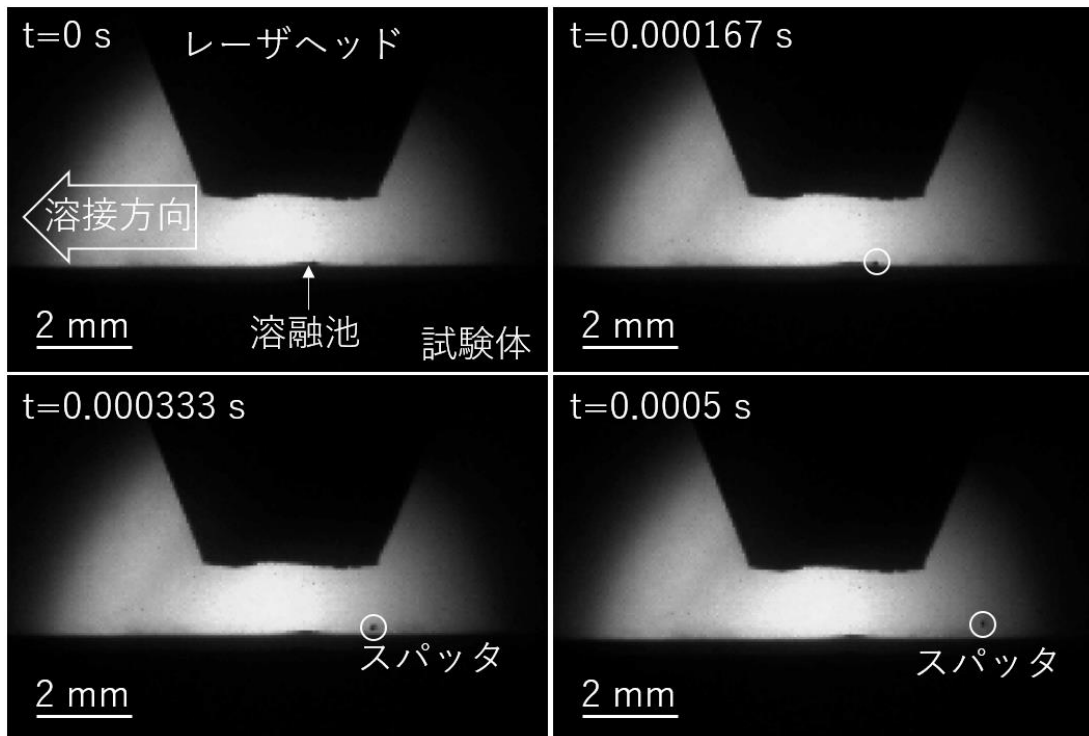


図3 シャドウグラフ撮影によるレーザー溶接中の様子



図4 2色式画像温度測定によるレーザー溶接中の様子

結言

高速度カメラを利用したシャドウグラフ撮影及び2色式画像温度測定により、スパッタの発生挙動だけでなく、スパッタ及び熔融池の温度測定に成功した。温度は、レーザー溶接中の現象に大きな影響を与えることから、この可視化手法を利用することで、より定量的に評価できる可能性が示唆された。

2.4. 宇宙分野

2.4.1. 宇宙で利用される機器・材料の評価技術開発

2.4.1.1

イオンビームによる宇宙産業育成

Advancement Of Space Industry by Ion Beam Application

久米恭*1*2、水嶋慧*2、山東新子*2、羽鳥聡*3、沢崎浩史*4、荒井肇*4、石川ゆい*4、中村博一*4、青柳賢英*5
Kyo KUME, Satoshi MIZUSHIMA, Shinko SANDO, Satoshi HATORI, Hiroshi SAWAZAKI, Hajime ARAI,
Yui ISHIKAWA, Hirokazu NAKAMURA and Yoshihide AOYANAGI

Abstract

To simulate a single event effect caused by cosmic rays, a proton beam irradiation was carried out for onboard semiconductor parts for as a next microsatellite engineering model. The experimental result revealed that all the irradiated parts can be applicable for the coming mission. The simulation of cosmic ray effects using ion accelerators is expected to contribute to new advancements of space industry in Japan including Fukui area.

要約

新規の超小型衛星に利用を計画している半導体部品に対し、宇宙線を模擬した陽子ビームの照射技術を開発し、シングルイベント試験を実施し、いずれの部品も超小型衛星への利用が可能であることを明らかにした。これらの取り組みにより福井県地方における宇宙産業育成への貢献を目指す。

緒言

宇宙産業に民間参入が続く中、福井県地方においても宇宙産業育成の機運が醸成されている。本研究テーマでは、当法人に設置されているイオン加速器の活用により、福井県地方の宇宙産業育成に貢献していく。今回は宇宙線を模擬した陽子ビーム照射技術の開発として、模擬計算手法やビームの制御手法等の高度化をおこない、新規の超小型衛星に搭載を計画している半導体部品に対するシングルイベント試験を実施した。

方法

当法人では、県内企業・大学と当法人の間で構築した共同研究体制¹⁾を継続し、この共同研究体制に基づき宇宙放射線耐性評価手法の高度化を実施している。

令和3年度は、当法人のイオン加速器システムで宇宙放射線耐性評価にかかわる装置のうち、シンクロトロン²⁾のビームライン（照射室4高エネルギー生物照射コース）（HE）において、高エネルギー陽子ビームによるシングルイベント試験の高度化にかかる研究をおこなった。

令和3年度は、シミュレーション高度化に取り組み、ビーム挙動を机上で検討可能とし、シングルイベント試験に適用した。シミュレーションコードとして採用したのはモンテカルロ計算パッケージ PHITS²⁾である。HE 全体をシミュレーション体系に取り込み、シングルイベント試験で通常利用している 100 MeV 陽子輸送時の HE における大気中の挙動をシミュレートした。シミュレーションの対象はビームを大気に取り出してから下流全般（ビームライン、文献 3）の図 1）とした。ポリエチレン減速体（PE）の可変厚みも含んでおり、PE の厚みをシミュレーションの中で変えていくことで実際のビーム試験時の試料入射時のビームエネルギーの変更を実験時にならって模擬することとなる。シングルイベント試験については、体系としては令和2年度の同種の試験内容³⁾を準用した。ただし試料には現在開発中の新規超小型人工衛星に搭載する部品を採用した。

結果

実施したシミュレーション計算で得た結果のうち、試料表面における陽子の水平方向分布の出力例を図 1 に示す。図 1 の例では PE 厚みを 52 mm としている。計算結果の出力は、このほかに、ビームの軌跡、試料表面における陽子エネルギーの分布も得ている。図 2 には、100 MeV 陽子を HE に輸送した際に、PE 厚みを 52 mm として、試料位置でイメージングプレートにより実測で取得した水平方向ビーム分布を示す。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・照射支援室、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室、*3(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室、*4セーレン(株)・研究開発センター・人工衛星グループ、*5福井大学・学術研究基盤部門・産学官連携本部

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、セーレン(株)、福井大学と共同で実施したものである。

ビーム強度の確認については前報³⁾と同様の手法を利用しつつ、シンクロtron高周波出射器にHEビームライン中のモニター電離箱(IC)出力をフィードバックすることで、 $1 \times 10^6 \sim 3 \times 10^7$ 陽子 $\text{cm}^{-2}\text{sec}^{-1}$ の間でビーム強度を調節し意図して出射する手法を確立して使用した。

以上のシミュレーション結果を踏まえ、エネルギー(20~95 MeV)とビーム強度を確定した陽子ビームを用いてシングルイベント試験を実施し、各供試体でのラッチアップ回数やビットアップセット、オフセット回数のエラー頻度を計測した。

考察

シミュレーション計算では、ビームの軌跡や試料表面における陽子エネルギー分布等を出力可能であるが、これらは実測が困難であり、シミュレーションの妥当性評価には課題が残るものの、図1の例(ポリエチレン減速体の厚み 52 mm)では、試料表面への入射時のエネルギーが 40 MeV であることが確認できている。試料表面における陽子線の空間分布について、シミュレーション計算の結果(図1)と実測(図2)を得ることで比較可能とし、宇宙用途で需要が多い 20~95 MeV の範囲の照射エネルギーを実現するには加速器で得られたエネルギーを 100 MeV に固定し、PE 厚さによりエネルギー調整を図ることが妥当であることが確認できた。今後、さらにシミュレーション計算について評価を進めていくとともに、エネルギー等の測定を実現する手法についても検討していく。

ビーム強度については、 $1 \times 10^6 \sim 3 \times 10^7$ 陽子 $\text{cm}^{-2}\text{sec}^{-1}$ の領域ではシンクロtronとHEのフィードバック制御によって制御可能であることも確認できた。この制御可能な領域を拡大する手法についても検討の余地がある。

シングルイベント試験で得た結果を解析したところ、各供試体について、衛星搭載部品として常時通電状態で問題がない、あるいは遠隔でのリセット操作などの対策を講じることで使用可能、と判断できた。

これらの研究により、シングルイベント試験に対する宇宙放射線模擬手法の高度化が進み、超小型人工衛星の新規開発に資する技術が概成されていることを確認した。

結語

宇宙線を模擬した陽子ビームの照射技術を開発し、事前の模擬計算手法、ビームの制御手法等を高度化することで、新規の超小型衛星に搭載を計画している半導体部品に対するシングルイベント試験を実施することができた。これらの取り組みは、今後の福井県をはじめとする宇宙産業育成に貢献することが期待される。

参考文献

- 1) 若狭湾エネルギー研究センター、プレスリリース、<http://www.werc.or.jp/newsdetail/img/R021026press.pdf> (2020)
- 2) T. Sato *et al.* Features of Particle and Heavy Ion Transport code System (PHITS) version 3.02, J. Nucl. Sci. Technol. 55(5-6), 684-690 (2018)
- 3) 久米 恭、他、若狭湾エネルギー研究センター研究年報 令和2年度、23, 46 (2022)

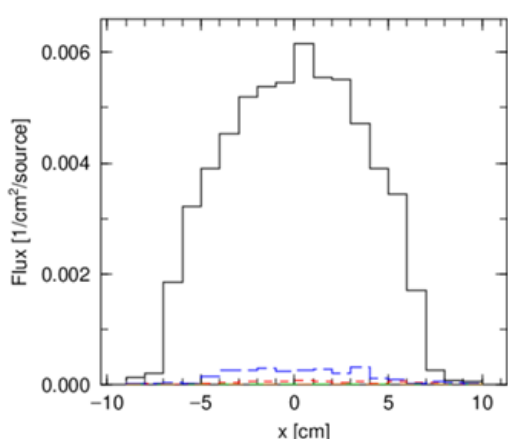


図1 シミュレーションにより得た試料表面に入射する放射線の水平方向空間分布の例。黒線は陽子線、青破線は γ 線、赤破線は電子線、緑破線は中性子を示す。陽子加速エネルギー100 MeV、ポリエチレン減速体厚を 52 mm とした。

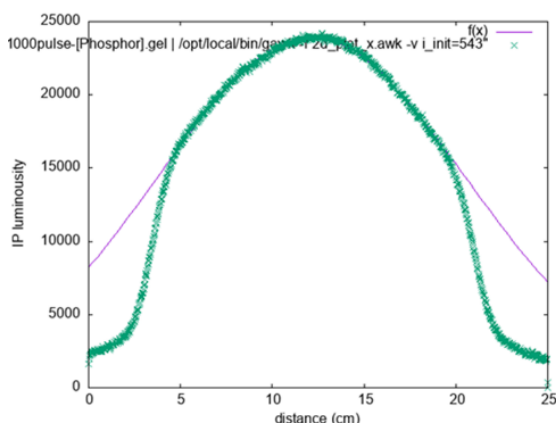


図2 実験で取得した試料表面位置における X 方向陽子ビームプロファイル(緑線)とガウス分布フィッティング(紫線)。陽子加速エネルギー100 MeV、ポリエチレン減速体厚 52 mm とした。

2.4.1.2

陽子線および重粒子線を用いた衛星搭載デバイスの放射線耐性検証と軌道上実証
 Evaluation of Radiation Hardness of Electric Devices for Space with Proton Beam and In-orbit
 Demonstration

谷津陽一^{*1}、渡邊奎^{*2}、小林寛之^{*2}、天木祐希^{*2}、羽鳥聡^{*3}、久米恭^{*4}、水嶋慧^{*4}

Yoichi YATSU, Hiroyuki KOBAYASHI, Yuki AMAKI, Satoshi Hatori, Kyo KUME and Satoshi MIZUSHIMA

Abstract

Study on radiation tolerance of semiconductor devices by irradiating proton beam is reported. To utilize low-cost and high-performance consumer products in space, semiconductor devices were selected and modified based on the proton beam irradiation tests. We have developed satellite components such as an attitude sensor, a communicator and so on by using the devices which cleared radiation tolerance tests from FY2020 to FY2021. By the combination of the components, a micro-satellite HIBARI was realized. HIBARI was successfully launched on November 9th 2021 and has functioned correctly, concluding that usability of our method of radiation tolerance evaluation was demonstrated.

要約

本研究では、安価で高性能な民生品を地球低軌道用の宇宙機器として搭載するために、ガンマ線や陽子ビームを用いて放射線耐性を評価し、デバイスの選定・改良等を行った。2020～2021年度に評価したデバイスは、姿勢センサや通信機等の装置に組み込まれ、我々はそれらを組み合わせて超小型衛星 HIBARI を開発した。本衛星は、2021年11月に JAXA の革新的衛星技術実証2号プログラムで打ち上げられ、軌道上での動作を確認した。フライトデータとの比較により、地上で行ってきた放射線耐性評価の手法と評価基準の有用性が実証された。

緒言

衛星の姿勢制御に用いる恒星姿勢計 (Star Tracker: STT) は、星の方向から宇宙機の姿勢を推定する装置であり、大航海時代から使われていた四分儀のデジタル版と言える。概念としては古いものの、STT は現在も衛星の絶対姿勢を決定する装置としては最も高精度なものである。しかしながら、宇宙空間では電子、陽子、中性子等の放射線により半導体デバイスが損傷を受け、性能劣化により想定した性能が達成できなくなってしまうことが知られている。これまでに、我々は STT のデータ処理部、すなわち RAM、CPU、FPGA、通信トランシーバ、電源デバイス等の放射線耐性を入念に評価してきたが、2021年度は撮像センサの性能劣化を評価し、軌道上でどのような影響を受けるのかを検証することとした。この本報告書では、特に衛星に搭載した民生品の CMOS センサの陽子線照射実験の結果の他、実際に地球低軌道で得られたフライトデータについても紹介する。

実験方法

照射する核種は地球低軌道上で主要成分である陽子とした。過去の X 線天文衛星の報告などから、半導体センサは LET の大きな 10MeV 以下の陽子線によって致命的な影響を受けることが知られており、このため、地上試験では中エネルギービームの照射で評価を行う場合が多い。しかしながら、民生品の可視光センサでは、センサ表面にマイクロレンズアレイが密着し、その上には保護ガラスが覆っているため、中エネルギービームによる損傷効果を調べることは困難であった。そこで本研究では、十分透過力の高い 90 MeV の陽子ビームを保護ガラスの上から照射することとした。照射レートは 2016 年の実験結果を参考とし¹⁾、シングルイベント効果 (SEE) の発生率を一定レベルに抑え、不具合発生時の動作を正確に追跡できるよう 1.1×10^5 proton/s/cm² (低強度) と 6.4×10^5 proton/s/cm² (高強度) の 2 種類の強度を設定した。最初は低強度で軌道上 10 日分に相当する線量を、その後、高強度で軌道上 200 日分に相当する線量のプロトン照射した。照射中に何度かビームを止めて、テスト撮像を行い、デバイスの動作確認の上で、バッドピクセルの個数を計測し、センサ特性の経時変化を追跡

^{*1}東京工業大学・理学院・物理学系、^{*2}東京工業大学・工学院・機械工学系、^{*3}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室、^{*4}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
 本研究は、東京工業大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。
 本研究の一部は、科研費 1704829、文部科学省宇宙航空科学技術推進委託費 宇宙連携拠点形成プログラム 新宇宙産業を創出するスマート宇宙機器・システムの研究開発拠点、経済産業省令和2年度補正宇宙開発利用推進研究開発で行ったものである。

した。照射線量は高度 500km の太陽同期軌道、太陽活動は極大期を想定し SPENVIS²⁾を用いて算出した。

実験結果

図 1 に陽子線ビームによって形成された輝度の高い「ホットピクセル」の個数を軌道上での経過日数の関数としてプロットした。この試験ではセンサの受光面を完全に遮光しているため、100 ADU をしきい値として、これ以上の輝点を全てホットピクセルと定義し計数した。ホットピクセル増加率は 7.3 ± 0.5 pixel/day であり、これは JAXA 革新的技術実証 1 号に搭載した衛星搭載実験装置「DLAS」の軌道上におけるホットピクセル増加率とおよそ同程度となった³⁾。センサの総画素数はおよそ 500 万ピクセルであり、0.02% が放射線によりホットピクセル化した。なお、本試験では光に反応しないデッドピクセルは形成されなかった。陽子線ビームにより形成されたホットピクセルはシリコンの格子欠陥に起因すると考えられるため、アニーリングにより徐々に輝度が下がると予想される。実際、DLAS では、およそ 2 ヶ月でホットピクセルの増加が緩やかになった。したがって、地上で 200 日分に相当するプロトン照射の結果を最悪ケースと想定してフライトソフトウェアをチューニングした。

このセンサを用いた STT は革新的衛星技術実証 2 号機の HIBARI 衛星に搭載され、2021 年 11 月 9 日打ち上げられた。打ち上げ後、HIBARI は太陽補足を行い、すぐに STT に電源を投入し、姿勢が計測できることを確認した⁴⁾。その後、本報告書を執筆するまでの半年間にわたって正常に計測が続いている。その一方で、CMOS センサは想定した通り劣化している。図 2 は軌道上で取得した、ホットピクセル個数の経時変化を表したものである。DLAS の結果から予想した通り、ホットピクセルの増加は打ち上げから 3 ヶ月が経過した 2022 年 2 月には飽和したように見える。なお、軌道上でのホットピクセルの計数は撮影しながらオンボードコンピュータによって行っているため、地球の照り返しや衛星の温度に左右されている。

センサ後段のデジタル処理部については、打ち上げから半年間の間目立った不具合は見られていない。これらの結果により、本研究の知見を元に開発した STT 等を含む衛星搭載装置は Technology Readiness Level (TRL) 8 以上に到達したと言える。

結言

本研究では、衛星搭載姿勢計測センサのための CMOS イメージセンサの放射線耐性評価・劣化特性の評価を行った。高エネルギー陽子により軌道上で 1 日 7 ピクセルずつバッドピクセルが生成されることが判明した。一方で、軌道上ではアニーリングにより打ち上げから 100 日が経過すると、バッドピクセルの個数が飽和してくる。これらの特性は、過去の DLAS プロジェクトや昨年度打ち上げた超小型衛星 HIBARI の軌道上データにて実証された。特に、恒星姿勢センサはノイズに敏感であり、入念な放射線損傷の評価が信頼性を決定づける。WREC との共同研究により、同一クラスにて世界トップレベルの超高精度・高信頼の衛星搭載装置を完成させフライト実証することができた。

参考文献

- 1) 谷津陽一 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報 平成 28 年度、19、95 (2016)
- 2) Heynderickx et al. AIAA, 2000-0271 (2012)
- 3) 中村倫敦 他、第 65 回宇宙科学技術連合講演会、4D16 (2021)
- 4) 岩崎陽平 他、第 63 回宇宙科学技術連合講演会、2K12 (2019)

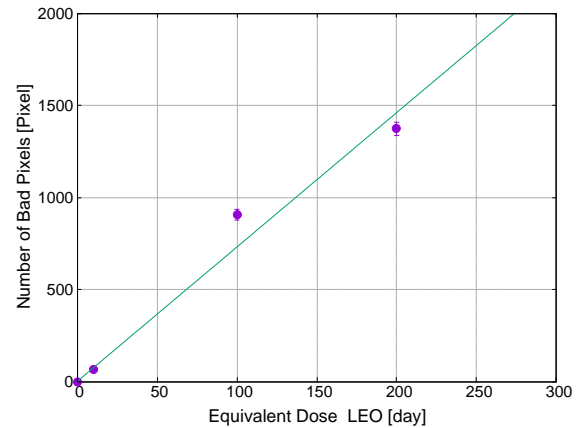


図 1 100MeV 陽子線照射によるバッドピクセルの個数変化。(2/3 インチ 500 万画素)

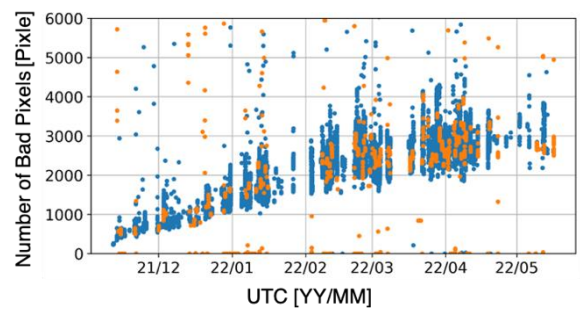


図 2 軌道上でのバッドピクセルの個数変化 (橙: 南大西洋異常帯上空、青: それ以外)

2.4.1.3

超小型衛星搭載積層プラスチックシンチレータに対する陽子ビーム応答実験

Proton beam response experiment of multi-layered plastic scintillator bars for neutron sensors for microsatellites

山岡和貴*1、宇佐見雅己*1、羽鳥聡*2、久米恭*3、水嶋慧*3

Kazutaka YAMAOKA, Masaki USAMI, Satoshi HATORI, Kyo KUME, and Satoshi MIZUSHIMA

Abstract

The purpose of this study is to investigate proton response of fast neutron detector which consists of multi-layered plastic scintillators which will be installed for the CubeSat. In 2021, we have measured response of plastic scintillator bars with 16 units × 4 layers readout by MPPCs for each bar as bread-board model (BBM).

要約

本研究の目的は、名古屋大学で開発中の超小型衛星積層プラスチックシンチレータで構成される中性子検出器の陽子応答を調べることである。2021年度は要素試作モデル(BBM)として、16本×4層に積層したプラスチックシンチレータの陽子に対する応答測定の実験を行った。

緒言

名古屋大学と名城大学では、太陽フレアに伴い発生する中性子を宇宙空間から観測するため、3Uキューブサットに搭載するべく、小型・軽量・低消費電力の中性子・ガンマ線分光センサを開発している。この検出器は、棒状のプラスチックシンチレータ(サイズ 3.95x3.95x64 mm)を16層合計256本積層し、MPPCで読み出すもので、弾性散乱して生じる反跳陽子の飛跡を測定することで入射中性子のエネルギーを決定することができる。高速中性子は反跳陽子へと変換されるため、検出器の陽子(10 MeV-100 MeV)に対する応答を調べることが必須である。今回は4層のプラスチックシンチレータを要素試作モデル(BBM)として構築し、集積回路ASICを搭載した信号処理ボードで読み出してエネルギー分解能測定を行った。

2021年度実験内容・結果

2021年5月10日(月)と11月24日(水)に陽子70 MeVをタングステンにより散乱させ、ポリエチレン板でエネルギーを変えた後、コリメータを入れてさらに低レート(1000 Hz弱)に絞り、積層プラスチックシンチレータバーに照射した。エネルギーは、11.8, 21.7, 35.2, 46.0 MeVである。プラスチックシンチレータバーは両端にとりつけた3 mm角のMPPCで読み出し、測定した。図1は入射陽子ビームのエネルギーが46.0 MeVでの各層のエネルギースペクトルの例である。これら4層を合計したスペクトルを評価すると、そのエネルギー分解能(FWHM)は46.0 MeVで14.6±0.2%であった。エネルギー分解能をエネルギーに対してプロットすると、図2のようになり、国際宇宙ステーション上の先行実験SEDA-APで得られたエネルギー分解能よりも良い値が得られている。

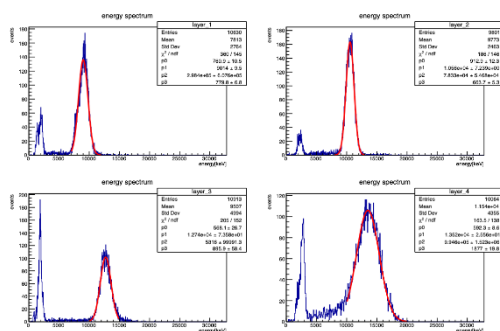


図1 46.0MeV 陽子入射時のプラスチックシンチレータ各層のエネルギースペクトル(左上:1層、右上:2層、左下:3層、右下:4層)

結言

2022年度以降は、エンジニアリングモデル(EM)においてプラスチックシンチレータの積層数を8層に増やして応答を測定し、陽子ビームに対するエネルギー分解能を得ることを目標とする。

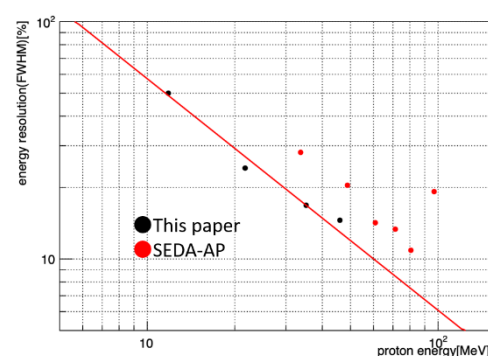


図2 エネルギーとエネルギー分解能の関係。黒が今回の測定、赤が過去の国際宇宙ステーション実験の中性子センサの値。

*1名古屋大学・宇宙地球環境研究所,*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室,*3(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・照射支援室

本研究は、名古屋大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同で実施したものである。

本研究の一部は、MEXT KAKENHI 18H03700 (KY)の助成を受けたものである。

2.4.1.4

宇宙放射線計測装置の放射線耐性試験

Radiation Tolerance of Space Radiation Measurement Devices

高橋弘充*1、内田悠介*1、今澤遼*1、眞武寛人*1、久米恭*2、水嶋慧*2、羽鳥聡*3

Hiromitsu TAKAHASHI, Yuusuke UCHIDA, Ryo IMAZAWA, Hiroto MATAKE, Kyo KUME, Satoshi MIZUSHIMA and Satoshi HATORI

Abstract

CdTe and CdZnTe (CZT) semiconductor detectors have a mean atomic number of ~ 50 and high gamma-ray stopping power. They are suitable for CubeSats, where the volume and mass of the detectors are restricted. We irradiated 200 MeV protons to CdTe/CZT detectors to investigate the radiation tolerance assuming the space environment. The number of the protons was 1.7×10^{10} protons/cm², equivalent to absorbed dose of 10 Gy for Si. Although the activation background decreased for both detectors after the irradiation, the spectral performances were not recovered.

要約

CdTe および CdZnTe (CZT) 半導体検出器は、平均原子番号が約 50 で、ガンマ線の阻止能が高い。キューブサット衛星では、体積や質量が制限されるため、これらの検出器の利用は適していると考えられる。我々は 200 MeV 陽子を CdTe/CZT 検出器に照射し、宇宙環境を模擬して放射線耐性を調べた。陽子の照射数は 1.7×10^{10} protons/cm² で、シリコンへの吸収線量に換算すると 10 Gy である。照射後、CdTe と CZT どちらの検出器についても放射化バックグラウンドは減少する一方で、スペクトル性能は回復しなかった。

緒言

我々は、近年打ち上げ機会の増えているキューブサット衛星に搭載可能な数 100 keV～数 MeV の帯域の X/ガンマ線を観測する検出器の開発を進めている。キューブサットでは最小 $10 \times 10 \times 10$ cm³ サイズのため、小型で阻止能が高く、かつバンドギャップが高いため常温でも優れたエネルギー分解能を持つ CdTe および CZT 半導体検出器は、エネルギースペクトル測定に適している。これまで、X 線観測衛星「ひとみ」の硬 X 線検出器に搭載された CdTe 検出器、ガンマ線バースト観測衛星 Swift の Burst Alert Telescope に搭載された CZT 検出器について、それぞれの衛星軌道上での宇宙線による性能変化については報告があるが、両者の放射線劣化を同じ条件で比較した結果は見られない。そこで、我々は CdTe 検出器、CZT 検出器に同時に同条件で陽子照射を行い、放射線耐性を評価した。

方法・結果

照射したサンプルは、CdTe 検出器はショットキー型で $4 \times 4 \times 1$ mm³、CZT 検出器はオーミック型で $3 \times 3 \times 2$ mm³ である。実験では、衛星軌道上での被曝（高度 500 km では 1 年間にシリコンへの吸収線量換算で 10 Gy 程度の被曝）を模擬して、両者に 200 MeV 陽子を 1.7×10^{10} protons/cm² 同時照射した。放射化バックグラウンドについては、どちらも照射 2 日後には 1 桁以上の低減が見られた。暗電流については、照射直後には上昇が観測されたが、照射後 1 ヶ月までは照射前よりも数分の一に減少し、その後は照射前のレベルに復帰する振る舞いが観測された。エネルギースペクトル性能については、照射後にはゲインが、CdTe では 0.9 倍に下がり、CZT では 0.45 倍になった。両者ともエネルギー分解能は悪化したが、CdTe では 30 keV など検出器表面で反応した信号では、あまり悪化が見られなかった。

結言

キューブサット衛星での利用が見込まれる CdTe/CZT 半導体検出器について、放射線耐性を調べることができた。CdTe 検出器ではエネルギーによって分解能の悪化具合が異なることから、内部と表面における電場構造などが定性的に理解できる。またオーミック型とショットキー型で放射線耐性に違いがある可能性も示唆された。

*1 広島大学・先進理工系科学研究科・物理学プログラム、*2 (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・照射支援室、*3 (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室

本研究は、広島大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。本研究の一部は、MEXT KAKENHI 19H01908、21K13946 の助成を受けたものである。

2.4.1.5

超小型X線天文衛星に搭載する信号処理回路の放射線耐性試験2

Radiation Tolerance Tests for Signal Processing Boards onboard an X-ray CubeSat II

北口貴雄^{*1}、玉川徹^{*1}、加藤陽^{*1}、沼澤正樹^{*1}、武田朋志^{*2}、吉田勇登^{*2}、大田尚享^{*2}、林昇輝^{*2}、高橋弘充^{*3}、眞武寛人^{*3}、今澤遼^{*3}、高垣徹^{*4}、羽鳥聡^{*5}、久米恭^{*6}、水嶋慧^{*6}

Takao KITAGUCHI, Toru TAMAGAWA, Yo KATO, Masaki NUMAZAWA, Tomoshi TAKEDA, Yuto YOSHIDA, Naoyuki OTA, Shoki HAYASHI, Hiromitsu TAKAHASHI, Hiroto MATAKE, Ryo IMAZAWA, Toru TAKAGAKI, Satoshi HATORI, Kyo KUME and Satoshi MIZUSHIMA

Abstract

We present radiation tolerance tests for signal processing boards onboard an X-ray CubeSat by using 100 MeV protons generated by the accelerator at WERC. We estimate incidence of a current rise and communication failure due to single-event effects to be approximately 10 per year and confirm they are applicable in space.

要約

昨年度から継続して、超小型X線天文衛星に搭載する信号処理回路の放射線耐性を、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター（エネ研）の加速器で生成した 100 MeV 陽子ビームを使って評価した。テストした回路ボードは、機能向上のため新しく採用した電子部品を搭載している。そのシングルイベント効果の頻度を調べたところ、年に 10 回程度であり、宇宙で利用できることを確認した。

緒言

我々は天体からのX線を観測するため、マイクロパターンガス検出器を、6 U サイズ（10 x 20 x 30 cm³）の超小型衛星（CubeSat）に載せて打ち上げる NinjaSat プロジェクト¹⁾を進めている。搭載するX線検出器は、1台あたり最大で 17 cm² の有効面積を持ち、これまでのX線 CubeSat の中で桁違いに大きいことが特長である。衛星の主目的は、大型衛星に搭載される高感度のX線検出器には明るすぎる天体を、NinjaSat で長期間モニタ観測することである。信号処理回路を構成する電子部品は民生品を採用するため、それらが過酷な宇宙放射線環境下で正常動作するかテストする必要がある。そこで、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター（エネ研）において高エネルギー陽子を照射し、放射線耐性試験を実施した。

昨年度は、オペアンプや高電圧印加モジュールなど検出器の肝となる電子部品に、100 MeV 陽子を照射して、放射線耐性を確認した。さらにそれらを実装して製作した信号処理回路ボードにも、電源を入れたまま陽子を照射して、放射線耐性を確認しつつシングルイベント効果の発生頻度を数え、衛星搭載可能であることを確認した。その後、信号処理回路ボードは、その性能を向上し機能を追加するために、オペアンプをよりスルーレートの高いものに置換し、またデジタルポテンショメータを追加した。今回は、この改良した回路ボードの放射線耐性をテストした。

方法・結果

NinjaSat 衛星は、高度 550 km の太陽同期軌道に投入する予定である。その軌道での放射線量は、衛星や検出器の筐体で機器が実効的に 3 mm 厚のアルミニウムでシールドされるとすると、1年あたり約 20 Gy と見積もられる。そこで軌道平均である 100 MeV の陽子ビームをエネ研の加速器で生成し、電子部品および回路基板に照射し、放射線耐性を評価した。また、シングルイベント効果で引き起こされる過渡電流が回路を破壊することを防ぐために、回路の電源を自律的にオフする電流上限値を決める必要があり、過渡電流を実測することで参考となるデータを収集することにした。

エネ研での陽子照射は、2021 年の 4 月 5 日に行い、9 cm 四方のサイズの基板に対してほぼ一様に陽子を照射し、軌道上約 10 年分に相当する 190 Gy の放射線量を回路ボードに与えることができた。照射中に、シングルイベントラッチアップ（SEL）と思われる電流値上昇が 63 回、シングルイベントアップセット（SEU）の一種

^{*1}(国研)理化学研究所・開拓研究本部、^{*2}東京理科大学・理学研究科、^{*3}広島大学・理学研究科、^{*4}(株)ティーエーシー、^{*5}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室、^{*6}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室
本研究は、(国研)理化学研究所と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。
本研究の一部は、JSPS KAKENHI JP19H05609 の助成を受けたものである。

と思われる電流値上昇を伴わない通信エラーが 9 回発生した。それぞれの発生レートは、SEL が 7 回/year、SEU（通信エラー）が 1 回/year となった。ラッチアップ時の電流は、最大 1.5 A に達するものが多い一方、1 A に満たないものも観測された。また、ラッチアップの持続時間もさまざまで、100 ミリ秒程度で元の電流値に戻るものから、30 秒以上電流上昇が持続するものもあった。いずれのケースでも、回路は故障にはならず、その機能に異常は見られなかった。

結言

2021 年度に実施した陽子照射試験により、改良した信号処理回路ボードは年に約 10 回のシングルイベント効果を引き起こすことが測定できた。この頻度は、定期的な電源サイクルなど衛星運用でカバーできる範囲であり、衛星搭載基準を満たすことが確認できた。

参考文献

- 1) T. Enoto *et al.*, Proceedings of the SPIE, Volume 11444, id. 114441V 20 pp. (2020)

2.4.1.6

シリコン半導体素子のプロトン起因シングルイベント効果研究

Proton-induced Single Event Effect on Si Semiconductor Devices

坂本敬太*1、竹内浩造*1、土屋佑太*1、山東新子*2、水嶋慧*2、新藤浩之*1、羽鳥聡*3、久米恭*2*4

Keita SAKAMOTO, Kozo TAKEUCHI, Yuta TSUCHIYA, Shinko SANDO, Satoshi MIZUSHIMA, Hiroyuki SHINDO, Satoshi HATORI and Kyo KUME

Abstract

The direct ionization induced by proton beam (PDI) causes the single event upset (SEU) on a 16/14 nm FinFET device, which will be applied to spacecrafts were studied. It has been reported that malfunctions caused by PDI affect an incidence of soft error in space on planar type devices produced in technology node below 65 nm, while those effects against FinFET devices have never been clarified. Therefore, we have conducted proton irradiation experiments for an SRAM circuit fabricated by 16/14 nm FinFET process. PDI-induced SEUs were not clearly observed at the proton irradiation test with omnidirectional angle. In this report, proton-induced SEU cross sections on the 16/14 nm FinFET SRAM are shown as compared with the results of the 20 nm planar SRAM.

要約

宇宙機への適用が期待されている 16/14 nm FinFET 素子に対する、プロトンによる直接電離（Proton Direct Ionization, PDI）起因のシングルイベントアップセット（SEU）を調査した。65nm 未満のプロセスノードのプレーナ素子では、PDI 起因の誤動作が宇宙空間でのエラー発生頻度に影響することが報告されている¹⁾。一方で、FinFET 素子に対しては明らかになっていない。そこで、16/14 nm FinFET 素子で作られた SRAM 回路を用いてプロトン照射試験を実施した。FinFET 素子に対して様々な方向からプロトンを入射させたが、PDI 起因の SEU ははっきりとは観測されなかった。本稿では、FinFET 素子に対するプロトン起因の SEU 断面積を 20 nm プレーナ素子との比較によって示す。

緒言

技術革新が進んでいるビッグデータや人工知能(AI)技術の宇宙適用など、高度化する宇宙機のミッション要望を実現するため、16/14 nm FinFET 素子の宇宙機への適用が期待されている。ところが、LSI の SEU 耐性はプロセス世代が進むほど弱体化する傾向にあり、さらに 65 nm 未満のプレーナ素子では PDI 起因でも誤動作に至ることが報告されている¹⁾。加えて宇宙空間におけるプロトンの存在比率は、他の核種と比較して高いため、PDI 起因の誤動作は無視できない問題となっている。

PDI とは、素子に入射した 1 個のプロトンと Si とのクーロン相互作用によって、Si 中の電子を直接的に電離してイオン化することである。プロトンの場合、入射した物質への線エネルギー付与が最大となる Bragg Peak で 0.54 MeV/(mg/cm²)のエネルギーを Si に付与するため、素子の SEU に対する閾値エネルギーが 0.54 MeV/(mg/cm²)未満の場合には PDI による SEU が原理的に発生し得る²⁾。16/14 nm FinFET SRAM 回路の閾値エネルギーは 1 MeV/(mg/cm²)未満であると報告されているため³⁾、16/14 nm FinFET SRAM 回路に対して様々な方向からプロトンを照射して、PDI 起因の SEU が発生するかを実験的に調査した。

実験条件を表1に示す。供試体は、16/14 nm FinFET プロセスで製造された放射線未対策の SRAM 回路と、比較検証用として 20 nm プレーナプロセスで製造された放射線未対策の SRAM 回路を用いた。全ビットセルに“0”を書き込んだ後にプロトンを照射し、照射後に全ビットセルのデータを読み出して SEU の判定を行った。電源電圧は動作推奨電圧を印加した。シンクロトロンから出射された 100 MeV プロトンを、減速体(ポリエチレン)を通して所望のエネルギーまで落として供試体に入射することでエネルギー依存性を取得した。また、供試体(FinFET SRAM 回路の試験のみ)は回転機構の付いた治具に取付けられ、治具を回転させることで供試体に対するプロトンの入射角度を調節した(エラー! 参照元が見つかりません。参照)。

16/14 nm FinFET SRAM 及び、20 nm プレーナ SRAM の、プロトン入射エネルギーに対する SEU 反応断面積曲線をエラー! 参照元が見つかりません。(a)及びエラー! 参照元が見つかりません。(b)にそれぞれ示す。

*1(国研)宇宙航空研究開発機構・研究開発部門・第一研究ユニット、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・粒子線医療研究室、

*3(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室、*4(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・照射支援室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと(国研)宇宙航空研究開発機構・研究開発部門の共同研究として実施したものである。

表 1 実験条件

供試体	16/14 nm FinFET SRAM	20 nm Planar SRAM
減速体通過後のエネルギー	5 - 60 MeV	5 - 60 MeV
照射角度	垂直、 θ 、 ϕ (図 1 照射試験の角度条件参照)	垂直
電圧	0.8 V (Typical 条件)	0.9 V (Typical 条件)
データ	All0	All0

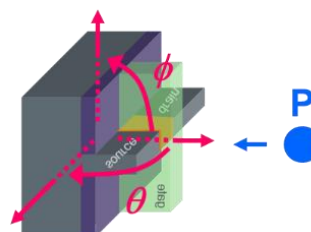


図 1 照射試験の角度条件

20 nm プレーナ SRAM では、10 MeV 照射時の反応断面積の値が飽和反応断面積（60 MeV 照射時の反応断面積）の値よりも 1 桁程度高い結果を記録した。本実験より、20 nm プレーナ SRAM においては PDI による反応断面積の増加が生じることが明らかになった。またこの結果から、本実験系では、10 MeV のエネルギーで照射するために設置した減速体の厚み条件の時に、SRAM の感応領域に Bragg Peak 付近のエネルギーを持ったプロトンが輸送されているものと推察できる。

16/14 nm FinFET SRAM では、60 MeV 照射時の反応断面積が最大値であった。20 nm プレーナ SRAM の照射でピークが観測された 10 MeV 照射においても反応断面積の増加ははっきりとは観測されず、Weibull カーブの形状を描いた。この傾向は、チップ表面に対して角度を付けた照射でも同様であった。以上の結果から、以下 2 つの可能性が示唆される。可能性の一つは、16/14 nm FinFET SRAM はプロトンの Bragg Peak よりも閾値 LET が高く、角度を付けても直接電離が発生しないというものであり、もう一つの可能性は、16/14 nm FinFET SRAM の反応断面積が小さく、エラーを起こすために必要十分な粒子を輸送できていないというものである。今後の実験で上記 2 つの可能性の切り分けを行い、16/14 nm FinFET SRAM に対するプロトンの直接電離起因の SEU の影響について結論付けたい。

結言

16/14 nm FinFET 素子で構成された SRAM 回路に対して様々な方向からプロトンイオンを照射し、PDI 起因の SEU の影響を調査した。20 nm プレーナ素子で構成された SRAM の結果に比べ、PDI 起因の SEU の影響は小さいことが明らかになった。今後実施する実験によって照射線線量の計測方法を確立させ、16/14 nm FinFET 素子で作られた SRAM に対する PDI 起因 SEU の有無を確認する。

謝辞

本実験を実施するに当たってご支援頂きました株式会社ソシオネクストの松山英也氏、加藤貴志氏、および菱栄テクニカ株式会社の照射試験支援メンバの方々に感謝申し上げます。

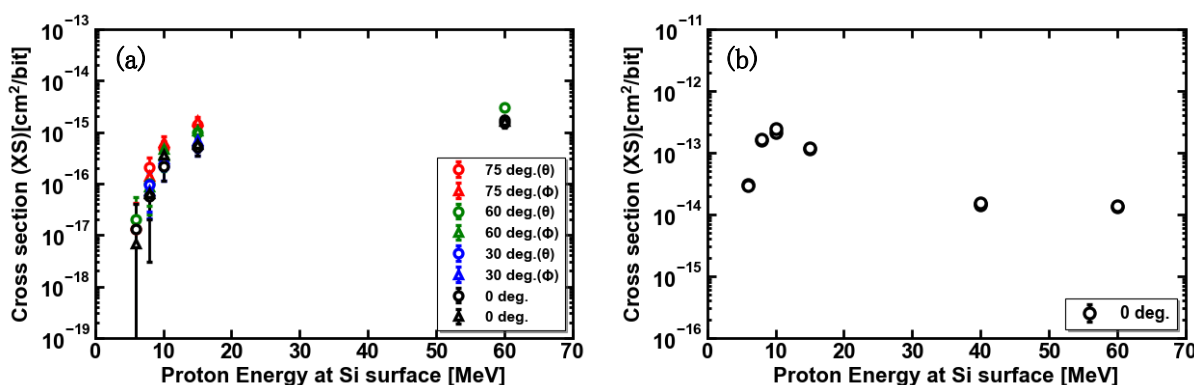


図 2 SRAM セルのプロトン照射エネルギーに対する SEU 反応断面積曲線:

(a) 16/14 nm FinFET SRAM (垂直及び角度照射)、(b) 20 nm Planar SRAM (垂直照射)

参考文献

- 1) K. P. Rodbell *et al.*, IEEE Trans. on Nucl. Sci., 54, 6, 2474-2479 (2007)
- 2) A. Coronetti *et al.*, IEEE Trans. on Nucl. Sci., 68, 5, 937-948 (2021)

2.4.1.7

超小型衛星搭載用電子機器の放射線耐性調査

Investigation of Radiation Resistance of Semiconductor Devices for Nano-Satellites

松本健*1、石川晃寛*1、細沼貴之*1、中須賀真一*1、久米恭*2

Takeshi MATSUMOTO, Akihiro ISHIKAWA, Takayuki HOSONUMA, Shinichi NAKASUKA and Kyo KUME

Abstract

We investigated the radiation-resistance of commercial semiconductor devices for Nano-satellites by proton irradiation. These semiconductor devices have sufficiently radiation resistance and we confirmed that they are applicable for spacecrafts including Nano-satellites.

要約

超小型衛星へ搭載する民生電子部品へプロトン照射を行い、放射線耐性評価を実施した。その結果、対象の民生電子部品は十分な放射線耐性を有しており、宇宙機器への適用が可能であることを確認した。

緒言

超小型衛星には多くの民生部品が採用されているが、新規の民生電子部品の宇宙機器への適用に際しては、その信頼性評価が重要であり、特に耐放射線特性の把握を行うことが重要である。本実験では、衛星搭載の GPS 受信機へプロトン照射を行い、シングルイベント効果の発生回数を測定した。そのデータをもとに、想定される衛星軌道上でのシングルイベント効果がどの程度起こるかを解析的に明らかにした。

成果の概要

プロトンの照射エネルギーは 20, 40, 60, 80 MeV、フラックスは 2×10^7 [protons/cm²/s]、照射時間は 20, 40, 60 MeV で 600 秒、80 MeV で 900 秒とした。照射条件は、運用が想定される衛星軌道（太陽同期軌道、高度 575 km）に滞在する期間相当で 3 年以上となることを欧州宇宙機関 ESA が開発したツール SPENVIS を用いあらかじめ確認した。本照射条件下において、図 1 に示す GPS 受信機を供試体としてプロトン照射を行った。各条件における供試体のシングルイベント効果によるリセット現象の回数を記録した結果を表 1 に示す。

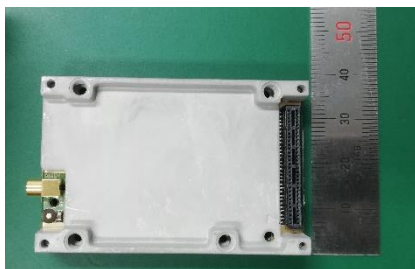


図 1 供試体評価基板

表 1 供試体のシングルイベント効果によるリセット現象の回数

照射エネルギーEp [MeV]	LET [MeV/(mg/cm ²)]	Fluence 量[p/cm ²]	リセット 回数	SEE 発生 断面積 [cm ²]
20	2.00×10^{-2}	1.61×10^9	12	7.44×10^{-9}
40	1.25×10^{-2}	1.21×10^9	9	7.41×10^{-9}
60	8.67×10^{-3}	1.22×10^9	11	9.02×10^{-9}
80	7.31×10^{-3}	1.21×10^9	14	1.16×10^{-8}

表 1 の結果を以下式のワイブル分布でフィッティングし、形状母数 m 、尺度母数 η 、SEE 発生断面積(Cross Section)の飽和値 S_{lim} 、線エネルギー付与(Linear Energy Transfer, LET)の閾値 L_{th} を推定した。

$$S(L) = S_{lim} \left[1 - \exp \left\{ - \left(\frac{L - L_{th}}{\eta} \right)^m \right\} \right]$$

*1東京大学大学院工学系研究科・航空宇宙工学専攻、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・照射支援室
本研究は、東京大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

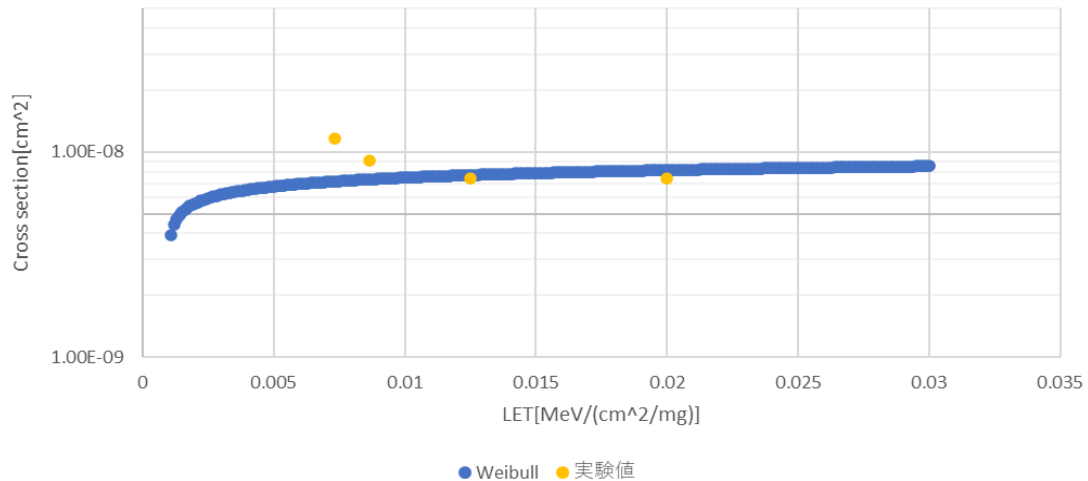


図2 ワイブル分布 A。横軸はプロトンエネルギー[MeV]、縦軸は SEE 発生断面積[cm²]。実験値を橙色プロット、フィッティング結果を青色プロットで示す。

表2 推定ワイブル分布の諸元とリセット発生間隔解析結果

推定パラメータ	m	0.2
	η	0.01
	S_{lim}	1.20×10^{-8}
	L_{th}	0.001
リセット発生間隔 [day]	CREME-96 worst week	2.35×10^2
	CREME-86 M5-1	2.01×10^3
	solar particle なし	2.01×10^3

フィッティングによりワイブル分布の上記パラメータを算出した結果を図2 および表2 に示す。また表2 には、それぞれの分布を基に衛星軌道上でのシングルイベント発生間隔を評価した結果を示している。評価には CREME (Cosmic Ray Effects on Micro Electronics) 96、86 モデルを用い、太陽フレア活動の最悪ケース・平均的ケース・フレア無しの通常時の3パターンで解析を行った。

解析結果として、シングルイベントの発生頻度は、強い太陽フレアが発生した際(最悪ケース)では235日に1回、通常の太陽フレア発生時(平均ケース)およびフレア無し時では約2000日に1回となることがそれぞれ見積もられた。

結言

衛星搭載の GPS 受信機へプロトン照射を行い、放射線耐性評価を実施した。その結果、シングルイベント効果によるリセット現象が軌道上で発生する頻度が解析され、太陽フレアが発生していない通常時には、約2000日に1回程度という結果を得た。当該機器に関しては、リセット回路等の付属やリセットロジックの実装を行うことで十分宇宙機器への適用が可能であると結論付けられる。

本研究にて評価した民生電子部品は、今後打ち上げられる超小型衛星へ搭載し軌道上実証される予定である。本研究で得られた事前解析結果と軌道上データの比較、評価を行う予定である。

2.4.1.8

8 MeV 陽子線を用いたペロブスカイト太陽電池の放射線耐性評価

Radiation Tolerance Evaluation of the Perovskite Solar Cell using 8 MeV Proton Irradiation

宮澤優^{*1}、石神龍哉^{*2}、金谷周朔^{*1}、豊田裕之^{*1}、廣瀬和之^{*1}

Yu MIYAZAWA, Ryoya ISHIGAMI, Shusaku KANAYA, Hiroyuki TOYOTA, and Kazuyuki HIROSE

ペロブスカイト太陽電池(PSC)は、軽量かつフレキシブルで高効率な太陽電池を低コストで実現できる特徴から宇宙応用が期待されている。世界に先駆けた筆者らの放射線耐性評価実験¹⁾などから、ペロブスカイト太陽電池が極めて高い放射線耐性を有することが明らかになっている。しかしながら、これらの実験において、放射線照射後の特性評価は放射線照射から数時間後以降に実施されたため、放射線照射直後に発電特性の劣化を引き起こす欠陥が導入されたが回復したのか、そもそも欠陥が導入されなかったのかは不明であった。そこで、照射チャンバ内で放射線照射直後に特性評価を実施するため、照射チャンバ内におけるIV特性評価システムの確立を行った。真空チャンバーフランジのビューポートにセットしたソーラーシミュレータの光源のシャッターを遠隔にて操作し、照射チャンバ内にセットされたペロブスカイト太陽電池の発電特性測定を遠隔にて実施できることを確認した。来年度は、ペロブスカイト太陽電池に8 MeV陽子線を照射し、照射直後の発電特性評価を実施することで、放射線照射直後において、発電特性の劣化が起こっているのか否か、劣化が起こった場合に回復するのか否かを明らかにする計画である。

参考文献 1) Y. Miyazawa, M. Ikegami, T. Miyasaka, T. Ohshima, M. Imaizumi, and K. Hirose, Evaluation of Radiation Tolerance of Perovskite Solar cell For Use in Space. 42th IEEE PVSC, 14–19 June 2015, New Orleans.

^{*1}(国研)宇宙航空研究開発機構、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、本研究は、若狭湾エネルギー研究センターと宇宙航空研究開発機構が共同研究として実施したものである。

2.4.1.9

放射線検知器応用を見据えた InGaP 太陽電池の高温における陽子および He イオンによる劣化特性の検討
Study on Degradation of an InGaP Solar Cell Induced by Protons and Helium Ions at High Temperature toward
Dosimeter Device Application今泉充^{*1}、奥野泰希^{*2}、鈴木耕拓^{*3}、石神龍哉^{*3}

Mitsuru IMAIZUMI, Yasuki OKUNO, Kohtaku SUZUKI and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

Radiation degradation of an InGaP solar cell at high temperature induced by protons and helium ions is investigated in this study. The InGaP solar cell samples were irradiated with protons with energies of 3 MeV/190 keV and He ions with 1.5 MeV/190 keV at the temperature of 200–300°C and RT. Characterization of degradation behavior of current output of the solar cell is performed. The results confirm that the degradation at high temperatures is significantly equivalent to that at RT.

要約

InGaP 太陽電池に対する陽子および He イオンの高温照射における放射線劣化について検討した。加速エネルギーとして低エネルギー（190 keV）および高エネルギー（陽子:3 MeV、He イオン:1.5 MeV）を選択し、試料温度を室温（RT）ないし 200～300°C としてそれらイオンを照射し、太陽電池の電流出力劣化を評価した。その結果、RT での劣化と比較して、300°C では僅かな劣化低減がみられたものの全体として RT での劣化と有意差がないことを見出した。

緒言

中性子／荷電粒子変換膜を備えることによる稼働中の原子炉における中性子検知器への応用を見据え、InGaP 太陽電池の原子炉内の高温環境における耐性を検討している。予測される温度環境は 200～300°C とされる。中性子検出法としては、太陽電池表面に Li、B を含む中性子変換薄膜を貼付けて飛来する中性子を H イオンないし He イオンに変換し、それらイオンが太陽電池内に進入してそのエネルギーを太陽電池が吸収し、電子励起を起こすことで太陽電池に発生する電流を信号とする。一方、これらイオンの侵入は同時に太陽電池内に放射線誘起結晶欠陥を発生させ、太陽電池の機能を劣化させる。すなわち太陽電池の発生電流が低下する。従って、高温における InGaP 太陽電池の H および He イオンによる劣化特性を明らかにする必要がある。

実験

試料として、シャープ製 InGaP 太陽電池（サイズ:1 cm×1 cm）を用いた。⁶Li による変換では約 3 MeV の ³H が、¹⁰B による変換では約 1.5 MeV の He が発生するが、³H のイオン照射は困難であるため本検討においては H で代替し、H、He の加速エネルギーとしてそれぞれ 3 MeV、1.5 MeV を選択した。これらのビームを若狭湾エネルギー研究センター（WERC）のタンデム加速器にて形成し、イオン注入チャンバを用いて照射した。また、これらの変換イオンは変換膜中で減速しエネルギーが下がる。太陽電池における劣化要因は主に変位損傷であり、それは粒子エネルギーが低いほど大きくなる。そこで、このエネルギー減衰を想定した 190 keV の H、He イオン照射も、WERC のマイクロ波イオン源イオン注入装置を用いて実施した。試料温度としては、比較用の RT に対し、200、250、300°C の 3 水準を選択した。予備実験として、300°C、300 時間の保管試験を実施し、高温だけでは性能劣化が起きないことを確認している。また、RT での照射では、これまでに実験データ蓄積がある量研機構高崎研（QST）における結果との同等性・互換性を確認するため、同じ試料を用いて QST にて照射実験を行った（低エネルギー照射の加速電圧は 200 keV）。

劣化特性の把握においては、電流出力を検知信号に用いることを考慮し、太陽電池の光出力電流（Isc）を評価対象とした。イオン照射前後において、模擬太陽光を試料に照射した際に発生する Isc を測定し、照射前後の値の比（保存率:Remaining Factor）を求めた。照射後測定は、試料を RT まで冷却した後、宇宙航空研究開発機構（JAXA）筑波宇宙センターにて実施した。測定試料温度は 25°C である。

^{*1}（国研）宇宙航空研究開発機構・研究開発部門・第 1 研究ユニット、^{*2}（国大）東北大学・金属材料研究所・原子力材料工学研究部門（現京都大学・複合原子力科学研究所・原子力基礎工学研究部門）、^{*3}（公財）若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、若狭湾エネルギー研究センターと宇宙航空研究開発機構、および若狭湾エネルギー研究センターと東北大学が共同研究として実施したものである。

本研究は文部科学省原子力システム研究開発事業 JPMXDO212345678 の委託研究を受けた。

結果と考察

図1は陽子、図2はHeイオンによるInGaP太陽電池の、照射時試料温度をパラメータとした I_{sc} の劣化特性である。横軸はフルエンスで表した照射量、縦軸は I_{sc} の保存率である。

これらの結果より、いずれのイオン種、エネルギーにおいても、照射時試料温度300℃にて若干の劣化の緩和傾向（低劣化）がみられる場合があるものの、250℃以下ではRTにおける劣化特性に対して有意な差は認められずほぼデータバラツキの範囲であり、明らかな劣化の温度依存性はみられない。これより、RT～250℃の温度範囲では、RTでの劣化特性には温度依存性はほとんどないと判断した。一方、300℃でみられる若干の劣化緩和は定量的に表す程度でなく、放射線劣化による素子寿命を推定する際のマージン幅内とするのが妥当であると考えられる。次に、QSTとWERCの室温における照射によるInGaP太陽電池素子の劣化特性において、図2(b)を除いて有意な差は認められず、よい互換性が確認された。

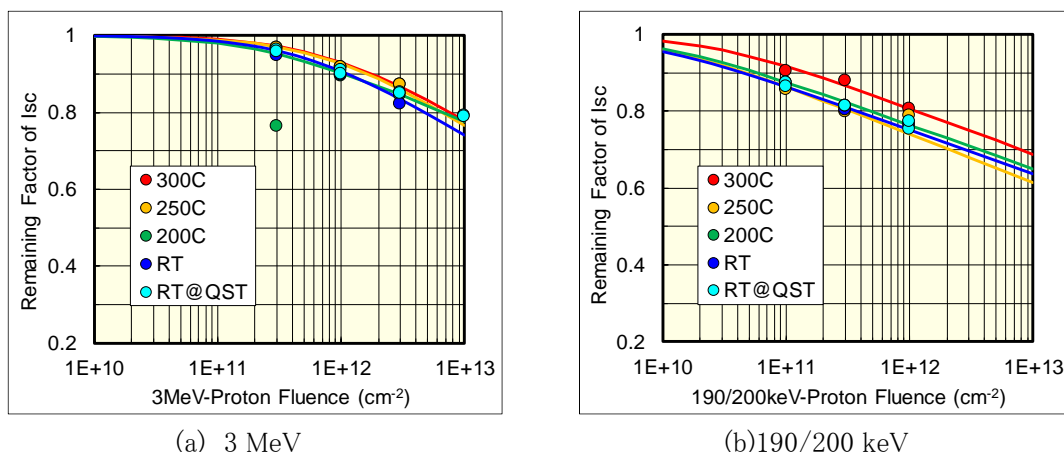


図1 InGaP太陽電池の短絡電流密度(I_{sc})の陽子照射による照射時温度をパラメータとした劣化特性。(a)はエネルギーが3 MeV、(b)は190/200 keV

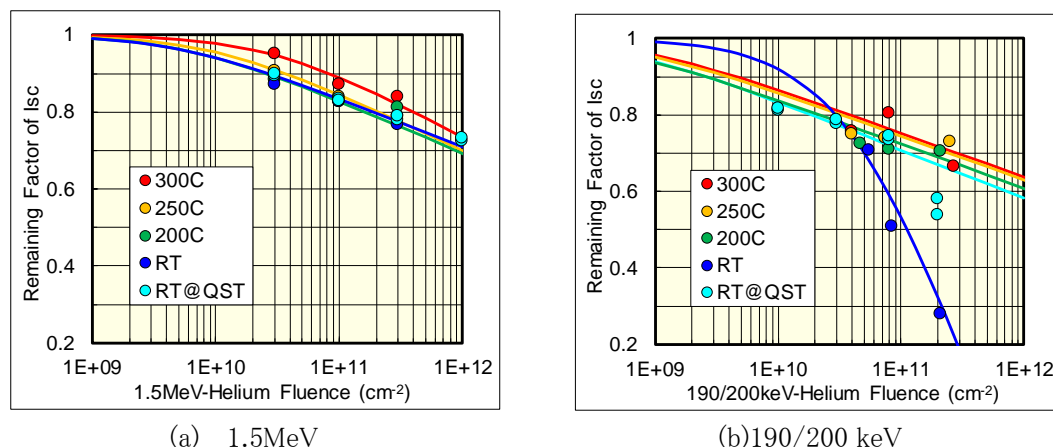


図2 InGaP太陽電池の短絡電流密度(I_{sc})のHeイオン照射による照射時温度をパラメータとした劣化特性。(a)はエネルギーが1.5 MeV、(b)は190/200 keV

結言

以上の結果より、InGaP太陽電池を原子炉内で中性子検出素子として応用することを想定した場合、300℃までの変換イオンによる放射線劣化はRTにおけるそれと有意差はなく、寿命予測などにはRTでの劣化傾向を用いればよいことが理解された。また、今回の結果は、InGaP太陽電池が300℃まで温度耐性があることを示している。

2.4.1.10

プロトンによる二次電子放出特性測定

Measurement of Secondary Electron Yield due to Proton Irradiation

奥村哲平*1、古賀清一*1、今泉充*1、鈴木耕拓*2、宇田欽治*2

Teppei OKUMURA, Kiyokazu KOGA and Mitsuru IMAIZUMI, Kohtaku SUZUKI and Kinji UDA

Abstract

The electric property parameter, such as secondary electron emission yield and photo electron emission yield, of the materials on the surface of satellite is necessary for electrification simulation. This research aim is to measure the secondary electron due to proton irradiation and provide the secondary electron characteristic as one of the electrostatic property parameter for the electrification analysis. In this year, we made the measurement tools and attached them on proton beam irradiation system to measure the secondary electron emission from conductive material.

要約

人工衛星の帯電解析には、表面材料の帯電物性パラメータ(二次電子放出係数や光電子放出係数)が必要となる。本研究はプロトン照射によって生じる二次電子の特性を測定する方法を確立し、プロトンによる二次電子放出特性を帯電物性パラメータとして提供できるようにすることを目的とする。今年度は測定治具を設計／製造し、イオン注入装置に取り付けて動作確認を行った。

緒言

人工衛星は宇宙空間に対して電氣的に絶縁された状態にある。宇宙空間には荷電粒子が多く存在し、低軌道の場合は電離層プラズマが、静止軌道の場合は高エネルギー電子(keV オーダー)やプロトン(数百 keV オーダー)が衛星電位に対して支配的なパラメータとなる。一般的な衛星の場合、表面には熱制御材としてのポリイミド、太陽電池の放射線除けとしてのカバーガラス等の絶縁材料が利用される。衛星表面の絶縁材料に高エネルギー電子やプロトンが衝突すると二次電子が放出される。また、光があたると光電子が放出される。衛星構体が宇宙空間に対して負の電位を持っていると、二次電子や光電子は宇宙空間に放出される。結果として、絶縁材料表面は衛星構体と異なる電位を持つことになる。絶縁材料の衛星構体に対する電位がある閾値を超えると表面で放電が発生する。太陽電池パネル上で放電が発生した場合、発生場所や発電条件次第で太陽電池の劣化や、太陽電池回路の短絡が発生することがある。また放電は機器の誤動作を発生させるノイズ源にもなり得る。衛星の設計段階で帯電解析ソフトウェアを使って帯電によるリスク評価を行うことがある。帯電解析モデルには二次電子放出係数、光電子放出係数、体積抵抗率といったパラメータが必要である。二次電子放出係数に関しては、これまで電子の衝突による放出係数のみを入力していた。しかし、静止衛星の場合で帯電電位が数十kV 以上と比較的高くなる場合、プロトン衝突による二次電子も考慮に入れなければ過大な評価になることが分かった。本研究では若狭湾エネルギー研究センターが有するイオン注入器を用いてプロトンによる二次電子放出特性の測定が可能になるよう測定手法を検討する。

実験

測定治具は図1に示すようにイオン注入器の試料台に取り付けた。プロトンの照射エネルギーは10、50、100、150、190 keV とし、電流出力は8 nA から10 nA の範囲内におさまるよう調整した。測定治具のファラデーカップ、及びベースプレートに入力させる電流は図2の箇所に入力して測定した。電流計にはピコアンペアメータを使用することにしたが、ピコアンペアメータは一台しかなくファラデーカップとベースプレートから流れる電流を同時に測定できない。そのため、帯電の影響を考慮する必要がない導電性の材料の二次電子特性を取得することにした。ファラデーカップにはベースプレートに対して90 V の電圧を印加した。ベースプレートとファ

*1国立研究開発法人 宇宙航空研究開発機構、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、若狭湾エネルギー研究センターと宇宙航空研究開発機構が共同で実施したものである。

ラデーカップの材質は銅である。表 1 に測定結果を示す。150 keV に二次電子係数のピーク値を確認した。100 keV 以下、及び 190 keV では二次電子放出係数は 1 を下回っていた。

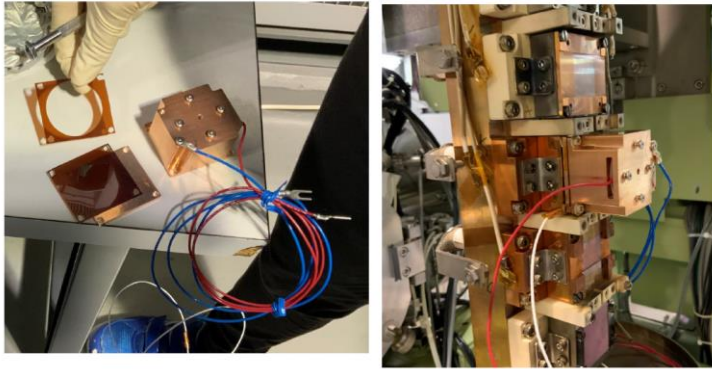


図 1 測定治具

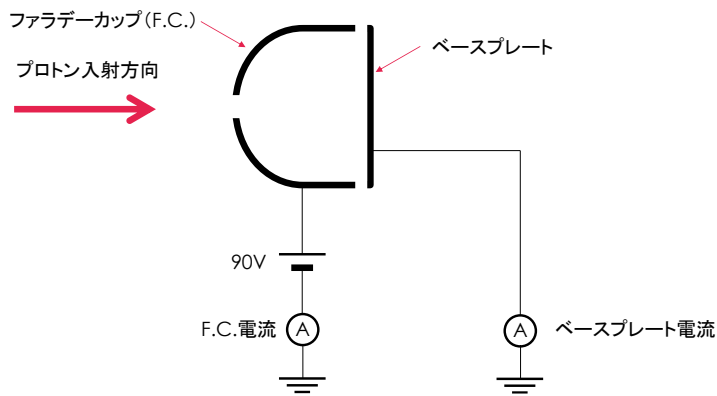


図 2 測定回路

表 1 測定結果

エネルギー (keV)	ベースプレート電流 (nA)	F.C.電流 (nA)	二次電子係数
190	8.6	7.5	-0.1
150	9.3	24.7	1.7
100	8.1	14.5	0.8
50	13.6	9.5	-0.3
10	9.2	9.5	0.0

結言

導電性材料の二次電子放出係数の測定が可能になった。今後は絶縁体の材料でも二次電子放出係数の測定が可能なような計測系を検討する。

2.5. エネルギー分野

2.5.1. 放射線計測技術の開発

2.5.1.1

リチウム含有液体シンチレーターの開発と評価

Development and Evaluation of Lithium-loaded Liquid Scintillators

鈴木耕拓*1、川端考弥*2、小栗廉太郎*2、玉川洋一*2、中島恭平*2

Kohtaku SUZUKI, Atsuya KAWABATA, Rentarou OGURI, Yoichi TAMAGAWA and Kyohei NAKAJIMA

Abstract

A neutrino monitor has been developed to monitor the inside of nuclear reactors and spent nuclear fuel. We have developed lithium-loaded scintillator, and evaluated the scintillator response by gamma and neutron sources. Neutron capture events were observed by irradiation of the neutron from the source.

要約

原子力発電における原子炉内部や使用済燃料を監視するため、ニュートリノモニター装置を開発している。リチウムを溶解させた液体シンチレーターを作製し、ガンマ線源および中性子源による検出器の応答性を評価した。またリチウム6の中性子捕獲事象を観測することができた。

緒言

ニュートリノは物質の透過性が高く、原子炉等を放射線管理区域外からモニターできる粒子である。原子炉内部や使用済燃料から放出されるニュートリノを測定することで状態評価が可能である。ニュートリノの検出には、逆ベータ崩壊 ($\nu + p \rightarrow n + e^+$) 反応を利用し、バックグラウンドを除去するため陽電子と中性子を同時に測定する。この反応の検出には液体シンチレーターを用い、発生する中性子を効率よく捕獲するため、中性子捕獲断面積の大きいリチウム6同位体を溶解させる手法を開発してきた。リチウムを含有する液体シンチレーターを作製し、その応答性を評価した。

液体シンチレーターの作製と評価

液体シンチレーターは、芳香族の溶媒（リニアアルキルベンゼン）に発光物質と波長変換剤を溶かすことで作製する。しかし、逆ベータ崩壊事象が起こる確率は非常に低く、多数のバックグラウンド事象を区別する必要がある。バックグラウンド事象は基本的にガンマ線である。これに対してリチウム6の中性子捕獲ではアルファ・トリチウムが生成されるため、ガンマ線事象と区別するため、波形弁別剤も導入する。最後に、リチウムを溶かすため、リチウム水溶液と界面活性剤を用いることで、リチウム含有液体シンチレーターを作製した。ここでは天然リチウムを使用しており、リチウム6の存在比は7.6%である。

作製した液体シンチレーターを評価するため、まず ^{137}Cs および ^{60}Co のガンマ線源を使用した。ガンマ線を照射したときのコンプトン端により、エネルギーと発光量の関係を求めた。次に ^{252}Cf からの中性子線を照射したところ、リチウム6の中性子捕獲反応 ($^6\text{Li} + n \rightarrow \alpha + t$) により発生したアルファ・トリチウム事象を観測することに成功した。アルファ・トリチウムのエネルギーは合計4.8 MeVであるが、ガンマ線で校正したエネルギーと比較すると観測されたエネルギーは1/10程度であった。これはイオンの場合は消光効果があるためである。

結言

逆ベータ崩壊によるニュートリノ検出のため、リチウムを溶解させた液体シンチレーターを開発した。シンチレーター性能比較のため、ガンマ線による応答、および中性子線源による応答を評価した。中性子源の場合はリチウム6の中性子捕獲反応を観測することができた。今後は、大型の検出器と、データ収集システムを製作し、ニュートリノ測定が可能なセットアップを構築していく。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、*2福井大学

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが関西電力株式会社、日本原子力発電株式会社、北陸電力株式会社の3社からの受託研究として、福井大学と共同で実施したものである。

2.5.2. 様々なエネルギーの技術開発

2.5.2.1

セラミックが吸放出する成分の評価

Evaluation for Absorption/Desorption Elements of Ceramics

鈴木耕拓*1、土屋文*2、百合あい*1、中田吉則*1

Kohtaku SUZUKI, Bun TSUCHIYA, Ai YURI and Yoshinori NAKATA

Abstract

Lithium zirconate absorbs water vapor at the normal temperature in the atmospheric air, and desorbs hydrogen gas during heating. Hydrogen production methods using lithium zirconate have been studied at the Wakasa Wan Energy Research Center. A method of preparation and production of lithium zirconate was confirmed, and absorption and desorption gas is analyzed.

要約

リチウムジルコネートは、大気中で水蒸気を吸収し、加熱することにより水素ガスを発生させることが示唆されている。若狭湾エネルギー研究センターではこの性質を利用した水素製造手法の開発を進めている。リチウムジルコネートの製造手法を確立し、リチウムジルコネートが吸収する大気成分、および加熱により放出するガス成分について分析した。

緒言

これまで若狭湾エネルギー研究センターでは名城大学と共に、セラミックの水蒸気吸収・水素放出メカニズムを研究してきた。リチウムジルコネートなどのある種のセラミックは、大気中で水蒸気を吸収し、それ自身の重量が増加する。その後加熱することによって、水蒸気と共に水素ガスの発生が示唆されているが¹⁾、実際の水素発生量は良く分かっていない。開発が進み大量の水素ガスを製造することができれば、クリーンなエネルギー源として近年の環境問題に貢献できると考えられ、令和2年度からセラミックによる水素製造についての研究開発を開始した。まずセラミック製造手法を確立し、セラミックが大気成分を吸収し重量増加することの確認等を実施してきた。次の段階として、セラミックが吸収するガス、および加熱により放出するガスの成分分析および定量分析が必要であるため、ガス定量分析手法を開発する。

セラミックの評価

1. セラミックの製造

令和2年度では、リチウムジルコネート(以下セラミックと表記)の製造手法を確立し、令和3年度では製造時の焼成温度を変更したときの大気中保管時の重量増加を調査した結果、800-1000℃の焼成温度のときが最も重量が増加していることが分かった。今年度は炭酸リチウムと酸化ジルコニウム粉末の配合割合を変更しながら重量増加を調査した結果、配合割合が1:1の場合で最も重量が増加していることが分かった。このため、以降の研究では配合割合を1:1としてセラミック製造を行うことにした。セラミックの大きさは15mmφ、厚さ1mm程度で重量は0.5g程度となるように統一した。図1に作製したペレットの写真を示す。

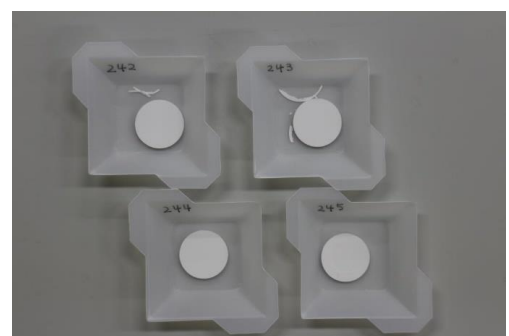


図1 作製したペレット

2. セラミックの重量増加

作製したセラミックを大気中で保管することにより、セラミック自身の重量増加を測定した。セラミックの炭酸リチウムと酸化ジルコニウム配合割合が1:1で焼成温度が800-1000℃のとき、重量増加が最も多く最大で30%の増

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、*2名城大学

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、名城大学と共同で実施したものである。

加が見られた。およそ1週間程度で10%増加、2週間程度で20%増加し、一か月ほどすると重量増加はほぼ見られない結果となった。

3. セラミックが吸収するガス

大気中に保管したセラミックが重量増加するということは、大気成分を吸収していると考えられる。どのような大気成分が吸収されているか分析するために、ガスクロマトグラフを使用した。ガスクロマトグラフ分析ではカラムと呼ばれる細い管に気体を通し、通過した気体をイオン化し四重極質量分析計(Q-Mass)により成分を特定する。カラムを通過する時に、気体ごとに移動度が異なるため、測定開始からの時間で気体の種類を区別することが可能である。図2のように、ペレットをバイアル瓶に封入しておき、一週間程度保管した後、瓶内の大気成分をガスクロマトグラフにより分析した。この結果、試料を入れた瓶では二酸化炭素が検出されなかったのに対し、入れていない瓶では二酸化炭素が検出された。これまでの研究から水蒸気および二酸化炭素が吸収されていることが示唆されており³⁾、同様の結果となった。本測定の前後でペレットの重量を測定した。瓶内の二酸化炭素の重量は、ペレットの重量増加量の半分程度であったことから、水蒸気と二酸化炭素は、およそ1:1の重量比で吸収されたと考えられる。



図2 バイアル瓶に封入したペレット

4. 加熱ガス分析の水素定量

大気成分を吸収し重量増加したセラミックを加熱することで、発生するガスを分析するために用いるのが、加熱ガス分析装置である。この装置は真空中で赤外線により試料を加熱し、発生した気体をQ-Massで分析する。Q-Mass分析では気体をイオン化するため、水(H₂O)を測定すると、一定量のOHおよびH₂が検出される。水素ガスも同時に出る場合は水からの寄与を差し引く必要がある。このため、純水のみを加熱ガス分析装置に導入しH₂O、OH、H₂を同時に測定し検出比を求めることで、H₂測定量から差し引き実際の水素ガス量を導出できるようにした。

5. セラミックから発生する水素ガス量

大気成分を吸収したセラミックを加熱ガス分析装置により、加熱分析した。加熱によりセラミックからは、H₂Oと二酸化炭素が多く測定された。この結果は、これまでの研究やガスクロマトグラフの測定を支持している。H₂O、OH、H₂を同時に測定し、H₂O由来のH₂量を差し引いて水素ガス発生量を求めた結果、セラミック1gに対して約1μgの水素ガスが発生していることが推定された。ただし、差し引く前の量と差し引く量がほぼ同じ水準であるため、誤差は大きいと考えられる。

結言

今年度は、セラミックが吸収する大気成分について主に評価した。まず、各種分析で使用する際の不確定さを少なくするため、セラミック作製条件およびペレットの大きさを統一した。次に、セラミックが吸収する大気成分を分析するため、セラミックをバイアル瓶に封入し、瓶内の気体をガスクロマトグラフにより分析した結果、二酸化炭素が無くなっていた。よってセラミックが水蒸気と二酸化炭素を吸収していることが分かった。さらに、セラミックから放出される水素ガスを定量分析するため、加熱ガス分析装置の水素ガス定量手法を開発した。これを用いて、セラミックの加熱ガス分析をした結果、セラミックから発生したと考えられる水素ガス量を特定することができた。

今後は、発生する水素ガス量を増加させるため、セラミック表面への触媒の蒸着やイオン注入等による表面改質を行う予定である。

参考文献

- 1) 出願番号 2009-039062、公開番号 2010-194393、特許 5302043
- 2) K. Suzuki, *et al.*, Nucl. Inst. Meth. B 478, 169-173 (2020)

2.5.2.2

溶融ナトリウムを用いたアンモニア合成装置の開発
Development of Ammonia Synthesis Equipment Using Molten Sodium遠藤伸之
Nobuyuki ENDO**Abstract**

It has been reported that ammonia can be synthesized by passing a mixture of hydrogen and nitrogen gases through molten sodium. We have started the development of ammonia production using this reaction. Establishment of analysis method and reaction analysis necessary for development of ammonia production method were carried out.

要約

水素と窒素の混合ガスを溶融ナトリウム中に通すことでアンモニアが生成することが報告されている。我々はこの反応を利用したアンモニア製造手法の開発を進めている。新しいアンモニア製造手法を開発するために必要な分析手法の確立と、反応解析を実施した。

緒言

水素キャリアとしてとしてのアンモニアは、国が掲げる水素基本戦略において早い導入が期待されており、液化水素に比べ取り扱いが容易なことから、既存の輸送手段が利用できるなどのメリットがある。しかし、現在の主なアンモニア製造法は、高温高压下での反応となり、エネルギー効率が悪く、大型のプラントが必要である。物質・材料研究機構において、溶融ナトリウムを用い、従来法より低温・常圧下でアンモニアが得られる反応が見いだされている¹⁾。この手法は、加熱したナトリウムに窒素と水素の混合物を通すことでアンモニアが生じ、加圧が不要であることから、維持管理が容易で装置の小型化も期待される。そのため、需要に応じた柔軟な運用が可能となり、ローカル水素サプライチェーンの構築に適切なシステムとなり得る。しがしながら、現状ではアンモニアの生成量が著しく低い状況である。本研究では実用化に向けた課題として、化学的反応機構の解明と、反応を促進する条件の最適化の探索を行い、アンモニアの生成・回収量を増やすことを目的とした。

結果の概要

本研究では、ナトリウムが存在する混合ガスにおいて、アンモニアを確実に計測できることが必須であることから、アンモニアや他のガスを定性・定量できる分析手法を確立する必要がある。クロマトグラフ質量分析装置がナトリウムの存在するガス分析に有効であることを見出し、これら手法の適用性を確認するため、ナトリウムの取扱い技術を有する県内企業にて模擬ガスを作製し、アンモニアおよび他のガスを上記手法で分析できることを実証した。また、アンモニア合成反応を正確に把握するには、反応環境を精密に制御できる装置が必要となることから、20mL、50mLの小型ステンレス製反応容器に、温度・圧力制御およびガス回収が可能な各部品を接続した卓上の超小型反応装置を製作し、アンモニア合成によってできる反応生成物の分析と反応解析を開始した。

結言

今年度は、加熱溶融ナトリウムに水素-窒素混合ガスを導入することで、加圧環境でなくともアンモニアが生成することを明らかにした。またナトリウムを含む反応生成ガス中のアンモニアを分析する手法を確立した。

今後は、超小型実験装置を用いた反応生成物の分析と反応解析を継続し、詳細なデータを蓄積する。また、アンモニア生成反応を促進するため、温度・ガス流量などの反応条件の最適化や金属粒子の添加などの反応促進剤を試して効果を検証する。さらに、実用化に必要なデータを取得するため、新たに反応スケールを大きくした小型試作装置を設計・製作する。

参考文献

- 1) F. Kawamura, T. Taniguchi., Scientific Reports, 7, 11578 (2017)

*1 (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室
本研究は、(公財) 若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として実施したものである。

2.5.2.3

ナノ構造化を活用した新規水素貯蔵材の開発
—気相からの急冷とイオン照射—

Development of New Hydrogen Storage Materials by Making Use of Nanometer-scale Structuring
– Rapid Cooling from Vapor Phase and Ion Irradiation –

石神龍哉^{*1}

Ryoya ISHIGAMI

Abstract

We have studied a method for production of hydrogen storage materials which include nanometer-scale gaps and cavities by rapid condensation from vapor phase or ion irradiation. Evaporation of magnesium at an Ar pressure of 3×10^{-2} Pa deposited grains of magnesium with a size of 1 μm to a film of which inside has a nanostructure with nanometer-scale gaps. A thermal desorption spectrum of H_2 from a magnesium plate which was irradiated with hydrogen ions was measured. The peak temperature of the desorption was almost same as that from MgH_2 powder.

要約

気相からの急冷又はイオン照射により、ナノスケールの隙間や空洞を含有する水素貯蔵材料の作製方法の研究を行った。Ar ガスを導入し 3×10^{-2} Pa の真空度でマグネシウム(Mg)を成膜すると、1 μm 程度の大きさの Mg 粒子がナノスケールの隙間を持って堆積した膜が形成された。また、Mg 板に水素を照射し、その後に水素の昇温脱離スペクトルを測定すると、水素の放出ピーク温度は、 MgH_2 粉末からの水素の放出温度とほぼ同じであった。

緒言

現代では温室効果ガスの排出量を全体としてゼロとするカーボンニュートラルの実現のため化石燃料を使用しない社会が望まれており、また安定したエネルギー供給には化石燃料の産出国に依存しないエネルギーシステムの構築が必要である。水素は発電、船舶や車両用の燃料、製鉄などの産業への利用が可能であるため、外国で製造された大量の水素を日本に輸送する計画が国レベルで推進されており、輸送や貯蔵の方法はほぼ決まっている。一方で水素の消費量増大や、災害時における地域のエネルギー供給網の構築を図るためには、地域分散・自立型エネルギーシステムの普及が必要である。

本研究では、材料中にナノスケールの隙間や空洞を形成し、そこに水素を吸着・吸蔵することで、より低い圧力で水素を輸送・貯蔵でき、より安全、安価で軽量な水素貯蔵材料の開発を目指して研究を行った。

成果の概要

1. 気相からの急冷によるナノ構造導入の試み

液体窒素によって冷却された基板に不活性ガス中で Mg など水素化物を形成しやすい金属を堆積させると、金属原子と不活性ガス分子が混合した物質が形成され、その状態から温度を上げると不活性ガス分子が放出されナノスケールの空洞を持った金属が形成されると考えた。そこで、成膜中にガスを導入しない通常の成膜条件と、Ar ガスを導入して成膜室内の圧力を上げた条件で Mg 膜を電子ビーム蒸着法で作製し、走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。成膜には、福井県内の企業である株式会社エツミ光学の電子ビーム蒸着装置を使用した。ただし、今回の基板温度は室温とした。蒸着源には純度 99.9%、直径 25 mm、高さ 10 mm の円柱状 Mg を用いた。成膜装置には複数のルツボが設置されており、それぞれのルツボに蒸着源を 1 個ずつ入れた。この装置には、成膜基板の位置に水晶振動子膜厚計が設置されており、成膜速度が小さくなるとその蒸着源を使い切ったと判断し、次のルツボに自動的に移動する機構が付いている。基板にはシリコン (Si) ウェーハを用い、Mg の膜厚は 1 μm を目標とした。Ar ガスを導入すると蒸発した Mg が Ar に衝突し直進できないため基板に到達できる Mg が減少する。そのため、ガスを導入せず 1×10^{-3} Pa 付近で成膜した場合には蒸着源を 2 個使用したが、Ar ガスを導入し 3×10^{-2} Pa で成膜した場合には蒸着源を 3 個使用した。Ar ガスを導入しなかったときと導入し

^{*1}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として実施したものである。

たときに得られた Mg 膜の断面 SEM 写真をそれぞれ図 1 (a) および (b) に示す。これらの写真から、Ar ガスを導入すると 1 μm 程度の大きさの Mg 粒子が隙間を持って堆積していることが分かる。また Ar ガスを導入した方が、膜が厚いように見える。水晶振動子膜厚計では両方とも 1 μm であることから、Ar ガスを導入した方が膜の密度が低く、粒子間の隙間が多く形成されたと推測される。また成膜中にルツボを交換したことにより、図 1 (b)では見えないが、図 1 (a)では膜面に平行に白い線が入った。図 1 (a)のみで見られたのは、基板にほぼ平行に膜が成長したためと考えられる。

1. イオン照射によるナノ構造導入の試み

イオンを固体に照射すると固体中の原子が弾き飛ばされ、原子空孔やその集合体といったナノスケールの乱れが形成される。そのような欠陥や結晶粒界に吸着する水素の結合力は小さいと考えられるため、Mg 原子と化学結合した水素よりも低い温度で放出されると期待される。そのためここでは、Mg に水素イオンを照射し、その後昇温することで水素が放出される温度と放出水素量を測定した。純度 99.9%、厚さ 0.1 mm の Mg 板に、表面研磨や不純物除去を行わずに室温で 190 keV の H_2^+ イオンを 40 分間で 3.5×10^{17} H atoms/cm² 照射した。シミュレーションコード SRIM の計算から、この照射量のときには Mg に対する H の組成比が最も大きい深さにおいて H/Mg = 0.4 であると推定される。この Mg 板からの水素の昇温脱離スペクトルを測定した結果を図 2 に示す。水素を注入しなかった Mg 板のスペクトルも重ねて示す。昇温速度は 5°C/分とした。図 2 から、購入したままの Mg 板にも水素が含まれていたことが分かる。また、注入したことによって増加した放出水素は 320°C 付近が放出ピークとなった。MgH₂ 粉末からの水素の放出も 300°C 付近がピークであることから、放出された水素は Mg と化学的に強く結合していたと推測される。また、照射された水素量に対して放出された水素量は 19% しかなかった。表面に酸化膜が形成されていたため、照射された水素が単体 Mg の領域まで到達できなかったことが原因の一つと考えられる。これらの結果から、Mg 板は水素を照射する前に酸化膜を除去し、加熱により水素を放出し、また H/Mg が 2 以上になるように照射量を増加させるなどの改良の必要があることが分かった。

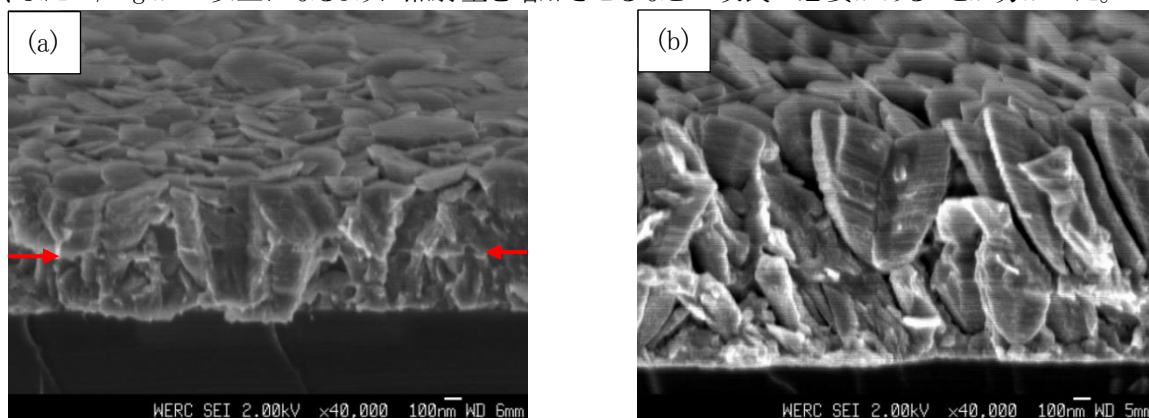


図 1 (a)ガスを導入せず 1×10^{-3} Pa 付近で成膜された Mg 膜(白い線を赤い矢印で示す)、(b) Ar ガスを導入し 3×10^{-2} Pa で成膜された Mg 膜の断面 SEM 写真

結言

Ar ガスを導入し高い圧力で Mg を成膜すると、導入しないで成膜した場合と比較して Mg 粒子間に隙間が多く形成された膜が作製できることが分かった。また、Mg 板に水素イオンを照射した後に水素を昇温脱離した結果、水素の放出温度は MgH₂ 粉末とほぼ同じであり、これは照射によって導入された水素も、MgH₂ 水素化物と同様に、Mg と強く化学結合していたためと推測される。

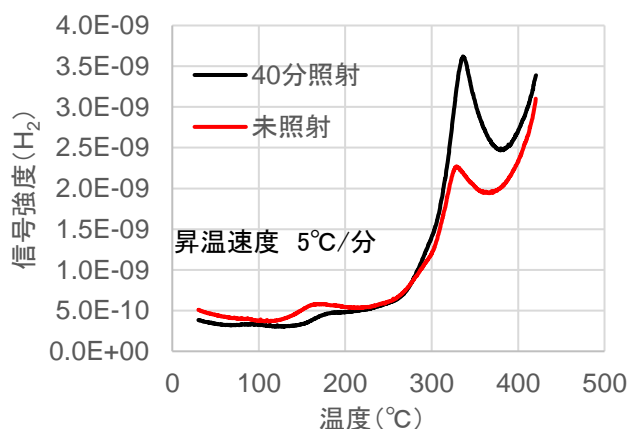


図 2 水素を 40 分照射した Mg 板と何も照射しなかった Mg 板からの水素の昇温脱離スペクトル

2.5.2.4

ナノ構造化を活用した新規水素貯蔵材の開発
 ー摩擦強加工による金属材料のナノ構造化ー

Development of New Hydrogen Storage Materials by Making Use of Nanometer-scale Structuring
 -Nanostructure formation in Metals by Severe Surface Friction-

安永和史*¹、加藤寛敬*²

Kazufumi YASUNAGA and Hirotaka KATO

Abstract

Formation of nano-sized defects into hydrogen storage materials may improve their hydrogen absorption and desorption property. Sliding friction on the surface of a pure Mg disk induces severe plastic deformation on the machined surface. During the process of the deformation, it was expected to form nanostructure on the surface of the Mg disk. A cross-sectional TEM observation of a severely deformed surface of Mg disk revealed that nm-sized crystal grains and dislocation loops were formed below the specimen surface.

要約

水素吸蔵材料中にナノサイズの欠陥を導入すると、水素の捕獲サイトとして機能することにより水素の吸放出特性が改善する可能性がある。そこで、摩擦強加工により純 Mg 円盤試料へ強度の塑性変形を誘起させナノ構造の導入を図った。加工後の Mg 試料を TEM 断面観察することにより、試料表面から数マイクロメートルの深さにおいて、微細結晶粒及び転位ループが形成されることが判明した。

緒言

水素の吸蔵能力のある金属または合金中に、転位や結晶粒界等のナノサイズの欠陥を高密度に導入することにより、水素の吸放出量の増大及び吸放出温度の低下等の吸放出特性を改善する可能性があると考えられる。滑らかで硬度の高い超硬材料等を用いて、金属材料の表面を摩擦強加工すると強度の塑性変形を誘起することが可能で、それに伴い表面下の領域に高密度のナノサイズの欠陥が形成されると期待される。そこで、回転中の金属円盤試料の約 10 mm 幅の外周領域を、荷重負荷した超硬製の円柱治具で摩擦強加工が可能な装置を設計・試作した。この試作装置を用いて、純 Mg の円盤試料を摩擦強加工することによりナノ構造が導入されるかについて調査した。

成果の概要

図 1a は、摩擦強加工装置の主要部である。主要部は、真空中及び希ガス等のガス雰囲気中での強加工を可能とするために金属製のチャンバー内に設置されており、チャンバーの側面には、真空排気用のドライ真空ポンプやガスボンベ等の配管が取り付けられている。摩擦強加工装置の支柱（金属製の平板）の両端には、試料への荷重負荷用の 2 つの錘及びバランス調整用の錘がそれぞれ設置されている。試料への最大負荷荷重は 98 N である。支柱のバランスは、荷重負荷用の錘を未設置の状態、支点とバランス錘の距離を調整することにより、試料に荷重が負荷されない状態に調整する。図 1a 中の矢印で指示するように、2 つの錘の中間領域の下に試料を固定する試料回転台が存在する。図 1b は、中心にネジ固定用の穴の開いた金属円盤試料を設置した状態の試料回転台の様子である。試料回転台の最大回転速度は、3000 回転/min である。

図 2 は、摩擦強加工治具の先端部の側面の様子である。直径 10 mm の超硬円柱は、平面加工した面を平ネジで押さえつけて治具に

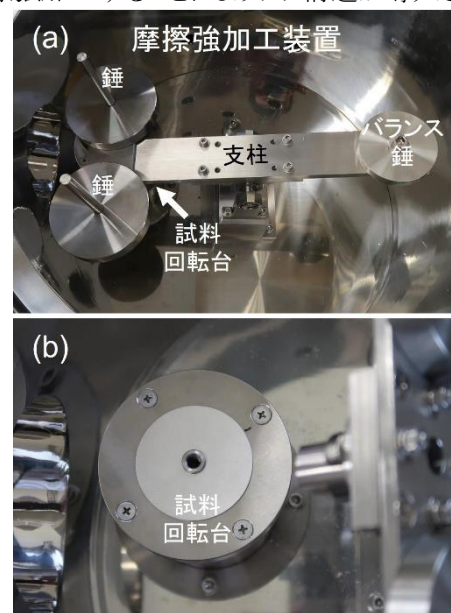


図 1 摩擦強加工装置の主要部の構造

*¹(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、*²福井工業高等専門学校機械工学科
 本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県からの受託研究として、福井工業高等専門学校と共同で実施したものである。

固定されている。金属円盤試料は、超硬円柱先端を外周部に接触させ回転させることにより、約 10 mm 幅の領域を摩擦強加工可能である。

試料は、純度 99.9% の Mg (不二ライトメタル株式会社) の円盤型試料 (60 mm ϕ 、1 mm t) である。摩擦強加工は、負荷荷重は 2 kgf、回転速度 1000 回転/min、加工時間 5 min の条件で行った。図 3 は、摩擦強加工後の Mg 円盤試料の外周部の表面状態を示す光学顕微鏡像である。超硬治具との摩擦により表面は強加工されると同時に摩耗により凹凸が生じて、曲線状の筋として観察されている。点線で囲まれた領域は、断面 TEM 観察用の薄膜試料を集束イオンビーム (Focused ion beam: FIB) 装置を用いて加工・取得した領域である。断面薄膜試料は、摩擦痕に平行になるように加工した。

図 4 は、FIB 加工された薄膜試料の表面近傍の TEM 明視野像である。白矢印で示す微小な結晶粒が観察され、その平均粒径は 36 nm と評価された。微小結晶粒の形成は、表面から約 300 nm の極表面近傍領域に限定されていた。図 5 は、表面から約 5.5 μm の深さ領域の TEM 明視野像である。白矢印で示す一様に分布した転位ループが観察され、その平均直径は 39 nm と評価された。これらの結果から、摩擦強加工により表面近傍には結晶粒が、表面から深さ数 μm に及ぶ領域では転位ループが、平均粒径及び直径共に数十 nm のサイズの欠陥として形成され、ナノ構造の導入が実現されていることが確認された。表面からの深さに依存した結晶粒及び転位ループの形成は、摩擦強加工による塑性変形量の大小に起因した現象であることが示唆される。また、微小結晶粒が極表面近傍にのみ形成された原因として、摩擦強加工中の Mg 試料表面の損耗が挙げられ、加工後の試料付近に摩耗粉が実際に確認されている。摩耗粉の発生を低下させることにより、微小結晶粒の存在する表面からの深さを増大可能と考えている。今後、摩擦強加工の条件と結晶粒形成領域の深さの関係を調査する予定である。

結言

水素吸蔵材料の特性を改善することを目的として、金属中にナノサイズの欠陥を導入する手法として摩擦強加工を選択し、装置を設計・試作した。摩擦強加工を金属材料に施すと、試料表面に強度の塑性変形を誘起可能で、その際にナノサイズの欠陥が導入されるか調査した。その結果、純 Mg 円盤試料の外周部を摩擦強加工すると、微小結晶粒及び転位ループが試料表面から数マイクロメートルの深部にわたり形成されることが明らかになった。今後、摩擦強加工に伴う摩耗粉の低減や実際に水素吸蔵特性が変化・向上するのかについて調査する予定である。

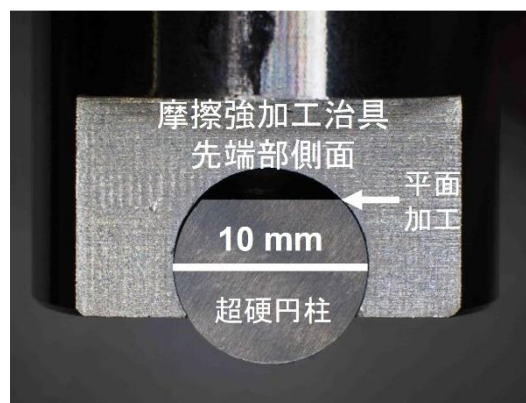


図 2 摩擦強加工治具の先端部の構造

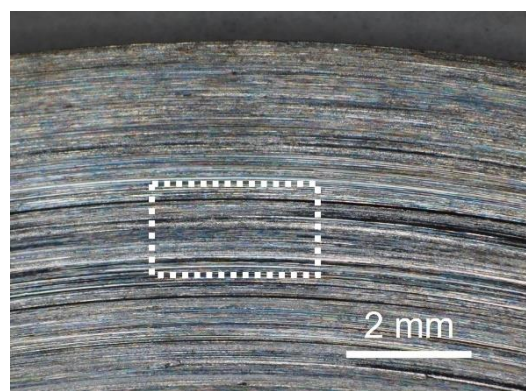


図 3 摩擦強加工後の Mg 試料の表面

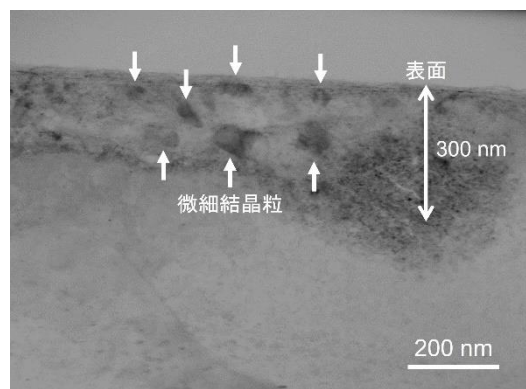


図 4 摩擦強加工後の Mg 試料の表面近傍に形成された微小結晶粒

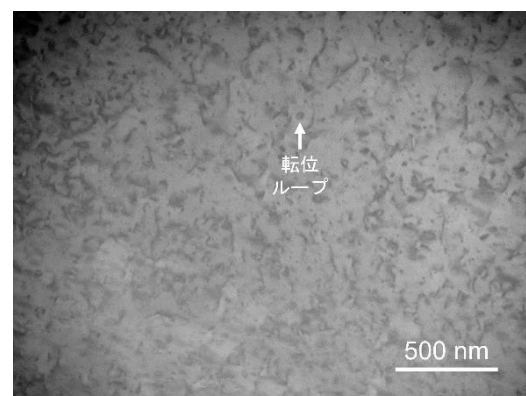


図 5 摩擦強加工後の Mg 試料の深さ数 μm の領域に形成された転位ループ

2.5.2.5

加速器照射を利用した規則型 Fe-Al 合金中の空孔制御による多量水素貯蔵に関する研究
 Study of Hydrogen Absorption Behavior of Vacancies in Fe-Al Compound Alloy Introduced by Irradiation
 Using Particles Accelerator

堀史説^{*1}、徐虬^{*2}、大澤一人^{*3}、安永有史^{*4}

Fuminobu HORI, Qiu XU, Kazuhito OHSAWA and Kazufumi YASUNAGA

Abstract

Some compound alloys are considered as one of candidate for hydrogen storage material that can capture and store hydrogen atoms in vacancies. Vacancy is a lattice defect which is formed by removing the atom from lattice site. In this study, therefore, electron irradiation has performed for B2 ordered Fe-Al alloys by using linear accelerator in order to create vacancy type defects, and hydrogen atoms were introduced by electrochemical method. As a result of analyzing them by X-ray diffraction and thermal desorption analysis measurements, it was found that hydrogen atoms are trapped in the vacancies at normal temperature and pressure without affecting the crystal structure, and they are released from vacancy when heated up to 653 K.

要約

水素貯蔵の新たな方法の候補として、ある合金中の原子空孔と呼ばれるナノ空間への水素捕獲を利用することが考えられる。本研究では、原子空孔による水素原子捕獲挙動解明を目的とし、電子照射で空孔を導入した B2 型規則配列構造を持つ Fe-Al 合金に対し、電気化学的に注入した水素原子の原子空孔への捕獲状態と放出温度などの評価などを行った。その結果、電子線を導入した空孔内に水素が常温・常圧において捕獲され、温度を 653 K まで上昇させると脱離が確認された。また、材料のマクロな結晶構造に、水素の捕獲や脱離は全く影響しないこともわかった。

緒言

水素はその資源の豊富さや人体への影響の低さなどに加え、二酸化炭素を排出しないことなどからクリーンな次世代エネルギーとして全世界的に注目されている。しかし、水素はある条件下で爆発の可能性がある気体であるため、その貯蔵や運搬方法とそれらの容器など保存に関するコストや安全性が課題である。そこで、水素を安定、大量かつ簡便・安全なプロセスにて貯蔵放出できる材料研究が盛んに行われている。水素吸蔵合金は金属を材料とした水素貯蔵材料であるが、そのほとんどが水素化物を生成して安定に水素を貯蔵するものであり、高価な元素を用いることや水素貯蔵プロセスにおいて高温高圧反応を伴うなど多くの課題を抱えており実用化が進んでいない。金属間化合物の1つである Fe-Al 合金は、空孔を多く含む合金として知られており、侵入した水素は空孔へ捕獲されると考えられている。第一原理計算によると、B2 型構造をとる Fe-Al 合金では単一空孔あたりに 8~12 個の水素が安定に捕獲される。このような空孔あたりの複数水素原子捕獲は他の合金系ではほとんど報告がない。本研究では、水素化物を形成せずに、水素原子の空孔への捕獲を利用した水素貯蔵への応用を模索するための基礎研究を行っている。そのため、合金への空孔型欠陥の導入制御と水素注入による空孔への水素捕獲状態及び、脱離放出過程についての知見を得ることを目的として、Fe-Al 合金に加速器照射によって空孔を導入することで水素貯蔵材料としての開発を目指し、空孔導入制御と水素捕獲量の定量化などを行う。本年度は、欠陥をできるだけ除去した B2 型 Fe-Al 合金を作成し、電子線で単一空孔を導入した場合の水素捕獲・脱離特性について評価を行った。

成果の概要

合金作製と照射及び水素注入

高純度母材の Fe とアルミニウムから Fe-50at.%Al の組成合金でアーク溶解にてボタン材を作製し、3 mm×4 mm×1 mm の板状に切り出した。これを均質化と残留欠陥の除去のため 1273 K で 20 時間の熱処理後に 1023 K まで 50 K 毎に 5 時間温度を下げ、973 K で 72 時間保持後に水中で急冷した。これらの試料を水中で 40°C に維持したままエネルギー 8 MeV、フラックス $1 \times 10^{18} / \text{cm}^2$ の電子線を照射した。電子線照射は京都大学複合

^{*1}大阪公立大学大学院・工学研究科、^{*2}京都大学・複合原子力科学研究所、^{*3}九州大学・応用力学研究所、^{*4}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
 本研究は、公募型共同研究事業として(公財)若狭湾エネルギー研究センターが大阪公立大学、京都大学および九州大学と共同で実施したものである。

原子力研究所電子線加速器を用いて行った。照射前と後の水素注入後に陽電子消滅寿命測定および X 線回折測定(XRD)を行い、水素注入は 0.01 g の NH_4SCN を加えた 1×10^{-3} mol/L の硫酸性酸性溶液 50 mL に試料を陰極としてセットし電流密度 0.1 A/cm^2 、室温条件下で 8 時間電流を流して水溶液中で電気化学的な電解水素注入により行った。

加速器照射導入空孔への捕獲水素の放出挙動

図 1 は、電子線照射前後、および照射後に水素注入した Fe-Al 合金の XRD スペクトルの変化を示す。図で示されるピークは B2 構造の (211) 回折を示しており、照射後に高角度側に移動しその後の水素注入により完全ではないが元の低角度側に移動している。これは、電子線照射で空孔が導入されたことによる格子の収縮が起こり、その後の水素注入で、水素原子が空孔中の空間に捕獲されたために格子の歪み緩和が起こったためと考えられる。元の位置に完全に一致しないのは、空孔位置に入った水素原子は元の金属元素に比べ歪み緩和効果が小さいためであると考えられるが、いずれにしても欠陥導入と水素捕獲による B2 構造の大きな乱れは起こらなかった。

図2は 8 MeV 電子線照射で空孔を導入した Fe-Al 合金に電気化学的に水素注入した試料の昇温脱離ガス分析(TDA)による水素放出挙動を示す。この図から明らかなように、 380°C (653 K) 付近に明確な水素放出ピークが現れた。電子線照射で導入されたのは原子空孔のみであることから、この放出ピークは明らかに空孔に捕獲された水素の放出であり、その放出温度が確認できた。

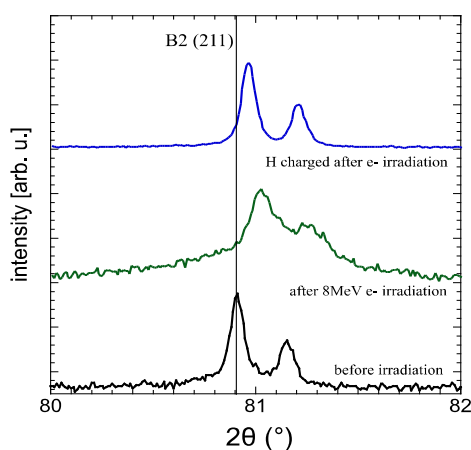


図 1 照射および照射後水素注入した Fe-Al 合金の XRD プロファイル。

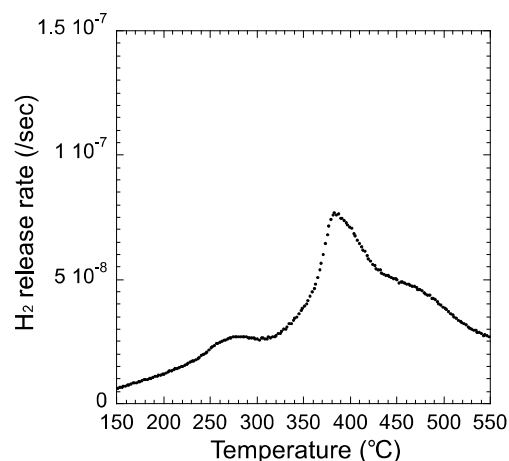


図 1 電子線照射した Fe-Al 合金に電解水素注入した試料の TDA による水素放出挙動。

結言

電子線照射で導入できる非平衡のナノサイズ空間である原子空孔に水素原子が捕獲されることが示され、その空孔からの水素の再放出温度が特定できた。また、この手法では材料に加圧や加熱することなく水素が空孔へ捕獲される負荷の低いプロセスであることも示された。今後はイオン加速器を用いた水素の原子空孔と水素の同時注入を行った場合の水素捕獲と放出挙動も調べていく予定である。

2.5.2.6

自然エネルギーによる水素製造のためのマグネシウム再生技術の開発

Development of Magnesium Regeneration Technology for Hydrogen Production by Renewable Energy

山岸隆一郎*¹、木村忠剛*¹

Ryuichiro YAMAGISHI, Tadamasa KIMURA

水素は化石燃料に替わる次世代エネルギー源として期待されているが、社会実装には課題が山積しているのが実情である。そこで、比較的軽量で、気体や液体での取り扱いしかなできない水素よりもはるかに取り扱いの容易なマグネシウムをエネルギーキャリアとして介在させることで、現状の課題の解消を行うと同時に、持続可能なエネルギーサイクルをも実現させるための検討を行った。

マグネシウムをエネルギーキャリアとすることで、水素を高圧気体や液化状態などで輸送・貯蔵する従来の方法に比べ、エネルギー資源として安定的に保持することが可能となる。また、水素利用の課題解消という点においても、製造／輸送・貯蔵／利用の全局面にて有効的に機能すると考えられるが、単にマグネシウムを水素源として消費するだけでは酸化マグネシウムが残存するのみで、エネルギーサイクルとはならない。しかし、この酸化マグネシウムを自然エネルギーによって還元し、再利用するサイクルを構築することができれば、エネルギー輸送・貯蔵の安定性の向上と、水素エネルギー循環システムの構築という2つの課題の達成ができる。

そこで本研究では、太陽熱によるマグネシウムの製錬（還元）と、水によるマグネシウムの酸化に伴う水素生成に関わる実用的な技術を、エネルギーサイクルの実現に向けた要素技術と位置づけ、これまでの研究^{1)~6)}にて、自然エネルギーである太陽光を集光して熱源とする太陽炉を用い、二酸化炭素を排出せずにマグネシウムを還元することが可能であることなどを示してきた。

令和3年度は、水素エネルギー源の選択肢の一つとしての社会実装を目指し、マグネシウム循環利用構想の利点や研究成果を周知・広報するための展示素材の整備や、国内外の機関や企業への広報活動を実施した。今後も、これらの活動を継続することとする。

参考文献

- 1)平成28年度研究年報「マグネシウムの酸化還元反応を活用した水素エネルギー循環サイクルの構築可能性調査」
- 2)平成29年度研究年報「マグネシウムの酸化還元反応を活用した水素エネルギー循環サイクルの構築」
- 3)平成30年度研究年報「マグネシウムの酸化還元反応を活用した水素エネルギー循環サイクルの構築」
- 4)平成30年度研究年報「太陽炉と太陽熱エネルギー利用研究」
- 5)令和元年度研究年報「自然エネルギーによる水素製造のためのマグネシウム再生技術の開発」
- 6)令和2年度研究年報「自然エネルギーによる水素製造のためのマグネシウム再生技術の開発」

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー開発グループ

2.6. 多様な分野の活動を支える技術開発

2.6.1. 加速器技術の開発・高度化

2.6.1.1

若狭湾エネルギー研究センター加速器施設の現状

Current Status of the Accelerator Facility at the WERC

羽鳥聡*¹、栗田哲郎*¹、山田裕章*¹、山口文良*¹、淀瀬雅夫*¹、廣戸慎*¹、清水雅也*¹、湊上隆太*¹、小田部圭佑*¹、
古川靖士*¹、羽田祐基*¹

Satoshi HATORI, Tetsuro KURITA,

Hiroaki YAMADA, Fumiyoshi YAMAGUCHI, Masao YODOSE, Makoto HIROTO, Masaya SHIMIZU,

Ryuta FUCHIKAMI, Keisuke OTABE, Seiji FURUKAWA and Yuhki HANEDA

Abstract

One of the most important efforts for the stabilization of the high tension of the tandem accelerator is to control resistance in the divider the resistors and prevent the dispersion in the whole of the resistance value characteristic. A failure related to the workability in the mounting a pair of resistors caused an instability in the ohmic resistance at the joint of the resistors. The instability yielded fluctuation in the acceleration high tension and led to dangerous consequence of earth fault. A power supply for the injector of the tandem accelerator also had to be replaced because of degradation in the insulation performance. Spread of COVID-19 forced us to postpone the replacements of the dividers for the accelerator tube, discharge points and RF oscillator for generation of the acceleration high tension to FY2022.

要約

タンデム加速器の加速高電圧の安定化に重要なことのひとつに電位固定用の抵抗素子の抵抗値均一化がある。抵抗素子の取り付け不具合から抵抗値の不安定さをうみ、これが不安定な加速電圧の原因となり、タンク放電まで引き起こした。また絶縁性能劣化から入射用の前段加速電源も交換する必要が生じた。

新型コロナウイルス蔓延の影響により、2021年度に予定していた加速管分割抵抗器と放電ギャップ電極の更新、そして加速高電圧用高周波発振器の更新は2022年度に延期となった。

緒言

2016年度から取り組んでいるタンデム加速器の昇圧回路素子の抵抗値均一化の試みは、加速器の多くの場所での放電を抑制する結果を生んでいる。2020年度の加速器定期点検で絶縁構造物や保護放電ギャップ電極に顕著な放電痕は見出せなかったが引き続き素子の抵抗値のばらつきを抑える試みが行われた。

定検直後に行った昇圧試験では印加電圧設定 4.7MV で低エネルギー側(L/E)コラム分割抵抗の電流値(コラム電流 I_{CL})が急減し、L/E 加速管分割抵抗の電流値(L/E デバイダー電流 I_{DL})が急増するという現象がみられた。一旦 4MV に加速電圧の上限を設定し、2021年度の実験を開始したが、3MV 付近で I_{CL} と I_{DL} が振動を起こすようになったため、実験を中断し調査を行なった。一部のコラム分割抵抗の連結部における分離による抵抗値の変動が原因であった。

また、タンデム加速器へイオン源からの負イオンを入射するための前段加速管へ電圧印加する電源(プレ加速電源)の絶縁性能劣化による電圧低下、それに伴う入射効率低下が発生した。他電源の流用及び絶縁構造物の応急処置や交換などで対応した。

これらの高電圧発生に関するトラブルにより生じたマシンタイム期間の縮小のため、2021年度のタンデム加速器の高電圧発生時間は、新型コロナウイルス蔓延によりマシンタイムが減少した2020年度の3703時間よりさらに減少し2842時間に留まった。新型コロナウイルス蔓延は2021年度事業計画にも影響を及ぼして、計画していたタンデム加速管分割抵抗器や放電ポイントの更新、タンデム加速器高電圧発生用高周波発振器の更新も部品入手困難のため、次年度に延期となった。

シンクロトロンに関しては高周波加速系のデジタル化が進められ、また、出射ビームラインのビームプロファイラモニターの改良が行われている。これらは、稿を割き詳細に報告する。

*¹(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県から施設管理を受託、実施する中で行なったものである。

タンデム加速器加速電圧変動

定検後の加速電圧昇圧試験において加速電圧を 4.8MV に設定したところで I_{CL} が急に減少し、その後上昇に転じた。呼応するように I_{DL} にも突変が見られた。L/E 加速管の大地電位側放電ギャップで放電が起こるなどリーク経路が生じると L/E 加速管を中心に支える中間サポートの放電ギャップで I_{CL} が I_{DL} や加速管放電ギャップ電流に分流する。同様に L/E コラムのターミナル側で沿面や放電ギャップに放電などのリーク経路ができると I_{CL} が I_{DL} に分流する。加速電圧上限を 4MV に設定し 4～5 月の実験を実施した。

イオン源切り替え時に加速器タンクを開放し L/E コラム、加速管を調査したが I_{CL} が分流した痕跡を見出せなかった。加速器を復旧後、重イオン源利用に備え再昇圧を行ったが、加速電圧 3.4MV 近傍で I_{CL} が急減したのちタンク放電を起こした。その後は 3.2～3.3MV 近傍で I_{CL} 下降復帰を繰り返すようになった。マシンタイムをいったん中断し L/E コラムのリーク経路の調査を行った。絶縁コラムは内部に積層構造を持っている。剥離により誘電率三重点を作りやすく放電の引き金になりやすい。高エネルギー側 (H/E) コラムも含めて超音波探傷による内部の剥離損傷の調査も行った。

コラムの表面の沿面放電痕は見つからなかった。また、中間サポートや加速管の放電ギャップにも放電痕はなかった。一方、L/E コラムの放電ギャップには、中間サポートよりターミナル側に連続して放電痕が見つかった。このため、L/E コラム内に放電経路があり、放電ギャップの放電痕は地絡時にできたものと推定されたが、H/E コラムも含めて前コラムの内部に剥離損傷は見出されなかった。

コラムの調査のためコラム抵抗を取り外したが、作業中にターミナルに近い1組(2本の抵抗器を M4 止めねじで連結している)の抵抗器の連結部で分離してしまった。止めねじが片側に偏りすぎた状態であった。このため、連結部の接触抵抗が不安定になった。 I_{CL} の減少は抵抗の増大の結果と考えられる。L/E に大地電位へのリーク経路が見つからなかったため、地絡は H/E 側で起きたと考えられる。コラム抵抗の抵抗値が不安定なためターミナルとターミナル電位の3/4あたりまで放電ギャップを通じショートした結果、ターミナル電位が下がった。その結果 H/E 中間サポート部で加速管と H/E コラムの間に電位差が生じ、中間サポート部の放電ギャップと H/E 加速管を通じて地絡を起こした。実際に H/E コラムのターミナル側、H/E コラム上のダイオードスタックのターミナル側、H/E 中間サポートの放電ギャップに放電痕が見出された。

L/E コラム抵抗の連結部の M4 止めねじは長さを 12mm から 20mm に変更し振り分けに偏りが生じにくくした。さらに中間に印をつけ連結時に印が最後まで見えるように絞めてゆくようにした。対策後には I_{CL} は安定した。

前段加速電源電圧変動

多段倍電圧整流回路(コッククロフトウォルトン回路)のガラスエポキシ基板の絶縁性能低下と CR 分割器を収納しコロナプレートを支えるポリ塩化ビニル(塩ビ)製筒表面の放電によるものと考えられる傷のために、-40kV 程度しか高圧を発生できなくなった(定格-220kV)。塩ビ筒は天地逆にして傷が放電の発生元とりにくいようにする応急処置をとり、高圧発生部にはシンクロトロン入射用の高電圧電源(-105kV)を用いる応急処置をとった。

加速管入口レンズの焦点距離とのマッチングを考慮するとタンデム加速器への入射電圧は 150kV は必要となる。新たな高電圧電源は 2022 年 3 月末に入手し、2022 年度に利用可能になる予定である。絶縁円筒は新たに製作し内部の損傷もチェックできるように透明な塩ビを用いた。

COVID-19 の影響

タンデム加速器の加速管の分割抵抗と放電ギャップ電極の更新、および加速高電圧発生用高周波発振器の更新を 2021 年度には計画していたが、新型コロナウイルス蔓延により電子部品の調達が間に合わず、2022 年度に延期した。

結言

タンデム加速器の加速高電圧の安定化はこのタイプの加速器にとって最重要課題であり、そのための我々の取組は、絶縁構造物表面の抵抗値の均一化、電位固定と電位の安定化、電位固定に用いられる抵抗素子の抵抗値の均一化である。しかし、一つのコラム抵抗器の取り付け不具合により抵抗値の不安定さが生じ、その結果、加速高電圧の不安定性や絶縁破壊(地絡)を生んでしまった。図らずも取り組みの正しさを証明した形になったが、今後も取り組みを続行するとともに点検・復旧工程の見直しも行なってゆく。

前段加速管への電圧供給は最高電圧 105kV で行なっているが、加速管入口のレンズ焦点距離とのマッチ

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県から施設管理を受託、実施する中で行なったものである。

2.6.1.2

シンクロトロン高周波加速制御系のデジタル化
Development of Digital RF Control System of a Synchrotron at WERC栗田哲郎*¹

Tetsuro KURITA

Abstract

A new RF control system is currently under development. By using FPGA, digital signal processing is realized all over the system. The new system utilizes MicroTCA.4 platform and AMC boards, which were developed by Mitsubishi Electric TOKKI Systems Corporation. In the report, the overview of new system, the progress of beam commissioning and the development status of operation interface software are presented.

要約

FPGA (Field Programmable Gate Array) を用いてデジタル化されたシンクロトロンの高周波加速制御系を開発している。新システムでは MicroTCA.4 をプラットフォームとし三菱電気特機システム(株)によって開発された AMC ボードを用いる。現在、試験中であり、システムの概要および開発状況、ビーム試験およびオペレーションインターフェースソフトウェアの開発について報告する。

緒言

現在、シンクロトロンの高周波加速制御系(LLRF:Low Level RF)の更新に取り組んでいる¹⁾。現有の LLRF 系は、建設当初から原発振器として DDS (Direct Digital Synthesizer) を使い、これを DSP (Digital Signal Processor) で制御するシステムであった。継続的にビームフィードバック系の改良²⁾や、位相ノイズの低減による加速効率の向上^{3),4)}などに取り組んできた。

しかし、継続的な保守が困難な状況にあり、様々な問題点も明らかになってきた。問題点を克服し、近年の技術的動向に追随したシステムとして、発振器およびフィードバック制御系、ビーム位置モニター信号処理系のすべてを FPGA (Field Programmable Gate Array) を用いたデジタル高周波信号回路で構築したシステムの開発を行っている。

新制御系の概要

図1に新システムの概要を示す。MicroTCA.4 をプラットフォームとして三菱電気特機システム(株)によって開発された AMC ボード⁵⁾を用いる。AMC ボードには、Xilinx 社の Zynq XC7Z045(FPGA + Arm Cortex-A9)が用いられており、内部の Linux 上で EPICS⁶⁾ IOC が動作しており、EPICS Channel Access を通じて設定とモニターを行う。

従来のシステムでは偏向電磁石の磁場強度の時間変化をデジタル化した B-Clock で周波数を更新するシステムであったが、加速器のタイミングシステムの時間周期クロックを参照した T-Clock での周波数の更新も選択できるようにしている。

空洞電圧は同期検波して I/Q 信号に変換してから、電圧および位相のフィードバック制御を行う。5次までのマルチハーモニクスに対応している。すべての高調波で電圧および位相のフィードバック制御を行うので、安定かつ精密な調整が行える。

ビーム位置モニター(BPM)信号処理系もシステムの一部として統合する。ビーム位置モニターからの信号は I/Q 信号に変換してから、ビーム位置(R-L)/(R+L)を演算する。

AD 入力の都合で、システムを三つの AMC ボードで構成する。一つは、空洞電圧と周波数の制御、および一つの BPM 信号の処理およびそれを用いたフィードバック制御である。2019 年度に製作した。もう二つの AMC ボードは、6台の BPM の信号を処理するもので 2020 年度末に製作が完了した。

ビームテストの状況

現在、偏向電磁石の変化を検出した B-Clock に従って周波数を更新する B-Clock モードでの試験を行っている。図2のようにビームの加速には成功している。現在、BPM 信号によってフィードバック制御による位相振動

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室、
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県から施設管理を受託、実施する中で行ったものである。

の抑制および横方向のビーム位置のフィードバック制御の試験及び不具合の対応に取り組んでいる。ADC-FPGA 間シリアル通信の同期がしばしば異常をきたし、ADC-FPGA 間に遅延が発生する不具合が頻発している。現在、三菱電気特機システム(株)とともに解決に取り組んでいる。

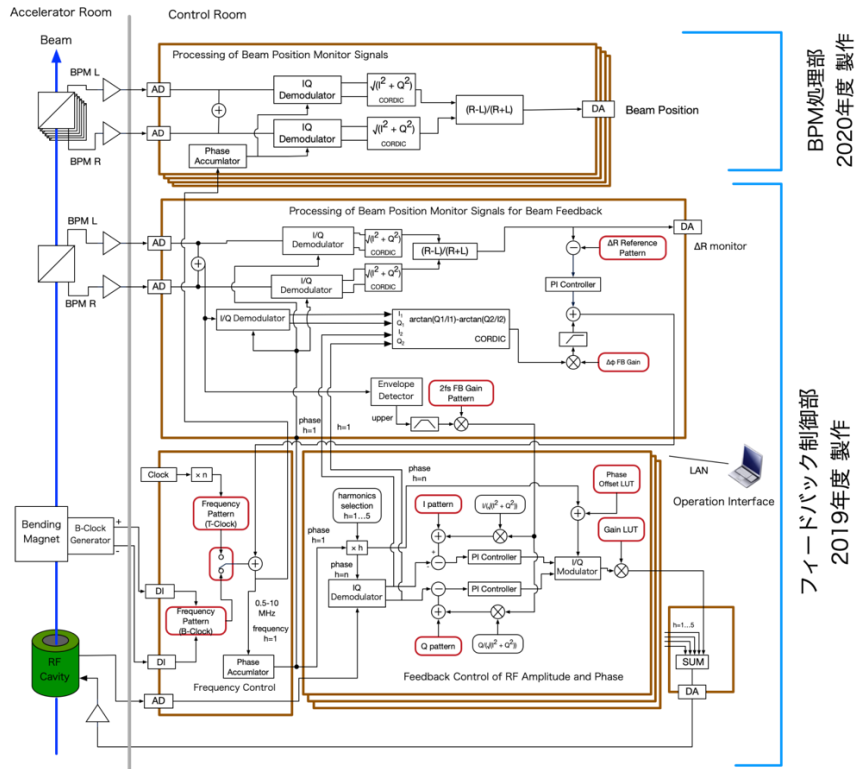


図1 新高周波加速制御系の概念図

オペレーションインターフェースの開発状況

現在、オペレーションインターフェース(OPI)は Control System Studio⁷⁾ (CSS)を用いて制作している。CSS は LLRF システム内の EPICS IOC に Channel Access を経由した設定やモニターの GUI を容易に構築できる。しかし、複数の設定を連動して操作するなどのロジックの実装が困難なので、同じ PC 内で Python による Software IOC を開発して、利便性の向上を図る計画である。

結源

FPGA を用いてデジタル化されたシンクロトロンの新高周波加速制御系のビームテストを重ねており、システムの不具合の解消を続けている。同時にオペレーションインターフェースの開発を行っている。

参考文献

- 1) 栗田哲郎 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報、23、55 (2020)
- 2) 栗田哲郎、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報、15、55 (2012)
- 3) 栗田哲郎、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報、18、63 (2015)
- 4) 栗田哲郎、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報、19、72 (2016)
- 5) M.Ryoshi *et al.*, Proceedings of the 13th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, 340 (2016)
- 6) <https://epics-controls.org>
- 7) <https://controlsystemstudio.org>

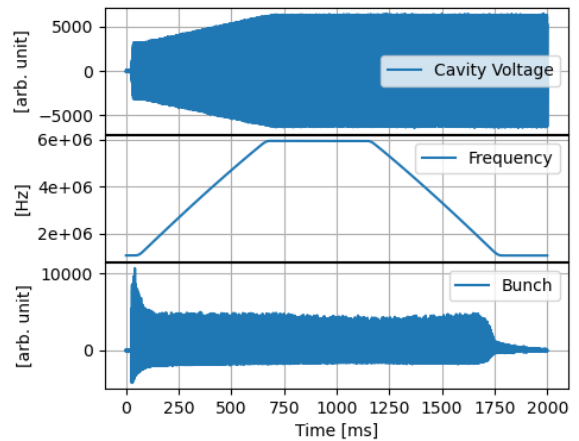


図2 B-Clock によるビームの加速

2.6.1.3

シンクロトロン出射ビームラインのプロファイルモニタの改良2

Improvements of the Profile Monitor in the extraction beam line of the synchrotron at WERC

栗田哲郎*1、山田裕章*1、廣戸慎*1、清水雅也*1、山口文良*1、淀瀬雅夫*1、瀧上隆太*1

小田部圭佑*1、古川靖士*1、羽鳥 聡*1

Tetsuro KURITA, Hiroaki YAMADA, Shin HIROTO, Masaya SHIMIZU, Fumiyoshi YAMAGUCHI

Masao YODOSE, Ryuta FUCHIGAMI, Keisuke OTABE, Seiji FURUKAWA and Satoshi HATORI

Abstract

Profile monitors in the extraction beam line from the synchrotron have a problem of vacuum leakage. The vacuum of beam lines affects vacuum of the ring followed by the line. In 2019, to fix vacuum leakage, one of three profile monitors was redesigned and updated. As a result, intermittent leakages were reduced. In 2021, other two profile monitors were updated with newly designed ones. As a result, intermittent leakages of vacuum have rarely occurred.

要約

シンクロトロン出射ビームラインのプロファイルモニタに真空リークが発生しており、間欠的に真空度が変化していた。この真空リークはシンクロトロンの真空度にも影響し、炭素イオンビームの加速効率に影響を与えていると考えられる。構造に問題があり、修繕できなかつた。2019年度に真空リークしにくい構造に再設計することにより、1台のプロファイルモニタについて真空リークの修繕が改善できた。2021年度に残りの2台のプロファイルモニタを交換することにより、真空度のスパイク状の変動を大幅に抑えることができた。また同型のプロファイルモニタが照射室3医療コースに設置されており、予防的に新設計のプロファイルモニタに交換した。

緒言

炭素イオンのような重イオンをシンクロトロンで加速する際に、真空度が加速効率に大きく影響する。そのため、これまで、継続的にシンクロトロンの真空度を改善する試みをしてきた¹⁻³⁾。

接続される入出射のビームラインの真空度もリングの真空度に影響を与える。出射ビームラインのすべてのプロファイルモニタ(3台)に真空リークがあり⁴⁾、リングの真空度の悪化の原因になっていると考えられた。

従来のプロファイルモニタの真空容器は使用されている O-ring が細く、ボルトの配置が不均等かつ少ないという構造に問題があり、O-ring の交換などでは修繕できなかつた。そのため真空容器の構造を改良したものを 2019 年に製作して HPR2 を更新した⁴⁾。その結果、真空度の変動が少なくなり、新設計のプロファイルモニタの効果が確認できた。

プロファイルモニタの更新

2021 年度に同型のすべてのプロファイルモニタを新設計のプロファイルモニタに交換して、出射ビームラインの真空度の改善を試みた。更新した、プロファイルモニタ HPR1、HPR301、PR31 の位置を図 1 に示す。

更新前の真空度のトレンドを図2に、更新後の真空度のトレンドを図3に示す。図3の階段状の真空度の変化は、真空度に差があるシンクロトロンに接続した時のものである。スパイク状の真空度の変化は大幅に減少した。しかし、完全に消えていない。新しいプロファイルモニタは、単体で真空度のトレンドの記録し、スパイク上の変動がないことを確認して

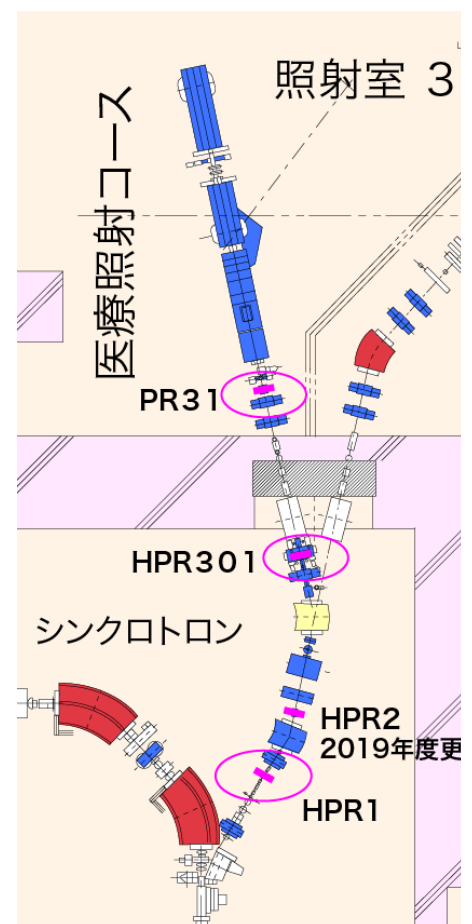


図 1 シンクロトロン出射ビームライン

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・加速器室

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが福井県から施設管理を受託、実施する中で行ったものである。

いるので、プロフィールモニタ以外のリーク箇所の存在が示唆される。

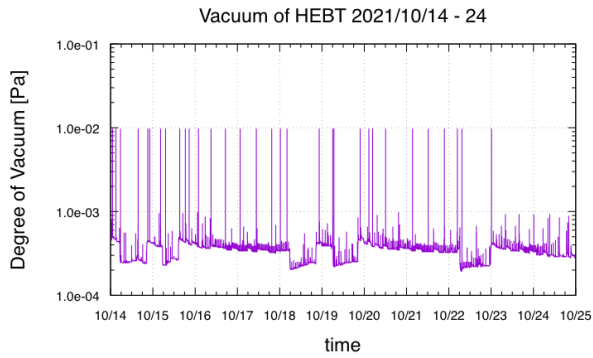


図2 交換前の真空度のトレンド

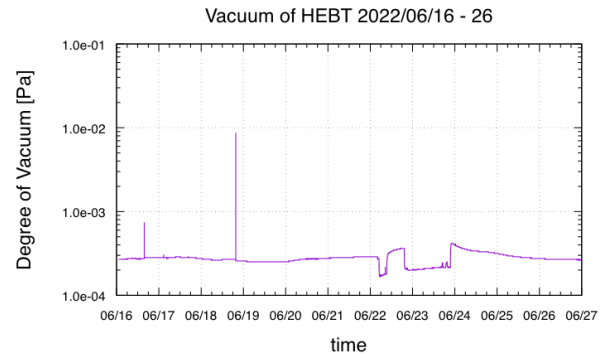


図3 交換後の真空度のトレンド

結言

間欠的な真空リークが発生していた、シンクロトロン出射ビームラインのプロファイルモニタを新設計のものに更新することにより、真空度の変動を大幅に減らすことができた。しかし、少ない頻度であるが、スパイク状の真空度の変化が残り、プロフィールモニタ以外に間欠的な真空リークの発生源が示唆される。

参考文献

- 1) 栗田哲郎 他、(財)若狭湾エネルギー研究センター年報 平成21年度、12、14 (2009)
- 2) 栗田哲郎 他、(財)若狭湾エネルギー研究センター年報 平成22年度、13、59 (2010)
- 3) 栗田哲郎 他、(財)若狭湾エネルギー研究センター年報 平成23年度、14、43 (2011)
- 4) 栗田哲郎 他、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報 令和元年度、22、60、(2018)

2.6.2. 加速器利用分析技術の開発・高度化

2.6.2.1

イオンビーム分析法によるリチウム酸化物中の水素および重水素のその場測定
In-situ Measurements of Hydrogen and Deuteron in Lithium Oxides

土屋文*1、高廣克己*2、鈴木耕拓*3、石神龍哉*3

Bun TSUCHIYA, Katsumi TAKAHIRO, Kohtaku SUZUKI and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

The depth distributions of H and D in the LiCoO₂ and Pt/LiCoO₂ surface in the atmosphere immediately after soaking into D₂O and investigate the absorption and accumulation processes of H and D in the LiCoO₂ using air-Elastic Recoil Detection (air-ERD) with a 5.1 MeV He²⁺ ion probe beam from a tandem accelerator. After immersing the LiCoO₂ sample in D₂O for 2 minutes at room temperature, the air-ERD spectra revealed that the H and D concentration in the LiCoO₂ uniformly increased in the region of approximately 3 μm from the sample surface. After immersing the LiCoO₂ sample in D₂O for 150 minutes at the same condition, the H and D concentration in the LiCoO₂ did not change, however the concentration increased in the Pt/ LiCoO₂ sample, therefore the catalyst effect of Pt was observed.

要約

室温および大気雰囲気において重水(D₂O)中に浸漬された LiCoO₂ および Pt/LiCoO₂ 試料中の H および D 濃度を反跳粒子検出(ERD)法を用いてその場で測定した。LiCoO₂ および Pt/LiCoO₂ 試料中の D 濃度がたった 2 分間の D₂O 浸漬によって増加し、さらに、H 濃度も大気中の水蒸気(H₂O)との置換により増加することがわかった。150 分間の D₂O 浸漬後、LiCoO₂ 試料中の H および D 濃度はほとんど変化しないが、Pt/LiCoO₂ 試料中の H および D 濃度はさらに増加し、H₂O および D₂O の解離に対する Pt の触媒効果が観測された。

緒言

リチウムコバルト酸化物(LiCoO₂)を正極材料としたリチウムイオン電池はノートパソコンやスマートフォン等の携帯機器用の小型電源に使用されている。これまで、我々は、LiCoO₂ は常温で大気に曝されると大気中の水蒸気を分解して水素(H)を吸収すること、また、H₂O 中に直接浸漬されると H を吸収することを発見した。本研究では、この結果を確認するため、反跳粒子検出(ERD)法を用いて、室温において重水(D₂O)中に浸漬された LiCoO₂ および Pt/LiCoO₂ 試料中の H および D 濃度を大気雰囲気中で測定し、常温水分解による LiCoO₂ の水素吸収および蓄積特性について調べた。

実験

炭酸リチウム(Li₂CO₃)および酸化コバルト(Co₃O₄)粉末を 700℃以上の高温および大気雰囲気において焼結することによって、直径 8 mm、厚さ 1 mm のディスク状の LiCoO₂ 試料を作製した。さらに、マグネトロンスパッタリング装置を用いて、約 10 nm の Pt コーティングされた Pt/ LiCoO₂ 試料も作製した。これらの試料内部には、作製時に吸収された H₂O および CO₂ 等による残留水素および様々なガス種が多く含まれているため、真空雰囲気において室温から約 350℃まで加熱することでガス放出させた。室温において D₂O 中に約 2、50、150 分間浸漬した LiCoO₂ および Pt/LiCoO₂ 試料に、タンデム加速器からの 5.1 MeV の He²⁺ イオンプローブビームを大気中で照射し、前方に反跳された H および D を検出して LiCoO₂ および Pt/LiCoO₂ 試料中の H および D 濃度分布を測定した。

*1名城大学・理工学部・教養教育、*2 京都工芸繊維大学・材料化学系、*3(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ

本研究は、名城大学、(公財)若狭湾エネルギー研究センターおよび京都工芸繊維大学が公募型共同研究として実施したものである。

結言

D₂O 浸漬前および約 2、50、150 分間浸漬された LiCoO₂ および Pt/LiCoO₂ 試料の ERD スペクトルより、両試料中の D 濃度がたった 2 分間の D₂O 浸漬によって増加することがわかった。さらに、H 濃度も大気中の H₂O との置換により増加することがわかった。また、LiCoO₂ 試料中の H および D 濃度は D₂O の浸漬時間が増加してもほとんど変化しないが、Pt/LiCoO₂ 試料では、150 分間の D₂O 浸漬後の H および D 濃度が 50 分間の浸漬後の H および D 濃度に比べ、約 2 倍まで増加することがわかった。これは、LiCoO₂ 試料表面にコーティングした Pt が H₂O および D₂O の解離を促進させ(触媒効果)、生成された H および D が LiCoO₂ 中に蓄積されたことを示す。本実験により、LiCoO₂ は常温で H₂O および D₂O を解離し、H および D を貯蔵する特性を有することが明らかになった。

2.6.2.2

TOF-ERDA を用いた DLC 膜中酸素量の解析に向けた初期検討
Primary Study for Analysis on Oxygen Content in DLC Films Using TOF-ERDA針谷 達^{*1}, 鈴木耕拓^{*2}

Toru HARIGAI and Kohtaku SUZUKI

Abstract

The oxygen content in the DLC films was measured using TOF-ERDA. The content included the oxygen of the film surface layer, therefore, it is necessary to analyze the change in oxygen content as a function of the film depth.

要約

TOF-ERDA を用いて DLC 膜中の酸素含有量を測定した。表面層にある酸素の影響により、膜中の微量酸素量を分析出来ていないと考えられることから、膜厚方向における酸素含有量の変化を分析する必要がある。

緒言

酸素を含むダイヤモンドライクカーボン(Diamond-like carbon: DLC)膜は、含有酸素量が膜の機械的・光学的特性に影響を与える可能性が示唆されている^{1,2)}。我々のこれまでの研究において、DLC 膜作製時の He ガス混合量を変えることで、DLC 膜の含有酸素量が変化する可能性を見出した。本研究では、DLC 膜中微量酸素量分析に対して飛行時間測定反跳粒子検出法(TOF-ERDA)の適用の可能性を検討した。

方法

Si 基板上に RF プラズマ CVD 法を用いて DLC 膜を作製した。炭素源ガスとして CO ガスを用いることで、酸素含有 DLC 膜を作製した。また、CO ガスに対する He ガス混合量を変えた条件にて DLC 膜を作製した。作製した DLC 膜の酸素含有量を X 線光電子分光法(X-ray photoelectron spectroscopy: XPS)と若狭湾エネルギー研究センターの TOF-ERDA 装置を用いて分析した。XPS では、膜表面層の除去のため、測定前に Ar スパッタを行った。TOF-ERDA では、3.3 MeV の He²⁺をプローブビームとして使用した。

結果および考察

XPS より得られた DLC 膜の酸素含有量は 6~8 at.%であった。He ガス混合量の増加にともない、DLC 膜中の酸素量は減少する傾向であった。一方で、TOF-ERDA より得られた炭素-酸素比では、He ガス混合量の増加にともない、DLC 膜中の酸素量が増加する傾向であった。XPS と TOF-ERDA において異なる分析傾向が見られた。TOF-ERDA の結果には、酸素量の多いと考えられる DLC 膜表面の酸素が含まれていることから、DLC 膜中の微量酸素量の変化を正確に測定できなかつた可能性がある。

結言

TOF-ERDA を DLC 膜中の微量酸素分析に用いるためには、膜厚方向に対する酸素量変化を分析する必要があると考えられる。今後は、TOF-ERDA における He イオン照射時間を増やすなど測定条件を調整し、より正確な酸素量の分析を試みる予定である。

参考文献

- 1) P. Safaie, *et al.*, *Diamond Relat. Mater.*, 70, 91 (2016)
- 2) P. Safaie, *et al.*, *J. Alloys Compd.*, 672, 426 (2016)

^{*1}豊橋技術科学大学 電気・電子情報工学系, ^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが豊橋技術科学大学と共同研究として実施したものである。
本研究は、JSPS KAKENHI Grant Number JP 21K13908 の助成を受けた。

2.6.2.3

角度分解 TOF-ERDA 測定装置の時間分解能の評価

Evaluation of Time Resolution of Angle-resolved TOF-ERDA Measurement System

安田啓介*1、操谷佳奈*1、鈴木耕拓*2

Keisuke YASUDA, Kana KURITANI and Kohtaku SUZUKI

Abstract

Time resolution of the angle-resolved TOF-ERDA system was evaluated. A 10 nm thick Au film deposited on a silicon substrate was irradiated with a 5.5 MeV He²⁺ beam, and the time-of-flight of the scattered He ions was measured. The time resolution of 350 ps was obtained from the measurement.

要約

角度分解 TOF-ERDA 装置の時間分解能の評価を行った。5.5 MeV の He²⁺ビームをシリコン基板上に成膜された厚さ 10 nm の Au 薄膜に照射し、散乱された He イオンの飛行時間を測定した。この測定から時間分解能は 350 ps と求められた。

緒言

飛行時間測定弾性反跳粒子検出 (TOF-ERDA) 法はイオンビーム分析法の一種で、イオンビームが試料に照射された際に放出される反跳イオンのエネルギーと飛行時間を同時に測定する。反跳元素の質量を特定し優れた分解能で深さ分析を行うことが可能で、薄膜中の軽元素分析に威力を発揮する¹⁾。一般的な TOF-ERDA 測定ではエネルギーの運動学的広がりを抑えて深さ分解能を向上させるために、横方向の角度広がりを数 mrad 程度に制限する。そのため立体角は一般的なストップフォイル ERDA 測定の 1/10 程度であり、測定効率、あるいは測定感度に難がある。そこで、我々はエネルギーと飛行時間に加えて反跳角を測定することによってエネルギーの運動学的広がりの影響を小さくし、大立体角でかつ優れた深さ分解能で測定可能な角度分解 TOF-ERDA 測定装置を開発している。本報では角度分解 TOF-ERDA 測定装置の時間分解能測定結果について報告する。

実験

実験は若狭湾エネルギー研究センターの放射線研究棟照射室 2 のイオン分析コースに設置された角度分解 TOF-ERDA 装置を用いて行われた。角度分解 TOF-ERDA 装置は 2 台の透過型検出器と 1 台の分割型シリコン半導体検出器 (SSD) で構成されるが、本測定では従来型の SSD を使用した。5 MV タンデム加速器で加速された 5.5 MeV の He²⁺ビームをシリコン基板上に成膜された厚さ 10 nm の Au 薄膜に照射し、散乱された He イオンを測定した。

結果と考察

測定で得られた飛行時間スペクトルを図に示す。2790 ch 付近に Au で散乱されたイベントによるピークが見られる。このピークをガウス関数でフィッティングすることにより、時間分解能は 350 ps と求められた。同じビームラインの上流に設置されている従来型の TOF-ERDA 装置の時間分解能は 390 ps で、本測定ではこれと同等の値が得られた。

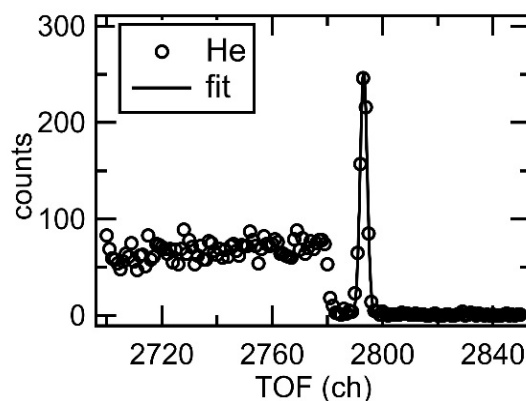


図 測定で得られた飛行時間スペクトル

参考文献

1) 安田啓介, 鈴木耕拓, 応用物理学会誌第 90 巻, 第 4 号 (2021)

*1 京都府立大学大学院・生命環境科学研究科・環境科学専攻、*2 (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、京都府立大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

2.6.2.4

非ラザフォード弾性散乱による Sr_2IrO_4 の酸素欠損の定量
Quantitative Analysis of Oxygen Deficiency of Sr_2IrO_4 by Non-Rutherford Elastic Scattering堀江理恵*¹、鈴木耕拓*²

Rie HORIE and Kohtaku SUZUKI

Abstract

The 5d transition metal oxide Sr_2IrO_4 is theoretically expected to exhibit superconductivity by electron doping, but it has never been realized yet. We have obtained experimental results suggesting the existence of oxygen deficiency in the IrO_2 plane, which is important for superconductivity, in electron-doped $\text{Sr}_{1.86}\text{La}_{0.14}\text{IrO}_4$ as well as the parent material Sr_2IrO_4 from two-dimensional photoelectron spectroscopy. Therefore, we tried to know the amount of oxygen deficiency that would contribute to the physical properties. From the data of non-Rutherford elastic scattering measurement and the cross section, the amount of oxygen deficiency could be evaluated quantitatively.

要約

5d 遷移金属酸化物 Sr_2IrO_4 は、電子ドーピングを行うことで超伝導が発現すると理論的に予想されているが、未だ実現していない。我々は、電子ドーピングを行った $\text{Sr}_{1.86}\text{La}_{0.14}\text{IrO}_4$ や母物質の Sr_2IrO_4 自体に、超伝導発現に重要な IrO_2 面の酸素欠損が示唆される結果を 2 次元光電子分光の実験結果から得ているため、物性に寄与しているであろう酸素欠損の割合を知るべく、酸素欠損量を定量することを試みた。実験で得られた非ラザフォード弾性散乱と散乱断面積のデータにより、酸素欠損量を定量的に評価することができた。

緒言

5d 遷移金属酸化物である Sr_2IrO_4 は、約 20% の電子ドーピングを行う事で高温超伝導が発現することが理論的に予測されている¹⁾。我々は独自に合成した Sr_2IrO_4 と $\text{Sr}_{1.88}\text{La}_{0.12}\text{IrO}_4$ について、光電子分光と光電子ホログラフィーを用いて電子状態、特に超伝導化に重要な要素である酸素欠損近傍の局所構造について調べている。しかし、本物質の酸素欠損量についての定量的な報告は未だ無く、我々の研究の定量的な議論を難しくしている。以上の背景より、我々は Sr_2IrO_4 と $\text{Sr}_{1.88}\text{La}_{0.12}\text{IrO}_4$ における局所構造と全体の物性との関連を議論するために、定量値の信頼性が高く、また酸素の感度に優れる非ラザフォード弾性散乱を用いて、酸素欠損量を定量することを試みた。

実験

測定試料 Sr_2IrO_4 と $\text{Sr}_{1.88}\text{La}_{0.12}\text{IrO}_4$ 、および標準試料として LiNbO_3 を、若狭湾エネルギー研究センターのイオン分析コースに導入した。測定では O の検出感度を高めるため、 ^{16}O と He の核共鳴反応の起こる 6.7 MeV で、文献値²⁾のある散乱角 165 度での非ラザフォード弾性散乱スペクトルを取得した。得られたスペクトルを散乱断面積データと合わせて SIMNRA で解析し、組成の定量を行った。図 1 は、このようにして測定した Sr_2IrO_4 における非ラザフォード弾性散乱スペクトルの実験結果と解析結果(フィット曲線)である。解析の結果、7%程度の酸素欠損があることが示唆された。

結言

Sr_2IrO_4 の酸素欠損量について、非ラザフォード弾性散乱スペクトルの実験と解析を行い、酸素欠損量は 7% 程度であるという結果を得ることができた。解析誤差も数%あるため、今後は不活性ガス溶融法などの結果も併用して定量精度を向上していくことが望まれる。

*¹岡山大学・異分野基礎科学研究所、*²(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、岡山大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。
本研究は、JSPS KAKENHI Grant Number 21K14537 の助成を受けた。

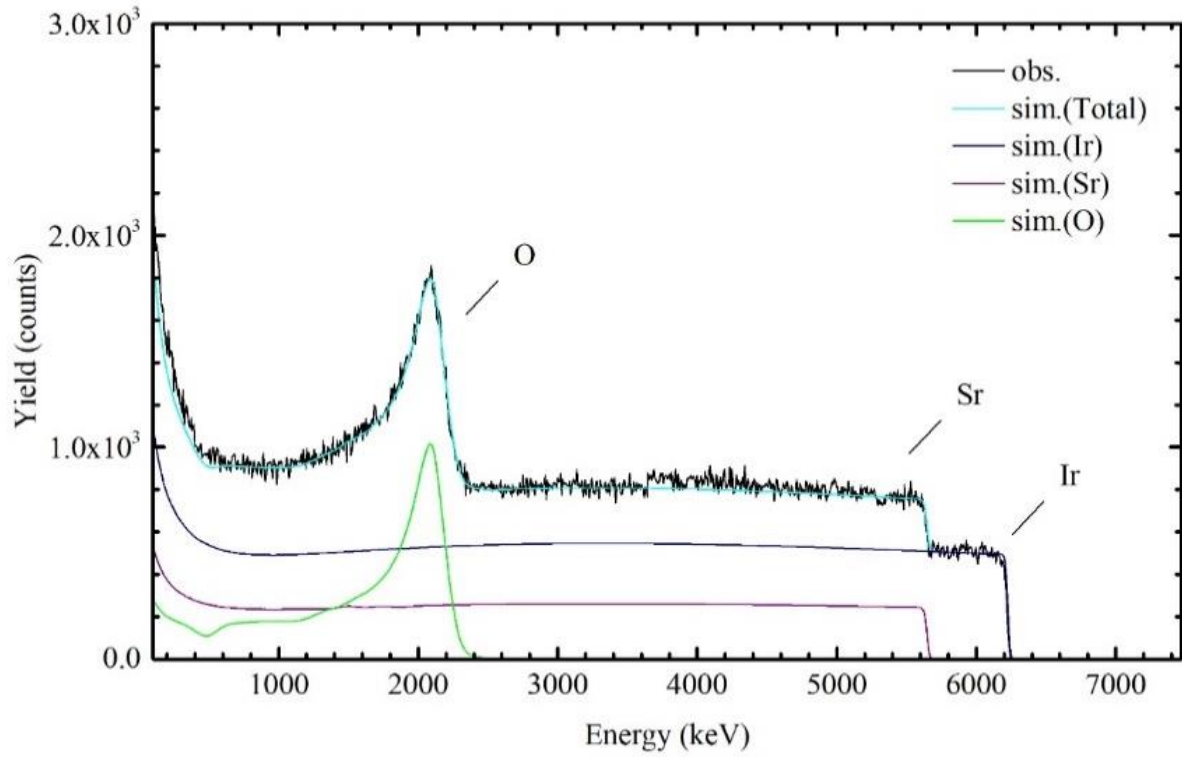


図 1 Sr₂IrO₄における非ラザフォード弾性散乱スペクトルの測定結果、実験データ (obs.) と解析結果(sim.)。

参考文献

- 1) H. Watanabe, T. Shirakawa, and S. Yunoki: Phys. Rev. Lett. **110** (2013) 027002
- 2) Z. Y. Zhou, *et al.*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B **100**, 524–528 (1995)

2.6.2.5

後方散乱で観測される複合核共鳴ピークプロファイルの散乱角度依存
Scattering Angle Dependence of Profiles of Nuclear Resonant Peak Observed by Ion Backscattering

戸崎充男*1、鈴木耕拓*2、石神龍哉*2

Mitsuo TOSAKI, Kohtaku SUZUKI and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

The nucleus of ^{12}C has a complex nuclear resonance reaction by 4.265 MeV He ion, and the resonance peak is observed in the backscattering spectrum. The excitation function of the resonance changes its profile depending on the scattering angle. We measured the peak profiles at a scattering angle of 70–150 degrees, and calculated excitation functions were compared with the experimental results. As a result, it was found that the resonance peak profiles are valuable data to verify our analytic model function for resonance peak on backscattering.

要約

炭素 ^{12}C はエネルギー 4.265 MeV の He と複合核共鳴反応を起こす。この共鳴反応の励起関数は散乱角に依存し、その共鳴の励起関数は形を変える。入射エネルギーが共鳴エネルギーより高い場合、散乱実験では、共鳴は散乱スペクトル上に共鳴ピークとして観測される。今回、散乱角 70°–150° について、散乱スペクトル上の共鳴ピークのプロファイルを調べ、対応する散乱角の共鳴の励起関数（計算結果）と測定結果を比較した。その結果、散乱角で明確に変化する共鳴ピークプロファイルは、現在改良中のモデル関数を多角的に検証するための有効なデータになることが分った。

緒言

複合核共鳴反応 $\text{He} + ^{12}\text{C}$ （共鳴エネルギー 4.265 MeV）に着目し、入射エネルギーが 4.5 MeV の He イオンを標的（高配向性熱分解グラファイト HOPG）に照射し、標的内における He イオンのエネルギー損失を利用して、標的内で複合核共鳴反応を起こさせる。この共鳴反応の励起関数の形は散乱角で変わる。したがって、散乱角を変えれば、 $\text{He} + ^{12}\text{C}$ の共鳴反応の散乱角度に依存した共鳴ピークが散乱スペクトル上に観測されるはずである。これまで、散乱角 160° に対する共鳴ピークに対して、解析モデル関数¹⁾の検証を行ってきたが、このモデル関数の汎用性を高めるために、共鳴ピークの散乱角度依存のデータを、モデル関数のさらなる改良および検証に使えるか検討する。

共鳴反応自体のメカニズムはよく理解されており、関連する実験データも豊富にある。共鳴の励起関数は、ポテンシャル散乱と共鳴散乱の振幅の干渉により、散乱角度でその共鳴の形および強度が変わる。その散乱振幅は角運動量と散乱角度のルジャンドル多項式で記述され、たとえば、方位量子数が 4、散乱角度が 90° の場合、振幅強度はゼロになる。つまり、共鳴ピークは観測されない（今回、散乱スペクトル上でこの確認もおこなった）。散乱で観測される共鳴は、散乱（エネルギー損失等の原子過程）を経由した共鳴ピーク（励起関数）として観測される。したがって、共鳴ピークのプロファイルには、エネルギー損失とそのゆらぎに関する貴重な情報が含まれ、その解析に用いるモデル関数の検証は重要である。

これまで、散乱角 160° に限定して、後方散乱スペクトル上に観測される $\text{He} + ^{12}\text{C}$ の共鳴ピークのプロファイルについて、入射 He のエネルギーを変えて、また入射 He イオンの価数 (+1, +2) を変えて、詳細に共鳴ピークのプロファイルを調べ、その解析に必要な共鳴ピークのモデル関数を検証してきた。今回は、より高度な解析を行うために、その検証用のデータとして、共鳴ピークの角度依存の測定を、70°、90°、110°、130°、150° の散乱角度で行い、対応する励起関数を計算で求め、測定データと比較した。

実験

HOPG（密度 2.3 g/cm³）を ^{12}C の標的とした。入射エネルギー 4.5 MeV の He イオンを用いて、散乱角度 70°–150° の散乱スペクトルの測定実験をした。注目する複合核共鳴²⁾は、共鳴エネルギーが 4.265 MeV、半値幅は 36 keV、共鳴状態は ^{16}O の励起状態（励起エネルギー：10.36 MeV, 4+）で、スピンゼロの複合核共鳴反応で

*1 京都大学・放射性同位元素総合センター、*2（公財）若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、京都大学と（公財）若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

ある。He イオンの入射エネルギーは、共鳴エネルギーより 0.235 MeV 高いが、標的内部におけるエネルギー損失 (-0.235 MeV) を利用して共鳴反応を起こさせる。この共鳴の起こる深さは、約 1.2 μm である。共鳴の起こる深さは、すべての散乱角において同じになる。ところが、標的面の回転角度はビーム方向に対して固定 (45°) のため、共鳴後の散乱 He イオンの出射の経路長は散乱角で異なる。つまり、経路長は 110° と 150° でほぼ等しいが、90° で約 1.4 倍、70° で約 2.3 倍となる。

He 散乱実験の共鳴ピーク測定の結果を図 1 に示す。この図において、共鳴ピーク位置がほぼ中央になるように横軸スケールの表示範囲を調整してある。本来、4.265 MeV の共鳴エネルギーは同じであるが、散乱角度による運動学的因子が、70°-150° で、0.637-0.274 となるので、散乱直後のエネルギーは大きく異なる。さらに、散乱角による経路長の違いによって、標的内部でのエネルギー損失も異なる。したがって、観測される共鳴ピーク位置のエネルギーは、70° では約 2 MeV、150° では約 0.65 MeV と異なっている (図 1 参照)。対応する角度の励起関数を計算した (SigmaCalc1.6³⁾)。その結果を図 2 に示す。対応する角度の測定結果と比較すると、共鳴ピークは散乱過程やエネルギー損失等でかき消されずに、本来の励起関数の形を保って観測されている。

結言

本来の共鳴ピークの半値幅約 36 keV に対して、散乱スペクトル上では半値幅は 100 keV 以上に広がり、かつ収率も 1/5 に減少するが、はっきりと共鳴ピークに励起関数の形が反映されている。本実験でえられた結果は、今後の解析モデル関数の検証のために有効なプロファイルデータになることが分った。今後、共鳴シミュレーションが可能か検討したい。

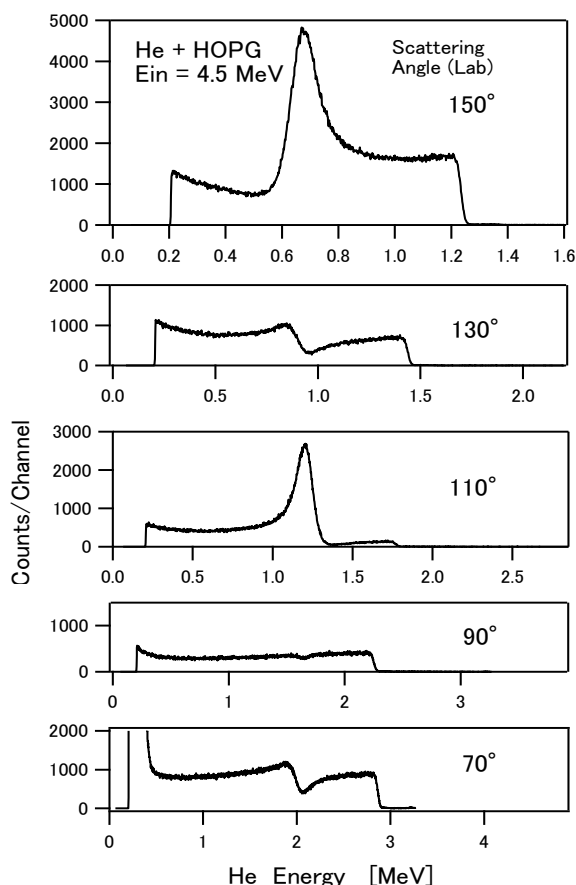


図 1 測定した後方散乱 He+¹²C の共鳴ピーク

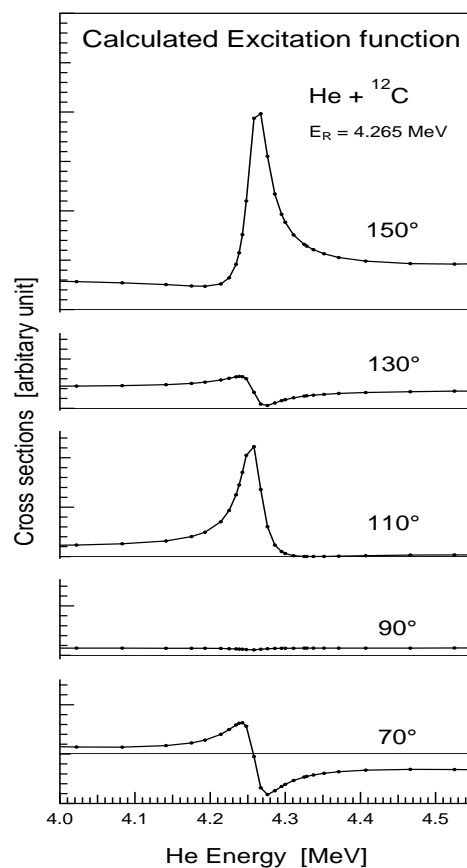


図 2 励起関数:共鳴エネルギー(4.265 MeV)

参考文献

- 1) 戸崎充男、鈴木耕拓、石神龍哉、(公財)若狭湾エネルギー研究センター研究年報 令和元年度、22、73 (2019)
- 2) D.R. Tilley, H. R. Weller, C. M. Cheves, Nucl. Phys., A, 564, 1, (1993)
- 3) A.F. Gurbich, Nucl. Instr. and Meth., B, 371, 27 (2016): code SigmaCalc1.6

2.6.3. 放射線場で利用される機器・材料の評価技術開発

2.6.3.1

水素注入によるジルコニウム合金の微細組織変化
Microstructure of Zr Alloys Implanted with Deuterium Ions

安永和史*1、渡辺英雄*2

Kazufumi YASUNAGA and Hideo WATANABE

Abstract

Microstructures of Zircaloy-4 thin foil specimens in which deuterium beams with fluence of 3×10^{20} , 1×10^{21} and 1×10^{22} ions/m² were implanted at 300°C were investigated as a function of deuterium ion fluence. Only dislocation loops were formed at the fluence of 3×10^{20} ions/m². Hydrides were formed at the fluence of 1×10^{21} ions/m² or above, and their size increased with ion fluence.

要約

Zry-4 の薄膜試料に対して、試料温度 300°C で D₂⁺イオンを照射量 3×10^{20} 、 1×10^{21} 、 1×10^{22} ions/m² の範囲で照射し、微細組織の変化について調査した。その結果、 3×10^{20} ions/m² の低照射量では転位ループのみが形成され、 1×10^{21} ions/m² 以上の照射量において水素化物の形成が確認された。水素化物は、照射量の増加につれて粗大化した。

緒言

燃料被覆管は、その表面と原子炉運転中に水の放射線分解により発生する水素や高温水との反応により生じる水素を吸収し、高燃焼度された場合、脆化するという問題がある。本研究では、加圧水型の商用炉で使用されている Zr 合金、ジルカロイ 4 (Zry-4) における水素吸収を実験的に模擬するために、軽イオン注入装置を用いて重水素を照射した。重水素を用いた理由は、今後予定されている水素放出挙動の調査において環境中の水素との分離が可能であるためである。どのような照射条件で水素化物が形成されるのかを明らかにすることを目的として、試料温度 300°C において照射量を変化させて重水素を照射した Zry-4 試料の微細組織を調査した。また、Zry-4 中には熱処置の時点で不純物として水素を含み水素化物として析出しているため、照射前に存在する水素化物についても調査した。

成果の概要

用いた試料は、厚み 100 μm の Zry-4 板材を直径 3 mm の円盤形に打ち抜き、 3.0×10^{-4} Pa の真空中において 630°C で 2h の熱処理した材料である。Zry-4 は元来不純物として水素を含んでいるため、重水素未注入時（熱処理時）における微細組織をあらかじめ調査した。重水素分子イオン注入実験は、九州大学応用力学研究所に設置された低エネルギーイオン注入装置を用い、試料温度 300°C、照射量 $3 \times 10^{20} \sim 1 \times 10^{22}$ ions/m² の範囲で 30 keV の D₂⁺イオンを用いて実施した。試料温度を 300°C とした理由は、原子炉運転中の燃料被覆管の温度と対応させるためである。熱処理後の試料は、電解液によるツイング研磨法により薄膜化した。電解液の組成は、メタノール 950 ml、過塩素酸 50 ml である。試料の微細組織観察には福井県若狭湾エネルギー研究センターに設置された透過型電子顕微鏡

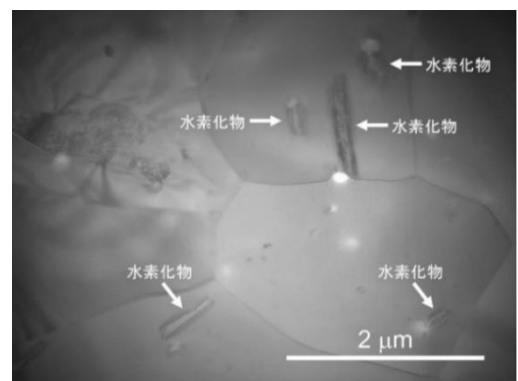


図 1 熱処理した Zry-4 中に存在している水素化物

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、*2九州大学応用力学研究所・核融合力学部門・先進炉材料分野

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが関西電力株式会社、日本原子力発電株式会社、北陸電力株式会社の 3 社からの受託研究として、九州大学と共同で実施したものである。

本研究の一部は、九州大学応用力学研究所の共同利用研究として実施したものである。

(TEM、JEM-3000F、JEOL)を用い、走査透過型電子顕微鏡法(Scanning Transmission Electron Microscopy; STEM 法)により明視野像を取得した。STEM 観察に用いた電子の加速電圧は 300 kV である。

図 1 は、Zry-4 の熱処理材に元来存在する水素化物の STEM 明視野像である。水素化物は白矢印により示しており扁平率の高い楕円形であった。図 2 は熱処理試料に見られる水素化物の長軸長さの分布を示す。図中には長軸長さの平均値及び数密度も示した。水素化物の長軸長さは 40~2100 nm と広い範囲に分布し、その平均値は 423 nm であった。また体積密度は $6.2 \times 10^{18}/\text{m}^3$ と評価された。

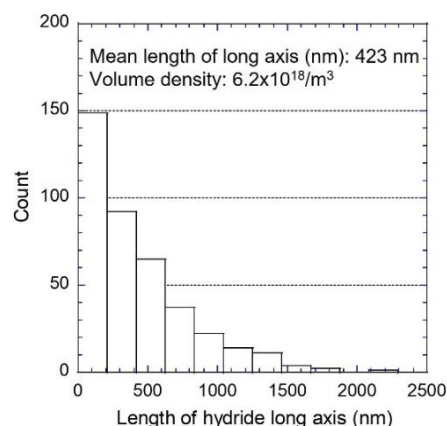


図 2 Zry-4 熱処理材中の既存の水素化物の長軸長さの分布。平均長軸長さ及び体積密度も示す。

注入実験に用いた 30 keV の D_2^+ イオンの Zr 中での飛程を評価するために、SRIM コードを用いて、30keV の D_2^+ と同等と考えられる 15 keV の D^+ イオンが Zr に入射した際に重水素が注入される表面からの深さ分布を計算した。Zr 原子の弾き出し閾エネルギーは 40 eV とした。その結果、重水素の Zr 中での飛程は約 300 nm と評価された。注入実験に用いた Zry-4 試料の厚みは約 100 nm 薄膜であるため、重水素は Zry-4 試料の膜厚全体に注入されていることになる。

図 3 は、試料温度 300°C において照射量 3×10^{20} ions/ m^2 ~ 1×10^{22} ions/ m^2 の範囲で 30 keV の D_2^+ を注入した際の Zry-4 の微細組織の変化を示す STEM 明視野像である。照射量 3×10^{20} ions/ m^2 においては、転位ループのみが観察され、水素化物は観察されなかった。この転位ループは、 D_2^+ 照射による母相の Zr 原子の弾き出しにより生じた格子間原子が板状に集合した二次欠陥であると考えられる。照射量 1×10^{21} ions/ m^2 においては、白矢印で示すように水素化物と思われる直線状のコントラストが観察された。照射前に存在した水素化物と 1×10^{21} ions/ m^2 の照射量で形成された新たな水素化物の大きさ及び数密度は、大きく異なるため判別可能であった。照射量 1×10^{22} ions/ m^2 においては、水素化物の顕著な粗大化が確認された。

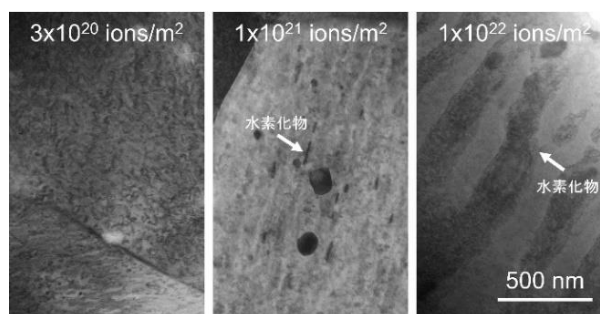


図 3 試料温度 300°C において、30 keV の D_2^+ を照射した Zry-4 の微細組織の照射量依存性

図 4 は、照射によって形成された水素化物の長軸長さ(a)及び数密度(b)の平均値を D_2^+ の照射量に対してプロットしたグラフである。水素化物の長軸長さの平均値は、照射量 1×10^{21} ions/ m^2 において 88 nm、照射量 1×10^{22} ions/ m^2 において 380 nm と照射量の増加に伴い増加した(図 4a)。水素化物の数密度の平均値は、照射量 1×10^{21} ions/ m^2 において $5.6 \times 10^{19}/\text{m}^3$ 、照射量 1×10^{22} ions/ m^2 において $9.0 \times 10^{19}/\text{m}^3$ と、長軸長さと同様に照射量の増加に伴い増加した(図 4b)。

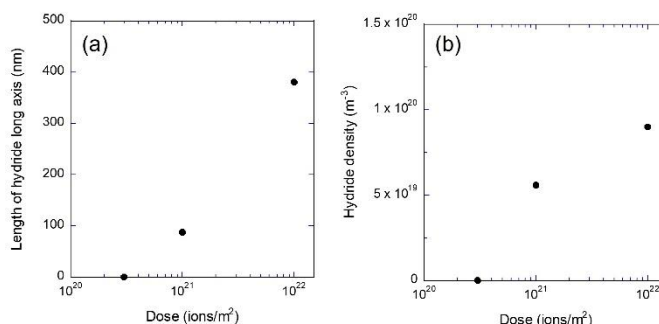


図 4 試料温度 300°C において、30 keV の D_2^+ を照射した Zry-4 に形成された水素化物の長軸長さ(a)及び体積密度(b)の平均値の照射量依存性

結言

Zry-4 の薄膜試料に対して、試料温度 300°C で 30 keV の D_2^+ イオンを照射量 3×10^{20} 、 1×10^{21} 、 1×10^{22} ions/ m^2 で照射し、水素化物の形成の照射量依存性を調査した。その結果、 1×10^{21} ions/ m^2 以上の照射量において、照射前に存在した水素化物に加え、新たな水素化物の形成が確認された。

2.6.3.2

動的変形観察手法を用いた照射硬化量測定技術の高度化

Sophistication of Quantitative Measurement Technique for Evaluating Irradiation Hardening Using an In-Situ TEM Observation during Tensile Test

福元謙一*¹、石神龍哉*²

Ken-ichi FUKUMOTO and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

According to a reaction kinetics model of the point defect reaction process, a method for estimating irradiation hardening was investigated by computer simulation for the development process of microstructural evolution in irradiated materials. Based on the experimental conditions used to observe the microstructure of ion-irradiated materials and to measure the irradiation hardening, the formation and growth process of irradiation defect clusters was calculated by assuming that the hardening is essentially caused by the interstitial atoms and lattice vacancies among point defect. The parametric model used for the calculation was verified by comparison between the calculation and experimental results.

要約

照射組織の発達過程に関して、欠陥形成過程の反応速度論モデルを用いた計算機実験による照射硬化量推定手法の検討を行った。イオン照射された材料の組織観察や硬化量の測定などで用いた実験条件を基に、反応速度論を用いた計算から照射欠陥損傷組織発達過程を模擬し、硬化の主体を格子間型欠陥および空孔型欠陥としてその欠陥組織発達過程について包括的なパラメトリック計算結果を整理しモデルの検証を行った。

緒言

点欠陥が動くことのできる温度で照射が行われたり、低温照射後点欠陥が動ける温度で焼鈍が行われたりすると、照射によって導入された格子間原子、原子空孔は拡散し、消滅、集合体の形成など種々の反応を起こす。点欠陥の挙動について予測を試みるためにステンレス鋼モデル合金に対する反応速度論による計算を行った。

実験方法

京都大学実験炉から提供を受けた点欠陥反応速度論プログラムを用いて、点欠陥集合体のサイズ分布を計算した。各温度で格子間型欠陥である格子間原子の移動活性化エネルギーと空孔型欠陥である空孔移動活性化エネルギーを系統的に変化させ、組織発達がどのように変化するかを確認し、適切な移動活性化エネルギーを見いだした。

実験結果及び考察

200℃では、格子間原子集合体の平均サイズの変化は小さく、原子空孔の移動活性化エネルギー依存性は認められなかった。原子空孔集合体は、原子空孔の移動活性化エネルギーEMVの増加に伴い、平均サイズは減少し、EMV=1.2 eV以上で平均サイズの変化は見られなくなった。このため、空孔移動活性化エネルギーの上限を1.2 eVと設定した。450℃では、200℃に比べ原子空孔の移動活性化エネルギー増加に伴い、格子間原子集合体の平均サイズの増加量が大きかった。原子空孔集合体の平均サイズは、原子空孔の移動活性化エネルギー増加に伴い減少した。ステンレス鋼では400℃以上の照射後焼鈍によってフランクグループやブラックドットが消失することが知られているため、450℃での原子空孔の移動に伴う原子空孔集合体の成長が顕著な現象として見られることが重要な選定パラメータの判断となる。

200℃では、格子間原子集合体の平均サイズは格子間原子の移動活性化エネルギー増加に伴い減少した。原子空孔集合体の平均サイズはほとんど変化が見られなかった。実験では格子間型欠陥の成長によるブラックドットやフランクグループ生成が見られるので、長時間側での格子間型欠陥集合体の成長を促す大きさの活性化エネルギーでなければならない。このため格子間原子の移動活性化エネルギーの値は0.8 eV以下であることが推測される。

*¹福井大学、*²(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが関西電力株式会社、日本原子力発電株式会社、北陸電力株式会社の3社からの受託研究として、福井大学と共同で実施したものである。

450°Cでは格子間原子集合体の平均サイズは格子間原子の移動活性化エネルギーが低いと平均サイズが増加したが、全体の濃度は低くなった。原子空孔集合体では、格子間原子の移動活性化エネルギー増加に伴い平均サイズが増加した。この傾向は400°C以上でのフランクループの粗大化とフランクループの完全転位化が500°C以上で起こっていることを説明する上で重要である。このため450°Cでの格子間型欠陥の成長と低密度化空孔クラスターの成長が同時に生じるような格子間型欠陥及び空孔型欠陥の移動活性化エネルギーの大きさがあ

る程度必要であることを示している。
点欠陥反応速度論プログラムによって、格子間原子集合体中の格子間原子全数と格子間原子の移動活性化エネルギーの関係について計算を行った。結果を図に示す。ここで空孔型欠陥の移動活性化エネルギーを1.2 eVで固定した。温度は450°Cとした。格子間原子の移動活性化エネルギーを上昇させると、格子間原子集合体中の格子間原子全数は上昇した。高温側での格子間型欠陥のクラスター形成が抑制され、照射後焼鈍試験では回復していくことを考えると、大きな格子間型欠陥の移動エネルギーはステンレス鋼モデル合金の格子間型欠陥クラスターの移動エネルギーが0.4 eVよりも低い値である必要がある。

これらの結果から、格子間原子の移動活性化エネルギーを0.3~0.4 eV、空孔型欠陥の移動活性化エネルギーを1.2 eVとした結果が、ステンレス鋼モデル合金の照射欠陥の成長モデルとして適していると考えられる。過去の結晶粒界での照射誘起偏析モデルの模擬計算研究から格子間型欠陥の移動活性化エネルギーを0.4 eV、原子空孔の移動活性化エネルギーを1.3-1.9 eVとしていることから、このパラメータでの計算が適正なものであるといえる。今後はこの計算モデルを100,000秒までの長時間に適用し、欠陥集合体の大きさや密度から照射硬化量の定量評価を行って実際の照射条件との照射硬化量の比較を通してモデルが妥当か検討を行っていく。

結言

照射組織の発達過程を点欠陥形成過程の反応速度論モデルを用いて計算機実験による照射硬化量推定手法の検討を行った。イオン照射された材料の組織観察や硬化量の測定などで用いた実験条件を基に、反応速度論を用いた計算から照射欠陥損傷組織発達過程を模擬し、硬化の主体を格子間型欠陥および空孔型欠陥としてその欠陥組織発達過程について包括的なパラメトリック計算結果を整理しモデルの検証を行った。

200°Cと450°Cにて空孔型欠陥と格子間型欠陥の移動活性化エネルギーを変数として、照射欠陥のサイズ分布と数密度変化から適正なパラメータを選定し、格子間型欠陥の移動活性化エネルギーを0.3-0.4 eV、空孔型欠陥の移動活性化エネルギーを1.2 eVとした。今後長時間側の計算を実施し、実際のイオン照射試料で得られる損傷組織パラメータとの比較を通してモデルの妥当性を検証し、照射硬化評価ができるか検討していく。

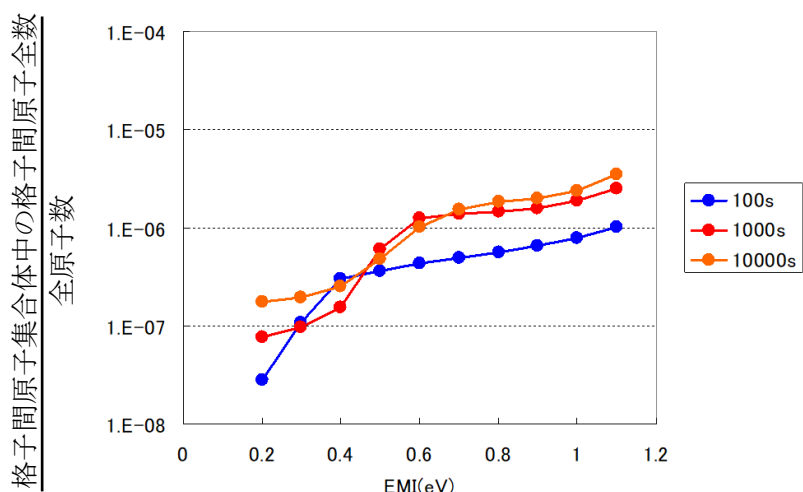


図 格子間原子集合体中の格子間原子全数の格子間原子移動活性化エネルギー (EMI) 依存性

2.6.3.3

照射欠陥移行現象の体系化による核融合炉真空容器内トリチウムの蓄積量評価
 Evaluation of Tritium Retention in the Fusion Reactor Vacuum Vessel
 According to Comprehensive Modeling of Irradiation Defects Migration

小林 真^{*1}、石神龍哉^{*2}

Makoto I. KOBAYASHI and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

Tungsten will be used as the plasma facing components in the fusion reactors. In this study, energetic proton beam irradiation was carried out into tungsten samples to induce irradiation defects. In order to evaluate the fuel retention in the fusion reactor environment, they were subsequently decorated with deuterium. The preparation for the experiments using tritium is now in progress. Also, the irradiation defect migration code based on the rate equation was developed.

要約

核融合炉第一壁候補材料であるタングステンに対し、高エネルギープロトンイオンビーム照射により照射欠陥を導入し、その後に水素同位体を注入することで、炉環境における燃料水素同位体の蓄積挙動評価を試みた。水素同位体の検出感度向上のためトリチウム使用実験の準備を進めると共に、照射欠陥の移動、集合、熱分解再結合現象の速度論解析により原子空孔密度などの評価を行った。

緒言

核融合炉において、真空容器における燃料トリチウム滞留量の高精度評価は、炉システム設計や炉運転シナリオの決定、安全性評価のため重要である。これまでに行った中性子照射したタングステン中の重水素滞留量評価実験から、タングステン中の照射欠陥に水素同位体が強く捕獲されることが示された¹⁾。従って、炉運転に伴う照射欠陥蓄積量を定量的に見積もることができれば、真空容器内トリチウム滞留量が予測可能となる。そこで本研究では、タングステン中の照射欠陥の生成・再結合・熱分解・集合等の移動現象を反応速度論モデルにて表現し統合することで、照射欠陥蓄積量を見積もった。並行してプロトンイオンビームを用いた照射欠陥導入試験から、計算の妥当性評価を試みた。

イオンビームを用いた照射欠陥導入と照射欠陥による水素同位体捕獲密度評価

ニラコ社製タングステンシートをプロトンビーム照射することにより、照射欠陥導入試験を実施した。照射条件は、プロトンエネルギーが3 MeV、照射温度473 K、照射時間30000 sで、ビーム電流は1.27 μ Aであった。照射した試料の放射化は有意に観測されなかった。照射試料は、核融合科学研究所に設置された水素同位体吸蔵透過試験装置を用いて、真空排気処理後、473 K、80 kPaにて重水素ガス曝露を24 h行うことで、試料内部に重水素を導入し、照射欠陥に捕獲させた。曝露終了後、試料を急冷させた。その後、グロー放電原子発光分光装置(GDOES)にて重水素の深さ分布計測を実施した²⁾。比較のため、加熱処理のみを行った試料においてもGDOES測定を行った。

GDOES測定で重水素の原子発光の時間変化(時間は表面からの深さと比例関係にある)を調べたところ、加熱処理のみを行った試料と、照射と重水素吸蔵を行った試料で優位な発光強度差を計測できなかった。これは、重水素の原子発光効率が非常に小さいこと、バックグラウンドや基板原子からの発光により計測が阻害されていることなどが原因と推察された。このような状況であるため、放射線分析による高感度計測が可能なトリチウムを使用した実験を行う検討を進め、実験準備を行っている。

照射欠陥移行現象の速度論解析コード開発と、イオンビーム照射中の照射欠陥密度評価

実験と並行して、照射欠陥の移行現象を予測するための計算コード開発を実施した。本コードでは、タングステン結晶粒を円柱形状($r = 0.5 \mu\text{m}$, $z = 10 \mu\text{m}$)と簡略化して取り扱う。照射欠陥である原子空孔と格子間原子に

^{*1}大学共同利用機関法人・自然科学研究機構・核融合科学研究所・ヘリカル研究部、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ

本研究は、大学共同利用機関法人自然科学研究機構核融合科学研究所と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

本研究は、MEXT KAKENHI 21K13903 の助成を受けたものである。

ついて、これらの照射欠陥は、その集合数によりタングステン中での拡散の容易さ、熱的安定性、表面積などの物理特性が変化する。即ち、集合数・温度に応じて拡散係数、熱分解速度定数、照射欠陥同士の反応速度係数等が異なるため、それらを考慮して計算に組み込んだ。照射欠陥のソース項は、3 MeV プロトンビーム照射を想定し、イオン照射により発生するノックオン数とカスケード散乱で発生する照射欠陥の数を考慮した分布関数を用いた。上記イオン照射量の増加に伴う照射欠陥の深さ分布について評価を行った。

水素同位体の捕獲には原子空孔が関与することが指摘されているため、原子空孔密度について詳細に調べた。図1は、入射面からの深さに対する原子空孔密度の時間変化を評価した結果である。縦軸はすべての集合数の原子空孔を単原子空孔換算した際の密度で、横軸はイオンビーム照射時間である。表面においては原子空孔密度は比較的低いが、1 μm 程度のバルク領域では比較的均一な原子空孔密度が得られることがわかる。また、照射初期においては照射時間の増加に伴い原子空孔密度は比較的線形に増加するが、10000 s以降では原子空孔密度が一定になっている。照射下では原子空孔と格子間原子の再結合により大半の原子空孔が消滅する競合反応が起こっているが、ある程度原子空孔密度が増加することで再結合確率が増加するため、原子空孔の生成と消滅速度が釣り合った結果、密度が一定となると考察された。

図2は、原子空孔密度の深さ方向分布の時間変化を示している。30000 s時点での原子空孔密度は 3×10^{-3} at.%と評価された。SRIM (Stopping and Range of Ions in Matter) コード³⁾を用いた1イオン照射あたりの原子空孔生成率から外挿された原子空孔密度は0.1 at.%であることから、2桁程度低い密度が予測された。この差異の原因は、上で述べた通り、本計算コードでは照射欠陥の蓄積に伴う照射欠陥同士の再結合確率の変化も考慮できているためである。この詳細な照射欠陥移行現象の計算により予測された原子空孔密度が妥当かどうか、今後の実験により確認する予定である。

結言

照射欠陥の移動・反応現象の理論解析により原子空孔密度などの評価を行い、照射時間の変化に伴う原子空孔密度の深さ方向分布を評価することに成功した。この計算の妥当性を調べるために実施したプロトンイオンビーム入射試験では、照射後に注入する水素同位体の検出を目的としたトリチウム利用試験の準備を進めている。

参考文献

- 1) Y. Hatano et al., Trapping of hydrogen isotopes in radiation defects formed in tungsten by neutron and ion irradiations, Journal of Nuclear Materials, 438 (2013) S114–S119.2)
- 2) <https://www.spectrums.de/en/gdoes-theory.html>
- 3) J.F. Ziegler, <<http://www.srim.org/>>

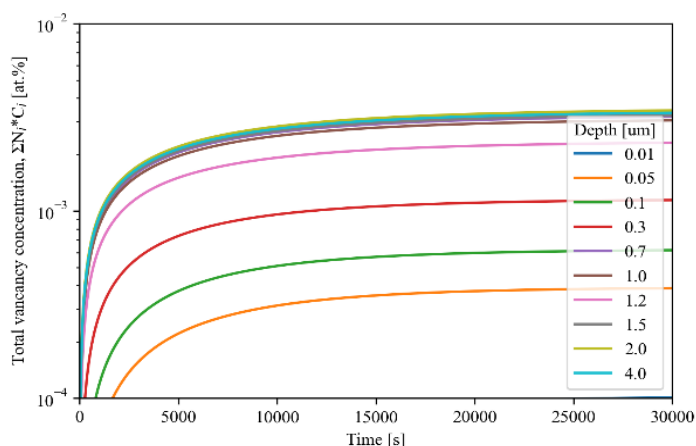


図1 タングステン中の各深さにおける原子空孔密度の時間変化

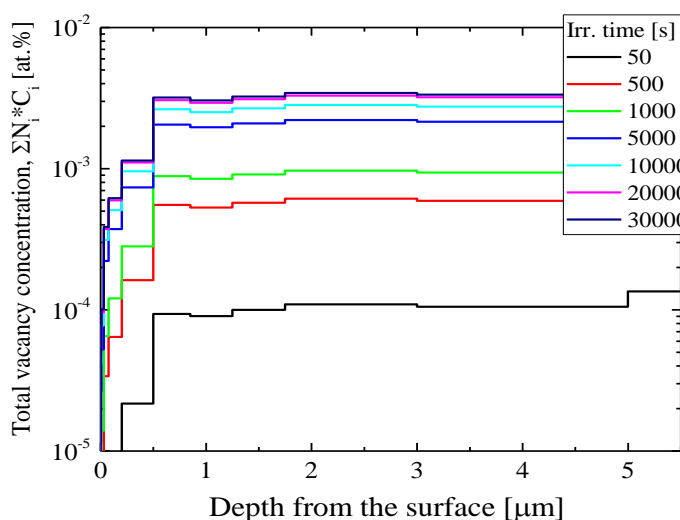


図2 タングステン中の原子空孔密度の深さ方向分布とその時間変化

2.6.3.4

ダイバータ用タングステンの照射硬化に伴う結晶方位の影響に関する研究
 Effect of Crystal Orientation on Irradiation Hardening in Tungsten for Divertors
 東郷広一*1、福井真音*2、福元謙一*3、石神龍哉*4
 Kouichi TOUGOU, Maoto FUKUI, Ken-ichi FUKUMOTO and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

The life-time prolonging of tungsten (W) which is a candidate of divertor for nuclear fusion reactors, is desired. In order to investigate the relationship between crystal orientation (slip plane of dislocation) and irradiation hardening, the *in-situ* TEM observation during tensile test, nano-indentation hardness test and Vickers hardness test were performed.

要約

核融合炉用ダイバータ候補材であるタングステンの高寿命化を目指し、結晶方位(転位のすべり面)の違いが、照射欠陥の発生に伴う材料の硬化(照射硬化)にどのように影響するかを調べるため、TEM 内引張「その場」観察、ナノインデンテーション硬さ試験、ビッカース硬さ試験を実施した。

緒言

タングステン(W)は高融点であることや、中性子の耐照射性が良好なことから、核融合炉用ダイバータ候補材に挙げられている。W は結晶粒界の結合強度が弱く低温領域での粒界割れ(脆化)が指摘されており、また中性子照射に伴い発生する照射欠陥(キャビティや転位ループ)が材料硬化を起こし、延性—脆性遷移温度の上昇に繋がることが懸念されている¹⁾。一方でヘリウム(He)イオン照射を行い、キャビティ(He バブルやポイド)を発生させた W 試料を用いて、透過型電子顕微鏡(TEM)内引張「その場」観察を行ったところ、結晶粒内におけるキャビティによる硬化の度合い(障害物強度因子)が転位のすべり面(結晶方位)に依存することが確認された^{2, 3)}。また W 圧延材から圧延方向に対し①0°、②45° に切り出した W 試料の He イオン照射前後におけるビッカース硬さ試験を実施したところ、硬化量の結晶方位依存性が確認された²⁾。そこで本研究では、転位とキャビティの相互作用(材料硬化メカニズム)から得られた障害物強度因子の転位のすべり面(結晶方位)依存性に焦点を当て、ナノインデンテーション硬さ試験やビッカース硬さ試験により得られる硬さ(硬化量)と結晶方位(転位のすべり面)との関係について調べることを目的とした。

成果の概要

W 試料の結晶方位配向性、並びに TEM 内引張「その場」観察での引張方向と硬さ試験時の圧子押し込み方向を一致させるため、W 圧延材(t3 mm)から圧延方向に対して、①0°、②45° の方向に試料の切り出しを行い、試料のひずみ除去のため 1100°C×10 h の真空熱処理を行った(熱処理材)。その後、若狭湾エネルギー研究センターのタンデム加速器を用いて入射エネルギー2 MeV、照射温度 700°C、照射量 0.2 dpa の条件で He イオン照射を行い、キャビティサイズの調整のために 1100°C×2.5 h の追加熱処理を行った(イオン照射材)。入射エネルギー2 MeV の条件では、試料表面から約 2.8 μm の深さに照射欠陥が最も多く発生する。そこで照射欠陥が発生している領域にてナノインデンテーション硬さ試験、ビッカース硬さ試験が実施できるよう試験条件の検討を行い、ナノインデンテーション硬さ試験時の圧子押し込み深さは 300 nm、ビッカース硬さ試験時の試験荷重は 100 g(HV0.1)の条件にて、室温下での硬さ試験を実施した。

W 試料中に発生したキャビティの室温下での障害物強度因子の値は、転位のすべり面毎に異なり、{123}面、{110}面では 0.55 ± 0.03 、{112}面では 0.41 ± 0.03 と異なる値を示した^{2, 3)}。また W 試料の熱処理材では引張方向(①0°、②45°)の違いに伴い、{123}面、{110}面、{112}面の転位のすべり面の割合(数)が変化し、①0° (<110>方向)の引張方向における転位のすべり面は主に{123}面、{112}面であったのに対し、②45° (<200>方向)の引張方向における転位のすべり面は主に{123}面、{110}面と、異なる傾向を示した。

X 線回折(XRD)分析の結果では、①0°、②45° に切り出したいずれの試料も(110)面のピークが支配的であったが、②45° の試料では①0° の試料に比べて、(110)面のピーク高さが約半分程度に減少していた²⁾。これ

*1福井大学・工学部、*2 福井大学大学院・工学研究科、*3 福井大学付属国際原子力工学研究所、*4(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと福井大学の共同研究として実施したものである。

本研究は、JSPS KAKENHI JP19K14684 の助成を受けたものである。

は②45° の試料は、(110)面以外の結晶方位((200)面、(211)面、(310)面など)の比率が①0° の試料よりも高く、②45° の試料は①0° の試料より[112]面の転位のすべり面の割合が少ないことを意味する。

結晶方位(転位のすべり面)と材料硬化(照射硬化)との関係を調べるため、引張方向(①0°、②45°)に対応する W 試料(熱処理材、イオン照射材)にてナノインデンテーション硬さ試験やピッカース硬さ試験を行い、He イオン照射前後における押し込み硬さ(H_{IT} 値)やピッカース硬さ(HV 値)を調べた結果を表 1 に、また硬さの変化(ΔH_{IT} 値、ΔHV 値)をグラフにしたものを図 1、図 2 に示す。ナノインデンテーション硬さ試験による ΔH_{IT} 値は②45° に切り出した試料のほうが大きく(図 1 参照)、ピッカース硬さ試験による ΔHV 値は①0° に切り出した試料のほうが大きい値を示した(図 2 参照)。

一方で H_{IT} 値と HV 値の比から、結晶粒界の強度を調べる手法が提案されている⁴⁾。ナノインデンテーション硬さ試験により求められた硬さ(H_{IT} 値)は結晶粒内の強度のみを表しているが、ピッカース硬さ試験により求められた硬さ(HV 値)は結晶粒内・粒界の両方を含んだ強度を表している。図1より ΔH_{IT} 値は②45° (<200>方向)の試料のほうが大きく、ΔHV 値は①0° (<110>方向)の試料のほうが大きい値を示した。ここで②45° の試料の ΔH_{IT} 値が①0° の試料より大きいのは、②45° の試料では[112]面の転位のすべり面の割合が①0° の試料よりも少ない(キャビティの障害物強度因子は[112]面が最も小さい)ことが影響している、または①0° の試料の ΔH_{IT} 値に硬化が認められなかったのは、He イオン照射後に追加熱処理をしたため、それにより W 試料が軟化したことが影響していると考えられる。

先行研究⁵⁾では室温環境下での W 多結晶(非照射材)の引張試験(結晶粒内・粒界の両方を含んだ強度)において、①0° の試料より②45° の試料のほうが応力値が低く、大きな伸びを示している。本研究での熱処理材では、②45° の試料のほうが①0° の試料に比べて H_{IT} 値が小さい値を示した一方で、HV 値は②45° の試料のほうが大きい値を示した(表 1 参照)。また熱処理材における①0° と②45° の試料の H_{IT} 値と HV 値の比(H_{IT} 値/HV 値)は、それぞれ 14.7、13.0 と、②45° の試料のほうが低い値を示した(表1参照)。これは H_{IT} 値と HV 値の比が小さい(H_{IT} 値が小さく HV 値が大きい)ほうが、粒界強度が強い(硬さ試験時の結晶粒界の抵抗力が高い)ことを示唆している。一方でイオン照射材においては、H_{IT} 値と HV 値の比は①0° と②45° の試料のいずれも 12.9、13.3 と、②45° の熱処理材の試料(H_{IT} 値と HV 値の比が 13.0)とほぼ同じ値を示した。He イオン照射後の追加熱処理に伴い、粒界強度に影響する結晶粒サイズがどのように変化したかわからないため、現時点では熱処理材とイオン照射材の粒界強度を H_{IT} 値と HV 値の比から議論することはできないが、同じイオン照射材である①0° と②45° の試料の粒界強度は H_{IT} 値と HV 値の比から、ほぼ同等であると考えられる。

結言

本研究により硬さと結晶方位(転位のすべり面)との関係、並びに粒界強度の変化を調べた。今後は結晶粒サイズや、①0° と②45° の試料での結晶粒界の傾角(回転角)の違いが、粒界強度に与える影響を調べる。

参考文献

- 1) A. Hasegawa, Journal of Plasma and Fusion Research, Vol.92, 891-896 No.12 (2016)
- 2) 東郷広一 他, 若狭湾エネルギー研究センター研究年報, Vol.23, p.91-92 (2020)
- 3) K. Tougou *et al.*, Nuclear Materials and Energy, 30, 101130 (2022)
- 4) T. Ohmura, K. Tsuzaki and S. Matsuoka, Scripta Materialia, 45, 889-894 (2001)
- 5) J. Reiser *et al.*, Journal of Nuclear Materials, 434, 357-366 (2013)

表1. 熱処理材、照射材の H_{IT} 値と HV 値

	切り出し角度	H _{IT} 値(MPa) (ナノインデンテーション)	HV値 (ピッカース)	H _{IT} 値/HV値
熱処理材	①0°	6576±206	448±7	14.7
	②45°	6054±67	465±7	13.0
イオン照射材	①0°	6556±43	508±5	12.9
	②45°	6749±92	508±4	13.3

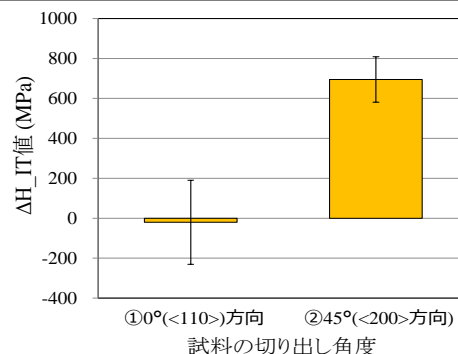


図 1 ①0°、②45° の試料における ΔH_{IT} 値

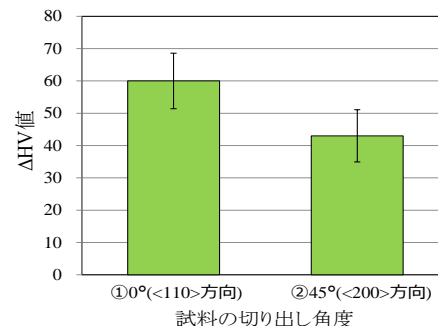


図 2 ①0°、②45° の試料における ΔHV 値

2.6.4. 材料技術の開発

2.6.4.1

シリコン薄膜の光の干渉による発色方法の実用化

Industrial Application of Coloring Method Using Light Interference by Silicon Thin Films

木村栄男^{*1}、下内孝博^{*1}、石神龍哉^{*2}

Hideo KIMURA, Takahiro SHIMOUCHI and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

To put a coloring method that utilizes light interference by silicon thin films into practical use, we have performed film formation experiments using industrial ion plating equipment. The effect of H₂ gas introduction on silicon film formation on stainless steel flat plates was investigated. The films were also formed on the surface of three-dimensional objects for the coloration, reproducibility, and stability of the films to be checked.

要約

シリコン薄膜による光の干渉を利用した発色方法を実用化するため、実際の製品の製造に使用されているイオンプレーティング装置を用いた成膜実験を行った。ステンレス平板への成膜により、水素ガス導入の効果を確認した。立体物にも成膜し、発色状況の確認と再現性、安定性をテストした。

緒言

固体表面の着色は、表示による情報の提供や物の区別だけでなく、外観を変えることによる価値の向上を目的としても利用される。透明な膜による光の干渉を利用した発色では、色ごとに異なる着色剤を使用する必要が無いという利点があるが、膜厚によって色が変わるため複雑形状な物品を均一に着色することは困難であり、また、見る方向によって色が変わるため色ムラが生じているように見える。シリコン(Si)は屈折率が4付近と大きいいため、干渉膜として利用したとき見る方向による色の変化が少なく、また、下地との密着性も高いという長所がある。本研究では、複雑形状の物体に成膜可能な量産加工装置を利用し、Siの成膜による着色方法を実用化するための実験を行った。

成果の概要

使用したイオンプレーティング装置φ1600(HSM1600)は縦型円筒タイプで、スパッタ電極が縦に7基並んだ列と6基並んだ列の2列ずつ、合計4列が設置されており、合計26基のスパッタ電極を設置できるようになっている(図1(a))。これらの電極には直流電源が接続されている。このうち、隣り合う2列の下から2番目と3番目の電極、計4つの電極に直径6インチのSiスパッタターゲットをセットし、4枚のターゲットの一番上の位置(図1(b)、右ラインの下から3番目上端)から一番下の位置(図1(b)、左ラインの下から2番目下端)までをコーティングゾーンとした。チャンパー内の成膜基板の固定具は自転と公転を組み合わせた回転が可能で2分でチャンパー内を1周し、複雑形状の製品の均質成膜を行うことができる構造となっている。これら2列のプラズマを通過する時間は約10秒であるため、50秒成膜するためには10分を要する。板状基板は図1(c)にあるように、自転治具のコーティングゾーンの高さに位置するフックに吊り下げた。立体物の場合、小型基材は板材と同様にし、大型基材は図1(d)のように処理を行った。成膜処理の開始真空度は、商用稼働の作業効率を考え 5.0×10^{-3} Pa程度とした。基板セット後に250°Cで加熱しながら約90分間真空引きし、次にArガスを放電して約10分間スパッタクリーニングした後、固定台を自公転させながら成膜を行った。

全面が鏡面研磨されたステンレス板を成膜基板とした場合、アルゴン(Ar)ガスのみを導入して成膜すると、発色は処理時間30分弱付近から見られた。均一性にはやや難があったが、大きな違和感があるほどのばらつきは少ないように思われる。しかし膜が薄いゾーンでは安定発色はやや難しい。水素(H₂)ガスを導入すると発色がより鮮やかになるという過去の研究結果をもとに実験を行った。その結果を図2(a)から(c)に示す。実験の結果、相当量のH₂ガスを入れないとその効果が感じられるほどの差が出ないことが分かった。

立体物へ成膜では、発色状況の確認と再現性、安定性のテストを行った。まずArガスのみで成膜を行った円筒形の水栓部品は物自体が回転しているため外周部はほぼ同じ色調で処理された(図3(a))。H₂ガス導入被

^{*1}株式会社NCC、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ

本研究は、公募型共同研究として(公財)若狭湾エネルギー研究センターが株式会社NCCと共同で実施したものである。

膜による色調の違いを立体物で確認するためラチェットレンチハンドルの処理を行ったところ予想以上に鮮やかな色調が得られた(図3(b))。さらにサイズの大きなものに対する処理品として大型の水栓をコーティングしたところ、上部にムラを発生させたが、ターゲットを2段しかセットしなかったためコーティングの有効ゾーンを十分とれていなかった可能性と治具のディスクが遮蔽物となった可能性があり、改善の余地はあるもの見栄えのする加工品が出来上がった。

結言

Si 成膜による多様で安定した発色技術を事業化へつなぐための課題を顕在化させ、その解決法を考えることを本研究の目的として、平板および立体物へ成膜を行い、色の均質性や色調を調べた。その結果、装置内の汚れ、特に残留酸素の影響は無視できないことが明らかになった。そのほかにも未知の部分が残っており完全な成膜条件を確立するに至らなかったが、本研究の成果は実用域にあと一步のところまで進んできており、令和4年度に新規導入する新型装置では、これらの課題を解決できる要素を考え得るだけ盛り込んで製作を行っているので、さらにこの技術の実用化にさらに近づくものと期待される。

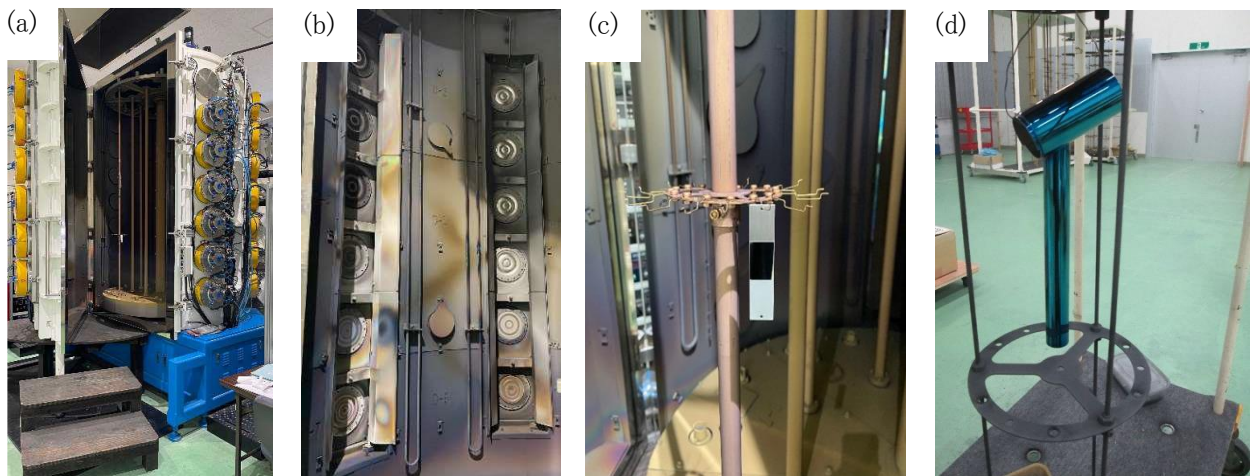


図1 (a)成膜装置 HSM1600 内の外観、(b)ターゲット配置(ターゲットの直径 6 インチ)、(c)設置された板状基板(長さ 80 mm)、(d)設置された大型基材(長さ 270 mm)



図2 (a)Ar 400 sccm、H₂ 80 sccm、カソード出力 300 W で 60 分間成膜されたステンレス板、(b)Ar 260 sccm、H₂ 320 sccm、カソード出力 500 W で 26 分間成膜されたステンレス板、(c) Ar 460 sccm、H₂ 320 sccm、カソード出力 500 W で 80 分間成膜されたステンレス板。板の大きさはすべて 18 mm×80 mm×0.5 mm である。



図3 (a)Ar 430 sccm、カソード出力 500 W で 42 分間成膜された水栓部品(直径 44 mm)、(b)Ar 260 sccm、H₂ 320 sccm、カソード出力 500 W で 26 分間成膜されたラチェットレンチハンドル(長さ 285 mm)、(c) Ar 260 sccm、H₂ 320 sccm、カソード出力 500 W で 55 分間成膜された大型水栓(長さ 270 mm)

2.6.4.2

プロトン照射による鉄系超伝導薄膜の臨界電流特性の増強に関する研究

Improvement of Critical Current Properties of Iron-Based Superconducting Films Using Proton Irradiation

尾崎壽紀*1、山下朔*1、掛谷一弘*2、石神龍哉*3

Toshinori OZAKI, Saku YAMASHITA, Itsuhiro KAKIYA and Ryoya ISHIGAMI

Abstract

We report the effect of irradiation with 1.5 MeV protons (fluence: 1.0×10^{16} - 7.0×10^{16} ions cm^{-2}) on superconducting properties of iron-chalcogenide $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ films. The 1.5 MeV proton irradiation with 1×10^{16} ions cm^{-2} dose increases the critical current density $J_c(4.2 \text{ K})$ by a factor of about 40 % at self-field and about 70 % under the circumstance of external field of 6-9 T compared with J_c for the pristine film almost without a decrease in transition temperature T_c . The transmission electron microscopy (TEM) observation of the proton-irradiated film reveals the lattice strain in the irradiated films, which could be produced by the irradiation, resulting in the enhancement of J_c . These results indicate that 1.5 MeV proton irradiation would be effective to enhance the self-field and in-field performances of iron-based superconducting films.

要約

1.5 MeV のプロトン照射(照射量: 1.0×10^{16} - 7.0×10^{16} ions cm^{-2})が $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ (FST)薄膜の超伝導特性に与える影響について調べた。 1.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した場合、照射前後で FST 薄膜の超伝導転移温度 T_c は変化しなかったが、照射量増加に伴い、照射後の T_c の低下が大きくなることが確認された。また、 1.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した FST 薄膜の臨界電流密度 J_c は、照射前より自己磁場で約 40%、6-9 T で約 70% 上昇した。断面 TEM 像から、照射後の薄膜には 5 nm 程度の歪みが観察され、これらが照射後の J_c の向上に起因している可能性がある。これらの結果から、1.5 MeV のプロトン照射は鉄系超伝導薄膜の磁場中での J_c を向上させるのに有効であると考えられる。

緒言

超伝導材料において、外部磁場下における臨界電流密度 J_c (電気抵抗ゼロで流すことのできる最大の電流密度値) を向上させる有効な手法の一つとしてイオン照射がよく知られている。従来は、100 MeV - 数 GeV の高エネルギー重イオン照射によって形成される 1 次元非晶質トラックを利用した J_c 向上の研究が数多く行われてきたが、最近では、数 MeV 以下の低エネルギーイオン照射が注目されている¹⁻³⁾。低エネルギーイオン照射は、比較的安価で取り扱いが容易な小型加速器を用いることができ、照射後の残留放射能の影響もほとんどないため、産業応用にも期待されている。本研究では、1.5 MeV のプロトン照射(照射量: 1.0×10^{16} - 7.0×10^{16} ions cm^{-2})が FST 薄膜の超伝導特性に及ぼす影響について検討を行った。

実験結果

図 1 に 3 枚の FST 薄膜に対し、 1.0×10^{16} 、 3.5×10^{16} 、 7.0×10^{16} ions cm^{-2} のそれぞれの照射量における照射前後の T_c の変化を示す。 1.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した場合、照射前後で FST 薄膜の T_c は変化しなかったが、照射量増加に伴い、照射後の T_c の低下が大きくなることが確認された。このことから、1.5 MeV のプロトン照射によって形成された結晶欠陥は 1.0×10^{16} ions cm^{-2} 以上において、 T_c を低下させることがわかった。

図 2 に照射前の FST 薄膜と照射エネルギー 1.5 MeV、照射量 1.0×10^{16} ions cm^{-2} でプロトン照射した FST 薄膜の、(a) 4.2 K における通電測定による J_c の磁場依存性、(b) (a) から算出した J_c enhancement の磁場依存性を示す。ここで、 J_c enhancement は、

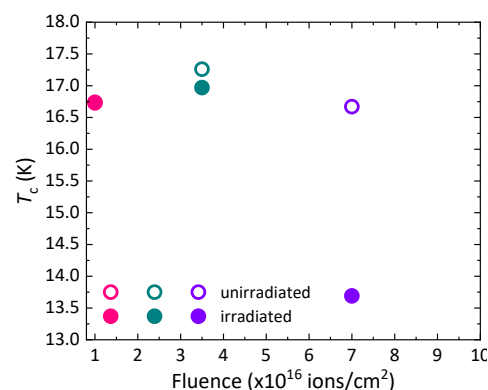


図 1 1.5 MeV プロトン照射前後の FST 薄膜の T_c の照射量依存性

*1 関西学院大学・工学部、*2 京都大学・工学研究科、*3 (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、公募型共同研究事業として(公財) 若狭湾エネルギー研究センターが関西学院大学および京都大学と共同で実施したものである。
本研究の一部は、財団法人木下記念事業団の助成を受けた。

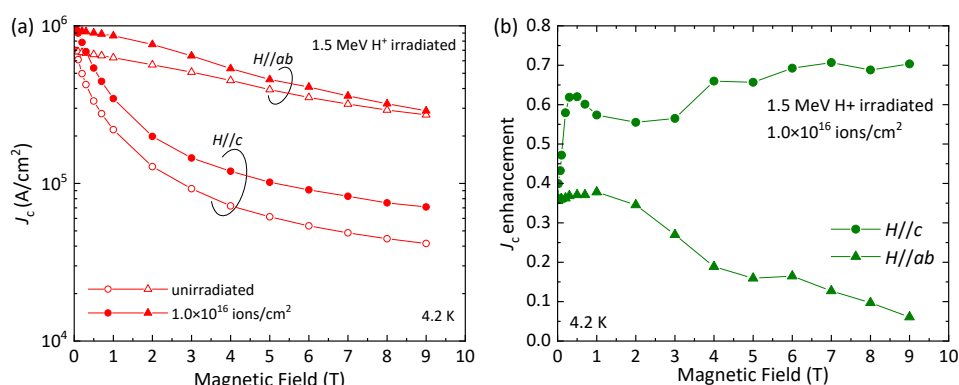


図 2 1.5 MeV プロトン照射(照射量: 7.0×10^{16} ions cm^{-2})前後の FST 薄膜の 4.2 K での (a) J_c と (b) J_c enhancement の磁場依存性

を示す。ここで、 J_c enhancement は、 $(J_c^{\text{after}} - J_c^{\text{before}}) / J_c^{\text{before}}$ で定義した。 1.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した FST 薄膜は、照射前 FST 薄膜と比較して 4.2 K での J_c は $H//ab$ と $H//c$ の両磁場方向に対して 0-9 T の全磁場領域で高い値を示した。 $H//c$ においては、 J_c enhancement は自己磁場で約 40% 向上し、磁場中で約 70% 向上した。また $H//ab$ においては、磁場の増加に伴い、 J_c enhancement は小さくなり、9 T では、約 5% の向上まで低下した。この結果から、プロトン照射によって形成された欠陥は、特に $H//c$ 方向にピン止め点の役割を果たしていると考えられる。 $H//ab$ 方向において、磁場の増加に伴い J_c enhancement が低下したのは、薄膜表面に垂直に照射することで超伝導電流が流れる層状構造が損傷したためと考えられる。

1.5 MeV のプロトン照射によって形成された欠陥を調べるために透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)による微細構造観察を行った。図 3 に 1.5 MeV プロトンを 7.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した FST 薄膜の断面 TEM 像を示す。図 3 (a) は低倍率断面 TEM 像を示しており、図 3 (b), (c) は照射欠陥と思われる部分の高倍率断面 TEM 像を示している。照射前 FST 薄膜の断面 TEM 像は観察できていないが、すでに報告されている論文¹⁾を参照すると、緑の丸い点線で囲まれた部分の格子の歪んだ部分が照射によってできた欠陥だと考えられる。このような 5 nm 程度のサイズの格子が歪んだ部分が照射欠陥として磁束ピン止め点として働いていると推測される。

結言

鉄系超伝導体の一つである $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ 薄膜にプロトンを 1.5 MeV のエネルギーで照射し(照射量: 1.0×10^{16} 、 3.5×10^{16} 、 7.0×10^{16} ions cm^{-2})、通電測定による超伝導特性の変化を調べた。1.5 MeV プロトンを 7.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した FST 薄膜の断面 TEM 像から、5 nm 程度のサイズの格子が歪んだ欠陥が確認された。 1.0×10^{16} ions cm^{-2} 照射した FST 薄膜は、照射前 FST 薄膜と比較して 4.2 K での J_c は $H//c$ においては、 J_c enhancement は自己磁場で約 40% 向上し、磁場中で約 70% 向上した。これらの結果から、1.5 MeV のプロトン照射は鉄系超伝導 $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ 薄膜の臨界電流特性を向上させる有効な方法であると考えられる。

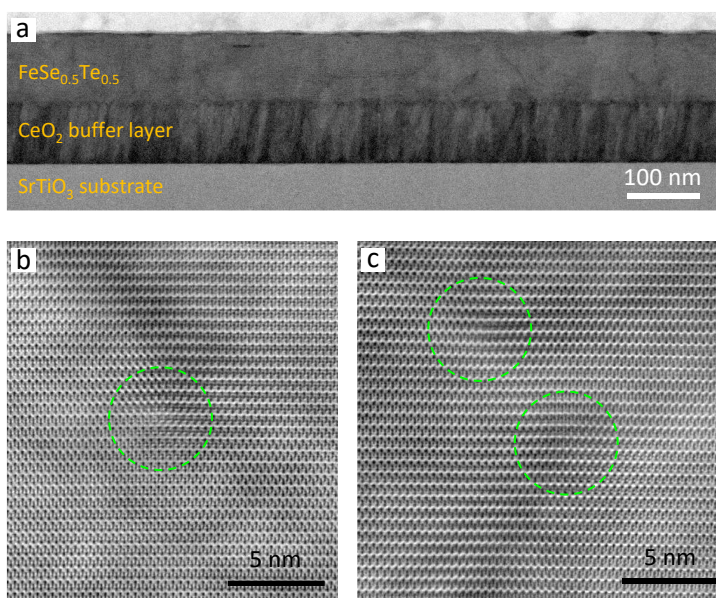


図 3 1.5 MeV でプロトン照射(照射量: 7.0×10^{16} ions cm^{-2})した FST 薄膜の断面 TEM 像。

参考文献

- 1) H. Matsui *et al.*, Appl. Phys. Lett. 101, 232601 (2012)
- 2) T. Ozaki *et al.*, Supercond. Sci. Technol. 33, 094008 (2020)
- 3) T. Ozaki *et al.*, Quantum Beam Sci. 5, 18 (2021)

2.6.4.3

フレキシブル性と耐久性を有する導電性皮膜の開発に関する調査研究

Research on Development of Flexible and Conductive Films

野坂敬之*1、辻本和久*1、後藤昌利*1、山岸隆一郎*2、安永有史*3

Takayuki NOSAKA, Kazuhisa TSUJIMOTO, Masatoshi GOTO, Ryuichiro YAMAGISHI
and Kazufumi YASUNAGA

Abstract

The development of conductive materials with flexibility and durability has been requested. In this study, we are aiming to develop a conductive film with excellent heat resistance and bending durability by plating Cu and Sn on the polyimide film substrates. The conductive film under development has a problem that innumerable spots are generated on the surface of the metal by heat treatment at elevated temperatures. To clarify the cause of these spots, we observed the metal surface condition of the conductive film was observed using a scanning microscope, and the elemental distribution toward the depth direction of the metal layer was analyzed by auger electron spectroscopy. From this measurement, it is clarified that the Cu atoms are diffused to the outermost surface in the spotted portions, and they are slightly recessed compared to a periphery. By considering the mechanism of spots generation, it is presumed that the spots are formed where Cu atoms are diffused to the outermost surface of thinner Sn area by melting under high temperature conditions.

要約

電子部品関連の分野において、フレキシブルで耐久性に優れた導電性素材が求められている。我々は、ポリイミドフィルム基材に銅やスズの金属膜を積層することで、耐熱性や屈曲耐久性に優れた導電性フィルムの開発を目指している。その中で、開発中の導電性フィルムには、高温における熱処理によって、金属皮膜表面に無数の斑点が発生するという品質上の課題があった。そこで、本研究では、開発中の導電性フィルムの金属表面状態の観察や金属皮膜中の元素分析をオージェ電子分光分析により行い、斑点発生の原因を解析した。その結果、斑点部では、スズの最表面まで銅が拡散していることや、斑点部周辺に比較して凹形状であることが明らかになった。斑点発生メカニズムとしては、高温条件での熱処理を行うと、スズの熔融時に隆起する箇所と、それに伴い沈降する箇所が発生し、その沈降したスズ厚みが薄いところで、最表層までの銅の拡散が発生し、斑点状になっていることが考えられる。

緒言

ロボット・車(車載デバイス)・スマートフォン・家電などの幅広い分野において、あらゆる製品が情報ネットワークに接続するようになってきており、多くの新製品が生み出されている。中でも、目的に応じて変形したり折りたたまれたりするような、柔らかなエレクトロニクス製品を実現するためのフレキシブル性(屈曲耐久性)や、過酷な使用環境に対応するための耐熱性など、高い耐久性を有する導電性素材が必要とされている。

現在我々は、フィルム上に金属被膜を形成した導電性フィルムや、柔軟な繊維素材に金属皮膜を複合化した導電性ファブリックなどのフレキシブル導電素材を開発している。これらは電磁波シールド材、或いはグランディング材として様々な電子デバイスに使用されるため、耐熱性や屈曲耐久性の更なる向上が課題となっている。その中でも、はんだ付け等の高温条件下で使用されるものもあり、高温環境に対する耐熱性を有する材料の必要性も高まっている。本研究では、ポリイミドフィルム上に銅層、スズ層の順に積層された金属被膜を有する導電性フィルムについて、更なる耐熱性向上を検討した。

本導電性フィルムは数分程度、高温環境下に曝すことにより、金属皮膜表面に無数の斑点が発生する現象を確認した(図1)。これらは、各基板等との接合時の障害となりうる可能性があり、ノイズ等のグランディング機能にも支障をきたす懸念がある。

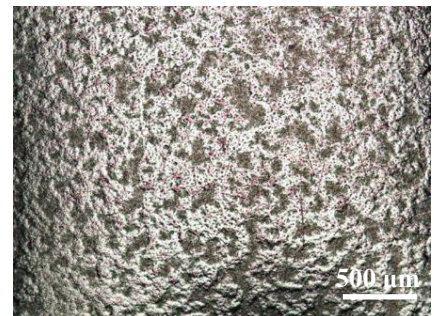


図1 熱処理後に発生する斑点

*1セーレン株式会社・研究開発センター・開発研究グループ、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・企画支援広報部・技術相談室、*3(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、セーレン株式会社と(公財)若狭湾エネルギー研究センターの共同研究として実施したものである。

そこで、オージェ電子分光分析 (AES) を用いて金属皮膜表面の観察するとともに、及び金属被膜の深さ方向元素分布を分析し、斑点発生の原因やメカニズムを解明することを目的とした。

成果の概要

導電性フィルムサンプルの作製

ポリイミドフィルム(厚さ 25 μm)の片面に蒸着によって銅層を形成し、さらに銅層表面にめっき加工によってスズ層を形成することにより、導電性フィルムを作製した(図 2)。

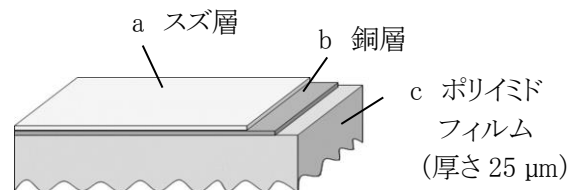


図 2 導電性フィルムの構造の模式図

無数斑点発生の原因解析

熱処理後に発生する斑点発生の原因解析のため、導電性フィルムサンプルを高温条件(260°C)に設定した定温乾燥機(DRA630DA、ADVANTEC 製)を用いて、5 分間熱処理し、無数斑点を発生させた。さらに、斑点部と斑点以外の箇所に関して、AES(オージェ電子分光装置、JAMP-7810、日本電子株式会社)を用いて、SEM 像を撮影するとともに(図 3)、アルゴンエッチングを併用し、金属皮膜の表面から深さ方向の元素分析をおこなった(図 4)。

その結果、斑点部では、斑点以外の箇所と比較して、下地の銅が表層近辺まで拡散されており、スズと銅の合金層が形成されていることが明らかになった。また、SEM 像からも確認できるように、斑点部は僅かに凹形状であることや、これまでの検討の結果、スズ層の厚みが厚いほど無数の斑点が発生しやすいことなどが判明してきている。これらのことから、高温の熱で溶融したスズは、めっき皮膜中に取り込まれている添加剤の表面張力により、部分的に隆起する箇所が発生し、一方で、隆起した周辺のスズは沈降している状態となり、その箇所においては、スズの厚みが薄いことで、表層付近まで銅の拡散が起きていると判断できる。つまり、本素材のスズ厚みを薄くした場合、高温の熱処理で溶融したスズの表面張力による隆起、沈降の程度は抑制される方向になるため、斑点発生は抑制されると考えられる。本研究により、斑点発生メカニズムが解明され、これらの知見から、耐熱性に優れた素材の開発が進展した。

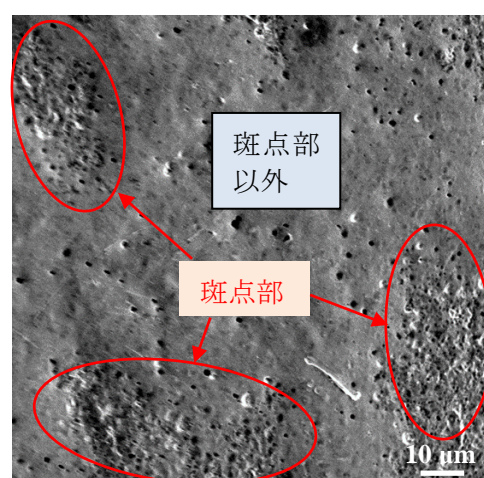


図 3 熱処理後に発生する斑点部の SEM 像

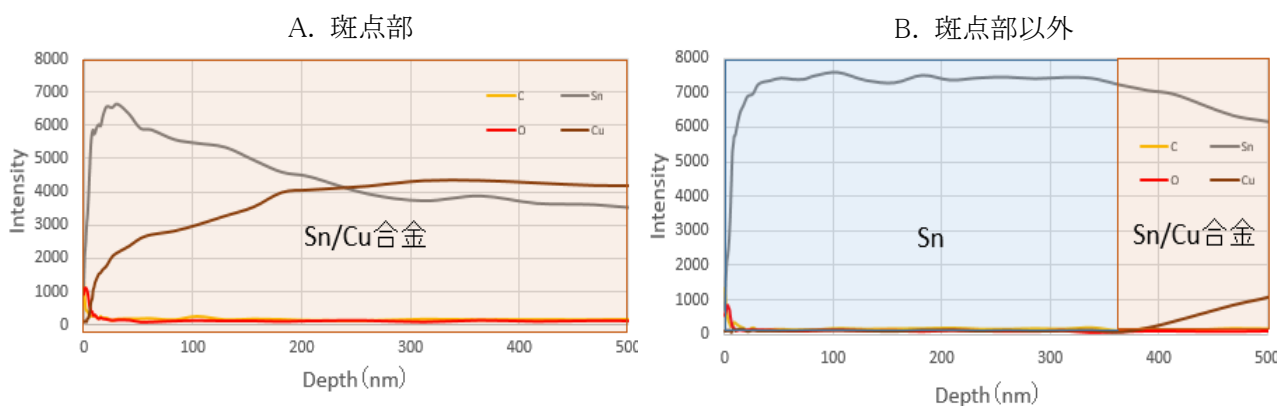


図 4 熱処理後に発生する斑点部の AES による深さ方向の組成分析

結言

高温における熱処理によって、導電性フィルムの金属皮膜表面に無数の斑点が発生するという課題があった。AES を用いた金属皮膜の深さ方向分析、及び SEM 観察の結果、斑点部では、スズの最表面まで銅の拡散があることや、斑点部周辺に比較して僅かに凹形状であることが明らかになった。これらの分析結果を踏まえ、斑点の発生は、高温条件での熱処理で起きるスズの溶融時にスズ皮膜として隆起する箇所と、それに伴い沈降する箇所が発生し、その沈降したスズ厚みが薄いところで、最表面までの銅の拡散が発生し、斑点として確認されることによるものと考えられる。

2.6.4.4

超強加工による微細結晶粒金属材料の創製と評価

Ultra-Fine and Nanocrystalline Structure Induced by Severe Plastic Deformation of Metal Surfaces

安永和史*1、加藤寛敬*2

Kazufumi YASUNAGA and Hirotaka KATO

Abstract

A Ti-6Al-4V alloy disk specimen burnished at rotational speed of 800 rpm was observed by cross-sectional transmission electron microscopy. Burnishing process induced the formation of nanocrystal mean grain diameter of which was less than 100 nm from the surface to 5000 nm in depth.

要約

Ti合金の円盤表面を800 rpmの回転速度でバニシング加工し断面組織を観察した。バニシング加工は、結晶粒の微細化を引き起こし、平均結晶粒径は表面から5000 nmまでの深さにおいて100 nm未満であった。

緒言

バニシング加工は、回転中の金属材料に高硬度で滑らかな表面をもつ球面工具を押しつけ、金属表面を鏡面状態にする表面処理法である。この方法では工具との摩擦により金属表層が強度に塑性変形され、硬度・耐磨耗性・疲労強度等の機械的性質が向上する。これまで、体心立方格子(bcc)構造を有する炭素鋼(S45C)や面心立方格子(fcc)構造を有する純Cuのバニシング加工後の表面近傍の微細組織について調査してきた。本研究では六方最密充填(hcp)構造とbcc構造を有するTi合金に対してバニシング加工を施し、導入される組織及び硬さ変化について調査した。

成果の概要

試料は、焼鈍したTi-6Al-4Vの円盤(φ60 mm、t5 mm)に超合金のボール(φ6 mm)を荷重500 N、回転速度800 rpm、送り速度0.01 mm/rev、加工摺動直径40~50 mm、加工パス1回、大気中、室温、無潤滑の条件でバニシング加工することにより作製した。図1は、表面からの深さ0~500 nm、800~2100 nm及び3900~5000 nmにおける断面微細組織のTEM暗視野像である。試料表面(図1aの上端)の超合金ボールによる摩擦方向は左から右である。白いコントラストは結晶粒であり、表面近傍ではほぼ摩擦方向に長軸をもつ形状で深さが増加するにつれて等軸粒へと変化した。図2は、粒径分布を表面からの深さ毎に示しており、結晶粒径(長軸長さ)は表面からの深さと共に増大した。各深さの平均粒径は100 nm未満であり、バニシング加工により表面から少なくとも5000 nmにおいて結晶粒微細化が誘起されることが明らかとなった。バニシング加工により硬さは、310HVから464HVへ上昇した。この硬さの増加は、結晶粒微細化に起因していると考えられる。

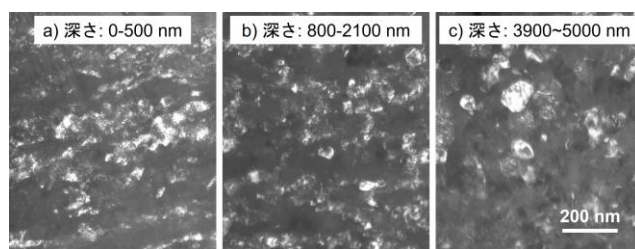


図1 荷重500 N、回転速度800 rpmでバニシング加工後のTi合金の表面からの深さの異なる領域のTEM暗視野像

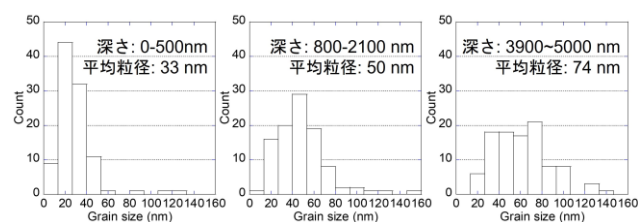


図2 バニシング加工後のTi合金の表面からの深さの異なる領域での結晶粒径分布

結言

荷重500 N、回転速度800 rpmの条件でバニシング加工したTi-6Al-4V合金の結晶粒の状態について表面から深さ依存性を調査した。結晶粒の形状は、深さの増大につれて等軸粒へと変化した。表面から深さ5000 nmにわたり、結晶粒が微細化されており、硬度上昇の原因と考えられる。

*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、*2福井工業高等専門学校機械工学科
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと福井工業高等専門学校の共同研究として実施したものである。

2.6.4.5

熱処理条件の異なる Ge₁₂Sb₂Te₁₅ の熱電特性と微細構造

Thermoelectric Properties and Microstructure of Ge₁₂Sb₂Te₁₅ Specimens with Different Thermal Treatments

小菅厚子*1、安永和美*2

Atsuko KOSUGA and Kazufumi YASUNAGA

Abstract

Thermoelectric properties of Ge₁₂Sb₂Te₁₅ significantly depend on thermal treatment and resultant microstructure. The relation between thermoelectric properties and microstructure of specimens with different cooling rate was investigated. The experimental result suggests that the thermoelectric properties of Ge₁₂Sb₂Te₁₅ are affected by crystallite diameters.

要約

Ge₁₂Sb₂Te₁₅ 試料の熱電特性は、熱処理やそれに伴い生じる微細組織に顕著に依存する。冷却速度の異なる試料の熱電特性と微細組織の関係を調査した結果、熱電特性に与える結晶子径の影響が示唆された。

緒言

エネルギーや地球温暖化といった世界的に切実な問題を解決するために、わが国では「2050年カーボンニュートラル」を目指すことが掲げられている。その実現には二酸化炭素削減が重要な課題の一つであり、化石燃料由来の未利用熱エネルギーの高効率利用が効果的である事が指摘されている¹⁾。熱電発電技術は、温度差を電気に直接変換する技術であり、原理的に低温排熱の回収に対して他の技術より優位性をもつ。室温付近で高い熱電特性を示す室温熱電材料が実現されれば、省エネルギー社会の実現に道筋をつける廃熱回収技術に貢献する事が期待される。最近、大阪公大のグループは、GeTe系熱電バルク材料が室温付近で高い熱電特性を示すことを発見した²⁾。この材料の特徴として、特殊なバンド構造を有する事、熱電特性が試料作製条件に強く依存する事があげられる。本研究では、熱処理条件の異なる Ge₁₂Sb₂Te₁₅ 試料の熱電特性と微細組織の関係性について調査した。

成果の概要

Ge₁₂Sb₂Te₁₅ 試料は、900℃で12時間熔融、500℃で10日間アニール後に水冷及び炉冷することにより作製した。図1(a)及び(b)は、水冷及び炉冷した試料の粉末X線回折(XRD)パターンである。構造解析の結果、水冷試料は、菱面体晶と立方晶の混相から成り、炉冷試料は菱面体晶単相から成ることが確認された。また、炉冷試料よりも水冷試料の方がXRDパターンのピークがシャープであり、水冷試料の方が高い結晶性をもつことが示唆される。表1に水冷及び炉冷試料の室温(約300K)における電気抵抗率ρ、易動度μ、キャリア濃度nを示す。熱電特性のうちの電気的特性に關与するこれらパラメータは、試料作製時の冷却速度の違いにより大きく異なる。

表1 水冷試料及び炉冷試料の室温における電気抵抗率ρ、易動度μ、キャリア濃度n

	水冷試料	炉冷試料
ρ (mΩ cm)	1.11	1.74
μ (cm ² /Vs)	21.0	10.4
n (/cm ³)	2.65 × 10 ²⁰	3.58 × 10 ²⁰

1)

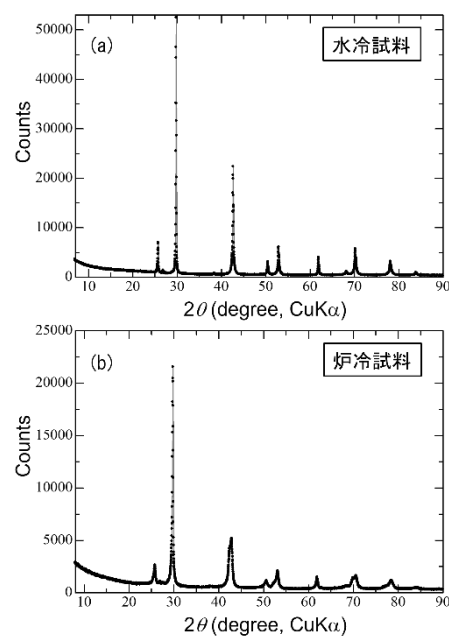


図1 水冷(a)及び炉冷(b)処理した Ge₁₂Sb₂Te₁₅ 試料の粉末 XRD パターン

*1大阪公立大学・理学研究科・物理学専攻、*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと大阪公立大学の共同研究として実施したものである。

ことがわかった。これは水冷試料の方が、炉冷試料より2倍ほど高い易動度 μ をもつことに起因すると考えられる

微細組織観察用の試料は、水冷及び炉冷したバルク試料を乳鉢で粉碎した微粉末である。図2(a)は、水冷試料のTEM暗視野像である。不定形の白いコントラストを呈しているものが個々の結晶子で、結晶は多数の微細な結晶子から構成される多結晶体であることが分かる。図2(b)は、結晶子の長軸の長さをその粒径とした水冷試料中の結晶子径分布で、2.3~35.6 nmの範囲に分布し、平均結晶子径は7.8 nmであった。図3(a)は、炉冷試料のTEM暗視野像で、水冷試料と同様にナノサイズの結晶子からなる多結晶体である。図3(b)は、結晶子径分布で5.1~35.5 nmの範囲に分布し、平均結晶子径は16.3 nmであった。水冷試料の平均結晶子径は、炉冷試料の約1/2であり、粒界密度が高い。今後、XRDの結果と併せて、電気抵抗率だけでなく、その他の熱電特性に影響する物性パラメータに与える影響について考察していく予定である。

結言

熱処理条件が異なる $\text{Ge}_{12}\text{Sb}_2\text{Te}_{15}$ 試料の熱電特性及び微細組織を調査した。その結果、炉冷試料よりも水冷試料の方が高い結晶性・小さい結晶子サイズをもつことがわかった。今後、これら微細組織が熱電特性に与える影響について考察していく予定である。

参考文献

- 1) 資源エネルギー庁: 実はCO₂削減によく効く、熱エネルギーの低炭素化(2018年3月20日)
<https://www.enecho.meti.go.jp/about/special/johoteikyo/netsu.html>
- 2) “Superior room-temperature power factor in GeTe systems via multiple valence band convergence to a narrow energy range”, T. Oku and A. Kosuga et al., Mater. Today Phys. 20 (2021)100404.

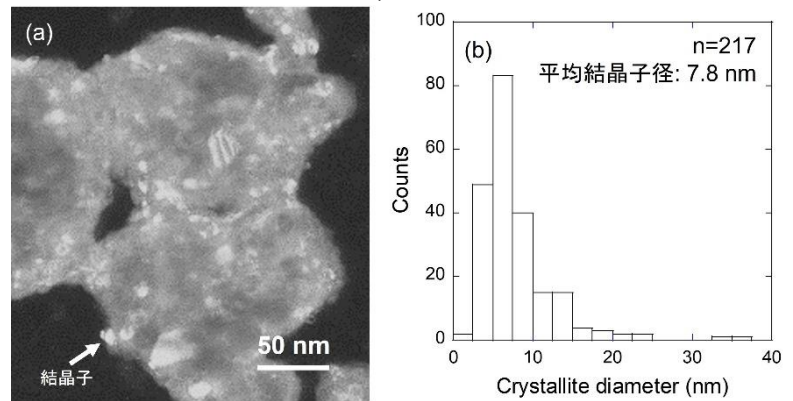


図2 水冷した $\text{Ge}_{12}\text{Sb}_2\text{Te}_{15}$ 試料のTEM暗視野像(a)及び結晶子径分布(b)

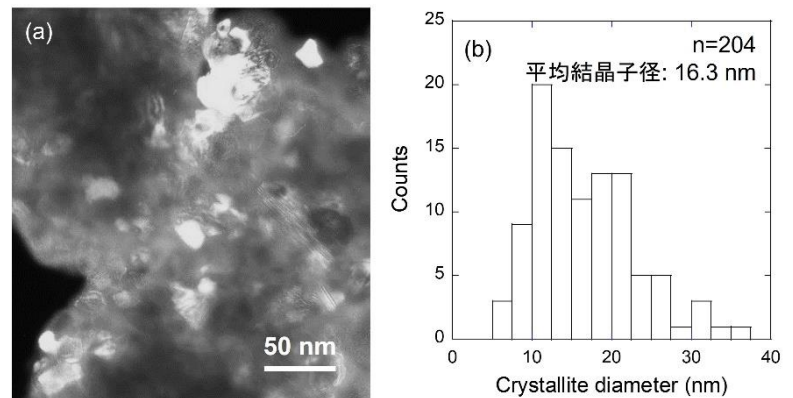


図3 炉冷した $\text{Ge}_{12}\text{Sb}_2\text{Te}_{15}$ 試料のTEM暗視野像(a)及び結晶子径分布(b)

2.6.4.6

Ti 合金 HIP 処理材のマイクロスラリージェットエロージョン試験後の表面組織
Surface Structure of a HIP Treated Ti Alloy by a Micro Slurry-Jet Erosion (MSE) Test安永 和史^{*1}、岩井 善郎^{*2}

Kazufumi YASUNAGA and Yoshiro IWAI

Abstract

A micro slurry-jet erosion test was conducted for a Ti alloy treated by a HIP process, and the eroded surface was observed by cross-sectional transmission electron microscopy (TEM) to investigate the erosive wear property. Ti alloy fragments existed on the surface with tinny Al_2O_3 projected particles. Ti alloy fragments existed on the surface with tinny Al_2O_3 projected particles. Metal fragments and an area just beneath the fracture surface were both subjected to nanocrystal formation, which indicates that the erosion proceeds in nano-crystallized area due to severe plastic deformation induced by the impact of projected particles.

要約

マイクロスラリージェットエロージョン試験後の Ti 合金 HIP 処理材の表面には、Ti 合金の破砕粉及びアルミナ投射粒子が存在することが TEM 断面観察により判明した。Ti 合金破砕粉及び未破砕の表面近傍領域は結晶粒が微細化しており、そのナノ結晶領域が破壊しエロージョンが進展することが明らかとなった。

緒言

積層造形法により作製した Ti-6Al-4V 合金は、航空機エンジン部品等への適用が検討されているが、信頼性や安全性にとって微小な固体粒子によるエロージョン摩耗（以下、エロージョン）も問題になると考えられる。

本研究では、福井大学で開発された固体微粒子を含む水噴流の高速投射による表面破壊に対する強度特性を簡便に高信頼性で評価できるマイクロスラリージェットエロージョン試験法（MSE 試験法）を、積層造形後に熱間静水圧加圧処理（HIP 処理）した Ti-6Al-4V 合金に適用して、表面のエロージョンの進展挙動を調査した。

成果の概要

試料は電子ビーム積層造形（Electron Beam Melting; EBM）法により作製された Ti-6Al-4V 合金製の円盤（12 mm φ、3 mm t）である。MSE 試験は、投射粒子として多角形状のアルミナ粒子（WA#320、平均粒径 40 μm）を水に混ぜたスラリーを試料表面に対して垂直に投射することにより行った。粒子の投射速度は約 100 m/s と推定される。Ti 合金のエロージョンの進展状態は、最表面から深さ数 μm の領域を TEM 断面観察することにより調査した。図 1 は、試験後の Ti 合金の最表面近傍の断面の明視野像である。左上の領域には、Ti 合金のエロージョン破砕粉及びアルミナ投射粒子が混在している。金属破砕粉の長軸長さを粒径とすると、その粒径は 100 nm～2.6 μm の範囲に分布した。点線両矢印は、未破砕領域における微細結晶粒の形成幅を示しており、最大約 580 nm の深部までナノ結晶化している。Ti 合金破砕粉も同様にナノ結晶化していることから、エロージョンは、投射粒子の衝突により高い塑性歪を受けた領域がまずナノ結晶化し、その後ナノ結晶化領域内で亀裂が発生、ナノからマイクロサイズレベル破砕粉の生成を伴い進展したと考えられる。

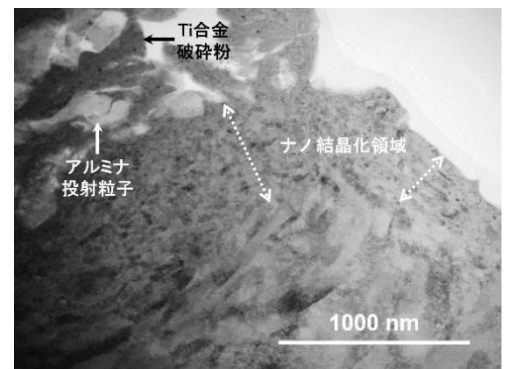


図 1 MSE 試験後の Ti-6Al-4V 合金 HIP 処理材の表面近傍の微細組織。

結言

積層造形により作製された Ti-6Al-4V 合金 HIP 処理材の MSE 試験によるエロージョン摩耗は、投射粒子の衝撃によりナノ結晶化した表面領域が破砕し進展することによって生ずることが明らかになった。

^{*1}（公財）若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、^{*2} 国立大学法人 福井大学 産学官連携本部
本研究は、（公財）若狭湾エネルギー研究センターと福井大学の共同研究として実施したものである。

2.6.4.7

マグネシウム合金の腐食挙動に及ぼす添加元素の効果

Effects of Alloying Elements on Corrosion Properties in Magnesium Alloys

嶋山賢彦^{*1}、安永和史^{*2}、山岸隆一郎^{*3}

Masahiko HATAKEYAMA, Kazufumi YASUNAGA and Ryuichiro YAMAGISHI

Abstract

The passive films of Cu-Cr, Cu-Cr-Zr, GlidcopCuAl15 and GlidcopCuAl25, contains precipitates and dispersed particles as impurities, which affects the corrosion resistance. A semi-quantitative analysis was performed on their contents in the film.

要約

Cu-Cr、Cu-Cr-Zr 合金や GlidcopCuAl15、GlidcopCuAl25 の不動態皮膜は材料中の析出物や分散粒子が不純物として含まれ、耐食性に影響を与える。皮膜中のそれらの含有量について半定量分析を行った。

緒言

Cu-Cr-Zr 合金やアルミナ分散強化銅合金(ODS-Cu)の GlidcopCuAl15、CuAl25 は核融合炉のプラズマ対向機器のヒートシンクや冷却管に対する候補材料である。銅合金は一般的に耐食性の高い金属であるが、高密度の析出物や分散粒子が含まれる合金において、それらが耐食性にどのような影響を与えるかについては十分な知見が得られていない。今回、比較的弱い腐食環境である硫酸ナトリウム水溶液を用い、これらの合金の析出物や分散粒子が不動態皮膜形成や、その耐食性に与える影響を電気化学試験と電子線マイクロプローブアナライザ(EPMA)による表面の化学組成分析によって調べた。

成果の概要

自然電位測定では ODS-Cu (CuAl25) のアルミナ量の増加による腐食電位の低下が確認された。分極試験においても CuAl25 では図1に示すように不動態皮膜にアルミナ粒子が蓄積することで不動態皮膜が不安定になり腐食電流密度が上昇し耐食性の低下が認められた。Cu-Cr、Cu-Cr-Zr では Cr 析出物も不動態皮膜を形成するため CuAl25 と比べ、腐食電流密度の上昇が確認されず、比較的良好な耐食性を示した。0.01 M Na₂SO₄ 溶液中の分極試験においては、溶液の導電率の影響で各試料の腐食電流密度は低下した。しかし、Cu-Cr-Zr 合金は粗大な Cr 析出物や Zr 偏析の影響で腐食電流密度が他の合金と比べ大きい値を示した。

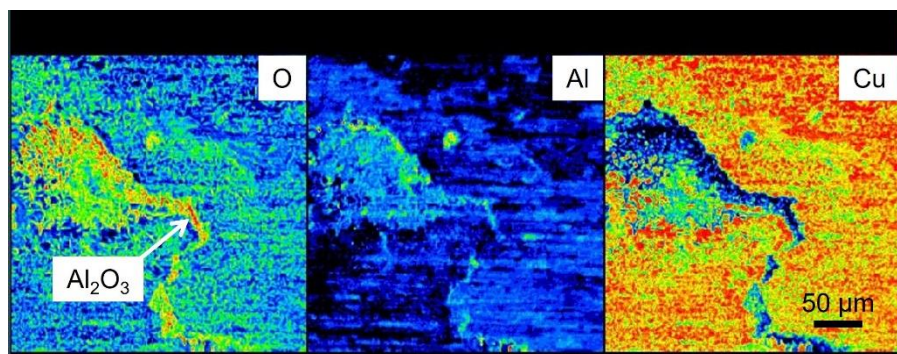


図1 0.1 M Na₂SO₄ 溶液中で分極試験した CuAl25 の不動態皮膜中の O、Al、Cu の EPMA 元素マップ

結言

0.01 M Na₂SO₄ 溶液中では ODS-Cu が比較的良好な耐食性を示したが、0.1 M Na₂SO₄ 溶液中では腐食速度が大きくなり、皮膜中に含まれるアルミナ量が増大することにより ODS-Cu の耐食性が劣化する。

^{*1}国立大学法人富山大学大学院・理工学研究部、^{*2}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・エネルギー材料グループ、^{*3}(公財)若狭湾エネルギー研究センター・企画支援広報部・技術相談室
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと国立大学法人富山大学の共同研究として実施したものである。

2.6.4.8

芳香族ポリイミドおよび紡糸法の制御による高性能ファイバーの創製
Fabrication of High-Performance Aromatic Polyimide Nanofiber畑下昌範^{*1}、庄司英一^{*2}

Masanori HATASHITA and Eiichi SHOJI

従来より優れた機械的強度や耐熱性、耐薬品性、耐放射線性を示す材料として、ポリイミド系高分子が知られているが、そのファイバー化は困難であるとされてきた。それは、乾式紡糸法、湿式紡糸法、電界紡糸法のいずれの方法においても、高分子は溶液の状態もしくは熔融状態で調製することが必須条件であるのに対して、ポリイミドが不溶融、溶媒不溶性であることに起因している。

しかし、近年、不織布メーカーにおいては、ミリサイズ径のポリイミド不織布を製造するところが現れ、紡糸法としては、メルトブロー法という乾式紡糸法に分類される方法によるものであることが明らかにされた。この場合のポリイミドは熱可塑性であり、すなわちポリイミドの特徴の一つである耐熱性を犠牲にして不織布が生産されている。

ポリイミドのファイバーマットの適用先を考えた場合に、ポリイミドのもつ優れた特性のうち、溶媒溶解性（ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミドなどの特殊な溶媒への溶解性）が失われても、適用先が狭まることはあまりないと考え、イオン性基をもった極性モノマーを用いずに、溶媒溶解性の高まるモノマーの分子構造を検討した。その結果、長鎖アルキル基の導入、脂環式骨格の導入がポリイミドの可溶化に寄与するのではないかと考えた。今後は、これらのモノマーからなるポリイミドを合成し、溶媒可溶性の調査を行う予定である。

^{*1} (公財) 若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・生物資源研究室、^{*2} 福井大学工学系部門工学領域知能システム工学講座
本研究は、(公財) 若狭湾エネルギー研究センターと福井大学の共同研究として実施したものである。

3. 外部発表、特許、品種登録

3.1. 外部発表

令和3年度における外部発表(論文等及び国際会議、国内会議における発表)は次のとおりである。

(1) 学術論文

1. Yushi Katsuyama, Mizuho Doi, Sachi Shioya, Sanae Hane, Momoko Yoshioka, Shuichi Date, Chika Miyahara, Tomomichi Ogawa, Ryo Takada, Hanako Okumura, Rie Ikusawa, Sakihito Kitajima, Kenji Oda, Kenji Sato, Yoshikazu Tanaka, Takahiro Tezuka, Masanobu Mino, The role of chaperone complex HSP90-SGT1-RAR1 as the associated machinery for hybrid inviability between *Nicotiana glauca* Domin and *N. tabacum* L., *Gene*, Vol.776, 145443-145460, 2021.4. <https://doi.org/10.1016/j.gene.2021.145443>.
2. Hideo Watanabe, Yoshiki Saita, Katsuhito Takahashi and Kazufumi Yasunaga, Desorption of Implanted Deuterium in Heavy Ion-Irradiated Zry-2, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.9, 9, 2021.4. <https://doi.org/10.3390/qubs5020009>.
3. Hirokata Kato, Wataru Hirokawa, Yoshikazu Todaka, Kazufumi Yasunaga, Improvement in Surface Roughness and Hardness for Carbon Steel by Slide Burnishing Process, *Materials Sciences and Applications* Vol.12, 11, 2021.5. <https://doi.org/10.4236/msa.2021.125011>.
4. Satoshi Hatori, Ryoya Ishigami, Kyo Kume, and Kohtaku Suzuki, Ion Accelerator facility of the Wakasa Wan Energy Research Center for the Study of Irradiation Effects on Space Electronics, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.2, 14, 2021.5. <https://doi.org/10.3390/qubs5020014>.
5. Mitsuru Imaizumi, Takeshi Ohshima, Yosuke Yuri, Kohtaku Suzuki, and Yshifumi Ito, Effects of Beam Conditions in Ground Irradiation Tests on Degradation of Photovoltaic Characteristics of Space Solar Cells, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.2, 15, 2021.5. <https://doi.org/10.3390/qubs5020015>.
6. A. Kinomura, S. Nakao, K. Suzuki, Y. Kuzuya, M. Nakajima and K. Yasuda, Stability of scattered hydrogen signals from a-C:H films during He-induced elastic recoil detection analysis, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, Vol.502, 54-58, 2021.5. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2021.05.019>.
7. T. Shiokawa, Y. Okugawa, T. Kurita, T. Nakanishi, Slow beam extraction method from synchrotron for uniform spill and fast beam switching using an RF knockout method of multi-band colored noise signal-POP Experiment and simulation, *Nuclear Inst. And Methods in Physics Research A*, Vol.1010, 165560, 2021.6. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2021.165560>.
8. Akihiro Iwase and Shigeru Nishio, Simulation of Two-Dimensional Images for Ion-Irradiation Induced Change in Lattice Structures and Magnetic States in Oxides by Using Monte Carlo Method, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.2, 13, 2021.6. <https://doi.org/10.3390/qubs5020013>.
9. Takahisa Shobu, Ayumi Shiro, Fumiaki Kono, Toshiharu Muramatsu, Tomonori Yamada, Masayuki Naganuma and Takayuki Ozawa, Internal Strain Distribution of Laser Lap Joints in Steel under Loading Studied by High-Energy Synchrotron Radiation X-rays, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.2, 17, 2021.6. <https://doi.org/10.3390/qubs5020017>.
10. Toshinori Ozaki, Takuya Kashihara, Itsuhiro Kakeya, Ryoya Ishigami, Effect of 1.5 MeV proton irradiation on superconductivity in FeSe_{0.5}Te_{0.5} thin films, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.2, 18, 2021.6. <https://doi.org/10.3390/qubs5020018>.
11. Munetoshi Maeda, Masanori Tomita, Mika Maeda, Hideki Matsumoto, Noriko Usami, Kyo Kume, Katsumi Kobayashi, Exposure of the cytoplasm to low-dose X-rays modifies ataxia telangiectasia mutated-mediated DNA damage responses, *Scientific reports*, Vol.11, No.1, 13113, 2021.7. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-92213-z>.
12. K. Okuyama, Y. Tamaki, Y. Matsuda, T. Saito, H. Yamamoto, K. Naito, M. Hayashi, K. Suzuki, Analysis of tooth-bound fluoride after the application of coating materials on the enamel surface with an in-air micro PIXE/PIGE, *International Journal of PIXE*, Vol.29, No.1&2, 7-16, 2021.7. <https://doi.org/10.1142/S0129083519500116>.
13. Ken-ichi Fukumoto, Shuichiro Miura, Yoshiki Kitamura, Ryoya Ishigami, Takuya Nagasaka, Correlation between microstructural change and irradiation hardening behavior of He-irradiated V-Cr-Ti alloys with low Ti addition, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.3, 26, 2021.8. <https://doi.org/10.3390/qubs5030026>.

14. Yohei Igami, Shunsuke Muto, Aki Takigawa, Masahiro Ohtsuka, Akira Miyake, Kohtaku Suzuki, Keisuke Yasuda, Akira Tsuchiyama, Structural and chemical modifications of oxides and OH generation by space weathering: Electron microscopic/spectroscopic study of hydrogen-ion-irradiated Al₂O₃, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol.315, 61-72, 2021.10. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2021.09.031>.
 15. Yasushi Sasajima, Ryuichi Kaminaga, Norito Ishikawa, Akihiro Iwase, Nano-pore formation in CeO₂ single crystal by ion irradiation: a molecular dynamics study, *Quantum Beam Sci.*, Vol.5, No.4, 32, 2021.11. <https://doi.org/10.3390/qubs5040032>.
 16. Akihiro Iwase, Modifications of Metallic and Inorganic Materials by Using Ion/Electron Beams, *Quantum Beam Sci.*, Vol.6, No.1, 1, 2021.12. <https://doi.org/10.3390/qubs6010001>.
 17. Ryouhei Morita, Hiroyuki Ichida, Yoriko Hayashi, Kotaro Ishii, Yuki Shirakawa, Sachiko Usuda-Kogure, Katsunori Ichinose, Masanori Hatashita, Keiichi Takagi, Kotaro Miura, Miyuki Kusajima, Hideo Nakashita, Takashi Endo, Yuka Tojo, Yutaka Okumoto, Tadashi Sato, Kinya Toriyama and Tomoko Abe, Responsible Gene Analysis of Phenotypic Mutants Revealed the Linear Energy Transfer (LET)-Dependent Mutation Spectrum in Rice, *Cytologia*, Vol.86, No.4, 303-309, 2021.12. <https://doi.org/10.1508/cytologia.86.303>.
 18. Ayaka Matsuta, Takahiro Mayuzumi, Hajime Katano, Masanori Hatashita, Keiichi Takagi, Yoriko Hayashi, Tomoko Abe, Koji Murai and Yusuke Kazama, The Effect of Heavy-Ion Beams with High Linear Energy Transfer on Mutant Production in M1 Generation of *Torenia fournieri*, *Cytologia*, Vol.86, No.4, 317-322, 2021.12. <https://doi.org/10.1508/cytologia.86.317>.
 19. Shingo Kameda, Masanobu Ozaki, Keigo Enya, Ryota Fuse, Toru Kouyama, Naoya Sakatani, Hidehiko Suzuki, Naoya Osada, Hiroki Kato, Hideaki Miyamoto, Atsushi Yamazaki, Tomoki Nakamura, Takaya Okamoto, Takahiro Ishimaru, Peng Hong, Ko Ishibashi, Takeshi Takashima, Ryoya Ishigami, Cheng-Ling Kuo, Shinsuke Abe, Yuya Goda, Hajime Murao, Saori Fujishima, Tsubasa Aoyama, Keiji Hagiwara, Satoko Mizumoto, Noriko Tanaka, Kousuke Murakami, Miho Matsumoto, Kenji Tanaka, Hironobu Sakuta, Design of Telescopic Nadir Imager for Geomorphology (TENGOO) and Observation of Surface Reflectance by Optical Chromatic Imager (OROCHI) for the Martian Moons Exploration (MMX), *Earth, Planets and Space, Special Issues*, Vol.73, 218-231, 2021.12. <https://doi.org/10.1186/s40623-021-01462-9>.
 20. Tomonori Yamada, Hiroyuki Daido and Takuya Shibata, Development of a laser-driven ultrasonic technology for characterizations of heated and aged concrete samples, *Journal of Nuclear Science and Technology*, 614-628, 2021.12. <https://doi.org/10.1080/00223131.2021.1996295>.
 21. M. Hatakeyama, T. Yamamoto, K. Yasuda, S. Matsumura, K. Yasunaga and K. Sato, In-situ Observation of Damage Structure in Cu-Cr-Zr and Cu-Cr Alloy During 1.25 MeV Electron Irradiation, *Nuclear Materials and Energy*, Vol.30, 101144, 2022.2. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2022.101144>.
- (2) 解説、総説、報告書など
1. 山田知典、レーザー加工現象及び飛散粒子の評価、大阪大学接合科学共同利用・共同研究拠点共同研究報告書令和元年度 九州大学応用力学研究所 共同利用研究成果報告書、67 頁、2021.7
 2. Akihiro Iwase, Fuminobu Hori, EXAFS study on Cu nano-clusters produced by energetic heavy ion irradiation in AlCu binary alloys, *Photon Factory Activity Report 2020*, Vol.38, 2021.9
 3. Fuminobu Hori, Tomoko Yamada, Toshiyuki Matsui, Akihiro Iwase, Masaki Maekawa, Atsuo Kawasuso, Characterization of Ag-Ni nanocomposites in amorphous SiO₂ glass synthesized by silver and nickel dual ion implantation, *Photon Factory Activity Report 2020*, Vol.38, 2021.9
 4. A. Matsuta, M.Hatashita, K. Takagi, Y. Hayashi, T. Abe, K. Murai and Y. Kazama, Effect of heavy-ion irradiation on survival rate of *Torenia fournieri*, *RIKEN Accelerator Progress Report 2020*, Vol. 54, 179, 2021.9. <https://doi.org/10.1508/cytologia.86.317>.
 5. F. Hori, T. Yamada, Y. Morikuni, H. Obayashi, A. Iwase, T. Matsui, M. Maekawa, A. Kawasuso, Characterization of embedded nanocomposites in solid synthesized by dual beam irradiation, *QST Takasaki Annual Report 2020*, 41, 2022.3
 6. 平山亮一、高野勇貴、前田宗利、岩田宏満、永根大幹、松本孔貴、富田雅典、小西輝昭、FLASH 放射線治療の歴史と今後の展望、*放射線生物研究*、57 巻、1 号、31 頁、2022.3

(3) 国際会議発表(口頭発表)

1. Akihiko Nishimura, Tomonori Yamada, Yoshinori Shimada, Hideki Morishita, Minoru Yoshida, Water Tank Window Vibration Characteristics due to Water Level by Laser Vibration Displacement Measurement and its Application, OPTICS & PHOTONICS International Congress 2021(OPIC2021)—Laser Solutions for Space and the Earth 2021(LSSE2021), online, 2021.4
2. Tomonori Yamada, Hiroyuki Daido, Takuya Shibata, Soundness of heated concrete samples characterized by a laser driven ultrasonic technology, OPTICS & PHOTONICS International Congress 2021(OPIC2021)—Laser Solutions for Space and the Earth 2021(LSSE2021), online, 2021.4
3. Hiroyuki Daido, Tomonori Yamada, Chikara Ito, Masabumi Miyabe, Takuya Shibata, Hiroyuki Fukukawa, Stephen Wells, Shuichi Hasegawa, High power laser generated fine particles and fragments in laser processing, OPTICS & PHOTONICS International Congress 2021(OPIC2021)—Laser Solutions for Space and the Earth 2021(LSSE2021), online, 2021.4
4. A.Iwase, S.Nishio, F.Hori, N.Ishikawa, Magnetism in CeO₂ induced by Swift Heavy Ion Irradiation - Analysis by Using Poisson Distribution Function and Monte Carlo Simulation-, MRM2021(Material Research Meeting 2021), Yokohama/Japan, 2021.12
5. F.Hori, A.Iwase, T.Wada, H.Katoh, Y.Saitoh, N.Ishikawa, Radiation induced hardness change without crystallization of Zr base bulk amorphous alloys by heavy ion irradiation, MRM2021(Material Research Meeting 2021), Yokohama/Japan, 2021.12
6. K. Suzuki, Y. Nakata, K. Uda, Irradiation Techniques and Conditions of the 200 kV Ion-implanter at WERC MRM2021(Material Research Meeting 2021), Yokohama/Japan, 2021.12
7. Setsuo Nakao, Atsushi Kinomura, Kohtaku Suzuki, Water wettability of diamond-like carbon films, MRM2021(Material Research Meeting 2021), Yokohama/Japan, 2021.12

(4) 国際会議発表(ポスター発表)

1. Alessandro Nasti, Yoshio Sakai, Norihiko Ogawa, Masaki Miyazawa, Shingo Inagaki, Tuyen Thuy Bich Ho, Hiroki Nomura, Akihiro Seki, Kyo Kume, Munetoshi Maeda, Makoto Sasaki, Shuichi Kaneko, Correlation between microstructural change and irradiation hardening behavior of He-irradiated V-Cr-Ti alloys with low Ti addition, 6th European Congress of Immunology, online, 2021.9. <https://doi.org/10.3390/qubs5030026>.
2. Kouichi Tougou, Maoto Fukui, Ken-ichi Fukumoto, Ryoya Ishigami, Kiyohiko Yabuuchi, The study of the dynamic interaction between the dislocation and cavity in BCC structure tungsten with in-situ TEM observation during tensile test, International Conference on Fusion Reactor Material (ICFRM-20), online, 2021.10
3. T. Ozaki, T. Kashihara, I. Takeya, R. Ishigami, Superconducting properties in FeSe_{0.5}Te_{0.5} thin films irradiated with 1.5 MeV protons, MRM2021(Material Research Meeting 2021), Yokohama/Japan, 2021.12
4. T. Yamada, A. Iwase, T. Matsui, M. Maekawa, A. Kawasuso, N. Taguchi, S. Tanaka, F. Hori, The optical property of nanocomposites synthesized by Ag and Ni dual ions implantation in SiO₂ glass, MRM2021(Material Research Meeting 2021), Yokohama/Japan, 2021.12

(5) 国内会議発表(口頭発表)

1. 鍵谷豪、青柳美希、小川良平、畑下昌範、兵藤文紀、X線により誘発される腫瘍内低酸素細胞アポトーシスの可視化、第58回生物部会学術大会、オンライン、2021.6
2. 庄司英一、太田圭祐、疋田雄祐、井上裕夢、畑下昌範、解繊セルロースナノファイバーの構造を活かした機能性ナノファイバー複合体の創製、2021年繊維学会年次大会、オンライン、2021.6
3. 畑下昌範、庄司英一、イオンビームによるパターン化無電解めっきの提案と機能性材料の創製、2021年繊維学会年次大会、オンライン、2021.6
4. 前田 敏男、大型水槽でのレーザー切断時粉じん挙動データ及びレーザー切断ヘッド振動データの取得、令和3年度敦賀総合研究開発センター報告会、2021.7
5. 近藤夏子、櫻井良憲、高田卓志、鈴木実、前田宗利、久米恭、陽子・炭素・ヘリウム線・BNCTなどの粒子線による神経細胞・脳血液関門に対する生物学的影響の評価、第17回日本中性子捕捉療法学会学術大会、静岡県熱海市、2021.7

6. 栗田哲郎、田村文彦、若狭湾エネルギー研究センターシンクロトロン LLRF 制御システムの開発、第 18 回日本加速器学会年会、オンライン、2021.8
7. 青柳美希、小川良平、畑下昌範、兵藤文紀、久保誠、小島史章、川上文貴、鍵谷豪、放射線による腫瘍内低酸素細胞アポトーシスの可視化とその経時変化、第 34 回北里大学バイオサイエンスフォーラム、オンライン、2021.8
8. 大道博行、山田知典、伊藤主税、宮部昌文、柴田卓弥、古河裕之、井上薫、寺林稜平、長谷川秀一、レーザー加工により発生する微粒子の解析と核種同定手法の開発(5) (1)金属、セラミックス、コンクリートにおける微粒子発生の特徴、日本原子力学会 2021 年秋の大会、オンライン、2021.9
9. 丸山友輔、寺林稜平、井上薫、宮部昌文、大道博行、山田知典、伊藤主税、柴田卓弥、長谷川秀一、レーザー加工により発生する微粒子の解析と核種同定手法の開発(5) (2)グロー放電を利用した微粒子試料の分光分析システムの開発、日本原子力学会 2021 年秋の大会、オンライン、2021.9
10. 長谷川千華、伊澤佳乃、鈴木耕拓、安田啓介、TOF-ERDA 測定の実効率に関する研究、第 82 回応用物理学会秋季学術講演会、オンライン、2021.9
11. 尾崎壽紀、柏原卓弥、掛谷一弘、石神龍哉、1.5MeV H イオン照射した FeSe_{0.5}Te_{0.5} 薄膜の超伝導特性、第 82 回応用物理学会秋季学術講演会、オンライン、2021.9
12. 沼澤正樹、玉川徹、榎戸輝揚、北口貴雄、加藤陽、三原建弘、岩切渉、武田朋志、吉田勇登、大田尚享、林昇輝、内山慶祐、佐藤宏樹、Chin-Ping Hu、高橋弘充、小高裕和、丹波翼、谷口絢太郎、羽鳥聡、久米恭、水嶋慧、小平聡、NinjaSat に搭載する観測機器のコンポーネント環境試験、日本天文学会 2021 年秋季年会、オンライン、2021.9
13. 岩瀬彰宏、高エネルギービームの特徴と多分野における利活用、先端技術セミナー兼福井イオンビーム育種研究会、オンライン、2021.9
14. 畑下昌範、植物工場専用品種の開発におけるイオンビーム育種の可能性、先端技術セミナー兼福井イオンビーム育種研究会、オンライン、2021.9
15. 岩瀬彰宏、久米恭、石神龍哉、堀史説、アルミ合金の高エネルギーイオンビーム、電子ビームによる硬度制御、日本金属学会 2021 年秋期講演大会、オンライン、2021.9
16. 大林浩也、堀史説、岩瀬彰宏、金野泰幸、和田武、加藤秀美、前川雅樹、河裾厚男、石川法人、重イオン照射による Ni-Zr 金属間化合物の微細構造と硬度変化、日本金属学会 2021 年秋期講演大会、オンライン、2021.9
17. 山田智子、岩瀬彰宏、松井利之、前川雅樹、河裾厚男、堀史説、二重イオン照射による SiO₂ 内 Ag-Ni 複合粒子合成における微細構造の照射順序効果、日本金属学会 2021 年秋期講演大会、オンライン、2021.9
18. 石神龍哉、安永和史、鈴木耕拓、Ni および Ni 合金が成膜された水素化 Mg 膜からの水素脱離、日本金属学会 2021 年秋期講演大会、オンライン、2021.9
19. 安永和史、岩井善郎、Ti 合金のマイクロスラリージェットエロージョン試験における微細組織、日本金属学会 2021 年秋期講演大会、オンライン、2021.9
20. 内田悠介、高橋弘充、眞武寛人、今澤遼、末岡耕平、水野恒史、深澤泰司、羽鳥聡、久米恭、水嶋慧、CubeSat 利用に向けた 200 MeV 陽子による CdTe/CZT の放射耐性について、日本物理学会 2021 年秋季大会、オンライン、2021.9
21. 岩瀬彰宏、西尾繁、高速重イオントラックオーバーラップ効果のポアソン分布関数、モンテカルロ法による評価、日本物理学会 2021 年秋季大会、オンライン、2021.9
22. 酒井佳夫、ナスティ・アレッサンドロ、ホ・ティ・ビー・ティエン、宮澤正樹、久米恭、前田宗利、佐々木誠、金子周一、膝癌マウス皮下モデルにおける陽子線照射と抗 PD-L1 抗体投与による抗腫瘍効果、第 52 回膝臓学会、東京都港区、2021.9
23. 森田竜平、市田裕之、林依子、石井公太郎、白川侑希、臼田祥子、一瀬勝紀、畑下昌範、高城啓一、三浦孝太郎、草島美幸、仲下英雄、遠藤貴司、奥本裕、佐藤雅志、鳥山欽哉、阿部知子、重イオンビームの LET がイネ変異体の原因遺伝子に与える影響、日本育種学会第 140 回講演会、オンライン、2021.9
24. Munetoshi Maeda, Mika Maeda, Kyo Kume, Hiroyasu Tamamura, Makoto Sasaki, Alessandro Nasti, Yoshio Sakai, Hideki Matsumoto, Shuichi Kaneko, Kazutaka Yamamoto、Radiobiological studies for the advancement of multidisciplinary treatment with proton therapy at the Wakasa Wan Energy Research Center、日本放射線影響学会第 64 回大会(招待講演)、オンライン、2021.9
25. 操谷佳奈、安田啓介、鈴木耕拓、角度分解 TOF-ERDA 装置での TOF-ERDA 測定、京都大学量子理工学教育研究センター第 22 回公開シンポジウム、京都府宇治市、2021.10

26. Tetsuro Kurita, Fumihiko Tamura, DEVELOPMENT OF A LLRF CONTROL SYSTEM AT WERC、加速器と物理のための MTCA ワークショップ 2021、オンライン、2021.10
27. 牧野颯、久米恭、谷佳樹、森哲也、浅井竜哉、岡沢秀彦、清野泰、子宮頸がん治療における粒子線治療の有効性評価と 18F-FLT PET による早期治療効果予測、日本核医学会第61回学術総会、愛知県名古屋市、2021.11
28. 岩瀬彰宏、荷電粒子ビームを用いた金属・セラミックス材料の改質、第 18 回放射線プロセスシンポジウム（招待講演）、オンライン、2021.11
29. 久保義人、橋本直哉、吉永朱里、高城啓一、畑下昌範、イオンビームを活用した清酒酵母の育成、令和3年度清酒酵母・麹研究会講演会（招待講演）、オンライン、2021.11
30. 畑下昌範、人工光(LED)を用いたレタス水耕栽培条件の検討、2021 年度園芸学会北陸支部大会、オンライン、2021.12
31. 鈴木耕拓、土屋文、MeV イオンビームを用いた液体分析研究、第 22 回「イオンビームによる表面・界面の解析と改質」特別研究会（招待講演）、愛知県名古屋市、2021.12
32. 松井利之、岩瀬彰宏、イオンビームによるFeRhの表面磁性、表面硬度制御、第 22 回「イオンビームによる表面・界面の解析と改質」特別研究会、愛知県名古屋市、2021.12
33. 操谷佳奈、安田啓介、鈴木耕拓、角度分解 TOF-ERDA 装置での TOF-ERDA 測定、第 22 回「イオンビームによる表面・界面の解析と改質」特別研究会、愛知県名古屋市、2021.12
34. 砂川武義、Glenn Harvel、青木祐太郎、久米恭、PVA-KI ゲル線量計への He イオン照射における in situ 測定、第 10 回 3 次元ゲル線量計研究会、オンライン、2021.12
35. 青木祐太郎、Glenn Harvel、久米恭、砂川武義、X 線照射における PVA-KI ゲル線量計の in situ 測定による照射効果の検証、第 10 回 3 次元ゲル線量計研究会、オンライン、2021.12
36. 前田宗利、陽子線と X 線の併用が細胞致死効果およびがん治療効果に与える影響、第 1 回日本量子医科学会学術大会、オンライン、2021.12
37. 前田宗利、Analysis of the mechanism of cell death by energy deposition to local sites in cells using synchrotron radiation X-ray microbeams、日本マイクロビーム生物研究会 2021 年度シンポジウム（招待講演）、オンライン、2021.12
38. 岩瀬彰宏、若狭湾エネルギー研究センターにおける高エネルギーイオンビームを利用した研究開発について、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 23 回研究報告会、オンライン、2021.12
39. 高城啓一、イオンビームによる新育種技術の開発、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 23 回研究報告会、オンライン、2021.12
40. 久米恭、イオンビームを活かした宇宙産業育成事業、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 23 回研究報告会、オンライン、2021.12
41. 田中良和、ミディマトの品種改良に向けたDNAマーカーの開発、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 23 回研究報告会、オンライン、2021.12
42. 前田宗利、異種放射線の併用によるがん治療の高度化に向けた治療生物学的な研究、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 23 回研究報告会、オンライン、2021.12
43. 安永和史、イオン加速器を用いた原子力関連材料の照射効果、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 23 回研究報告会、オンライン、2021.12
44. 岩瀬彰宏、若狭湾エネルギー研究センターにおける高エネルギービーム利用研究、第 30 回放射線利用総合シンポジウム（招待講演）、オンライン、2022.1
45. 高城啓一、畑下昌範、牛島秀爾、寺島和寿、放射線を照射したシイタケ菌糸核における γ H2A 様免疫活性の検出、日本きのこ学会第 24 回大会、鳥取県米子市（オンライン併用）、2022.3
46. 前田宗利、前田未佳、宇佐美德子、富田雅典、細胞質への照射の有無が細胞の放射線感受性に与える影響とそのメカニズム、2021 年度量子ビームサイエンスフェスタ、オンライン、2022.3
47. 岩瀬彰宏、堀史説、高エネルギーイオン照射による合金の非晶質化と熱回復の競合、日本金属学会 2022 年春季講演大会、オンライン、2022.3
48. 盛国祐太、岩瀬彰宏、和田武、加藤秀実、前川雅樹、河裾厚男、石川法人、堀史説、亜共晶 Zr 合金への重イオン照射による微細構造と硬度変化、日本金属学会 2022 年春季講演大会、オンライン、2022.3
49. 山田智子、岩瀬彰宏、松井利之、前川雅樹、河裾厚男、千星聡、田口昇、田中真吾、堀史説、二重イオン照射順序制御による SiO₂ 固体内 Ag-Ni ナノ構造体の微細構造変化、日本金属学会 2022 年春季講演大会、オンライン、2022.3

50. 丸山友輔、寺林稜平、井上薫、宮部昌文、大道博行、山田知典、伊藤主税、柴田卓弥、長谷川秀一、直流グロー放電プラズマを対象としたキャビティリングダウン分光装置の開発、日本原子力学会 2022 年春の年会、オンライン、2022.3
 51. 黛隆宏、松田彩花、畑下昌範、高城啓一、村井耕二、阿部知子、風間裕介、トレニアの新規フリル変異体で見られた花卉の細胞サイズの変化、日本育種学会第 141 回講演会、オンライン、2022.3
 52. 尾崎壽紀、山下朔、柏原卓弥、掛谷一弘、石神龍哉、1.5MeV プロトン照射が $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ 薄膜の臨界電流特性に及ぼす影響、第 69 回応用物理学会春季学術講演会、神奈川県相模原市（オンライン併用）、2022.3
- (6) 国内会議発表（ポスター発表）
1. 牧野颯、久米恭、佐々木誠、浅井竜哉、玉村裕保、山本和高、岡沢秀彦、清野泰、3'-deoxy-3'-[^{18}F]fluorothymidine による子宮頸がん放射線治療の早期治療効果予測、第 15 回日本分子イメージング学会総会、熊本県熊本市、2021.5
 2. 栗田哲郎、羽鳥聡、山田裕章、廣戸慎、清水雅也、山口文良、淀瀬雅夫、淵上隆太、小田部圭佑、古川靖士、羽田祐基、若狭湾エネルギー研究センターシンクロトロン の現状、第 18 回日本加速器学会年会、オンライン、2021.8
 3. 黛隆宏、松田彩花、畑下昌範、高城啓一、阿部知子、村井耕二、風間裕介、重イオンビームを用いたトレニア変異系統の作出、日本育種学会第 140 回講演会、オンライン、2021.9
 4. 榊佑介、松尾陽一郎、久米恭、清水喜久雄、泉佳伸、蛍光修飾オリゴヌクレオチドを用いた放射線損傷評価手法の検討 -放射線感受性に及ぼす塩基配列の影響-、第 3 回放射線安全管理学会・保健物理学会合同大会、オンライン、2021.12
 5. 日吉遼樹、大林浩也、金野泰幸、岩瀬彰宏、和田武、加藤秀実、石川法人、堀史説、重イオン照射による Ni-Al 金属間化合物の局所構造と特性変化、日本金属学会 2022 年春季講演大会、オンライン、2022.12
- (6) 著書（書籍執筆）
1. Akihiro Iwase, The modifications of Metallic and Inorganic Materials by Uisng Energetic Ion/Electron Beams MDPI BOOK, 2022.2

3.2. 特許

令和3年度における特許出願、特許登録は次のとおりである。

(1) 特許出願

1. 「新規カバノアナタケ変異株、およびその利用」(特願 2021-90571)
発明者:畑下 昌範 他
2. 「抗糖化剤、およびその利用」(特願 2021-90572)
発明者:畑下 昌範 他
3. 「植物の生長促進剤及びこの成長促進剤を用いた生長促進方法」(特願 2022-44772)
発明者:畑下 昌範

(2) 特許登録

1. 「2次元光走査ミラー装置の製造方法」(特許第 6884322 号)
発明者:石神 龍哉 他

3.3. 品種

令和3年度における品種出願、品種登録は次のとおりである。

(1) 品種出願

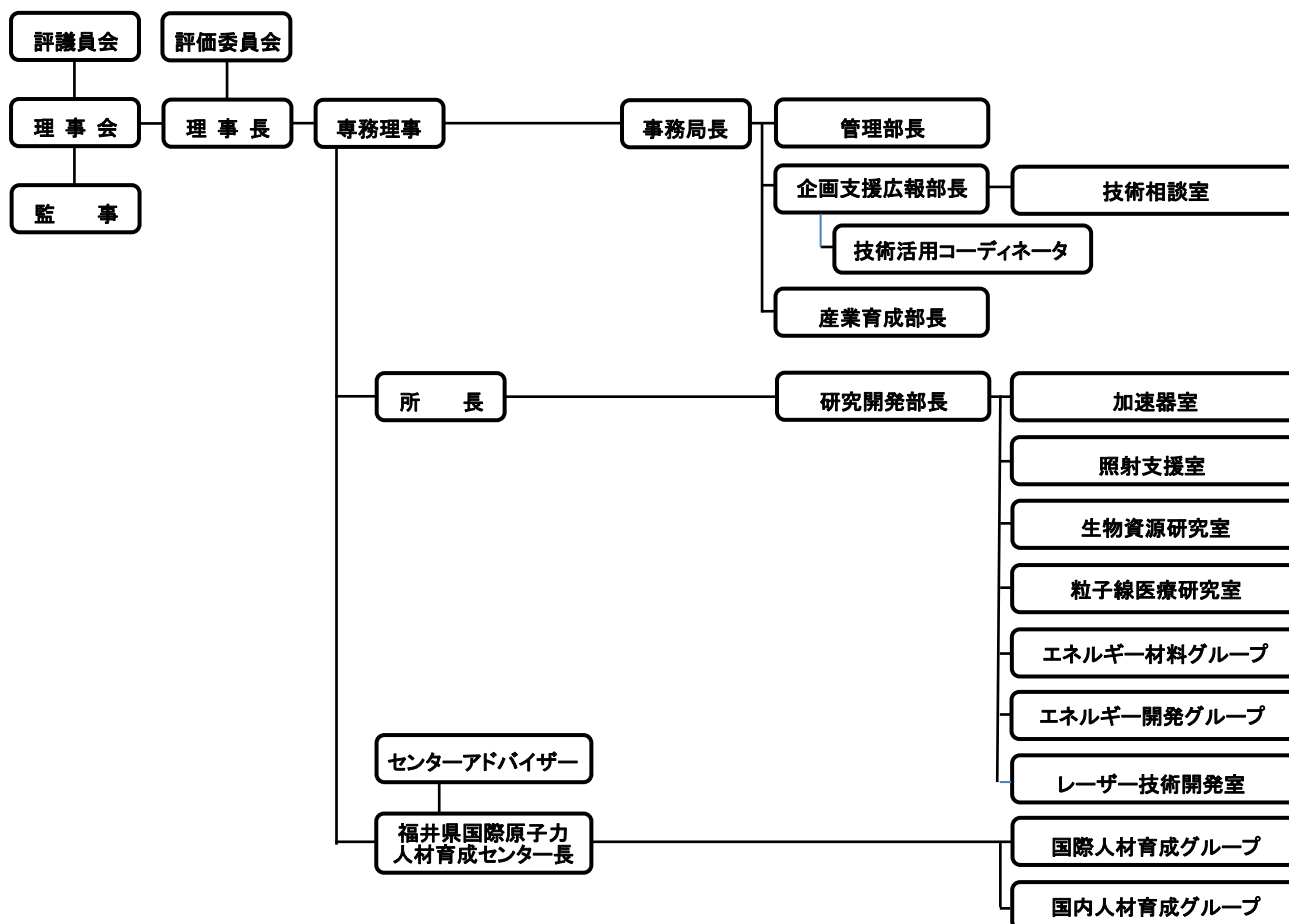
1. 「せと福BUMR」(品種登録出願番号 第 36150 号) 高城 啓一、畑下 昌範 他
育成者:高城 啓一、畑下 昌範 他

(2) 品種登録

1. 「ルキナ」(品種登録番号 第 29070 号)
登録品種の育成をした者:畑下 昌範、高城 啓一 他

公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター 組織図

(令和3年4月1日 現在)



令和3年度

公益財団法人 若狭湾エネルギー研究センター

研究年報 第24巻

発行:令和4年11月

公益財団法人 若狭湾エネルギー研究センター

〒914-0192 福井県敦賀市長谷64号52番地1

TEL.0770-24-2300(代表) FAX.0770-24-2303