

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2年度 第23巻

Annual Report of the Wakasa Wan Energy Research Center

Vol.23 2020





## 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 粒子線による脳血液関門に及ぼす生物影響	7
2.1.1.3 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	10
2.1.1.4 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	11
2.1.1.5 細胞の放射線感受性を決定する情報伝達機構の解明	13
2.1.1.6 陽子線治療に伴う癌免疫応答の解明と新規免疫放射線療法の開発	15
2.1.2. 粒子線照射技術の高度化研究	17
2.1.2.1 「放射線の見える化」膜の開発	17
2.1.2.2 粒子線の線質測定技術開発	20
2.2. 育種分野	21
2.2.1. 植物・菌類のイオンビーム育種研究	21
2.2.1.1 シロイヌナズナ照射幼苗根端に対する SCR7 の影響	21
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	25
2.2.1.3 酒米山田錦を福井県仕様に改良した「山田錦 FPU1 号」の育成	27
2.2.1.4 カバノアナタケによる抗糖化物質の生産とその解析	29
2.2.1.5 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	31
2.2.1.6 イオンビームを照射したシイタケ菌株菌興 115 号の菌糸伸長について	32
2.2.2. 生物資源のDNA情報・特性等の解析評価研究	33
2.2.2.1 福井県産生物資源の DNA マーカーの開発	33
2.2.2.2 福井県産生物資源の代謝産物分析	34
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	35
2.2.3. 植物工場関連品種改良	36
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	36
2.3 レーザー分野	38
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	38
2.3.1.1 配管を切断するためのレーザー切断機材の試作	38
2.3.1.2 発振方式によるレーザー除染効率の検討	39

2.3.1.3	大型水槽でのレーザー切断時における粉じん挙動データの取得	40
2.3.1.4	レーザー照射に伴う飛散物発生挙動等のその場測定データ収集作業	41
2.3.2.	レーザー技術の産業利用	42
2.3.2.1	鋭敏化材料試験片の元素分析	42
2.3.2.2	レーザーを用いた異材溶接後熱処理に関する基礎データ取得作業	43
2.3.2.3	レーザー溶接中の飛散粒子の評価	44
2.4.	宇宙開発分野	46
2.4.1.	宇宙で利用される機器・材料の評価技術開発	46
2.4.1.1	イオンビームによる宇宙産業育成	46
2.4.1.2	陽子線および重粒子線を用いた半導体デバイスの放射線耐性の検証	49
2.4.1.3	超小型衛星搭載多層プラスチックシンチレータの陽子応答	51
2.4.1.4	宇宙放射線計測装置の放射線耐性試験	53
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	54
2.4.1.6	微小ピクセル CMOS 検出器の衛星搭載に向けた放射線耐性試験 (I)	56
2.4.1.7	超小型衛星搭載用電子機器の放射線耐性調査	58
2.4.1.8	16/14nm FinFET メモリデバイスにおけるプロトン直接電離効果	59
2.5.	エネルギー分野	61
2.5.1.	放射線計測技術の開発	61
2.5.1.1	液体シンチレーターへのリチウム溶解技術の開発	61
2.5.1.2	ガンマ線検出器を用いた陽子線照射場評価法の検討	62
2.5.2.	様々なエネルギーの技術開発	63
2.5.2.1	燃料電池車向け水素吸蔵合金の開発	63
2.5.2.2	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	65
2.5.2.3	水素製造のためのセラミック製造手法の開発	68
2.6.	多様な分野の活動を支える技術開発	70
2.6.1.	加速器技術の開発・高度化	70
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	70
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	72
2.6.1.3	マルチバンド RFKO 法による取出ビームの詳細評価	76
2.6.2.	加速器利用分析技術の開発・高度化	80
2.6.2.1	DLC 膜の医用応用のための親水性制御に関する研究	80
2.6.2.2	リチウム含有セラミックのイオンビーム分析	82
2.6.2.3	TOF-ERDA 測定における透過型検出器炭素薄膜での散乱の影響の評価	83
2.6.2.4	飛行時間型反跳粒子検出法による LiCoO <sub>2</sub> 正極/LATP 固体電解質界面におけるリチウムイオン伝導機構解析	84
2.6.2.5	微量水素含有 DLC コーティングによるドリル切削性能の向上	85
2.6.2.6	後方散乱で観測される複合核共鳴ピークのモデル関数によるプロファイル解析	86

2.6.3. 放射線場で利用される機器・材料の評価技術開発	87
2.6.3.1 ジルコニウム合金中の析出物の化学組成に及ぼす重イオン照射による影響	87
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	89
2.6.3.3 ダイバータ用タングステンにおける照射硬化の結晶方位依存性に関する研究	91
2.6.4. 材料技術の開発	93
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	93
2.6.4.2 イオン照射による鉄系超伝導体薄膜の臨界電流特性の増強に関する研究	95
2.6.4.3 ES 法によるポリイミド系高分子ナノファイバーマットの作製	97
2.6.4.4 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	98
2.6.4.5 超強加工による微細結晶粒金属材料の創製と評価	100
2.6.4.6 Ti 合金のマイクロスラージェットエロージョン試験における微細組織	101
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	102
3. 外部発表、特許、品種登録	103
3.1. 外部発表	103
3.2. 特許	108
3.3. 品種	108

## 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2年度は、第5期中期事業計画の初年度にあたり、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2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、放射線の複合利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、宇宙開発分野では、宇宙機器に搭載される各種電子デバイスの照射耐性試験、エネルギー分野では、太陽エネルギー、水素エネルギーなど未利用エネルギーの利用技術開発などです。そして、多様な分野の活動を支える技術開発では、加速器利用分析技術の開発・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、水素エネルギー開発のプロジェクトは、令和2年度に最終年度を迎え、水素吸蔵合金、水素エネルギーの循環サイクルの研究開発に関する研究結果が報告されています。また、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、学術的な新知見として重要であり、将来の実用化に貢献できるシーズを提供できるものとしても期待されます。

当研究センターにおいて、令和2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3年10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\*<sup>1</sup>、前田未佳\*<sup>1</sup>、松本英樹\*<sup>2</sup>、水嶋慧\*<sup>1</sup>、山東新子\*<sup>1</sup>、久米恭\*<sup>1</sup>

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 at 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 modality under cooperation rooted 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。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よりも効率よく細胞死が誘導されることが見出された。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分子機構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な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. 陽子線とX線を併用照射した細胞の細胞死とDNA損傷の関係

ヒト由来正常細胞であるWI-38細胞とヒト由来がん細胞であるA549細胞について、陽子線を2.0 Gy照射した2時間後にX線を2.0 Gy照射した場合とX線を2.0 Gy照射した2時間後に陽子線を2.0 Gy照射した場合の生存率を測定して比較した(図1)。WI-38細胞、A549細胞ともにX線照射後に陽子線を照射した場合に、陽子線照射後にX線を照射した場合よりも有意(WI-38:  $P < 0.01$ , A549:  $P < 0.05$ )に細胞死が増大した。また、陽子線とX線の照射の順番が同じ場合、WI-38細胞における細胞致死効果はA549細胞と比べて有意( $P < 0.01$ )に高かった。

次に、リン酸化ヒストンH2AX( $\gamma$ -H2AX)フォーカス形成を指標に併用照射におけるDNA損傷の形成/認識効率を評価した。2回目の照射の30分後に形成された細胞あたりの平均フォーカス数を図2に示した。WI-38細胞、A549細胞ともにX線照射後に陽子線を照射した場合に陽子線照射後にX線を照射した場合と比

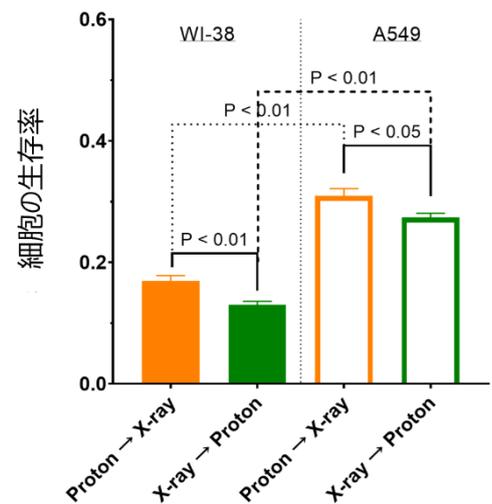


図1: 併用照射における照射の順番がWI-38細胞およびA549細胞の細胞死に与える影響を比較した。(陽子線 2 Gy、X線 2 Gy、照射の間隔 2 時間)

\*<sup>1</sup>(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、\*<sup>2</sup>福井大学・医学系部門・医学領域・国際社会医学講座・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。

べて有意 ( $P < 0.01$ ) にフォーカス数が増加した。フォーカス数と細胞死には相関関係が認められ、フォーカス数が多いほど細胞致死効果が高かった。一方で、A549 細胞に形成されたフォーカス数は WI-38 細胞よりも有意 ( $P < 0.01$ ) に多かったにもかかわらず、A549 細胞における細胞致死効果は WI-38 細胞よりも有意 ( $P < 0.01$ ) に低かった。これまでの研究から、A549 細胞では X 線による DNA 損傷の認識効率が WI-38 細胞よりも低い可能性が示唆されている。陽子線と X 線の併用照射による DNA 損傷の質的な変化によって DNA 損傷の認識効率が変化すると考えられる。

## 2. 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

陽子線と X 線を併用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。WI-38 細胞、A549 細胞共に、細胞死の誘導や DNA 損傷修復に関わる分子機構の大部分は照射の順番によらずに共通して誘導された。一方で、転写調節を介した細胞周期の調節、細胞死・細胞増殖の制御が照射の順番に依存して変化することが明らかになった。ただし、これらの違いは僅かで、個々の細胞に生じた障害の状態、すなわち DNA 損傷の質に応じた細胞の応答が、細胞の運命決定に重要な働きをしていることが示唆された。引き続き、詳しい解析を進め、併用照射による細胞致死効果の分子機構の解明を進めていく。

## 3. 腫瘍移植モデル動物を用いた混合放射線療法の治療効果の検証に向けた検討

モデル動物内における腫瘍の増殖および退縮を正確にモニターするために、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) を導入した。試験運用としてマウスに移植した腫瘍の増殖動態を測定し、生体内の腫瘍分布を精密に計測できることを確認した (図 3)。今後の治療効果検証試験では、この腫瘍動態の精密計測技術を用いることで、従来よりも定量性に優れた正確な評価を行うことができると期待される。

## 結言

一連の研究成果から、正常細胞 (WI-38 細胞) では放射線損傷が生じると、これを認識して細胞周期の進行を停止し、損傷の修復を図り、損傷が修復されれば細胞周期が進行し、修復できなければ細胞死が誘導されると考えられた。その一方で、がん細胞 (A549 細胞) では、軽度の放射線損傷を認識できず、細胞周期が十分に停止せずに軽度の損傷を持ったまま細胞増殖に至ることが示唆された。また、重篤な損傷の場合には、正常な放射線応答により細胞周期の進行が停止するため、X 線よりも陽子線に対する感受性が高くなると考えられた。GeneChip® を用いた遺伝子発現解析の結果も踏まえると、DNA 損傷認識の初期過程における機能障害が細胞の放射線感受性に大きな影響を与えたと考えられる。さらに、陽子線と X 線を併用照射した細胞における放射線感受性は、重篤度の異なる DNA 損傷の生じるタイミングと細胞の持つ DNA 損傷認識や修復能力などのバランスによって大きく変化することが明らかになった。これら細胞レベルの現象が、動物レベルにおいても誘導されるのであれば、この効果を積極的に利用することでさらに治療効果の高い放射線治療の実現に繋がる可能性がある。本研究では、今後、腫瘍を移植したモデルマウスを用い、陽子線と X 線の併用照射が治療効果に与える影響について、IVIS による腫瘍動態の精密計測技術を活用して検証を進めていく。

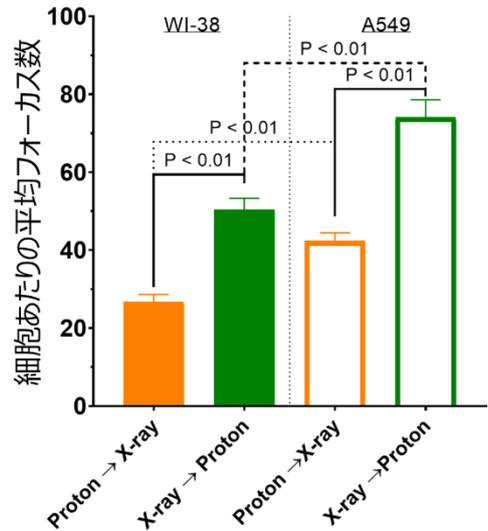


図2: 併用照射における照射の順番と細胞あたりの DNA 損傷マーカー ( $\gamma$ -H2AX フォーカス) の出現頻度を比較した。(陽子線 2 Gy、X 線 2 Gy、照射の間隔 2 時間)

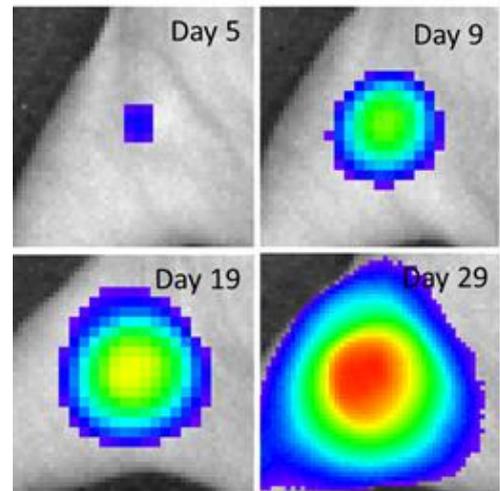


図3: ホタル由来の発光遺伝子を組み込んだがん細胞をマウスに移植し、IVIS を用いて発光強度 (光子数) を計測して、腫瘍分布の経時変化を精密に測定した。

## 2.1.1.2

## 粒子線による脳血液関門に及ぼす生物影響

## Biological Effects on Blood Brain Barrier Induced by Particle Irradiation

近藤夏子\*1、櫻井良憲\*1、高田卓志\*1、前田宗利\*2、久米恭\*2

Natsuko KONDO, Yoshinori SAKURAI, Takushi TAKATA, Munetoshi MAEDA and Kyo KUME

## Abstract

Neurocognitive disorders after radiation therapy against brain tumors or head and neck tumors lower the quality of life, and should be solved especially for child patients. Radiation brain necrosis is also a severe side effect to be solved. In our previous study, we had already found that human induced pluripotent stem cell (iPS cell)-derived neuronal cells are resistant to irradiations of proton, helium and carbon ion beams. Therefore, we investigated the biological effects of those particle irradiations on endothelial cells and pericytes of rat blood-brain barrier (BBB) model, which supplies blood stream and functions as the barrier with tight junctions. Endothelial cells and pericytes survived and did not induce senescence after BNCT or carbon irradiations. In contrast, the function of BBB was found to be disrupted by the reduction of the Trans-Endothelial Electrical Resistance (TEER) decrease in all particle irradiations. Lenalidomide may ameliorate the decrease of TEER and protect BBB function.

## 要約

脳腫瘍や頭頸部がんへの放射線治療後に生じる認知・行動に関わる神経機能低下は学習機能障害・Quality of Life の低下を招くため、解決すべき重要な課題である。また浮腫や出血などの炎症を伴う放射線脳壊死も解決すべき課題である。前年度のヒト由来 iPS 神経細胞を用いた粒子線応答の検証の結果、神経細胞は粒子線に対して抵抗性があり、細胞死をほとんど起こさなかった。この結果をふまえて、神経細胞に血液供給を行う機能・タイトジャンクションによるバリア機能を有する脳血液関門細胞に着目することとし、粒子線応答試験を実施した。その結果、すべての粒子線照射後、経内皮電気抵抗が低下した。さらに低下の原因は、炭素線または BNCT 照射群において、細胞死(アポトーシス)や細胞老化ではなかった。Lenalidomide を投与すると経内皮的電気抵抗の低下が軽微に軽減する傾向が見られた。

## 緒言

本研究では脳血液関門細胞を試料とし、加速器による陽子線・ヘリウム線・炭素線の利用、ならびにホウ素薬剤と原子炉の熱中性子線の組み合わせによる中性子捕捉療法(BNCT)照射場の利用により、各種粒子線照射をおこない、経内皮的電気抵抗(Trans-endothelial electrical resistance: TEER)低下の観察・細胞死評価・細胞老化評価を実施した。TEER 低下は血管透過性の亢進を意味しており、神経細胞への血液供給の低下やバリア機能低下による炎症を惹起する可能性がある。そこで $\gamma$ 線による脳血液関門の透過性亢進を軽減することで知られる Thalidomide の後発薬 Lenalidomide<sup>1)</sup>の投与による TEER 低下の軽減効果も調べた。

## 方法

1) 使用細胞: 昨年度に実験的に得た知見から、元々研究対象としたヒト由来の細胞を用いた脳血液関門を形成するモデルの構築からさらに効率的に実験研究を進めるため、ラットの脳血液関門(Blood Brain Barrier: BBB) モデルキット(ファーマコセル)を用いることとした。このキットでは、脳血管を構築する脳血管内皮細胞・ペリサイトがウェルのインサートの上下、脳の実質細胞であるアストロサイトがウェルのボトムに播種され、共培養されている(図1)。この共培養システムの3種類の細胞によるクロストークによって、脳血液関門の重要な生理的機能である血管内皮細胞間のタイトジャンクションが形成・維持される。

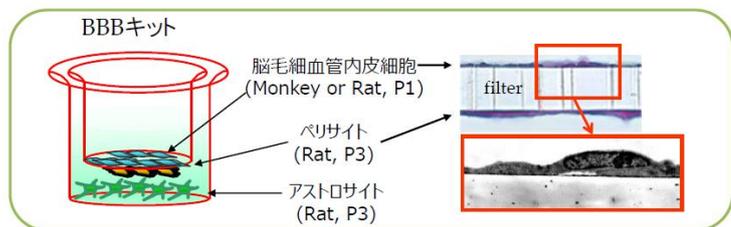


図1 脳血液関門(Blood Brain Barrier: BBB) モデルキット

\*1京都大学・複合原子力科学研究所・粒子線腫瘍学研究センター、\*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京都大学と共同で実施したものである。

本キットでは、BBB のバリア機能を TEER 計測により評価可能である。TEER 値はタイトジャンクション機能とよく相関する。

照射 4-5 日前より $-80^{\circ}\text{C}$ で冷凍保存された細胞を解凍し、専用培地で培養した。陽子線、ヘリウム線、炭素線の照射群については、照射前日に、培地で満たした細胞輸送コンテナに血管内皮細胞とペリサイトが播種されたインサートを格納し、アストロサイトが播種されたウェル(24 ウェル中 12 ウェルに播種)にシリコン製ウェルプレートカバーを被せ、 $24^{\circ}\text{C}$ 輸送箱に入れて京大複合研より若狭湾エネ研まで運搬し、クリーンベンチで共培養システムに戻し、照射直前まで $37^{\circ}\text{C}$ 、 $5\%\text{CO}_2$  インキュベータで培養した。

- 2) 照射方法:陽子線、ヘリウム線、炭素線の照射は若狭湾エネ研・高エネルギー生物照射コースで行った。培地で満たした格納容器に入れて、陽子線、ヘリウム線、炭素線をそれぞれ 0, 2, 5, 10 Gy(各群 3 ウェルずつ)照射した。熱中性子線の照射は、京大複合研・研究用原子炉の BNCT 用照射設備(KUR 重水設備)で行った。照射 2 時間前よりホウ素薬剤(BPA)をインサートの培地に 0, 12.2, 35.8 ppm の濃度で添加し、格納容器に入れて熱中性子線を照射した。
- 3) TEER 測定: TEER 測定装置・Millicell-ERS2 (Millipore 社製)により、カップ型電極 EndOhm-6 内にインサートを入れ、照射前・照射後経時的に TEER を測定した。
- 4) 細胞死評価:炭素線、BNCT 照射群に対して、Caspase3 染色を行った。
- 5) 細胞老化評価:BNCT 照射群に対して、SA- $\beta$ -Gal アッセイを行った。
- 6) Lenalidemide 投与:BNCT 照射群に対して、Lenalidemide を溶媒の DMSO に溶解し、 $1\ \mu\text{g}/\text{ml}$  を照射後直後よりインサート培地に添加した。コントロールとして非照射群・照射後非投与群には DMSO を $0.1\%$ 添加した。これらについて 3)項にならって TEER 測定した。

## 結果

- 1) 照射後の TEER 推移:照射 2 日後、陽子線(a)、炭素線(c)、BNCT(d)で TEER には低下傾向がみられた。7 日後に陽子線(a)10 Gy、ヘリウム(b)2,5,10 Gy、炭素線(c)2,5,10 Gy、BNCT(d)7.6 Gy、17.9 Gy で TEER はコントロールに比べて 60-70%程度に低下した(図 2)。
- 2) 細胞死:炭素線および BNCT 群では、2 日後いずれの照射線量でも、血管内皮細胞・ペリサイトに Caspase3 染色では陽性を示さなかった。このことからアポトーシスが起きていないことがわかった。
- 3) 老化:BNCT 群に対する SA- $\beta$ -Gal アッセイでは、7 日後いずれの照射線量でも、血管内皮細胞・ペリサイトは Spider- $\beta$ -Gal(-)となった。このことから細胞老化を起こしていないことがわかった。
- 4) Lenalidemide 投与:BNCT 群について、投与によって TEER 低下を軽微に軽減する傾向が見られた(図 3)。

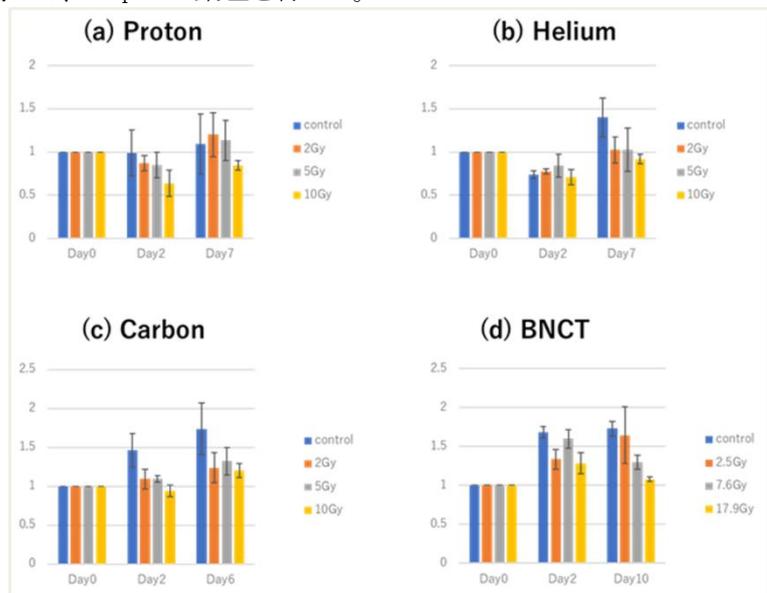


図 2 BBB への粒子線照射後の TEER 推移

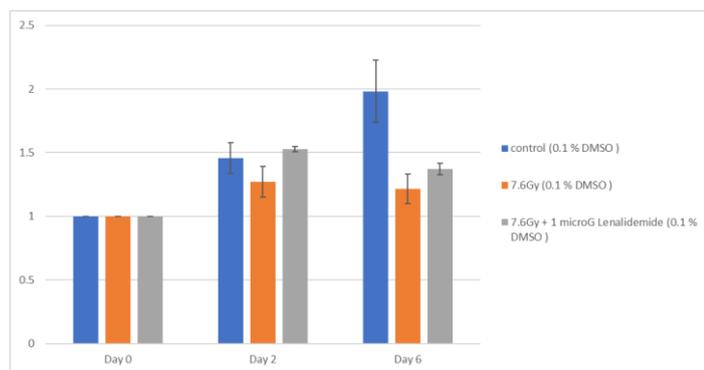


図 3 Lenalidemide 投与を併用した場合の TEER 推移

## 考察

粒子線照射後、血管内皮細胞・ペリサイトは細胞死・老化を起こさなかったが、TEER の低下が起こって BBB の機能は低下した。Lenalidemide によって BBB の機能低下を抑えられる可能性が見出された。今後、粒子線照射による BBB 機能低下を軽減するために、メカニズムをより詳細に理解し、薬剤を最適化する必要がある。

## 結言

ヒト由来 iPS 細胞にかえてラットの BBB モデルキットを使用することで、粒子線照射後には脳血液関門の機能低下により、神経細胞に供給される血液が血管外に漏出して神経細胞が低酸素に陥る可能性や、炎症を惹起して神経機能低下を起こす可能性が見出された。脳神経組織の機能低下を防ぐためには脳血液関門機能の保護が重要であることから、メカニズムの詳細な理解ならびに薬剤の最適化の必要がある。

## 参考文献

- 1) International Publication Number, WO 2015/107196 A1

## 2.1.1.3

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\*<sup>1</sup>、牧野顕\*<sup>1</sup>、森哲也\*<sup>1</sup>、岡沢秀彦\*<sup>1</sup>、久米恭\*<sup>2</sup>

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

## Abstract

In model mice implanted with HeLa cells, which are cervical adenocarcinoma cells, carbon beam irradiation was suggested to be more effective than X-ray and proton irradiations. On the other hand, <sup>18</sup>F-FLT PET imaging 26 hours after irradiation could not predict any changes in tumor volume after irradiation.

## 要約

子宮頸部腺がん細胞である HeLa 細胞を移植したモデルマウスにおいて、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 <sup>18</sup>F-FLT PET 撮像では、照射後の腫瘍体積の変化を予測することはできなかった。

## 緒言

子宮頸部腺がん罹患者が増加傾向にあるが、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

子宮頸部腺がん細胞株である HeLa 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 <sup>18</sup>F-FLT を尾静脈より投与し、PET 撮像を行い、腫瘍部分への <sup>18</sup>F-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。

## 結果・考察

コントロール群と比べて、X 線 5 Gy を照射した群の腫瘍体積の増大は、照射 1 日目と 5 日目で有意に抑制された。また、炭素線 5 Gy を照射した群の腫瘍体積の増大は、照射 1 日目と 3 日目で有意に抑制された。一方、陽子線を 5 Gy 照射した群では、腫瘍体積に有意な差は認められなかった。陽子線照射群については、データのばらつきが大きく、信用性の低いデータしか得られていない。これは、照射当日の腫瘍体積が他の線質の実験の時に比べて 2 割ほど小さく、腫瘍体積のばらつきも大きいモデルマウスしか準備できなかったことに原因があると考えている。

PET 撮像より得られた画像の腫瘍部位とその対側の筋肉部位に関心領域を設定し、その信号強度から腫瘍/筋肉比を算出した。その結果、コントロール群、X 線群、陽子線群、炭素線照射群の間で有意な差は認められなかった。細胞実験では照射による <sup>18</sup>F-FLT 取込み量の有意な減少が確認されていることから、今後、PET 撮像のタイミングを最適化する必要がある。

## 結言

子宮頸部腺がん細胞である HeLa 細胞を移植したモデルマウスにおいて、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 時間後の <sup>18</sup>F-FLT PET 撮像では、照射後の腫瘍体積の変化を予測することはできなかった。今後、PET 撮像の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。

\*<sup>1</sup>福井大学・高エネルギー医学研究センター、\*<sup>2</sup>(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福井大学と共同で実施したものである。

## 2.1.1.4

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

Drug Development of Mitigant against Oral Mucositis Accompanied with the Treatment of Head and Neck Cancer with Proton Beams

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、水島慧\*3、山東新子\*3、久米恭\*3

Hideki MATSUMOTO, Yoshiro YAMAMURA, Yukihiko WATANABE, Yuichiro CHIDA, Munetoshi MAEDA, Satoshi MIZUSHIMA, Shinko SANDO and Kyo KUME

## Abstract

The oral mucositis is developed in most of the head/neck cancer patients treated with radiotherapy as a side-effect. However, a medicine for oral mucosal diseases remains undeveloped until now. The patients developing oral mucosal disease are treated with symptomatic treatments such as gargling, oral mucosal protection and pain relief and the radiotherapy is interrupted in the patients with worsening symptoms.

We have already found a candidate medicine, ‘Drug A’, for radiation oral mucositis. The objective of this project is to elucidate the efficacy of ‘Drug A’ as preventive/curative medicine for radiation oral mucositis developed during radiotherapy for head/neck cancer. Toward the development of preventive/curative medicine for radiation oral mucositis, we analyzed radiobiologically and pathologically the medicinal virtues of ‘Drug A’ to elucidate the effective minimum dose of it.

## 要約

頭頸部がんに対する放射線治療において、ほぼ全ての患者に副作用として発症するのが放射線性口腔粘膜炎である。しかしながら、放射線性口腔粘膜炎に対する予防薬/治療薬は存在せず、発症後に含嗽(うがい)による口腔ケア、ステロイド軟膏塗布による粘膜保護、消炎・鎮痛剤による疼痛緩和などの対症療法によって処置されているのみである。

放射線性口腔粘膜炎に対する防護剤の開発を目指し、放射線障害防護剤としての効能を有する薬剤 A の陽子線頭頸部がん治療において発症する放射線性口腔粘膜炎に対する防護剤としての有効最低投与量を明らかにするために、頭頸部に陽子線照射された正常マウスにおいて発症する口腔粘膜炎に対する薬剤 A の薬効を放射線生物学および病理病態学的手法を用いて詳細に解析した。

## 緒言

これまでの研究において陽子線に対する正常組織反応について放射線生物学、組織化学、細胞生物学および分子生物学的に解析し、陽子線がん治療における正常組織の低線量被ばくの安全性担保に資する科学的エビデンスを蓄積してきた。また、陽子線頭頸部がん治療の際に発症する放射線性口腔粘膜炎の発症動態および病態を明らかにしてきた。本研究では、薬剤 A の放射線性口腔粘膜炎に対する有効最低投与量を明らかにした。

## 成果の概要

## 1. 陽子線分割照射(20 Gy、5 Gy×4回)による口腔粘膜炎に対する薬剤 A の防護効果の病態学解析(図 1)

## (1) マウス頭頸部への陽子線(200 MeV/nucleon)分割照射後の口腔粘膜炎の病態評価

照射後 7 日目から口腔粘膜炎の発症が認められ、照射後 10 日目で平均病態スコア(無症状を 0、顎下腺炎症、紅斑、びらん/浮腫、充血、出血の 5 症状の増悪度を 1~5 の 5 段階で評価、合計スコアを 6 匹のマウスで平均化した)が 5.4 まで増悪したが、その後徐々に回復した。その症状は顎下腺炎、口腔粘膜の紅斑・充血が顕著であった。

## (2) 陽子線分割照射後の口腔粘膜炎に対する薬剤 A の効能

口腔粘膜炎の防護剤候補である薬剤 A(0.1 あるいは 1.0 mg/kg 体重)を陽子線照射前日および照射 1 時間前に計 5 回、マウス尾静脈から投与した。照射後 9 日目から口腔粘膜炎の発症が認められ、照射後 10 日目(投与量 0.1 mg/kg 体重)および 13 日目(投与量 1.0 mg/kg 体重)で平均病態スコアが共に 1.3 まで増

\*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、\*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福井大学および丸石製薬株式会社と共同で実施したものである。

悪したが、その後徐々に回復した。その症状は軽微で、口腔粘膜の紅斑・充血がわずかに認められる程度であった。これにより薬剤 A の有効最低投与量は、0.1 mg/kg 体重であることが判明した。

## 2. 陽子線分割照射(20 Gy、5 Gy×4回)による口腔粘膜炎に対する薬剤 A の防護効果の病理学解析(図2)

陽子線分割照射後 10 日目に頭頸部を摘出し、10%中性緩衝ホルムアルデヒド液で固定した試料から舌矢状断面標本および顎下腺標本に HE 染色を施して病理学的解析を行った。

陽子線分割照射したマウスでは、粘膜上皮の肥厚・過角化に加えて、顎下腺の萎縮が顕著に認められたが、薬剤 A の静脈内投与により、それらの症状が軽減され、病態改善効果が認められた。

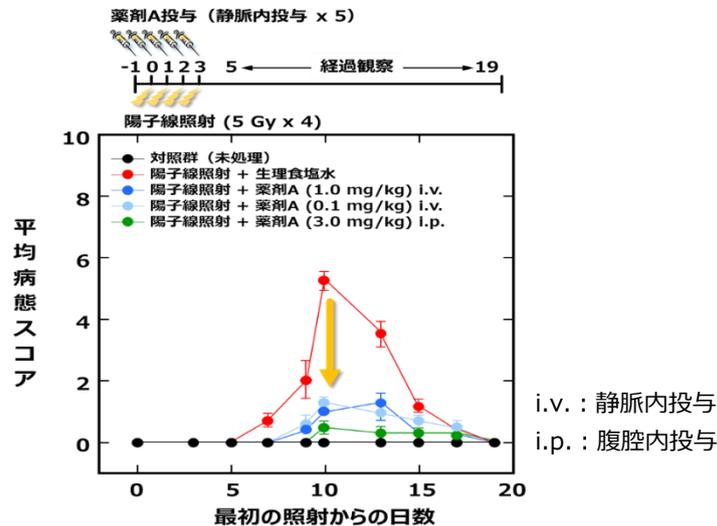


図1 マウス頭頸部への陽子線分割照射による口腔粘膜炎に対する薬剤 A の防護効果(病態スコア評価)

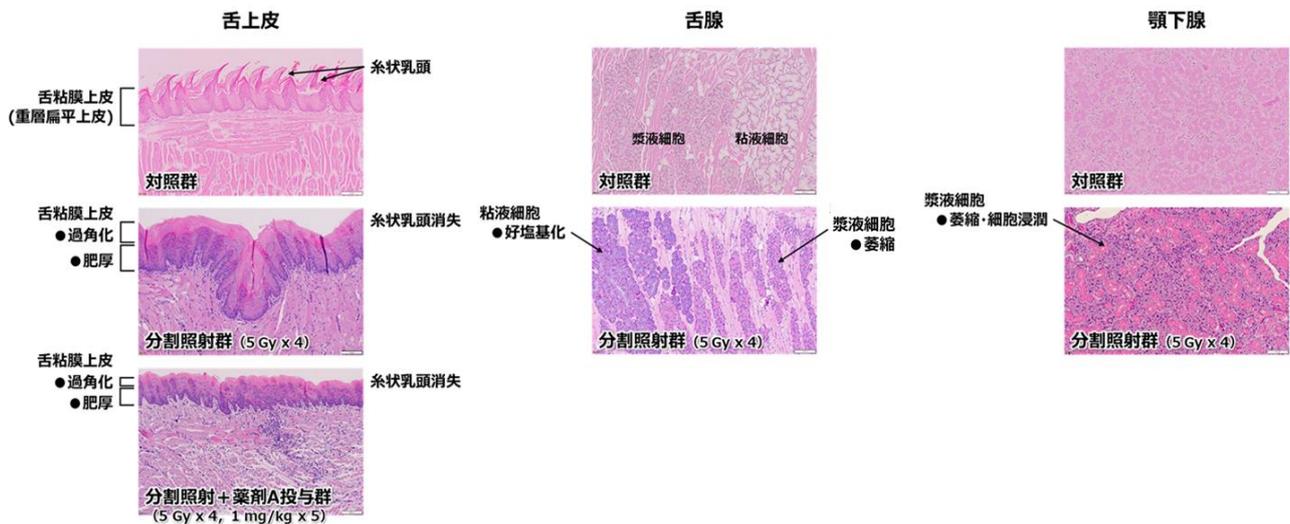


図2 マウス頭頸部への陽子線分割照射による口腔粘膜炎に対する薬剤 A の防護効果(病理標本評価)

## 結語

- ・頭頸部がんに対する陽子線治療を想定して、マウスの頭頸部に陽子線を局所照射し、病態スコア評価および病理標本評価により口腔粘膜炎に対する薬剤 A の防護効果を解析した。
- ・病態スコア評価において、陽子線照射により誘発される口腔粘膜炎に対する薬剤 A の有効最低投与量が 0.1 mg/kg 体重であることが判明した。
- ・病理標本評価においては、陽子線分割照射により誘発される口腔粘膜炎に対する薬剤 A の効能として、粘膜上皮の肥厚・過角化の抑制および顎下腺の萎縮抑制が認められた。

## 2.1.1.5

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

### Abstract

The recent progress of microbeam irradiation technology has enabled the analysis of the cellular response by the energy deposition to the local site of a cell. Therefore, the response of molecules and cells corresponding to the irradiated regions within the cells can be evaluated clearly. We have been studying the relationship between the irradiation domain and the molecular and cellular response by using soft X-ray microbeams.

### 要約

近年のマイクロビーム照射制御技術の飛躍的な発展によって、細胞内の任意の局所部位へ放射線を容易に照射することができるようになった。我々は、軟X線マイクロビームを用いて細胞局所を照射することにより、照射部位と細胞応答および細胞内の分子応答との関係について解析を進めている。

### 緒言

我々は、細胞局所マイクロビーム照射技術を用い、細胞内の照射領域と細胞の放射線感受性について評価してきた。その結果、低線量域( $\leq 2$  Gy)では、細胞核だけをX線で照射したときよりも、細胞全体をX線で照射したときの方が細胞に与えられる線量が多くなるにもかかわらず細胞が死にくいことを明らかにした。細胞核に同じ質と量のX線が照射された場合、細胞核に生じるDNA損傷の質や量はほとんど等しいため、DNA損傷が細胞死の主な原因であるとする従来の考え方だけではこの現象を説明することができない。核と細胞質の緊密な連携によって放射線にさらされた細胞の運命が決定されると考えられることから、細胞質の放射線応答が細胞の放射線感受性に影響を与えるメカニズムを詳しく検証した。

### 成果の概要

ヒト正常細胞(WI-38細胞)において細胞質への照射の有無がDNA損傷応答に関与する84の遺伝子の発現に与える影響をPCRアレイを用いて解析した結果、細胞質への照射の有無によって遺伝子の働きが活性化あるいは抑制されるパターンが大きく変化することが明らかになった(図1)。中でも、細胞質にX線が照射されていない細胞核照射では細胞死の誘導に関係する3遺伝子(*ABL1*、*CDC25C*、*TP73*)が、細胞質にもX線が照射されている細胞全体照射ではDNA損傷修復を行うために細胞周期を停止させる遺伝子(*CDKN1A*)が顕著に活性化した。これらの遺伝子の活性化は、いずれもATM(ataxia telangiectasia mutated)タンパク質によって調節されており、細胞質への照射の有無によってATMの働きが大きく変化することが明らかになった。これまでの研究成果と合わせて考察すると、ハムスターやヒトなどの哺乳類では、細胞質にX線が照射されていない細胞核照射では核内に存在するATMを介して細胞死が誘導されるのに対し、細胞質と細胞核の双方にX線が照射されている場合には、ATMが細胞質から供給されることで細胞周期が停止されてDSB修復が行われるために、生存する細胞が増加すると考えられる。本研究から、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DSB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ことが明らかになった(図2)。

### 結言

放射線の生物影響には、DNAに生じた損傷、特に最も重篤な損傷であるDNA二本鎖切断(DSB)が大きく寄与していると考えられてきた。また、放射線にさらされた細胞では、DSB修復機構が被ばくの直後から活性化することや放射線感受性疾患の原因となる遺伝子の多くがDSB修復関連遺伝子であることから、細胞質の役割は重要視されてこなかった。本研究から、低線量域における放射線生物応答のターゲットとしての細胞質の重要性が明らかとなった。今後のさらなる研究の推進により、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。

\*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・原子力技術研究所・放射線安全研究センター

本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが(一財)電力中央研究所と共同で実施したものである。

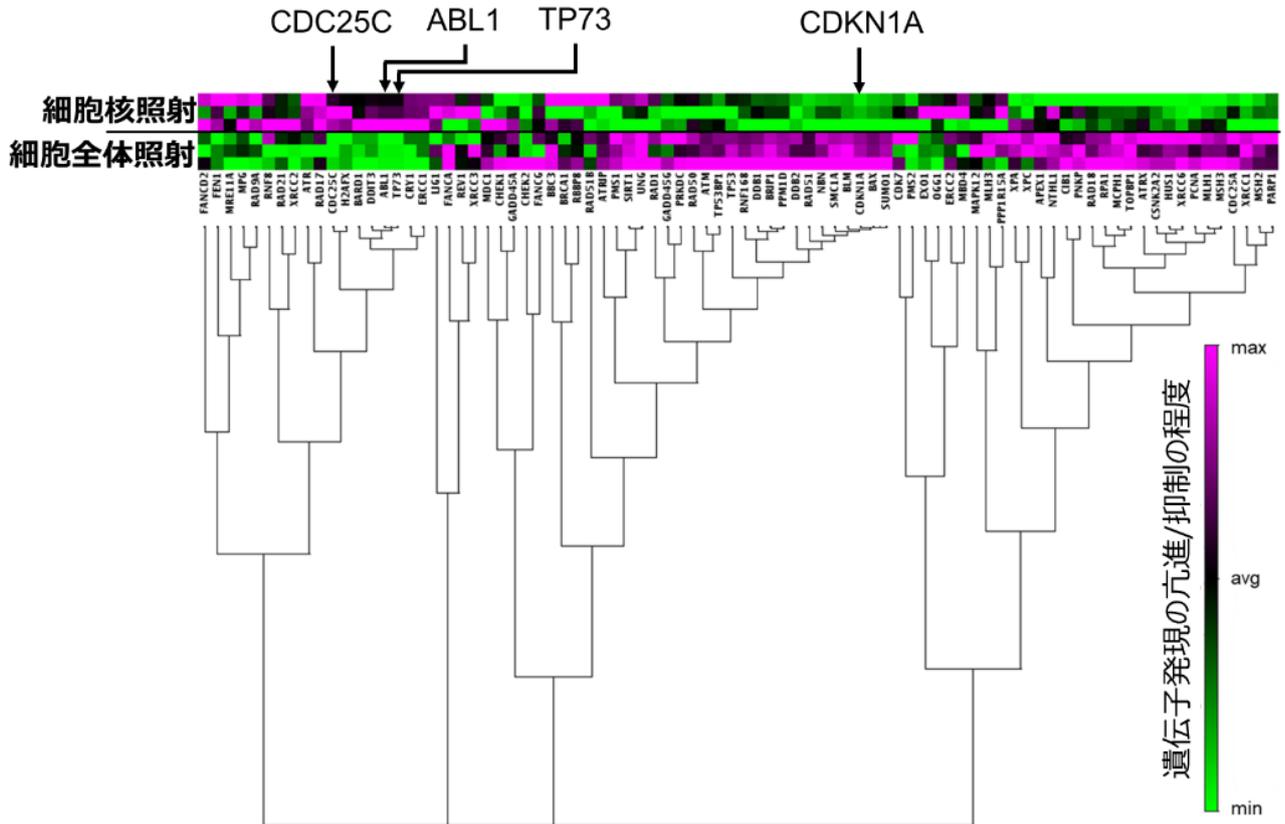


図 1. 細胞核を 1.0 Gy 照射した WI-38 細胞(上 3 行)と細胞全体を 1.0 Gy 照射した WI-38 細胞(下 3 行)における DNA 損傷応答に関する 84 遺伝子の発現変化を比較した。発現が活性化(亢進)する場合をマゼンタ、抑制される場合をグリーンで示した。矢印は本文中で言及した有意な発現変動が見られた遺伝子を示す。

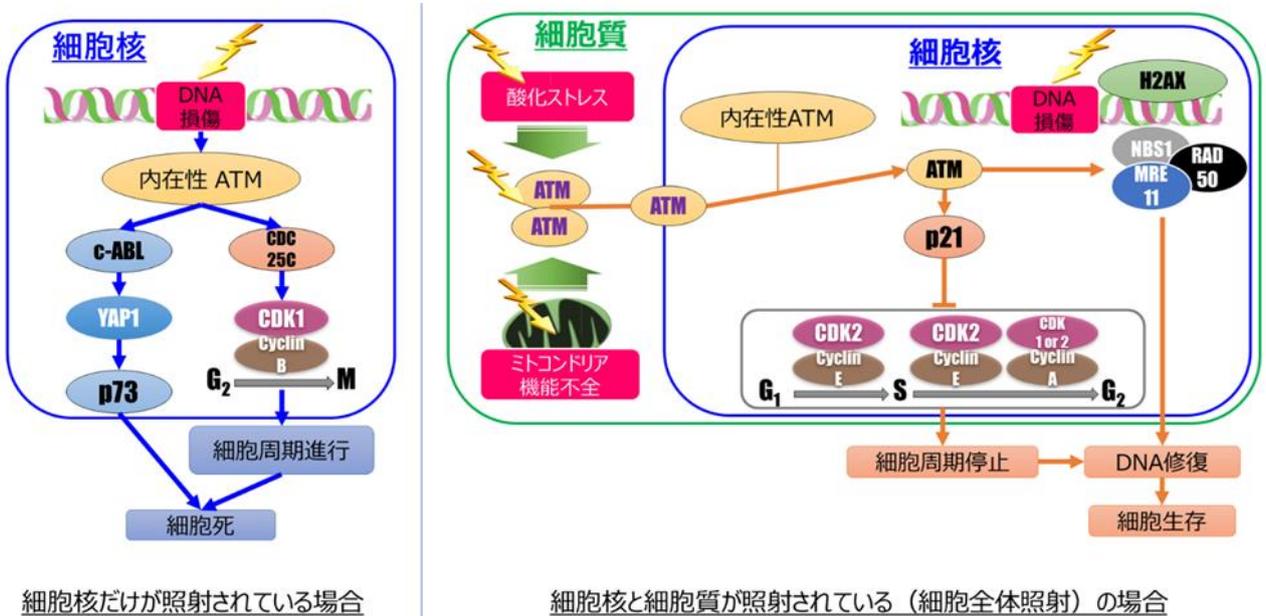


図 2. 本研究の成果から考えられる細胞核照射(左)と細胞全体照射(右)における細胞の生死を誘導する仕組み(文献 1 より引用、日本語へ改訂)。

参考文献

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

## 2.1.1.6

陽子線治療に伴う癌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、小川憲彦\*2、宮澤正樹\*2、Tuyen Thuy Bich HO \*2、関晃裕\*1、  
 稲垣慎吾\*2、野村博樹\*2、久米恭\*3、前田宗利\*3、金子周一\*1\*2

Yoshio SAKAI, Alessandro NASTI, Norihiko OGAWA, Masaki MIYAZAWA, Tuyen Thuy Bich HO,  
 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 with regard to 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

膵癌は初期の診断が困難であることや進行期においては従来の化学療法のみでは寛解が難しいことから消化器系においてもっとも深刻な悪性腫瘍である。たいていの場合、予後も悪い。われわれの目的は陽子線治療の手法による酔眼に対する新たな治療方法を開発することである。マウス膵がんモデルに対し陽子線照射を行い、陽子線照射に対する免疫応答を調べた。

## 緒言

膵癌は、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<sup>1)</sup>。膵癌の部位別罹患数(2017年)は40,981人であり<sup>1)</sup>、罹患数と死亡数が近い。この理由には、90%以上が膵癌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<sup>2)</sup>。化学療法として nab-Paclitaxel + Gemcitabine、FOLFIRINOX 治療が開発されてきたが、24か月生存率は約10%にとどまる。これらのため、膵癌全体の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癌に対して、より有効な新たな治療法の開発が膵癌の予後改善に極めて重要である。

本研究では、マウス膵癌モデルを用いて、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種類のマウス膵癌細胞株を用いて、マウス膵癌大腿皮下・背部皮下腫瘍モデル、マウス大腿皮下・肝転移腫瘍モデルを作成した。これらのマウス膵癌モデルの大腿部皮下腫瘍へ200 MeV陽子線8 Gyを照射した。また、陽子線に抗癌剤、免疫修飾 anti-PD-L1 抗体を併用した。1種類のマウス膵癌大腿皮下腫瘍・背部皮下腫瘍に対して、陽子線および免疫修飾抗体治療による、照射部位および非照射部位の腫瘍双方における、腫瘍増殖抑制効果を確認した。免疫組織化学では、大腿および背部腫瘍において、より多くの CD8+T 細胞浸潤がみられた一方、浸潤 CD4+T 細胞の数に明らかな差はみられなかった。

## 結言

1種類のマウス膵癌モデルに対して、陽子線照射と免疫修飾抗体の併用治療が、照射部位にかかわらず抗腫瘍効果があることを確認した。膵癌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の詳細について、継続して現在解析を進めている。また、abscopal 効果の機序についてさらに解析する予定である。

\*1金沢大学・医薬保健研究域・医学系、\*2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)、\*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、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。

## 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/index.html](https://ganjoho.jp/reg_stat/index.html)、最終閲覧令和3年7月27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

## 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<sup>\*1</sup>、Glenn HARVEL<sup>\*2</sup>、青木祐太郎<sup>\*1</sup>、畑下昌範<sup>\*3</sup>、久米恭<sup>\*4</sup>、佐倉俊治<sup>\*5</sup>  
 Takeyoshi SUNAGAWA, Glenn HARVEL, Yutaro AOKI, Masanori HATASHITA,  
 Kyo KUME and Toshiharu SAKURA

## Abstract

We developed an in-situ dosimetry system using PVA-KI gel, a kind of photo absorption material, and an absorbance detector with a combination of a color sensor and LED. The effectiveness of this system was investigated by X-ray irradiation.

## 要約

PVA-KI ゲル、カラーセンサおよびLEDからなる吸光度検出器を用いた in-situ 線量計測システムを開発した。その有用性をX線照射により確かめた。

## 緒言

近年、高齢化社会が進展する中、患部を切除することなく局所治療ができる放射線治療が注目を集めている。特に、正常組織部位への線量を最小限に抑えながら腫瘍部位に対し最大限の線量を与える高精度放射線治療の普及が目覚ましい。このような高精度放射線治療では、患者ごとに立案する精密な治療計画に対し、線量分布検証を実施している。この検証手段としては、より効率的で、より直接的な手法の提供が求められている。

本研究では、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、従来の化学線量計とは異なる反応性を持ち、高感度で人体に安全で、製作が容易でコストが安く、安全に廃棄処理しやすい特徴を持ち、さらには、吸収線量 2 - 10 Gy の領域において X 線の可視化に優れた特性を持つ、新たなゲル状化学線量計を開発してきた<sup>1)</sup>。現在、本ゲル線量計に対して、低吸収線量、すなわち 2 Gy 以下の吸収線量領域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、X 線照射中のゲルによる光吸収を in-situ(その場)測定するシステムを構築し、2 Gy より低い吸収線量間隔での測定を行い、低吸収線量域における PVA-KI ゲル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

これまでの研究では、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、X 線照射中の PVA-KI ゲルで吸収線量と RGB の G 値と、B 値に比例関係があることを見いだした<sup>2)</sup>。今年度は、in-situ 測定を目指して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。X 線照射装置の鉛により遮蔽された照射室内に照射試料と共に設置し、X 線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)をガラス IT フィールズ株式会社の協力のもと開発した。

## in-situ 測定装置

図1に PVA-KI ゲル測定装置の概略図を示す。筐体はプラスチック製であり、電源は、単三電池 4 本から供給されている。前年度までの研究成果により PVA-KI ゲルの吸光度特性は 490 nm に極大を持つことがわかっていることから<sup>2)</sup>、測定試料が封入されたディスプレイを



図1 in-situ 測定装置の概要及び写真

<sup>\*1</sup>福井工業大学・工学部・原子力技術応用工学科、<sup>\*2</sup>オンタリオ工科大学、<sup>\*3</sup>(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、<sup>\*4</sup>(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、<sup>\*5</sup>(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。

設置する (S) 部に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。ここで、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。タイマー基板がディスプレイを設置する (S) 部の下の筐体内に設置されている。制御及び記録は、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/k (M5Stack 社製) により行った。本測定装置は、10 - 30 秒の測定時間間隔で受光カウントの時間分解測定が可能である。

### in-situ 測定

光路長 1 cm の PMMA 製ディスプレイセルに PVA-KI ゲルを封入し、図 1 に示す (S) 部に設置した状態で X 線照射しながら 10 秒間隔で測定データ取得を行った。ここで、吸収線量は X 線照射装置に設置されている電離箱により測定された線量率計を基に各測定時間における吸収線量を求めた。測定に関しては、M5STACK-BASIC/k のディスプレイに測定開始前に十秒間のカウントダウンが表示され、その表示を基に X 線照射装置の照射ボタンを手動で押すことで照射と測定の同期を行った。

### 結果と考察

図 2 に、吸収線量の増加に対する 490 nm における吸光度の測定結果を示す。吸光度は吸収線量に比例して増加し、その近似直線は非常に高い線形性を示す。近似直線の切片は負の値を示し、0 を通らない。このことは、0 - 2 Gy の吸収線量の領域 (A) において、0 Gy に近い低線量域の吸光度が緩やかに増加し、その後比例的増大することを示唆している。しかしながら、2 Gy の照射ごとに吸光度測定を行うような測定方法では、(A)のような低線量領域で、同じ照射及び測定条件による狭い吸収線量間隔での測定が困難である。図 3 に、PVA-KI ゲル測定装置を用いて PVA-KI ゲルへの X 線照射による受光カウントの測定結果を示す。ここで、X線照射における線量率が 1.50 Gy/min (0.025 Gy/s) であるため、測定時間に線量率を掛けることにより、吸収線量へ変換した。図 4 に X 線照射による Blue (400 - 540nm)の波長領域における受光カウントの測定結果を示す。縦軸はカウント数、横軸は吸収線量である。吸収線量が 1 Gy 以上において、受光カウントは吸収線量の増大とともに線形的に減少する傾向を示すが、1 Gy 未満においては線形からずれる傾向がみられた。これは、図 2 の紫外可視分光光度計による吸光度測定の結果が 2 Gy 以下の吸収線量領域 (A)で吸光度が吸収線量の増大に比例しないことを示唆している。図 4 は図 2 において示唆された内容を実験的に明らかにしたものである。従来の照射実験は、X 線照射装置で照射を行いその都度吸光度を測定するという方法が用いられていたため、2 Gy 間隔でしか測定を行うことができなかったが、本研究で構築した in-situ 測定手法により、0.25 Gy 間隔での測定が可能となり、低線量領域や狭い吸収線量領域での測定に対して精密なデータ取得が可能となった。

### 結言

本研究では、X 線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

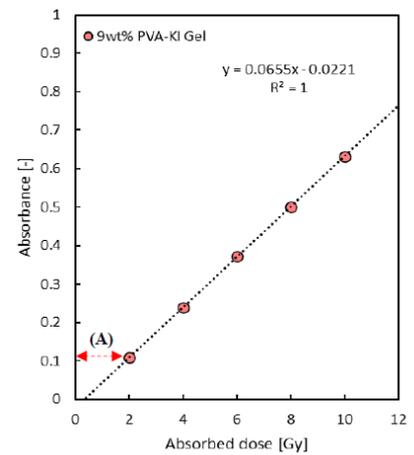


図 2 490 nm における吸光度の吸収線量依存性

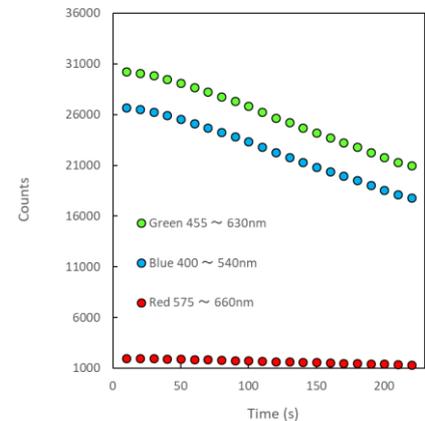


図 3 受光カウント測定結果

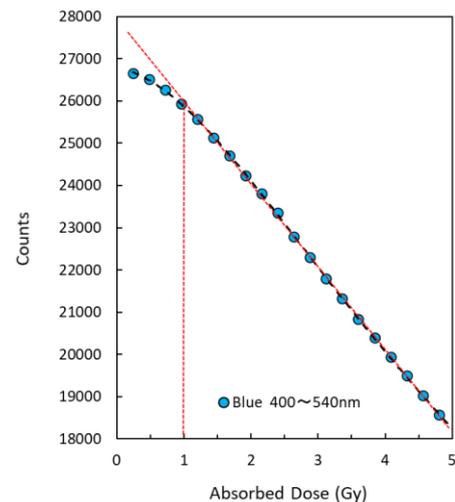


図 4 Blue(400 to 540 nm)域における受光カウントの吸収線量依存性

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。今後、本測定システムを用いて、PVA-KI ゲルへの放射線照射効果に関する詳細な特性を明らかにすることが可能であると考ええる。

#### 参考文献

- 1) 青木祐太郎「放射線治療のための PVA-KI ゲル線量計の研究開発」福井工業大学 博士論文(2021)
- 2) 砂川武義、Glenn Harvel、青木祐太郎、柴岡龍、速水醇一、田口光正、長澤尚胤、畑下昌範、久米恭、佐倉俊治、「PVA-KI ゲル線量計を用いた線量評価技術開発」、福井工業大学研究紀要、第 49 号、93 (2019)

## 粒子線の線質測定技術開発

The Development of Measurement Technical for the Particle Ion Beam Quality

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

Measurements of target fragmentation reactions by high energetic charged projectiles (carbon with energy of 55 MeV/u) were performed by using nuclear track technique. In this energy range, the target fragment has relatively lower energy compared to projectile fragment, and will not be detected by routinely using an ionization chamber in therapy. The CR-39 detector is acting not only as a detector but also as a biological tissue equivalent phantom in our experiment. Energy dependences of production rate for target fragment were verified in comparison of proton and helium beam. We also developing a tissue-equivalent dosimeter comprised of oligonucleotides, which are short deoxyribonucleic acid (DNA) strands, in liquid solution.

## 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、粒子線の線質測定技術を開発した。CR-39 読み取り技術の高度化、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、炭素線の標的核破砕反応によるがん治療時の余剰線量測定比較を行った。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 検出器によるビームの質の評価と核破砕反応の解析

昨年度までに、入射核および標的核が破砕することにより生成される破砕片の電荷、放出角度を精密に測定する手法を開発した。次のステップとして、当該分野の課題である核破砕片の生成確率(反応断面積)を求める測定を開始した。これは入射粒子がどの確率で破砕し、どのような電荷を持った破砕片がどちらの方向に飛散するかなど原子核モデルを評価する情報を与える。これらの情報は、近い将来核データの更新が見込まれる国際原子力機関を通じた核データの共有、治療計画などの高度化のための原子核モデル評価につながるものである。

## (2) 蛍光標識した生体親和物質の開発

1 本鎖のオリゴヌクレオチドを蛍光物質である 6-FAM およびクエンチャー物質 TAMRA を用いて修飾したサンプルを用い、放射線による DNA の 1 本鎖切断の損傷量を蛍光分光光度計(FP-8500、日本分光)で読みとり評価する手法を開発している。若狭湾エネルギー研究センターではヘリウム粒子線(220 MeV)を照射した。比較としてガンマ線を大阪大学産業科学研究所のコバルト 60 線源を用いて照射した。吸収線量は 0~0.05 Gy である。6-FAM の蛍光強度( $\lambda_{em}=516$  nm)の変化を評価したところ、ヘリウム線と比較してガンマ線の方が、吸収線量の増加に伴ってオリゴヌクレオチドの鎖切断(1 本鎖切断)が高頻度に誘発されることが示された。この結果は電気泳動画像を用いた先行研究の結果<sup>1)</sup>と矛盾しない。

## 結言

CR-39 検出器を用いることにより、治療用重粒子線の核破砕反応の精密分析を開始した。また、蛍光物質 6-FAM を修飾したオリゴヌクレオチド生体親和物質を用いて、ヘリウム粒子線及びガンマ線による DNA 損傷量を評価できる見通しを得た。

## 参考文献

- 1) 渡邊立子、放射線化学、No.89,13 (2010)

\*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。  
本研究の一部は、JST 卓越研究員 16811771 の助成を受けた。

## 2.1. 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

シロイヌナズナ照射幼苗根端に対する SCR7 の影響  
Effects of SCR7 on Root Tips of Irradiated Arabidopsis Seedlings

高城啓一\*1

Keiichi TAKAGI

## Abstract

Effects of SCR7, an inhibitor of mammalian DNA ligase IV, on root tips of X-ray irradiated Arabidopsis seedlings were investigated by using DNA damage marker  $\gamma$  H2AX, nuclear incorporation of nucleotide analog, and distribution of dead cells as evaluation indices. The results indicate that SCR7 has no obvious effects on X-ray irradiated root tips.

## 要約

哺乳類 DNA リガーゼ IV の阻害剤 SCR7 が X 線を照射したシロイヌナズナの幼苗根端に与える影響を、DNA 損傷マーカー  $\gamma$  H2AX、細胞核へのヌクレオチド類似体の取り込み、および死細胞分布を指標として調べた。その結果、SCR7 は、X 線照射後の根端に対して明確な影響を与えないことがわかった。

## 緒言

突然変異は、細胞核内に外的/内的要因により生じた DNA 損傷を修復する過程で生じる。したがって、イオンビーム照射等で DNA に損傷を与えた際に、何らかの方法で修復過程を阻害することができれば、突然変異形成頻度の増加等、突然変異誘発を促進できる可能性がある。

SCR7(図 1)は哺乳類の DNA リガーゼ IV (LIG4)を特異的に阻害することが報告されている<sup>1)</sup>。LIG4 は、標準的的非相同末端結合(canonical non-homologous end joining; C-NHEJ)と呼ばれる DNA 二本鎖損傷修復過程において、最終段階で DNA の断端を繋ぎ合わせる働きを持つ酵素である。LIG4 を阻害することができれば、C-NHEJ が阻害され、より精度の低い修復の頻度が高まるため、突然変異が生じやすくなることが期待できる。

本研究では、X線を照射したシロイヌナズナの幼苗に SCR7 が与える影響を調べた。X 線を照射する際に照射の前後で幼苗を SCR7 で処理し、照射幼苗根端に対する SCR7 の効果を、DNA 損傷マーカー  $\gamma$  H2AX、ヌクレオチド類似体エチルデオキシウリジン(EdU)を用いた DNA 合成細胞標識、および根端の死細胞分布を指標として調べた。その結果、照射前後の SCR7 による処理は、照射幼苗に対して明確な影響を与えないことがわかった。

## 材料と方法

実験材料として、野生型シロイヌナズナ (*Arabidopsis thaliana* ecotype Columbia)、およびシロイヌナズナの KU70 欠損系統 (SALK\_123114)を用いた。

シロイヌナズナ種子を無菌的に固型培地 (1/2 MS-2% sucrose-0.3% gellan gum)に播種し、播種 4 日目の幼苗に対して白色 X 線(実効エネルギー 33 keV)を照射した。X 線照射時には、照射 30 分前に幼苗を、SCR7 を含む液体培地 (1/2 MS-2% sucrose)に浸漬し、固型培地に戻して照射を行った後、SCR7 を含む液体培地に戻して 6 時間栽培し、再び SCR7 を含まない固型培地に移植して栽培を続けた。薬剤処理を行わない対照群には、SCR7 の溶媒として使用しているジメチルスルホキシド(DMSO)を終濃度 5%で添加した。

照射幼苗は、照射 1 日後に 4% パラホルムアルデヒドを含む固定液で固定した。固定の 1 時間前に幼苗を 10  $\mu$ M の EdU を含む液体培地に移し固定前の 1 時間に DNA 合成を行った細胞を標識し、さらに固定 30 分前に死細胞染色のための試薬(Far Red Fixable Dead Cell Stain, ThermoFisher 社)を添加して死細胞を染色した。

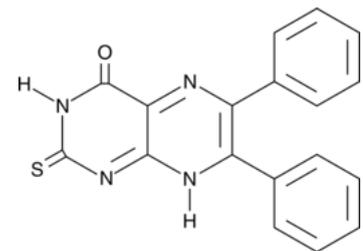


図 1. SCR7 の構造式

\*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。

DNA 損傷マーカー  $\gamma$ H2AX の検出は、抗シロイヌナズナ  $\gamma$ H2AX マウスモノクローナル抗体を、細胞核の検出には、抗ヒストン H3 ウサギモノクローナル抗体(Abcam 社)を用い、それぞれ AlexaFluor488 標識抗マウス IgG 抗体(ThermoFisher 社)、AlexaFluor 594 標識抗ウサギ IgG 抗体(ThermoFisher 社)を用いた間接蛍光抗体法により蛍光像として検出した。DNA 合成細胞は、Click-iT Plus EdU Cell Proliferation kit for imaging, Alexa Fluor 647 (ThermoFisher 社)を用いて EdU 取り込み核蛍光像として検出した。

蛍光像の検出には共焦点レーザー顕微鏡(LSM780, Carl Zeiss 社)を用い、厚さ 5  $\mu$ m の光学切片として検出した。得られた顕微鏡像の解析には Image J (NIH)を用いた。

## 結果と考察

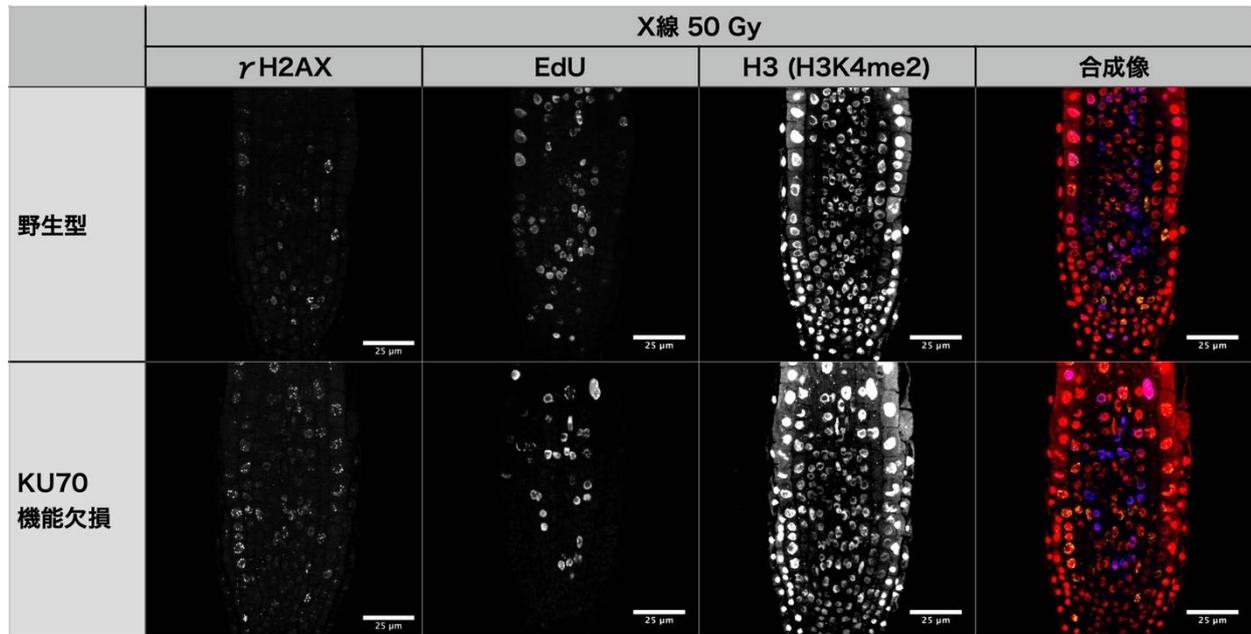


図 2. X 線 50 Gy を照射した野生型幼苗根端、および KU70 機能欠損幼苗根端における、照射 1 日後の  $\gamma$ H2AX シグナル、および EdU シグナルの分布

合成像は、赤色がヒストン H3 シグナルを、青色/紫色が EdU シグナルを、緑色/黄色が  $\gamma$ H2AX シグナルを示す。スケールバーは 25  $\mu$ m を示す。

まず、C-NHEJ の機能が阻害された際の幼苗根端での照射応答を調べるため、野生型のシロイヌナズナと KU70 機能欠損シロイヌナズナの幼苗を用い、50 Gy の X 線を照射して 1 日後の幼苗根端における  $\gamma$ H2AX シグナル、EdU シグナルを調べた。その結果を図 2 に示す。照射 1 日後の根端では  $\gamma$ H2AX が見られる(図 2. 左端上下段)が、KU70 機能欠損体幼苗で  $\gamma$ H2AX シグナルがより顕著であった。EdU シグナルに関しては、KU70 機能欠損体でやや低下している傾向が見られた。これら結果は KU70 の機能欠損により C-NHEJ が阻害された場合、修復阻害により照射 1 日後の DNA 損傷残存量が増加すること、DNA 合成機能の回復が遅れることを示唆している。

次に、X 線 50 Gy を照射した野生型幼苗を、照射 30 分前、および照射後 6 時間 5.0  $\mu$ M、10.0  $\mu$ M、あるいは 50.0  $\mu$ M の SCR7 に浸漬した時の、照射 1 日後の幼苗根端における  $\gamma$ H2AX シグナル、EdU シグナルを調べた。その結果を図 3 に示す。5.0  $\mu$ M、および 10.0  $\mu$ M の SCR7 で処理した幼苗の根端の  $\gamma$ H2AX シグナルは、溶媒のみで処理をした根端と比較して際立った違いが見られなかった(図 3. 最上段)。EdU シグナルについても、10.0  $\mu$ M までの濃度では SCR7 で処理した根端と、溶媒のみで処理した根端では際立った差が見られなかった(図 3. 第 2 段)。一方、50.0  $\mu$ M の SCR7 で処理した幼苗の根端では、 $\gamma$ H2AX シグナル、EdU シグナルともにほとんど検出されなかった。図 3 の最左列には、X 線照射を行わず、50.0  $\mu$ M SCR7 処理のみを行った幼苗の根端  $\gamma$ H2AX シグナル、および EdU シグナルを示す。照射を受けていない根端では盛んな DNA 合成が行われており、多数の細胞が明確な EdU シグナルを示すが、50.0  $\mu$ M SCR7 処理を行った根端では、 $\gamma$ H2AX シグナル、EdU シグナルともにほとんど観察されなかった。また、50.0  $\mu$ M SCR7 処理を行った根端の核像(H3 像)を見ると、照射、非照射ともにその他の実験群における核像と異なり、非常に平滑な輪郭の核像が観察された。平滑な輪郭の核像は、細胞の固定前にすでに死んでいた細胞に特徴的であることから、50.0

$\mu\text{M}$  SCR7 で処理した根端では、1 日後にはほとんどすべての細胞が死滅した可能性が考えられ、実際に死細胞分布を調べたところほとんどすべての細胞が固定前に死滅していたことがわかった(結果を示さず)。

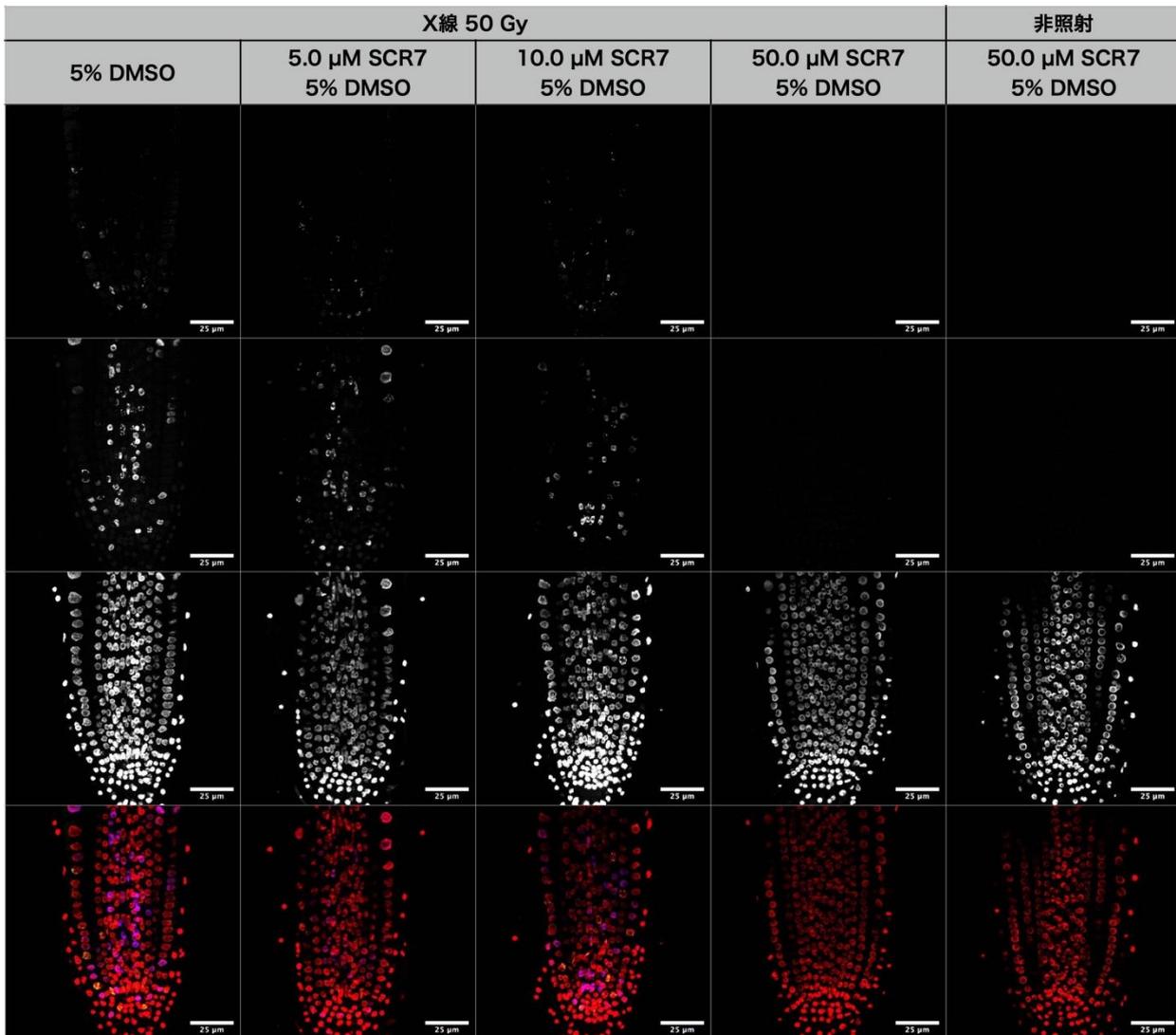


図 3. 照射前後に SCR7 で処理を行い、X 線 50 Gy を照射した野生型幼苗根端における、照射 1 日後の  $\gamma$  H2AX シグナル、および EdU シグナルの分布

1 段目:  $\gamma$  H2AX シグナル、2 段目: EdU シグナル、3 段目: 細胞核(H3)シグナル、4 段目: 合成像を示す。合成像は、赤色がヒストン H3 シグナルを、青色/紫色が EdU シグナルを、緑色/黄色が  $\gamma$  H2AX シグナルを示す。スケールバーは 25  $\mu\text{m}$  を示す。

50.0  $\mu\text{M}$  の SCR7 で処理した場合、1 日後にはほとんどすべての細胞が死滅することが判明したため、細胞死がいつ、どのような場所から生じるのかを調べた。X 線照射を行わず、50.0  $\mu\text{M}$  SCR7 処理のみを行った幼苗を用い、根端死細胞分布を薬剤処理開始 1 時間後から 5 時間後まで 1 時間ごとに調べた。その結果を図 4 に示す。死細胞は、処理を開始してから 2 時間後に、細胞増殖を完了して維管束系細胞等への分化を開始する領域に出現し、時間を追うごとに死細胞領域が胚軸方向、根端方向へ拡大していくことがわかった。照射した幼苗で ATM や ATR の様な DNA 損傷修復の調節因子を阻害して DNA 修復を強く抑制した場合、非照射根端では顕著な細胞死は観察されず、照射根端においてもこのような急速かつ広範な細胞死は観察されなかった(結果を示さず)。また、LIG4 の機能を欠損させたシロイヌナズナは、正常に生長し稔性を持った種子を形成することが報告されている<sup>2)</sup>。さらに、細胞死が発生し始めた部位は、明らかに細胞分裂活性が低い領域であった。これらのことから、高濃度の SCR7 による根端全体の細胞死は、DNA 損傷修復阻害や細胞分裂活性阻害により生じた可能性は非常に低いと考えられる。

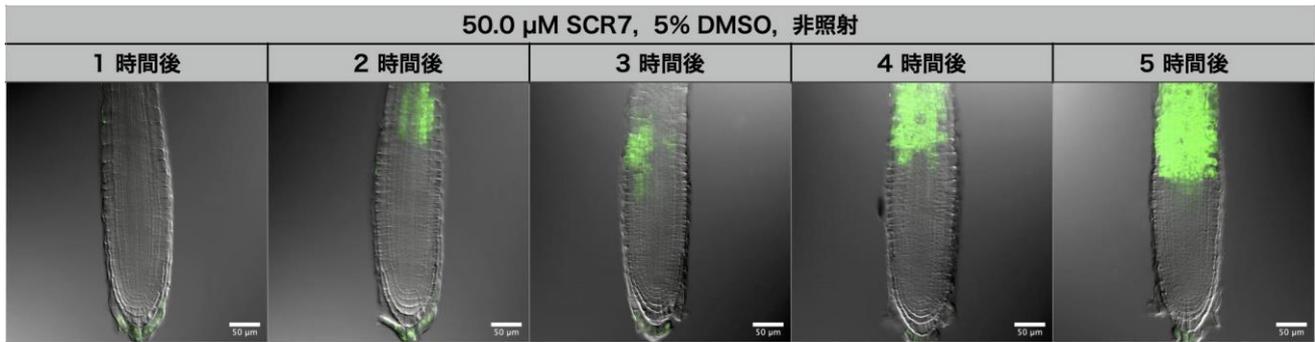


図 4. 50.0  $\mu\text{M}$  SCR7 で処理した非照射幼苗根端における死細胞(緑色)分布の経時変化  
死細胞を根端の微分干渉顕微鏡像上に緑色で示した。スケールバーは、50  $\mu\text{m}$  を示す。

以上の結果より、哺乳類細胞の LIG4 阻害剤として知られる SCR7 は、X 線照射を行ったシロイヌナズナ幼苗に対しては、10  $\mu\text{M}$  以下の濃度では KU70 の機能欠損による C-NHEJ 阻害で見られたような影響を明確には与えず、高濃度では DNA 損傷修復阻害や DNA 複製阻害とは無関係と考えられる細胞死を生じることがわかった。哺乳類細胞では SCR7 は LIG4 だけでなく他の DNA リガーゼも同程度の阻害を受けるという報告がある<sup>3)</sup>が、このような SCR7 の特異性の低さは、本研究における SCR7 が X 線照射効果に目に見える増強効果を示さないという結果を説明できない。SCR7 処理は、哺乳類細胞においては C-NHEJ 阻害によるゲノム編集効率の向上が見られるが<sup>4),5)</sup>、植物では、トマトのゲノム編集において、SCR7 処理は哺乳類細胞の場合とは異なり編集効率の向上をもたらさないという、SCR7 が C-NHEJ 阻害に無効であることを示唆する報告がある<sup>6)</sup>。シロイヌナズナの LIG4 が哺乳類の場合とは異なり DNA 損傷修復に大きな役割を持たない可能性は、シロイヌナズナの LIG4 機能欠損が、DNA 損傷を誘起する薬剤や X 線照射により引き起こされる生存率低下を増強するという報告<sup>2)</sup>から否定される。したがって、SCR7 にシロイヌナズナの LIG4 を阻害する効果が無いか、あっても極めて低いと考えられた。

## 結言

哺乳類細胞の LIG4 阻害剤として知られる SCR7 は、シロイヌナズナ幼苗の X 線照射効果に対して明確な増強作用を示さず、突然変異誘発を促進する可能性が低いことがわかった。

## 参考文献

- 1) M. Srivastava et al. Cell 151(7), 1474-1487 (2012)
- 2) H. von Attikum et al. Nucleic Acid Res. 31(14), 4247-4255 (2003)
- 3) G. Greco et al. DNA repair 43, 18-23 (2016)
- 4) C.V. Weber et al. Nature Biotech 33(5), 543-548 (2015)
- 5) T. Maruyama et al. Nature Biotech 33(5), 538-542 (2015)
- 6) T.V.Vu et al. Rice 12(95), 1-29 (2019)

## 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  
Development of New Plant Breeding Technique Using Heavy Ion Beam-Induced Chromosomal  
Rearrangement

畑下昌範\*1、高城啓一\*1、三浦孝太郎\*2

Masanori HATASHITA, Keiichi TAKAGI and Kotaro MIURA

### Abstract

Ion beam irradiation has been used to generate new mutants in higher plants. It is thought that ion beams with high linear energy transfer (LET) value cause large and irreparable DNA damage in few small area, therefore novel mutants without detrimental characteristics have been efficiently obtained. Recent studies have shown that proportions of deletions, insertions and base substitutions in ion beam induced mutations depend on LET and heavy ion beam irradiation with high LET value induces large deletions and chromosomal rearrangements. The range shifter at upstream position of the sample has been used to reduce the residual range of carbon beams i.e. to raise LET values on targets. The biological effects of carbon beams with different LET values have been clarified in regard to primary root elongation. In this study, the effect of carbon beams with high LET for rice 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、修復が困難な大規模な 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。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 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。本研究では、炭素イオンビーム照射において、照射試料の上流にレンジシフターを挿入することで、ビーム飛程を短くし、すなわち試料位置での LET を高くすることを検討してきた。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幼苗での初期の発根状況における生物効果について調査してきた。今回、実用作物の1つであるイネについて、その幼苗期における高 LET 炭素イオンビーム照射の生物効果を調査した。

### 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。エネ研のイオン加速器は、西日本で唯一の品種改良を目的とした生物照射を行っている加速器であり、これまでに民間企業との加速器を利用した共同研究により、複数の品種登録出願を行ってきた。

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全ゲノム変異解析の結果から、アルゴンなどの重イオンビーム照射による局所的な高密度エネルギー付与が、染色体レベルの再構成を伴う新し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に設置されているイオン加速器から得られる炭素イオンビームに関しレンジシフターを用い、ビームエネルギーを下げることにより高い 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。さらに、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根伸長における線量反応の差異を調査してきた。今回は、実用作物の1つであるイネについて、その幼苗期における高 LET 炭素イオンビーム照射の生物効果を調査した。

### 結果の概要

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イオン加速器においては、従来の炭素イオンビームの照射法では、試料に対しおよそ 450MeV の炭素イオンイオンビームが照射される。LET はおよそ 57keV/μm と計算される。理化学研究所が明らかにしつつある大規模な

\*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。

DNA 構造変化を起こすとされる LET は少なくとも 100keV/μm 以上であり、それを当センターのイオン加速器で実現するには、照射室内の作業だけで出来得る方法としては、照射試料の上流にレンジシフターを挿入し、試料位置での炭素イオンビームのエネルギーを下げるのが考えられる。この方法をとることで、試料ごとに通常の照射と LET を高めた照射とを使い分けることができる。

図1に、炭素イオンビームの LET を試料位置で変化させるためのセットアップを示した。通常の照射の場合は、真空中で厚さ 1.5mm のアルミニウムを用いて、ビームを散乱させ、厚さ 100μm のカプトン膜を通して、ビームを大気に取り出している。電離箱(PTW-786)を常時ビーム軸上に設置したままビームを通過させ、試料にビームが照射されることになる。この時の線量計は炭素イオンビームの水中飛程が約 4.5mm あることもあり、指頭型の線量計を用いている。一方、より高い LET を得るためのセットアップとしては、電離箱(PTW-786)と照射試料との間にレンジシフターとして種々の厚みのアクリル板を挿入することで対応した。この時の線量測定においては、炭素イオンビームの水中飛程が 1.5mm を切り、指頭型の線量計ではビームが届かないことも考えて、平行平板型の線量計を用いることにした。こうしたセットアップにより、挿入するアクリル板の厚みを可変させることで、LET を変化させることができる。

次に、今回は、実用作物の1つであるイネについて、その幼苗期における高 LET 炭素イオンビーム照射の生物効果を調査した。実験材料として、イネの日本晴種子を使用した。炭素イオンビームの照射は、アクリル板を 3mm 挿入した照射法(LET:150keV/μm 以上)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、育苗培土に播種した。生育を開始した幼苗の草丈を 15 日後と 24 日後に調査した。その結果、15 日後の調査において未照射(0Gy)の区で 12.2cm であったのに対し、線量が高くなるにつれ段階的に草丈が低くなり、40Gy では 6.7cm となった(図 2 A)。24 日後の調査でもこの傾向は維持され、0Gy の区が 23.7cm であるのに対し、線量が高くなるにつれ段階的に草丈が低くなり、40Gy で 16.8cm となった(図 2 B)。この結果は、高 LET 炭素イオンビーム照射による植物体へのダメージで草丈が抑制されたものと推測した。従来の LET57keV/μm の炭素イオンビームの照射法の場合、100Gy 以上の照射を行わないと、草丈の伸長抑制は認められなかった過去の報告から、前回報告のシロイヌナズナの時と同様に、同じイオン種でも試料に打ち込む時の LET が変わると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し、変異体の作出とそのゲノム解析を行っていく予定である。

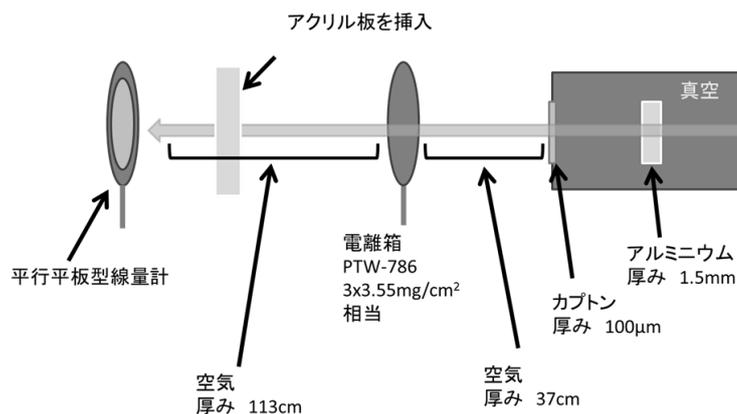


図1 カーボンビームのLETを変化させるためのセットアップ(模式図)

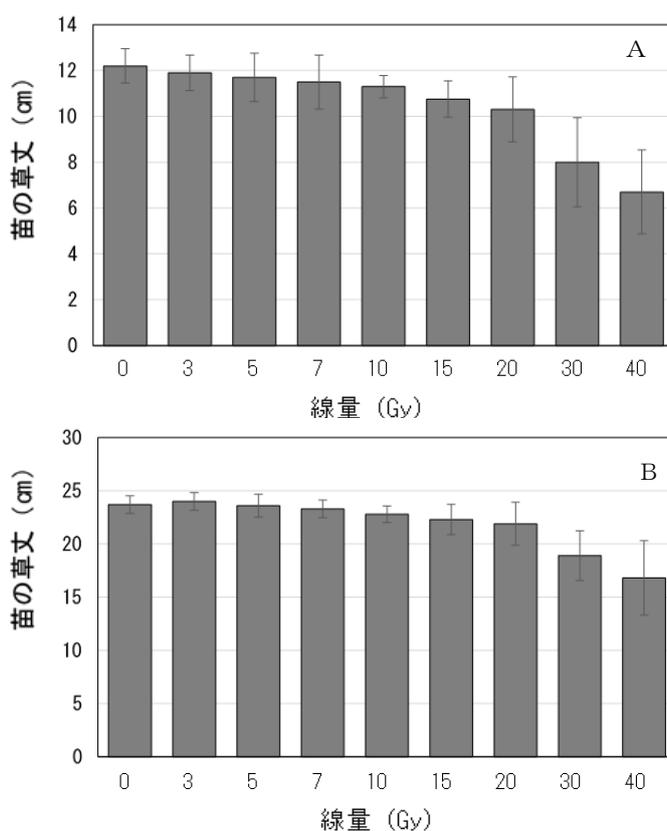


図2 幼苗期におけるイオンビーム照射の影響  
A: 播種後15日目の草丈, B: 播種後24日目の草丈

## 2.2.1.3

## 酒米山田錦を福井県仕様に改良した“山田錦 FPU1 号”の育成

Development of “Yamadanishiki FPU-1”, a Sake Brewing Rice Suitable for Cultivation in Fukui Prefecture

三浦孝太郎\*1、高城啓一\*2

Kotaro MIURA and Keiichi TAKAGI

## Abstract

“Yamadanishiki”, an elite variety of rice for sake brewing rice, is difficult to cultivate in Fukui Prefecture due to its low resistance to lodging and late heading. We report the development of “Yamadanishiki FPU-1”, which is suitable to cultivate in Fukui Prefecture.

## 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。今回、我々は福井県での栽培が容易な「山田錦 FPU1 号」を開発したので報告する。

## 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、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、炭素イオンビーム照射によって作出した難脱粒性系統と出穂時期を調整した早生系統を交配することにより、「草丈が低い」、「茎が丈夫」、「山田錦よりも早生」、「脱粒しない」の形質を併せ持つ候補 5 系統を育成し栽培試験を行った。

## 材料と方法

## 植物材料

本実験では、令和元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基準品種の種子および炭素イオンビーム照射によって作出した優良系統どうしの交配後代 F<sub>2</sub> 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。

\*1福井県立大学・生物資源学部・生物資源開発研究センター、\*2(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・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立大学と共同で、公募型共同研究事業として実施したものである。

**結果**

今回は昨年度得られた5系統の草丈、出穂日、早生化の特性を調査した。その結果、5系統の内、2系統は矮性が強く、1系統は出穂が分離し、1系統は早生化していないことから、計4系統を不適とした。残る1系統は、山田錦の個体ごとの出穂日が8月21日から24日に集中しているのに対して、は8月17日(図1, 5日早生)に出穂し個体ごとの出穂日も8月16日から18日に集中しており固定していることが分かった。また、この系統の脱粒性を山田錦と比較したところ、難脱粒化していることが明確であった(図2)。これらの結果から、この5日早生で難脱粒化した系統を有望系統と確定し、“山田錦 FPU1号”とした。

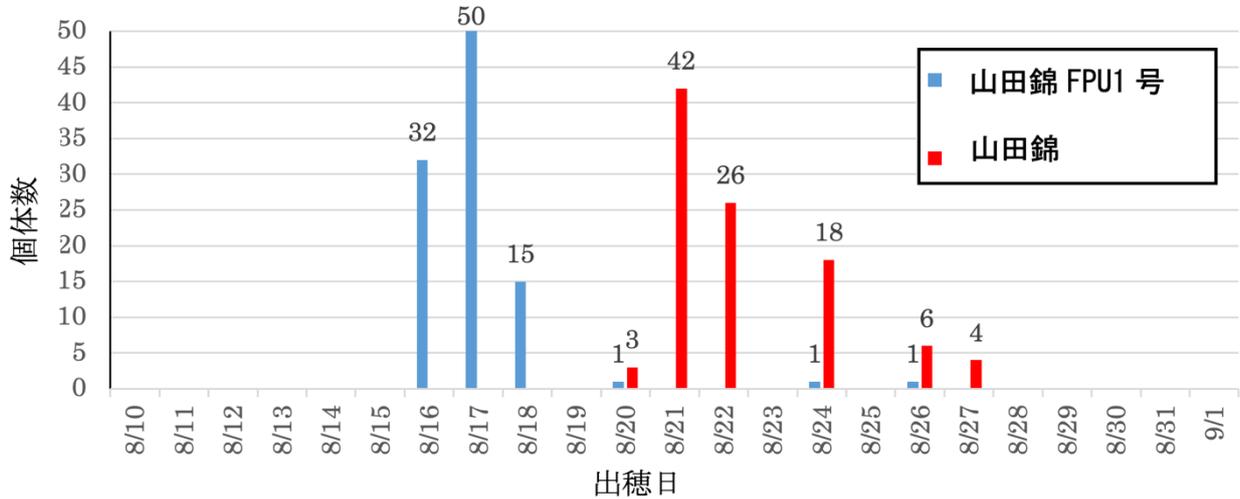


図1 出穂日の分布  
山田錦(赤)と山田錦 FPU1号(緑)の出穂日の頻度分布



図2 脱粒性の比較 山田錦(A)、山田錦 FPU1号(B)

**結言**

令和2年度の研究では、令和元年度に炭素イオンビーム照射の結果より得られた優良系統どうしの交配から選抜した有望5系統の栽培試験を実施し、この中から1系統を選抜し、山田錦 FPU1号と名付けた。山田錦 FPU1号は、山田錦よりも出穂は5日早い、収穫日には10日ほど早くなる。10日収穫が早くなると福井県で栽培した場合に9月中の収穫が可能になり、秋の降雨や冷害に遭遇しにくくなる期待できる。また、脱粒性も十分に抑制出来ていることから、収量アップが期待でき、農家収入の向上が見込める素材が完成した。今後は、山田錦 FPU1号の栽培特性を詳細に調査し品種登録申請を行うほか、早生化の程度が異なる素材を追加し適応産地の拡大を目指す後続系統の育成を実施する。

## 2.2.1.4

カバノアナタケによる抗糖化物質の生産とその解析  
Production and Characterization of Antiglycation Substances from *Inonotus obliquus*

櫻井明彦\*1、畑下昌範\*2

Akihiko SAKURAI and Masanori HATASHITA

### Abstract

Production and purification of antiglycation substances from *Inonotus obliquus* were investigated. Characterization of the antiglycation substances was also carried out. The main component of antiglycation substances was identified as dihydroxybenzalacetone (DBL), which showed more than 10 times higher antiglycation activity than that of aminoguanidine. In addition, a mutant that shows 1.3 times larger growth rate than that for the wild type in a liquid surface culture was obtained by a carbon beam irradiation.

### 要約

カバノアナタケによる抗糖化物質の生産及びその精製条件について検討した。さらに、得られた抗糖化物質の化学構造を解析し、抗糖化作用の主成分は dihydroxybenzalacetone (DBL) であると同定した。DBL の抗糖化作用は、基準物質として使われるアミノグアニジンの 10 倍以上の高い値であった。また、イオンビーム照射により液体表面培養において親株の 1.3 倍程度の高い増殖速度を示す変異株の作出に成功した。

### 緒言

カバノアナタケ(図 1、別名チャーガ)は、耐寒性の白色腐朽菌で、抗腫瘍ばかりでなく抗菌、抗ウイルスなどの様々な生理活性を示すことから、医薬品や機能性食品、化粧品の原料として期待されている。しかしながら、天然のカバノアナタケの存在数は極めて少なく、また人工培養技術が確立されていないことから、ロシアなどの一部の寒冷地でのみ民間薬として使われてきた。そこで筆者らは、カバノアナタケを用いた生理活性物質の生産を目的として、人工培養技術の開発に取り組んできた。その過程で、カバノアナタケの菌糸体には、これまでに報告されていない抗糖化作用を示す物質が存在することが明らかとなった。



図 1 カバノアナタケ

本研究では、カバノアナタケが生産する抗糖化物質の精製条件を検討するとともに、抗糖化成分の化学構造や基本特性の解析を行った。また、イオンビーム照射による抗糖化物質の生産性が高い変異株の作出についても検討した。

### 方法

#### 1. カバノアナタケの液体表面培養法による抗糖化物質の生産および回収

既存のカバノアナタケ NY-1 株を液体表面培養法により培養し、抗糖化物質を含む菌糸体を生産した。回収した菌糸体は凍結乾燥後、粉碎し多段階の溶媒抽出により抗糖化成分を抽出した。溶媒としては、水、メタノール、エタノール、酢酸エチル、メチルイソブチルケトン、ヘキサンを使用した。

#### 2. 抗糖化成分の構造解析および生理活性作用の評価

抽出物の多糖、ポリフェノール、タンパク質含有率をそれぞれフェノール硫酸法、Folin-Ciocalteu 法、Bradford 法で測定した。抗酸化活性はラジカル的一种 DPPH に対する消去能の評価(DPPH 法)、抗糖化活性は牛血清アルブミン糖化阻害試験(BSA-glucose 法および BSA-fructose 法)で測定した。さらに、抽出物を陰イオン交換クロマトグラフィーにより精製し、抗糖化物質の化学構造を液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS/MS)と核磁気共鳴 NMR で解析した。

#### 3. カバノアナタケ変異株の作出

プレート上に増殖させたカバノアナタケの菌糸体に 200MeV の陽子および 450MeV の炭素イオンビームを照射(陽子:500-2,500Gy、炭素イオン:200-1,000Gy)し、プレート上での増殖速度が大きい変異株をスクリーニングした。さらに、得られた変異株について、液体表面培養での増殖速度を確認し、生産される生理活性成分の性質について解析した。

\*1福井大学・学術研究院工学系部門・生物応用化学講座、\*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、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福井大学と共同で実施したものである。

結果と考察

1. 抗糖化物質の生産および回収

カバノアナタケの菌糸体は、液体表面培養 30 日目に菌糸体濃度が 8-10g/L に到達した。この時点で菌糸体を回収し、凍結乾燥した。凍結乾燥後の菌糸体を乳鉢で粉碎した後、ヘキサン、酢酸エチル、エタノール、熱水の順に固液抽出した。さらに熱水に抽出された生理活性成分を、メチルイソブチルケトン(MIBK)を溶媒として液液抽出した。各抽出画分の構成成分を調べたところ、MIBK 抽出物(図 2)はポリフェノールを最も多く含んでいた(16-20%)。

2. 抗糖化成分の構造解析および生理活性の評価

MIBK 抽出物をさらにイオン交換クロマトグラフィーで精製し、高い抗酸化活性を示す画分を回収した。この画分を用いて、牛血清アルブミン(BSA)と Glucose による糖化反応をモデルとして抗糖化活性を測定したところ、抗糖化作用の基準物質であるアミノグアニジンよりも高い活性を示した(図 3)。これより、MIBK 抽出物には高い抗糖化活性を示す(糖化最終生成物 AGEs の生成を抑制する)成分が含まれていることが明らかとなった。

次に、この画分について、LC/MS/MS、<sup>13</sup>C NMR、<sup>1</sup>H NMR を用いて詳細に構造を解析した結果、その化学構造は 3,4-dihydroxybenzalacetone (DBL、図 4)と同定された。さらに DBL 単独での抗糖化活性を測定したところ、アミノグアニジンの 10 倍以上の値であった(図 3)。DBL の抗糖化作用については、これまでに報告例がないことから、この内容について特許を出願した。

3. カバノアナタケ変異株の作出

イオンビーム照射により親株よりも高い増殖速度を示す変異株の作出を検討した。炭素イオンビームを 500Gy 照射して得られた変異株が寒天プレート上で親株の約 1.5 倍の増殖速度を示した。この変異株を液体表面培養したところ、野生株では約 30 日間必要とする増殖量に 25 日間で到達した(図 5)。これより変異株では増殖速度が野生株の約 1.3 倍に上昇していることが明らかとなった。また、この変異株が生産する抗酸化成分について解析したところ、野生株と同等以上の抗酸化活性が確認されたことから、生理活性物質生産のための有望な変異株として特許を出願した。

結言

カバノアナタケの液体表面培養により、抗糖化の基準物質であるアミノグアニジンよりも高い抗糖化活性を示す物質が生産可能であった。その主成分は、これまでに抗糖化作用が報告されていない物質である 3,4-dihydroxybenzalacetone (DBL)と同定された。また、イオンビーム照射を用いて、抗酸化物質の生産性を維持しながら増殖速度が大きいカバノアナタケ変異株の作出に成功した。

今後は抗糖化物質の大量生産を行うとともに、今回特定した DBL の詳細な特性について解析し、出願した特許の強化を行う。また、抗糖化物質の最終的な出口と想定される保健機能食品や医薬品、化粧品などの開発に向けた応用展開を進める予定である。

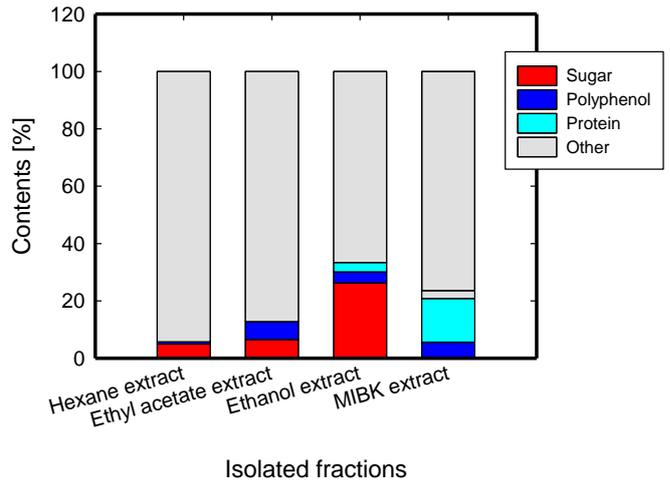


図 2 溶媒抽出成分の構成成分

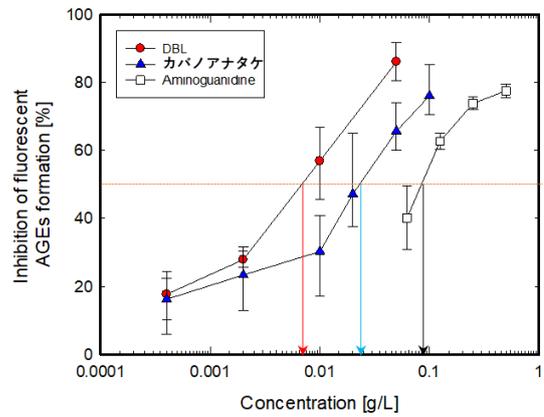


図 3 抗糖化活性の比較

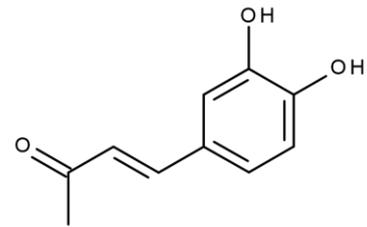


図4 3,4-dihydroxybenzalacetone (DBL)

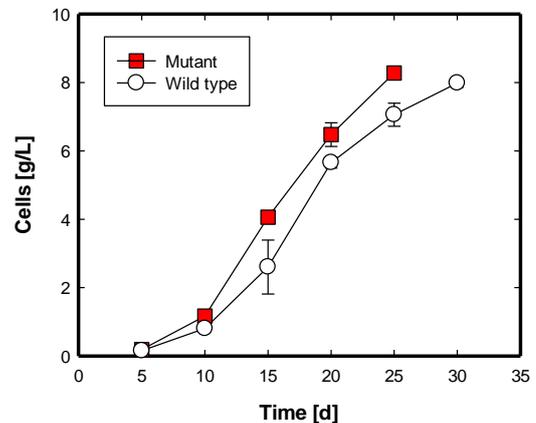


図5 変異株の増殖速度

## 2.2.1.5

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

Masanori HATASHITA, Keiichi TAKAGI and Katsuhisa SUZUKI

### Abstract

Mutation breeding is an important method for improving flowering plants. Many kinds of commercial varieties of flowering plants were obtained by ion beam irradiation. For the protection of new varieties of plants, production of triploid plants by colchicine treatment has been tried. If triploid plants of new varieties are developed, these plants are completely sterile and can only vegetatively propagate themselves. To estimate the polyploidy levels of candidate triploid plants, the nuclear DNA relative amounts were measured by using flowcytometry (FCM). The samples for FCM analyses were prepared for the nuclei to be separated in the buffer including propidium iodide solution by chopping the leaves by razor. The peaks for candidate triploids and tetraploids were found in the positions about 1.5 and about 2 times far from that for diploid, respectively. These results indicate that FCM analysis method enables us to easily perform the ploidy discrimination and also the determination of their nuclear DNA amounts.

### 要約

花卉園芸植物の品種改良の重要な手法の一つとして、イオンビーム照射を含む突然変異育種がある。花卉園芸植物の多くの新品種がイオンビーム照射を利用して得られている。現在、新品種の形質が交配によって容易に利用されないようにするために、コルヒチン処理による植物体の3倍体化を試みている。新品種の3倍体化ができれば、その植物は不稔であり採種することはできず、栄養繁殖でしか増殖することができない。候補となる3倍体植物体の倍数性を推定するために、それらの核 DNA の相対量をフローサイトメトリー(FCM)により決定した。FCM 解析用の試料はヨウ化プロピジウム(PI)溶液を用いたチョッピング法により調製された。候補となる3倍体植物体と既知の4倍体植物体のピーク位置は2倍体植物体のピーク位置に対し 1.5 倍と 2 倍離れた位置に認められた。FCM 解析により、倍数性の識別と核 DNA 量の決定が容易にできることが明らかになった。

### 緒言

独自に開発した新品種の特徴的な形質を交配によって容易に利用されることがないように、植物体を3倍体化することが行われてきている。3倍体の植物体は不稔であり、採種が不可能であるため、栄養繁殖でしか増殖することができない。したがって、その特徴的な形質は交配によって他に利用される懸念がなくなる。現在、開発した新品種の3倍体化を順次進めている。植物の倍数性を確認する方法として、顕微鏡下で染色体数を計数する方法があるが、限られた期間内に成果が求められる共同研究においては、このような長い時間と労力を要する手法は不適である。今回、フローサイトメトリーを利用することによる簡便な植物の倍数性の確認法を検討した。

### 成果の概要

開発した3倍体と思われる新品種、その品種の4倍体として知られている品種および新品種(2倍体)を試料とした。葉脈を除いた1枚の葉に、chopping Buffer(成分:Triton X-100、2-メルカプトエタノール、亜硫酸ナトリウム、トリス塩酸、PI)を加え、カミソリで細かく刻み、細胞核の遊離を促した後、25 $\mu$ mのメッシュを通した。その溶液を用いて FCM にて測定した。横軸を蛍光量の相対強度、縦軸を細胞数としたときに、候補となる3倍体植物体と既知の4倍体植物体のピーク位置は、2倍体植物体のそれぞれのそれぞれおよそ 1.5 倍と 2 倍の位置に認められた。この結果から、2倍体、候補としている3倍体、4倍体のピーク位置を明確に分けることができた。よって、FCM による倍数性の識別が可能であると考えられた。

### 結言

新品種の形質の保護を目的とした植物の3倍体化を進めている中で、FCM 解析による簡便な倍数性の推定を試みた。チョッピング法により調製された試料を用いることで、倍数性の識別は容易にでき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・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  
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターがハクサンインターナショナル株式会社と共同で実施したものである。

## 2.2.1.6

イオンビームを照射したシイタケ菌株菌興 115 号の菌糸伸長について

Hyphal Growth of Ion-Beam Irradiated Shiitake Strain Kinko 115

高城啓一<sup>\*1</sup>、畑下昌範<sup>\*1</sup>、佐々木明正<sup>\*2</sup>、寺島和寿<sup>\*2</sup>

Keiichi TAKAGI, Masanori HATASHITA, Akimasa SASAKI and Kazuhisa TERASHIMA

シイタケ等きのこ類は放射性セシウムやカドミウム等の有害元素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放射性セシウム低蓄積、及びカドミウム低蓄積品種の育成を実施している。

イオンビーム照射によるシイタケの育種に当たって、シイタケ品種菌興 115 号の陽子線(ターゲット表面で 200 MeV, LET=0.45 keV/μm)、及び炭素線(ターゲット表面でおよそ 450 MeV, LET=ca. 60 keV/μm)に対する感受性を、照射後の菌糸伸長を指標として調べた。その結果、陽子線、炭素線ともに線量依存性の菌糸伸長抑制が見られたが、炭素線は陽子線と比較するとより低い線量で陽子線と同等の抑制効果をもたらす事がわかった。この結果は、動物培養細胞や植物と同様に、炭素線の方が陽子線よりも高い生物効果を持つことを示している。この感受性調査の結果を元に、低放射性セシウム蓄積変異体や、低カドミウム蓄積変異体の選抜を実施している。

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>(一財)日本きのこセンター・菌茸研究所

本研究は、生研支援センター令和2年度イノベーション創出強化研究推進事業の一部として(公財)若狭湾エネルギー研究センターが(一財)日本きのこセンターと共同で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\*<sup>1</sup>

Yoshikazu TANAKA

## Abstract

Amplified Fragment Length Polymorphism (AFLP) analysis was performed to create DNA markers that can be used for the development of new parthenocarpic midi tomatoes in Fukui prefecture. As a result, several specific DNA fragments were obtained.

## 要約

福井県産ミディトマトで単為結果性を持つ新品種の開発に使用可能な DNA マーカーを作成する目的で増幅断片長多型 (AFLP)解析を行い、複数の特異的な DNA 断片を得た。

## 緒言

福井県はミディトマト発祥の地であり県内外で高い評価を受けているが、近年は他の産地との競争が激しく、ブランド力維持のために新品種の開発が必要である。福井のミディトマト「はなこまち」は着果が不安定という問題があり、新品種には単為結果性の導入が望まれる。本研究では新ミディトマトの開発に用いる単為結果性判別 DNA マーカーの作成を目的とし、AFLP 解析を行った。

## 成果の概要

用いた試料は、福井県農業試験場園芸研究センターから供試されたミニトマト及びミディトマトである。AFLP は ABI 社の AFLP Plant Mapping Protocol を参照し、DNA を制限酵素 *EcoRI*、*MseI* で消化後、両末端にアダプターを結合した。DNA の多型は、アダプター配列に1塩基付加したプライマーによる 1st PCR 産物に対し、更に 3 塩基を付加したプライマーを用いた 2nd PCR を行い、これを 3% ゲル濃度の PrimeGel Agarose PCR-Sieve HRS で電気泳動を行って分離検出した(図1)。その結果 11 個のプライマーペアにおいて、単為結果性の有無に関係すると思われる DNA 多型を検出した。このうち *EcoRI*(aga) / *MseI*(act)、*EcoRI*(aga) / *MseI*(atg)、*EcoRI*(agg) / *MseI*(atg)、*EcoRI*(agg) / *MseI*(att)で検出した DNA 断片について塩基配列を決定し、STS(Sequence Tagged Site)化プライマーを作成した。

## 結言

DNA マーカー作成の迅速化を図るために、昨年度まで実施していた Random Amplified Polymorphic DNA (RAPD) 法に替えて AFLP 法を試みた。本法は RAPD に比べて再現性が高く、1度に多数の DNA 断片が得られるなどの特長がある反面、隣接する DNA 断片が多いために STS 化プライマー作成を目的とした DNA 断片の単離が困難な場合があり、この解決法としてアダプターに 4 塩基もしくは 5 塩基を付加したプライマーによる PCR を利用するなど工夫が必要であった。作成した STS 化プライマーは、今回使用したトマトにおいては単為結果性の有無を判別可能だった。現在、交配に用いるその他のミディトマトでも利用可能か検討中である。

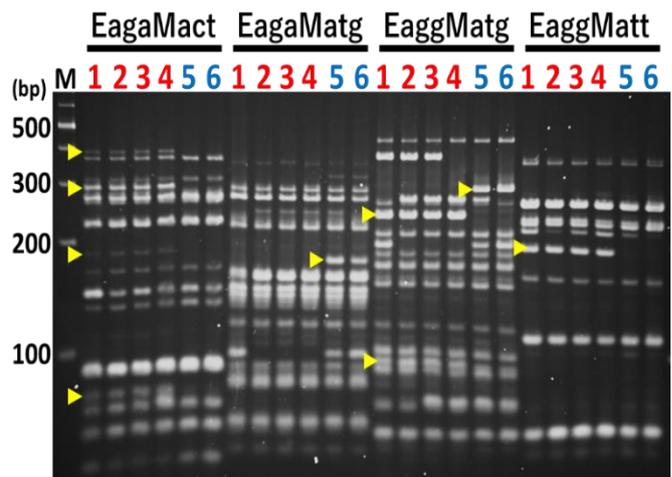


図1 AFLP 解析の一例

M: 100bpDNA ラダー、1:ステラ、2:福井 A、3:福井 B、4:福井 C、5:CFネネ、6:べにすずめ。1~4は非単為結果性、5および6は単為結果性トマト。黄色印で示した部分に単為結果性の有無による多型が見られた。

\*<sup>1</sup>(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, spinach, and mizuna, we compared and investigated whether the ingredients and metabolites differed contained between Fukui prefecture products and those of other areas. We also investigated whether they had some characteristics.

**要約**

ミディトマトやほうれん草、水菜などの農産物について、福井県産品と他産地間において含有する成分・代謝産物が異なるかを比較調査し、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が、経済的被害をもたらす事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。そこで本研究は、福井県の特産物や伝統野菜に対して、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。

**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～中型トマトについて市販 9 種、種苗会社や農家からの供与品 12 種の計 21 種を試料とし、クロマトグラフによる成分分析を実施し、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。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、脂肪酸代謝物およびテルペン類化合物の計4種類、アミノ酸2種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ることは困難だが、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、トマト以外の農産物(水菜(福井県産、茨城県産)、春菊(福井県産、栃木県産)、ほうれんそう(福井県産、静岡県産))について、これまでの研究で得られた分析手法が適用可能か検証を試みた。いずれも産地間で差が認められ、この手法の適用が可能と考えられるが、野菜の種類によって量の差が大きい成分が異なり、度の成分比較が適しているかは更に検体数や種類を増やして検証する必要がある。

**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。成分判定に有望な条件や前処理法は分析法は確立できており今後は測定個体数を増やし精度を高くするとともに、農場別の差異や収穫時期の違いなどを検討するとともに、多変数解析等も行い、多次元でのマッピングを試みる。

また、本研究で分析を実施している成分には生体機能性を示すものも多く含まれており、食品の高価値化の根拠を与えるために活用できる。

\*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 of foods against reactive oxygen species and free radicals, 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 using a new reagent. The anti-oxidation activities of several foods produced in Fukui and the other area was evaluated by using this method.

## 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、スーパーオキシドアニオンラジカル、アルキルラジカル、アルコキシルラジカル、一重項酸素との反応性を新しいスピン捕捉剤を用い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ている。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特徴的な食材を用い、抗酸化活性の評価を試行した。

## 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、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マト、葉物野菜など、26 検体の他、梅干し、ラッキョウなどの加工食品5種11 検体を試料として用いて、他県産品や類似商品と比較しながら活性酸素種を種類毎に精度よく測定することができる ESR 装置を用いた抗酸化活性評価手法の開発を行い、国立研究開発法人、大学3か所と情報を交換しながら、条件の最適化を行った。これにより、活性酸素種(ROS)の多数の県産品と類似試料、並びに加工食品を用いた測定・評価によって、ヒドロキシルラジカル、スーパーオキシドアニオンラジカル、アルキルラジカル、および一重項酸素に対する簡便で再現性の高い測定条件および試料処理手法は確立できたと考えられる。今後は、より広範囲の試料への適応、手法の標準化を目指して測定を重ね、データを収集する。

## 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。しかしながら一般的な手法として確立するためにはより多様な試料に対して実験を重ね適応性の判定を行う必要がある。

今後は、多数の測定による標準化や、より広範囲の試料への適応、評価数値の規格化、手法の標準化を目指して、さらに実験を重ねていく。また、本研究の成果を活用し、生産者や食品加工者とも連携し、県産農水産物・食品の価値向上に寄与することを目指す。

\*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。

## 2.2.3. 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<sup>\*1</sup>、井村裕治<sup>\*2</sup>  
 Masanori HATASHITA and Yuji IMURA

## Abstract

The closed system for growing tomato seedlings has been developed using LED lights as a main light source. The system consists of plural monochromatic LED light with different light wavelength. The light intensity of each LED light can be controlled according to the intensity pattern set every time. Various intensity patterns and the combinations of different wavelengths were tested for the best cultivation conditions as compared with the cultivation under the fluorescent lamp.

The closed system for the cultivation of tomato seedlings reduces the risk of disease and insect damage without using agricultural chemical. However, tomato seedlings grown under artificial lights for a long time are subject to physiological disorders due to high growth rate. The suppressions of the physiological disorders were studied for the stable cultivation of high quality seedlings.

## 要約

LEDを主光源として用いてトマト苗を育成する閉鎖型栽培システムが開発されてきている。トマト苗の生育検討を目的として、異なる波長の単色LEDを複数準備し、色(波長)の組合せ、光量、照射の時間パターンを変えてトマト育苗を行い、蛍光灯を用いた場合との比較から育苗に適したLED光照射条件の検討を行ってきた。

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が、人工光の長時間照射によるトマト苗栽培においては、その高成長性に起因すると思われる生理障害の発生が認められる。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

従来、トマト苗の育苗はハウス内で行われてきた。ハウスは水や肥料の管理が露地栽培と比較して容易であるとはいえ、その生育環境は天候や気温に左右されることが多く、またハウス内の環境はどの場所においても必ずしも均一であるとはいえないため、苗の生育が揃わないことが度々あることが指摘されてきた。また、一度病虫害が発生してしまうと、一年中それが蔓延してしまうという問題もある。さらには、苗生産者の高齢化も進み、作業環境がオフィスなどに比べても格段に悪いハウス内での育苗は敬遠される方向にある。そのような背景から、苗の計画生産や生産者のより快適な作業環境を実現するために、閉鎖型人工光育苗装置が開発され、実用化の検討が進んできた。このようにして生産された苗は高品質であり、例えば、定植後の活着がよいなどの利点も有し、このようにして工場内で生産された苗はすでに全体の半分以上を占めるとされており、ますますその工場生産による高品質苗の生産は増えていくものと思われる。

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きている。この各種波長の単色LED照明を用いて、そのLED各色の組合せ、光量および照射パターンを変えてトマト育苗を行い、蛍光灯を用いた場合との比較から育苗に適したLED光照射条件の検討を行ってきた。その中で、今後使用したいと考えている台木を用いた接ぎ木苗の生産において、生理障害の発生が頻発することがわかってきた。その原因は、LED照明条件の最適化とその台木の特徴的な特性とのミスマッチによるものと推定している。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。

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>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が福井シード株式会社と共同で実施したものである。

## 結果の概要

LED 光照明下でのトマト苗の育苗における課題の一つに、生理障害の発生がある。これは、主に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、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というものである。ハウスによるトマト苗の育苗においては、まずこのような現象は起こらない。次に、閉鎖環境での人工光栽培においては、蛍光灯照明下においてもこのような現象は起こらないことが知られている。LED 光照明下においてのみこのような生理障害が見られるとされるが、なかでもトマトの品種によってその生理障害の発生の程度が異なることが確認されている。

LED を使用した育苗においては、遠赤色光の補光により生理障害が抑制されたという報告があることから、照射する光の波長に着目し、適切な光を照射することによって、生理障害が抑制できるのではないかと考えられた。白色蛍光灯を用いた場合と白色 LED を用いた場合とを比較すると、白色 LED においてのみ生理障害が発生することから、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。現在利用している各色 LED は図1A に示す通り、いずれの LED においても 400nm 以下の紫外光を含まないため、トマト苗の育苗条件を決めた各色 LED の組合せでは、生理障害の抑制は困難であると考えられた。そのため、LED 以外の光源を追加し、紫外光を追加照射することを検討することにした。白色蛍光灯(図 1B)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庫内に1段あたり1灯の白色蛍光灯を設置する試験用栽培ラインを整備した。来年度以降に、栽培試験を行い、トマト苗に起こる生理障害が抑制されるか否かについて検討することになった。

閉鎖系の植物工場では、二酸化炭素濃度を容易に上昇させることができるので、およそ 1000ppm 程度まで高めることによって、生育速度を高めることが頻繁に行われている。しかし、1000ppm の二酸化炭素濃度というのは、現在の地上ではあり得ない環境であり、長期間その高濃度の二酸化炭素にさらされることにより、生育速度の過剰な増進が起こり続ける結果として、クロロシス(葉の白化)や組織の褐変や枯死を引き起こしていることが容易に推察できる。よって、二酸化炭素濃度を大気と同様の 400~500ppm に設定して育苗を行ったところ、生理抑制はほぼ抑制された。この時、苗の生育速度は 1000ppm 程度の二酸化炭素濃度の時よりも遅くなった。

閉鎖系の植物工場においては、自在に環境制御ができるとされているが、そこで栽培する苗の植え込み密度によっては、苗からの蒸散量が空調の能力を超えてしまうこともあり、特に暗期においては、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ことになる。こうした環境下では特に接ぎ木部が影響を受け、生理障害が発生しやすくなると考えられた。現在、閉鎖系内の苗の蒸散量に対応した除湿能力のある除湿器を導入し、湿度を 80%以下で維持することによって、生理障害の発生が抑えられるのかを試験する予定である。

## 結言

LED を主光源として用いるトマト苗を育成する閉鎖型栽培システムにおいて頻発する生理障害の発生が抑制できる条件について検討した。主光源とする LED 以外に紫外光を追加照射するための白色蛍光灯を設置した試験ラインを整備した。来年度以降栽培試験する予定である。二酸化炭素濃度については、大気と同じ濃度まで下げることによって生理障害の発生は抑制された。暗期に湿度 100%の状態が続くことに関しては、苗の蒸散量に対応した除湿能力のある除湿器を導入し、湿度を 80%以下に維持して栽培することを予定している。

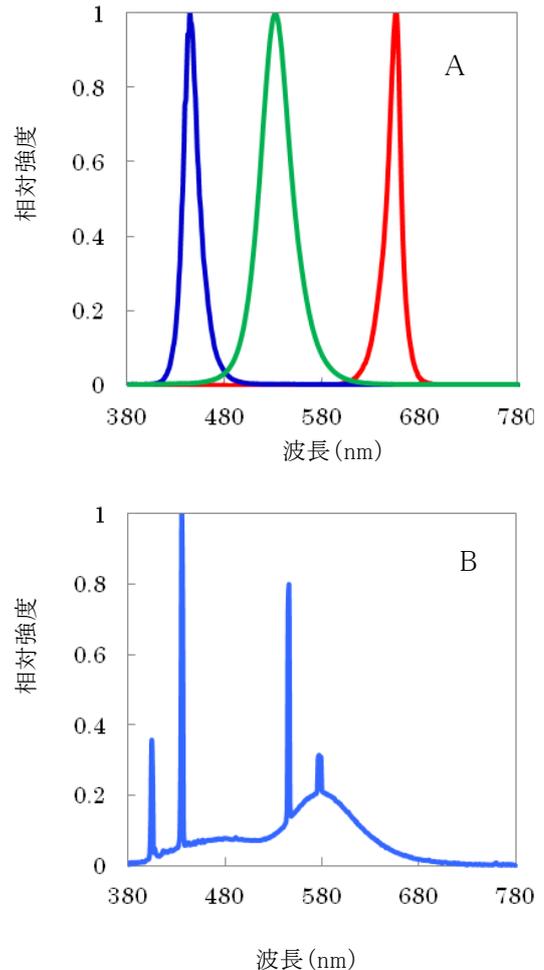


図1 各光源のスペクトル  
(A : LED、B : 白色蛍光灯)

## 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

#### 配管を切断するためのレーザー切断機材の試作 Development of Laser Cutting Equipment for Steel Pipe Cutting

山田知典<sup>\*1</sup>

Tomonori YAMADA

#### Abstract

In the decommissioning of nuclear power plants, it is necessary to work in narrow spaces. We have developed a laser cutting system used for the pipes just plumbed in the plants and evaluated its performance.

#### 要約

原子カ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

原子カ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される。本研究では、2019年度に試作した250A配管を想定したレーザー切断機材の知見に基づき、大口径配管(500A程度)及び小口径配管(80A程度)を対象とした機材を試作した。

#### 成果の概要

試作したレーザー切断機材は、レーザー切断ヘッドとヘッド駆動機材で構成されており、動作確認として配管に取り付けて切断試験を行った。対象物である大口径配管は、外径508mmのステンレス鋼管を、小口径配管は、外径89.1mmのステンレス鋼管を使用した。図1及び図2に示すように、各配管の周囲にヘッド駆動機材を取付けてレーザー切断ヘッドを走査して切断した。何れの場合も動作に問題は無いが、課題としてレーザー切断機材の軽量化や配管への取付け方法の検討が必要であることが確認できた。

#### 結言

大口径配管及び小口径配管を対象としたレーザー切断機材を試作し、動作確認として各配管に取り付けて切断試験を行った。今後は、レーザー切断機材の軽量化や配管への取付け方法等の各課題が解決できるように検討を進める。

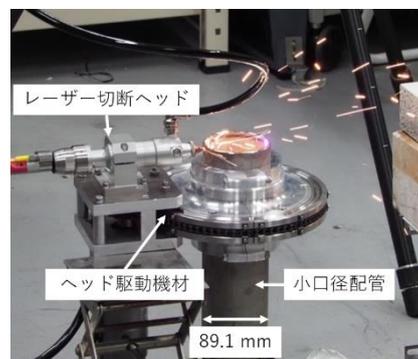
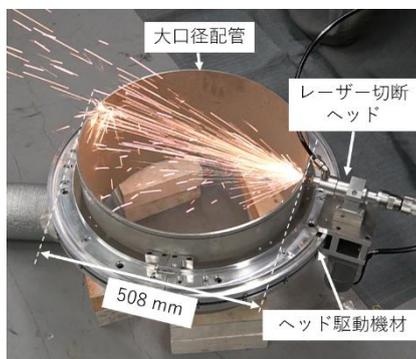


図1 大口径配管用ヘッド駆動機材の動作確認 図2 小口径配管用ヘッド駆動機材の動作確認

<sup>\*1</sup>(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

## 発振方式によるレーザー除染効率の検討

## Examination of Laser Decontamination Efficiency by Oscillation Method of Laser

安藤静治<sup>\*1</sup>

Seiji ANDO

## Abstract

For a decommissioning of nuclear power plants, we have developed a laser decontamination technique. The efficiencies of the decontamination with laser irradiation by different oscillating methods were compared.

## 要約

原子力施設の廃止措置へレーザー除染技術を適応するため、発振方式の違いによるレーザー除染効率の比較を行った。

## 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、レーザーの発振方式の違いによる除染効率を比較した。

## 成果の概要

除染試験は、ステンレス鋼を対象に連続発振(CW:Continuous Wave)のレーザー発振器を用いた CW 照射及び疑似パルス照射と、パルス発振のレーザー発振器を用いたパルス照射で行った。レーザー照射中の一例として、対象物に CW 照射している様子を図 1 に示す。CW 照射の場合は、レーザーの照射回数を増加させることで、対象物の表面を最大 40  $\mu\text{m}$  程度除去することができた。ただし、熔融、蒸発を伴うため、照射回数の増加により対象物への入熱が大きくなり変形等を引き起こした。疑似パルス照射の場合は、CW照射と同様に照射回数を増加させることで、対象物の表面を最大 40  $\mu\text{m}$  程度除去することができた。CW と比較して対象物への入熱が半分となっていることから、変形等を抑制することができた。パルス照射の場合は、対象物の表面を 8  $\mu\text{m}$  程度除去することができた。アブレーション加工であるため、CW 照射や疑似パルス照射と比較して対象物への入熱を抑制できたが、エネルギー密度の不足により、除去深さは CW や疑似パルスと比較して 1/4 程度であった。

## 結言

CW 照射や疑似パルス照射による熔融、蒸発を伴う発振方式では、対象物の表面を効率良く除去できるが、レーザーの入熱により熔融や変形を引き起こす。パルス照射はアブレーション加工であるため、対象物表面の除去効率は CW 照射や疑似パルス照射と比較して悪いが、対象物の熔融や変形を抑制することが可能である。今後は、レーザー照射時に発生する粉じんの評価や、最新のレーザー技術を取り入れることで、より効率的な加工を行えるように検討を進める。

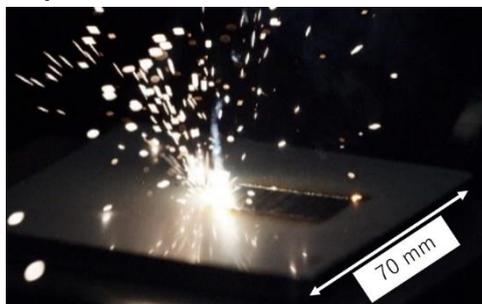


図 1 レーザー除染の一例(CW 照射)

<sup>\*1</sup>(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

Dust Behavior during Laser Cutting in Huge Water Tank

宮本勇太<sup>\*1</sup>、植村勝<sup>\*2</sup>、吉川勝裕<sup>\*2</sup>、安藤静治<sup>\*3</sup>

Yuta MIYAMOTO, Masaru UEMURA, Katsuhiko YOSHIKAWA and Seiji ANDO

### Abstract

The laser cutting of test materials which simulated the structure materials of the advanced thermal nuclear reactor “FUGEN” was performed at a water depth of 10 m. During the cutting process, we have obtained the amount of dust and dross which were transferred to water and atmosphere and the dependence of the particle size distribution on the cutting speed.

### 要約

新型転換炉原型炉「ふげん」の炉内構造材を模した試験体(コールド材料)を用いて、実機解体を想定した水深約 10 m の試験水槽内でレーザー切断を実施した。本研究では、レーザー切断速度に着目し、切断時に発生する粉じん等の粒子状物質やドロスの挙動データを取得した。

### 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、事前にそれらの挙動データを取得することが重要である。

本研究では、「ふげん」の構造材を模した試験体(コールド材料)を用いて実機解体を想定した水深約 10 m の試験水槽内でレーザー切断を行い、レーザー切断速度による粒子状物質やドロスの挙動データを取得した。

### 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)及びレーザー発振器等の設備・機材を有する「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。レーザー発振器は、最大出力 30 kW のファイバーレーザーを用いた。また、小型水中切断ヘッドを製作し、コンピュータと組み合わせることで水中切断試験を可能にした。粒子状物質として、水中移行粉じん、気中移行粉じん及びドロスを回収するための回収装置を整備した。また、気中粉じんについては、粒径分布測定装置を使用し、フィルター通気後の粒径測定を実施した。

水中切断試験では、レーザー切断速度等の切断条件を変えて試験体を切断し、回収装置により水中移行粉じん、気中移行粉じん及びドロスの回収を行った。また、それぞれの重量計測を行うことで、粒子状物質やドロスの挙動に関するデータを取得した。

### 結言

水中にてレーザー切断試験を実施するために、小型水中切断ヘッドを製作した。レーザー切断速度に着目して水中切断試験を実施し、水中移行粉じん、気中移行粉じん及びドロスを回収するための回収装置を用いることで、粒子状物質やドロスの挙動データを取得した。

<sup>\*1</sup>(国研)日本原子力研究開発機構・敦賀廃止措置実証部門・新型転換炉原型炉「ふげん」廃止措置部・技術実証課、<sup>\*2</sup>(公財)若狭湾エネルギー研究センター・企画支援広報部、<sup>\*3</sup>(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

レーザー照射に伴う飛散物発生挙動等のその場測定データ収集作業  
Time Evolution of Microparticle Emission from Stainless Steel under Pulsed Laser Irradiation

西尾繁<sup>\*1</sup>  
Shigeru NISHIO

## Abstract

Microparticle emission can be controlled by choosing a laser irradiation condition carefully. This study provides basic data set of changes of amounts and sizes of microparticle emitted from SS316L test piece under a pulsed laser irradiation over time. The data set can be used for developing the particle emission control technique.

## 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 SUS316L 試験体から発生する飛散物の粒径分布の変化をその場測定した。

## 緒言

金属に対してレーザー加工を適用すると、大小様々な飛散物が発生する。金属を含む飛散物は人体、環境に対して有害なことが多いため、外部への漏洩を防ぐ必要がある。飛散物の発生そのものを防ぐことは出来ないが、レーザー加工に関する各種のパラメータを調節することによって、飛散量を抑制できる、あるいは、より漏洩しにくい性状に変化させられるなどの可能性がある。

飛散物の発生をコントロールする技術を開発するためには、レーザー照射中の飛散物発生挙動等のその場測定のデータが特に重要である。しかし、このようなデータは、直接的なものにせよ、間接的なものにせよ、殆ど蓄積されていないのが現状である。

本事業では、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 SUS316L 試験体から発生する飛散物の粒径分布の変化をレーザーパワーとパルス幅の2種類をパラメータとしてその場測定した。

## 成果の概要

レーザーパワー0.5、1.0 kWの2条件、レーザーパルス幅0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0秒の6条件(いずれもデューティー比50%)を組み合わせた合計12条件で、直径12mm長さ25mmの円柱状 SUS316L 試験体に対し、照射エネルギーが合計10kJ(このエネルギーは予備試験により決定した)に達するまでレーザーを照射しながら試験体から発生する飛散物の粒径分布をその場測定した(図1)。

## 結言

試験体に照射するエネルギーが同じであっても、パワーやパルス幅によって飛散物の発生挙動が異なることが分かった。レーザー照射条件と飛散物の発生にどのような相関があるかまだ明らかではないが、今後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コントロールする技術の実現が期待される。

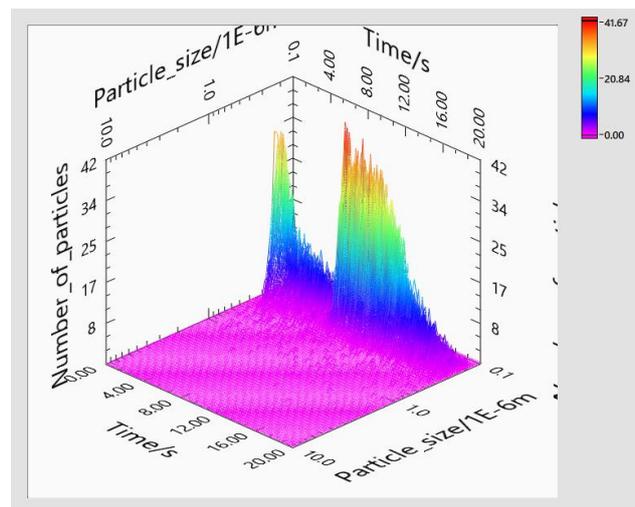


図1 レーザー照射中に試験体から発生する飛散物の粒径分布の時間変化の例

<sup>\*1</sup>(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

## 鋭敏化材料試験片の元素分析

Elementaly Analysis for Sensitized Metal Material Samples

安藤静治\*1、山岸隆一郎\*2、前田敏男\*1

Seiji ANDO, Ryuichiro YAMAGISHI and Toshio MAEDA

## Abstract

Thermal effect of near the interface of stainless-steel base material in welded dissimilar materials by TIG welding was evaluated by the optical microscope and elemental analysis. Those results suggest that the thermal effect are staying in a narrow area, and the laser desensitization process is possible.

## 要約

TIG 溶接を用いた異材溶接材料中のステンレス鋼母材界面近傍に生じた熱変化を、顕微鏡観察や元素分析により評価した。熱変化の領域は微小範囲に留まり、レーザー照射による改善処理の可能性が示唆された。

## 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℃程度であり、加熱後に一定時間保持して急冷させ、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、炉等を用いた雰囲気加熱とは異なり、加熱範囲を対象の極一部のみに留めることができる可能性がある。また、ガルバノスキャナを用いることで点加熱から疑似的な面加熱まで再現できるため、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に、原子力関連施設等で使用されている炭素鋼(S15C)とステンレス鋼(SUS304)を用いて TIG 溶接による異材溶接を行い、溶接入熱によるステンレス鋼の溶接面近傍の鋭敏化の影響を評価した。

## 成果の概要

TIG 溶接によるステンレス鋼への入熱の影響を評価するため、厚み 5 mm のステンレス鋼を用いた X 形開先両側溶接(貫通溶接)、Y 形開先片側溶接(溶け込み 2.5 mm 狙い)および、厚み 10 mm のステンレス鋼を用いた Y 形開先片側溶接(溶け込み 2.5 mm 狙い)の 3 種類の溶接条件(何れも、開先条件は同じ)にて試料を製作し、それらを溶接方向と直交する方向に切断し、樹脂包埋した後に断面研磨を行い、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観察した。

光学顕微鏡による表面観察により、全ての試料において、溶接ビード部から母材方向へ 1 ～2 mm 程度の溶接焼けが観察されたが、断面観察により、鋭敏化したと推察される領域は最大でも 80 μm 程度であることが確認できた。さらに、EPMA 分析結果から、熱影響によりクロムが濃化した領域は、最大でも 40 μm 程度の範囲であった。また、鋭敏化領域の広さは、両側溶接のように溶接回数が多いほど広くなり、母材の熱容量が大きいほど狭くなると推測された。

## 結言

TIG 溶接により炭素鋼とステンレス鋼の異材溶接を行った結果、ステンレス鋼の溶接面近傍の鋭敏化領域が微小であることから、レーザー照射条件の検討を進めることで脱鋭敏化処理を実現できる可能性が示唆された。

\*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(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。

## 2.3.2.2

レーザーを用いた異材溶接後熱処理に関する基礎データ取得作業  
Basic Data Acquisition of Post Weld Heat Treatment by Laser for Dissimilar Metal Welding

安藤静治\*<sup>1</sup>、山岸隆一郎\*<sup>2</sup>、前田敏男\*<sup>1</sup>

Seiji ANDO, Ryuichiro YAMAGISHI and Toshio MAEDA

### Abstract

In order to obtain basic data for laser desensitization process, we prepared laser irradiation to the sensitized stainless steel under various conditions. The desensitizing effect on the laser-irradiated samples were evaluated by the optical microscope and the elemental analysis.

### 要約

レーザーを用いた脱鋭敏化処理を行うための基礎データ取得を目的として、鋭敏化処理を行ったステンレス鋼に様々な条件でレーザー照射を行った試料を作製し、それらへの熱影響を、光学顕微鏡や元素分析により評価した。

### 緒言

ステンレス鋼は 600°C~800°C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°C~1100°C程度であり、加熱後に一定時間保持して急冷させ、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、炉等を用いた雰囲気加熱とは異なり、加熱範囲を対象の極一部のみに留めることができる可能性がある。また、ガルバノスキャナを用いることで点加熱から疑似的な面加熱まで再現できるため、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、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が所有するファイバーレーザーとガルバノスキャナを用いて脱鋭敏化熱処理条件の検討を行った。

### 成果の概要

試料は、電気炉を用いて鋭敏化処理(650°C、12 h、自然空冷)を行ったステンレス鋼(SUS304)である。レーザー出力、走査速度、スポット径を変化させレーザー照射を行い、脱鋭敏化熱処理の効果を調べた。レーザー照射後の試料は、レーザー走査方向と直交する方向に切断し、樹脂包埋した後に断面研磨を行い、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方式の光学顕微鏡を用いて観察した。

レーザー照射により溶融、凝固を伴う条件では、試験体表面に照射痕が鮮明に残り、き裂が発生した。この場合の脱鋭敏化領域は、試料表面から 50 μm~100 μm であると観察結果から推定した。また、レーザー照射により溶融、凝固を伴わない条件では、き裂は発生しなかった。この場合の脱鋭敏化領域は、試料表面から 10 μm~20 μm であると観察結果から推定した。

### 結言

鋭敏化処理したステンレス鋼にレーザーを照射し、脱鋭敏化熱処理条件の検討を行った結果、レーザー照射面近傍の鋭敏化を改善できる可能性が示唆された。レーザーによる脱鋭敏化技術を発展させるためには、き裂の抑制も考慮した熱処理条件のさらなる検討が必要となる。

\*<sup>1</sup>(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、\*<sup>2</sup>(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。

## 2.3.2.3

レーザー溶接中の飛散粒子の評価  
Evaluation of Scattering Particles during Laser Welding

山田知典<sup>\*1</sup>、佐藤雄二<sup>\*2</sup>

Tomonori YAMADA and Yuji SATO

### Abstract

To apply a laser welding technology at a nuclear power station, we examined a method for estimation of amounts of micro particles generated during laser irradiation using a high-speed camera and compared the relationship between the circumstance pressure and amounts of microparticles.

### 要約

レーザー溶接技術を原子力発電所の現場へ適応するために、レーザー照射中に発生する微粒子発生量を高速カメラにより評価する手法を開発し、雰囲気圧力と微粒子発生量の関係を調べた。

### 緒言

レーザー技術は、遠隔操作機器とのマッチング性、コンパクト性等において優れた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、レーザー加工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、汚染拡大防止等の観点から、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応する場合、対象物が放射性物質であるため、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飛散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、保守保全技術として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)の発生量測定方法を開発した。また、スパッタ発生量と雰囲気圧力の関係を調べ、圧力を変化させることでスパッタ発生量を制御できる可能性を示した。

### 成果の概要

図1に実験配置を示す。試験体であるステンレス鋼 SUS304 に対しレーザーを上部から照射しビードオンプレート溶接を行い、その様子を高速カメラにより観察した。通常、対象物にレーザーを照射すると、レーザー誘起プルームが発生し、その発光により微粒子の評価が難しくなるが、本研究では、単位スペクトルあたりの強度が高いレーザー照明を用い、その光軸上に試験体、高速カメラの順で設置し、高速カメラの先端にレーザー照明の波長のみを透過させることが可能なバンドパスフィルターを取り付けることで、シャドウグラフ撮影を行い、発生する微粒子の可視化に成功した。溶接に用いたレーザーはディスクレーザーであり、波長は 1030 nm である。レーザー溶接条件は、レーザー出力 6 kW、溶接速度 80 mm/s である。また、高速カメラの撮影条件は、フレームレート 5,000 fps、シャッター速度 1/10000 s である。レーザー照明の波長は  $976 \pm 10$  nm であり、高速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  $976 \pm 10$  nm を選定した。雰囲気圧力としてゲージ圧を 100000 Pa $\sim$ 10 Pa まで変化させスパッタの発生量を評価した。

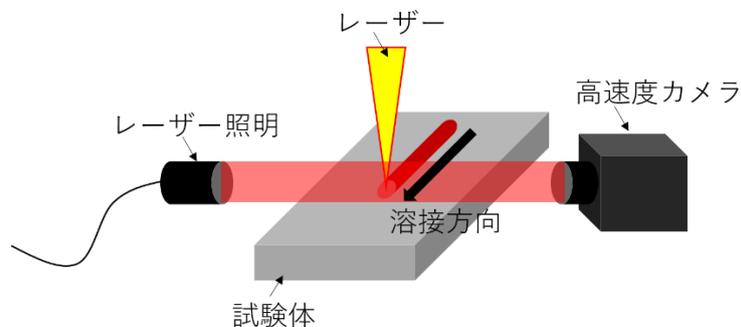


図1 実験配置

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>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。

レーザー照明と高速度カメラを利用したシャドウグラフ撮影により、レーザー溶接中の挙動を撮影することに成功した。図2に高速度カメラでの撮影結果の一例として、雰囲気気圧力 100000 Pa でのレーザー溶接中の様子を示す。溶融池から発生するスパッタが撮影できたことから、高速度カメラの画像を解析することで、スパッタの飛散挙動を評価した。画像解析では、溶接中の 500 枚の画像を合成し、その後、二値化処理を行った。図3にその結果を示す。雰囲気気圧力が増加するとスパッタの発生量も増加しており、その多くは溶接部後方に向けて飛散していることが確認できた。白色面積率をスパッタの発生量と仮定して評価したところ、図4に示すように雰囲気気圧力 10 Pa で白色面積率 2.1 %、雰囲気気圧力 100 Pa で白色面積率 8.6 %、雰囲気気圧力 1000 Pa で白色面積率 20.2 %、雰囲気気圧力 10000 Pa で白色面積率 7.9 %、雰囲気気圧力 100000 Pa で白色面積率 37.8 %となった。雰囲気気圧力 10000 Pa で白色面積率が低い値を示しており、原因については検討が必要となるが、傾向としては雰囲気気圧力の増加により白色面積率も増加することが確認できた。以上から、雰囲気気圧力を変化させることで、スパッタの発生量を制御できる可能性が示唆された。

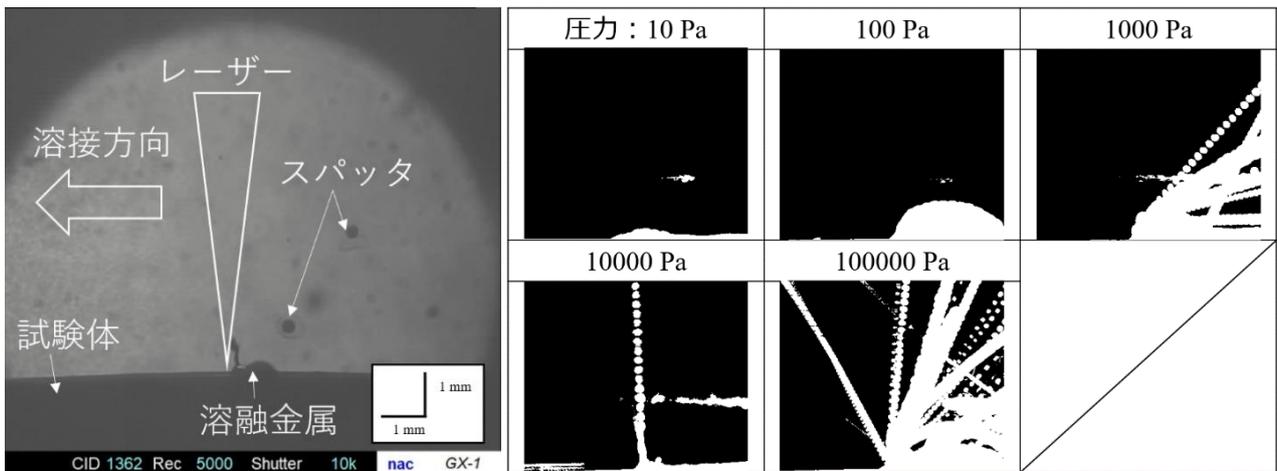


図2 レーザー溶接中の様子

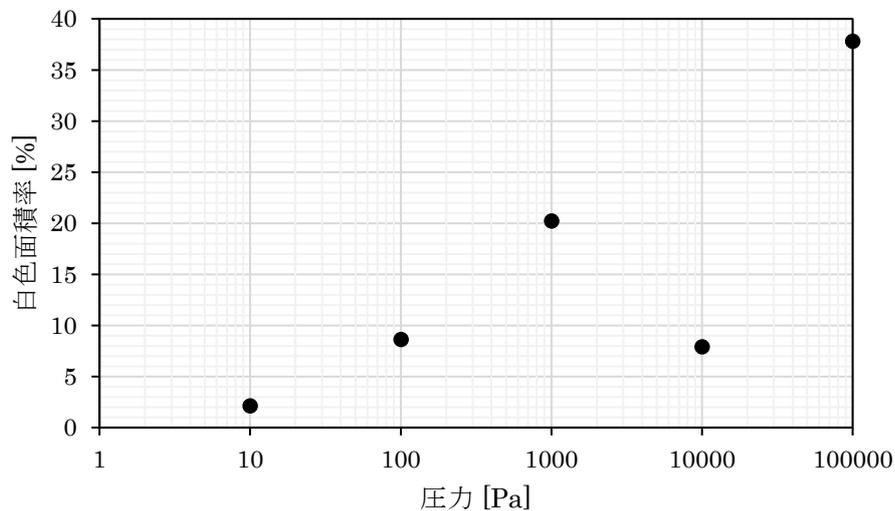


図4 雰囲気気圧力と白色面積率から求めたスパッタの発生量の関係

### 結言

レーザー溶接中の様子をレーザー照明及び高速度カメラを用いることでシャドウグラフ撮影し、溶融池から飛散するスパッタの可視化に成功した。スパッタの多くは溶接部後方に向けて飛散しており、スパッタの発生量は雰囲気気圧力を変化させることで制御できる可能性が示唆された。

## 2.4. 宇宙開発分野

### 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、水嶋慧\*1、山東新子\*1、羽鳥聡\*2、沢崎浩史\*3、荒井肇\*3、小林ゆい\*3、中村博一\*3、青柳賢英\*4  
Kyo KUME, Satoshi MIZUSHIMA, Shinko SANDO, Satoshi HATORI, Hiroshi SAWAZAKI, Hajime ARAI,  
Yui KOBAYASHI, Hirokazu NAKAMURA and Yoshihide AOYANAGI

#### Abstract

In order to simulate the cosmic ray by using proton beam from the synchrotron to the target area, we have developed the irradiation techniques for the control of beam energy and measurement of particle fluence on the target. By using this technique, we performed irradiation on the solid state devices aboard the future microsatellite and estimated the generation amount and/or rate of the single events, of which figures showed that every device lasts during the mission in orbit. Our irradiation method for the simulation of the radiation damage on the electric device is expected to contribute to new advancement of space industry in Fukui area.

#### 要約

宇宙線を模擬した陽子ビームを照射するために、ビームエネルギー制御、粒子フルエンス計測に関する技術開発を行った。この照射技術を用い、打ち上げを予定している超小型衛星に搭載予定の半導体部品について宇宙線によるシングルイベントの発生量を評価し、いずれの部品も超小型衛星での利用が可能であることを明らかにした。この開発を通じて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、人工衛星の小型化・民生部品の利活用の動きも踏まえ、福井県若狭湾エネルギー研究センターに設置されているイオン加速器を活用し、新規の超小型人工衛星に搭載する電子デバイス等に対する放射線耐性評価技術を高度化していくことにより、福井県の宇宙産業育成に貢献することを目指す。

#### 方法

本研究では、県内企業・大学と当法人の間の共同研究体制を構築した上で、この共同研究体制に基づいた宇宙放射線耐性評価のためのシングルイベント試験を実施した<sup>1)</sup>。

使用装置は、当センターのシンクロトロン、ならびに照射室4高エネルギー生物照射装置(図 1)とした。同装置ではイオンビームを大気中に取り出して試料に照射している。宇宙空間で主要な宇宙線とそのエネルギーを模擬するため、照射するビームと試料への照射エネルギーの組み合わせは、20, 40, 60, 80 MeV の陽子ビームとした。真空中から取り出す陽子ビームが通過物質(真空窓・大気・金属散乱体・電離箱など)で損失するエネルギーと合わせ、高密度ポリエチレンを減速物質として併用し、減速物質の厚さを試験中に変更することで、シンクロトロンでの陽子加速エネルギーとしては単一のエネルギーのみを選択することとした。

これら複数のエネルギー条件を実現するため、陽子ビームと物質の相互作用を計算し、陽子加速エネルギーの選定ならびに高密度ポリエチレンの設置厚決定をおこなった。計算には半経験的阻止断面積計算コード SRIM2013<sup>2)</sup>を利用した。試験時には、陽子ビーム強度の調整やビーム形状取得によるビーム利用効率の解析などにより、ビーム線束を決定した。照射中の試料については、分配/計測基板により電流・電圧を測定し、計測用 PC に表示・保存させた。試料は木製スクリーンにとりつけ、試料台にボルト及びテープで固定した。供試体の一部については複数の基板・電子部品に対して同時に照射を行い、ラッチアップ発生回数・エラー頻度を計測した。なお供試体はマイコン、FET、DC/DC コンバータ、センサーIC で、いずれも超小型衛星開発のために選定・組み上げたものである。

\*1(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・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・加速器室、\*3セーレン(株)・研究開発センター・人工衛星グループ、\*4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)および福井大学と共同で実施したものである。

## 結果

陽子加速エネルギーと高密度ポリエチレン設置厚の決定法について述べる。図 2 に SRIM2013 で計算された、ビーム軸に沿った散乱の様子を現した一例を示す。また図 3 に試料表面における陽子の残エネルギー(照射エネルギー)と高密度ポリエチレンの厚さとの相関を示す。この結果から陽子加速エネルギーは、照射エネルギー20, 40, 60, 80 MeV を実現するには 100 MeV で良いことが確認できた。

つぎに試験時の陽子ビームの線束決定について述べる。図 1 の金属塊でビームを止めた時の電荷量により電離箱で得るビーム起因の電離量を校正し、図 4 のビーム分布から得られる試料部分におけるビーム利用効率を用い、ビーム照射中の線束を得た。この結果、試料面積 10 cm x 10 cm の範囲においては照射エネルギーによらず、 $1 \times 10^7$  陽子/cm<sup>2</sup>/sec の線束の確保が確認できた(シンクロトン内ビーム強度が 1 nA 時)。

このようにエネルギー・強度を確定した陽子ビームを用いて実施した照射試験の結果は、各供試体で発生したラッチアップ回数ならびにエラー頻度は、衛星搭載部品として常時通電状態で問題がない、あるいは何らかの対策を講じることで使用可能な範囲内である、と判断された。

## 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、計数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、部品の搭載可能性を評価した。またこの開発に先立ち、県内企業・大学と当法人の共同研究体制を構築した。これらの取り組みが、福井県地方の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) SRIM code. “SRIM homepage”.<https://www.srim.org/>

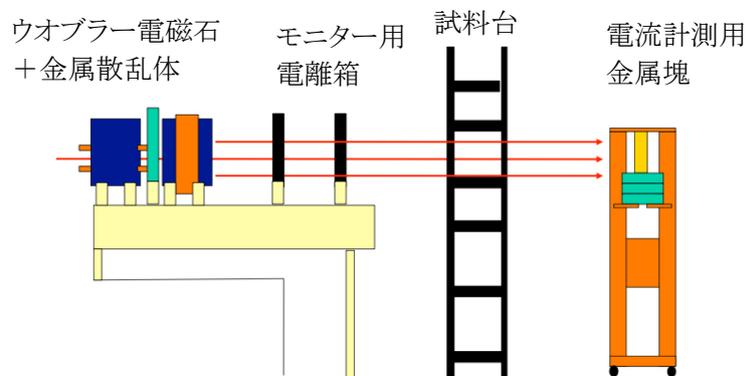


図 1 照射室4高エネルギー生物照射装置の概念図(真空窓より下流)

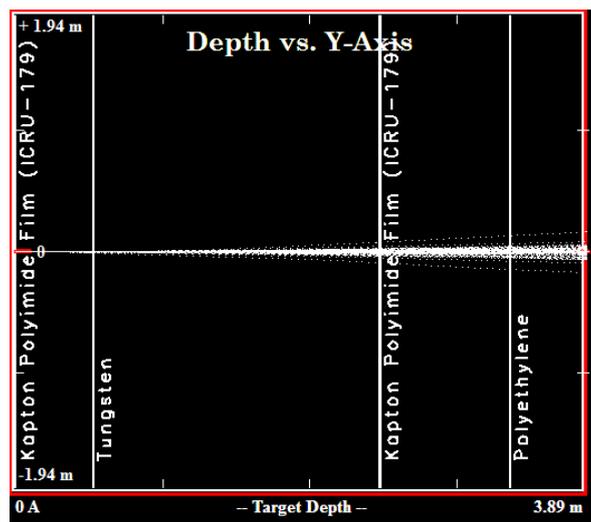


図2 100 MeV 陽子を照射室4高エネルギー生物照射装置で大気に取り出して飛行経路に沿って散乱する様子をSRIMで計算した例。減速体厚を19 mmとした。

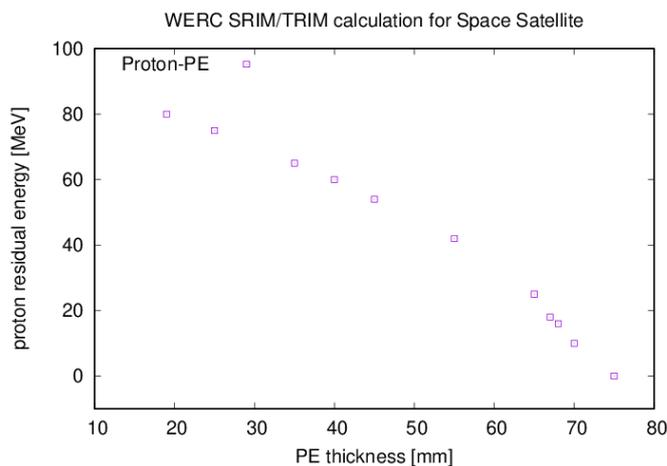


図3 減速体厚と陽子の残エネルギーの相関。

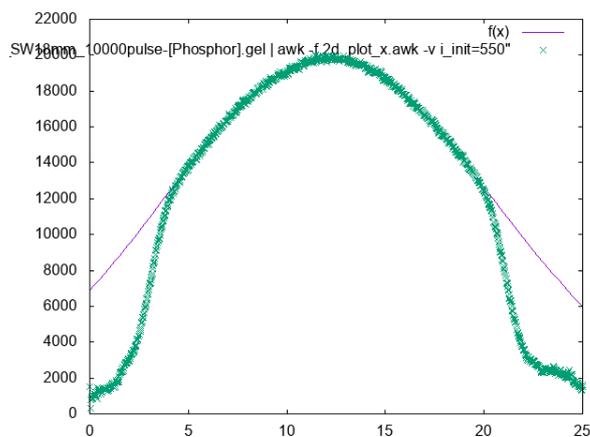


図4 試料表面位置におけるX方向陽子ビームプロファイル。減速体厚18 mm(照射エネルギー80 MeV相当)。イメージングプレートにより取得した。

## 2.4.1.2

陽子線および重粒子線を用いた半導体デバイスの放射線耐性の検証  
 Evaluation of Radiation tolerance of Electric Devices for Proton / Heavy Particle Beam  
 谷津陽一<sup>\*1</sup>、渡邊奎<sup>\*2</sup>、小林寛之<sup>\*2</sup>、天木祐希<sup>\*2</sup>、羽鳥聡<sup>\*3</sup>、久米恭<sup>\*4</sup>、水嶋慧<sup>\*4</sup>  
 Yoichi YATSU, Kei WATANABE, Hiroyuki KOBAYASHI, Yuki AMAKI,  
 Satoshi Hatori, Kyo KUME and Satoshi MIZUSHIMA

## Abstract

The radiation tolerances of commercial off-the-shelf (COTS) semiconductor devices, such as CPUs, FPGAs, and communication transceiver ICs are reported. Automotive-grade devices with wide-operating temperature ranges can be good candidates for small space missions. The radiation tolerance of those devices, however, depends on the production process. In this research, we tested an FPGA which includes a hardware CPU for high performance computing in orbit. We detected a number of single event upset (SEU), but we did not detect single event latch-up (SEL) with current increase or permanent failure. The present result implies that as the expected upset rate is about 0.1 bit/day in orbit, these devices can be used for mission components.

## 要約

オンボードコンピュータ(OBC)に欠かせない CPU や FPGA、通信トランシーバ IC などの商用オフザシェルフ (COTS)の半導体デバイスの放射線耐性について報告する。車載グレードのデバイスは、動作温度範囲が広いため小型宇宙ミッションの搭載候補に上がるが、放射線耐性は製造プロセスに依存するためまちまちである。このテストでは、高速演算に用いるハードウェア CPU を内蔵した FPGA を評価した。照射試験では多数のビット反転 (シングルイベントアップセット; SEU) を検出したものの、大きな電流増加を伴うラッチアップ (シングルイベントラッチアップ; SEL) や頓死は見られなかった。期待される SEU 頻度は各メモリ領域で 10 日に 1 度程度であり、大学レベルの宇宙ミッション機器であれば使用可能であるという結論を得た。

## 緒言

衛星を用いたリモートセンシングを行う際、CCD や CMOS などの撮像素子が利用されている。近年、画像センサのピクセルピッチはどんどん微細化しており、画素数も数百万画素のものが当たり前となった。特にグローバルシャッター方式の CMOS センサでは、瞬時に画素情報が吐き出されるため、大容量のメモリやそれを処理、送信する CPU、通信チップが必要となっている。伝統的な手法で開発される大型衛星では、ASIC 等が利用されるが、最近のセンサは素子内部に ADC を内蔵しているため、汎用の FPGA をつなげるだけで事足りてしまう。この様な高性能の民生デバイスを宇宙で利用することができれば、安価で高性能なセンサシステムを実現できるため、これら一連のシリコンデバイスの放射線耐性を調査し、どれくらいの確率で不具合が発生するのか、不具合が発生した場合どの様な症状に陥るのかを調査することにした。本レポートでは、特に FPGA や CPU 等に的を絞って、100MeV の陽子線照射によるシングルイベント試験の結果を報告する。

## 実験方法

照射する核種は地球低軌道上で主要であり、かつ半導体デバイスに対して大きな影響を与える高エネルギーの陽子とし、100 MeV を選択した。散乱体(タングステン 1.3mm 厚)を通過するため、被検体照射時にはおよそ 90 MeV となる。照射レートは 2016 年の実験結果を参考とし<sup>1)</sup>、シングルイベント効果(SEE)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  $1.3 \times 10^5$  と  $7.0 \times 10^5$  proton/s/cm<sup>2</sup> の 2 種類の強度を設定した。最初は低レートで照射を行い、問題が無いようであれば高レートで照射を行い、最終的にトータルで  $\sim 3 \times 10^9$  proton/cm<sup>2</sup> (地球低軌道換算で 1 年分) 以上になるよう実験を行った。半導体素子は不具合発生時の過渡状況を見極めるために常に電源 ON 状態で照射を行い、各種メモリ領域に予め値を書き込み、毎秒値を読み出して照合し、ビット反転等の異常の有無をリアルタイムでモニターした。なお、陽子線照射は、SoC (FPGA と CPU を集積したシステムオンチップ)のみとし、周辺回路には当たらないようパラフィンブロックで防護した。

<sup>\*1</sup>東京工業大学・理学院・物理学系、<sup>\*2</sup>東京工業大学・工学院・機械工学系、<sup>\*3</sup>(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、<sup>\*4</sup>(公財)若狭湾エネルギー研究センター・研究開発部・照射技術室

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。

本研究は、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、MEXT KAKENHI の助成を受けた。

## 実験結果

サンプルとして用いたFPGAはハードウェア CPU 部のメモリ領域、FPGA のブロック RAM (BRAM) 領域、そして FPGA のロジック部の 3 箇所それぞれについて独立にビット反転の様子をモニターした。また、この FPGA にはアップセット監視機能が実装されており、この値も同時にモニターした。

最初に、 $1.3 \times 10^5$  proton/s/cm<sup>2</sup> で照射を行い、素子が頓死することなく動くことを確認した。およそ 10 日分の照射を行い CPU 部と BRAM 部でそれぞれ 1 ビットずつのアップセットを確認したが、それ以外は全く変化がなかったため、照射強度を  $1.3 \times 10^5$  proton/s/cm<sup>2</sup> に高めて再度照射を実施した。図 1 に、このときの CPU 部メモリの SEU が蓄積していく様子を示す。紫はプログラムが機能していることを示すクロック出力であり、ひたすら加算されていくだけの値である。青はアップセットの数であり、徐々にカウントアップしていく様子が見て取れる。このような傾向は、CPU 部のみならず、BRAM、ロジックでも同様に観察された。軌道 600km 程度を想定した場合の衛星軌道上におけるアップセット発生レートを表 1 にまとめる。

今回の照射レート ( $1.3 \times 10^5$  p/s/cm<sup>2</sup> および  $7 \times 10^5$  p/s/cm<sup>2</sup>) では SEU の発生レートに明確な差はなく、照射レートを  $7 \times 10^5$  p/s/cm<sup>2</sup> にしたのちに得られた反応断面積が高エネルギー陽子に対する真の反応確率に近いものであると結論できる。観測

された SEU 発生レートは、放射線シールド等のケアをしない 3mm 厚の衛星構体内に設置した場合に週に 1 回程度というレートであり、これまで試験してきた Flash プロセスの FPGA と比較すると、その反応断面積は 2 桁高いといえる。一方、電流の急峻な増大等、SEL の様な挙動は一度も見られなかった。おそらくは、回路的に SEL 対策が施されているものと推測される。また、ロジック部には SEU を監視する機能があり、ビット反転があった際には、瞬時にロジックがリセットされ、機能を回復していた。1 年間分の照射中に、2 回だけこの手続きで正常に復帰できない事態に陥り、リセット信号によるハードウェアリセットによって正常動作に戻った。最終的に 1 年間分の照射を経験して、永久的な素子破壊には至らなかった。この結果はトータルドーズ (TID) 試験において 20krad 分の照射に耐えたことと矛盾しない結果であった。

今回の試験では、温度範囲がある程度広い「工業グレード」から部品を選定したが、結果として頓死はしなかったものの、ビット反転等の放射線耐性はあまり高いものではなかった。メモリ反転が問題になる場合は、誤り訂正符号 (ECC) が搭載されているミリタリーグレードや航空宇宙用を使うことが賢明であろう。

## 結言

本研究では、衛星搭載観測装置の画像読み出し・リアルタイムデータ処理に使われる SoC (FPGA+CPU) 等の放射線耐性実験を行った。工業グレードの SRAM プロセス FPGA としては標準的な放射線耐性であり、ミッション用途であれば対策を施せば利用できることを確認した。これらは、2022 年打ち上げ予定の東工大うみつばめ衛星に搭載予定である。

## 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)

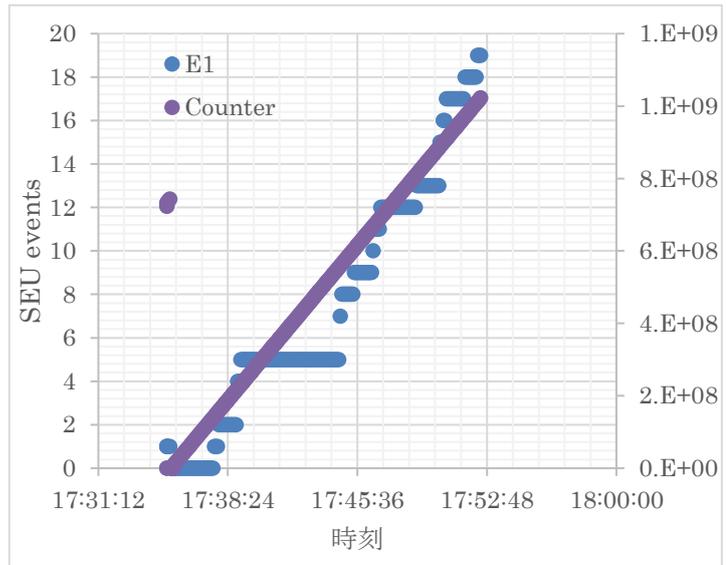


図 1 SRAM プロセス FPGA の SEE のエラーカウント。青丸:アップセットしたビットの数、紫丸:CPU のクロック値。(照射レート:  $7.0 \times 10^5$  proton/s/cm<sup>2</sup>)

表 1 SRAM プロセス FPGA の SEE 特性まとめ

メモリ領域	容量 (Mbit)	SEU Rate (bit/day@LEO)	SEL
プロセッサ部	256kB	0.19 bit	無
ブロックラム部	512kB	0.31 bit	
ロジック	32kB	0.11 bit	

## 2.4.1.3

## 超小型衛星搭載多層プラスチックシンチレータの陽子応答

Proton Response of Multi-Layered Plastic Scintillator Bars of Neutron Sensor for Microsatellite

山岡和貴\*1、朴志賢\*2、野橋大輝\*1、宇佐見雅己\*1、羽鳥聡\*3、久米恭\*4、水嶋慧\*4

Kazutaka YAMAOKA, Ji Hyun Park, Daiki NOBASHI, Masaki USAMI, Satoshi HATORI, Kyo KUME and Satoshi MIZUSHIMA

## Abstract

The purpose of this study is to investigate 1) radiation tolerance of electric components onboard CubeSat under development of Nagoya University and 2) proton response of fast neutron detector which consists of multi-layered plastic scintillators to be installed in the CubeSat. In the two experiment in 2020, we have verified the radiation tolerance of data memory (NAND flash memory) for the mission sensor and measured the proton response of a counting system with a plastic scintillator bar and two readout MPPCs (Si-photomultipliers).

## 要約

名古屋大学で開発中の超小型衛星搭載電子部品の放射線耐性と搭載予定の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研究である。2020年度の照射実験でミッションセンサに搭載予定のデータ保存用メモリであるNANDフラッシュの耐性を検証し、プラスチックシンチレータバーの両端から半導体光子計測デバイスMPPCで読み出し、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大きさ10 cm×10 cm×30 cmの超小型衛星(3Uキューブサット)の開発を理工連携で進めている。太陽フレアからの中性子を宇宙空間から観測する検出器を搭載する予定(中性子ガンマ線分光ミッション: Solar Neutron and Gamma-ray Spectrometer (SONGS) と命名)であり、2024年頃の次期太陽極大期での打ち上げを目指している。この検出器は棒状のプラスチックシンチレータを256本積層したもので、中性子入射により弾性散乱された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。さらに下部にGAGG(Ce)無機シンチレータをおき、プラスチックシンチレータでコンプトン散乱したガンマ線をとらえることでガンマ線にも感度をもつ。高速中性子(30-100 MeV)とガンマ線(100-2000 keV)に同時に感度をもつ超小型な画期的なセンサである。超小型衛星・検出器開発のため、2019年度から継続的に衛星搭載用電子部品への照射を行い、シングルイベントラッチアップ(SEL)やアップセット(SEU)の頻度を確認して軌道上で使用可能かどうかを調べている。また高速中性子は結局、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ている。

## 2020年度実験内容・結果

2020年度は大きく2つの実験を行った。6月30日にヘリウム220 MeV(BS電流値7.9 pA)を、ミッションセンサからのデータ保存に用いる予定のメモリであるMicron社とKioxia社の512 Mbyteの2種類のNANDフラッシュに照射し、SELやSEUがおきないか検証した。ヘリウムの照射レートは $6.9 \times 10^5 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、全フルーエンスは $2.5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ であり、これは軌道上の陽子と仮定して約1年分の照射量に相当する。どちらの素子もデータのビット反転による影響は見られたが、Micron社の方は照射中にSELのような電流増加は見られなかった。我々としてはMicron社の素子をミッションセンサ用メモリの有力な候補と決定した。また、11月5日に陽子200 MeVをタングステンにより散乱させ、低レート(1000 Hz弱)に絞り、白色ペイントを反射材として施したプラスチックシンチレータバーに照射した。その際、減速材(水等価ファントム)をはさみ、さらにビームをコリメータで2 mm程度に絞りながら、数10 MeVから200 MeVまでエネルギーを数点変化させた。プラスチックシンチレータバー(搭載品と同形状4x4x64 mm<sup>3</sup>)は両端にとりつけた3 mm角のMPPCで読み出し、搭載用のASICを用いて信号処理を行い、エネルギースペクトルや波高の比を用いた位置指標を測定した。

\*1名古屋大学・宇宙地球環境研究所、\*2名古屋大学大学院・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・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、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研究として実施したものである。  
本研究は、MEXT KAKENHI 18H03700 (KY)の助成を受けた。

## 結言

2020年度はキューブサット搭載用メモリの検討の放射線耐性データを取得し、中性子検出器を構成するプラスチックシンチレータバーの陽子入射位置による応答を測定することができた。2021年度は、プラスチックシンチレータバーを積層したものの応答を測定し、TOFを利用して陽子のエネルギーを測定した後、陽子に対するエネルギー分解能を得ることを目標とする。

## 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<sup>\*1</sup>、今澤遼<sup>\*1</sup>、眞武寛人<sup>\*1</sup>、大野雅功<sup>\*1</sup>、久米恭<sup>\*2</sup>、水嶋慧<sup>\*2</sup>、羽鳥聡<sup>\*3</sup>

Hiromitsu TAKAHASHI, Ryo IMAZAWA, Hiroto MATAKE, Masanori OHNO, Kyo KUME, Satoshi MIZUSHIMA and Satoshi HATORI

## Abstract

SiPM or Multi Pixel Photon Counter (MPPC) will be used as photon detectors which read out scintillation lights in space. In this report, we describe the proton radiation tolerance of 4 MPPCs. Two MPPCs are commercial products (S14160-3050HS, S14160-3015PS). The others are modified to have the better radiation tolerance than the commercial ones (S14160-3050MOD, S14420-3050MOD). After the irradiation of 200 MeV protons with dose of 3–10 Gy, we observed the similar increase of the leak current in all 4 MPPCs. As the result, there are no significant improvements in the current modifications.

## 要約

SiPM または Multi Pixel Photon Counter (MPPC) は、宇宙環境においてもシンチレータからのシンチレーション光を読み出す光検出器として利用が検討されている。この報告では、市販品の2種 MPPC (S14160-3050HS、S14160-3015PS) と、放射線耐性の向上を目指して改良した2種 MPPC (S14160-3050MOD、S14420-3050MOD) の計4MPPCの放射線耐性について述べる。200MeV陽子を3–10 Gy照射した結果、4種類ともで暗電流が同程度に悪化する結果となった。この結果、今回の改良では MPPC の放射線耐性には有意な改善は見られないと考えられる。

## 緒言

我々は、天体からのガンマ線信号を検出するため、放射線検出器を搭載した衛星計画を進めている。人工衛星では、電力、スペースの制限があるため、数10Vの低電圧で動作し、数mm角のコンパクトな光検出器であるMPPCは有力な候補である。しかし、MPPCは放射線による劣化により暗電流が激増してしまうデメリットがある。暗電流の悪化は、検出できる信号のエネルギー閾値(感度)の悪化につながる。そこで、暗電流増加の抑制を目指し改良したMPPCの放射線耐性を評価した。

## 方法・結果

素子の改良はMPPCの製造元である浜松ホトニクス社においてなされ、Si基板の深い位置で発生したキャリアがアバランシェ層に到達しないようにし、また表面でのチャージアップを抑制するものである。実験では、衛星軌道上での被曝(高度500kmでは1年間に10Gy程度の被曝)を模擬して、200MeV陽子を4種類のMPPC(市販品2種S14160-3050HS、S14160-3015PSと改良品2種S14160-3050MOD、S14420-3050MOD)に3–10Gy同時照射した。照射前後における暗電流の増加率を比較すると、どれも数100倍と同程度の変化であり、改良による有意な差は見られなかった。

## 結言

MPPCのデメリットである放射線による暗電流の劣化は、今回の素子改良では改善が見られなかったが、引き続き改良の検討を続ける。一方で、暗電流の寄与を相対的に下げられるように、低温下で素子の暗電流自身を低下させること、より光量の多いシンチレータを利用する、等の手法についても実験を進める。

<sup>\*1</sup> 広島大学・先進理工系科学研究科・物理学プログラム、<sup>\*2</sup> (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、<sup>\*3</sup> (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。  
本研究は、MEXT KAKENHI 19H01908の助成を受けた。

## 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

Radiation Tolerance Tests for an X-ray CubeSat's on-board Signal Processing Boards

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

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 an X-ray CubeSat's on-board signal processing boards by using 200 MeV protons generated by the accelerator at WERC. We selected radiation tolerant electronic parts and estimated the incidence of a current rise and communication failure due to single-event effects to be less than 10 times per year, which is acceptable for our CubeSat mission.

## 要約

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、福井県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 200 MeV 陽子ビームを使って評価した。放射線耐性のある電子部品の選定ができ、シングルイベント効果による電流上昇や通信異常は年に 10 回未満であり、衛星搭載可能と判断できた。

## 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 cm<sup>3</sup>) の超小型衛星 (CubeSat) に搭載して打ち上げる NinjaSat 計画<sup>1)</sup>を進めている。この衛星の主目的は、大型衛星に載る高感度のX線検出器には明るすぎる天体を、NinjaSat で長期間モニター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、福井県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。

## 方法・結果

現在 NinjaSat 衛星は国際宇宙ステーション (ISS) からの放出を想定している。その軌道での被曝量は、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 50 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シンクロトロンで生成し、電子部品および回路基板に照射し、10 Gy オーダーでの放射線耐性を評価した。

エネ研での陽子照射は 2020 年の 5 月 20-22 日と 10 月 20 日に行った。前者では、アナログ信号処理回路の主要部品である高圧電源モジュール、オペアンプ、ツェナーダイオードを実装した同じユニバーサル基板を 2 枚用意し、それぞれ 100 Gy および 1000 Gy (軌道上 2 年および 20 年分に相当) の陽子を、各素子の電源をオンにしたまま照射した。ダイオードは候補を 5 種類用意し、すべてにおいて 20 年分の照射後も I-V 特性に変化がなかった。2 種類の候補を用意したオペアンプについては、2 年分の照射では問題はなかったが、20 年分の照射では電流値が 2 mA 増加し、オフセットが増加した。高電圧印加モジュールは 20 年分の照射を行っても出力値に異常は起こらなかった。この実験から、2 年の運用で問題は起こらない素子を選定することができた。

後者の実験では、CubeSat 筐体に収められる 10 x 10 cm 四方未満の回路基板に、(1) FPGA (プログラム可能ゲートアレイ) および MCU (マイクロコントローラ) を用いたデジタル信号処理、(2) それらを一つのチップに収めた System-on-a-chip (SoC) を用いたデジタル信号処理、(3) シリコン PIN 検出器を用いた荷電粒子カウンタ、をそれぞれ機能として実装した3枚の試作基板を用意した。それらを重ねて、各基板の電源をオンにしたまま、基板全体をカバーするよう 10 cm 四方に広げた 100 MeV 陽子ビームをほぼ一様に照射した。

基板(1) FPGA および MCU を搭載するデジタル信号処理基板では、陽子フラックス 10<sup>6</sup> protons/cm<sup>2</sup>/s での 27 分の照射の間では、シングルイベントは観測しなかった。その後、10<sup>7</sup> protons/cm<sup>2</sup>/s にフラックスを上げ

<sup>\*1</sup>(国研)理化学研究所・開拓研究本部、<sup>\*2</sup>東京理科大学・理学研究科、<sup>\*3</sup>広島大学・理学研究科、<sup>\*4</sup>(株)ディーエーシー、<sup>\*5</sup>(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、<sup>\*6</sup>(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、(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。  
本研究は、JSPS KAKENHI JP19H05609 の助成を受けた。

た照射を行い、国際宇宙ステーション軌道を想定した宇宙線強度 1.4 年分に対応する陽子フルーエンス  $7 \times 10^{10}$  protons/cm<sup>2</sup> を照射した。測定中にボードとの通信および電流値をモニターし、照射中に 2 bit 以上のエラーを起こす Single Event Upset (SEU, 本来はメモリ上のビット反転だが、本測定では電流上昇を伴わない通信エラーとする) を 8 回、Single Event Latchup (SEL, ラッチアップによる過電流を測定) を 3 回、確認した。これは、年間に SEU 5.7 回、SEL 2.1 回が発生することに対応する。

基板(2) SoC を搭載するデジタル信号処理基板は、フラックス  $10^6$  protons/cm<sup>2</sup>/s の陽子を照射直後に通信不能となった。搭載した UART-USB 変換チップ (UART: 汎用非同期送受信) が放射線に耐性がないことが考えられる。衛星搭載品にはそのチップを載せずに UART 信号を出力し、地上試験では UART-USB 変換ケーブルを用いて通信すること、また UART ではなく CAN (Controller Area Network: 車載機器通信規格) を主な通信方法とすることで対処する。

基板(3) 荷電粒子カウンタには、シリコン PIN 検出器に加え、アナログ信号処理回路および基板(2)と同じ MCU を1枚のボードに収めている。7 krad (1.4 年分相当) の照射に対し、SEL と思われる電流上昇およびカウンタリセットが 7 回、SEU の一種であると思われる電流上昇を伴わない通信エラーが 4 回発生した。それぞれの発生レートは、SEL が 5 回/年、SEU (通信エラー) が 2.9 回/年であった。

また荷電粒子カウンタの高レートの陽子に対する検出効率を調べることを目的として、 $10^5$ ,  $10^6$ ,  $10^7$  protons/cm<sup>2</sup>/s のフラックスの陽子ビームをこのボード単独で照射した。アナログ回路で出力される放射線信号のパルスは FWHM が 4 マイクロ秒程度であるため、 $10^5$  protons/cm<sup>2</sup>/s を超える高レートではパイルアップによる数え落としが発生するが、これ以外にも出力信号電圧が一定時間 0 V になる窒息現象により検出効率が低くなることが予想された。実際、図1に示すように、高レートの陽子に対する検出効率は著しく低かったものの、 $10^7$  protons/cm<sup>2</sup>/s までの高レート陽子に対し、出力カウントは 1000 cps を下回ることにはなかった。軌道運用時のしきい値はこれより 1 桁以上低いため、試作機が十分な高レート耐性を持つことが確かめられた。

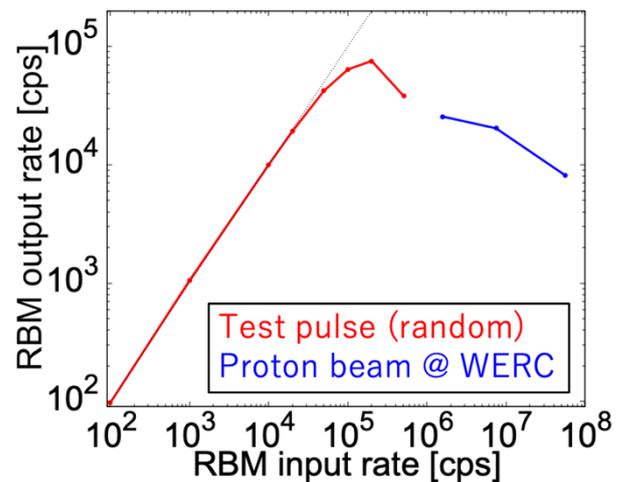


図1. 荷電粒子カウンタの入力と測定レートの関係

## 結言

2020 年度に実施した陽子照射試験により、軌道上2年分の放射線に耐えられる電子部品が選定できた。そして、実際にそれらを使って組んだデジタル信号処理回路や荷電粒子カウンタは、年に 10 回未満のシングルイベント効果を検出したが、定期的な電源サイクルなどの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。また SoC 搭載デジタル処理回路は正常動作しなかったが、改善の目処はついた。

## 参考文献

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

## 2.4.1.6

## 微小ピクセル CMOS 検出器の衛星搭載に向けた放射線耐性試験 (I)

## Examination of Radiation Tolerance of Small Pixel CMOS Detectors for Space Use (I)

林田清<sup>\*1</sup>、朝倉一統<sup>\*1</sup>、佐久間翔太郎<sup>\*1</sup>、澤上拳明<sup>\*1</sup>、米山友景<sup>\*2</sup>、野田博文<sup>\*1</sup>、松本浩典<sup>\*1</sup>、小高裕和<sup>\*3</sup>、  
丹波翼<sup>\*3</sup>、高橋弘充<sup>\*4</sup>、中嶋大<sup>\*5</sup>、羽鳥聡<sup>\*6</sup>、久米恭<sup>\*7</sup>、水嶋慧<sup>\*7</sup>

Kiyoshi HAYASHIDA, Kazunori ASAKURA, Shotaro SAKUMA, Kenmei SAWAGAMI, Tomokage YONEYAMA, Hirofumi NODA, Hironori MATSUMOTO, Hirokazu ODAKA, Tsubasa TAMBA, Hiromitsu TAKAHASHI, Hiroshi NAKAJIMA, Satoshi HATORI, Kyo KUME and Satoshi MIZUSHIMA

## Abstract

Radiation damage of small pixel CMOS sensor GMAX0505, which will be used for X-ray imaging system MIXIM on a small satellite, is examined. By removing abnormal pixels in analysis, the sensor is tolerant for 6 years in low earth orbit.

## 要約

超小型衛星搭載を目指して開発中の X 線天体撮像システム MIXIM に使用する微小ピクセル CMOS 撮像素子 GMAX0505 に関して、放射線耐性を調査した。一部の異常ピクセルを解析で除外すると、低高度周回軌道 6 年相当の期間、要求性能を維持できることがわかった。

## 緒言

2019 年に話題になったブラックホール画像の例でもわかるように、天文学では角度分解能向上が本質的に重要である。X 線天文学の分野では、1999 年打ち上げで現在も運用中の Chandra 衛星の 0.5 秒角が圧倒的に高い角度分解能をもっているが、これを超える性能の実現は現時点でも目途がたっていない。我々は、これまでの斜入射反射鏡とは異なり、格子を用いてタルボ干渉像を得る、全く新しい原理の X 線天体撮像システム、多重像 X 線干渉計 (Multi Image X-ray Interferometer Method; MIXIM) を開発している<sup>1),2),3)</sup>。SPring-8 における地上 X 線照射実験で 0.1 秒角を切る性能まで得ており、将来の超小型衛星に搭載することを考え、SPring-8 地上実験で使用した微小ピクセル CMOS 撮像素子の放射線耐性を調査するのが本研究の目的である。

## 実験方法

実験対象は、Gpixel 社製の CMOS 撮像素子 GMAX0505 である。グローバルシャッター形式の素子として、もっとも微小なピクセルサイズ、 $2.5 \mu\text{m}$  をもつ。MIXIM ではピクセルサイズが小さいことが原理的に必須である。この観点で、膨大な種類の CMOS 撮像素子の中から GMAX0505 を選択した。ただし、この素子は可視光撮影用に開発されている。我々は、これに X 線照射実験を行い、常温でも 5.9 keV の X 線に対して 170 eV FWHM 程度のエネルギー分解能で検出可能であることを明らかにした<sup>4)</sup>。なお、素子の有効画素数は 25Mpixel でサイズは 12.8 mm 角になる。

MIXIM の特徴として、様々な規模、性能の衛星計画が可能であるが、技術的、コスト的に最短で実現可能なものが、超小型衛星に搭載する形式である。今回の実験では、地球周回低高度軌道 (LEO) で最低半年の運用を想定した。LEO での放射線粒子のスペクトルモデルを使い<sup>5)</sup>、20mm 厚の Al で入射方向以外を遮蔽する想定で、有効な検出層厚  $5 \mu\text{m}$  と評価している CMOS 素子のエネルギーデポジットは 1.5 Gy/year となる。

200 MeV 陽子ビームを使い、素子に対する積分照射量が、1 Gy、5 Gy、10 Gy、30 Gy となるように素子には電圧をかけない状態で照射する計画にした。ビーム照射前、各照射のあと、CMOS 素子を照射室から取り出し、別室で動作回路に設置、密封線源 <sup>55</sup>Fe の X 線を照射し、データを取得、性能の劣化をみる。さらに、後日、大阪大学に返却された素子を再び評価しアニーリングの効果をみる。

## 実験結果

陽子ビーム照射実験は、2020 年 10 月 22 日に実施した。CMOS 素子の性能指標の中で、我々の MIXIM の目的では、X 線に対するエネルギー分解能として 200 eV 以下を条件としている。今回使用した素子の、陽子照射前のエネルギー分解能は、これを満たし、5.9 keV の X 線に対して 179 eV であった。ところが、1 Gy 照射後、

<sup>\*1</sup>大阪大学大学院・理学研究科、<sup>\*2</sup>(国研)宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所、<sup>\*3</sup>東京大学大学院・理学研究科、<sup>\*4</sup>広島大学大学院・先進理工学科学研究科、<sup>\*5</sup>関東学院大学・理工学部、<sup>\*6</sup>(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、<sup>\*7</sup>(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、大阪大学と(公財)若狭湾エネルギー研究センターとの共同研究として実施したものである。

本研究は、MEXT KAKENHI 20H00176、19H05185 の助成を受けた。

CMOS 取得データから作成したスペクトルに顕著な連続成分がみられ、5.9keV 輝線がわずかにしか認識できないことがわかった。計画に従い 10 Gy までの照射を行うと、スペクトルの連続成分は、さらに 1.6 倍程度増加し 5.9 keV 輝線は認識できなくなった。この時点で、さらなる照射は不要と判断し、30 Gy 照射は中止した。20 日後、大阪大学に返送された素子を評価しても連続成分強度は 10 Gy 照射直後のデータとほぼ同じであった。

### CMOS データの追加解析・異常ピクセル除去の効果

スペクトルにみられる連続成分は、CMOS 素子のピクセル信号値が異常となり、X線イベントを抽出しその波高値を計算する解析処理が適切に機能しないことを示唆する。実際に、調査すると、一部のピクセル信号値が、照射前に比べて非常に高くなり、かつ、そのフレーム毎の変動も大きくなっていることがわかった。そこで、あるしきい値を設定してそのようなピクセル(今回の場合、全体の 12.6%)を除外すると、照射前とほぼ同じ、181 eV の分解能で X 線検出できることがわかった(図1)。1 Gy 照射でも使用不可となるように見えた CMOS 素子 GMAX0505 であるが、この異常ピクセル除去処理で 10 Gy 照射(軌道上で 6 年以上)使用できる可能性があることがわかった。

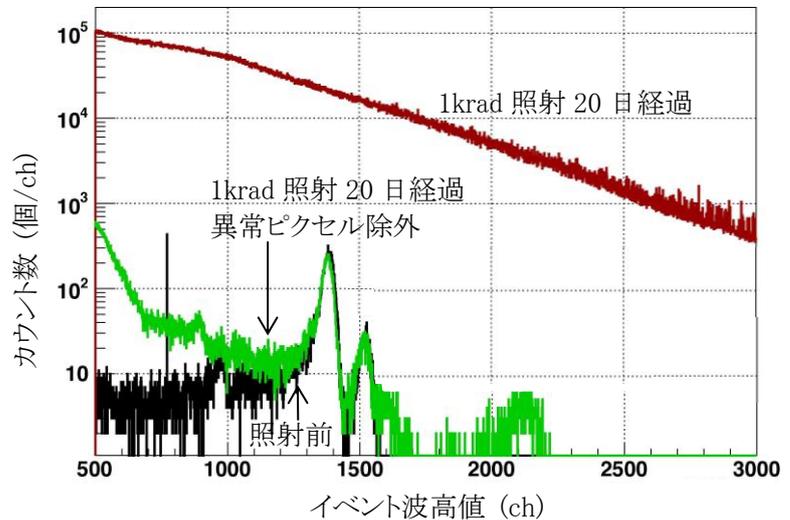


図1 CMOS 素子で取得したスペクトル

### 結言

今回の実験で GMAX0505 の放射線耐性の基礎データを初めて得ることができた。しかし、異常ピクセルに対する処理の最適化と、異常ピクセルが発生する原因の究明が未完である。また、今回は電源オフでビーム照射したため、ラッチアップ耐性は評価できていない。これも今後の課題である。

### 参考文献

- 1) K. Hayashida *et al.*, SPIE Proc. SPIE proc. 9905, id. 990557(2016)
- 2) K. Hayashida *et al.*, SPIE Proc. SPIE proc. 11444, id. 114441C (2020)
- 3) K. Asakura, *et al.*, SPIE Proc. SPIE proc. 11444, id. 114441D (2020)
- 4) K. Asakura *et al.*, JATIS, Volume 5, id. 035002 (2019).
- 5) T. Mizuno *et al.*, 7732, article id. 77323C (2010)

## 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-Satellite

松本健\*1、石川晃寛\*1、中須賀真一\*1、久米恭\*2

Takeshi MATSUMOTO, Akihiro ISHIKAWA, Shinichi NAKASUKA and Kyo KUME

## Abstract

In this research, we investigated radiation resistance of commercial semiconductor power devices for Nano-satellite by using proton irradiation. The result shows that these semiconductor devices have sufficient radiation resistance, and that they are applicable for spacecrafts including Nano-satellites.

## 要約

本研究では、超小型衛星へ搭載するパワートランジスター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、対象のパワートランジスター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、衛星の各機器に電力を供給する重要な役割を担う Power Control Unit(PCU)基板に搭載される MOSFET の放射線耐性を評価した。衛星に実搭載予定の MOSFET3 種類(TPCA8108、TPCA8016-H、TPC6108)と、将来的に利用が見込まれている MOSFET3 種類(TPH1R712MD\_L1Q、TPH2R104PL\_LQ、RSQ035P03HZGTR)を供試体として、プロトン照射が半導体や絶縁層に引き起こすシングルイベント効果によるバーンアウト(SEB)やゲートの雪崩降伏(SEGR)のような MOSFET の故障モードが発生しないかの有無を確認した。

## 成果の概要

プロトンの照射エネルギーは 20, 60, 80 MeV、フラックスは  $2 \times 10^7$ [protons/cm<sup>2</sup>/s]、照射時間は 20, 60 MeV で 600 秒、80 MeV で 900 秒とした。照射条件と衛星軌道上環境との比較評価として、欧州宇宙機関 ESA が開発したツール SPENVIS を用い、各照射エネルギーでのフルエンス量が衛星軌道(国際宇宙ステーションと同等軌道)滞在期間相当で 20 年以上となることを確認した。

本照射条件下で図 1 に示す供試体基板にプロトン照射を行い、いずれの条件下においても SEB や SEGR のような MOSFET の故障モードが発生することがないことを確認した。

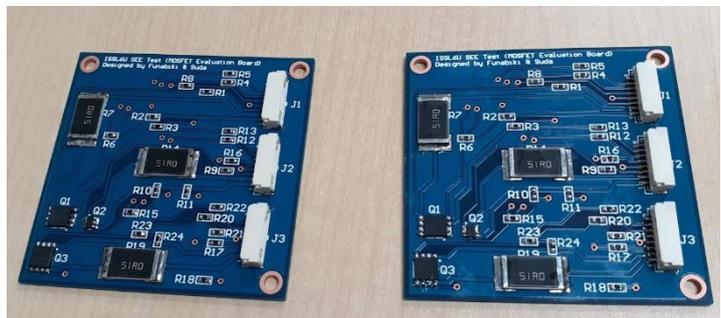


図 1 供試体評価基板

## 結言

MOSFET 計 6 種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、SEB や SEGR などの MOSFET の故障モードが発生することがないことが確認された。照射条件と衛星軌道上環境との比較評価からこれらの故障モードが軌道上でも発生する確率は十分に低いことが確かめられたので、本供試体の宇宙機器への適用は十分可能であると考えられる。

\*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。

## 2.4.1.8

## 16/14nm FinFET メモリデバイスにおけるプロトン直接電離効果

## Proton Direct Ionization Effect on a 16/14nm FinFET SRAM

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

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

## Abstract

Proton Direct Ionization (PDI) in transistors contributes to soft error rate of spacecraft in some cases. While the latest transistor technologies such as “below 20 nm process rule” are expected to be applied for space use, the PDI effect in Static Random-Access Memory (SRAM) fabricated by 16/14nm Fin Field Effect Transistor (FinFET) has never been understood yet. Thus, proton irradiation tests were performed to investigate the PDI effect with proton beams at the Wakasa Wan Energy Research Center. The result shows that no PDI effect is found under the present irradiation condition. We will continue the detailed analysis.

## 要約

半導体部品で発生するプロトン直接電離効果 (PDI: Proton Direct Ionization) は、宇宙機のエラー発生確率を左右する問題である。20nm 未満のプロセスルールによって作製された FinFET 等に代表される半導体部品の宇宙機利用への期待が高まる中、PDI による放射線耐性への影響は未解明である。そこで、16/14nm FinFET で作られた SRAM を使ってプロトン照射試験を実施した。今回の試験条件 (SRAM の電源電圧 0.8 V と 0.6 V) では、PDI による反応断面積の上昇がみられないことが分かった。PDI が本試験条件下で確認されない原因について、今後の試験と解析で明らかにしていく。

## 緒言

プロトン直接電離効果 (PDI) とは、半導体部品に 1 ~ 数 MeV 程のプロトンが入射されると、0.54 MeV·cm<sup>2</sup>/mg の Liner Energy Transfer (LET) をもつ Bragg ピークが、部品機能の要となるデバイス感応領域で局所的に発生し、その結果、エラーを生じさせる現象のことである。例えば、メモリ素子の bit 反転が発生する LET の下限値 (=しきい値 LET: LET<sub>th</sub>) が 0.54 MeV·cm<sup>2</sup>/mg 未満であると、PDI により、反応断面積が 10 ~ 100 倍程度上昇することが知られている<sup>1)</sup>。これは、宇宙機にとって軌道上エラー発生確率の上昇につながる。特に近年利用が期待されている、放射線対策されていない最先端半導体デバイスにおいて、PDI がもたらすエラー発生確率への寄与を解明することが必要である。そこで、16/14nm FinFET SRAM にプロトンを照射し、PDI による反応断面積の上昇がみられるか調査した。試験に用いた SRAM と同じ半導体プロセスを使って作製されたデバイスでは、電源電圧 ( $V_{dd}$ ) = 0.6 V の条件において、He イオンを使った照射 (LET = 0.105 MeV·cm<sup>2</sup>/mg) で、bit 反転することが報告<sup>2)</sup>されている。よって、LET<sub>th</sub> は 0.54 MeV·cm<sup>2</sup>/mg よりも小さく、PDI による反応断面積の上昇が予想された。

シンクロトロンから 100 MeV のプロトンビームを輸送し、途中の大気中で減速材 (ポリエチレン) 厚を変えることで、デバイス位置でのビームエネルギーを変更した。図 1 に、試験で用いたプロトンビームのエネルギー分布を TRIM で計算した結果を示す。シミュレーションでは、1 万発のプロトンがビームラインを通過し、照射デバイス表面に届いた時のエネルギー分布を示している。図 1 から、減速材のポリエチレン厚みが 70 mm と 72 mm の時には、PDI の原因となる 1~数 MeV のプロトンが多く含まれており、反応断面積の上昇が予想された。SRAM 電

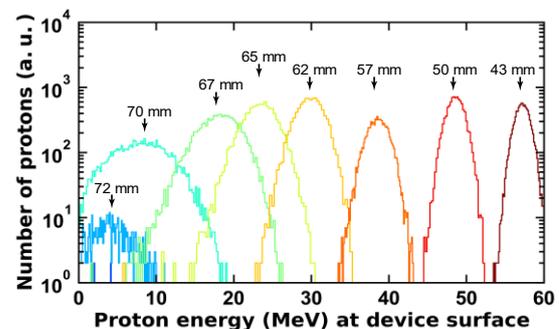


図 1 照射対象位置におけるプロトンビームのエネルギー分布  
(図中の数字は設置した減速材厚を示す)

\*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・照射支援室  
本研究は、(国研)宇宙航空研究開発機構と(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。

源電圧 ( $V_{dd}$ ) は 0.8 V に設定し、対象デバイスを垂直 ( $0^\circ$ ) と  $60^\circ$  傾けて照射、測定した。その後、 $V_{dd}=0.6$  V に変更し、照射角度  $60^\circ$  の条件で照射、測定した。

図 2 に、 $V_{dd} = 0.8$  V の条件で取得した反応断面積を示す。反応断面積は、照射フルエンスと bit 反転数から求めた。図 2 に示す通り、Weibull カーブに良くフィットした反応断面積を得られていることから、狙い通りプロトンエネルギーを変化させることができたとわかる。一方で、PDI による反応断面積の上昇は、照射角度  $0^\circ$  と  $60^\circ$  のいずれも見られなかった。図 3 には、 $V_{dd} = 0.6$  V の条件で取得した反応断面積を示す。 $V_{dd} = 0.8$  V よりもわずかに反応断面積は全体として上昇したものの、 $V_{dd}$  を下げたことによる効果で、PDI による反応断面積の上昇は見られなかった。

図 2、図 3 より、 $V_{dd} = 0.8$  V、 $0.6$  V のどちらの条件でも PDI による反応断面積の上昇は見られなかった。原因として、①SRAM の  $LET_{th}$  が  $0.54$  MeV $\cdot$ cm $^2$ /mg よりも高いことや、②本試験条件では、デバイスの感応領域に Bragg ピークが発生していないなどの可能性が考えられる。①の、 $LET_{th}$  が  $0.54$  MeV $\cdot$ cm $^2$ /mg よりも大きいとすれば、先行文献<sup>2)</sup>の報告と矛盾する結果となり、原因の考察が必要である。これを調べるためには、LET が  $0.54$  MeV $\cdot$ cm $^2$ /mg と近い単一エネルギーの放射線を用いて試験する方法などが考えられる。②の、PDI 効果が出現する電源電圧や、照射角度などの条件が限られていることとなれば、本デバイス構造に依存した PDI の寄与を新しく考える必要がある。

## 結言

16/14 nm FinFET のプロセスを使って作製された SRAM にプロトンを照射し、PDI の効果を調査した。本試験条件では、PDI による反応断面積の上昇は見られなかった。原因についてはいくつか考えられるため、引き続き試験結果の解析及び追加の照射試験を実施することで、詳細を明らかにしていきたい。本試験を通して得られた結果は、特に最新の半導体デバイスを宇宙機に应用するために必要な耐放射線特性の中でも、軌道上エラー発生確率を左右する原因となる PDI に関する知見を獲得するものである。

## 謝辞

本実験の実施に当たり、ご議論とご支援をいただきました株式会社ソシオネクストの松山英也氏、加藤貴志氏に感謝申し上げます。

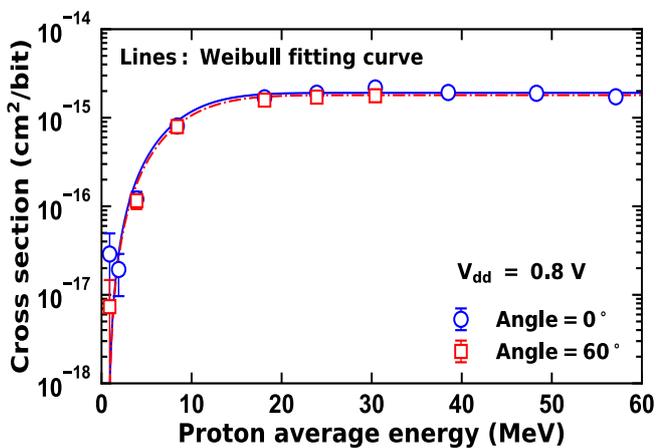


図 2 SRAM bit 反転の反応断面積のプロトンエネルギー依存性( $V_{dd} = 0.8$  V、垂直照射と  $60^\circ$  角度照射)

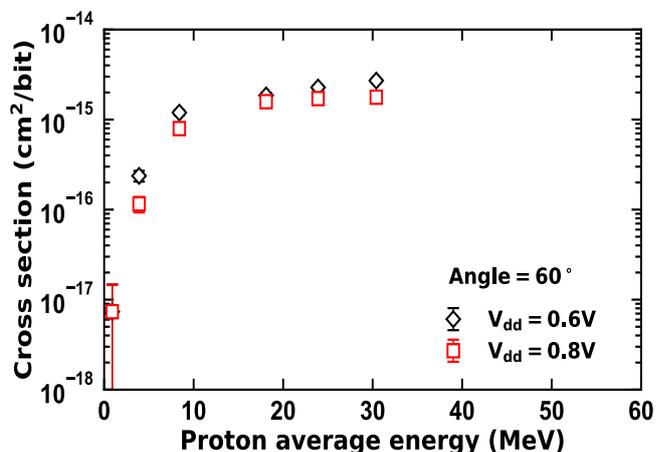


図 3 SRAM bit 反転の反応断面積のプロトンエネルギー依存性( $V_{dd} = 0.8$  V と  $0.6$  V の比較)

## 参考文献

- 1) A. Coronetti et al., IEEE Trans. on Nucl. Sci., Vol. 68, No.5, pp. 937-948 (2021)
- 2) N. Tam et al., 2015 IEEE International Reliability Physics Symposium., pp. 4B.3.1-4B.3.5. (2015)

## 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

## 液体シンチレーターへのリチウム溶解技術の開発

Development of Lithium-loading Method for Liquid Scintillators

鈴木耕拓<sup>\*1</sup>、川端考弥<sup>\*2</sup>、小栗廉太郎<sup>\*2</sup>、玉川洋一<sup>\*2</sup>、中島恭平<sup>\*2</sup>

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. Lithium-loaded scintillator is useful for neutrino detection. We report a method for dissolving lithium into liquid scintillator.

## 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は、ニュートリノ検出器として有効である。液体シンチレーターへのリチウムを溶解させる手法を開発中であり、ここに報告する。

## 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できるため、ニュートリノモニターを開発している。ニュートリノ検出には、逆ベータ崩壊 ( $\nu + p \rightarrow n + e^+$ ) 反応を利用し、バックグラウンド除去のため陽電子と中性子を同時に測定する必要がある。中性子への応答性を高めるため、中性子捕獲断面積の大きいガドリニウムやリチウム6同位体が用いられる。我々は、リチウムを液体シンチレーターへ溶解させる手法を開発した。

## 液体シンチレーターへのリチウム溶解手法

ニュートリノ検出には、水を多く含む有機シンチレーターを用いるのが一般的である。有機シンチレーターは基本的に油であり、そのままでは水溶性のリチウムを溶解させることができない。そこで、リチウム水溶液と界面活性剤を混合させることで、有機シンチレーターに溶解させる手法を開発した。まず、リチウム量の多い水溶液を作製するため、臭化リチウムおよび塩化リチウム水溶液を試した結果、塩化リチウムが良いことが分かった。次に、有機シンチレーター溶媒(リニアアルキルベンゼン)、塩化リチウム水溶液と、各種界面活性剤の組み合わせを試した。界面活性剤には水と油の長期安定性の良い、非イオン界面活性剤とし、ポリオキシエチレンアルキルエーテルやポリオキシエチレンノニルエーテルを選定した。さらに親水性度合の異なる種類を準備し、塩化リチウム水溶液が最も融和する条件を探索した。この結果、図のように有機シンチレーター溶媒と塩化リチウム水溶液を透明に混合させることができた。



図 リチウム溶解の様子

## 結言

ニュートリノ検出のため、中性子応答性の高い液体シンチレーターを開発している。中性子捕獲断面積の大きいリチウム6同位体を液体シンチレーターへ溶解させる必要があるため、リチウムを溶解させる手法を開発した。界面活性剤を利用することにより、液体シンチレーター溶媒へ塩化リチウム水溶液を融和させることができた。今後は、ガンマ線や中性子線源を用いて、作製した液体シンチレーターの性能評価を行い、検出器形状など最適な条件を探っていく。

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>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。

## 2.5.1.2

## ガンマ線検出器を用いた陽子線照射場評価法の検討

Development of Verification Technique of Proton Irradiation Field Using Gamma Ray Detector

久米恭<sup>\*1</sup>、水嶋慧<sup>\*1</sup>、山東新子<sup>\*1</sup>、瀧田正人<sup>\*2</sup>、鳥居建男<sup>\*3</sup>

Kyo KUME, Satoshi MIZUSHIMA, Shinko SANDO, Masato TAKITA and Tatsuo TORII

イオン加速器による宇宙機搭載用機器への模擬宇宙線照射試験では、輸送されるイオンビーム強度を非破壊的な手法で取得する必要がある。本研究では、NaI スペクトロメータを使用してイオンビーム強度評価する手法を開発している。今年度は GPS 付き NaI スペクトロメータを用いて地上での耐久試験を実施した。

導入した装置は、クリアパルス製の 7350 型高エネルギーガンマ線モニターである。NaI(Tl)シンチレータ(直径 3 インチ・高さ 3 インチ)の出力をイベントごとにタイムスタンプ付きで検出器内蔵のフラッシュメモリに取り込んで記憶し、接続された PC に逐次データを読み出す。今年度は、加速器施設での運用の準備として、健全性確認を目的として加速器施設外での連続運転試験を実施した。なお、例年は高エネルギー光子線を有意に測定可能な東京大学・宇宙線研究所・乗鞍観測所で連続測定試験を実施してきたが、今年度については社会状況を鑑みて見送った。

今年度は当該装置の連続運転試験と並行し、解析ツール等も整備し、装置不具合箇所の摘出ならびに対処等をおこなった。今後は、連続運転試験を継続してバックグラウンドデータの取得や評価等を実施し、加速器施設での運用試験を準備していく。

---

<sup>\*1</sup> (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、<sup>\*2</sup>東京大学・宇宙線研究所、<sup>\*3</sup>福島大学・環境放射能研究所  
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターが東京大学・宇宙線研究所の 2020 年度共同利用研究 D05 で得た成果の一部を含む。

## 2.5.2. 様々なエネルギーの技術開発

## 2.5.2.1

## 燃料電池車向け水素吸蔵合金の開発

Development of Hydrogen Storage Alloys for Fuel Cell Vehicles

石神龍哉<sup>\*1</sup>、安永和史<sup>\*1</sup>、鈴木耕拓<sup>\*1</sup>

Ryoya ISHIGAMI, Kazufumi YASUNAGA and Kohtaku SUZUKI

## Abstract

We have developed a method to generate hydrogen gas near 1 atm at the temperature range between room temperature and 200°C by discharging hydrogen from a magnesium-based hydrogen storage material. Nickel nano particles were made by reduction of the ball-milled powder of NiCO<sub>3</sub> in hydrogen gas. The hydrogen storage material was made by ball milling of mixture of the Ni nano particles and MgH<sub>2</sub> powder. Hydrogen was discharged from the hydrogen storage material at 200°C and the hydrogen was absorbed into LaNi<sub>4</sub>Al alloy kept at room temperature. Afterwards, by heating the LaNi<sub>4</sub>Al alloy at 200°C, hydrogen gas at a pressure of 1.0 atm was generated.

## 要約

マグネシウムを主成分とする水素吸蔵材料に蓄えられた水素から、室温から200°Cの温度範囲で1気圧付近の水素を発生させる方法の開発を行った。NiCO<sub>3</sub>をボールミル処理した後に水素中で還元することでNiナノ粒子を作製した。それをMgH<sub>2</sub>粉末と混合してボールミル処理することで、水素吸蔵材料粉末を作製した。その粉末を200°Cに加熱することで水素を放出させ、その水素を室温に置かれたLaNi<sub>4</sub>Al合金に吸蔵させた。その後、そのLaNi<sub>4</sub>Al合金を200°Cに加熱することで、1.0気圧の水素を発生することができた。

## 緒言

近年の世界的な環境意識の高まりから、二酸化炭素の放出が無い、水素を燃料とした燃料電池車への関心が高まっている。水素化マグネシウムMgH<sub>2</sub>は水素含有率が7.6 wt%と比較的大きく保存も容易なため、水素輸送媒体の候補であるが、水素平衡圧が絶対圧で1気圧(以下、圧力はすべて絶対圧で記述)になる温度が287°Cと高く、水素の放出も300°C付近まで昇温しないと起こらない。また水素吸蔵放出反応が遅いという欠点がある。燃料電池車で用いられる固体高分子型燃料電池の動作温度は100°C以下であり、燃料電池からの排熱で水素吸蔵材料を加熱することも期待できない。そのため、より低い温度で水素を放出できるMg系水素吸蔵材料が望まれている。また、固体高分子型燃料電池の水素の動作圧力は大気圧付近であるため、発生できる水素の圧力は大気圧付近でなければならない。

本研究では、Niを水素の吸蔵放出触媒としたMg系水素吸蔵物質を、大量生産に適したボールミル法で作製し、200°C以下で1気圧付近の水素を発生する方法の開発を行った。

## 成果の概要

開発したMg系水素吸蔵材料の原料には、市販の水素化Mg粉末(MgH<sub>2</sub>、純度96.6%、富士フイルム和光純薬)と炭酸ニッケル粉末(NiCO<sub>3</sub>・xH<sub>2</sub>O、純度99.9%、高純度化学研究所)を用いた。炭酸ニッケル粉末3.6g、エタノール10ml、直径1mmのジルコニアボール70gを、ジルコニアで内張りされた容積45mlのボールミル容器に入れ、遊星型ボールミル(premium line P-7、フリッチュ)を用いて400rpmで3時間処理した。雰囲気は大気とした。処理後に真空乾燥し、ふるいでボールを除去した。得られた粉末から0.50gを取り、厚さ5μmのNi箔で包み0.65気圧の水素中に入れ、赤外線加熱炉内にて220°Cで2時間還元処理した。加熱中は水素ガスの温度も上昇するため圧力は0.8気圧程度まで上昇した。この処理により黄緑色の炭酸ニッケル粉末0.50gは黒色のNi粉末0.25gになった。これとMgH<sub>2</sub>粉末1.4gを混合し、直径1mmのジルコニアボール70gとともに、上記と同じボールミル容器にアルゴン雰囲気中で封入し、乾式ボールミル処理した。回転速度は200rpmから800rpmまで100rpmずつ増加させ、各回転速度での処理時間は10分間とした。処理終了後、容器の内側やジルコニアボールの表面に固着した粉末を回収し、試料とした。

<sup>\*1</sup>(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。

図1に、粉末試料からの水素  $H_2$  と水  $H_2O$  の昇温脱離スペクトルを示す。水素は  $50^\circ C$  付近から放出が始まり  $150^\circ C$  付近から急速に放出速度が大きくなり  $232^\circ C$  で最大になった。 $200^\circ C$  でも最大値の半分程度の放出速度であることから  $200^\circ C$  でも時間を長く取ればほとんどの水素が放出されると推測される。また不純物である水は水素と比較して非常に少なかった。

$MgH_2$  の  $200^\circ C$  での平衡水素圧は  $0.04$  気圧と低く、そのままでは燃料電池に供給できない。そこで、水素の運搬には安価で水素含有量が多い  $Mg$  系合金を用い、水素を取り出すときには水素含有量が少なく高価であるが  $200^\circ C$  での平衡水素圧が  $1$  気圧を超える別の合金を用いて圧力を上げて水素を供給することを想定した模擬実験を行った。粉末試料から発生した水素を室温に置いた  $LaNi_4Al$  合金に吸収させ、その後  $200^\circ C$  に昇温することで  $1$  気圧付近の水素を発生させる方法を取った。図2に実験に用いた装置の概略図を示す。左右の容器にはそれぞれ圧力計、真空ポンプ、水素導入口が付いており、ヒーターと熱電対の付いたルツボが内側にセットされている。左側のルツボには  $MgH_2$  と  $Ni$  の混合粉末試料  $2.2$  g を入れた。その試料の水素含有量は、 $Ni$  粉末の添加量とボールミル時の圧力上昇から  $6.1$  wt% と計算された。右側のルツボには  $LaNi_4Al$  合金を  $5.9$  g 入れた。左右の容器はバルブを介してつながっている。 $LaNi_4Al$  合金は実験前に、水素の吸蔵と放出を数回繰り返し、初期活性化処理を行い、その後は容器を真空引きしながら  $200^\circ C$  で加熱し合金中の水素を放出した。

$1$  気圧付近の水素の発生実験では、 $MgH_2$  と  $Ni$  の混合粉末試料を約  $0.8$  気圧の水素中で  $200^\circ C$  付近に保って平衡に達した後、水素中でこの混合粉末試料の温度を室温に下げ、容器を真空引きした後この試料の温度を  $200^\circ C$  に上げて水素放出を開始した。その後左右の容器間のバルブを開け、この試料から発生した水素を、室温に置かれた  $LaNi_4Al$  合金に吸蔵させた。この間の圧力は  $0.018\sim 0.023$  気圧であったが、室温での  $LaNi_4Al$  合金の平衡水素圧は  $0.01$  気圧以下のためこの水素を吸収可能である。300 分経過後に容器間のバルブを閉じ  $LaNi_4Al$  合金の温度を少しずつ上げると、放出された水素によって容器内の圧力はしだいに上昇した。 $159^\circ C$  になったときに圧力計が  $1$  気圧を示した。使用した容器は、真空には耐えられるが加圧には耐えられないためその時点で昇温を停止したが、 $200^\circ C$  まで上げることができれば、より高圧の水素が発生できたと期待される。

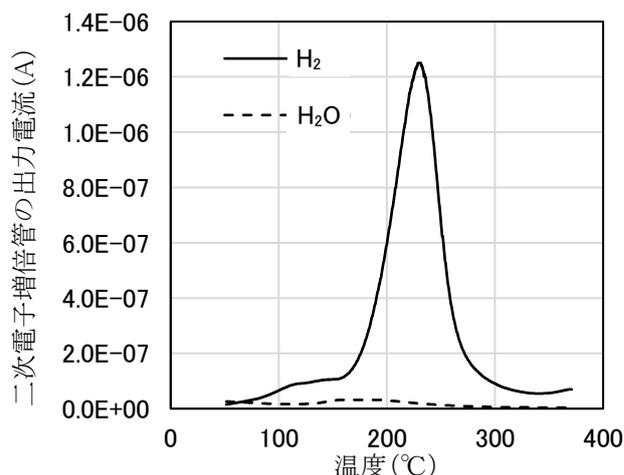


図1 ボールミル処理された  $MgH_2$  と  $Ni$  の混合粉末の昇温脱離スペクトル。昇温速度は  $5^\circ C/分$  とした。

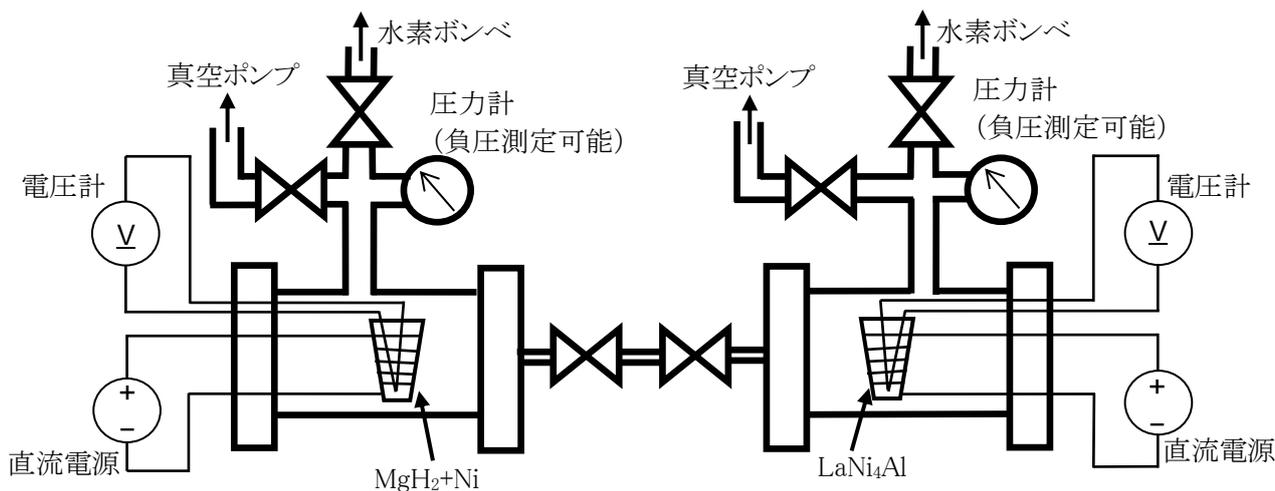


図2  $1$  気圧付近の水素を発生させるために使用した装置の概略図。

### 結言

燃料電池車において水素の運搬・供給に利用できる  $Mg$  系水素吸蔵合金の開発を目的として、 $MgH_2$  と  $Ni$  の混合粉末をボールミル法により作製する方法を開発した。その混合粉末と  $LaNi_4Al$  合金を用いて、室温以上  $200^\circ C$  以下の温度範囲で、その混合粉末に含まれていた水素から  $1$  気圧の水素を発生させることができた。

## 2.5.2.2

## 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<sup>\*1</sup>、木村忠剛<sup>\*2</sup>、篠田佳彦<sup>\*3</sup>、小濱泰昭<sup>\*3</sup>

Ryuichiro YAMAGISHI, Tadamasu KIMURA, Yoshihiko SHINODA and Yasuaki KOHAMA

## Abstract

In order to utilize magnesium, which is a solid hydrogen source, as a sustainable energy source, we conducted research on a reduction method using solar heat and confirmed the possibility. In addition, hydrogen storage using solid magnesium was compared with other hydrogen storage methods, and safety and cost were evaluated.

## 要約

固体水素源であるマグネシウムを持続可能なエネルギー源として活用するために、太陽熱による還元手法に関する研究を行いその可能性を確認した。また、固体マグネシウムを活用した水素貯蔵について他の水素貯蔵方式との比較を行い、安全性やコストに関する評価を行った。

## 緒言

マグネシウムは水と反応して水素を発生することから、水素キャリアとして活用できる物質である。反応後に生成される酸化マグネシウムを再生可能エネルギーで還元することで再生利用が可能となることから、持続可能なエネルギー源とみなすことができる。本研究では再生可能エネルギーである太陽熱を利用したマグネシウムの精錬技術について研究し、太陽炉が二酸化炭素を排出せずにマグネシウムを精製できる可能性があることを確認した。

また水素キャリアである再生されたマグネシウムは、疑似的に水素輸送・貯蔵を行っているともみなすことができることから、現在実用化あるいは提唱されている水素輸送・貯蔵方式に対して、安全性やコスト面でどのような位置づけにあるのか評価を行った。

## 成果の概要

若狭湾エネルギー研究センターの太陽炉は、1.4 m×1.0 m の透過・屈折型のフレネルレンズを用いて太陽光を集光し熱を得る設備で、市販の太陽追尾装置を用いて自動で太陽の方向にレンズを向ける機能を有している(図 1)。集光焦点部にマグネシウムを還元するのに適した反応容器(図 2)を設置する。反応容器は二重の石英管構造で、内側の石英管内の集光焦点部に試料を装入したるつぼを配置する。

酸化マグネシウムは、Si[Fe](フェロシリコン)を還元剤とする珪素熱還元反応(ピジョン法)によりマグネシウムに還元され、石英管(内)に付着する。



## 1. 還元反応容器の検討

外側の石英管は真空保持を担っている。しかし太陽光は2種類の石英管を通過することになるため、加熱効率が低下する。そこで、外側石英管を廃しても真空が維持できるよう反応容器の検討を行い、適切な真空排気と反応容器の冷却を行えば還元反応が進行することを確認した(図 3)。

反応容器は太陽光の焦点個所に設置され、一方向からの熱の入力となることから損耗していく。反応容器は真空保持機構を持つのでコスト低減と熱の均一化の観点から、レンズからの太陽光を一旦熱浴に受けて、そこから拡散される熱により加熱する方式を検討した(図 4)。実験では集光位置の調整は自動追尾装置に変えて、図 1 と同じレンズサイズで手動調整可能な太陽炉を用いた。熱浴への太陽光の照射状況を図 5 に示す。熱浴を介しても1,000°C程度の高温を安定して維持可能で、マグネシウム還元ができることが示された(図 6)。

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>(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、<sup>\*3</sup>(公財)若狭湾エネルギー研究センター・協力研究員

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。

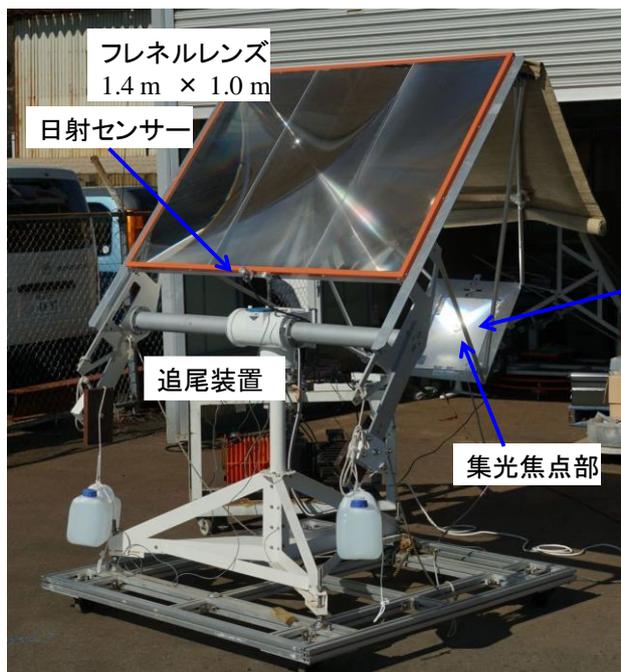


図1 自動追尾機構付き太陽炉

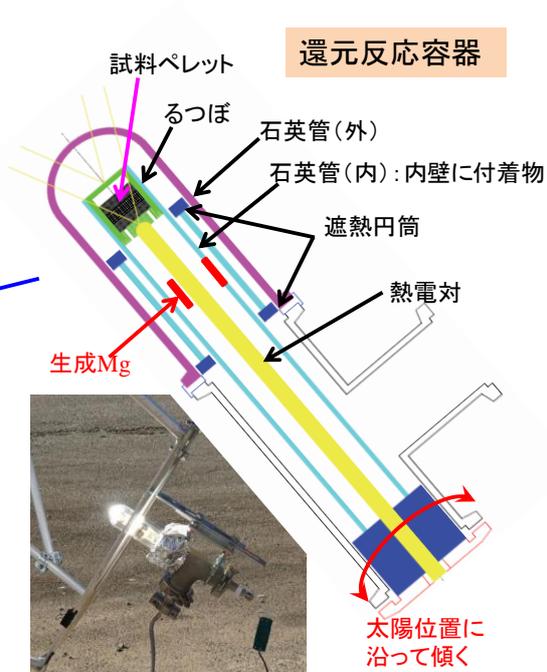


図2 反応容器概略図



図3 内側石英管のみでの加熱で生じたマグネシウム(赤丸部)

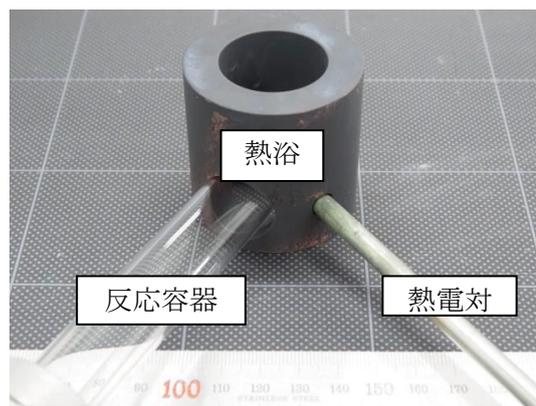


図4 熱浴に設置した反応容器配置概略

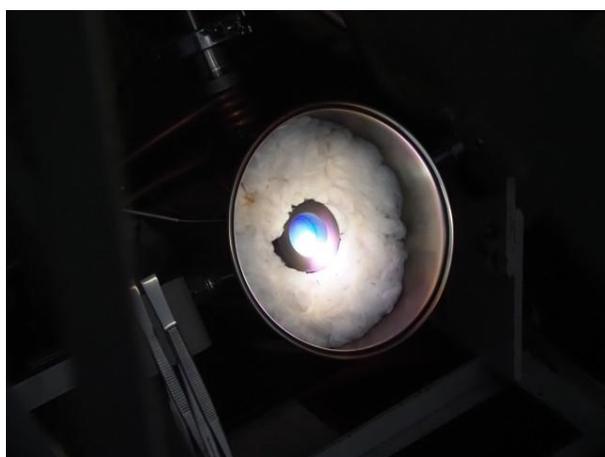


図5 太陽光照射中の熱浴(中央部、熱浴の周囲は保持用の容器)



図6 熱浴への加熱で生じたマグネシウム(赤丸部)

## 2. 高緯度地域における太陽炉設置可否の検討

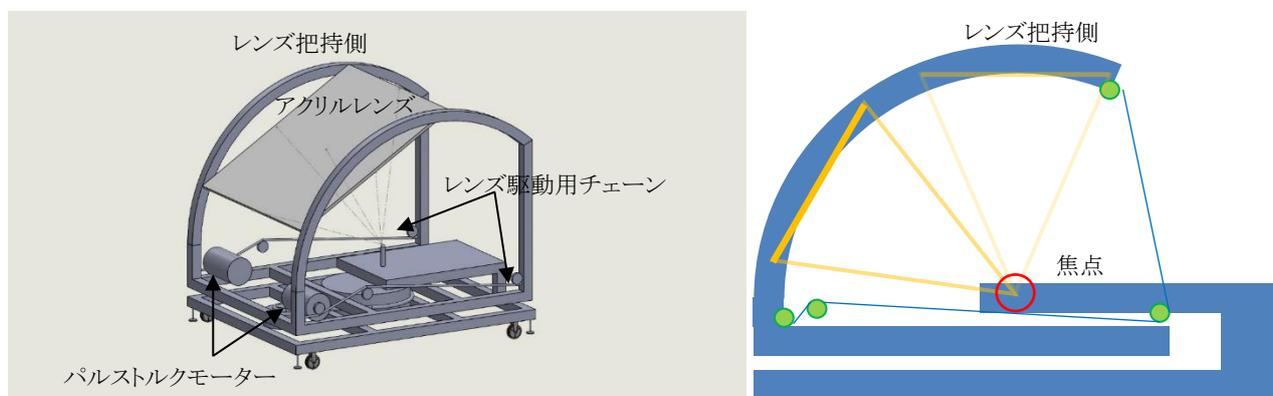
太陽炉によるマグネシウム還元実験は、年間を通して日照条件の良い宮崎県日向市で実施してきたが、太陽炉の活用拡大を考慮して緯度の高い宮城県栗原市でも実験を行った。その結果、レンズへの直達日射量と日照時間が重要であり、外気温はあまり影響しないことが分った。

## 3. 還元剤の製造方法の検討

珪素熱還元を用いるフェロシリコンは鉄屑または酸化鉄と二酸化珪素および炭素を原料に、化石燃料を熱源として加熱生成される。この熱源としての太陽炉使用の可能性についても評価した。評価実験は電気加熱炉を用いて実施したが、十分な加熱を行えば太陽炉でも還元剤を製造できる可能性が示された。

## 4. 実用化太陽炉の概念設計

太陽炉は時間とともに移動する太陽の位置に対し、レンズが正面に向くよう可動機能を持つ。またマグネシウムは真空の雰囲気内で還元されるので、還元反応容器を真空排気系に接続しなければならず、冷却水の供給配管接続も考慮に入れる必要がある。そのため、実用化使用の太陽炉には、太陽光の焦点部が上下運動しないような構造にすることが要求される。またレンズにより曲げられる太陽光は、曲げ角を小さくする方がエネルギー損失は小さくなるが、焦点距離が長くなるので太陽炉の構造が大きく、重くなる。焦点距離と構造体の大きさのバランスをとりながら、動作に必要なモータートルクを低減し、消費エネルギーを最小化するとともに、製造コストを削減できるように概念設計を行った(図7)。



※補強用構造材等は全て省いた図となっている

図7 実用化太陽炉の概念図

## 5. マグネシウム保管型水素ステーションのコスト・リスク評価

現在、水素ステーションでは高圧ガスまたは液体水素貯蔵方式が実用化されている。しかし既存の燃料に比べて安全性や経済性に劣っているため、近年常温・常圧に近い環境下で高い貯蔵性が期待できる有機ハイドライドやアンモニア、水素吸蔵合金を使った方式が提案されている。しかしこれらの貯蔵技術においても克服すべき課題が残されている。マグネシウムを活用した水素貯蔵は、水素自体を貯蔵するのではなく単体のマグネシウムを水と反応させることで水素を取り出す方式である。但し、水と反応して生じる酸化マグネシウムを還元し再利用する必要がある。実用化規模を想定したマグネシウム保管型水素ステーションとその他の方式を比較した場合、マグネシウム保管の際に発火が起こらないよう安全対策は必要ではあるものの、総じて安全性の面ではリスクが小さいという結果を得た。しかしマグネシウムの還元再生工程まで含めると、他方式に比べて高コストとなることが分った。

## 結言

太陽炉によるマグネシウム再生について実用化を目指した検証を行った。反応容器を熱浴に入れても還元が進むことを確認した。太陽炉の設置地域検討により、レンズに十分な太陽光が入射すれば、外気温はあまり重要でないことが分った。また実用化に見合う機能を有した太陽炉の概念設計を実施した。

マグネシウム保管型水素ステーションに関するリスクやコスト評価を実施した。太陽炉による再生マグネシウムを用いる場合、他の保管方法による水素ステーションに比べて安全面では優位性があるもののコスト面において不利となる結果となった。

## 2.5.2.3

## 水素製造のためのセラミック製造手法の開発

Development of Ceramics Fabrication Methods for Hydrogen Production

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

Hydrogen production methods using ceramics have been studied. Some ceramics absorb water vapor, and desorb hydrogen gas during heating. Several ceramics have ability to desorb hydrogen gas, however, conditions of the ceramics synthesis have never well studied yet. We have studied the conditions of baking temperature, mixing percentage of powders, and so on, and investigated the ability of hydrogen production by ceramics.

## 要約

セラミックを利用した水素製造手法の開発を進めている。ある種のセラミックは、大気中の水蒸気を吸収し、加熱により水素ガスを発生させる能力を持つ<sup>1, 2)</sup>。いくつかのセラミックは水素製造能力があることが判明しているが、セラミック製造条件については、詳しく検証されていない。リチウム含有セラミックに対して、製造時の粉末混合割合、焼成温度等の様々な条件を変更しながら、セラミックの能力を確認した。

## 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。さらに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。これまでの研究により、メカニズムの理解が進んできたが、材料の違いによる水素製造能力については詳しく検証されていなかった。そこで、セラミック製造条件を変更しながら、水吸収・水素放出能力の高いセラミックについて調査した。

## セラミックの製造

## 1. 製造手法

令和2年度では、リチウムジルコネートの製造条件について詳しく検証を行った。まず、リチウムジルコネートは、炭酸リチウムと二酸化ジルコニウムの粉末を混合し、金型にてペレットを作製する。その後、電気炉で焼成する。作製したペレットを図1に示す。ペレットは焼成後も白色のままであった。焼成温度は500℃から1500℃まで100℃刻みで試み、すべての温度でペレットを作ることができた。

## 2. ペレットの重量増加

セラミックで水素製造能力が高いということは、水吸収量が多いと考えられる。そこで作製したペレットを、大気中に保管し、定期的に重量を測定した。その時の重量変化を図2に示す。焼成温度が600℃より低い場合や、1400℃より高い場合はほとんど変化が見られなかった。それらの中間の温度では変化しているのが分かり、1000℃前後が最も変化量が大きいことが分かった。1000℃付近の重量変化が大きなものは25%程度も増加していた。



図1 作製したペレット

\*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。

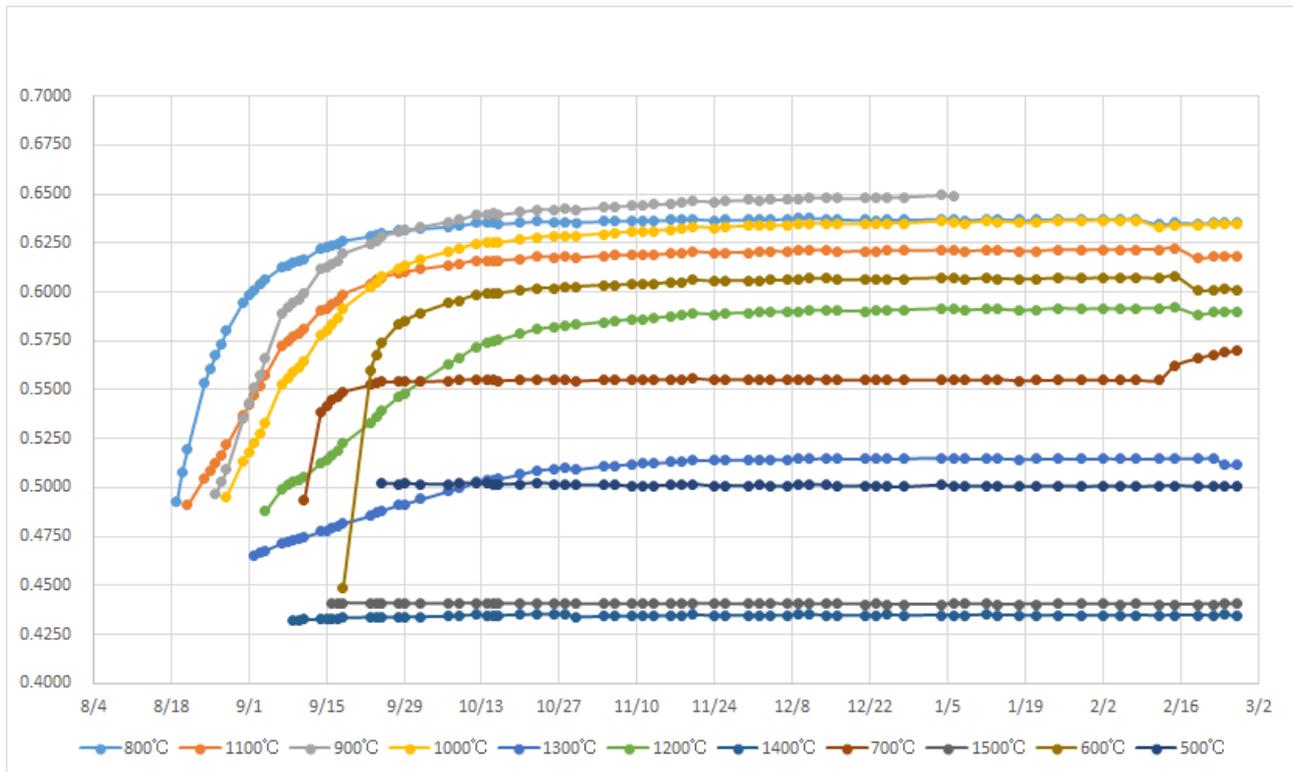


図2 焼成温度ごとの重量増加(縦軸はペレット重量 g、横軸は作製日以降の測定日、図下部の温度と色の対応は作製した順に示す)

### 3. X線回折による材料評価

各温度で焼成したペレットに対して、X線回折(XRD)による材料組成の分析を行った。この結果、1000°C前後の試料はリチウムジルコネートのピークが鮮明に現れていたが、重量変化が低い温度領域では、原材料の炭酸リチウムおよび二酸化ジルコニウムのピークが示されることも分かった。したがって、リチウムジルコネートが製造されている場合の方が、水蒸気吸収能力が高いという結果となった。

### 結言

水吸収能力の高いリチウムジルコネートの条件を探るため、主に焼成温度について調査した。まず、炭酸リチウムと二酸化ジルコニウムを混合し、金型でペレットにした後、焼成することで固形となることが確認できた。次に焼成温度ごとに重量変化を測定したところ、1000°C付近で作製した試料の重量増加が非常に大きいことが分かった。さらにXRDにて、材料組成の分析を行ったところ、リチウムジルコネートとなっている試料ほど重量変化が大きいことが分かった。

今後は、ガス放出についても分析し、水素製造能力との関連を調査していく。またリチウムジルコネート以外のセラミックも製造し、水蒸気吸収能力が高いものがあるか測定していく。水蒸気の吸放出は表面から起こるため、表面の改質も考慮していく。

### 参考文献

- 1) B. Tsuchiya, et al., Acta Materialia, 148, 185-192 (2018)
- 2) 出願番号 2009-039062、公開番号 2010-194393、特許 5302043

## 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<sup>\*1</sup>、栗田哲郎<sup>\*1</sup>、山田裕章<sup>\*1</sup>、山口文良<sup>\*1</sup>、淀瀬雅夫<sup>\*1</sup>、廣戸慎<sup>\*1</sup>、清水雅也<sup>\*1</sup>、湊上隆太<sup>\*1</sup>、小田部圭佑<sup>\*1</sup>、古川靖士<sup>\*1</sup>、石川遼<sup>\*1</sup>、羽田祐基<sup>\*1</sup>

Satoshi HATORI, Tetsuro KURITA,

Hiroaki YAMADA, Fumiyoshi YAMAGUCHI, Masao YODOSE, Makoto HIROTO, Masaya SHIMIZU, Ryuta FUCHIKAMI, Keisuke OTABE, Seiji FURUKAWA, Haruka ISHIKAWA and Yuhki HANEDA

#### Abstract

In the periodic inspections in the end of the fiscal 2019, we found a discharging marks in the insulator in the RF transformer of the tandem accelerator. The discharge caused an instability of the current through the Schenkel rectifier. Although we replaced the insulator in the RF transformer and did not find any other discharging marks on/in the insulator and protective gap electrodes in a tandem accelerator, a severe discharge still occurred in the application of the high tension after the inspection. In the machine time of fiscal year of 2020, the maximum acceleration voltage is set at 4 MV.

Although we were successful to extract chlorine ion for the ERDA experiment, the ionization of the element with low electron affinity such as vanadium was not successful because of the contaminants with high electron affinity.

A synchrotron with the tandem accelerator as the injector was operated well for supply of proton, helium and carbon beams for the experiments. However, at the distance of 20 years after the construction, we are now facing some problems in the system, for instance, leakage of the cooling water in some magnet power supplies. Some water-cooled parts are going to be replaced to the air-cooled ones.

COVID-19 pandemic has been affecting some experiments to be canceled.

#### 要約

タンデム加速器は 2019 年度末の定期点検で、不安定な整流回路負荷電流の原因たる高周波トランス内絶縁物の放電を発見、修理した他は、絶縁構造物や保護電極に顕著な放電痕も見られなかった。しかし、2020 年度の運転再開に先立ち行った 5MV 昇圧試験でタンク放電を起こしたため、2020 年度は加速最高電圧を 4MV に制限した。

ERDA 分析のため、塩素イオンの引き出し加速を行った。電子親和力の低いバナジウムのイオン化も試みたが、汎用のイオン源においてはコンタミナントの影響により難しいことがわかった。

タンデム加速器を入射器としたシンクロトロンも順調に行われ、必要な陽子、ヘリウムおよび炭素ビームを実験に供した。しかし一部電源において冷却水漏れが発生するなど、建設より 20 年を経て問題が増えてきた。空冷部品への変換を進めつつある。

2020 年度前半は新型コロナウイルスによるマシンタイムのキャンセルが相次いだ。

#### 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。素子や絶縁構造物の温度分布も電位分布の均一化を阻害する効果をもつが、絶縁ガスの循環冷却の取り組みによる解決を試みている。温度上昇も抑制され、加速高電圧のドリフトを抑える効果も認められている。2019 年度の加速器定期点検では絶縁構造物や保護ギャップ電極に顕著な放電痕は見出せなかった。前年度、多段倍電圧整流回路(Schenkel 回路)の負荷電流が不安定になる現象が観察されたが、高周波トランスタンク内で高周波フィードラインの中継端子や保護ギャップ電極を支える絶縁支柱の放電が確認され、絶縁支柱の交換を行った。しかし、定検直後に行った昇圧試験では印加電圧設定 4.8MV で放電を起こした。その後の電圧校正の結果から放電時の実電圧は 4.98MV に相当した。加速管のコン

<sup>\*1</sup>(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。

ディショニングが十分進まない状態で昇圧を行ったためと考えられる。2020年度は加速電圧の上限を4MVに設定することとした。

2020年度のマシンタイムは2020年4月から2021年1月まで行われた。タンデム加速器の加速高電圧発生時間は3703時間であった。前年度の3879時間より運転時間が減少したが、新型コロナウイルス感染症に対してとられた緊急事態宣言の措置によるマシンタイムのキャンセルが影響している。

重イオン源から引き出し可能イオン種の多様化の試みが行われている。特にERDA法による分析精度の向上のため重要である。2020年度はClビームの引き出し、加速が行われた。

タンデム加速器を入射器としてシンクロtron利用実験は順調に行われている。ビームラインの電磁石シャント抵抗の冷却水漏洩事故が頻発するようになっておりシャント抵抗の空冷化を進めている。シンクロtron開発に関しては高周波加速制御系の開発が行われており、稿を割き詳細に報告する。

### タンデム加速管放電

定検後の昇圧において、タンデム加速管内壁のコンディショニングが十分でない状態で荷電変換ガス(アルゴン)を導入し、5.05MVを目標とする昇圧を行ってしまった。荷電変換ガスの導入により、加速管内壁の耐圧の向上は見られるのだが、4.8MV設定(その後の弾性散乱運動学による電圧校正の結果、4.98MVの電圧が印加されていたことが判明)で加速管内放電による地絡を引き起こした。絶縁物への影響の可能性を鑑み、2020年度は加速電圧の上限を4MVに設定することとした。

加速管放電により、加速用高周波発振器の発振管グリッドドライバーの故障を引き起こした。発振器は真空管1球による増幅回路であり、高周波全波増幅を行うため全振幅以上のDCバイアス11kVを印加している。2021年度に半導体を用いたフルブリッジインバーター化を計画していて、放電時のダメージの抑制が期待される。

### 重イオン源から塩素、バナジウム引き出し試験

現在エネ研で用いられているイオンビーム分析手法のうち、軽元素分析には弾性反跳粒子分析(ERDA)が用いられる。1次ビームにより大きな質量数の重イオンを用いれば、測定可能な反跳粒子の質量範囲が増え、エネルギー分解能の向上も見込まれる。2020年度は塩化銀+銀混合ターゲットを製作し、塩素負イオンの引き出し、加速、およびビーム利用を行った。しかし、ハロゲンイオンはイオン化効率が高く、イオン源内に長く止まりコンタミナントとなるため、他の重イオン引き出し効率を損ねてしまう。マシンタイムの編成に留意が必要である。

バナジウム合金への中性子照射のシミュレーションのため、自己イオンであるバナジウムビームの利用も試みられた。電子親和力が低く、ステンレスの構成元素であるニッケルやクロムのコンタミナントによりイオン化効率が抑えられ、実用にはいたらなかった。

### 電磁石電源冷却水漏れ

一部の電磁石電源において、電流計測制御用のシャント抵抗から冷却水が漏れるトラブルが頻発してきている。シャント抵抗を空冷方式のものへの交換をスタートした。

### 結言

タンデム加速器加速高電圧を分割する素子の抵抗値管理、加速器タンク内の絶縁ガス循環冷却などによる絶縁構造物上での電位分布の一様化の試みは放電を抑制し、高電圧の安定化に一定の効果を見出している。定期点検において十分な加速管コンディショニング時間がとれないことにより加速管内放電を引き起こしてしまった。タンデム加速器の絶縁性能維持のため、定期点検における点検項目が増えている、そのために耐高電圧コンディショニングの時間が十分に取れないという撞着に陥っている。

重イオン源の開発が行われている。塩素ビーム利用は容易であるが、マシンタイム編成を工夫しなければコンタミナントとしてイオン源内に長く滞留することになる。バナジウム利用の可能性も探られたがステンレス構成元素によりマスクされてしまうなど実用化には至らなかった。

2020年度は、新型コロナウイルス感染症の感染拡大により実験キャンセルなどマシンタイムに影響がでた。一部の実験は照射の請負で行うことができたが、今後、リモートによる実験遂行に対応できる体制作りも必要となるかもしれない。

## 2.6.1.2

シンクロtron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、田村文彦\*3

Tetsuro KURITA and Fumihiko TAMURA

## Abstract

A new RF control system is currently under development. By using FPGA (Field Programmable Gate Array), digital signal processing is utilized all over the system. The current RF control system has become too old to be continuously maintained. With solving problems of current system, the new system follows recent technological trends.

The new system utilizes MicroTCA.4 platform and AMC boards developed by Mitsubishi Electric TOKKI Systems Corporation. Off-beam test is in process. In the report, overview of the new system and off-beam commissioning of RF voltage feedback system 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tronの高周波加速制御系を開発している。老朽化し、保守が困難になったこれまでのシステムの問題点を解決し、今後、継続的に保守が行えるように、近年の技術動向に追随したシステムを構築した。新システムではMicroTCA.4をプラットフォームとし三菱特機システムによって開発されたAMCボード<sup>5)</sup>を用いる。現在、試験中であり、システムの概要および空洞電圧フィードバック制御系のオフビームでの調整について報告する。

## 緒言

シンクロtronの高周波加速制御系(LLRF:Low Level RF)の更新に取り組んでいる。現有のLLRF系は、建設当初から原発振器としてDDS(Direct Digital Synthesizer)を用い、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<sup>1)</sup>や、位相ノイズの低減による加速効率の向上<sup>2),3)</sup>などに取り組んできた。しかし、現在、DDSが故障したら修理ができない状況にある。アナログ回路で構成されているフィードバック制御系やビーム位置モニター信号処理系に経年劣化が原因と思われる故障がたびたび発生しており、今後の維持が困難な状況にある。

また、現有システムの様々な問題点も明らかになってきた。2倍高調波は逡倍回路を用いたアナログ回路で生成されている。位相および振幅がフィードバック制御されておらず、周波数特性が安定しないため精密な調整ができない。ビーム位置モニター信号の演算に使われているAM/PM変換回路は演算結果が入力信号レベルに依存するという問題がある。

上記の問題点を克服し、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。J-PARCで開発されたLLRF制御系<sup>4)</sup>を参考に設計している。

MicroTCA.4をプラットフォームとして三菱特機システムによって開発されたAMCボード<sup>5)</sup>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EPICS<sup>6)</sup>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。

施設のタイミングシステムからのクロック10MHzを15逡倍して、システムクロックとして使用する。従来のシステムではB-Clock(偏向電磁石磁場変化値をデジタル化したもの)で周波数を更新するシステムであったが、T-Clock(施設のタイミングシステムに同期した、周期的なクロック)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IQ復調器で搬送波と同相成分(I信号)と直交成分(Q成分)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次までの高調波の重畳に対応している。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。

\*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、\*2(国研)日本原子力研究開発機構・J-PARCセンター  
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。

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。このため、AM/PM 変換回路のような入力信号レベルの依存性は発生しないはずである。

AD 入力の都合で、二つの 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。もう一つの AMC ボードは、6 台の BPM の信号を処理する。2020 年度末に製作が完了している。

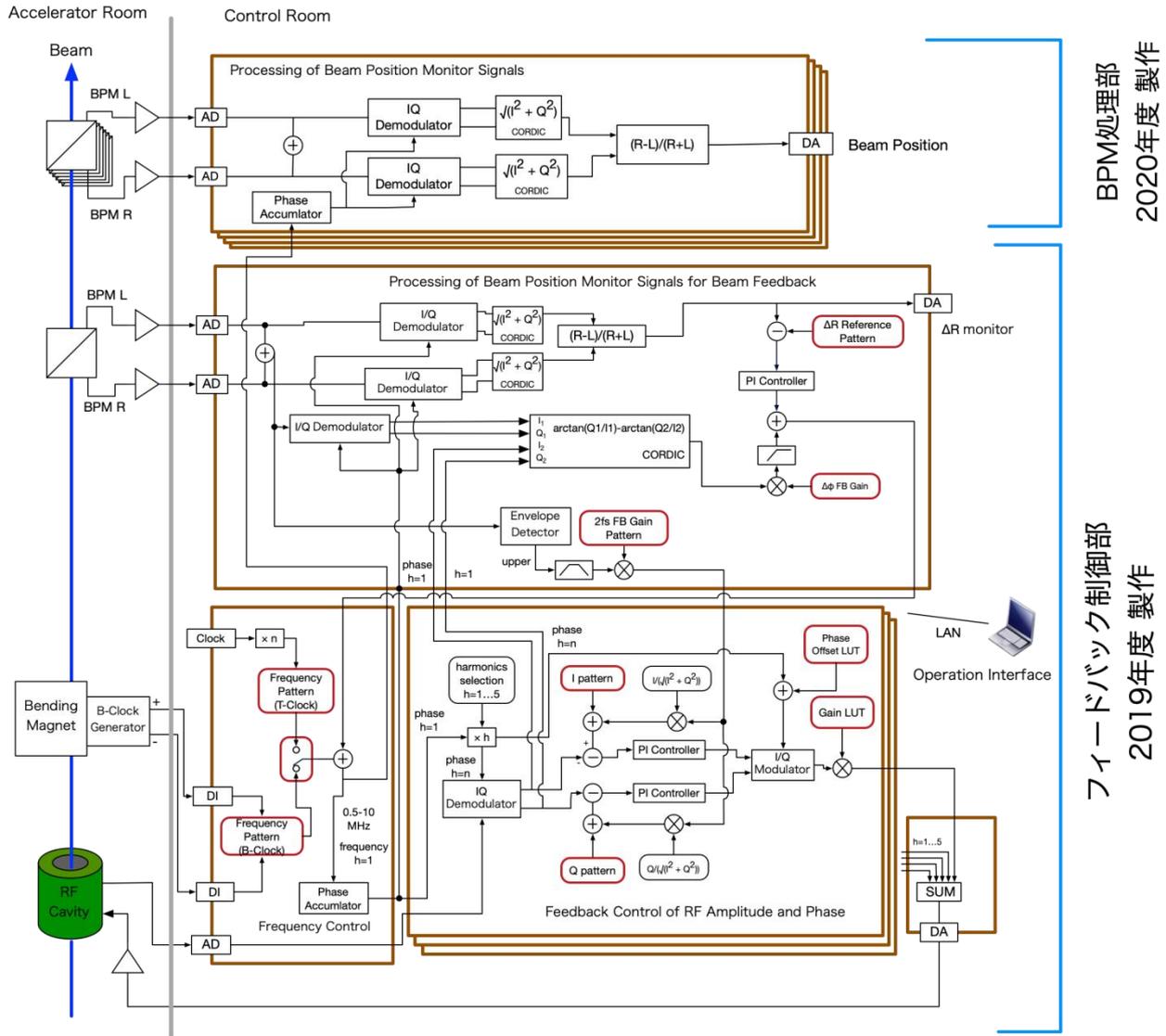


図1 新高周波加速制御系の概念図

### ゲイン/位相オフセット LUT

オフビームでの調整及び試験状況を報告する。測定セットアップを図2に示す。

実際に空洞に発生させた電圧および位相を設定どおりにフィードバック制御を行うためには、ケーブルおよび空洞、高周波アンプの周波数特性を補正する必要がある。そのために、周波数をアドレスにした LUT(Lookup Table)を用いて、制御系からの出力の振幅と位相を補正する。

LUT の作成のため、まずはゲインオフセット LUT に 0 を設定し、ゲイン LUT は 1 を設定する。基本波の I/Q 振幅をデジタル値で(I,Q)=(5000,0)と設定して、フィードバック OFF の状態で周波数 0.5MHz から 10MHz まで

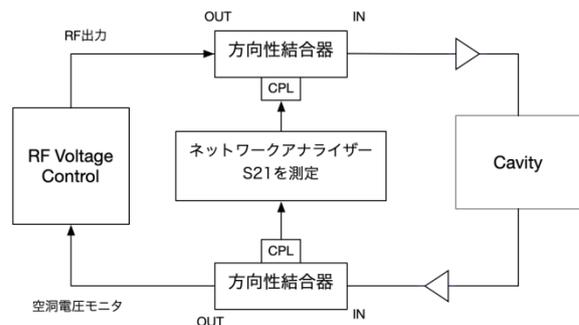


図2 オフビーム試験のセットアップ

300点でI/Q値を取得した。測定したI/Q値およびI/Q値から算出した振幅と位相を図3に示す。I/Q値は振動するように変化し、これはシステムの伝達関数の位相が周波数に伴い変化していることを示している。もっぱらケーブルによる遅延が原因と考えられる。振幅も周波数が高くなるとともに、減衰していく。ケーブルや空洞などの周波数特性が表れていると考えられる。

全域にわたって、位相が0になるように位相オフセットLUTを生成した。同様に、振幅が一定になるようにゲインLUTを生成した。LUTを適用した後のI/Q値の測定およびそれから計算される位相を図4に示す。全域にわたってI/Q値が一定になり、位相も0で一定になっていることがわかる。

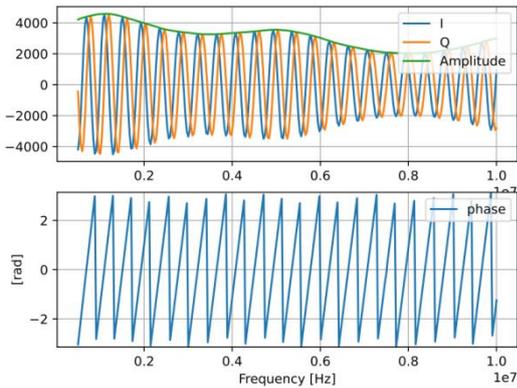


図3 LUT設定前のI/Q値の周波数特性

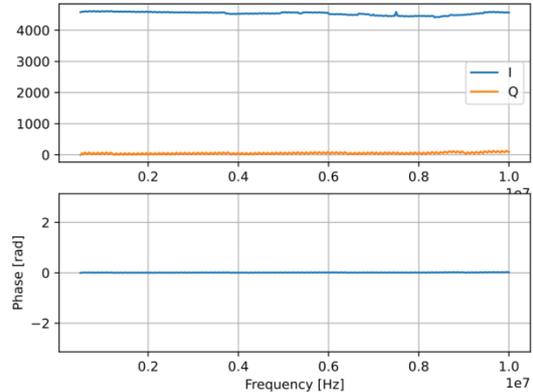


図4 LUT設定後のI/Q値の周波数特性

### 閉ループでのフィードバック制御の測定

図2のセットアップで、基本波のI/Q振幅をデジタル値で(I,Q)=(0,0)と設定し、フィードバックONにして、ネットワークアナライザのS21測定モードでフィードバック制御系に外乱を与え、その時の応答を測定した。周波数は1MHzと9MHzで測定した。設定した周波数で外乱を抑制できれば、フィードバックが動作していることになる。

フィードバック制御系にはPI制御を用いている。適切なPゲインとIゲインを探索した。また、同期検波に用いられるローパスフィルター(LPF)として2 stage Tracking CIC (Cascade Integrator Comb)<sup>7)</sup>とTracking CICとLeaky Integrator(LI)(k=10)の組み合わせを比較した。

同期検波におけるLPFの役割は、選択した高調波以外の信号とノイズを除去することにある。Tracking CICは、CICフィルターのノッチを周回周波数に追従させるフィルターであり、効果的に搬送波を除去できる。Leaky Integratorは少ない演算数で実装できるLPFである。Leaky Integratorの回路図を図5に示す。

測定結果を図6,7に示す。1MHzのところには鋭い谷が発生し、フィードバック制御によって外乱が抑制されていることがわかる。谷が広く、その周りの盛り上がりが少ないPIゲインとして、(P, I) = (0.297, 4e-4)を選択している。

2 stage Tracking CICの場合、9MHzでは谷の周辺の盛り上がりが大きくなり、Pゲインを上げられない。Tracking CICが周波数とともに帯域が大きく変化していることが示唆される。周波数によらず一定したPIゲインを用いるには、Tracking CICとLeaky Integratorの組み合わせが良いと考えられる。

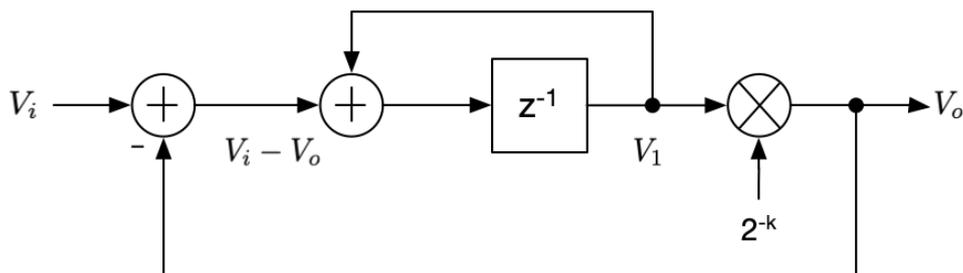


図5 Leaky Integratorの回路図

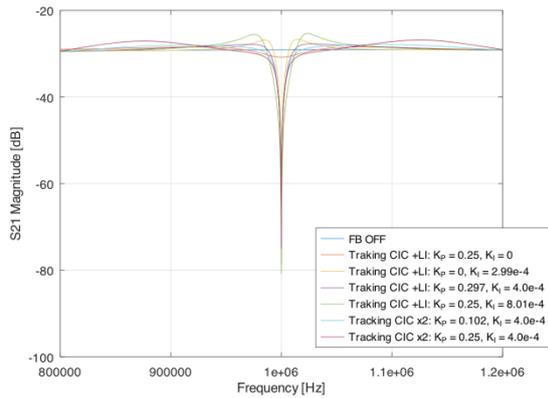


図 6 1MHz のときの閉ループゲインの比較

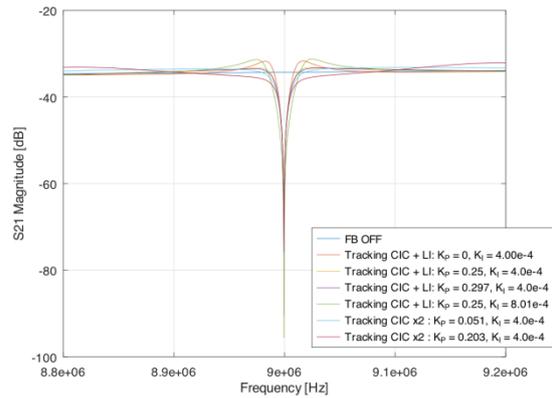


図 7 9MHz の時の閉ループゲインの比較

## 結言

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を制作した。オフビームの調整でゲイン/位相オフセットの調整を行い、ケーブルおよび空洞、高周波アンプの周波数特性を補正することができた。閉ループゲインの測定を行い空洞電圧フィードバック制御系の動作を確認した。PI ゲインの探索および同期検波に用いられるローパスフィルターとして、2 stage Tracking CIC と Tracking CIC+Leaky Integrator を比較し、Tracking CIC の Leaky Integrator の組み合わせが好ましいことが分かった。

今後、ビーム位置モニター制御系の試験および、オペレーションインターフェースソフトウェアの開発を行う。

## 参考文献

- 1) 栗田哲郎、若狭湾エネルギー研究センター研究年報、15、55 (2012)
- 2) 栗田哲郎、若狭湾エネルギー研究センター研究年報、18、63 (2015)
- 3) 栗田哲郎、若狭湾エネルギー研究センター研究年報、19、72 (2016)
- 4) F. Tamura *et al.*, Proceedings of the 14th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, 241 (2017)
- 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) J. Molendijk, Proceedings of the 2017 Low Level RF Workshop, 0, (2017)

## 2.6.1.3

## マルチバンド RFKO 法による取出ビームの詳細評価

## Detailed Evaluation of Beam Extracted by a Multiband RFKO Method

中西哲也\*1、奥川雄太郎\*1、塩川智也\*1、栗田哲郎\*2

Tetsuya NAKANISHI, Yutaro OKUGAWA, Tomoya SHIOKAWA and Tetsuro KURITA

## Abstract

A spot scanning irradiation for a cancer therapy using a synchrotron requires a fast beam-on/off control as well as a uniform spill structure. An RF-knockout extraction using a multiband spectrum for this purpose has been performed with a synchrotron at WERC. Following a proof-of-principle experiment in 2018, beam experiments were performed in detail on the effect of beam bunching on spill, characteristics of beam switching, and so on, and expected results were obtained.

## 要約

粒子線がん治療のためのスポットスキニング照射は、シンクロトロンからのビーム取出しにおいて一様なスピルだけでなく高速のビーム on/off 制御が必要とされる。この目的のために、マルチバンドスペクトルの高周波電界を使ったビーム取出し法のビーム実証試験をエネ研のシンクロトロンを用いて行った。2018 年度の原理実証試験に続き、2020 年度は周回ビームのバンチングがスピルに与える影響や高速ビーム on/off の特性等について詳細にビーム実験を行い、期待していた結果が得られた。

## 緒言

シンクロトロンは粒子線がん治療装置として用いられているが、最も効果的な照射方法であるスポットスキニング照射を行う場合、一様なスピル強度で高速にビーム on/off する必要がある<sup>1)</sup>。それを目的にベータトロン共鳴周波数の高次の成分を含んだマルチバンドスペクトル(MB スペクトル)の高周波信号(カラーノイズ信号(CN))を使った高周波ノックアウト(RFKO)によるビーム取出し法を開発してきた。2018 年度にエネ研のシンクロトロンを使って原理実証試験を行い<sup>2)</sup>、2019 年度は高速にビームを on/off できることを実証する実験を行うとともに、本取出し法の高度化の研究を行った。今年度は、本取出し法によるスピルの特性を詳細に調べるために、周回ビームのバンチングがスピルの一様性に与える影響やビーム on/off に与える影響を実験的に調べた。加速粒子は炭素 55MeV/u である。

本論文では、これらの実験結果とシミュレーション結果について報告する。

## マルチバンド RFKO システムの概要

RFKO システムのプロトタイプ機のブロック図を図1に示す。MB スペクトルの CN 信号は、デジタルフィルター法を使ってデジタルデータを作成し、ワークステーション(WS)内のデジタル-アナログ変換器(DAC)のメモリーに保存し、そのデータを外部クロックにより電圧として出力する。DAC のメモリー容量は有限であるため、今回は 8 万ターン分のデータを使い、それを繰り返し出力させる。1ターン当たりのデータ数は 84 であり、クロック周波数は 250 MHz となる。10 個の共鳴周波数帯を含めるために必要な全周波数帯は、炭素 55 MeV/u の場合は 1 MHz から 14 MHz である。従って、高周波波形のデジタル化にあたっての最大周波数成分に対するサンプリング数は  $250/14 \approx 18$  であり十分に大きい。

WS からの CN 信号は、ローパスフィルター(LPF)を通して RF スイッチに入力され、ビーム取り出し時間の間だけ出力される。そして分配器により、位相が 180 度異なる信号として、それぞれ 40 W の広帯域アンプ、IT、APN を通して各電極に入力される。APN は広い周波数帯にわたって一定の電圧を RFKO 電極に印加するための回路で、IT はインピーダンス変換回路(電圧昇圧回路)である。今回の実験では IT、の電圧変換率は 1:4 と 1:5 の 2 つの

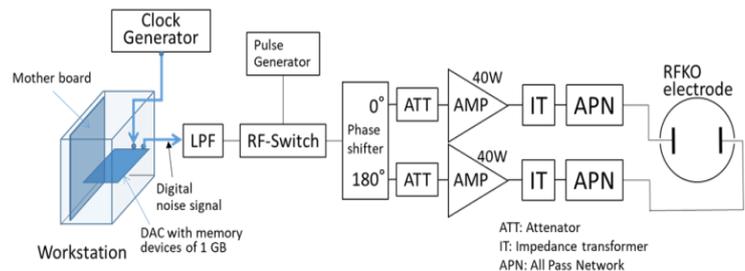


図1 マルチバンド RFKO システムのブロック図

\*1 日本大学・生産工学部・電気電子工学科、\*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  
本研究は、日本大学と(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。

回路を試作し、APNもそれに合わせて開発した。図2はそれぞれの RFKO システムを WERC の RFKO 電極に接続して高周波プローブで電圧を測定した結果をもとに推定した電極電圧の推定値である<sup>3)</sup>。プローブで直接測定するとプローブの静電容量の影響で正確には測定できないため、補正が必要である。

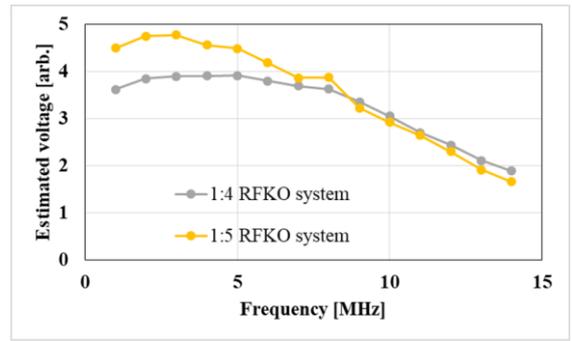


図2 WERC 電極電圧の推定値

### ビーム実験結果

#### 測定データからノイズとリップルの影響除去

取り出しビーム(スピル)信号には電氣的ノイズが含まれ、さらに、シンクロトロン内の偏向電磁石や四極電磁石の電源出力電流のリップルによりセパトロクスが変動しスピル強度が変動する。これらは、ビームシミュレーションとの比較に影響を与えるため、測定データからそれらの成分を除去した。具体的には、ノイズ除去に関してはビーム on 時と off 時の取得データをフーリエ変換し、得られた周波数スペクトルからノイズにあたる成分を0にした。図3にバンド数10でノイズ除去を行う前と後のスピル構造を示す。明らかにノイズ成分が減少していることが確認できる。

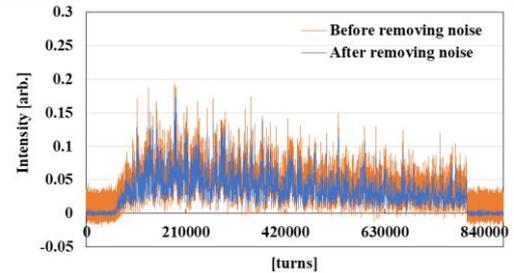


図3 測定データ(橙)とノイズ除去したデータ

リップルの影響に関しては、ノイズ成分を除去した周波数スペクトルから電流リップル成分である60Hzの高調波成分を除去した。図4にノイズ除去後のリップルの影響除去前後のスピル構造を示す。リップルの影響を除去することで、スピルの強い成分が抑えられており、全体としてスピルのばらつきが小さくなった。次節からのスピル図はすべてリップルの影響も除去したものである。

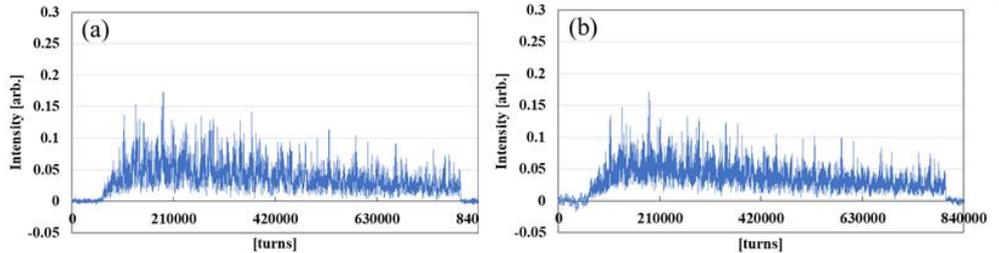


図4 リップルの影響を除去する前(a)と後(b)のスピル(バンド数10)

#### バンド数によるスピル構造の変化

バンド数1の場合のスピルを図5に示す。バンド数10の図4と比べると、明らかにスピル強度の変動は大きいことが分かる。ここで、図4と5の縦軸が異なることに注意してほしい。また、バンド数1と10のスピルの拡大図を図6に示す。バンド数を10とすることにより、スピルの変動は明らかに小さくなっていることがわかる。バンド数を1から10まで変化させたときのスピル強度のばらつき標準偏差を図7に示す。同図にはシミュレーション結果も示した。標準偏差の計

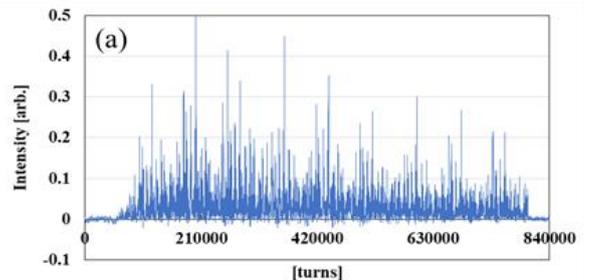


図5 バンド数1のときのスピル構造

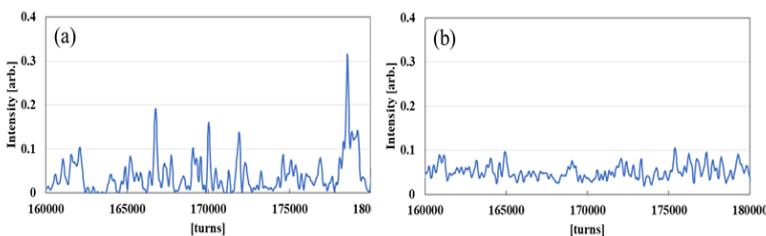


図6 バンド数1(a)と10(b)のときのスピル

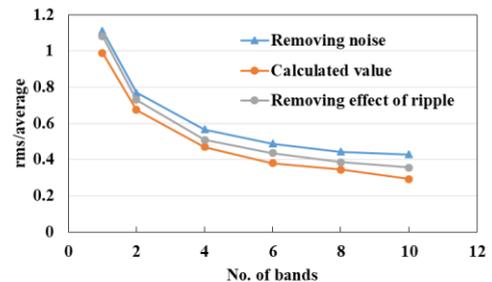


図7 バンド数に対する標準偏差

算は、12万から36万ターンの区間を2分割し、それぞれの区間で標準偏差/平均値を求めて平均した。ノイズ除去を行ったものに対してリップルの影響を除去した結果は、全バンドで偏差が計算値に近づいた。

### バンチングによるスピルのばらつきの変化

バンチングがスピルのばらつきに与える影響を調べるために加速 RF 電圧を変化させ、スピルを測定した。バンド数 1 と 10 に対して加速 RF 電圧(設定値)が 10V から 400V までのスピルを測定し、そこから偏差を求めた。ここで RF 電圧は RF 制御システムを保護するために最低 10V で運転している。図 8 に RF10V と 400V のときのスピルをバンド数 1 と 10 に対して示す。バンド数 1 では、RF 電圧を大きくすることで強い成分が抑えられている。これは他の取り出し法でも確認されている現象で、周回ビームがシンクロトロン振動することでチューンが変化し、結果的にスピル強度の変動が抑えられると考えられる<sup>4)</sup>。一方バンド数 10 では加速 RF 電圧によってほとんどスピルに変化は見られなかった。

図 9 に加速 RF 電圧に対するスピルの標準偏差/平均値を示す。バンド数 1 では加速 RF 電圧が 200V 以上では偏差に変化はなかった。これは、周回ビームの運動量

分散に相当する RF バケットハイト以上ではほぼ全ての周回粒子はシンクロトロン振動するためだと考えられ、200 V 相当の RF バケットハイトはビームの運動量分散よりも十分に大きいと考える。また、RF 電圧を大きくしてもバンド数 1 の偏差はバンド数 10 ほど改善されなかった。これはバンド数 1 の加速 RF 電圧 10V に見られる周期的な強い成分がシンクロトロン振動と与える効果に対して大きいためだと考えられる。バンド数 10 では RF 電圧を変化させてもスピルのばらつきがほとんど変化しなかったことから、マルチバンド CN にすることでバンチングしなくても一様なビーム取り出しが行えることを確認した。

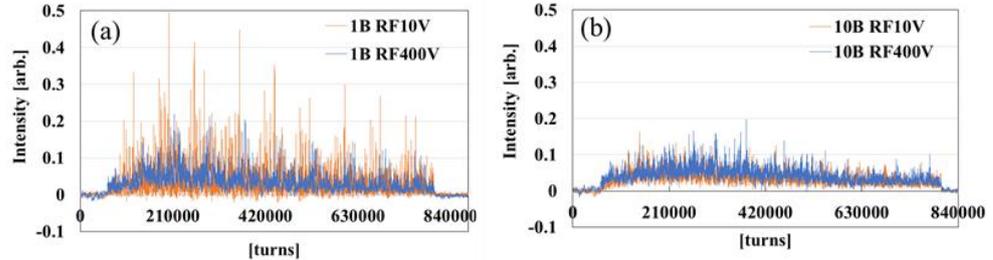


図 8 加速 RF 電圧 10V と 400V のときのスピル。バンド数 1(a)と 10(b)

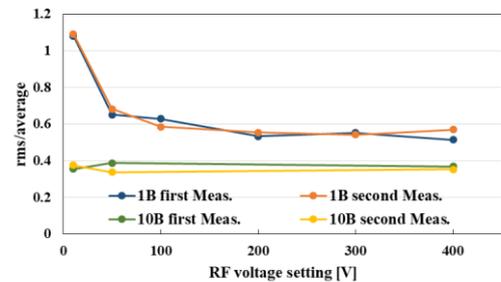


図 9 加速 RF 電圧 vs スピルのばらつき

### ビーム on/off 実験結果

RF スイッチにより CN を on/off したときのスピルの変化を図 10 に示す。スイッチの周期は 5 ms、off 時間は 4 ms である。同図には加速 RF 電圧が 10 V から 160 V の結果が示されている。測定結果はオシロスコープで 32 回のアベレージをかけている。スイッチを off した後、60  $\mu$ s の間出射が普通に続き、その後スピルは急激に減少し、その後、加速 RF 電圧に関係した時間で徐々に減少する。急激な減少の量は加速 RF 電圧が小さいほど大きく、その後の減少は加速 RF 電圧が小さいほど緩やかである。CN-off 後の通常に取り出しが行われる時間幅と急激な減少波形は加速 RF 電圧に関係していないことが分かる。

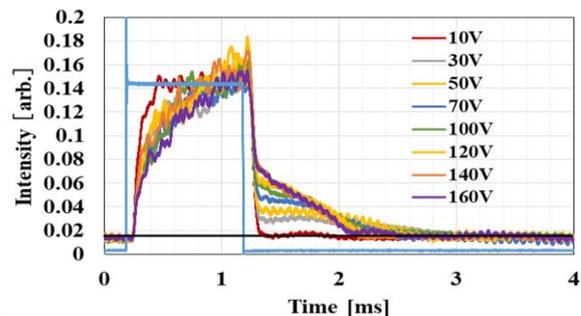


図 10 CN-on/off 時のスピルの変化。  
矩形波は RF スイッチ波形。

加速 RF 電圧 10 V のとき CN-off 時付近の拡大図を図 11 に示す。CN-off 後 60  $\mu$ s の間普通に取出され、その後 80  $\mu$ s かけてゼロになる。シミュレーション結果を図 12 に示すが、それらの時間は 10  $\mu$ s、16.5  $\mu$ s で実験結果に比べはるかに短い。測定値と計算値の違いの原因の一つに線量モニタの応答速度がある。線量モニタに矩形パルスを入力して時間遅れを測定した結果、信号 off して 10  $\mu$ s 遅れて減少が始まり、その後 25  $\mu$ s かけて急激に減少した。従って、スイッチ off 後普通に取出される時間 60  $\mu$ s はシミュレーション結果(10  $\mu$ s)と線量モニタの信号処理回路の時間遅れ(10  $\mu$ s)の和よりも大きく、違いの原因は不明である。

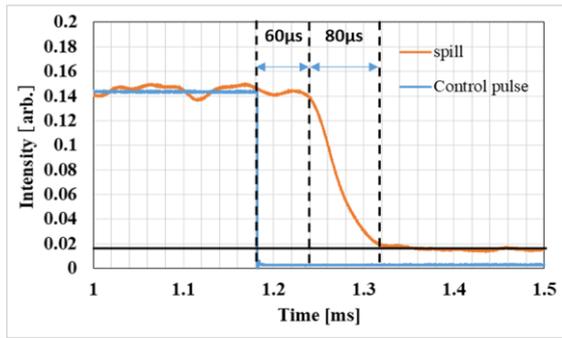


図11 加速 RF 電圧 10V のときのスピルと RF スイッチ波形(青)

スピルが減少する  $80 \mu s$  は、線量モニタのイオン収集時間 ( $90 \mu s$ ) と信号処理回路の応答時間によるものと考えられる。従って、加速 RF 電圧がゼロにできて、高速応答の線量モニタを使用すれば、 $100 \mu s$  程度以下でビーム off できると考えられる。

次にスイッチング実験結果からシンクロトン振動の周期を求めた。図 10 で示したなだらかなスピルの減少はシンクロトン振動によるものと考えられる。加速 RF 電圧をかけることで粒子はシンクロトン振動し運動量分散が変化する。それに伴いチューンも変化するためセパトリクス付近にいた粒子は CN-off 後も徐々に取り出される。この減少の時間はシンクロトン振動の一周期に等しいと考えられる。シンクロトン振動数は加速 RF 電圧のルートに反比例するため、電圧が高いほど周期は短くなり、スピルがゼロになるまでの時間が短くなる。図 10 はその傾向を示していることが分かる。それぞれの RF 電圧に対して、なだらかな減少の始点と終点からそれらの時間を求めた。一例として加速 RF 電圧 160 V の結果を図13 に示す。それぞれの結果を図 14 に示す。同図には今回の実験とは異なる方法の  $\Delta \Phi$  測定の結果と計算結果も示した。 $\Delta \Phi$  測定結果とスピル減少から求めた結果が大体一致していることが分かる。

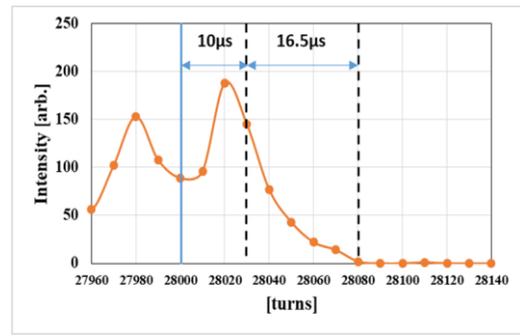


図 12 CN-off 時付近のスピル計算結果

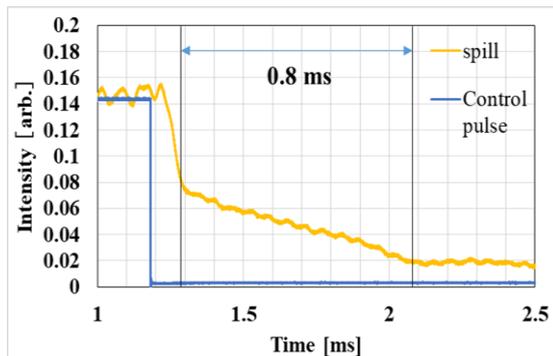


図 13 加速 RF 電圧 160V のときのスピルの減少

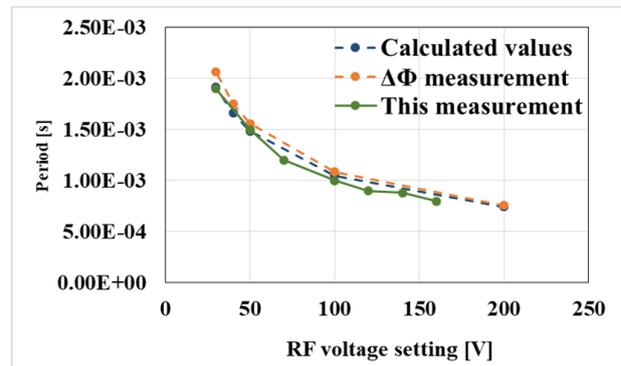


図 14 加速 RF 電圧 vs シンクロトン振動周期

## 結言

マルチバンド CN 信号を使って取り出されたビームを詳細に評価した。ビームシミュレーションから推測した通り、バンド数 10 では周回ビームのバンチングに関係なく強度変化の少ないスピルが得られることを示した。また、 $100 \mu s$  程度以下の高速ビームスイッチングが高速応答の線量モニタを使用すれば達成できる可能性を示した。

## 参考文献

- 1) Th. Haberer, W. Becher, D. Schardt, G. Kraft, Nucl. Instr. and Meth. A 330 (1993) 296
- 2) T. Yamaguchi, Y. Okugawa, T. Shiokawa, T. Kurita, T. Nakanishi, Nucl. Instr. and Meth. B 462 (2020) 177-181
- 3) T. Shiokawa, Y. Okugawa, T. Kurita, T. Nakanishi, Nucl. Instr. and Meth. A 1010 (2021) 165560
- 4) K. Noda, et al., Nucl. Instr. and Meth. A 492 (2002) 241-252

## 2.6.2. 加速器利用分析技術の開発・高度化

## 2.6.2.1

DLC 膜の医用応用のための親水性制御に関する研究  
 Wettability Control of DLC Films for Medical Applications  
 木野村淳<sup>\*1</sup>、鈴木耕拓<sup>\*2</sup>、中尾節男<sup>\*3</sup>  
 Atsushi KINOMURA, Kohtaku SUZUKI and Setsuo NAKAO

## Abstract

DLC (diamond-like carbon) thin films formed by various deposition conditions followed thermal treatments have been compared with H-density measurements by ERDA and nanostructure characterization by positron annihilation spectroscopy as well as wettability (contact angle) measurements. Doppler broadening measurements of annihilation  $\gamma$ -ray show that the DLC thin films have a similar type of positron trapping sites. Positron annihilation lifetimes show that positron lifetimes increase with decreasing H densities. There is no clear correlation between contact angles and positron lifetimes except for the influence of Si doping. Validity of DLC thin films as standard materials for ERDA measurements was also reported.

## 要約

様々な成膜条件で形成した DLC(ダイヤモンドライクカーボン)系薄膜とそれらを熱処理して改質をした薄膜を対象として、ERDA 法による水素量測定、陽電子消滅分光法によるナノ構造解析を行い、濡れ性(接触角)との比較検討を行った。陽電子消滅ガンマ線のドップラー広がり測定において、異なる種類の膜であっても類似の陽電子捕獲サイトを持つことが示された。また、陽電子寿命は H が減ると陽電子寿命が大きくなる傾向があった。接触角と陽電子寿命の間には明確な傾向は示されなかったが Si 添加がその特性に影響を与えることが示された。また、DLC 薄膜の ERDA 測定中の水素脱離が無視できる程度で同材料が標準試料として使える可能性を示した。

## 緒言

炭素系新材料である DLC 膜は、耐摩耗性や摺動性向上などの各種機械特性向上を目的とした機械材料のコーティング膜として幅広く研究開発が行われている。近年、それに加えて、カテーテルやステントなど医用材料としての応用も研究が進められてきた。このような医用材料に要求される重要な性質に抗血栓性が挙げられる。その性質は、材料組成や材料表面の親水性・疎水性、ナノ表面構造に関わることが知られている。DLC 表面の親水性に関しては、成膜パラメータや化学的組成などの相関を調べる研究が行われてきたが、その起源については十分に理解されていない。本研究では、材料中の陽電子消滅分光で得られるナノ空隙に関する情報と ERDA 測定で得られる水素量に着目して、ナノ構造と親水性との相関関係を調べ、DLC 膜の親水性発現に関わる材料物性に関する基礎研究を実施した。

## 方法

DLC 系薄膜は、産業技術総合研究所中部センターで成膜した。高電力パルススパッタ(High Power Impulse Magnetron Sputtering : HiPIMS)とプラズマイオン注入装置(Plasma-Base Ion Implantation: PBII) を組み合わせた PVD-CVD(物理蒸着-化学蒸着) ハイブリッドシステムを用いて、Si 基板上に H、Si などを含む様々な組成・構造の DLC 系薄膜を作成した<sup>1)</sup>。昨年度より DLC 及び PLC(ポリマーライクカーボン)とそれらに Si 添加したものに対象を絞り、熱処理を行いながら試料の変化を調べた。膜の親水性は、接触角計を用いて測定した。薄膜試料中の H の絶対量を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、ERDA(Elastic Recoil Detection Analysis)法により実施した。膜厚は表面粗さ計で測定し 300 nm 前後である。そして、試料のナノ構造(ナノ空隙)に関しては、陽電子消滅分光測定(ドップラー広がり測定と陽電子消滅寿命測定)を京都大学複合原子力科学研究所の低速陽電子ビームラインで実施した<sup>2)</sup>。また、表面の微細構造に関する情報を得るため、AFM(原子間力顕微鏡)による観察を行った。

<sup>\*1</sup>京都大学・複合原子力科学研究所、<sup>\*2</sup>(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、<sup>\*3</sup>産業技術総合研究所・構造材料研究部門

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京都大学および産業技術総合研究所と共同で実施したものである。

## 結果と考察

図1に3種類のDLC系薄膜(DLC、Si-DLC、Si-PLC)とグラファイトの陽電子消滅分光測定でのSパラメータのエネルギー依存性(S-E曲線)を示す。薄膜はSi基板上に形成されており、図では2~4 keV程度のエネルギー範囲が膜のSパラメータを反映している。膜のSパラメータの値は0.49から0.54程度の範囲で変化し、すべてCを中心とした材料にも関わらず材料間で大きな変化を示している。これは、Si-PLCでのみポジトロニウムが形成されることを除けば、H、Siの影響によるものと考えられる。すなわち膜構造あるいは陽電子消滅サイトの違いによりSパラメータが変化している。各試料のドップラー広がりエネルギー依存性測定から得られたSパラメータを横軸、Wパラメータを縦軸とするS-W相関図を作成したところ、グラファイトとスパッタ成膜C膜のS-W値分布を結ぶ直線上にSiを含まないDLC薄膜のS-W値が分布し、これらの材料は類似の陽電子消滅サイトを持つことが示された。一方、Siを含むDLC系薄膜のS-W値はこの直線から外れた傾向を示し、陽電子消滅サイトの性質が異なることも示された。

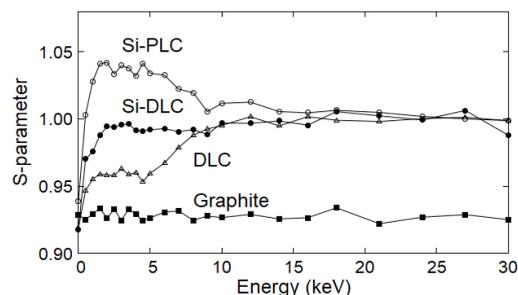


図1 DLC系薄膜及びグラファイトのS-E曲線

熱処理なしの試料、400℃及び800℃熱処理をした試料に対して陽電子寿命測定を行い、その温度依存性を調べ、さらにERDA測定で得たH量との間で相関関係を調べた。膜の種類によって、H量と陽電子寿命の関係は異なるが、同じ種類の試料の温度依存性を比較すると、すべての試料でH量は、(熱処理なし) > (400℃) > (800℃)の傾向を示し、熱処理温度が高いほどHの脱離が起きている。さらに、Hの脱離に伴い陽電子寿命の増加が見られた。一方、同様の比較を、陽電子寿命と接触角との間で行ったところ、Si添加の有無によって相関図で異なる位置にデータ点が現れたが、それ以外には明確な相関関係は見られなかった。これは接触角測定のエラーバーが大きいことも一つの理由で、接触角測定を精度を上げるか、大きな接触角の差を持つ試料を比較することが望まれる。

ERDA測定では、測定中に脱離するH量を把握するため、一つの試料について複数回(通常4回から5回)の測定を行い、H量のHe照射量依存性から照射前のH量を外挿して計算する。本研究を進める中で、多くの種類のDLC系薄膜では、ERDA測定中のH量低下が無視できる程度であることが確認された。このため、H量を校正したDLC系薄膜は二次標準として使える可能性がある。4種類のDLC系薄膜試料(PLC2種、DLC、GLC(グラファイトライカーボン))に対してERDA測定を行い、測定されるH量のHe照射量依存性を示した結果を図2に示す。今回測定した中で最もH量が多かったPLCでは、若干のH量の低下が起きるが、PLC2、DLC、GLCに関しては、H量の低下は見られない。このような試料であれば、複数回測定や初期H量の計算をする必要がなく、ERDA測定用の標準試料としては適した特性を持っていることが分かった<sup>3)</sup>。

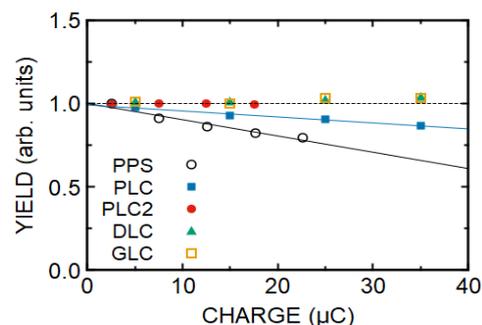


図2 DLC系薄膜のERDA測定におけるH検出量のHe照射量依存性

## 結言

多様なDLC系薄膜のH量、陽電子ドップラー広がり、陽電子寿命、接触角などを調べてそれらの関連を調べた。その結果、成膜条件や熱処理条件が異なる膜であってもS-W相関図上では膜のデータ点は一つの直線上に沿って分布し、類似の陽電子捕獲サイトを持つことが示された。陽電子寿命はH量と相関があり、Hが減ると陽電子寿命が大きくなる傾向が示された。接触角と陽電子寿命の間には明瞭な傾向を示さなかったが、H量やSi添加がその特性に影響を与えることが示された。また、DLC薄膜のERDA測定中の水素脱離が無視できる程度で同材料が標準試料として使える可能性を示した。

## 参考文献

- 1) S. Nakao et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, 307, 333 (2013)
- 2) M. Nakajima et al., Rev. Sci. Instrum. 91, 125109 (2020)
- 3) A. Kinomura et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, 502, 54 (2021)

## 2.6.2.2

リチウム含有セラミックのイオンビーム分析  
 Ion Beam Analysis for Lithium-Containing Ceramics  
 鈴木耕拓\*<sup>1</sup>、土屋文\*<sup>2</sup>  
 Kohtaku SUZUKI and Bun TSUCHIYA

## Abstract

Lithium zirconate has a feature of absorption of water vapor and carbon dioxide in the air, and desorbs hydrogen gas with water and carbon dioxide during its heating. The mechanism of gas absorption/desorption never been well understood, therefore, ion beam analysis of lithium zirconate was performed using time-of-flight method. Element distributions at surface to inside of lithium zirconate were measured, and we suggested an absorption scenario.

## 要約

リチウムジルコネートは、大気中に放置すると、水蒸気と二酸化炭素を吸収する性質を持つ。その後加熱することにより、水蒸気や二酸化炭素と共に水素ガスを放出することが示唆されている。この吸放出過程は良く分かっておらず、イオンビーム分析から元素の振る舞いを測定することで研究を進めてきた。飛行時間測定反跳粒子検出法(TOF-ERDA)により、各元素の分布を測定し吸収過程のシナリオを提起した。

## 緒言

2050年までにカーボンニュートラルを目指すという世界的目標が掲げられ、環境にやさしい社会基盤の構築が強く求められている。そこで、生活に欠かせないエネルギー資源を石油等からクリーンエネルギー源に転換する技術開発が急務となっている。その一つの候補として水素が挙げられる。水素は燃焼後に水になるため、環境にやさしいが、クリーンな水素製造技術を開発すれば完全にクリーンエネルギーとなりうる。リチウムジルコネートなどのセラミックは大気中の水蒸気を取り込み、加熱することで水蒸気と共に水素ガスを発生する特徴を持つ。加熱に自然エネルギーを用いれば、クリーンな水素製造方法となりえる。しかしながら、水や二酸化炭素吸収過程や水素ガス発生機構はいまだに良く分かっていない。そこで、大気中イオンビームによる水素分析や<sup>1)</sup>、飛行時間差測定反跳粒子検出法(TOF-ERDA)を用いて、水素、リチウム等を測定することで元素の振る舞いを考察した。

## リチウムジルコネートのイオンビーム分析

TOF-ERDAは飛行時間とエネルギーを測定することにより、粒子の質量を特定できる手法であり、多元素を同時に測定可能である。真空中および大気中に保管したリチウムジルコネートに対してTOF-ERDA測定を行った結果、大気中に保管した試料からは炭素が検出された。さらに表面付近でリチウムや酸素の凝集が見られた<sup>2)</sup>。また、リチウムジルコネートを切断し、試料内部についても元素分布を測定したところ、内部ではリチウムの凝集は見られなかった。これらの結果から、表面で水分子の水素とリチウム置換が起こり、水酸化リチウムが生成され、さらに二酸化炭素と反応し炭酸リチウム層が形成されることが示唆された。

## 結言

リチウムジルコネートに対して、TOF-ERDA測定を行い、水素、リチウム、炭素、酸素の各分布を測定した。表面でのリチウムや酸素の凝集という特徴的な分布が得られた。このことから、リチウムジルコネートの水蒸気および二酸化炭素の吸収過程のシナリオを提起した。

## 参考文献

- 1) K. Suzuki and Y. Nakata, Nucl. Inst. Meth. B, 450, 135-138 (2019)
- 2) K. Suzuki *et.al.*, Nucl. Inst. Meth. B, 478, 169-173 (2020)

\*<sup>1</sup>(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、\*<sup>2</sup>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名城大学と共同研究で実施したものである。  
 本研究は、JPSJ 科研費 JP18K04948 の助成を受けたものである。

## 2.6.2.3

## TOF-ERDA 測定における透過型検出器炭素薄膜での散乱の影響の評価

## Evaluation of the Effect of Scattering on the Carbon Thin Film of a Transmission Detector in TOF-ERDA Measurements

安田啓介\*1、長谷川千華\*1、伊澤佳乃\*2、操谷佳奈\*1、鈴木耕拓\*3

Keisuke YASUDA, Chika HASEGAWA, Yoshino IZAWA, Kana KURITANI and Kohtaku SUZUKI

## Abstract

Transmission detectors, which are used in the TOF-ERDA system, have carbon foils. The detection efficiency of the transmission detector with is due to scattering by the carbon foil was experimentally determined. The detection efficiency for C ions in the range of 0.5–6.5 MeV was 40–100% when using a carbon foil with an areal density of 3.1  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ .

## 要約

TOF-ERDA 測定における透過型検出器カーボンフォイルでの散乱に起因する検出効率を実験的に求めた。面密度が 3.1  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  のカーボンフォイルを用いたときの 0.5～6.5 MeV の C イオンに対する検出効率は 40～100% だった。

## 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。元素分離が可能、かつ優れた深さ分解能で分析を行うことができ、薄膜中の軽元素分析に威力を発揮する。TOF-ERDA 法で定量分析を行うには、検出器系の検出効率が重要となる。TOF-ERDA 測定系の検出効率 $\varepsilon$ は一般的に次の式で表される。

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{scat}} \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2$$

ここで、 $\varepsilon_{\text{scat}}$ は反跳イオンが透過型検出器を通過する際にカーボンフォイルで散乱されてエネルギーを測定する半導体検出器 (SSD) に到達できない割合を差し引いた効率、 $\varepsilon_1$ 、 $\varepsilon_2$ は透過型検出器の検出効率である。本研究では、C イオンに対する $\varepsilon_{\text{scat}}$ を実験的に求めた。

## 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 TOF-ERDA 装置を用いて行われた。5 MV タンデム加速器で加速された 7 MeV の  $\text{C}^{3+}$  ビームを厚さ 200  $\mu\text{m}$  の Au 板に照射し、散乱された C イオンを測定した。上流側透過型検出器に面密度が 3.1  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、5.0  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、9.7  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  の炭素フォイルを取り付けて、SSD でエネルギースペクトルを測定した。これとフォイルがないときのエネルギースペクトルとの比をとることにより、検出効率を求めた。

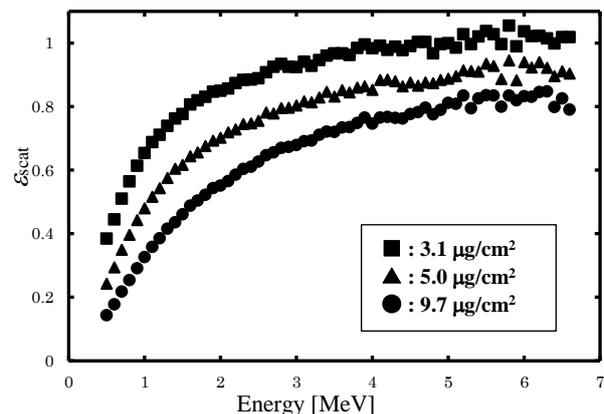


図 1 測定で得られた $\varepsilon_{\text{scato}}$ 。■は T1 のカーボンフォイルの面密度が 3.1  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、▲は 5.0  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、●は 9.7  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  の結果をそれぞれ表す。

## 結果と考察

実験で得られた検出効率を図 1 に示す。フォイルの膜厚が薄いほど検出効率が高いが、これはフォイルが薄いほど散乱の影響が小さいためである。また、ラザフォード散乱断面積の  $1/E^2$  依存性のためエネルギーが大きいほど検出効率が高いと考えられる。

\*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 京都府立大学・生命環境学部・環境・情報科学科、\*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、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

飛行時間型反跳粒子検出法による LiCoO<sub>2</sub> 正極/LATP 固体電解質界面におけるリチウムイオン伝導機構解析  
 In-Situ Analysis of Lithium Ion Conduction Processes at Interface between LiCoO<sub>2</sub> Positive Electrode and  
 LATP Solid-State Electrolyte Using Time-of-Flight Elastic Recoil Detection Technique

土屋文\*<sup>1</sup>、高廣克己\*<sup>2</sup>、鈴木耕拓\*<sup>3</sup>、石神龍哉\*<sup>3</sup>

Bun TSUCHIYA, Katsumi TAKAHIRO, Kohtaku SUZUKI and Ryoya ISHIGAMI

## Abstract

The migrations of lithium (Li) in multi-layers thin films of Au/LiCoO<sub>2</sub>, which were deposited onto one face of Li<sub>1.4</sub>Ti<sub>2</sub>Si<sub>0.4</sub>P<sub>2.6</sub>O<sub>12</sub>-AlPO<sub>4</sub> (LATP) solid-state electrolyte substrates as cathode current collector/positive electrode, were *in-situ* observed using time-of-flight elastic recoil detection (ToF-ERD) after charging at various voltages of 1.65, 1.86, and 2.05 V. The ToF-ERD spectra revealed that the Li concentration inside LiCoO<sub>2</sub> around the LiCoO<sub>2</sub>/LATP interface was reduced with increasing the charged voltages and became higher than that near the Au/LiCoO<sub>2</sub> interface above 1.86 V. The Li gradient region was approximately 30 ± 10 nm depth from the LiCoO<sub>2</sub>/LATP interface. In addition the Li deficient region with the reduction of approximately 15% was produced inside LATP around the LiCoO<sub>2</sub>/LATP interface with approximately 150 ± 10 nm depth.

## 要約

ToF-ERD 法を用いて、1.65、1.86 および 2.05 V のそれぞれの電圧が印加された Au/LiCoO<sub>2</sub>/LATP/Pt 二次電池試料中の Li 濃度分布をその場で測定した。LiCoO<sub>2</sub>/LATP 界面近傍の Li<sub>x</sub>CoO<sub>2</sub> 側の Li 濃度( $x$ )は、印加電圧の増加とともに減少するが、電圧が 1.86 V 以上になると Au/LiCoO<sub>2</sub> 界面近傍の Li 濃度より高い領域(約 30 ± 10 nm)が生じるとともに、LATP 側の Li 濃度も約 15%程度減少した Li 欠損領域(約 150 ± 10 nm)が生じることがわかった。

## 緒言

リチウムイオン(Li<sup>+</sup>)伝導体である固体電解質(LATP; Li<sub>1.4</sub>Ti<sub>2</sub>Si<sub>0.4</sub>P<sub>2.6</sub>O<sub>12</sub>-AlPO<sub>4</sub>)を用いた、軽量化と安全性を目指した全固体 Li<sup>+</sup>イオン二次電池の開発が進められている。正および負極間の Li<sup>+</sup>イオンの輸率や移動速度、正および負の両極、固体電解質内の過渡的な Li 蓄積量は、Li<sup>+</sup>イオン電池の開発において極めて重要なデータとなる。本研究では、飛行時間型反跳粒子検出(ToF-ERD)法を用いて、電圧印加された Li<sup>+</sup>イオン電池試料内の Li 濃度をその場で測定して、充電時における Li<sup>+</sup>イオン移動機構について調べた。

## 実験

マグネトロンスパッタリング成膜装置を用いて、全固体 Li<sup>+</sup>イオン電池(14 nm Au/88 nm LiCoO<sub>2</sub>/150 μm LATP/10 nm Pt)試料を作製した。次に、作製した試料に 1.65、1.86 および 2.05 V の各電圧を室温および真空中で 15 分間印加して平衡状態に達することを確認した後、若狭湾エネルギー研究センターにおけるタンデム加速器からの 9 MeV の Cu<sup>10+</sup>イオンビームを用いた ToF-ERD 法により、試料内の Li 濃度分布を測定した。

## 結言

ToF-ERD 法により、1.65、1.86 および 2.05 V のそれぞれの電圧が印加された Li<sup>+</sup>イオン電池(Au/LiCoO<sub>2</sub>/LATP/Pt)試料内の Au/LiCoO<sub>2</sub>/LATP 界面近傍における Li 濃度をその場で測定した。ToF-ERD スペクトルから、Au/LiCoO<sub>2</sub> 界面側の Li<sub>x</sub>CoO<sub>2</sub> 中の Li 濃度( $x$ )は印加電圧の増加とともに減少し、1.65 V および 1.86 V 以上の電圧に対してそれぞれ約 0.70 および約 0.30 mol 程度に達することが判明した。他方、LiCoO<sub>2</sub>/LATP 界面側の Li<sub>x</sub>CoO<sub>2</sub> 中の  $x$ は、電圧が 1.86 V 以上になると Au/LiCoO<sub>2</sub> 界面側の Li 濃度より高く、濃度勾配(約 30 ± 10 nm)が生じることがわかった。さらに、LiCoO<sub>2</sub>/LATP 界面近傍の LATP 中の Li 濃度も 1.86 V 以上において約 15%程度減少し、Li 欠損領域(約 150 ± 10 nm)が生じることがわかった。この結果は、Li<sup>+</sup>イオンが電位勾配により LiCoO<sub>2</sub> から LATP 固体電解質内を駆動されて負極へ移動したことを示す。

\*<sup>1</sup>名城大学・理工学部・教養教育、\*<sup>2</sup>京都工芸繊維大学・材料化学系、\*<sup>3</sup>(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、京都工芸繊維大学の共同研究として実施したものである。

## 2.6.2.5

微量水素含有 DLC コーティングによるドリル切削性能の向上  
 Improvement of CFRP Cutting Performance  
 Using Drills Coated with DLC Containing a Small Amount of Hydrogen  
 針谷達\*1、滝川浩史\*1、鈴木耕拓\*2  
 Toru HARIGAI, Hirofumi TAKIKAWA and Kohtaku SUZUKI

## Abstract

The hydrogen content of DLC films was clarified using ERDA. The cutting performance for CFRP was improved by coating drills with DLC containing a small amount of hydrogen.

## 要約

ERDA 法を用いて、DLC 膜中の水素量を明確にした。微量水素含有 DLC をコーティングしたドリルにおいて、CFRP の切削性能が向上した。

## 緒言

ダイヤモンドライクカーボン(Diamond-like carbon: DLC)と呼ばれる硬質アモルファスカーボン膜<sup>1)</sup>は、アルミへの凝着が少ないことから、アルミ切削工具の表面コーティング材として用いられている。近年では、軽量で高強度な炭素繊維強化プラスチック(CFRP)への加工需要が増えており、CFRP 切削ドリルの加工性能向上も求められている。本研究では、CFRP 用ドリルへのコーティングに用いた DLC 膜の水素含有量を明らかにし、ドリル切削性能と DLC 水素量の関係を明らかにする。

## 方法

T 字状フィルタードアーク蒸着法<sup>2)</sup>を用いて、CFRP 用ドリルの表面および Si 基板へ DLC を成膜した。成膜時のチャンバーへ導入する雰囲気ガス条件を変えて成膜を実施した。Si 基板上に作製した DLC 膜中の水素含有量を ERDA 法により分析した。DLC コーティングドリルを用いた CFRP 板材への穴開け試験を実施し、バリ発生の有無からドリル性能を評価した。

## 結果および考察

異なる成膜条件で作製した DLC 膜の水素含有量は、1 at.% と 5 at.%、29 at.% であった。水素含有量 1 at.% の DLC 膜は、膜表面に付着した水分等から水素が検出されたと考えられることから、ほぼ水素を含まない DLC 膜であると考えられる。

CFRP 板材の穴開け試験では、水素含有量 5 at.% の DLC をコーティングしたドリルが最もバリの発生が少なかった。DLC 膜中の水素は、膜中のダングリングボンドを減少させる。CFRP には、カーボンファイバーとともに樹脂が用いられているため、水素をある程度含む DLC 膜は、樹脂との凝着を抑制し、ドリルの切削性能を向上させたと考えられる。また、DLC 膜は水素含有量が増加すると、軟質化する傾向にある<sup>3)</sup>。水素含有量が多い 29 at.% の DLC 膜では、切削時に DLC 膜が摩耗し、切削性能の向上が見られなかったと考えられる。

## 結言

ERDA 法によって水素含有量を明確にした DLC 膜をドリル表面へ成膜し、CFRP 板材の穴あけ試験を実施した。水素含有量 5 at.% の微量水素含有 DLC 膜を用いることで、CFRP 切削におけるドリル性能が向上した。

## 参考文献

- 1) J. Robertson, Mater. Sci. Eng. R, 37, 129 (2002)
- 2) H. Takikawa, *et al.*, Surf. Coatings technol., 163, 368 (2003)
- 3) T. Harigai, *et al.*, in Carbon related materials, ed. S. Kaneko *et al.*, Springer, chapter 3, 55 (2021)
- 4) T. Harigai, *et al.*, Vacuum, 183, 109755 (2021)

\*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、豊橋技術科学大学と(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。

## 2.6.2.6

後方散乱で観測される複合核共鳴ピークのモデル関数によるプロファイル解析  
Profile Analysis with Model Function for 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

We have measured backscattering spectra of He ions by  $^{13}\text{C}$  accompanying a 2.75 MeV resonance using incident He charge of +1 and +2 with incident energy of 2.765 to 2.81 MeV. The observed resonance profiles were analyzed using our model function. We tested the validity of the model function.

## 要約

He イオン後方散乱実験で観測される  $^{13}\text{C}$  との複合核共鳴ピーク(共鳴エネルギー:2.75 MeV)について、入射 He イオンの価数(+1、+2)および入射エネルギーを変えて、共鳴ピークプロファイルの差異を詳細に測定し、これらの共鳴ピークプロファイルを自作のモデル関数で解析した。

## 緒言

$^{13}\text{C}$  と He の 2.75 MeV 核共鳴反応(幅:10 keV)に着目し、He による炭素の後方散乱測定実験をおこなった。入射イオンの価数(+1、+2)を変えることで、イオンの標的中でのエネルギー損失に差が生じ、また入射エネルギー(2.765-2.85 MeV)を変えることで共鳴反応の起こる深さが変わる。観測される共鳴ピークプロファイルに生じる差を、モデル関数(独自開発)を用いてプロファイル解析するとともに、その検証をした。

## 実験

粉末  $^{13}\text{C}$  を加圧成形して固体状の標的を作成した(密度 0.8 g/cm<sup>3</sup>)。散乱角度 165° の後方散乱スペクトルを入射エネルギー 2.765、2.780、2.810 MeV について He の価数+1 と+2 のそれぞれで測定した。測定結果およびモデル関数でフィットした結果を図 1 に示す。モデル関数は、共鳴の関数(ブライト-ウィグナーの共鳴公式)に干渉を考慮し、エネルギー損失等の揺らぎをガウス関数として畳み込みをした関数である。

このモデル関数のフィットの結果より、2.810 MeV 入射の共鳴は誤差の範囲で一致した。2.780 MeV の共鳴は、+1 価のデータの方が低エネルギー側で  $2.1 \pm 1$  keV ピーク幅が広い。2.765 MeV の結果も同様に+1 価のデータが 3.1 keV(分布右側)、6.8 keV(分布左側)と非対称に低エネルギー側にずれている。標的中のエネルギー損失の違いにより、+1 価の方の損失が少なく深い所で共鳴をおこす。散乱後はともに+2 価であるが、共鳴地点からの復路距離に差が生まれるため、+1 価では低エネルギー側にずれた共鳴が観測されると考えられる。揺らぎのガウス関数の幅は 2.780、2.810 MeV で、それぞれ  $61 \pm 1$ 、 $100 \pm 1$  keV と誤差の範囲で+1 と+2 価のデータは一致した。2.765 keV の場合は+2 価が 41.0 keV、+1 価が 43.3 keV と差が認められた。これも He+1 価と+2 価の全行程長の差の影響と考えられる。

## 結言

He+1 価と+2 価のプロファイルの差を解析できた。入射が共鳴エネルギーを満たさない時、共鳴の全ピークは観測できないが、この関数で共鳴の一部が観測される場合の共鳴シミュレーションが可能か検討したい。

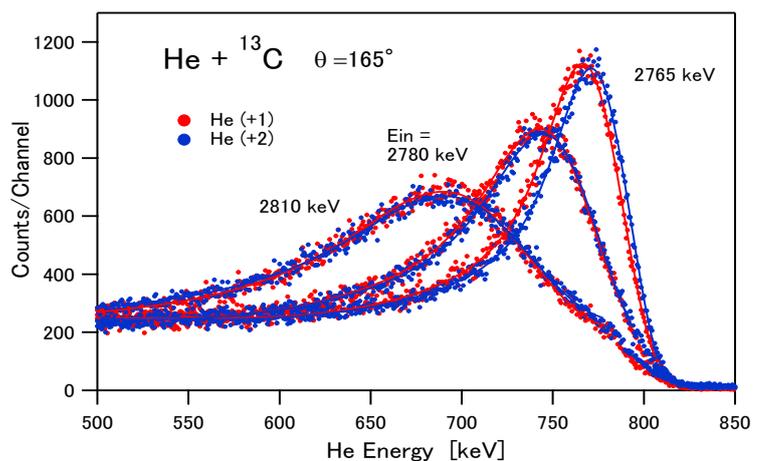


図 1 後方散乱 He+ $^{13}\text{C}$  の核共鳴ピーク

\*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。

## 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

ジルコニウム合金中の析出物の化学組成に及ぼす重イオン照射による影響  
Influence of Heavy Ion Irradiation for Chemical Composition of Precipitates in Zr Alloys安永和史\*<sup>1</sup>、渡辺英雄\*<sup>2</sup>

Kazufumi YASUNAGA and Hideo WATANABE

## Abstract

Changes in the chemical composition of  $Zr(Fe_xCr_{1-x})_2$  precipitates in Zircaloy-2 and Zircaloy-4 under heavy ion irradiation were investigated. The dissolution rate of Fe from the precipitates in Zry-4 induced by displacement damage was lower than that in Zry-2. The present result indicates the higher chemical stability of precipitates in Zry-4 than Zry-2 under irradiation.

## 要約

Zry-4 及び Zry-2 中の  $Zr(Fe, Cr)_2$  系析出物の重イオン照射による化学組成の変化について調査した。両合金中ともに、弾き出し量 (dpa) の増加により、析出物中の Fe の原子比が減少した。その減少率は Zry-4 中の析出物の方が Zry-2 中のそれよりも低く、Zry-4 中の析出物は重イオン照射下での化学組成の安定性が高いことが判明した。

## 緒言

Zr 合金は軽水炉の燃料被覆管材料として用いられており、耐食性や機械的性質の向上を目的として Zr に Sn, Fe, Cr 等の元素が合計 2 wt.%未滿添加されている。被覆管使用温度において Fe 及び Cr は Zr 中での固溶限が極めて低く、主に  $Zr(Fe, Cr)_2$  系の析出物中に存在している。原子炉運転中には中性子により Zr 合金の構成原子が弾き出され、析出物においては Fe 原子の優先的な消失が生じ Zr 合金の耐食性等に影響を与える可能性がある。そこで、加圧水型及び沸騰水型の軽水炉で使用されているジルカロイ 4 (Zry-4) 及びジルカロイ 2 (Zry-2) 中に存在する  $Zr(Fe, Cr)_2$  系析出物における原子の弾き出し損傷に伴う挙動について、重イオン照射による模擬実験を行い、析出物の化学組成の変化の観点から調査した。

## 成果の概要

2 種類の Zr 合金は、試料厚 100  $\mu\text{m}$  の板材を直径 3 mm の円盤形に打ち抜き、真空中で 630°C、2h の熱処理した材料である。重イオン照射実験には九州大学応用力学研究所に設置されたタンデム型加速器を用い、試料温度 400°C、最大 30 dpa の弾き出し量まで 3.2 MeV の Ni イオンを照射した。照射後の試料は集束イオンビーム (Focused Ion Beam; FIB) 装置を用いて、重イオンの入射方向に垂直な方向から TEM 観察可能な断面薄膜試料に加工した。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 (TEM, JEM-3000F, JEOL) を用い、走査透過型電子顕微鏡法-エネルギー分散型 X 線分光法 (Scanning Transmission Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy; STEM-EDS 法) により元素分布像を取得した。電子の加速電圧は 300 kV である。

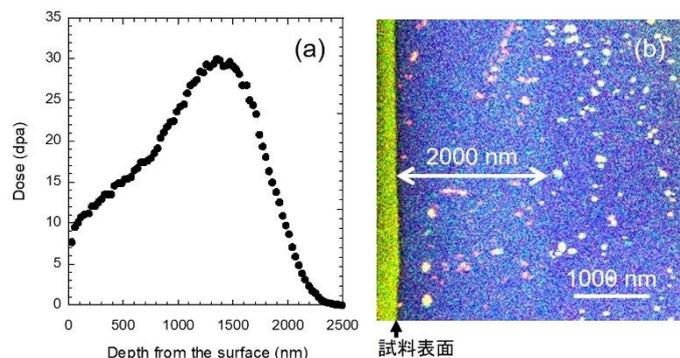


図 1 Zr に 3.2 MeV の Ni イオンが入射した場合に生じる弾き出し量の表面からの深さ分布(a)、及び重イオン照射後の Zry-4 試料断面の元素分布像(b)

\*<sup>1</sup>(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、\*<sup>2</sup>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。

図1(a)は、Zr原子の弾き出し閾エネルギーを40 eVとしてSRIMコードを用いて計算した、3.2 MeVのNiイオンがZrに入射した際に誘起される弾き出し量の表面からの深さ分布である。最大の弾き出しが生じる深さでの損傷量は30 dpaである。図1(b)は同一条件で重イオン照射後のZry-4の断面微細組織の元素分布像で、構成元素であるFeの分布を緑、Crの分布を赤、Zrの分布を青に指定し重ね合わせた。重イオンは左方向から試料表面に垂直に入射している。黄色で観察される楕円形状のコントラストがZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系の析出物である。両矢印で示した試料表面から深さ2000 nmの領域において赤みを帯びた析出物が観察されるが、これらは弾き出しにより化学組成が変化したこと、具体的にはCr原子のFe原子に対する割合が増加したことを反映している。

図2は、12 dpaの弾き出しを受けたZry-4及び17 dpaの弾き出しを受けたZry-2中の析出物中のFe及びCrの元素分布像である。析出物は白矢印で指し示し、Feの分布を緑、Crの分布を赤で表示した。今回の重イオン照射条件において析出物中のCrの分布は大きく変化しないため、Crの分布像において測定した長軸の値を析出物の粒径として示した。析出物中のFeとCrの分布及びコントラストを比較するとFeの存在領域は小さく、コントラストは低い。弾き出し前のFe及びCrの分布はほぼ同一または若干Feの分布の方が大きいことから、両合金ともに照射による原子の弾き出しに伴い個々の析出物からFeが消失したことが分かる。

図3は、Zry-4及びZry-2中のZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物のFeの原子比(Fe/(Fe+Cr))の弾き出し量依存性を示したもので、Feの原子比及び弾き出し量ともに5 dpa刻みでグループ化して評価し、標準偏差を付して表示した。Feの原子比の導出には、エネルギー分散型X線分光法により得られた個々の析出物中のFe及びCrの原子濃度を用いた。両合金中の析出物中のFeの原子比は、共に弾き出し量の増加に対して、ほぼ一次関数的に減少している。Zry-2と比較してZry-4中の析出物のFeの原子比は初期値が高く、さらにその減少率が低いことから、30 dpaの照射量まで高い値を維持した。すなわち、Zr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物の組成安定性はZry-4中の方がZry-2中よりも高い。

弾き出し損傷に伴うZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物からのFe原子の消失は析出物の表面から進行するため、その表面積の総原子数(体積)に対する割合が高いほど消失速度が高いと考えられる。一般的に立体の表面積の体積に対する割合は粒径に反比例する。図4はZry-4及びZry-2中の未照射時におけるZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物の粒径分布で、その平均粒径は121 nm及び82 nmと評価された。Zry-2中よりもZry-4中の析出物の平均粒径が大きな値をもつことは、析出物からFe原子が弾き出され母相中に移動する割合がZry-2中と比較してZry-4中では低下することに繋がり、弾き出し損傷下での高い組成安定性に寄与していると考えられる。

## 結言

Zry-4及びZry-2中のZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物の弾き出し損傷に伴う化学組成の変化について調査した結果、両合金中の析出物ともに弾き出し量が増加するとFeの原子比が一次関数的に減少した。Feの原子比の減少率はZry-4中の析出物の方がZry-2中の析出物よりも低く、Zry-4中のZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物は弾き出し損傷下で化学組成の安定性が高いことが判明し、初期析出物粒径との関係が示唆された。

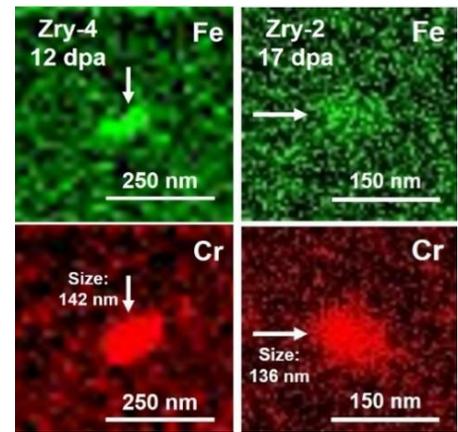


図2 重イオン照射されたZry-4及びZry-2中のZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物のFe及びCrの分布

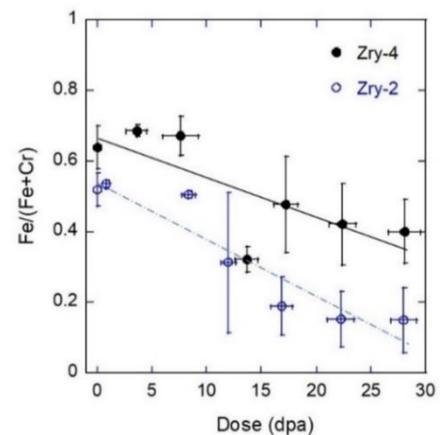


図3 Zry-4及びZry-2中のZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物のFeの原子比の弾き出し量依存性

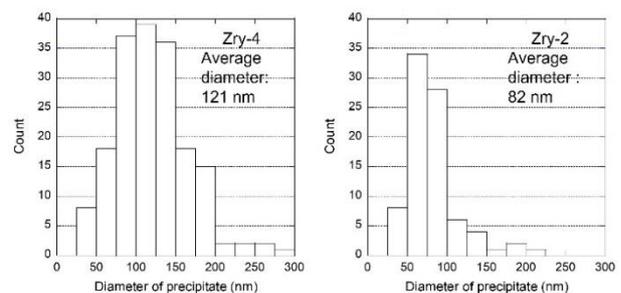


図4 未照射時のZry-4及びZry-2中に存在するZr(Fe, Cr)<sub>2</sub>系析出物の粒径分布及び平均粒径

## 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

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

福元謙一\*1、梅原弘平\*1、石神龍哉\*2

Ken-ichi FUKUMOTO, Kohei UMEHARA and Ryoya ISHIGAMI

## Abstract

A dynamic TEM observation of Fe ion irradiated SUS316L steel was performed during tensile test in a TEM column in order to investigate an interaction of mobile dislocation with defect clusters such as solute atom clusters. The utilization of the dynamic TEM observation during tensile test was discussed for the irradiation hardening evaluation.

## 要約

イオン照射した SUS316L 鋼に対して透過型電子顕微鏡(TEM)内引張「その場」観察を実施し、転位運動との相互作用に着目することで、照射欠陥である溶質原子クラスタによる硬化量への寄与を実験的に論じた。また、硬化量評価手法としての TEM 内引張「その場」観察の効果的な利用法について検討した。

## 緒言

SUS316L 鋼を含めたオーステナイト系ステンレス鋼は軽水炉の炉内構造物に広く使われており、原子炉の長期運転においてその照射脆化は高経年化事象の一つとして問題となる。中性子照射損傷による欠陥の蓄積によって転位運動が阻害され硬化が促進される。この照射硬化量予測においては、それぞれの照射欠陥が持つ硬化係数があり、この硬化係数を高精度に測定することによって照射硬化予測の信頼性が向上して照射劣化予測の精度が向上する。そこで本研究では、イオン照射した SUS316L 鋼に対し TEM 内引張「その場」観察を実施し、転位運動との相互作用に着目することで、照射欠陥である溶質原子クラスタによる硬化量への寄与を実験的に論じた。また、硬化量評価手法としての TEM 内引張「その場」観察の効果的な利用法について検討した。また TEM およびアトムプローブ (APT) を用いた観察から欠陥集合体の微細組織情報を得た。

## 実験方法

表 1 イオン照射条件

照射番号	入射イオン	入射エネルギー (MeV)	照射温度 (°C)	照射時間 (min)	最大照射量 (dpa)	最大損傷深さ (μm)
1	Fe <sup>3+</sup>	6.4	300	120	7.1	1.6
2	Fe <sup>3+</sup>	6.4	200	300	22.5	1.6

供試材は SUS316L 鋼であり、TEM 内引張試験片へ打ち抜き後に 1100°C で 2 時間の焼鈍処理を実施することで、加工時のひずみ除去と結晶粒粗大化を行った。照射欠陥の導入には、京都大学エネ理工研の DuET 施設の加速器による重イオン照射を表 1 の条件で行った。イオン照射では試料において入射方向に損傷濃度分布が形成されるため、照射損傷領域まで削りだす“セクションング”を行い、観察時に照射欠陥が確認できるようにした。その後 TEM 観察用薄膜化を電解研磨で行った。TEM 内引張「その場」観察は九州大学の超高压電子顕微鏡 JEM-1300NEF にて照射温度より 50°C 低い試験温度で実施した。転位チャンネルの形成過程を動画で撮影し、障害物である照射欠陥と運動転位の相互作用を観察した。TEM 内引張後に試料を加工し、JEM-2100 を用いて照射欠陥のうちフランクグループ (FL) とブラックドット (BD) の数密度とサイズを測定した。

## 実験結果及び考察

照射実験①試料で、エッジオン転位チャンネル(バンドを真横から見たときの転位チャンネル)が形成する様子を、照射実験②試料で、線状に見られる運動転位を動的観察することができた。二種の観察結果を用いて、運動転位を二方向から評価した。エッジオン転位チャンネル形成の観察動画から抜粋した TEM 像を図 1 に示す。転位はたびたび進展・停止を繰り返して進み、停止する要因は照射欠陥が転位運動の障害になるためである。転位が進む距離を測定し、すべり方向に合わせた画像補正と他の位置での運動転位の観察結果からデータ処理を行うことで、①試料では障害物間隔は約 50 nm と測定された。②試料において図 2 に示されるような線状に見ら

\*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。

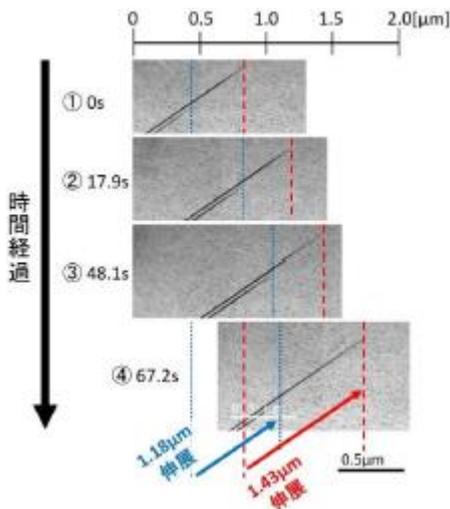


図1 ①試料の動的 TEM 観察中の転位運動時間変化。

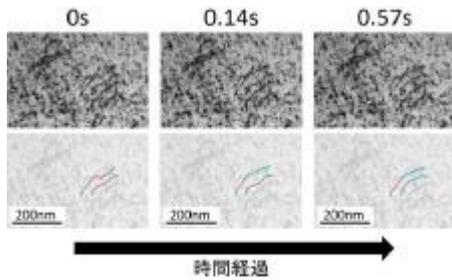


図2 ②試料の動的 TEM 観察中の転位運動時間変化。

れる運動転位が観察され、転位が照射欠陥にピンングして徐々に張り出しながら移動する様子が見られた。図2の赤線は移動した二つの転位であり、水色は転位が停止したピンング点である。ピンング点のうち先頭の転位平均間隔を障害物間隔とし、値は約31nmであった。TEMおよびAPTを用いた微細組織観察から得られたFL、BD、溶質原子クラスタ(SC)の定量データである平均直径と数密度について表2に示す。

障害物となる照射欠陥は一般に三次元的にランダムに分布する。このときの障害物間隔 $L_0$ は次式で近似される。

$$L_0 = 1/\sqrt{dN_v}$$

ここで $N_v$ は障害物の体積数密度、 $d$ は直径である。複数の欠陥が混合した際の障害物間隔は、数密度は各々の和、平均直径は数密度を考慮した加重平均値を使用した。

照射①試料においてエッジオン転位チャンネル形成の動的観察で求めた障害物間隔と、引張後 TEM 観察及び 3DAP 観察結果から上式で算出した障害物間隔を比較する(図3(a))。その結果、FL と BD の組合せでの障害物間隔が最も近いこと、エッジオン転位チャンネル形成の動的観察から存在が確認できた照射欠陥は FL と BD であると言える。次に、照射②試料において線状に見られる運動転位の動的観察で求めた障害物間隔と、引張後 TEM 観察及び文献から上式で算出した障害物間隔を比較する(図3(b))。その結果、FL と BD が障害物として機能し、さらに一部の SC が転位にピンングしている可能性があることが示唆される。しかし動的観察時に明確に結像されていないピンング点は確認できなかった。また、SC のデータは文献等からの参照値である。以上を考慮し、動的 TEM 観察で存在を確認できる照射欠陥として、①試料の動的観察から考察される、FL と BD の組み合わせが最適であることが支持される。

転位に対するピンングが SC で確認されなかったことから、SC の障害物としての強度は極めて弱いことが分かった。従って、SC の硬化モデルとして分散強化を想定した DBH モデルを適用することは不適切だと考える。単体では弱い強度の障害物が、高数密度であることに起因して材料を硬化させるモデルが SC に対して適切であると言える。本研究では、DBH モデルより弱い障害物を扱う析出硬化のモデルを SC に適用できるか検討したが、妥当な値は得られなかった。他の機械試験を併用し、更なる検討を実施する余地がある。

### 結言

照射ステンレス鋼における硬化量評価において、動的 TEM 観察では障害物強度の大きい FL と BD を評価でき、SC に対しては APT 観察を併用する“評価手法の区分け”が有効であると考えられる。本研究で検討した SC は単体の SC であったが、本研究の APT 観察結果から FL の周辺に析出する SC が確認された。FL の評価は動的 TEM 観察が有効であるため、FL に析出する SC による硬化量への寄与の評価ができることが示唆される。

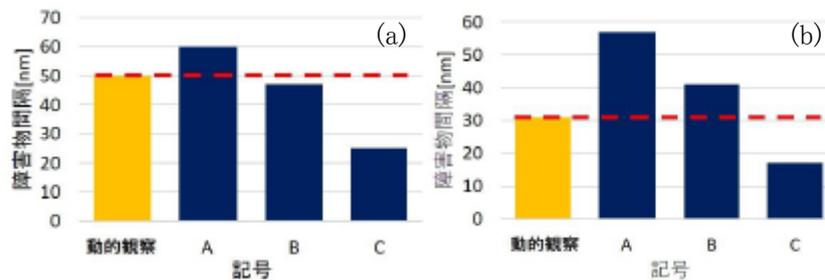


図3 ①②試料における障害物欠陥の組み合わせによる障害物間隔の比較。動的観察によって測定された障害物間隔と、A:FL のみ、B:FL+BD、C:FL+BD+SC による障害物間隔の比較。

表2 本研究で観察されたステンレス鋼中の照射欠陥集合体の微細組織情報

	フランクループ (FL)		ブラックドット (BD)		溶質原子クラスタ (SC)	
	平均直径 (nm)	体積密度(m <sup>-3</sup> )	平均直径 (nm)	体積密度(m <sup>-3</sup> )	平均直径 (nm)	体積密度(m <sup>-3</sup> )
照射①試料	6.3	4.3 x 10 <sup>22</sup>	3.2	5.8 x 10 <sup>22</sup>	2.6	4.3 x 10 <sup>23</sup>
照射②試料	8.4	3.7 x 10 <sup>22</sup>	2.7	1.0 x 10 <sup>23</sup>	3.6	9.2 x 10 <sup>23</sup>

## 2.6.3.3

## ダイバータ用タングステンにおける照射硬化の結晶方位依存性に関する研究

## The Study of Crystal Orientation Dependence of Irradiation Hardening in Tungsten for Divertor

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

Tungsten (W) is the one of divertor candidate materials in nuclear fusion reactor, and its life-extension under a neutron irradiation environment is desired. In order to investigate the relationship between crystal orientation (slip plane of dislocation) of crystal grain in W and material hardening by irradiation defects (irradiation hardening), the *in-situ* TEM observation during tensile test, XRD analysis 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」観察法、XRD 分析、ビッカース硬さ試験を実施した。

## 緒言

タングステン(W)は高融点金属であり、中性子照射環境下にて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。一方で、中性子照射に伴い発生する照射欠陥(転位ループやキャビティ)が材料の硬化(照射硬化)に影響することが原子力材料共通の懸念事項となっており、この照射硬化がWの結晶方位の違いに伴い異なることが報告されている<sup>1)</sup>。そこで本研究では、転位と照射欠陥の相互作用(材料硬化メカニズム)の観点から、硬化の度合い(障害物強度因子)を求めることができる透過型電子顕微鏡(TEM)内引張「その場」観察法、試料の結晶方位配向性を調べることができるX線回折(XRD)分析、並びにビッカース硬さ試験を用いて、結晶方位(転位のすべり面)と障害物強度因子・照射硬化との関係を調べることを目的とした。

今年度は、W中に照射欠陥(転位ループやキャビティ)を発生させることができるヘリウム(He)イオン照射を行い、障害物強度因子の転位のすべり面(結晶方位)依存性を調べた。また結晶方位と照射硬化の関係を調べるため、ビッカース硬さ試験の試験条件の検討を行った。

## 方法

## 1. 熱処理を行ったW試料でのTEM内引張「その場」観察

W圧延材(t0.15 mm)から圧延方向に対して、①0°、②45°に試料の切り出しを行い(図1(a)参照)、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(引張試料)。その後、TEM内引張「その場」観察法(加速電圧200 kV、室温)を用いて、引張方向と転位のすべり面の関係を調べた。

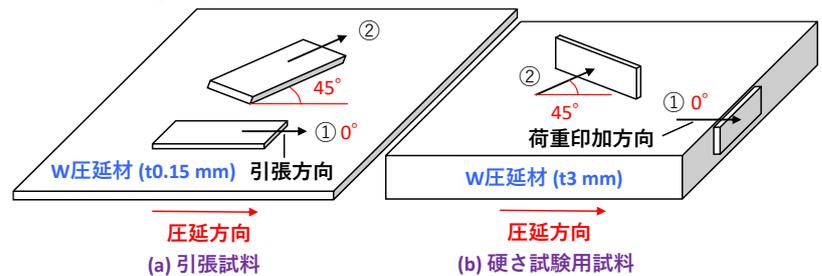


図1 W圧延材からの試料の切り出し方向

## 2. 熱処理を行ったW試料でのXRD分析

TEM内引張「その場」観察での引張方向とビッカース硬さ試験での圧子の押し込み方向(荷重印加方向)を一致させるため、引張方向が硬さ試験用試料表面の法線方向となるよう、W圧延材(t3 mm)から試料の切り出しを行い(図1(b)参照)、引張試料同様、1100°C×10 hの真空熱処理を行った(硬さ試験用試料)。その後、硬さ試験用試料の結晶方位配向性を把握するため、XRD分析を加速電圧20 kV、室温の条件にて行った。

\*1 福井大学・工学部、\*2 福井大学大学院・工学研究科、\*3 福井大学附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、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。

本研究は、JSPS KAKENHI JP19K14684の助成を受けた。

### 3. He イオン照射を行った W 試料での TEM 内引張「その場」観察、ビッカース硬さ試験

W 試料中のキャビティサイズの調整のため、真空熱処理を行った①0° 方向の引張試料に、入射エネルギー 2 MeV、700°C、0.3 dpa の条件で若狭湾エネルギー研究センターのタンデム加速器により He イオン照射を実施した後、1100°C×2.5 h の追加熱処理を行った。その後、TEM 内引張「その場」観察法により、W 試料におけるキャビティの障害物強度因子と転位のすべり面の関係を調べた。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。そこで引張試料と照射条件が異なるが、①0°、②45° の硬さ試験用試料に 500°C、0.2 dpa の条件で He イオン照射を行い、照射欠陥が発生している領域にてビッカース硬さ試験ができるよう、試験条件の検討を行った。

## 結果

### 1. 引張方向と転位のすべり面、障害物強度因子と転位のすべり面の関係について

転位のすべり面が複雑に変化する転位運動、並びに転位が高速で移動する転位の Jerky 運動が観察された。また W 試料の引張方向(①0°、②45°)の違いに伴い、{123}面、{112}面、{110}面の転位のすべり面の割合(数)が変化した。①0° の引張方向における転位のすべり面は、主に{123}面であり、②45° の引張方向における転位のすべり面は主に{123}面と{110}面であった。

He イオン照射を行った引張試料において、キャビティの障害物強度因子を調べたところ、その大きさは”{123}面 ≧ {110}面 > {112}面”となり、障害物強度因子の転位のすべり面依存性が確認された。

### 2. 転位のすべり面とビッカース硬さ値の関係について

転位のすべり面と材料の硬化(照射硬化)との関係を調べるため、引張方向(①0°、②45°)に対応する硬さ試験用試料を用い、試料毎の結晶方位配向性、並びに He イオン照射前後におけるビッカース硬さ値の変化(ΔHV 値)を調べた。XRD 分析の結果から、①0°、②45° の硬さ試験用試料のいずれも(110)面のピークが支配的であったが、②45° の試料のほうが①0° の試料に比べて、(110)面のピーク高さが半分程度に減少していた(図 2 参照)。

またビッカース硬さ試験により発生する圧痕の幅は、深さ方向の約 7 倍(圧痕の深さは圧痕の幅の 1/7 倍)であること、He イオン照射の最大損傷深さは試料表面から約 2.8 μm であることを考慮し、試験荷重を 100 g (HV0.1)と決定した。本研究により求められた①0° の引張方向に対応する He イオン照射前後の ΔHV 値は約 50 であり、また②45° の引張方向に対応する ΔHV 値は約 20 と、①0° のほうが大きな値を示した。

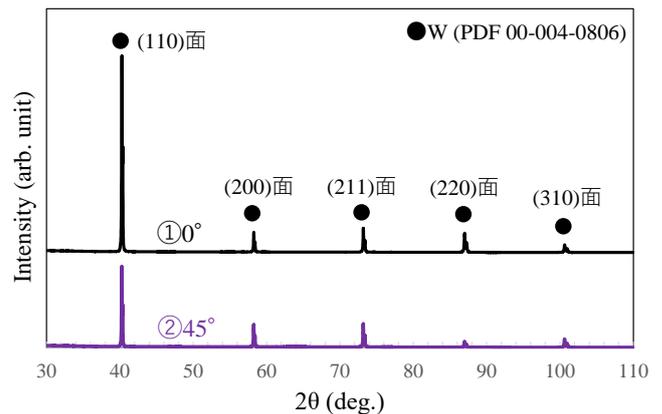


図 2 W 試料(①0°、②45°)の XRD 分析結果

## 結言

ビッカース硬さ試験により求められた①0° と②45° の ΔHV 値は、{123}面の転位のすべり面が支配的である①0° の W 試料のほうが、②45° よりも大きな値を示した。②45° もキャビティの障害物強度因子({123}面 ≧ {110}面)の関係から、①0° と同等の ΔHV 値になるはずであるが、異なる値を示した。一方で、図 2 の XRD 分析の結果より、①0° のほうが②45° の硬さ試験用試料と比べて、(110)面のピークが 2 倍近く大きいいため、(110)面の結晶方位をもつ結晶粒の減少(ピーク高さの減少)が、ΔHV 値の減少に影響していると考えられる。またビッカース硬さ試験を行った W 試料と、TEM 内引張「その場」観察を行った W 試料では He イオン照射条件が異なり、発生している照射欠陥種が異なる可能性がある。従って、今後は TEM 内引張「その場」観察を行った W 試料と同じ照射条件の硬さ試験用試料にてビッカース硬さ試験を実施するか、あるいは、ビッカース硬さ試験を行った W 試料と同じ照射条件にて TEM 内引張「その場」観察を実施する予定である。

## 参考文献

- 1) E. Hasenhuettel *et al.*, J. Nucl. Mater., 495, 314-321 (2017)

## 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

Practical Application of Coloring Method Using Light Inteference 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

We have performed silicon film formation experiments using industrial ion plating equipment in order to realize practical use of a coloring method to which light interference is applied. Direct current sputtering systems are installed in this equipment. We placed substrate materials in and evacuated the equipment for 90 minutes while heating the substrates at 250. We performed plasma etching of the surface of the substrate, and deposited the Si films. A pressure at the start of the deposition was  $5 \times 10^{-3}$  Pa. Discharge gases were Ar only or a mixed gas of Ar and  $N_2$ . Silicon was deposited not only on flat plates but also on three-dimensional objects. Color tone, uniformity, and effects of surface roughness were investigated.

## 要約

シリコンの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。この装置には直流スパッタ源が設置されている。成膜基板となる材料を装置内に入れ、250℃で加熱しながら約90分間真空引きし、プラズマエッチングを行ってから成膜した。成膜開始時の真空度は $5 \times 10^{-3}$  Paとした。放電ガスはArのみ、またはArと $N_2$ の混合ガスとした。平板だけでなく立体物にも成膜し、色調、均一性、基板の表面粗さの影響を調べた。

## 緒言

着色は、物を区別する手段として用いられるだけでなく、親しみやすさや高級感を出すことによって製品価値を高めるためにも利用される。着色には、塗料のようにそれ自身が何らかの色を持っている物を付着させる方法と、シャボン玉や油膜のようにそれ自体は色を持たないが光の干渉で発色させる物を付着させる方法の2通りがある。金属酸化物の膜による光の干渉を利用した発色では、色の種類ごとに異なる着色剤を使用する必要がないが、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、また原理的に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。

シリコンは屈折率が4付近と大きいため、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い。また、下地との密着性も高く、色の種類も豊富であることが分かっている。本研究では、複雑形状の物体に成膜可能な産業用成膜装置を利用し、シリコン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は縦型円筒タイプで、アンバランスマグネトロンスパッタ電極(UBM)とアーク電極の2種の蒸発源を備えたハイブリッド機である。チャンバー内の試料固定具は自転と公転を組み合わせ、複雑形状の製品の均質成膜を行うことが可能な構造となっており、2分でチャンバー内を1周する。成膜基板は固定台のフックに引っ掛けるだけでセットが可能で脱着はきわめて容易である。本研究ではこの2種の電極のうちスパッタ電極を使用した。電極には直流電源が接続されている(DCスパッタ)。使用した装置φ1600(HSM1600)には、スパッタ電極が縦に7基並んだ列と6基並んだ列が2列ずつ、合計4列設置されており、合計26基のスパッタ電極を持つ。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つの電極にシリコンスパッタターゲットをセットした。装置が非常に大きいため、基板が装置内を一周する間のうち、コーティングが行われる領域を通過する時間は1周あたり約10秒であり、そのため処理時間が長くなるが、大型基板をセットする場合や小基板を大量に処理する場合を考えれば実際の商業加工に近い条件が得られると考えられる。

図1に、装置の外観、装置の内部、試料固定台と成膜基板の写真を示す。成膜基板は80 mm×18 mmの板状である。成膜基板の大きさから、装置内部が非常に広いことが分かる。

\*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。

実験では様々な基板に成膜を行ったが、共通の条件としては、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。成膜基板を、全面が鏡面研磨されたステンレス板としたときの結果の例を図 2 に示す。発色は、処理時間 30 分弱付近から見られた。均一性は、写真では強調されて見えるが、実際にはそれほどのはらつきは無い。一枚の板に、鏡面の部分、ショットブラスト加工の部分、ヘアライン加工の部分を作成した基板に成膜した例を図 3 に示す。ショットブラスト加工、ヘアライン加工にはデザイン性を高める効果があるが、鏡面のときより表面積が増加するため発色が異なる可能性があった。しかし、処理した結果それぞれの発色において大きなずれを確認することは無かった。青に発色する膜厚範囲が広いいため、立体物を青色に着色した結果を図 4 に示す。これらの結果から、青色に着色できる範囲は安定しており、3 つの回転構造を持つ成膜装置であればほぼ均一に成膜できると推測された。

### 結言

実際に製品の製造に用いている成膜装置を用いて、シリコンの成膜による光の干渉を利用した発色方法を試験した。鏡面のステンレス板への成膜の均一性には、やや難があるように見えた。一方で、ショットブラスト加工またはヘアライン加工によって表面積が増加しても発色に大きなずれは無かった。青色となる膜厚範囲は広く、自公転機構が付属した成膜装置により、ほぼ均一に成膜できる可能性が示された。

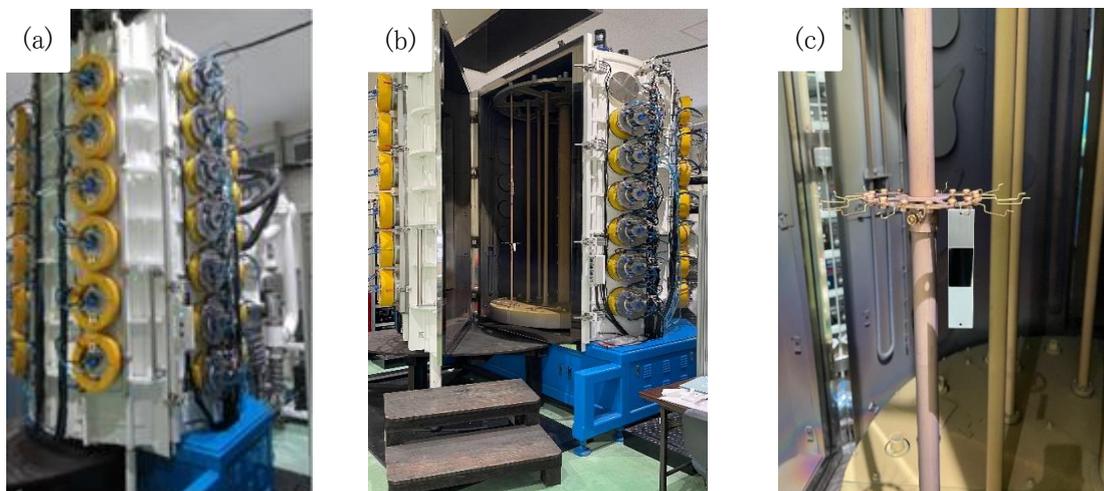


図 1 (a) 成膜装置 HSM1600の外観、(b) 内部、(c) 試料固定台と吊るされた成膜基板の写真。

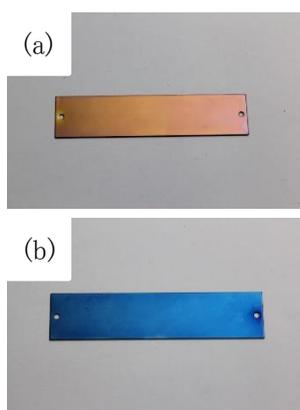


図 2 全面が鏡面研磨されたステンレス板(80 mm×18 mm)に成膜した結果。ガス導入量は 460 sccm、成膜時間は(a) 28 分、(b) 44 分とした。

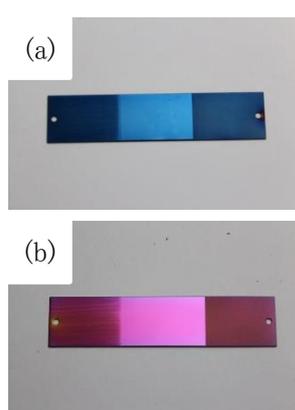


図 3 鏡面、ショットブラスト加工、ヘアライン加工された領域のあるステンレス板に成膜した結果。ガス導入量と成膜時間は (a) 430 sccm、44 分、(b) 460 sccm、126 分とした。

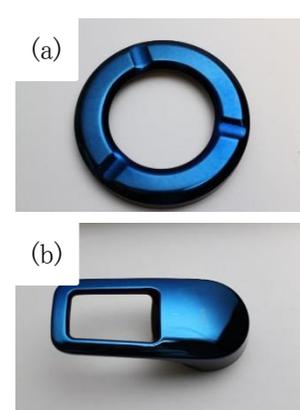


図 4 (a) 灰皿のタバコ受けリングと(b) 混合栓のハンドルを青色に着色した結果。ガス導入量は 430 sccm、成膜時間は(a) 46 分、(b) 44 分とした。

## 2.6.4.2

## イオ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 Ion Irradiation

尾崎壽紀<sup>\*1</sup>、柏原卓弥<sup>\*1</sup>、掛谷一弘<sup>\*2</sup>、石神龍哉<sup>\*3</sup>

Toshinori OZAKI, Takuya KASHIHARA, Itsuhiro KAKEYA and Ryoya ISHIGAMI

## Abstract

We report the effect of irradiation with 1.5 MeV protons on superconducting properties of iron-chalcogenide FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> films through the transport and magnetization measurements. The 1.5 MeV proton irradiation with fluence of  $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  yields the highest critical current density increase; approximately 30% at 5-10 K and below 1 T without any reduction in transition temperature. The present result indicates that 1.5 MeV proton irradiation can be a practical method to enhance the performance of iron-based superconducting tapes under magnetic fields.

## 要約

1.5 MeV のプロトン照射が FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> 鉄系超伝導薄膜の超伝導特性に与える影響について調べた。照射量が  $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  のとき臨界電流密度  $J_c$  は、温度範囲 5-10 K、外部磁場 1 T 以下において約 30% 上昇し、超伝導転移温度  $T_c$  の低下は確認されなかった。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<sup>1,2)</sup>。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 のプロトン照射が FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub>(FST)鉄系超伝導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、未照射 FST 薄膜とエネルギー 1.5 MeV、照射量(a) $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  及び(b) $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  でプロトン照射した FST 薄膜の磁化の温度依存性を示す<sup>3)</sup>。図中の ZFC と FC はゼロ磁場冷却(zero field cooling)と磁場冷却(field cooling)を表している。ゼロ磁場冷却では、測定試料に磁場を加えずに低温(転移温度以下)まで冷却し、低温で磁場を印加した後、温度を上げ、昇温過程で磁化を測定する。磁場冷却では高温(転移温度以上)で磁場を加え、温度を下げながら磁化測定を行う。図 1(a)から、未照射 FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$ (磁化測定から求めた  $T_c$ )は、16.6 K、 $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  照射した FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$  は 17.0 K とほとんど変化しなかった。また、10 K 以下の磁化の大きさは照射後大きくなっているが、10 K 以上においてはほとんど同じであった。図 1(b)から未照射 FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$  は、16.6 K、 $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  照射した FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$  は 16.8 K とほとんど変化しなかったが、磁化曲線の形状を比べると、プロトン照射 FST 薄膜は低温での磁化が大きくなり、傾きがシャープになっていることがわかる。

図 2 に未照射 FST 薄膜と照射エネルギー 1.5 MeV、照射量  $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  でプロトン照射した FST 薄膜の 5、8、10 K における  $J_c$  の磁場依存性を示す<sup>3)</sup>。これらの値は挿入図の磁化の磁場依存性から算出した。超伝導体に外部磁場を印加すると、挿入図のような磁化曲線を示すことが知られている。これは、超伝導体における磁束のピン止め現象により、励磁と減磁の場合で磁化に大きなヒステリシスが生じるためである。 $J_c$  は磁化曲線から Bean モデルを用いて算出した。測定する試料サイズを  $2a \times 2b \times 2c$  ( $a < b < c$ ) の平板で磁場が  $2a \times 2b$  面に垂直に印加されているとすると、 $J_c$  は

$$J_c = \Delta M / a(1 - a/3b)$$

<sup>\*1</sup>関西学院大学・工学部、<sup>\*2</sup>京都大学・工学研究科、<sup>\*3</sup>(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。

とあらわされる。 $\Delta M$  は磁場の上昇と下降の時の磁場の差である。プロトン照射後、1 T 以下において、 $J_c$  が約 30% 向上していることが観察された。一方、1 T 以上においては  $J_c$  の大きな変化は確認されなかった。これらの結果から、1.5 MeV のプロトン照射によって形成された照射欠陥は 1 T 以下の磁場における  $J_c$  向上に有効であると考えられる。

## 結言

鉄系超伝導体の一つである FST 薄膜にエネルギー 1.5 MeV の水素イオンを照射し、超伝導特性の変化を調べた。未照射 FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$  は、16.6 K に対し、 $1 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup> 照射した FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$  は 17.0 K、 $1 \times 10^{16}$  ions/cm<sup>2</sup> 照射した FST 薄膜の  $T_c^{\text{mag}}$  は 16.8 K とほとんど変化しなかった。また、プロトン照射後、5、8、10 K での 1 T 以下において、 $J_c$  が約 30% 向上した。一方、1 T 以上においては  $J_c$  の大きな変化は確認されなかった。この結果から、プロトン照射によって形成された欠陥が 1 T 以下の磁場での  $J_c$  を向上させるために有効であることが示された。

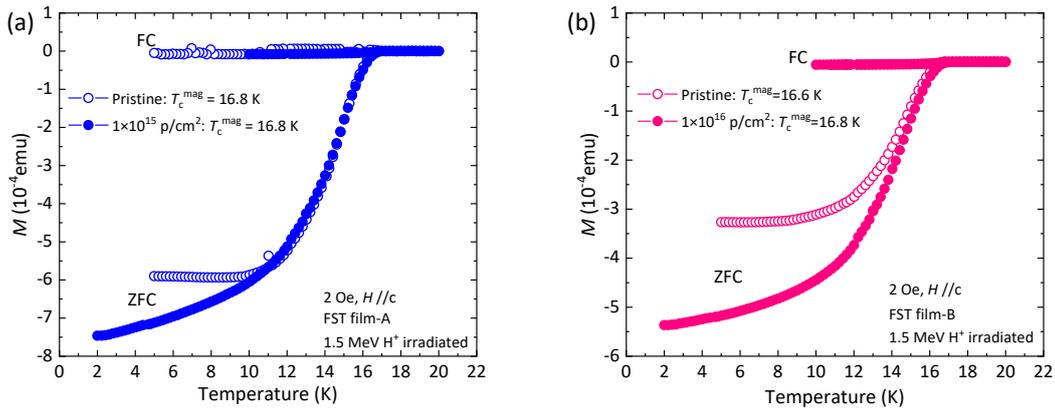


図 1 未照射 FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> 薄膜と、照射量(a) $1 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup> 及び(b) $1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> で 1.5 MeV プロトン照射した FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> 薄膜の磁化の温度依存性。<sup>3)</sup>

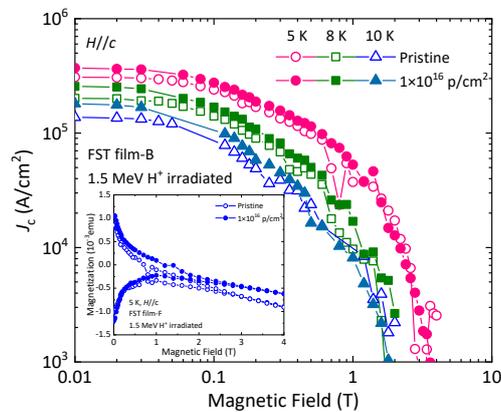


図 2 未照射 FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> 薄膜と照射エネルギー 1.5 MeV、照射量  $1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> でプロトン照射した FeSe<sub>0.5</sub>Te<sub>0.5</sub> 薄膜の 5、8、10 K における  $J_c$  の磁場依存性。挿入図は 5 K における磁化の磁場依存性を示す。<sup>3)</sup>

## 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

ES 法によるポリイミド系高分子ナノファイバーマットの作製  
Fabrication of Nanofiber Mats from Polymer Containing Polyimide Structure by Electrospinning畑下昌範<sup>\*1</sup>

Masanori HATASHITA

## Abstract

It is well-known that aromatic polyimides are applied in many industrial fields due to their excellent thermal stability, high mechanical strength, and superior chemical resistance. In this study, to develop new polymer nanofibers, a polymer having polyimide structure was synthesized. The synthesized polymer was soluble in dimethylsulfoxide, dimethylformamide and dimethylacetamide. Nanofiber mats were successfully prepared from dimethylformamide solution of this polymer by electrospinning method. The nanofibers with diameters in the range of 300-500 nm were well distributed in the membranes.

## 要約

芳香族ポリイミドは、その高い熱安定性、優れた機械的強度、および高い耐薬品性を有するという性質により、工業分野の様々な用途に用いられている高分子である。新しい高分子ファイバーを開発するにあたり、本研究では、このポリイミド構造を有する高分子に着目し、合成を行った。合成したポリイミド系高分子は、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド(DMF)、ジメチルアセトアミドに可溶であった。ナノファイバーマットはこの高分子の DMF 溶液を用いて、エレクトロスピンニング法により作製した。ナノファイバーのファイバー系はおおよそ 300-500nm であった。

## 緒言

ナノファイバーは、従来のマイクロサイズのファイバーにはない物理化学特性を発現することから、環境、エネルギー、バイオの領域でこれまでの常識を超えた全く新しい素材としての展開が期待されている。ナノファイバーに用いられる原料としては、天然高分子系のセルロースが最も用いられている一方で、合成高分子系ではポリエステルベースの報告があるのみで、より高い耐熱性、機械的強度を有しているスーパーエンジニアリングプラスチックを用いた例は見当たらない。今回、そのうちのひとつとして芳香族ポリイミドをベースとして、ナノファイバーを作製することを試みた。

## 成果の概要

ナノファイバーは、エレクトロスピンニング法によって比較的容易に作製することができる。この方法においては、高分子を溶液の状態で調製することが必須条件であるため、高分子を何らかの有機溶媒に溶解させる必要がある。しかし、ポリイミドは不溶融、溶媒不溶性であるために、そのままの構造ではエレクトロスピンニング処理をすることはできないとされてきた。そこで、ポリイミドの構造として、極性モノマーと非極性モノマーとを用い、共重合構造をもたせてポリイミドの溶媒溶解性を改善した。その溶媒に可溶性となったポリイミド系高分子を用いて、エレクトロスピンニング法によるナノファイバーの形成を試みた。種々の条件(電圧、流速、高分子濃度など)を検討し、形成されたファイバーを SEM により観察した。その結果、サブミクロンのファイバー径を示すファイバーの生成条件を見出した。溶媒可溶性のポリイミド系高分子を用いて、エレクトロスピンニング法によりサブミクロンサイズのファイバーマットを得ることができた。

## 結言

普及が始まっている天然高分子系のセルロースナノファイバーの主なものは、直径が 50nm 以下で繊維長/繊維幅比が 100 以上の繊維状物質で定義されているものである。これは、一本のファイバーというよりは極細の繊維状物質の集合体であり、セルロース系といえどもエレクトロスピンニングによる不織布マットはまだ広くは普及していない。ポリイミド系高分子は、セルロースの化学的性質を様々な点上で上回っており、より高性能な新しいナノファイバーマットとして、セルロース系不織布マットの普及に追隨してその利用の可能性が大いに期待される。

<sup>\*1</sup>(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

## 2.6.4.4

## 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、安永和史\*3

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

## Abstract

The development of conductive materials with flexibility and durability has been required in the field of electromagnetic shield materials. In this study, we are aiming to develop a conductive film with excellent bending durability by laminating Cu or Sn layer on the polyimide film. The conductive film under the development has a problem that its bending durability decreases with time. To clarify the cause of this decrease in bending durability of the conductive film, the elemental distribution toward the depth direction of the metal layer was analyzed by Auger electron spectroscopy. The measurement revealed that Sn/Cu alloy layer thickness increased with time at room temperature. The present results implies that the increase in Sn/Cu alloy layer thickness is the cause of the decrease in bending durability. These knowledges lead to the further improvement of the durability of the conductive film.

## 要約

電磁波シールド材の分野において、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、屈曲耐久性に優れた導電性フィルムの開発をめざしている。しかしながら、開発中の導電性フィルムには、時間経過とともに屈曲耐久性が低下するという問題があった。そこで本研究では、開発中の導電性フィルムの金属皮膜の元素分析をおこない、屈曲耐久性低下の原因を解析した。その結果、室温条件下において、時間経過とともに銅とスズの合金層の厚みが増加していることが明らかになった。このことが屈曲耐久性低下の原因と考えられ、導電性フィルムの更なる耐久性向上につながる知見が得られた。

## 緒言

ヘルスケアデバイス・家電・ロボット・クルマ(車載デバイス)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。これらは主に電磁波シールド材としてさまざまな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。

本研究では、ポリイミドフィルム上に金属被膜を形成した導電性フィルムについて、更なる耐久性向上を検討した。本導電性フィルムは室温条件下において、時間経過とともに屈曲耐久性が低下する(屈曲時に金属皮膜が割れる)という問題があった。そこで、オージェ電子分光分析(AES)を用いて金属被膜の深さ方向元素分布を分析し、屈曲耐久性低下の原因を解析するとともに屈曲耐久性の向上について検討した。

## 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  $\mu\text{m}$ )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1)。本素材は耐熱性、導電性および屈曲耐久性を有していたが、室温条件下において、時間経過とともに屈曲耐久性が低下する(屈曲時に金属皮膜が割れる)という問題が明らかになった。

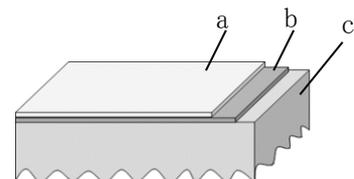


図1 導電性フィルムの構造

a. スズ層, b. 銅層

c. ポリイミドフィルム(厚さ 25  $\mu\text{m}$ )

\*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。

### 屈曲耐久性低下(金属皮膜の割れ)の原因解析

時間経過とともに屈曲耐久性低下の原因解析のため、作製時期の異なる2種類の導電性フィルムサンプル(作製直後のサンプル及び作製後室温で6か月間保管したサンプル)を準備した。さらに、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、アルゴンイオンエッチングを併用し、金属被膜の表面から深さ方向の元素分析をおこなった(図2)。その結果、作製後に室温で6か月間保管したサンプルでは、作製直後のサンプルと比較して、スズ層と銅層の厚みが減少しており、一方で、スズと銅の合金層の厚み( $\text{SiO}_2$ 換算)が約600nmから800nm以上へと増加していることが明らかになった。合金層はスズ層や銅層よりも硬度が高いため、合金層の厚みの増加が本サンプルの屈曲耐久性の低下(屈曲時の金属皮膜の割れ)の原因になっていると考えられた。本研究により、スズと銅の合金層の形成を抑制するという観点から、導電性フィルムの屈曲耐久性を更に向上できる可能性を見出した。

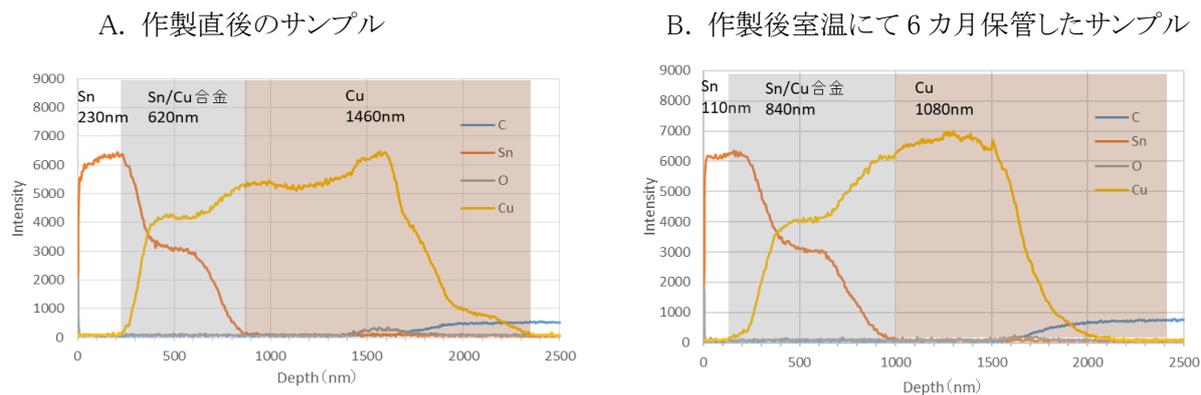


図2 作製時期の異なる導電性フィルムの金属皮膜のAESによる深さ方向の組成分析

### 結言

導電性フィルムの屈曲耐久性が時間経過とともに低下するという問題があった。AESを用いた金属皮膜の深さ方向の元素分析の結果、屈曲耐久性低下の原因はスズと銅の合金層の厚みの増加であると考えられ、導電性フィルムの更なる耐久性向上につながる知見が得られた。

## 2.6.4.5

## 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<sup>\*1</sup>、加藤寛敬<sup>\*2</sup>

Kazufumi YASUNAGA and Hirotaka KATO

## Abstract

A pure Cu disk specimen burnished at rotational speed of 400 rpm was observed by cross-sectional transmission electron microscopy. The grain size increases almost linearly with depth from the surface. This behavior is the same as observed in burnished carbon steel (S45C).

## 要約

純銅製円盤の表面を回転速度 400 rpm の条件でバニシング加工し、表面から深さ方向の微細組織を調査した。結晶粒の長軸長さは表面からの深さに比例して増加した。この結果はバニシング加工された炭素鋼(S45C)でこれまでに得られた傾向と同様であった。

## 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・耐摩耗性・疲労強度等の機械的性質が向上する。これまで bcc 構造を有する炭素鋼(S45C)の表面近傍の結晶粒がバニシング加工により微細化することを明らかにしてきた。本研究では fcc 構造を有する純 Cu に対してバニシング加工を施し、微細組織の変化について調査した。

## 成果の概要

試料は、純 Cu の円盤( $\phi$ 60 mm、 $t$  5 mm)にセラミックス( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )製のボール( $\phi$  6.35 mm)を荷重 100 N、回転速度 400 rpm、送り速度 0.00937 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、表面からの平均深さ 250 nm、1750 nm 及び 6100 nm における断面微細組織の TEM 暗視野像である。ほぼ摩擦方向に長軸をもつ白いコントラストは結晶粒であり、その結晶粒径(長軸長さ)は表面からの深さと共に増大している。図 2 は、粒径を表面からの深さに対して表示したもので、表面から深さ約 6  $\mu\text{m}$  にわたり粒径は直線的に増加する傾向がみられる。この粒径と深さの関係は、荷重 500 N、回転速度 200~1200 rpm の条件でバニシング加工した S45C においても同様に観察された現象である。よって、バニシング加工により誘起された微細組織変化は、結晶構造の違いによらない現象であると考えられる。

## 結言

回転速度 400 rpm でバニシング加工した純 Cu の結晶粒径について、表面からの深さ依存性を調査した。結晶粒の長軸長さは表面からの深さに比例して増加した。この傾向はバニシング加工された炭素鋼(S45C)でこれまでに得られた傾向と同様であった。

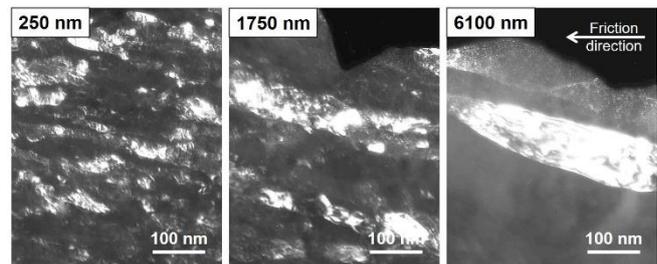


図 1 400 rpm でバニシング加工した純 Cu 断面の TEM 暗視野像

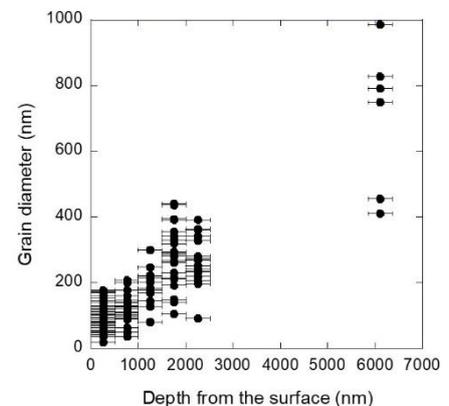


図 2 純 Cu の結晶粒径の深さ依存性

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>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工業高等専門学校と共同で実施したものである。

## 2.6.4.6

## 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

## Microstructure of Ti Alloy due to Micro Slurry-Jet Erosion Test

安永和史<sup>\*1</sup>、岩井善郎<sup>\*2</sup>

Kazufumi YASUNAGA and Yoshiro IWAI

## Abstract

The surface of a Ti alloy subjected to a micro slurry-jet was observed by cross-sectional scanning electron microscopy to reveal the wear property. The surface showed dimpled structure with sharp edges of a few  $\mu\text{m}$  in depth. The present results suggests that the wear has progressed with brittle fracture at localized regions.

## 要約

マイクロスラリージェットエロージョン試験後のチタン合金を断面方向から SEM 観察することにより、材料表面の摩耗の進展状態について調査した。摩耗表面には最深部深さ数  $\mu\text{m}$  の鋭い輪郭を示す窪みが存在しており、摩耗は局所的に脆性的な破壊を伴い進展したことが示唆された。

## 緒言

革新的な材料の製造や安全・安心で高度な機能・強度の維持には、材料表面の強度を定量的に評価できる試験法の開発が必要不可欠である。本研究では、福井大学で開発された微小な固体粒子を含む水噴流の高速投射による表面破壊現象(エロージョン)を利用して、表面および内部の強度を評価す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)を様々な先進材料に適用して、材料開発および劣化等による寿命予測の開発を目指す。

## 成果の概要

試料は、積層造形により作製されたチタン合金(Ti-6Al-4V)製の円盤( $\phi 12\text{ mm}$ ,  $t 3\text{ mm}$ )である。この試料に、多角形状のアルミナ粒子(平均粒径  $40\ \mu\text{m}$ )のスラリーを噴霧して MSE 試験した。スラリー噴霧された領域は、金属光沢が消失し灰色に変色した。図1は、最も摩耗した表面領域を断面方向から観察した SEM 像である。表面には局所的に窪んだ領域(白矢印)が存在し、最深部は、鋭角または鈍角の頂点を示した。窪みは表面に平行な方向に数~十数  $\mu\text{m}$  の間隔で存在した。すなわち、摩耗は表面一様に進行するのではなく、ある観察断面において  $\mu\text{m}$  レベルでの不均一性が存在した。窪みは鋭い縁をもっており、脆性破壊を伴い摩耗が局所的に進行したことを示唆している。図2は、窪みの最大深さの個数分布であり、窪みの深さは平均  $2.7\ \mu\text{m}$  と評価された。粗大な窪みの形成は結晶粒界等の多結晶材料中に不可避に含まれる構造欠陥の存在に起因していると考えられる。

## 結言

積層造形により作製された Ti-6Al-4V の摩耗の特徴について MSE 試験法により調査した。摩耗は表面一様に進行するのではなく、局所的に優先的に進行し深さ数  $\mu\text{m}$  の窪みが形成された。窪みの形成領域では、脆性破壊を伴い摩耗が進展したことが示唆された。

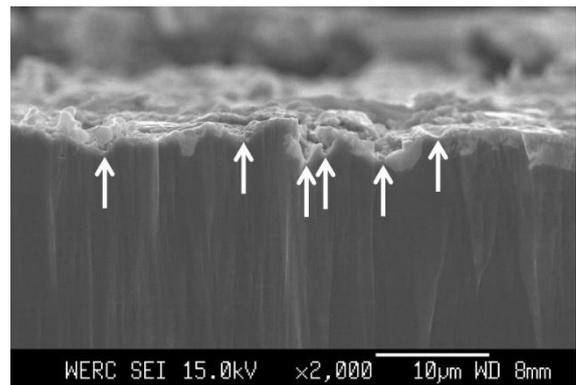


図1 摩擦試験後の Ti-6Al-4V の表面組織

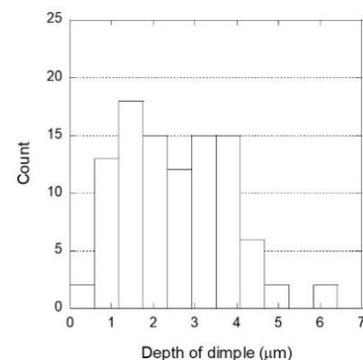


図2 摩耗試験後の窪みの深さ分布

<sup>\*1</sup>(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、<sup>\*2</sup>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が福井大学と共同で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 Element on Corrosion Properties in Magnesium Alloy

安永和史\*<sup>1</sup>、畠山賢彦\*<sup>2</sup>

Kazufumi YASUNAGA and Masahiko HATAKEYAMA

## Abstract

Corrosion resistance of Mg-Al alloys depends on the additive amount of Al. We investigated the distribution of Al in a Mg-15 wt% Al specimen that shows lower corrosion current density than those of Mg-Al alloys with Al concentration below 7 wt%.

## 要約

Mg-Al 合金の耐食性は Al の添加濃度に依存する。Al 添加量が 7 wt%未満の Mg-Al 合金と比較して低い腐食電流密度を示す Mg-15 wt% Al 合金中の元素分布について調査した。

## 緒言

軽量かつ比強度の高いマグネシウム(Mg)合金は、携帯機器・運送機械用等の構造材料として広く利用されている。しかし、Mg合金は、不動態膜が弱く大気中での耐食性が低い。近年、水和酸化物被膜が形成された試料の強アルカリ溶液中での電気化学的調査の精度が向上したことにより、Mg合金の腐食を誘起する因子が次第に明らかになってきた。2元素のMg-Al合金は、Alが母相に固溶すると貴な方向に遷移し、比較的高い耐食性を示す。本研究では、低Al添加濃度のMg-Al合金と比較して耐食性の高いMg-15 wt%Al合金中での元素分布を明らかにすることを目的として、微細組織を調査した。

## 成果の概要

Mg-Al合金試料は、純度99.92 wt%のMg及び純度99.7 wt%のAlを943 Kで溶解し、液体窒素で冷却された銅合金製のY形状鋳型を用いて鋳造したものである。MgへのAlの添加量は15.65 wt%(AM150)で、不純物として0.001 wt%のFe及び0.013 wt%のSiを含有している。図1はAM150のSTEM明視野像(a)、Mg(b)及びAl(c)の元素分布像である。主要な析出物は歪な形状を示すβ相であり、その内部に複数の球状の低Al濃度(11 wt%)の図1(c)中の領域1が含まれる。β相以外の領域においても、Al濃度は場所により変化した。図1(c)中の領域2は9.5 wt%、図1(c)中の領域3は6.3 wt%のAlを含み、それぞれ母相であるα相及びAl-rich-α相と呼ばれ、β相を取り囲むように分布するAl濃度の高い領域と考えられる。図1(c)中の領域4は46.9 wt%のAl及びFe、Mn、Siを含む $Al_x(Fe,Mn)_ySi_z$ 析出物である。この析出物は、AM150中の微量不純物に起因したもので、他の析出物と比較して数密度は顕著に低い。

## 結言

Mg-15 wt%Al合金中での元素分布を調査した結果、構造またはAl濃度の異なる4つの相であるβ相、Al-rich-α相、α相、 $Al_x(Fe,Mn)_ySi_z$ の存在が確認された。

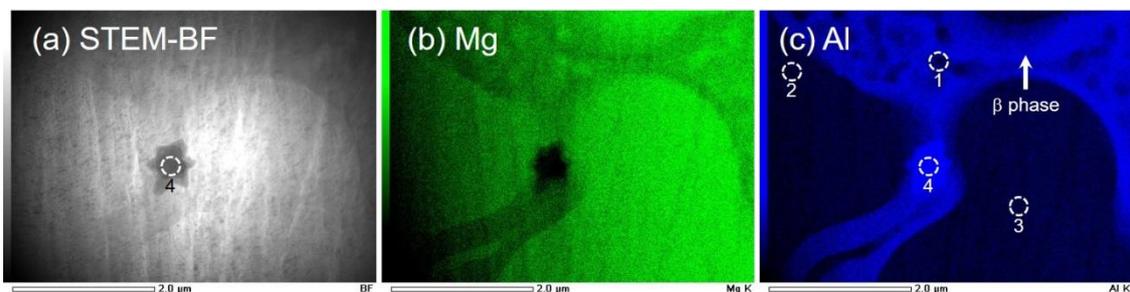


図1 Mg-Al合金(AM150)のSTEM明視野像(a)、Mg(b)及びAl(c)の元素分布像

\*<sup>1</sup>(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、\*<sup>2</sup>富山大学大学院・理工学研究部  
本研究は、(公財)若狭湾エネルギー研究センターと富山大学と共同で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2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. Eiichi Shoji, Hiroaki Hatano and Masanori Hatashita, Fabrication and electrochemical instrumentation of redox-active nanofiber mat for polyaniline incorporated with poly(imide sulfonate), *Polymers Advanced Technologies*, Vol.31, No.5, 980-987, 2020
2. Yuki Yamamoto, Norito Ishikawa, Fuminobu Hori and Akihiro Iwase, Analysis of ion-irradiation induced lattice expansion and ferromagnetic state in CeO<sub>2</sub> by using Poisson distribution function, *Quantum Beam Science*, 4, 3, 26, 2020
3. T. Yamada, A. Takano, K. Sugita, A. Iwase, M. Maekawa, A. Kawasuso and F. Hori, Effect of dual implantation with Ag and Ni ions on the optical absorption of silica glass, *Transaction of Materials Research Society of Japan*, Vol.45, No.4, 127-130, 2020
4. Akihiro Iwase, Satoshi Hatori, Tetsuro Kurita, Kyo Kume, Munetoshi Maeda, Keiichi Takagi, Masanori Hatashita, Ryoya Ishigami, Kohtaku Suzuki, Current Status and Prospects of the Research Using Energetic Ion Beams at the Wakasa Wan Energy Research Center, *Transaction of Materials Research Society of Japan*, Vol.45, No.4, 89-96, 2020
5. Kohtaku Suzuki, Ryoya Ishigami, Kazufumi Yasunaga, Keisuke Yasuda, Quantitative Ion Beam Analysis for Light Elements using In-air and High Depth Resolution Systems, *Transaction of Material Research Society of Japan*, Vol.45, No.4, 97-101, 2020
6. A. Iwase, K. Yoneda, R. Ishigami, T. Matsui, Restoration of ion beam irradiation induced metastable magnetic states and lattice structures of FeRh thin films by heat treatments at elevated temperatures, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 515, 167286, 2020
7. T. Yamada, K. Fukuda, S. Semboshi, Y. Saitoh, H. Amekura, A. Iwase, F. Hori, Control of optical absorption of silica glass by Ag ion implantation and subsequent heavy ion irradiation, *Nanotechnology*, 31, 455706, 2020
8. K. Suzuki, B. Tsuchiya, K. Yasuda, Y. Nakata, Light element analysis of ceramics using in-air ERDA and TOF-ERDA, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 478, 169-173, 2020
9. Toru Harigai, Satoshi Degai, Yuya Sugie, Hirofumi Takikawa, Tsuyoshi Tanimoto, Hidenobu Gonda, Satoru Kaneko, Shinsuke Kunitsugu, Kohtaku Suzuki, Masao Kamiya, Makoto Taki, Improvement of drilling performance by overcoating diamond-like carbon films on diamond-coated drills for carbon fiber reinforced plastics processing, *Vacuum*, 15, 109755, 2020
10. Teruaki Konishi, Daichi Yoshihara, Munetoshi Maeda, Daisuke Ohsawa, Noriko Usami, and Kotaro Hieda, Enhanced Cell Inactivation and Double-Strand Break Induction in V79 Chinese Hamster Cells by Monochromatic X-Rays at Phosphorus K-Shell Absorption Peak, *Quantum Beam Science*, 4, 4, 38, 2020
11. Yoshikazu Maeda, Yoshitaka Sato, Kazutaka Yamamoto, Hiroyasu Tamamura, Makoto Sasaki, Nobukazu Fuwa, Shigeyuki Takamatsu, Kyo Kume, Stability of daily rectal movement and effectiveness of replanning protocols for sparing rectal doses based on the daily CT images during proton treatment for prostate cancer, *Journal of Applied Clinical Medical Physics*, Vol.21, No.10, 109-121, 2020
12. Hiroyuki Daido, Tomonori Yamada, Hiroyuki Furukawa, Chikara Ito, Masabumi Miyabe, Takuya Shibata, and Shuichi Hasegawa, Generation of particles and fragments by quasicontinuous wave fiber laser irradiation of stainless steel, alumina, and concrete materials, *Journal of Laser Applications*, 33, 012001-1~012001-16, 2020
13. Ken-ichi Fukumoto, Yoshiki Kitamura, Shuichiro Miura, Kouji Fujita, Ryoya Ishigami, Takuya Nagasaka, Irradiation Hardening Behavior of He-Irradiated V-Cr-Ti Alloys with Low Ti Addition, *Quantum Beam Science*, 5, 1, 1, 2020
14. Naoki Ogino, Makoto Arimoto, Tatsuya Sawano, Daisuke Yonetoku, Pang Yu, Shota Watanabe, Junko Hiraga, Yuhi Daito, Satoshi Hatori, Kyo Kume, Takashi Hasegawa, Performance verification of detecting

soft X-rays with a next generation Si CMOS detector for space applications, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 987, 164843, 2021

15. Yusuke Nakauchi, Masanao Abe, Makiko Ohtake, Toru Matsumoto, Akira Tsuchiyama, Kohei Kitazato, Keisuke Yasuda, Kohtaku Suzuki, Yoshinori Nakata, The formation of H<sub>2</sub>O and Si-OH by H<sub>2</sub><sup>+</sup> irradiation in major minerals of carbonaceous chondrites, Icarus, 355, 114140, 2021
16. Go Kagiya, Ayaka Sato, Ryohei Ogawa, Masanori Hatashita, Mana Kato, Makoto Kubo, Fumiaki Kojima, Fumitaka Kawakami, Yukari Nishimura, Naoya Abe and Fuminori Hyodo, Real-time visualization of intratumoral necrosis using split-luciferase reconstitution by protein trans-splicing, Molecular Therapy Oncolytics, Vol.20, 48-58, 2021

(2) 解説、総説、報告書など

1. 安永和美、収差補正機能付き分析電子顕微鏡による構造材料の高精度定量分析、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、第 23 号、142-143 頁、2020
2. 岩瀬彰宏、若狭湾エネルギー研究センターにおけるイオンビーム、レーザービームを利用した研究・開発、公益財団法人体質研究会・放射線照射利用促進協議会 ニュースレター、第 23 巻、第 2 号、2-6 頁、2020
3. Akihiro IWASE, Norito ISHIKAWA and Takanori KISHINO, Stability of Ce<sup>3+</sup> valence state and lattice expansion of CeO<sub>2</sub> induced by high temperature annealing in vacuum, Photon Factory Activity Report 2019, 37, No.95, 2020
4. 久米恭、イオンビーム照射による植物の品種改良-若狭湾エネルギー研究センター多目的イオン加速器システムにおける例-、一般社団法人 電気設備学会 学会誌、第 40 巻、第 10 号、618-615 頁、2020
5. 川崎郁夫、高木俊弥、久米恭、河瀬宇宙、瓦礫等による放射線源の評価手法を反映した線量評価システムの高度化、INSS JOURNAL、第 27 巻、231-236 頁
6. 久米恭、佐々木誠、第 118 回日本医学物理学会学術大会報告、医学物理、第 40 巻、第 4 号、141-146 頁、2020
7. F. Hori, T. Yamada, N. Ogawa, A. Takano, A. Iwase, M. Maekawa, A. Kawasuso, Q.Xu and K. Ohsawa, Hydrogen Trapping Behavior of B2 Ordered Fe-Al Alloy with Irradiation, QST Takasaki Annual Report 2019, 47, 2021

(3) 国際会議発表(口頭発表)

1. Akihiro Iwase, Shigeru Nishio, Analysis of Ion-Track Overlapping Effects by Using Binomial/Poisson Distribution Functions and Monte Carlo Simulation, MRSJ Annual Symposium International Symposium “Innovative Materials Technologies Utilizing Ion Beams”, online, 2020.12

(4) 国際会議発表(ポスター発表)

1. Akira Makino, Kyo Kume, Makoto Sasaki, Tatsuya Asai, Hiroyasu Tamamura, Kazutaka Yamamoto, Hidehiko Okazawa, Yasushi Kiyono, Early prediction of the radiation therapeutic effect against cervical cancer by 3'-deoxy-3'-[<sup>18</sup>F]fluorothymidine, Society of Nuclear Medicine & Molecular Imaging 2020 Annual Meeting, online, 2020.7
2. K. Suzuki, K. Yasuda, B. Tsuchiya, In-situ Analysis for Lithium Compounds using Time-of-Flight ERDA, MRSJ Annual Symposium International Symposium “Innovative Materials Technologies Utilizing Ion Beams”, online, 2020.12
3. K. Ikeda, A. Kinomura, M. Nakajima, Y. Kuzuya, A. Yabuuchi, S. Nakao, K. Suzuki and K. Yasuda, Characterization of Nanostructures in Diamond-Like Carbon Films Formed by Plasma-Based Ion Implantation and Deposition, MRSJ Annual Symposium International Symposium “Innovative Materials Technologies Utilizing Ion Beams”, online, 2020.12

(5) 国内会議発表(口頭発表)

1. 金田真奈、畑下昌範、沖昌也、SIR2、3、4 の破壊と再導入に伴う X 線耐性への影響、日本生化学会北陸支部第 38 回大会、オンライン、2020.6
2. 畑下昌範、庄司英一、エレクトロスピンニング法によるポリイミドスルホン酸ナノファイバーの作製、2020 年繊維学会年次大会、誌上、2020.6

3. 岩瀬彰宏、核燃料模擬物質の高エネルギー重イオン照射効果、材料照射効果研究会－福井県嶺南地域発信－、オンライン、2020.8
4. 石神龍哉、若狭湾エネルギー研究センターの加速器紹介－材料照射効果への利用を中心に－、材料照射効果研究会－福井県嶺南地域発信－、オンライン、2020.8
5. 安永和史、照射下での Zr 合金中析出物の安定性、材料照射効果研究会－福井県嶺南地域発信－、オンライン、2020.8
6. 岩瀬彰宏、高エネルギーイオンビームと物質の相互作用－その基礎過程から材料改質への応用まで－、日本物理学会 2020 年秋季大会、オンライン、2020.9(招待講演)
7. 山田智子、前川雅樹、河裾厚男、千星聡、正橋直哉、岩瀬彰宏、松井利之、田口昇、田中真悟、堀史説、Ag-Ni 多重イオンの制御照射によるアモルファスガラス内複合粒子の合成、日本物理学会 2020 年秋季大会、オンライン、2020.9
8. 川崎郁夫、高木俊弥、久米恭、河瀬宇宙、瓦礫等による放射線源の評価手法を反映した線量評価システムの高度化、日本原子力学会 2020 年秋の大会、オンライン、2020.9
9. 畑下昌範、庄司英一、ポリイミド系高分子を用いた機能性ナノファイバーの創製、2020 年度電気・情報関係学会北陸支部連合大会、オンライン、2020.9
10. 疋田雄祐、庄司英一、畑下昌範、解繊セルロースナノファイバーのエレクトロスピニングによる再紡糸機能性ナノファイバー複合体の創製と構造、2020 年度電気・情報関係学会北陸支部連合大会、オンライン、2020.9
11. 太田圭祐、庄司英一、畑下昌範、解繊セルロースナノファイバー高分子電解質をドーパント基材とした導電性セルロースナノファイバー複合膜の創製と機能、2020 年度電気・情報関係学会北陸支部連合大会、オンライン、2020.9
12. 石神龍哉、若狭湾エネルギー研究センターの加速器を用いた材料改質・分析実験、第 71 回放射線科学研究会、大阪府大阪市、2020.9(招待講演)
13. 池田佳祐、木野村淳、中島諒、葛谷佳広、藪内敦、中尾節男、園田勉、鈴木耕拓、安田啓介、低速陽電子ビームを用いた DLC 系薄膜のナノ構造と水素影響の評価、第 81 回応用物理学会秋季学術講演会、オンライン、2020.9
14. Natsuko Kondo, Yoshinori Sakurai, Kuniyuki Kano, Takushi Takata, Kyo Kume, Munetoshi Maeda, Mitutoshi Setou, Junken Aoki, Minori Suzuki, Lysophosphatidyl acid is involved in radiation brain necrosis through chronic microglial activation, 日本放射線腫瘍学会第 33 回学術大会, オンライン, 2020.10
15. 久米恭、若狭湾エネルギー研究センターにおける宇宙機器の放射線耐性評価の実施、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
16. 遠藤伸之、食品の抗酸化力評価手法の開発を中心とした、エネ研における化合物測定事例や科学機器の紹介、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
17. 前田宗利、粒子線がん治療の高度化を目指したエネ研における医療分野の取組み－エネ研粒子線医療研究の過去・現在・未来－、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
18. 安藤静治、廃止措置へのレーザー加工技術開発及び一般産業への応用、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
19. 岩瀬彰宏、高エネルギーイオンビーム照射効果研究－この 20 年でやれたこと、やれなかったこと－、格子欠陥フォーラム(物理学会サテライト)、オンライン、2020.12(招待講演)
20. 畑下昌範、好塩性野菜シーアスパラガスの人工光水耕栽培条件による機能性成分の変化、2020 年度園芸学会北陸支部大会、誌上、2020.12
21. 更山楓、島田裕介、川手直樹、中野健一、安永和史、畠山賢彦、砂田聡、Mg-Al 系合金の腐食挙動に及ぼす第三元素添加の影響、日本金属学会・日本鉄鋼協会北陸信越支部、富山県富山市、2020.12
22. K. Suzuki, B. Tsuchiya, Liquid analysis using in-air ERDA/RBS system at WERC, 第 21 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、京都府宇治市、2020.12
23. 池田佳祐、木野村淳、中島諒、葛谷佳広、中尾節男、鈴木耕拓、安田啓介、茶谷原昭義、山田英明、複数の成膜・加熱条件で形成した DLC 系薄膜の低速陽電子ビームによる評価、陽電子科学とその理工学への応用、オンライン、2020.12
24. 鈴木耕拓、イオンビームによる水素分析技術の開発、先端技術セミナー「水素製造の新たな道筋～生物酵素による触媒反応～」、オンライン、2020.12

25. 今澤遼、眞武寛人、内田悠介、高橋弘充、内田和海、水野恒史、深澤泰司、大野雅功、田島宏康、山岡和貴、羽鳥聡、久米恭、水嶋慧、宇宙利用に向けた光検出器 MPPC の陽子放射線耐性、日本物理学会第76回年次大会、オンライン、2021.3
  26. 針谷達、富永凌也、大浦曜、滝川浩史、鈴木耕拓、國次真輔、権田英修、DLC 高速成膜のための同軸ガス供給パルスアークプラズマジェット源の開発、応用物理学会第68回春季学術講演会、オンライン、2021.3
  27. 針谷達、大浦曜、富永凌也、滝川浩史、鈴木耕拓、國次真輔、He/CO 混合ガスを用いた RF プラズマ CVD 法による水素フリーDLC 膜の作製、応用物理学会第68回春季学術講演会、オンライン、2021.3
  28. 土屋文、宇佐見太毅、加藤僚、鈴木耕拓、佐々木知子、飛行時間型反跳粒子検出法を用いたリチウム電池内のリチウムイオン移動その場観察、応用物理学会第68回春季学術講演会、オンライン、2021.3
  29. 岩瀬彰宏、西尾繁、確率分布とモンテカルロ法を用いたイオントラックオーバーラップ効果の評価、日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会、オンライン、2021.3
  30. 山田智子、岩瀬彰宏、松井利之、前川雅樹、河裾厚男、谷本久典、堀史説、アモルファス SiO<sub>2</sub> へのイオン注入制御による Ag-Ni 複合粒子の微細構造、日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会、オンライン、2021.3
  31. 堀史説、鷹野陽弘、岩瀬彰宏、金野泰幸、和田武、加藤秀実、前川雅樹、河裾厚男、石川法人、金属間化合物への重イオン照射によるアモルファス化と強度変化の合金依存性、日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会、オンライン、2021.3
  32. 東郷広一、福井真音、福元謙一、藪内聖皓、石神龍哉、タングステン中の転位-キャビティの動的相互作用に関する研究、日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会、オンライン、2021.3
  33. 朝倉一統、林田清、佐久間翔太郎、澤上拳明、米山友景、野田博文、松本浩典、小高裕和、丹波翼、高橋弘充、中嶋大、羽鳥聡、久米恭、水嶋慧、可視光用微小ピクセル CMOS 検出器の荷電粒子に対する応答評価、日本天文学会2021年春季年会、オンライン、2021.3
  34. 青木祐太郎、Glenn Harvel、久米恭、畑下昌範、佐倉俊治、砂川武義、PVA-KI ゲル線量計への He イオン照射効果の検討、日本原子力学会2021年春の年会、オンライン、2021.3
  35. 大道博行、山田知典、伊藤主税、宮部昌文、柴田卓弥、古河裕之、Stephen Robert Wells、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(4) (1)レーザー照射ジルコニアにおける微粒子発生過程、日本原子力学会2021年春の年会、オンライン、2021.3
  36. 宮部昌文、山田知典、柴田卓弥、伊藤主悦、大道博行、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(4) (2)高分解能遠隔核種分析法の開発、日本原子力学会2021年春の年会、オンライン、2021.3
  37. 丸山友輔、Stephen Robert Wells、渡辺悠介、大道博行、山田知典、伊藤主税、宮部昌文、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(4) (3)微粒子核種分析のための分光分析システムにおける試料導入部の開発、日本原子力学会2021年春の年会、オンライン、2021.3
  38. Stephen Robert Wells, Yusuke Maruyama, Yusuke Watanabe, Hiroyuki Daido, Tomonori Yamada, Chikara Ito, Masabumi Miyabe, Takuya Shibata, Shuichi Hasegawa, Analysis of particles generated by laser processing and development of their nuclide identification methodology (4) (4)Progress in a Spectroscopic Technique of Laser Based Analysis and Nuclide Identification of Fine Particle Debris, 日本原子力学会2021年春の年会、オンライン、2021.3
- (6) 国内会議発表(ポスター発表)
1. 山田智子、岩瀬彰宏、松井利之、前川雅樹、河裾厚男、正橋直哉、千星聡、堀史説、Ag-Ni 多重イオンの制御照射によるアモルファスガラス内複合粒子の合成、日本金属学会2020年秋期大会、オンライン、2020.9
  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、瀧上隆太、小田部圭佑、古川靖士、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 の現状、第17回日本加速器学会年会、オンライン、2020.9
  3. 塩川智也、奥川雄太郎、山口輝人、中西哲也、栗田哲郎、遅いビーム取り出しにおける高速ビーム制御とビーム取り出し量を増やすためのマルチバンド RFKO システムに関する研究、第17回日本加速器学会年会、オンライン、2020.9

4. 奥川雄太郎、中西哲也、栗田哲郎、シンクロトロンからの遅いビーム取り出しにおけるカラードノイズデータの加工によるスピル強度の増加、第 17 回日本加速器学会年会、オンライン、2020.9
5. 藤あかね、小林亮太、鈴木悠、畑下昌範、櫻井明彦、液体表面培養したカバノアナタケの抗糖化物質の解析、化学工学会第 51 回秋季大会、オンライン、2020.9
6. Munetoshi Maeda, Mika Maeda, Hideki Matsumoto, Masanori Tomita, Kyo Kume, Irradiation sequence in combined radiation exposure modifies the cellular radiosensitivity, 日本放射線影響学会第 63 回大会、オンライン、2020.10
7. 三浦孝太郎、高城啓一、福井県での栽培に最適化した酒米“新山田錦”の育成、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
8. 櫻井明彦、畑下昌範、カバノアナタケによる抗糖化物質の生産とその解析、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
9. 近藤夏子、久米恭、粒子線によるヒト iPS 由来神経細胞の細胞死・炎症メカニズム解明、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
10. 清野泰、久米恭、子宮頸がんに対する粒子線治療の優位性と  $^{18}\text{F}$ -FLT 検査による治療効果予測は普遍的か？、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
11. 松本英樹、前田宗利、陽子線頭頸部がん治療時に発症する放射線性口腔粘膜障害を克服できるか？、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
12. 土屋文、鈴木耕拓、大気雰囲気型水素濃度分布その場測定を用いたリチウム酸化物の常温水分解・水素吸収特性の解明、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
13. 木野村淳、鈴木耕拓、DLC 膜の濡れ性と水素量及びナノ構造との関連、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10
14. 坪井昭彦、山岸隆一郎、レーザーによる防水塗膜剥離の効率化とプロセス解明、公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター第 22 回研究報告会、オンライン、2020.10

### 3.2. 特許

令和2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

なし

(2) 特許登録

1. 「放射線感応性ゲルインジケータ、及びその調製方法、及びその使用方法、及びその処理方法」(特許第6714231号) 砂川武義、畑下昌範、久米恭 他

### 3.3. 品種

令和2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

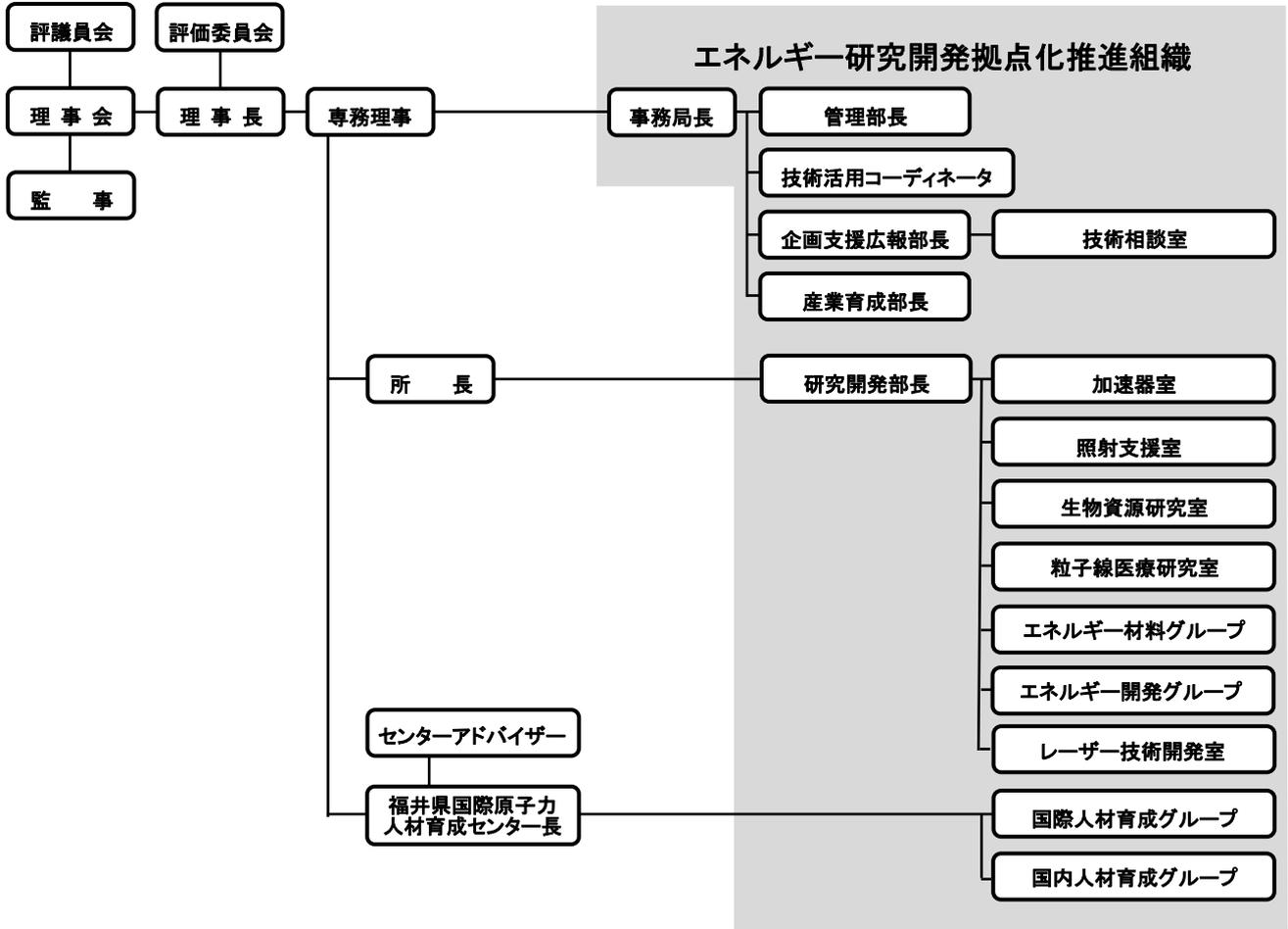
なし

(2) 品種登録

なし

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2年4月1日 現在)



令和2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23巻

発行:令和3年10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