



Zero-Emission Energy Research

Joint Usage/Research Center,
Institute of Advanced Energy,
Kyoto University

京都大学エネルギー理工学研究所
ゼロエミッションエネルギー研究拠点
共同利用・共同研究 成果報告書

平成24年度





Zero-Emission Energy Research

Joint Usage/Research Center,
Institute of Advanced Energy,
Kyoto University

京都大学エネルギー理工学研究所
ゼロエミッションエネルギー研究拠点
共同利用・共同研究 成果報告書

平成24年度



ご挨拶

政治や経済の混乱に明け暮れた平成 24 年が過ぎました。平成 25 年は、わが国での新政権の発足をはじめとして、東アジア各国のリーダーが交代して、新たな何かが起こる予感がする年となります。

平成 23 年度に開始した共同利用・共同研究拠点「ゼロエミッションエネルギー研究拠点」は、皆様のご協力とご支援のおかげをもちまして、2 年目にあたる平成 24 年度の活動を順調に進めることができました。企画型共同研究、提案型共同利用・共同研究、共同利用の各項目において、初年度以上の利用件数となっています。さらに、研究所との共催で、国際シンポジウムを平成 24 年 9 月 2 日から 4 日の日程で、“**Toward Zero-Emission Energy**”のサブタイトルのもとに開催し、数多くの拠点関係の方々にもご参加いただきました。平成 24 年度の拠点活動の一端は、平成 25 年 3 月 6 日開催の成果報告会において発表されます。さらに、本報告書で拠点活動の成果が報告されています。是非ご覧いただければと存じます。拠点活動を通じて、研究所が提供する研究環境や設備の利用や研究集会在、皆様の研究の進展に少しでもお役に立てるのならば嬉しく思いますとともに、本活動に参加し、盛り立ててくださった皆様に厚く御礼申し上げます。また、これまでの 2 年間の拠点活動についての中間評価が平成 25 年度前半に予定されております。評価結果は、平成 27 年度までの残期の予算査定ならびに次期拠点認定に反映させると文部科学省から説明を受けています。皆様に資料作成等でご協力をお願いすることもあろうかと思いますが、その節はどうぞよろしくお願い申し上げます。

諸事情によって、研究所の平成 25 年度予算が厳しい状況となりそうです。これまでのようには行かないかもしれませんが、研究所として拠点活動に対して最大限の支援を行う所存です。本拠点活動における共同利用・共同研究を通じて、関連コミュニティーの皆様とともに、ゼロエミッションエネルギー研究の一層の進展を目指します。皆様の本拠点活動への積極的なご参加をお願いいたします。

平成 25 年 3 月
京都大学エネルギー理工学研究所
所長 尾形幸生

平成 25 年 3 月 6 日 (水)
京都大学宇治キャンパス 総合研究実験棟 4F HW401

京都大学エネルギー理工学研究所
ゼロエミッションエネルギー研究拠点
平成 24 年度
共同利用・共同研究成果報告会
【プログラム】

(受付開始 9:30)
開会の辞

10:00 – 10:05 尾形幸生 所長

セッション 1 座長：全 炳俊

10:05 – 10:30 大西正視 (関西大学：A-8)
「放電型核融合中性子源における D-T 燃焼のための
燃料注入・排気系に関する研究」

10:30 – 10:45 佐藤慎一 (京都大学：B-7)
「細胞内エネルギー代謝シグナルの可視化を目指した蛍光プローブ開発」

10:45 – 11:00 岩切宏友 (琉球大学：B-21)
「原子力発電所の安全性評価と今後のエネルギー環境教育」

11:00 – 11:15 大館 暁 (核融合科学研究所：B-45)
「コンピュータ断層撮影法を用いた
三次元高温プラズマの可視化に関する研究」

11:15 – 11:35 休憩

セッション 2 座長：永田 崇

11:35 – 11:50 宮田耕充 (名古屋大学：B-11)
「顕微分光による高品質カーボンナノチューブの光・電子物性の評価」

11:50 – 12:15 武田 穰 (横浜国立大学：A-1)
「バイオマスの高付加価値化を目指した細菌由来の
自己組織化複合糖質の構造解析」

12:15 – 12:30 中江隆博 (愛媛大学：B-6)
「超省エネルギー素子を目指す極細炭素細線のビルドアップ手法の開発」

12:30 – 13:30 昼食

セッション 3 座長：深見一弘

- 13:30 – 13:55 安田和弘（九州大学：A-15）
「酸化物/窒化物セラミックスの照射誘起微細構造
～電子励起および選択的はじき出し損傷の効果～」
- 13:55 – 14:10 小林 徹（理化学研究所：B-23）
「フェムト秒レーザーアブレーションによる高機能性クラスター生成」
- 14:10 – 14:35 栗下裕明（東北大学：A-12）
「ブランケットシステム開発のためのナノ構造を持つ
高靱性 W-TiC と ODS 鋼の接合技術の開発」
- 14:35 – 14:50 堀 均（徳島大学：B-1）
「ゼロエミッションエネルギーシステム適合分子としての
低炭素型ボロントレース分子の設計開発」
- 14:50 – 15:10 休憩

セッション 4 座長：小林進二

- 15:10 – 15:25 鈴木 達（物質・材料研究機構：B-47）
「結晶配向が炭化ケイ素の熱伝導および電気伝導特性へ及ぼす
影響の解明」
- 15:25 – 15:40 竹内正樹（日本原子力研究開発機構：B-41）
「シート状超音速分子ビームを用いた高速カメラによる
2次元揺動イメージング計測」
- 15:40 – 16:05 谷川博康（日本原子力研究開発機構：A-28）
「低放射化核融合炉材料の重照射効果に関する研究」

閉会の辞

- 16:05 – 16:10 水内 亨 副所長

目 次

第一部 公募型共同利用・共同研究	1
第二部 拠点活動実績	169
平成 24 年度 活動実績	171
第三部 その他	177
平成 24 年度 公募案内	179
平成 24 年度 共同利用・共同研究推進室 アンケート調査結果	184

第一部 公募型共同利用・共同研究

第一部 公募型共同利用・共同研究

(A) 企画型共同研究

1. バイオマスの高付加価値化を目指した細菌由来の自己組織化複合糖質の
構造解析 (ZE24A-1) 12
武田 穰 横浜国立大学大学院工学研究院
2. DNA を電荷輸送材料として利用した光・エネルギー変換システム (ZE24A-2) 14
山名一成 兵庫県立大学大学院工学研究科
3. バイオマスの高度利用に向けたリグニン超分子構造の¹³C 標識を利用した
NMR 解析 (ZE24A-3) 16
福島和彦 名古屋大学大学院生命農学研究科
4. 低放射化フェライト鋼および ODS 鋼の照射下相安定性に関する
機構論的研究 (ZE24A-4) 18
阿部弘亨 東北大学金属材料研究所
5. イオンビームを用いた高粒子・高熱負荷実験設備の整備と
核融合炉ダイバーター材の試験 (ZE24A-5) 20
山本 靖 関西大学システム理工学部
6. バイオポリマーゲルマトリックスを用いた二酸化炭素の
メタノールへの酵素変換 (ZE24A-6) 22
田中直毅 京都工芸繊維大学生体分子工学部門
7. 高速炉構造材の熱時効・照射による強度劣化機構の実験的研究 (ZE24A-7) 24
福元謙一 福井大学国際原子力工学研究所
8. 放電型核融合中性子における D-T 燃焼のための
燃料注入・排気系に関する研究 (ZE24A-8) 26
大西正視 関西大学システム理工学部
9. バイオリファイナリーのための超高感度 NMR による
リグニンの構造解析 (ZE24A-9) 28
渡辺隆司 京都大学生存圏研究所

10. 核融合炉プラズマ対向材料の高エネルギーイオン照射による特性変化 (ZE24A-10) …… 30
 徳永和俊 九州大学応用力学研究所
11. 核融合炉複合照射環境下におけるタングステン材料挙動 (ZE24A-11) …………… 32
 上田良夫 大阪大学大学院工学研究科
12. ブランケットシステム開発のためのナノ構造を持つ
 高靱性W-TiC と ODS 鋼の接合技術の開発 (ZE24A-12) … 34
 栗下裕明 東北大学金属材料研究所
13. 核融合炉構造材料とその接合材の微細組織に対する変位損傷と
 核変換生成ヘリウムの相乗効果 (ZE24A-13) … 36
 山本琢也 University of California Santa Barbara
14. フェムト秒レーザーによる環境調和型
 低エネルギー損失ナノ構造固体表面の創製 (ZE24A-14) … 38
 安丸尚樹 福井工業高等専門学校機械工学科
15. 酸化物/窒化物セラミックスの照射誘起微細構造
 ～電子励起および選択的はじき出し損傷の効果～ (ZE24A-15) …… 40
 安田和弘 九州大学大学院工学研究院
16. 赤外自由電子レーザーを用いた光触媒物質成膜および
 生物 CO₂ 固定の研究 (ZE24A-16) …………… 42
 早川恭史 日本大学量子科学研究所
17. 超短レーザーパルスを用いた高効率分子イオン測定法の開発 (ZE24A-17) …………… 44
 新倉弘倫 早稲田大学先進理工学部応用物理学科
18. 先進タングステン合金の耐照射性機構解明に関する研究 (ZE24A-18) …………… 46
 長谷川晃 東北大学大学院工学研究科
19. 繰り返し高熱負荷環境およびパルス高熱負荷環境下における
 タングステンの損傷形成機構に関する研究 (ZE24A-19) …………… 48
 江里幸一郎 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門

20. イオン照射による圧力容器鋼の照射脆化 (ZE24A-20)	50
渡辺英雄 九州大学応用力学研究所	
21. DuET によるグリーンケミストリー半導体	
水分解可視光触媒等の効率改善 (ZE24A-21)	52
鈴木 薫 日本大学理工学部電気工学科	
22. 核融合炉用低放射化バナジウム合金の高 Cr 化、Y 添加による	
強度および照射特性の改善 (ZE24A-22)	54
長坂琢也 核融合科学研究所ヘリカル研究部	
23. 内部電流系トーラスプラズマにおけるヘリカル構造の研究と	
ヘリカル系プラズマ研究へのインパクト (ZE24A-23)	56
政宗貞男 京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科	
24. エネルギープラント構造材料の耐久性評価 (ZE24A-24)	58
木下博嗣 福島工業高等専門学校機械工学科	
25. KU-FEL エネルギー増強のためのマルチパルスレーザー開発 (ZE24A-25)	60
黒田隆之助 産業技術総合研究所計測フロンティア研究部門	
26. ステンレス鋼の核融合炉条件での重照射効果 (ZE24A-27)	62
大貫惣明 北海道大学大学院工学院	
27. 低放射化核融合炉材料の重照射効果に関する研究 (ZE24A-28)	64
谷川博康 日本原子力研開発機構核融合研究開発部門	
28. ナノバブル/粒子分散強化合金の創製とその組織に及ぼす照射影響評価 (ZE24A-29)	66
鵜飼重治 北海道大学大学院工学研究院	
29. 酸化物分散強化型フェライト鋼における弾き出し損傷	
およびヘリウム影響評価 (ZE24A-30)	68
安堂正己 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門	
30. Hybrid Solar Energy Research suitable for Rural Electrification (ZE24A-31)	70
Hew Wooi Ping University of Malaya	

(B) 提案型共同利用・共同研究

31. ゼロエミッションエネルギーシステム適合分子としての
低炭素型ボロントレース分子の設計開発 (ZE24B-1) 72
堀 均 徳島大学大学院ソシオテクノサイエンス研究部
32. 高熱伝導性を有する鉄鋼系複合材料の創製 (ZE24B-2) 74
橋本直幸 北海道大学大学院工学研究院
33. 爆接による核融合炉ダイバータ素子の開発 (ZE24B-3) 76
外本和幸 熊本大学衝撃・極限環境研究センター
34. 植物バイオマスの酵素糖化に関する研究 (ZE24B-4) 78
澤山茂樹 京都大学大学院農学研究科
35. DNA ナノワイヤトランジスタに関する研究 (ZE24B-5) 80
山名一成 兵庫県立大学大学院工学研究科
36. 超省エネルギー素子をを目指す極細炭素細線のビルドアップ手法の開発 (ZE24B-6) 82
中江隆博 愛媛大学大学院理工学研究科
37. 細胞内エネルギー代謝シグナルの可視化を目指した蛍光プローブ開発 (ZE24B-7) 84
佐藤慎一 京都大学物質-細胞統合システム拠点
38. 蛋白質を素材とする機能性ナノファイバーの設計と
細胞培養基板への応用 (ZE24B-8) 86
田中直毅 京都工芸繊維大学生体分子工学部門
39. 低分子有機薄膜太陽電池の開発 (ZE24B-9) 88
平本昌宏 分子科学研究所分子スケールナノサイエンスセンター
40. トロイダルプラズマの衝突輸送における対称性のもつ役割に
関する研究-1 (ZE24B-10) 90
菊池 満 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門
41. 顕微分光による高品質カーボンナノチューブの光・電子物性の評価 (ZE24B-11) 92
宮田耕充 名古屋大学物質科学国際研究センター

42. 重水素プラズマ慣性静電閉じ込め装置 (IEC) から発生する放射線の計測技術の開発 (ZE24B-12)	94
三澤 毅	京都大学原子炉実験所
43. 真空紫外パルスの位相計測と電子状態制御 (ZE24B-13)	96
板倉隆二	日本原子力研究開発機構量子ビーム応用研究部門
44. 高温プラズマにおける中性粒子の輸送過程に関する基礎研究 (ZE24B-14)	98
中嶋洋輔	筑波大学数理物質系
45. IEC 装置を用いた X 線/中性子同時ラジオグラフィの研究 (ZE24B-15)	100
大澤穂高	関西大学システム理工学部
46. 機能性有機薄膜の作製と発光特性および光電変換特性の評価 (ZE24B-16)	102
伊原博隆	熊本大学大学院自然科学研究科
47. 高調波発生を利用した真空紫外域における高強度フェムト秒パルスの発生 (ZE24B-17)	104
加来昌典	宮崎大学工学部
48. がん環境応答性蛍光プローブの in vivo での機能評価 (ZE24B-18)	106
原田 浩	京都大学生命科学系キャリアパス形成ユニット
49. ゼロエミッションに役立つ材料評価のための高次高調波ビームラインの高出力化 (ZE24B-19)	108
関川太郎	北海道大学大学院工学研究院
50. キャリアドーピングしたカーボンナノチューブにおける励起子位相緩和の微視的機構の解明 (ZE24B-20)	110
小鍋 哲	筑波大学数理物質科学研究科
51. 原子力発電所の安全性評価と今後のエネルギー環境教育 (ZE24B-21)	112
岩切宏友	琉球大学教育学部
52. レーザーパルスの最適制御による光化学反応の高効率化 (ZE24B-22)	114
大槻幸義	東北大学大学院理学研究科

53. フェムト秒レーザーアブレーションによる高機能性クラスター生成 (ZE24B-23) …… 116
小林 徹 理化学研究所基幹研究所
54. SMBI のためのノズルからの流れの解析 (ZE24B-24) …… 118
西野信博 広島大学大学院工学研究院
55. トーラスプラズマにおける電子サイクロトロン波放射の
トロイダル 2 点間相関計測 (ZE24B-26) …… 120
吉村泰夫 核融合科学研究所ヘリカル研究部
56. 核融合炉材料の照射下マイクロ構造変化の照射場依存性に関する
モデリング研究 (ZE24B-27) …… 122
渡辺淑之 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門
57. 重水素チャージされたタングステンの重水素トラップサイトの検出 (ZE24B-28) …… 124
佐藤紘一 京都大学原子炉実験所
58. Research of fracture toughness behavior of
structural materials using small specimens (ZE24B-29) …… 126
若井栄一 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門
59. 有機薄膜太陽電池の高効率化を目指した
有機 - 無機ハイブリッド膜の開発 (ZE24B-30) …… 128
秋山 毅 滋賀県立大学工学部
60. 入射方向可変 環状 大電力ミリ波ランチャーの開発 (ZE24B-31) …… 130
設楽弘之 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門
61. マイクロロッド構造を有するシリコーン樹脂の作製と
セルフクリーニング材料の開発 (ZE24B-32) …… 132
山内 健 新潟大学自然科学系
62. DNA ナノ構造体への膜輸送体の集積化 (ZE24B-33) …… 134
森 泰生 京都大学大学院地球環境学学
63. プラズマ対向材料の変形・破壊挙動評価 (ZE24B-34) …… 136
野上修平 東北大学大学院工学研究科

64. イオン照射金属ナノ粒子分散法による高輝度高効率光学デバイスの
開発基礎研究 (ZE24B-35) 138
柴山環樹 北海道大学大学院工学研究院
65. 光学的手法を利用したグラフェンナノ構造の
電子状態の解明とその応用 (ZE24B-36) 140
春山純志 青山学院大学大学院理工学専攻
66. 単一電子ビーム照射技術開発による微視的トラック構造研究 (ZE24B-37) 142
魚住裕介 九州大学大学院工学研究院
67. 金属内原子空孔と結合した水素原子クラスターの熱分解に関する
理論研究 (ZE24B-38) 144
加藤太治 核融合科学研究所核融合システム研究系
68. 電気化学的手法を用いた多孔質半導体形成における有機溶媒の効果 (ZE24B-39) 146
辻悦司 北海道大学大学院工学研究院
69. マイクロ波によるプラズマ乱流計測 (ZE24B-40) 148
稲垣 滋 九州大学応用力学研究所
70. シート状超音速分子ビームを用いた高速カメラによる
2次元揺動イメージング計測 (ZE24B-41) 150
竹内正樹 日本原子力研究開発機構 ITER 計測開発グループ
71. ジルコニウム合金における添加元素と水素・酸素元素との
相互作用に関する理論的研究 (ZE24B-42) 152
金田保則 秋田工業高等専門学校自然科学系
72. 先進 SiC/SiC 複合材料における熱分解炭素界面相の微細組織に及ぼす
イオン照射効果 (ZE24B-43) 154
小沢和巳 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門
73. コンピュータ断層撮影法を用いた三次元高温プラズマの
可視化に関する研究 (ZE24B-45) 156
大舘 暁 核融合科学研究所ヘリカル研究部

74. ブランケット用 SiC 材料のイオンビーム誘起発光測定による
照射損傷評価の研究 (ZE24B-46) 158
田中照也 核融合科学研究所ヘリカル研究部
75. 結晶配向が炭化ケイ素の熱伝導および電気伝導特性へ及ぼす
影響の解明 (ZE24B-47) 160
鈴木 達 物質・材料研究機構先端材料プロセスユニット
76. 摩擦攪拌接合した低放射化フェライト鋼の高温強度特性および
腐食特性の評価 (ZE24B-48) 162
酒瀬川英雄 日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門

(C) 共同利用

77. 細胞活動の制御・解明のための機能性タンパク質の創製 (ZE24C-1) 164
今西未来 京都大学化学研究所
78. ヘリオトロン J に於ける周辺計測と高周波加熱の研究 II (ZE24C-2) 166
上原和也 宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所

バイオマスの高付加価値化を目指した細菌由来の 自己組織化複合糖質の構造解析

武田 穰¹, 近藤敬子¹, 上田一義¹, 真嶋 司², 片平正人²

¹横浜国立大学大学院工学研究院

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景と目的

Sphaerotilus natans は活性汚泥バイオマスを構成する糸状性細菌の一種である。本細菌の活性汚泥における占有率の増大は活性汚泥の含水率の上昇をもたらす沈降性の悪化を招く。*S. natans* は粘質層に覆われたマイクロチューブ状構造体（鞘）を細胞列に沿って形成するのが特徴で（図 1）、含水率の上昇には粘質層の寄与が大きいと予想される。活性汚泥の運用の観点からは粘質層は有害物質だが、さらに客観的に捉えれば粘質層は優れた分散剤とみなせる。粘質層は図 2 に示す化学構造の酸性多糖である（Takeda *et al.*, *Biosci. Biotech. Biochem.*, 2002）。ゲル化剤として有用な gellan（*Sphingomonas* 属細菌由来）に類似の骨格を持つが多価カチオン依存性のゲル化特性は有しておらず、多価カチオン存在下でも安定した粘質層を維持することができるのが特徴である。その安定性を分子の立体構造の側面から予想することを目的として、超高感度 NMR 分析による H-H 距離の推算と分子力学計算を行った。

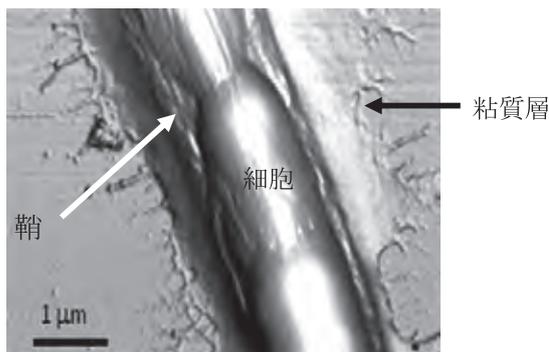


図 1 *S. natans* の走査プローブ顕微鏡像

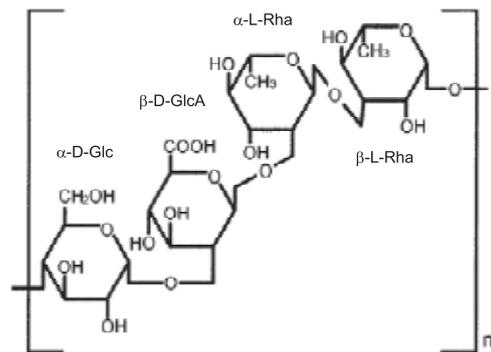


図 2 粘質層形成する酸性多糖の化学構造

2. 実験方法

【酸性多糖の精製】

グルコースを過剰に含む培地で *S. natans* を培養することによって酸性多糖を過剰分泌させ、遊離した酸性多糖を含む培養液を遠心分離によって回収した。培養液に陽イオン性界面活性剤を添加して酸性多糖との不溶性会合体を形成させ、遠心分離によって回収した。塩化ナトリウム溶液で会合体を溶解した後、エタノールを加えて酸性多糖を沈殿させ遠心分離で回収した。水で酸性多糖を溶解し、残存している界面活性剤を H⁺型陽イオン交換樹脂で除去して高純度の酸性多糖を得た。

【NMR 測定】

酸性多糖を重水に溶解し、内部標準として TMS とアセトン添加した。分子内のすべての ¹H-および ¹³C-NMR シグナルを帰属するため ¹H-¹H DQF-COSY、¹H-¹H TOCSY、¹H-¹H NOESY、¹H-¹³C HSQC、¹H-¹³C HMBC 測定を行った。測定には超高感度プローブ（クライオプローブ）を装備した 600 MHz NMR 装置を用いた。H-H 距離は ¹H-¹H NOESY 測定で観測された NOE シグナルの強度（H-H 距離の 6 乗に反比例）に基づいて算出した。その際、 α -L-ラムノース残基の 1-5 位 H-H 間の NOE シグナル強度および距離（3.42 Å）を基準として換算した。

【分子力学計算】

分子力学計算プログラム CHARMM を使用した。グルコース骨格を有する残基は ⁴C₁ 椅子型配座、ラ

ムノース骨格を有する残基は $^1\text{C}_4$ の椅子型配座をそれぞれ初期構造と設定し、これらで構成される 2 糖 → 5 糖 → 1 7 糖の順に安定配座（最小ポテンシャルエネルギー配座）を計算した。計算結果の信頼性は NOESY 測定で算出された H-H 距離で検証した。

3. 結果と考察

【NMR 測定による H-H 距離の推算】

酸性多糖溶液の高感度 NMR 測定により、すべての ^1H -および ^{13}C -NMR シグナルを帰属することができた。TOCSY 相関を示さなかった ^1H - ^1H の組み合わせのから空間的に近い組み合わせを NOESY 測定によって特定し、それらの相関シグナル（NOE シグナル）の強度から核間距離の推算を試みた。その結果、推算できたのは 1 5 組の残基間 H-H 距離だった。

【酸性多糖の安定配座】

酸性多糖は 4 糖の繰り返し単位から成ることから（図 2）、4 種のグリコシド結合が存在する。各グリコシド結合で形成される 2 糖の安定配座を計算したところ、それぞれの 2 糖について 2 - 3 種の安定構造が示された。これらをすべて組み合わせて 5 糖を構築し、それぞれの立体構造を初期値として安定配座を計算した。その結果、各 2 糖の最安定構造を組み合わせた 5 糖に対する計算で得られた立体構造が最小のエネルギーを示した。H-H 距離の実験値のうち 1 4 組は、この立体構造中の対応箇所の距離にほぼ一致した。矛盾した 1 組についても、中間点に他の ^1H が存在することで例外的に強い NOE シグナルが観測された（実際よりも接近していると判定された）と解釈することができた。他の組み合わせの 5 糖



図 3 酸性多糖の安定構造（軸方向）

は、いずれも NMR データとの複数の矛盾を呈したことから考慮に値しないと考えた。5 糖の安定配座を基に 1 7 糖の安定配座を計算したところ、得られた構造には規則性（1/12 螺旋）が見いだされたとともに、上述の解釈を加味した NOESY 測定での H-H 距離情報と合致した。図 3 に示すように酸性多糖は緩く振幅の小さい螺旋構造をとり、2 重螺旋化は困難と予想された。このことは、観測された NOE シグナルが単分子で説明可能なもののみであり、会合を想定する必要がないことから支持される。Gellan のゲル化は 2 重螺旋化と 2 重螺旋の安定化および絡み合いに起因すると考えられている。酸性多糖は類似の化学構造を持ちながら 2 重螺旋化しないため分子の運動が盛んで分子間の相互作用が弱く、ゲル化せず粘質層を形成するのみ推察された。その構造と性状の新規性に基いて、*S. natans* 由来の酸性多糖を *sphaeran* と命名した。

4. 今後の方針

活性汚泥中のマイクロチューブ形成細菌としては *Sphaerotilus* 属の他に *Thiothrix* 属も知られている。*Thiothrix* 属のマイクロチューブは、新素材として期待されるグルコース-グルコサミン共重合体を主体とする超分子である。超高感度 NMR 分析を活用した詳細な構造決定によって共重合体の特徴づけを行い、応用の指針を得ることは有意義と考えられる。

5. 成果発表

論文：Keiko Kondo, Minoru Takeda, Tsukasa Mashima, Masato Katahira, Jun-ichi Koizumi, Kazuyoshi Ueda “Conformational analysis of an extracellular polysaccharide produced by *Sphaerotilus natans*” Carbohydrate Research, 360, 102-108 (2012).

ポスター：Keiko Kondo, Minoru Takeda, Takuto Umezu, Rie Narizuka, Tsukasa Mashima, Jun-ichi Koizumi, Masato Katahira “Identification of alternative β -1,4 glucosaminoglycan as a common constituent of the sheaths of the genus *Thiothrix*” P-S2-0125, 15th International Biotechnology Symposium, Daegu (2012).

DNA を電荷輸送材料として利用した 光・エネルギー変換システム

山名一成¹, 高田忠雄¹, 森井孝²

¹兵庫県立大学大学院工学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

ナノスケールレベルで分子間距離や配向等の秩序性を保ったまま分子を配列・集積する技術は、次世代分子ナノデバイスの作製における基幹技術である。塩基配列情報に基づく自己組織化によって多様なナノスケールの構造体を創り出すことができる DNA は分子ナノ材料として大きく期待されている。最近、環状の長い一本鎖 DNA と多数の短い DNA の自己組織化によって自在に構造体を作ることができる DNA origami 法と呼ばれる技術が確立され、多様なナノ構造体が簡単に作製できるようになってきた。ただ、DNA 自体は光学的・物理的特性が乏しいため、分子修飾を通じた構造体の機能化法を確立することが重要であり、構造体上に機能分子を自在に簡便に配置することが可能となれば、DNA を分子ナノ材料としたデバイス作製に大きな進展が期待できる。本研究では、配列プログラムに基づいて多様なナノ構造体を形成する能力を有する DNA を構造基盤として利用し、DNA ナノ構造体上に多様な機能性分子を多次元に集積・配列する技術を確立し、光電変換機能を示す DNA デバイスの作製を目指した。

通常のスクレオチドの代わりに、塩基部を持たない abasic site の類似体である Spacer 分子(dS)を用いることで、平面分子が結合できる疎水空間を DNA 内部に導入した(Fig. 1a)。自己会合性が高いペリレンジイミド誘導体(PDI)をリガンドとして用い、吸収スペクトル変化を観測することで疎水空間への PDI の結合について調べた。水溶液中、PDI は会合体を形成するためブロードな吸収スペクトルを示すが、疎水空間を有する DNA を存在させると、有機溶媒中で観測される PDI モノマーと一致する吸収スペクトルが観測された(Fig. 1b, right)。DNA 濃度を一定にして PDI を加えてスペクトル変化を観測した結果、疎水空間に対して一つの PDI 分子が特異的に結合していることが分かった。次に、Spacer S の数を変えたところ、空間サイズに応じて吸収が短波長シフトし、空間内でスタックした会合体を形成していることが示された(Fig. 1b, left)。CD スペクトル測定においても、PDI の特異的な結合および会合体形成を支持する結果が得られた。また、

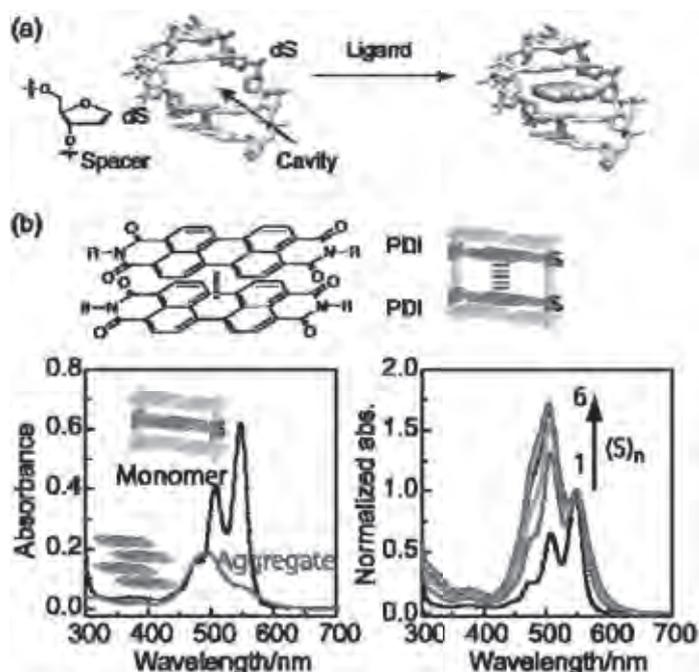


Figure 1. (a) DNA 上の疎水空間へのリガンド(PDI)の特異的な結合。(b) 疎水空間への結合に伴う PDI の吸収スペクトル変化と空間サイズの効果。

PDI の発光スペクトルを観測したところ、溶液中でフリーな PDI に比べて、DNA の疎水空間に結合した PDI はほとんど発光を示さないことから、PDI の励起状態と隣接核酸塩基との間で電子移動反応が起こっていることが示された。これらの結果から、PDI が疎水空間に特異的に結合し、空間内で会合体を形成すること、光励起によって電子移動反応が誘起されることが明らかとなった。

次に、疎水空間に PDI を結合させた DNA/PDI 複合体を金電極表面に固定したデバイスを作製し、照射によって PDI を励起した時の光電応答について調べた(Fig. 2a)。DNA の配列として、結合サイトを持たない 24-mer DNA (dS_0)、結合サイトを一つ持つ DNA (dS_1)、PDI 二分子が別々のサイトに結合する dS_2 を設計した。DNA の片末端をチオール基でラベルしておき、PDI と複合体を形成させた後、Au-S 結合形成によって DNA の単分子膜を金電極表面上に形成させた。作製した DNA 修飾電極に、PDI の吸収に対応する 540 nm の光を照射して光電流を測定した結果、疎水空間を持たない dS_0 では、光電応答が全くみられなかったのに対し、疎水空間を有する dS_1 では光電応答が観測された(Fig. 2b)。PDI が DNA にランダムに結合した場合に比べ、疎水空間に特異的に結合することで効率よく光電荷分離反応が進行したためと考えられる。一方、2 つの疎水空間の間に A/T 塩基対配列を含む dS_2 では、 dS_1 と比較してより大きな光電応答が得られた。この結果から、疎水空間によって複数の PDI を DNA 上に適切に配置することにより、効率よく光電流を得ることが可能であることが示された。

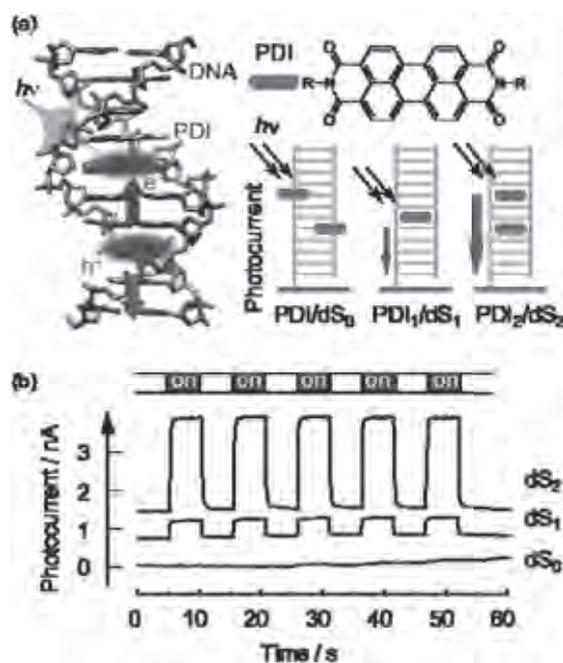


Figure 2. (a) DNA に結合した PDI の光誘起電子移動と PDI/DNA 複合体を修飾した電極の光電応答。(b) PDI/DNA 複合体を表面に修飾した電極の 540 nm の光を照射した時の光電流応答。

[発表リスト]

芦田茜・高田忠雄・中村光伸・山名一成, “DNA 上に組織化された機能性色素を利用した光電変換システムの構築”, 2012 年光化学討論会, 2012 年 9 月 12~14 日, 東京工業大学大岡山キャンパス, (ポスター)

高田忠雄・下垣奈央・中村光伸・山名一成, “カチオン性ポルフィリン分子の DNA 上への組織化と光化学的特性”, 2012 年光化学討論会, 2012 年 9 月 12~14 日, 東京工業大学大岡山キャンパス, (ポスター)

AKANE Ashida, TADAO Takada, MITSUNOBU Nakamura, KAZUSHIGE Yamana, “Control of molecular assembly on DNA by utilizing a base excision enzyme”, ISNAC2012, 2012 年 11 月 15~17 日, 名古屋大学豊田講堂, (ポスター)

[論文発表リスト]

Takada, T. Otsuka, Y. Nakamura, M. Yamana, K. “Molecular Arrangement and Assembly Guided by Hydrophobic Cavities inside DNA”, *Chem. Eur. J.* **2012**, 18, 9300-9304

バイオマスの高度利用に向けたリグニン超分子構造の¹³C 標識を利用した NMR 解析

今村良教¹, 西村裕志^{2,5}, 寺島典二³, 松下泰幸¹, 青木 弾¹, 片平正人^{4,5}, 福島和彦¹

¹名古屋大学大学院生命農学研究科, ²京都大学生存圏研究所

³名古屋大学名誉教授, ⁴京都大学エネルギー理工学研究所, ⁵JST・CREST

1. 目的及び背景

リグニンは高等植物の細胞壁中で多糖と密接に結合した三次元 (3D) の高分子で、その分子構造は不均一かつ複雑である。理論的根拠に基づいて木質バイオマスの高度利用を目指すには、以上のようなリグニン超分子の 3D 構造の解明が必要である。そのためには先ず、細胞壁中にあるがままの 3D リグニン(プロトリグニン)の部分構造を非破壊的方法によって定性、定量することが有用である。本研究では、プロトリグニンを選択的に ¹³C 標識した (¹³C-含量を高めた) イチョウ木部の全細胞壁試料を高分解能 NMR を用いて非破壊的に測定解析することにより、典型的な針葉樹型リグニンの構造の解明を試みた。標識部位としては、芳香核 5 位炭素と側鎖 α 位炭素を選択した。芳香核 5 位 ¹³C 標識リグニンを含む木部試料からは、主にリグニンの縮合型構造に関する情報が得られ、また、側鎖 α 位 ¹³C 標識リグニンを含む木部試料からは β-O-4' 構造を始めとした主要な結合様式や末端基、リグニンと多糖との結合に関する情報が得られる。

2. 実験

芳香核 5 位を ¹³C 標識したコニフェリン (リグニン生合成の前駆体である配糖体)、側鎖 α 位を ¹³C 標識したコニフェリン、非標識コニフェリンを合成し、それらを肥大成長中のイチョウのシュートに投与、吸収代謝させ、4 週間かけて新生木部中のリグニンを選択的に標識した。新生木部を採取、抽出成分を除去後、分析に用いた。以降、芳香核 5 位 ¹³C 標識コニフェリンを投与したイチョウの木部試料を GW-[lignin-ring-5-¹³C]、側鎖 α 位 ¹³C 標識コニフェリン投与イチョウ木部試料を GW-[lignin-α-¹³C]、非標識コニフェリン投与イチョウ木部試料を GW-[lignin-UE]と表記する。

これらの試料を衛星型ボールミルで窒素中短時間の微粉砕を行い、リグニン分子内結合の開裂および空気酸化に伴う構造変化を抑制しつつ、NMR 測定用溶媒に可溶化した。GW-[lignin-ring-5-¹³C] は、NMR 測定用試料の可溶性と流動性を増加させるためにアセチル化し、600 MHz NMR 装置 (名大) を用いて ¹³C-NMR を測定した。微粉砕 GW-[lignin-α-¹³C]は重 DMSO に溶解し、超高感度検出器 (クライオプローブ) 付き 600 MHz NMR (共同利用機) を用いて 2D-NMR を測定した。標識試料のスペクトルから非標識試料 (GW-[lignin-UE]) のスペクトルを差し引くと、主として標識炭素のみのシグナルから成る示差スペクトルが得られるので、これを定性定量分析に用いた。

3. 研究結果

Fig. 1 に GW-[lignin-ring-5-¹³C]の芳香核領域の ¹³C-NMR 示差スペクトル、Fig. 2 にそのスペクトルから帰属したリグニンの各部分構造、Fig. 3 に GW-[lignin-α-¹³C]の HSQC-NMR 示差スペクトル、Fig. 4 にそのスペクトルから帰属したリグニンの各部分構造を示した。また、Table 1 に各リグニン部分構造の定量値を示した。

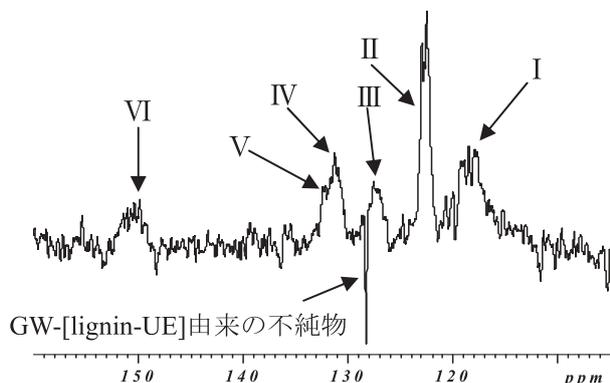


Fig. 1 アセチル化 GW-[lignin-ring-5-¹³C]の¹³C-NMR 示差スペクトル (芳香核領域)

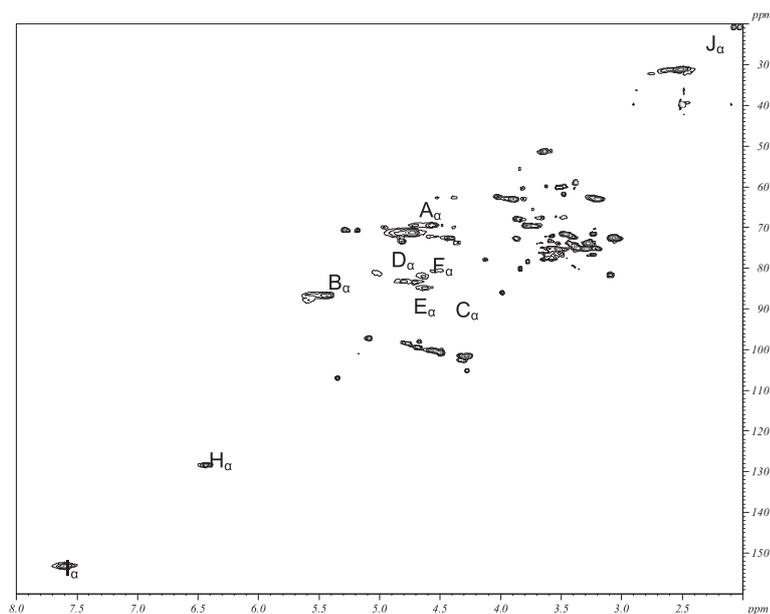


Fig. 3 GW-[lignin-α-¹³C]のHSQC-NMR 示差スペクトル

今回得られたイチヨウ木部細胞壁中のプロトリグニンの部分構造存在比は、トウヒなど他の代表的針葉樹のリグニンについて他の方法で測定、報告されてきた値に近い。

細胞壁中のリグニンの¹³C 選択的標識法と NMR 示差スペクトル分析による化学構造の非破壊的解析法は、リグニンの超分子構造の解析のみならず、各種のバイオマス利用におけるリグニンの挙動を確実に追跡する有力な方法となり得る。

4. 成果発表

[口頭発表リスト]

今村良教, 西村裕志, 寺島典二, 松下泰幸, 青木弾, 片平正人, 福島和彦, “¹³C 標識法と高分解能 NMR を組み合わせたリグニンの構造解析”, 第 57 回リグニン討論会, 2012 年 10 月 18 日, 福岡

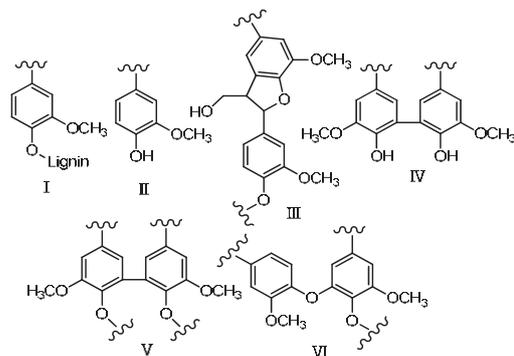


Fig. 2 Fig. 1 のスペクトル中のリグニンの部分構造

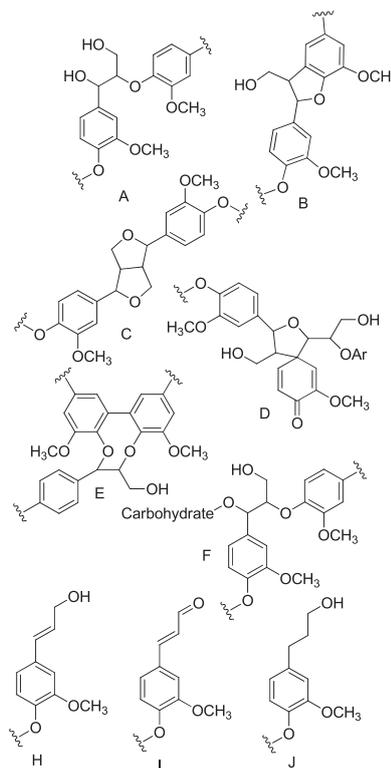


Fig. 4 Fig. 3 のスペクトル中のリグニンの部分構造

Table 1 リグニン部分構造のアリール基 100 個当たりの含量

記号	帰属	per 100 Ar
I	エーテル化非縮合型構造 C ₅	41.0
II	フェノール性非縮合型構造 C ₅	28.0
III	β-5'型構造 C ₅	11.0
IV	5-5'型ビフェニル構造 C ₅	7.7
V	エーテル化5-5'型構造 C ₅	3.5
VI	4-O-5'型構造	8.8
A _α	β-O-4'型構造 C _α -H _α 相関 (A)	44.2
B _α	β-5'型構造 C _α -H _α 相関(B)	11.4
C _α	β-β'型構造 C _α -H _α 相関(C)	2.7
D _α	スピロジエノン構造 C _α -H _α 相関(D)	1.1
E _α	ダイベンゾダイオキシシン構造 C _α -H _α 相関(E)	4.1
F _α	α-ベンジルエーテル-LCC結合 C _α -H _α 相関 (F)	1.2
H _α	コニフェリルアルコール末端基 C _α -H _α 相関(H)	2.2
I _α	コニフェリルアルデヒド末端基 C _α -H _α 相関(I)	4.7
J _α	ジヒドロコニフェリルアルコール末端基 C _α -H _α 相関 (J)	—

低放射化フェライト鋼および ODS 鋼の 照射下相安定性に関する機構論的研究

阿部弘亨¹, 叶野 翔², 石寄貴大², 松永哲也¹, 近藤創介³, 木村晃彦³

¹ 東北大学金属材料研究所, ² 東北大学大学院工学研究科, ³ 京都大学エネルギー理工学研究所

背景と目的

核融合炉は二酸化炭素放出の放出が極端に少なくゼロエミッション社会を達成し得る開発途上のエネルギー源であり、より一層の安全性強化を図るために構造材料等の性能向上が求められている。原型炉ブランケットにおいては、核融合炉中性子によるはじき出し損傷および核変換生成物 (He、H) の影響が構造材料特性に顕著に現れることが懸念されているが、核融合中性子環境での照射実験が困難であることから、イオン加速器を使用した環境模擬実験による研究が主に行われている。

本研究では、低放射化フェライト鋼の機械特性について、特に照射硬化挙動や脆化挙動に着目し、He や H の注入効果及びそれらとはじき出し損傷との重畳効果についてイオン加速器を用いて調査し、データベースを構築することを目的とする。今年度は F82H 鋼モデル合金を作製し、これに対してイオン照射実験を行い、微細組織観察を行った。

実験方法

アーク溶解法で作製した Fe-0.2%TaC 試料を 850°C×1h の熱処理を施し、F82H 鋼とほぼ同程度の TaC 粒径分布を持つモデル鋼を作製した。これを 3mmφ のディスク状試料に加工し、試料表面に機械研磨、電解研磨を施し試料とした。この試料に対し 6.4 MeV Fe³⁺ イオンを 400°C にて 0.9 dpa まで照射した。照射後の試料は、サンプリング機能付集束イオンビーム加工装置 (FB-2100) により照射表面に垂直な断面試料を作製し、TEM (JEM2100FX) を用いて微細組織観察した。

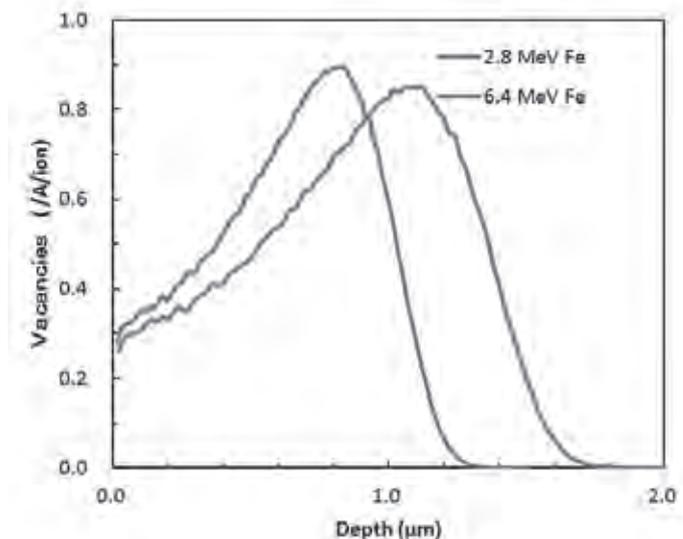


図1 SRIM2008 計算による鉄中の照射分布 (Ed=40eV)

結果および考察

図1に 6.4 MeV Fe³⁺照射時における損傷分布を示す。約 1.2 μm のところにピークを持つ損傷領域が広がる。損傷量の評価は損傷分布が比較的均一な深さ 500 nm 以浅の領域で評価し、0.9 dpa 照射した試料を作製した。

図2に照射材の断面 TEM 組織を示す。照射領域には転位組織が形成されており、非照射領域ではその密度は低下していた。析出物の観察のため高倍観察を行った結果を図3に示す。図3(a)はイオン照射面から 10 μm 以上深部の領域であり、イオンの損傷分布が高々 2 μm であることから非照射領域とした。非照射領域における TaC 析出物の平均粒径は 21 nm であった。図3(b)はイオン照射面から約 1.7 μm 深部の

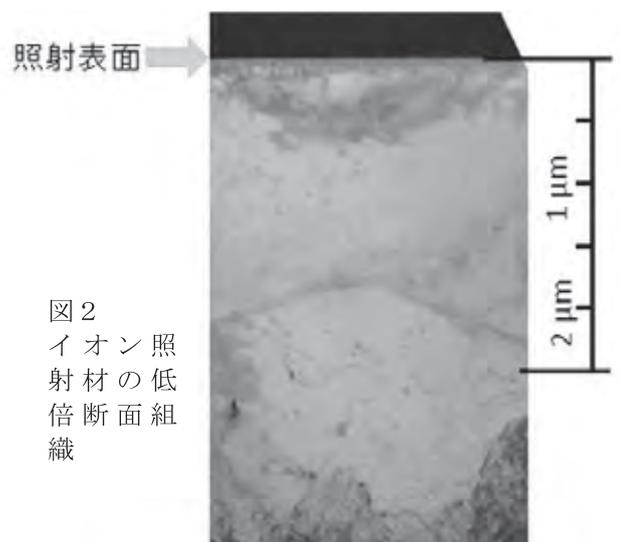


図2
イオン照射材の低倍断面組織

領域である。照射領域（照射面より 0~2 μm ）の析出物の平均粒径の分布をから平均粒径は 21 nm であった。

また、イオン飛程よりも浅部（表面から約 1 μm 深部の領域、ただし FIB 加工時の Ga ビーム損傷領域を除く）における TaC 析出物のサイズ分布を、非照射領域のものと比較したグラフを図 4 に示す。0.9dpa 照射領域では非照射領域と比較して粒径の小さな析出物の割合が増加していることが分かる。本モデル合金では熱処理の微妙な差のため 20~30nm 程度の針状 TaC が析出しており、同様の組織は F82H でも観察されることがある。照射ではこれらの比較的大きな析出物は安定であり、一方で比較的小さな球形 TaC 析出物は不安定でそのサイズが減じていた。

これら TaC の照射誘起不安定化現象は電子照射実験によっても観察されており、整合した結果となっている。

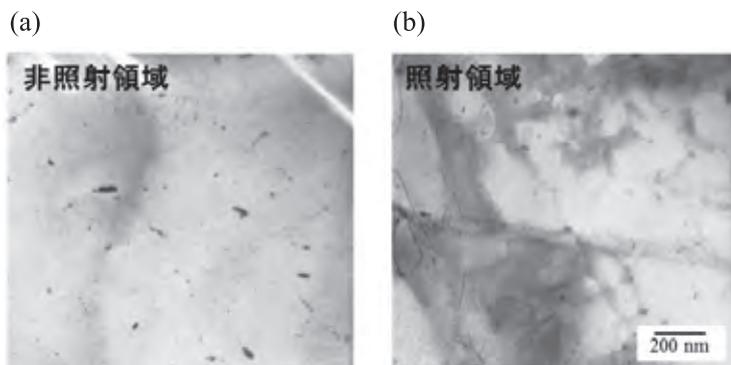


図 3. TEM 組織 (a)非照射領域および(b)照射領域

今後の計画

今後は 6.4MeV Fe イオン照射材についてのナノ硬度測定と断面 TEM 観察実験を行う。また次年度以降は低放射化フェライト鋼や ODS 鋼の強化因子である TaC や Y-Ti-O 等の微小析出物に着目し、照射下におけるこれらの相安定性を明らかにすることを目的としたイオン照射実験を実施することとしている。

成果発表実績

1. 叶野翔、他、第 9 回核融合エネルギー連合講演会、20120628-29、F82H 鋼へのタンタル添加による結晶粒径微細化効果
2. 叶野翔、他、日本金属学会 2012 年秋期年会、20120917-19、F82H 鋼の結晶成長に及ぼす Ta 効果、
3. 石寄貴大、他、日本金属学会 2012 年秋期年会、20120917-19、鉄中の TaC 析出挙動と照射下安定性
4. S. Kano 他、The Nuclear Materials Conference (NuMat 2012)、20121022-25、Effect of Ta on the size of prior austenitic grain in F82H steels
5. T. Ishizaki 他、The Nuclear Materials Conference (NuMat 2012)、20121022-25、Stability of TaC under electron irradiation in Fe-Ta-C alloys
6. 阿部弘亨、他、東北大学金属材料研究所ワークショップ「より安全・安心な原子力のために材料研究者ができることは何か？」20121108-09、F82H 鋼および ODS 鋼中の微粒子の照射下相安定性

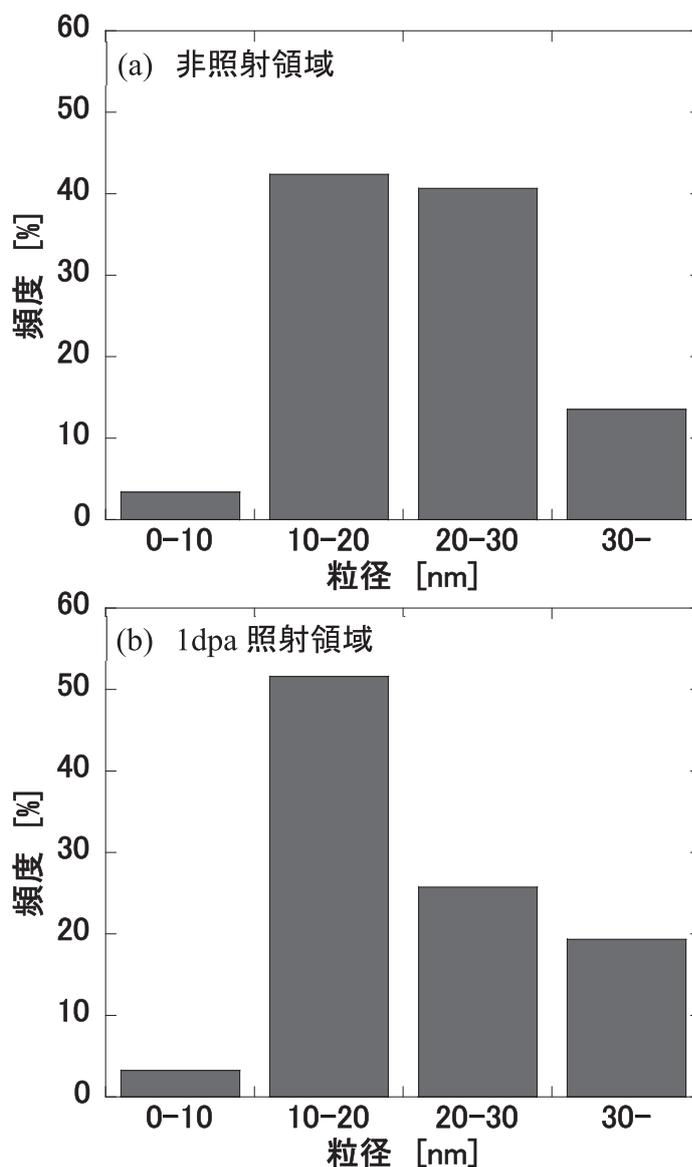


図 4. TaC サイズ分布 (a)非照射領域、(b)照射領域

イオンビームを用いた高粒子・高熱負荷実験設備の整備と 核融合炉ダイバータ材の試験

山本 靖¹, 米津大吾¹, 登尾一幸², 伊庭野健造², 小西哲之²

¹ 関西大学システム理工学部

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

核融合装置では極めて過酷な形で流れるエネルギーを理解、制御し利用することが必要とされる。高熱粒子負荷に耐え、熱利用を可能とするダイバータはその典型的な部分である。実験的研究における高熱負荷源としては電子ビーム照射装置が広く用いられているが、粒子負荷という面ではイオンビームを用いることが必要である。高熱負荷・高粒子負荷実験に使用可能な規模のイオンビーム発生装置は国内にも幾つかあるが、そのほとんどはプラズマ実験装置の一部であり、本拠点の南3号棟にある直接発電実験装置のイオンビーム装置（水素ビーム 30kV, 6A）はテストスタンドとして利用可能な数少ないものである。本共同研究では、水素イオンビームによる模擬条件を構成し、損耗と 10MW/m² 領域でのエネルギー移行現象のメカニズムの解明を目標とする。また、受熱機器としては、W被覆 SiC 複合材ダイバータを検討し、液体金属冷却を用いることで、500°C 以上での利用可能な形に目標とする。

2. 研究成果

・イオンビーム引き出し

昨年度に引き続き、イオン源／高電位テーブルの耐電圧試験を継続した結果、沿面放電の原因の一つが純水冷却系の耐電圧部分の配管長の不足であることが判明し、対策を行ったが、30kV を印加した状態ではまだコロナ放電音があり、ビーム引き出しを進めつつ、更に検索中である。

10kV における、ビーム引き出し実験の初期結果を図1に示す。本来、アーク放電開始と共に引き出されるビームが大幅に遅延しているのは、PIG 放電条件が不安定で、プラズマがチャンバーに到達していないと思われる。し

かしながら、短時間ではあるが、0.7A のイオンビームが引き出されている。減速電源には、想定以上の負荷がかかっており、この原因も解明する必要がある。今後は、放電条件の最適化とエージングを進める計画である。

・テストスタンドの整備

本イオンビーム発生装置の電源・制御系は、1974 年度、真空系は 1980~1984 年度に制作されたもので、今回の再稼働に向けて、数年前より、PIG 電源、減速電源、真空排気系の更新を行ってきた。昨年度は、LabView を用いたタイムシーケンスと PIG 電源制御系の構築、加速電源制御盤の更新を進めてきた。本年度は、イオン源と主真空容器間に設置している差動排気系の稼働に向けて、補助真空制御盤の整備を計画して

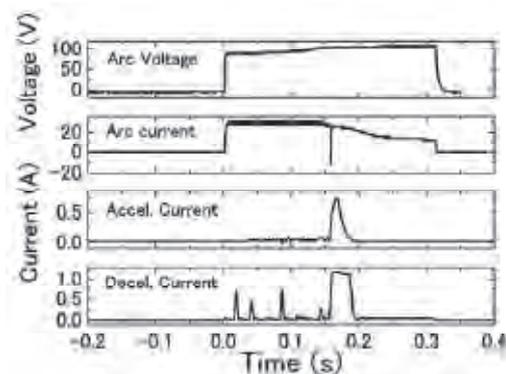


図1 加速ビーム特性

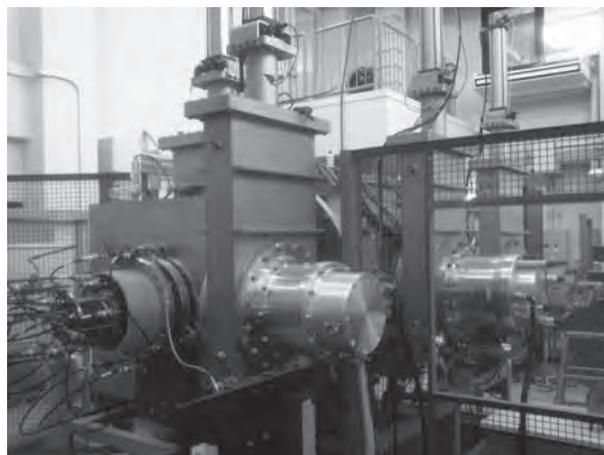


図2 差動排気 TMP の配置備

いた。図2に差動排気のターボ分子ポンプ（TMP）などの組み上げを示す。磁気浮上型を用いることにより、TMPをゲートバルブに直結することで、以前より小型のTMPを用いると共に、許容背圧が高いことから、補助排気系としてはロータリーポンプ一段の構成である。

しかしながら、8月の大雨によるピット内浸水により、ピット内の真空バルブ及び真空制御用配線が冠水したことから、復旧作業にあわせて、計画の見直しを行っている。具体的には、ピット内に設置している中継端子盤の配置を従来よりも高い位置へと移動するなど、浸水対策と共に、配線の取り替えにあわせて、真空制御盤の更新の前倒しを行うことにした。現在は、配線の更新作業を行っている。

・試験部の検討

試験部としては、将来的には、真空容器下部より液体金属LiPbを循環させる形状を考えているが、当面の実験としては、ビーム直接発電実験装置同様に、試験片ホルダーを上部フランジより吊り下げて行うことを検討している。

図3にタングステンターゲットのイオンビームによりスパッタリング計測を目標とした測定系の模式図を示す。図4に示すように、TRIMコードによる評価では、水素粒子照射によって、測定に十分な量のWスパッタ粒子が発生することが示されており、45度以上の照射角に対し、実験でも顕著な変化がみられることが予想している。

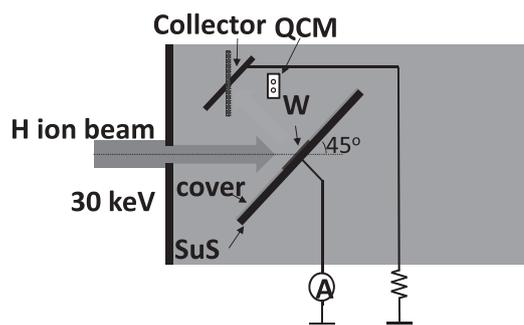


図3 ターゲットと測定系の模式図

発表リスト

[口頭発表]

伊庭野健造, 和田浩太朗, 山本 靖, 小西哲之, “高熱水素粒子負荷試験によるタングステン材料の損耗評価”, 日本原子力学会 2012 年春の大会, 2012 年 3 月 19~21 日, 福井大学文京キャンパス, A50.

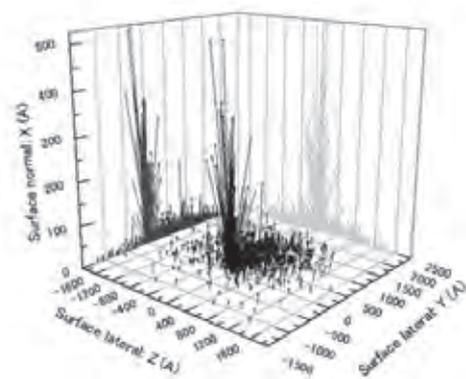


図4 30 keV H⁺ が45°の入射角でタングステンに入射したときのスパッタ粒子の分布 (TRIMコードによる)

バイオポリマーゲルマトリックスを用いた 二酸化炭素のメタノールへの酵素変換

田中直毅¹, 和久友則¹, 森井 孝²

¹京都工芸繊維大学生体分子工学部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

目的

地球温暖化の抑止を目的とする二酸化炭素の大気中濃度の抑制の手段として、自然界における炭素循環プロセスを担う生体触媒である酵素を利用する方法がある。アルデヒド脱水素酵素はギ酸脱水素酵素を組み合わせることで、常温常圧下において省エネルギー的に二酸化炭素をアルコールに変換することができることが示されている。我々はこれまで、リン脂質ポリマーマトリクス中に物理固定したホルムアルデヒド脱水素酵素 (FDH) によって気相中のアルデヒドをアルコールに変換できることを見出した^[1,2]。フィルム中の FDH はジスムテーションにより補酵素 NAD⁺を消費することなく、アルデヒド2分子を1分子の酸、アルコールへと変換することができる。この方法は大気中の二酸化炭素アルコールへの変換にも応用が可能であり、本研究では汎用性の高いポリビニルアルコール (PVA) とアルギン酸 (ALG) が形成するマトリクス中の酸化還元酵素の反応をりよとして実用的なシステムの開発を目的とした。具体的には ALG と PVA のナノファイバー化することによってポリマーマトリクスの比表面積を拡大させ、ホルムアルデヒドの吸着を促進することで処理効率を増大することを目的とした^[3]。

実験

1. PVA-ALG ハイブリッドゲルの調製

重合度 1700、鹼化度 87-89%の PVA(クラレ・ポバール製) を 100 mM MES 緩衝液 (pH6) 20 mL に攪拌しながら添加し、90°C まで昇温加熱させながら溶解した。ALG (DP=650) を 100 mM MES 緩衝液 (pH6) に溶解した。PVA-ALG 溶液は

PVA 溶液を冷却後ゲル化開始前に ALG 溶液を混合して作成した。

2. PVA-ALG の電界紡糸

紡糸用の水溶液を内径 0.50 mm の針を有するシリンジに充てんし、図 1 に示す装置を用いて電圧を印加させ電界紡糸を行った。印加電圧は 22-24 kV、紡糸距離は 150 mm に設定し、紡糸速度は流速 0.4-0.7 mL/h で行った。PVA 単独では濃度 15 wt%、8 wt%の条件での紡糸を確認した。2% ALG 溶液と 15 wt%PVA についてことなる混合比の溶液を用意し、室温で 2 時間攪拌を行い、紡糸溶液を調製した。

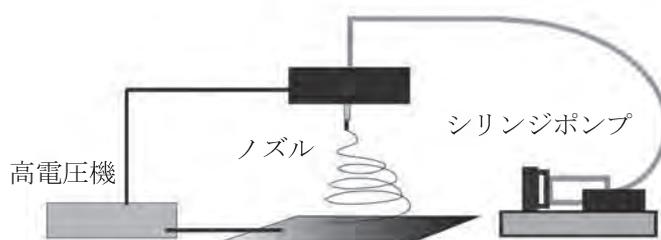


図 1. 電界紡糸に用いた装置の概略図

結果と考察

まず PVA-ALG を塩化カルシウム溶液に滴下して作成したゲルビーズ中における FDH の酵素反応について検討した。ヘッドスペースガスクロマトグラフィーによってホルムアルデヒド溶液中の組成を調査すると、FDH を配合した PVA-ALG ビーズ共存下においてホルムアルデヒドの減少とともにメタノールが生成することがわかった。さらに反応に進行にともない溶液の pH は低下した。以上の結果から PVA-ALG のマトリックス内で FDH はディスムテーションによりホルムアルデヒドをメタノールとギ酸に変換することがしめされた。一方、PVA-ALG ハイブリッドゲルは反応の進行にともない次第に崩壊するため長時間のアルデヒド処理には使用できないことがわかった。そこでアセトアセチル基を導入した PVA を用いたゲルを作製するとその強度が改善され、図 2 に示すように繰り返しの利用が可能となった。しかし、ホルムアルデヒドの処理時間は数時間を要するため、実用のためにはさらなる技術改善が必要であることがわかった。

そこで、エレクトロスピニング法によってポリマーマトリックスをナノファイバー化しその表面積を増幅して反応を加速することを試みた。まず PVA 溶液単独で電界紡糸を行ったところ、図 3 の SEM 画像に示すような網目状の繊維を形成することを確認した。このナノファイバーマトリックスに酵素を配合したところ、希薄濃度の気相アルデヒドに対する処理能を有することを確認した。さらにアセチル基を導入した PVA を用いることによって強度の向上が見られ、繰り返しの利用を可能とした。今後 PVA-ALG を添加した際のナノファイバー膜の繊維形成条件を明らかにするとともに、配合した FDH によるアルデヒド処理能を評価する。

文献

- [1] Tanaka, N. *et al.*, *ACS Appl. Mater. Interfaces* **1** 228 (2009)
 - [2] Tanaka, N *et al.*, *J. Mol. Biol.* **324**, 519-533 (2002)
 - [3] Nunes, M. A. P. *et al.*, *Appl. Biochem. Biotechnol.* **160** 2129 (2010)
- [口頭発表リスト]

「酵素配合ポリマーゲルビーズによるアルデヒド処理技術」岸 達也、新井智之、多田朋子、和久友則、功刀 滋、田中直毅 第 58 回高分子研究発表会（神戸）、2012 年 7 月 13 日、兵庫県民会館

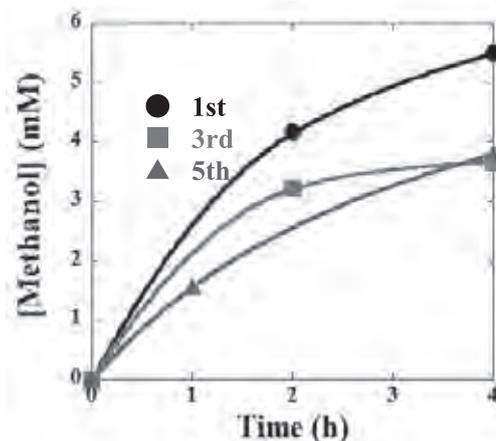


図2. PVA-ALG ハイブリッドゲルビーズ中の FDH の酵素反応によるメタノール生成

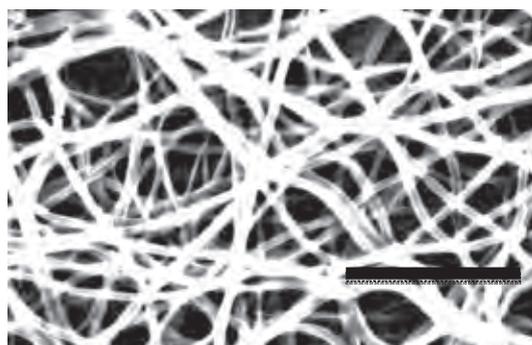


図3. 電界紡糸によって作製した PVA ナノファイバーの SEM 像；スケールバーは 10 μm .

高速炉構造材の熱時効・照射による 強度劣化機構の実験的研究

福元謙一¹，木村晃彦²

¹ 福井大学附属国際原子力工学研究所

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

高速増殖炉の実用化に向けて高温・照射環境における構造材料の使用から、高温・重照射に対する耐久性が材料開発に要求される。改良型 316FR 鋼や高クロム鋼などの材料開発に伴いこれらの材料の高温強度試験や照射試験などが JAEA を中心に行われてきたが、実験データの蓄積による経験則からの安全性実証が主であり、現象に基づいたモデル化による機構論的な予測手法開発は十分ではない。材料強度変化などの予測を行う上では熱時効に伴う組織粗大化や、中性子照射に伴う欠陥組織発達の定量化が必要であり、これらのデータの蓄積も充実しつつあるが、硬化量を算定する上で各組織要素の硬化因子の導出には統計的な根拠のみによる場合が多く、直接的に測定されていない。クリープ組織や照射組織においては組織発達の中で各組織成分の量的変化あるいは質的变化に伴う劣化事象の顕現化が知られている。各組織要素の直接的な硬化因子を測定することにより計算機シミュレーションによる損傷組織発達に適正な硬化因子の重みを加えることにより、高精度の定量的な組織硬化量評価が可能となり、クリープ疲労損傷や照射硬化・脆化による材料健全性評価手法の構築が可能となる。

本研究では、動的な評価手法に TEM 内引張その場観察法を用いて、微視的欠陥であるボイド、バブルと転位の相互作用に着目し、転位運動に対するボイドの障害物強度因子を定量的に求めることを目的とした。また、イオン照射による適切な損傷組織を選択し、転位ループやボイドなどの運動転位に対する障害物因子を挙動解析から求め、硬化機構の定量解析手法について検討する。

2. 実験

1) 試料には、純バナジウムを 0.2mm 厚圧延材から、11.5mm×2.5mm の形状に機械加工して、1100°C×8hr にて熱処理した。He⁺イオンを照射温度 873K、加速電圧 190keV の条件にて、照射量 0.2dpa と 0.4dpa の 2 条件で照射した。ヘリウムバブルサイズを大きくするため 1373K で 2 時間の追加熱処理した。照射後電解研磨法にて試料を作製した後、TEM 内引張ホルダー EM-Z01297T を用い、透過型電子顕微鏡 JEM-2100TM で 200keV の加速電圧で常温にて引張試験を行いながら、試料薄膜内の転位運動の動的「その場」観察を行い、デジタル動画記録した。弾性理論を用いた線張力モデルにおいて、障害物強度 α は、運動転位が障害物にピン止めされた際の臨界張り出し角 ϕ を測定することで、 $\alpha = \cos(\phi/2)$ にて表し障害物強度のサイズ依存性を調べた。

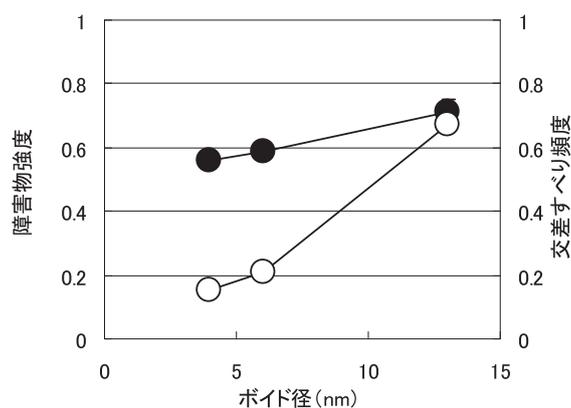


図 1：バナジウム中に形成されるボイドに対する運動転位との相互作用に対する障害物強度因子 α (●) と交差すべり発生頻度 (○) のボイド径サイズ依存性

2) 試料には SUS316FR 鋼を 11.5mm×2.5mm の形状に機械加工して、1150°C×1hr にて溶体化処理した。京大エネ理研の DuET 照射試験装置にて Fe⁺イオンを照射温度 773K、加速電圧 6.4MeV の条件にて、照射量 1dpa@800nm で照射した。照射後電解研磨法にて試料を作製した後、TEM 内引張ホルダーを用い、透過型電子顕微鏡で常温にて引張試験を行いながら、試料薄膜内の転位運動の動的「その場」観察を行った。

3. 結果及び考察

1) イオン照射純バナジウム材で複数の運動転位が TEM 観察像の同じ箇所にてピン止めされているところが観察され、バブルなどの障害物が存在する領域で運動転位のピン止めの生成が示された。一部観察でピンニング領域にボイドコントラストが得られた。ピン止めされた転位は、引張応力後に特定の時間後障害物から外れ移動することが示された。一方で運動転位とヘリウムバブルやボイドとの相互作用では、同一すべり面における反応以外に交差すべりなどを起こし運動転位が他のすべり面に移動していると思われるものが確認された。ピン止め点にて転位線がスパイラル形状になっている形状や、ボイド上にてダイポール形成後ピン止め点を引きずりながら移動している転位運動を確認した。

相互作用反応数と運動転位とヘリウムバブルやボイドとの相互作用の全反応数（運動転位が障害物にピン止めされ、ピン外れを起こした数）との割合を調べた。交差すべりと二重交差すべりの全反応数に対する割合はボイドサイズが大きくなるにつれ、割合が増加した（図 1）。また同一すべり面上での運動転位と障害物のカッティング機構による障害物強度 α を算出したところボイドサイズが大きくなるにつれ、障害物強度の値も増加した（図 1）。交差すべりの変形確立と障害物強度因子 α のボイドサイズ依存性の図を示す。本研究において運動転位とボイドとの相互作用においては、カッティング機構による障害物強度と交差すべりのサイズ依存性が確認され、ボイドの障害物強度 α のサイズ依存性が実験的手法により得られた。

2) 773K, 6.4MeV Fe イオン照射した SUS316FR 鋼ではボイドは形成されず、転位ループと思われるドット状コントラストが形成された。TEM 内引張試験により欠陥集合体が掃破されて欠陥が集合しない帯状の組織が形成され、その中を転位が運動するいわゆる転位チャネリング運動が観察された。しかしながら転位チャネリングでの転位運動が圧倒的優位に行われていたため、当初目的としていた転位と欠陥集合体の相互作用の直接観察はなされなかった（図 2）。FCC 結晶型金属の転位チャネリング形成初期の転位-欠陥集合体相互作用についての研究を今後も継続して行う予定である

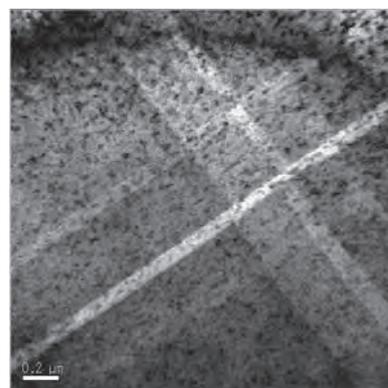


図 2 : 6.4MeV Fe イオン照射した SUS316FR 鋼の TEM 内引張試験時に形成された転位チャネリングの組織写真。

[口頭発表リスト]

1. 四方章仁, 福元謙一, 野際公宏, 東郷広一, “純バナジウムの照射欠陥と転位挙動の動的相互作用”, 日本金属学会 2012 年秋季講演大会, 平成 24 年 9 月, 松山市,
2. K. Tougo, K. Nogiwa, A. Shikata and K. Fukumoto, “Study of dynamics interaction between dislocation and bubble in pure vanadium in tensile test”, Numat2012, 平成 24 年 10 月, 大阪市

放電型核融合中性子における D-T 燃焼のための 燃料注入・排気系に関する研究

大西正視, 山本 靖, 鎌倉慶太, 大澤穂高, 波多野雄治, 増田 開
関西大学システム理工学部

1. 序

放電型核融合中性子源 (IEC 装置) において、現在重水素で 10^7 個/sec の D-D 核融合中性子の生成に成功している。D-T 反応を用いれば 10^{10} 個/sec の中性子生成が可能であり、中性子源の応用が格段に広がる。すなわち、医療分野では BNCT による癌治療、工学分野では中性子ラジオグラフィ、また核融合炉研究開発では校正用 D-T 中性子源、模擬ブランケットにおける TBR 基礎研究等が挙げられる。トリチウムを用いるためには安全性を考えて、密閉型の装置の開発が不可欠であるが、従来の放電型中性子生成装置はすべて開放型である。本共同研究では D-T 燃焼放電型中性子源を実現すべく、 D_2 および T_2 ガスの注入・分圧制御・排気を密封系で行なえるシステム開発を行い、 T_2 ガスを用いることにより D-D 反応の約 2 桁以上の中性子生成を実証することを目的とする。

2. 研究成果

2.1 D-T 燃焼放電型中性子源

D-T 燃焼を行う新規に製作した装置を図 1 に示す。D-T 燃焼装置は真空容器の直径を 25cm から 30cm、マスフローコントローラーの最大流量を 4sccm から 20sccm、電源の最大電流を 80mA から 125mA、最大電圧を 80kV から 120kV の定常電源へと変更した。本年度は軽水素を用いて放電実験を開始した。X 線による遮蔽の問題を回避するため、最大電圧 20kV、最大電流 20mA として実験を行った。図 2 で示されるように、従来得られている p-V 特性とは異なる結果を得た。これは装置内が清浄でないためと考え、放電洗浄を十分行ったが、改善されていない。その原因をより詳しく、追究するため、四重極質量分析計(Q-Mass)を使用して真空容器内の成分を調べた結果、図 3 に示すように質量数 6 の物質が確認された。重水素の質量数が 4 であることから、Q-Mass が正常動作していない可能性も考えられ、Q-Mass を含めて D-T 燃焼装置の動作確認を検査する予定である。

2.2 水バブラートリチウム回収系

トリチウム回収系を作製した。回収率をより高めるため、図 4 に示すように、ステンレス製のパイプを使用し、ガラス製のバブラーを整備した。トリチウムを水蒸気にするために粒上の酸化銅と反応させる際に使用する電気炉を購入し、電気炉に使用する容器として石英ガラスを使用することを検討し、容器の作成を発注した。また、排出される水素(軽水素、重水素、トリチウム)を確認するため、水素検出器を整備する予定である。

3. 今後の予定

四重極質量分析計の運転が正常であるかを確認した後、D-T 燃焼装置の p-V 放電特性を求め 80kV、80mA での安定運転条件を求める。また、少量の D_2 ガスを用いて D-D 反応中性子を計測し、本装置が正常動作することを確認する。トリチウムを使用する場合を想定し、有線で装置を遠隔操作できるようにし、大阪大学オクタビアン施設へ装置を移設し、トリチウムを使用した D-T 実験を行う。

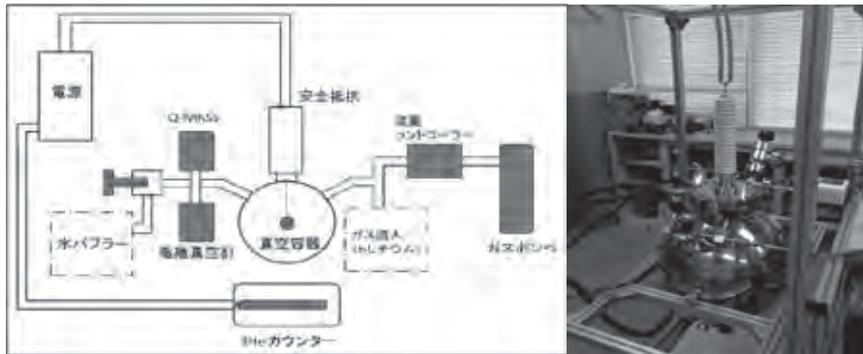


図1. トリチウム用 IEC 装置概略図および D-T 燃焼装置の写真

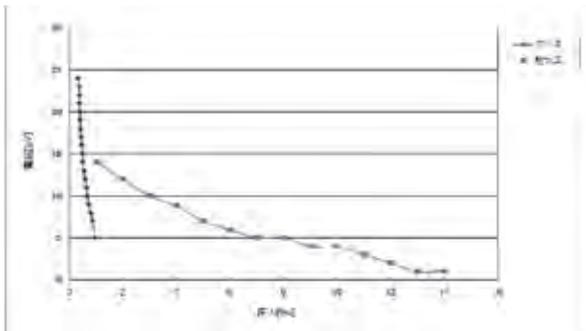


図2. 重水素、軽水素の電圧特性の比較

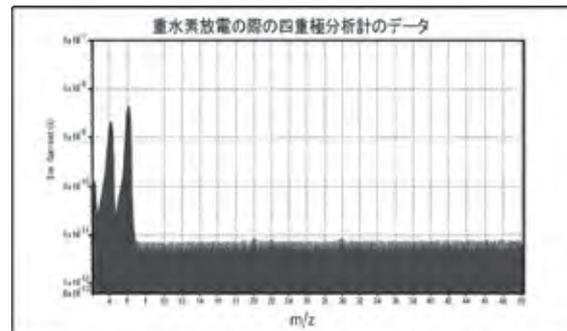


図3. 真空容器内の質量数とその割合の関係

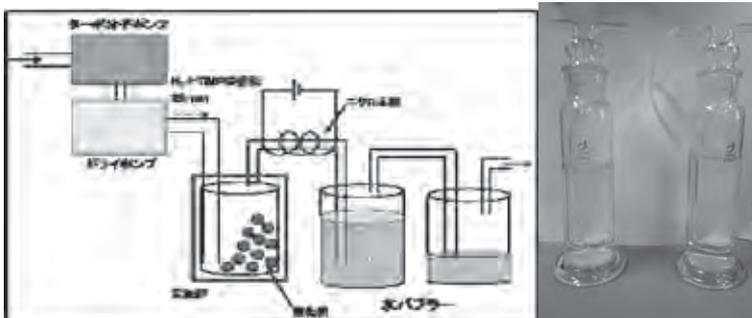


図4. 水バブラー構造図および水バブラー容器

バイオリファイナリーのための超高感度 NMR による リグニンの構造解析

渡辺隆司^{1,3}, 西村裕志^{1,3}, 田頭英朗², 岡村英保^{2,3}, 中村嘉利⁴,
中村正治^{3,5}, 高谷 光^{3,5}, 岸本崇生⁶, 片平正人^{2,3}

¹京都大学生存圏研究所,
²京都大学エネルギー理工学研究所, ³JST CREST,
⁴徳島大学大学院ソシオテクノサイエンス研究部,
⁵京都大学化学研究所, ⁶富山県立大学工学部

1. 研究概要

木質バイオマスは地球上に最も多く蓄積されている有機資源である。環境調和型の持続可能な社会の実現に向けて、樹木によって炭素固定された木質バイオマスを有効に変換、利用して有用物質やバイオエネルギーを生産する技術開発はますます重要になっている。木質バイオマスは主にセルロース、ヘミセルロースおよびリグニンによって構成されているが、木材組織の中でこれらの構成物質がどのような分子構造をとっているかを正確に把握することは重要な課題である。また、木質バイオマスの変換過程における構造変化を把握することで、木材細胞壁構造およびその分解機構を包括的に理解することは、バイオリファイナリーのための基盤技術として重要である。近年、微粉末木粉そのものを溶液 NMR に適用する方法が開発され、¹H-¹³C HSQC NMR を中心に多くの研究がなされてきた。木材を可能な限りインタクテナ状態で溶液 NMR 法に適用できれば、化学処理や成分分離をすることなく、木材組織内部の化学構造を原子レベルで把握することが可能となる。木材細胞壁構造解析のためには、できる限り温和な条件での微粉末化(ボールミル処理)と NMR 測定溶媒への溶解が重要である。同時に、高分解能かつ高感度で NMR スペクトルを取得することが求められる。そこで昨年度に引き続き、試料調製法、測定法の改良を行った。また、NMR による構成成分の定量法についてモデル化合物を用いた検討を行った。以上の手法を元に木材腐朽菌による木質生分解過程の解析を行った。陸上生態系における炭素循環において、木材腐朽菌は樹木に固定化された炭化水素の分解者として重要な役割を担っている。しかしながら、木材腐朽過程における細胞壁構造の変化を天然状態で解析した例は少ない。そこで、木質バイオマスの生分解過程を包括的に理解するために、その構造を精密かつ定量的に捉えるとともに、分解過程の変化を分子レベルでモニタリングすることを試みた。

2. 結果と考察

我々は昨年までに、溶液 NMR 法における試料調製法と測定条件の検討を行い、微粉末木粉そのものを可能な限りインタクテナ状態で溶解させ、良好な二次元 NMR スペクトル(¹H-¹³C HSQC)を取得することができた。一般にバイオマス試料は高分子で粘性が高いため、緩和時間 T₂ が短く、ブロードで弱いシグナルを与える。これに対し我々は、¹H-¹³C TROSY NMR 法を適用することにより高分解能分析が実現できることを見出した。さらに TROSY 法を応用して、¹H-¹³C HSQC スペクトルにおい

て各ピークの結合定数¹J_{CH}の相違により生じる積分体積のずれを補正する方法を提案し、定量精度の向上が実現できることを示した。

本研究では、以上の手法を木質生分解過程の解析に応用した。その結果、木材腐朽菌の種類による腐朽パターンの違いのほか、選択的白色腐朽菌 *Ceriporiopsis subvermispora* においては、培養期間に応じてリグニン分解の選択率が高い期間と低い期間が存在することが NMR 法から確認できた。また、それぞれのスペクトルから示差スペクトルを得ることにより、木質構成成分の構造変化の特徴を効果的に解析できることを見出した。

また木材腐朽時に生じる菌体外二次代謝物の解析も行った。*C. subvermispora* はリグニンを高選択的に分解する一方、セルロースの分解率が低いというユニークな腐朽メカニズムを有し、特徴的な二次代謝物が分解反応に関与すると考えられている。最近我々は、本菌特有の二次代謝物である ceriporic acid の過酸化反応がリグニン分解に関与する現象を見出している。本研究では、こうした二次代謝物の生成を実際の腐朽状態を観察しながら NMR 法によりモニタリングするとともに、高分解能質量分析法(LC-IT-TOF-MS, FT-ICR-MS) による解析と合わせて腐朽時の代謝物の動態解析を行った。

3. 研究発表成果

- 1) Hiroshi Nishimura et al., Alkadienyl and alkenyl itaconic acids (ceriporic acids G and H) from the selective white fungus *Ceriporiopsis subvermispora*, A new class of metabolites initiating ligninolytic lipid peroxidation, *Org. Biomol. Chem.*, 10, 6432-6442 (2012).
- 2) Hiroshi Nishimura, Wood Biomass Conversion: Lignin Biodegradation and Structural Analysis, *Humanosphere Science School (HSS2012)*, 46-51, Bandung, Indonesia (Symposium Lecture), 2012.8.28
- 3) Hiroshi Nishimura, Masato Katahira, Takashi Watanabe, Analysis of wood cell wall structures and secondary metabolites during the biodegradation of white-rot fungi using solution NMR, *Lignobiotech II*, Fukuoka, Japan (Plenary Lecture), 2012.10.16
- 4) Takashi Watanabe, Tomohiko Mitani, Naoki Shinohara, Keigo Mikame, Yasunori Ohashi, Koichi Yoshioka, Yosuke Kurosaki, Masato Katahira, Masakazu Daidai, Hibiki Matsushita, Kenzo Koike, Hideshi Yanase, Wood biorefinery by microwave processing and ethanologenic bacteria, *Lignobiotech II*, Fukuoka, Japan (Plenary Lecture), 2012.10.16
- 5) Keigo Mikame, Yasunori Ohashi, Hiroshi Nishimura, Ritsuko Katahira, Yu Kozawa, Masato Katahira, Satoshi Sugawara, Kenzo Koike, Takashi Watanabe, Natural organic ultraviolet absorbers from lignin derivatives, *Lignobiotech II*, Fukuoka, Japan (poster), 2012.10.15
- 6) Tsukasa Mashima, Hiroshi Nishimura, Hideyasu Okamura, Fumiko Nishikawa, Yuji O. Kamatari, Takashi Nagata, Satoshi Nishikawa, Kazuo Kuwata, Takashi Watanabe, Masato Katahira, Interaction of RNA Aptamer with Prion Protein and Monitoring of Biodegradation of Wood Biomass, *The 51st Annual Meeting of NMR Society of Japan*, Nagoya, 2012.11.9
- 7) Hiroshi Nishimura, High resolution and quantitative NMR analysis of whole milled wood and biodegraded wood, *International Symposium on Sustainable Development and Human Security in Southeast Asia through Biorefinery and Low Cost House (SABH2012)*:59-62, 宇治, 2012.12.11
- 8) Hiroshi Nishimura, Biodegradation of Wood Biomass by Selective White-rot Fungi, *The first Bristol-Kyoto Symposium 2013*, Bristol, England, 2013.1.11
- 9) 西村裕志, 田頭英朗, 岡村英保, 小澤 佑, 片平正人, 渡辺隆司, NMR 法によるリグノセルロースの微生物分解の解析, 日本農芸化学会, 仙台, 3月25日(発表予定)

核融合炉プラズマ対向材料の

高エネルギーイオン照射による特性変化

徳永和俊¹, 浮田天志², 栗下裕明³, 徐 虬⁴, 荒木邦明¹, 宮本好雄¹,
木村晃彦⁵, 近藤創介⁵, 橋富興宣⁵, 大村高正⁵

¹九州大学応用力学研究所, ²九州大学大学院総合理工学府, ³東北大学金属材料研究所,
⁴京都大学原子炉実験所, ⁵京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

核融合炉の第一壁・ブランケット及びダイバータは、DT 反応により発生する 14MeV 中性子及びヘリウム照射により照射損傷を受け、その特性が劣化する。本研究では、第一壁やダイバータの表面材料として有望なタングステン材やその接合材料等に対して水素挙動、熱負荷挙動及び強度を調べると共に、これらに対する中性子及びヘリウム照射の影響を高エネルギーイオン照射により模擬し、中性子及びヘリウム照射損傷の影響を明らかにする。

2. 実験方法

2-1. 引張試験

試料は、粉末焼結 W 材 (ITER grade W) を用いた。この W 材の板材から圧延方向と圧延面に平行な微小試験片 (L-R type) と圧延方向に垂直で圧延面に平行な微小試験片 (T-R type) を切り出し、試験片として使用した。ひずみ速度は $2 \times 10^{-4} s^{-1}$ とし、試験温度は RT、200°C、400°C、650°C、800°C、1000°C、1300°C、1600°C である。試験機は RT~650°C まではサーボパルサー、650°C ~ 1600°C では高温材料試験機を使用した。サーボパルサーでの加熱には外線線を用い、温度測定には K 熱電対を用いた。一方、高温材料試験機での加熱には高周波誘導を用い、温度測定には放射温度計を使用した。また、破面や表面を走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した。

2-2. 熱負荷実験

実験には ITER Grade W (IG-W(a)) とこの再結晶材 (IG-W(b)) を使用した。また、1500°C で 1 時間保持することにより再結晶化させた K doped W と W-1wt%La₂O₃ についても実験を行い比較した。試料サイズは 10mm × 10mm × 1mm で、実験前に電解研磨を行った。本実験では、熱源として電子ビームを用い、試料は Cu 製の強制水冷却を行っている試験台に 5mm φ の孔が開いた W 製の押さえ板で機械的に固定した。試料の表面温度は、二色放射温度計を用いて測定した。電子ビームの加速電圧は 20kV でビームサイズは約 3mmφ、2 秒間の照射で試料表面が約 1300°C に達するようパワーを調節した。2 秒間のビーム照射の後、冷却時間として 7.5 秒間保持することで、1 サイクル 9.5 秒とした。このようなサイクルを、各試料に対し計 200 回繰り返した。また、損傷過程を確認するため適宜取り出し、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて表面観察を行った。

3. 結果

引っ張り試験結果から求めた L-R type の応力-ひずみ曲線の温度依存性を図 1 に示す。室温では塑性変形には至らず破断している。また、200°C では延性を示しており、今回の歪み速度では、200°C 近傍に延性と脆性の境 (DBTT) があるものと考えられる。また、試験温度が上昇するにつれ

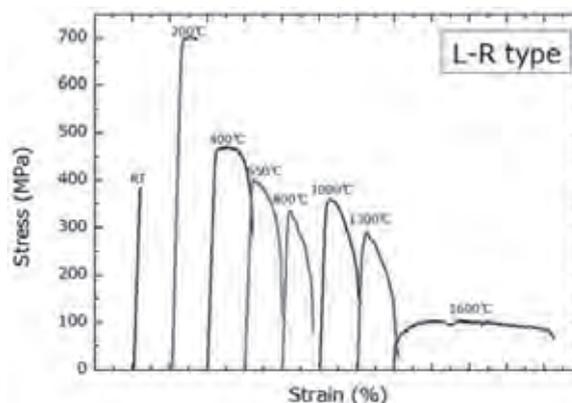


図 1 L-R type の応力ひずみ曲線の温度依存性

て降伏応力は低下し伸びは増加している。さらに、1600℃では、1300℃までと比較し、伸びが大きくなっている。これは、粒界すべりによる変形が発生しているものと考えられる。また、破断までの全ひずみでは1300℃までL-R typeがT-R typeよりも大きいひずみ量を示した。どちらのtypeも400℃で延性を示してから1300℃までは全ひずみ量は大きく変動せず、1600℃になると全ひずみ量は急激に増大した。

熱負荷実験に関しては、ビーム電流を調節することで最高到達温度が約1300℃の繰り返し熱負荷を与えることができた。表面温度は照射から2秒後に最高温度に達し、照射終了と共に下降し、表面温度は定常状態になることはなかった。熱負荷を20回繰り返すと、各試料で変形が生じた。IG-W(a)では転位の移動により生じたすべり線が確認できた。IG-W(b)ではIG-W(a)よりも、表面は粗面化しており、結晶粒内は多くのすべり線が見られ、結晶粒界においても凹凸が生じている。K doped W では結晶粒界の損傷はIG-W(b)と同程度見られたが、粒内のすべり線は少なかった。

W-1wt%La₂O₃では、他の試料と同様な損傷が発生しているが、損傷範囲は狭い領域に限られている。

70 サイクル後、W-1%wtLa₂O₃では損傷範囲が拡大し、また、La₂O₃の粒子が欠損し、孔となっている箇所が多く発生していた。さらに、すべり線が見られた箇所やLa₂O₃が欠損した箇所に亀裂が生じていた。200 サイクル後の各試料のSEM写真を図2に示す。IG-W(a)、IG-W(b)では損傷が急激に進み、表面の凹凸は激しくなり、結晶粒内、結晶粒界に亀裂が発生していた。また、W-1wt%La₂O₃では70 サイクル後に確認された亀裂が進展し、剥離が発生している箇所が見られた。しかし、K doped Wでは合計200サイクルの熱負荷をかけても亀裂や剥離などはなかった。

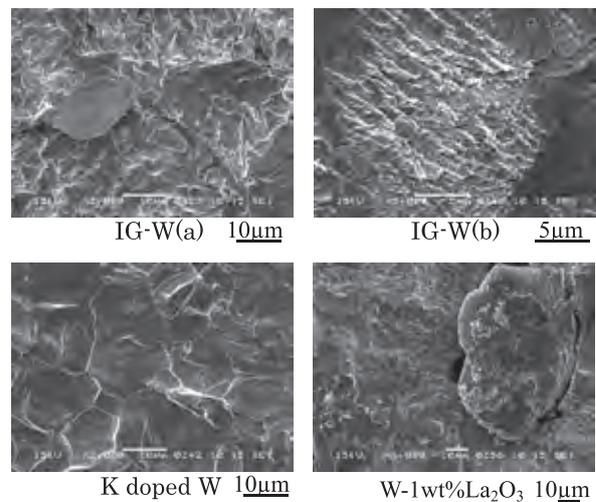


図2 各試料の表面のSEM写真

来年度は照射材について実験を行い、その特性を比較する。これにより、照射効果を明らかにする。

4. 本年度発表リスト

[口頭発表リスト]

- ・ K. Tokunaga, T. Hotta, K. Araki, Y. Miyamoto, T. Fujiwara, M. Hasegawa, K. Nakamura, K. Ezato, S. Suzuki, M. Enoda, M. Akiba, T. Nagasaka, R. Kasada, A. Kimura, "High heat loading properties of vacuum plasma spray tungsten coatings on reduced activation ferritic/martensitic steel", 20th International Conference on Plasma Surface Interactions (20th PSI), 21.-25.05,2012, Germany

- ・ K. Tokunaga, T. Hotta, T. Otsuka, A. Kobayashi, K. Araki, Y. Miyamoto, T. Fujiwara, M. Hasegawa, K. Nakamura, K. Ezato, S. Suzuki, M. Enoda, M. Akiba, T. Nagasaka, R. Kasada, A. Kimura, "Material behavior on heat loading and hydrogen penetration of vacuum plasma spray tungsten coatings on reduced activation ferritic/martensitic steel", The International Symposium on Visualization in Joining & Welding Science through Advanced Measurements and Simulation (Visual-JW2012), 28-30 Nov., 2012, Osaka, Japan

[論文発表リスト]

- ・ K. Tokunaga, T. Hotta, T. Otsuka, A. Kobayashi, K. Araki, Y. Miyamoto, T. Fujiwara, M. Hasegawa, K. Nakamura, K. Ezato, S. Suzuki, M. Enoda, M. Akiba, T. Nagasaka, R. Kasada, A. Kimura, "Material behavior on heat loading and hydrogen penetration of vacuum plasma spray tungsten coatings on reduced activation ferritic/martensitic steel", Proceedings of Visual-JW2012, Volume 1, 391-392,2012

核融合炉複合照射環境下における タングステン材料挙動

上田良夫¹，木村晃彦²，吉田直亮³

¹大阪大学工学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

³九州大学応用力学研究所

1. 研究目的

高融点・高熱伝導率を持つタングステンは、核融合炉壁材料の第一候補材であるが、水素同位体・ヘリウム混合プラズマ、中性子、及び定常・パルス熱負荷が同時に照射される炉内環境での材料変化やトリチウム蓄積特性はまだ十分に解明されていない。そこで本研究では、大阪大学が所有するイオンビーム装置、プラズマ/レーザー同時照射装置、及びエネルギー理工学研究所のDuET装置や様々な材料分析装置を利用して、このような複合照射環境下におけるタングステン材料の表面損傷、重水素の吸蔵特性、及び機械的特性を研究する。本研究により、タングステン材料の適用性や寿命の評価、及び先進タングステン材料の開発を行なうことを目的とする。本研究により、核融合炉でタングステン壁材料を使用する場合のプラズマ制御に対する要請が明らかになり、さらに、複合照射環境下で使用できるタングステン材料の開発に貢献することができる。

2. 実験方法

今年度は、TFGR-W (Toughened Fine-Grained Recrystallized W) について、レーザーによる繰り返しパルス熱負荷影響、および閉じ込めプラズマ照射下での影響(ドイツ、TEXTOR装置による)を詳細に調べた。分析はまだ継続中であるが、いくつか代表的な成果について本報告書で紹介する。

TFGR-Wでは1.1TiCと3.3TiCを用いた。これらの材料は、東北大学の栗下先生が開発された材料であり、微結晶粒WにTiCやTaCを添加し、超組成加工を施すことにより、粒界を強化したタングステン材料であり、室温近傍でも延性があることが特徴となっている。結晶粒は1ミクロン程度の大きさであるが、高温で処理することから結晶粒は再結晶化がすすみ粒の結晶方向はランダムである。

パルス熱負荷は、Nd/YAGレーザーの基本波(1.06 μm)を用い、ロングパルスモードで実効的に0.13 msのパルス幅の

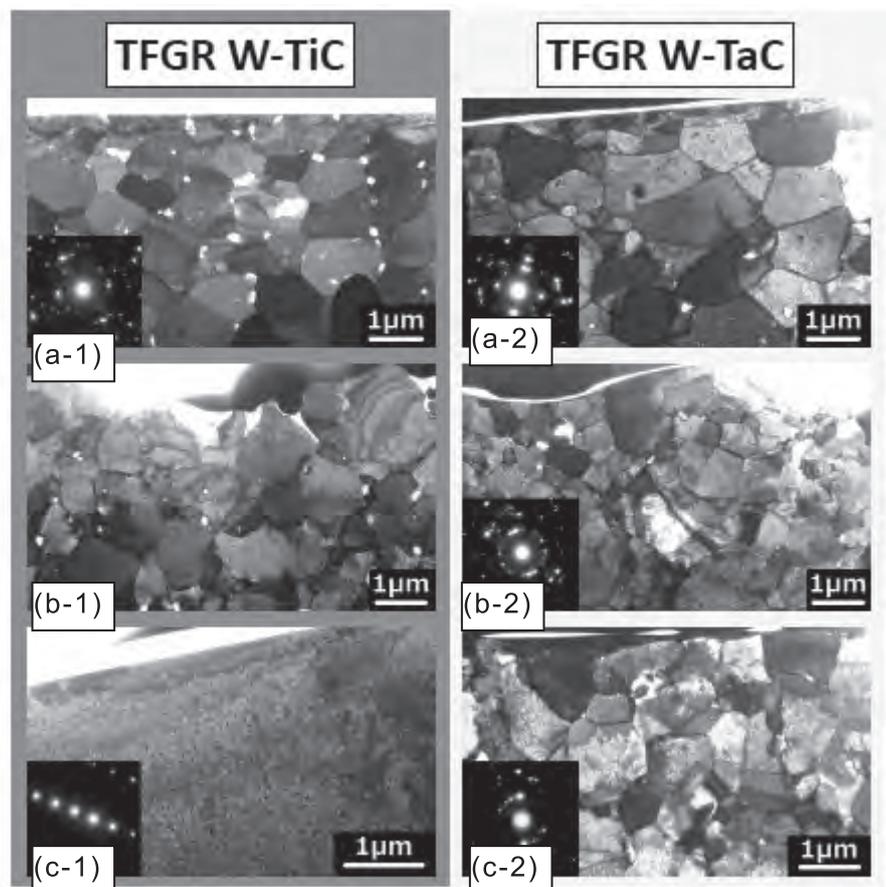


図1 熱パルスを繰り返し与えた TFGR-W の断面組織 (10^4 ショット)。(a) 熱パルスなし、(b) パルスエネルギー密度：0.20 MJ/m²、(c) パルスエネルギー密度：0.34 MJ/m²

熱パルス照射した。レーザーの吸収率を測定して（約0.3）、この値を考慮して、パルスのエネルギー密度を算出した。今回の研究では、パルスエネルギーは、表面溶融閾値以下の値を用い、繰り返し回数を最大 10^5 回まで増やして実験を行った。

TEXTORプラズマ照射実験では、グラファイトのテストリミターに円形の試料（直径22 mm）をセットし表面温度を 1500°C 程度から融点を超える範囲でさらして、表面の損傷・溶融挙動について詳しく調べた。

3. 研究成果

パルス熱負荷照射実験では、溶融限界の1/4のパルスエネルギー（ 0.12 MJ/m^2 ）でも、10,000ショットの照射により、表面の粗面化が生じた。TFGR-Wは、純Wに比べて少ないパルス回数でのパルス耐性は高いが、高繰り返しにより表面損傷が発生することが分かった。

さらに繰り返し熱負荷による結晶組織の変化をTEMで調べた（図1、前ページ）。パルスエネルギー密度は、 0.20 MJ/m^2 （図1 (b-1)、(b-2)）と、 0.34 MJ/m^2 （図1 (c-1)、(c-2)）とした。どちらも溶融閾値以下のエネルギーである。最高表面温度は、それぞれの熱負荷条件で、2050 Kと2900 Kである（計算値）。

TiC添加材では、表面温度が2,000 K程度になると、表面近傍のTiCが分解して消失する。TEXTORプラズマ実験においても、1900 Kを超えるとTiの放出が分光測定により明確に観測されるようになり、熱分解の可能性を示唆している。その結果、高温（2,900 K）では、再結晶化に伴う粒成長が起こる（図1 (c-1)）。しかしながら、TaC添加材では、2,900 Kでも再結晶化は見られず、結晶粒径は熱負荷を加えて無い材料と大きな違いがない（図1 (c-2)）。TaCの存在は、TiCほど明確ではないが、結晶粒成長がみられないことから、TaCはこの温度でも分解せずに粒界に残っていると考えられる。

TFGR-WをTEXTORプラズマからの高い熱負荷で溶融させる実験を行った結果を図2に示す。溶融後の凝固層の形状は、TiC添加材とTaC添加材で大きく異なっていることがわかる。TiC添加材の場合は（図2 (a)）、先に述べたように、タングステンの融点よりもはるかに低い温度で、TiCの分解が始まることがわかっているが、この分解と放出が起こることで溶融層に細かい穴が多数空いていると考えられる。一方、TaCの場合は、パルス熱負荷実験より考えられるようにかなり高い温度でも（ $\sim 2900 \text{ K}$ ）TaCは残存しており、タングステンの溶融点に近い温度条件で、分解と放出（あるいは溶融してWと混合）が起こるため、TiCのように突沸のような過程が起こらず、表面に細かい穴が開いていないと考えられる。しかしながら、一方で、TaC添加材は凝固層に大きな亀裂が観測されており、これはプラズマ対向材料として望ましい特性ではない。ただ、TaC添加材の場合は、TaCの量や製造プロセスが最適化されていないため、今後の材料の改良により、高熱負荷に対してより好ましい特性が得られる可能性もあり、今後の改良が期待される。

4. 成果発表

1. T. Kawai, Y. Ohtsuka, Y. Ueda, H. Kurishita, N. Yoshida, "Effects of repeated short heat pulses on TFGR tungsten", presented at 27th SOFT (Liege, Belgium) 2012.
2. 上田 他、"TFGRタングステンへの短パルス繰り返しレーザー照射実験"、プラズマ・核融合学会 第29回年会、2012年11月、クローバープラザ、福岡県

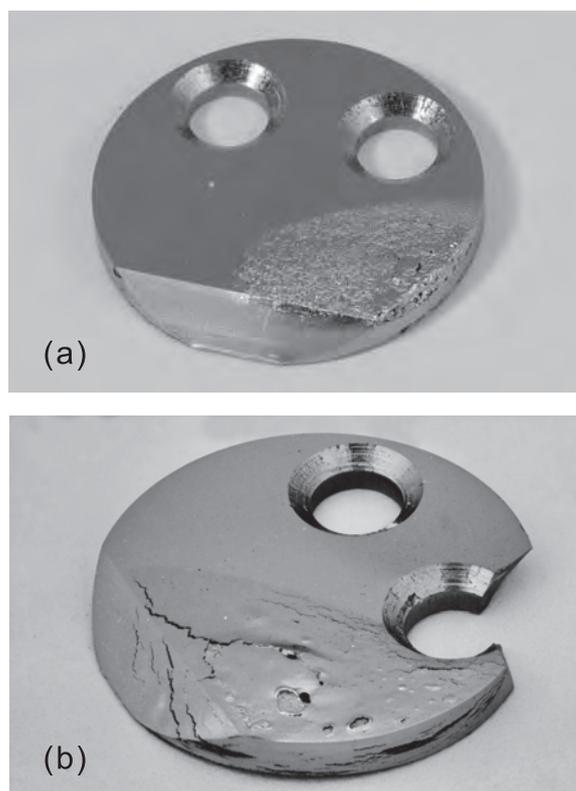


図2 TEXTOR プラズマにさらして部分的に溶融させた TFGR-W、(a)TFGR-W1.1TiC、(b)TFGR-W3.3TaC

ブランケットシステム開発のためのナノ構造を持つ 高韌性W-TiC と ODS 鋼の接合技術の開発

栗下裕明¹, 木村晃彦², 近藤創介², 岩田憲幸², 橋富興宣², 大村高正², 能登裕之³

¹東北大学金属材料研究所, ²京都大学エネルギー理工学研究所, ³京都大学エネルギー科学研究科

1. 緒言

本共同研究が目指すゼロエミッションエネルギー、すなわち二酸化炭素、有害物質を可能な限り放出しないエネルギーシステムの実現にとって、核融合炉ブランケットシステムは重要な選択肢である。このシステム構築のためには、核融合炉第一壁のトリチウム増殖性能と熱除去性能を確保することが必要であり、そのため、金属の中で最もトリチウムリテンション（滞留）が少なく、最も融点が高い（3410℃）タングステン（W）をアーマー材に用いて、厚さ数 mm の第一壁・低放射化構造材料を覆う被覆技術の開発研究が国内外で精力的に行われている。本研究では、低放射化構造材料である先進 ODS 鋼（ODSS：京大エネ研・木村研究室で開発）とWアーマー材を対象として、優れた接合強度をもつ ODSS/W 異種接合体を製造するための接合技術を開発することを目的とする。

接合技術開発において通底する本質的課題は、「異種材料間の大きな熱膨張係数の差により接合界面付近に発生する熱応力の緩和」である。とくに、ODSS（Fe）とWの熱膨張係数（室温～100℃）はそれぞれ $12.1 \times 10^{-6}/\text{℃}$ と $4.5 \times 10^{-6}/\text{℃}$ と大きく異なり、例えば、1240℃で固相接合して室温まで冷却した ODSS/W接合体に発生する熱応力は最大 2GPa にも達する。このような熱応力の緩和は、異種接合部材の間に挟む薄い薄片（インサート材）が、①ODSS とWの間の熱膨張係数をもつ場合、あるいは②接合温度以下での変形強度が低く、塑性変形しやすい場合に可能であると考えられる。但し、①や②以外にも、インサート材が ODSS やWと反応して脆化相を形成しないこと、誘導放射能の減衰の速い低放射化元素により構成されること等が要求される。

2. 方法と結果・考察

平成 23 年度の本共同研究では、入手可能なインサート材を調査し、最適なインサート材として①を満たすバナジウム（V）合金を選択した。V合金は低放射化元素であり、ODSS と同様に耐照射特性と高温強度に優れるナノ組織・酸化物分散V合金（ODSV）が開発されている等の多くの利点をもつからである。但し、Vは ODSS との反応により脆いシグマ相（ σ 相）を形成するので、 σ 相形成を抑制可能な接合条件・接合技術を見出す必要がある。そこで、1240℃で固相接合した ODSS/V 合金接合体を核融合炉で想定される温度に保持（時効処理）した後、接合強度を測定すると共に、相互拡散による σ 相形成抑制のための拡散バリア層（金属の箔）を ODSS とV合金の間に挿入する効果を調べた。その結果、拡散バリア層として Ti 箔を Fe 系アモルファス箔と共に挿入した場合に試験片を採取可能な ODSS/W 接合体が得られたが、接合強度の測定値は低く、接合体のWアーマー側に亀裂が発生した。このことは、V合金インサート材による熱応力の緩和が困難であることを示している。

そこで平成 24 年度本共同研究では、インサート材として上述の②の効果をもつ材料を調査して次の 2 種類のインサート材を選択した。一つは純鉄の圧延材であり、もう一つは接合温度よりもかなり低い温度領域で超塑性変形を示す鉄合金である。以下に、これらをインサート材とする ODSS/W接合体の作製方法と得られた結果を示す。

インサート材の寸法はいずれも $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 0.9\text{mm}^{\dagger}$ とし、それを純W圧延材（寸法 $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1.5\text{mm}^{\dagger}$ ）と ODSS（ $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 2.0\text{mm}^{\dagger}$ ）の間に挟み、1240℃、 $2 \times 10^{-4} \text{Pa}$ の真空下でインサート材と ODSS が~2%塑性変形するまで圧縮変形した。その後、インサート材が超塑性を示す接

合体では、超塑性を発現する温度・負荷条件に保持した。また、比較材として、液相接合の可能なアモルファス鉄合金をインサート材に用いた ODSS/W 接合体を作製した。室温まで冷却した全ての接合体の中央領域と端に近い領域から、接合強度評価のための微小 3 点曲げあるいは微小 4 点曲げ試験片（寸法：2.4mm^w x 0.5mm^t x 4.3 mm^l）をワイヤーカットにより切り出した。接合強度の評価は、微小試験片用に新しく作製した、試験片装着の容易な微小 3 点曲げ治具（スパン 2.1 mm）および微小 4 点曲げ治具（図 1）を用い、曲げ試験により、室温、1 x 10⁻³ mm/s の変位速度で行った。

図 2 に測定した接合強度（最高値）を示す。インサート材としてアモルファス鉄合金を用いた液相接合体（図 2 (a)）では、接合強度は 100MPa 程度であるのに対し、インサート材に純鉄（図 2 (b)）あるいは超塑性鉄合金（図 2 (c)）を用いた固相拡散接合体ははるかに高い接合強度を示し、とくに超塑性インサート材を用いた接合体は約 600MPa という極めて高い接合強度を示している。この結果は、超塑性の発現を利用した熱応力の緩和が極めて有効であることを示している。すなわち、「超塑性を熱応力緩和のために活用する接合技術」は、接合技術開発における本質的課題である「異種材料間の熱膨張係数の差により発生する大きな熱応力の緩和」の克服に向けて一つの方向を示す接合技術であると考えられる。但し、この接合体の接合強度はバラツキが大きく、平均値（各 6 本の平均値）は、接合体中央部で 390MPa、端部で 320MPa であった。したがって、データのばらつきの要因を明らかにし、高い接合強度が再現性をもって得られる接合技術を確立することが必要である。

また、熱応力による亀裂はWの結晶粒界に沿って形成され、したがって、ODSS/W の接合強度はWアーマーの結晶粒界の配向によって変化することが明らかになった。そこで、入手可能な種々のW板材の異方性を調査し、Wアーマー材の最適な粒界配向を明らかにすることが必要である。

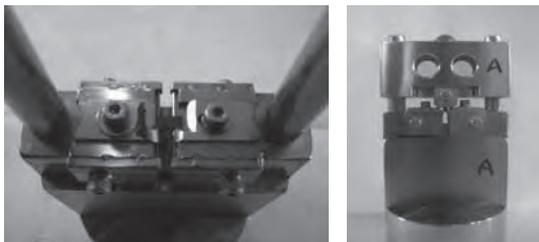


図 1 微小試験片用の 4 点曲げ試験治具
（スパン：上部 0.8 mm、下部 3.0 mm）

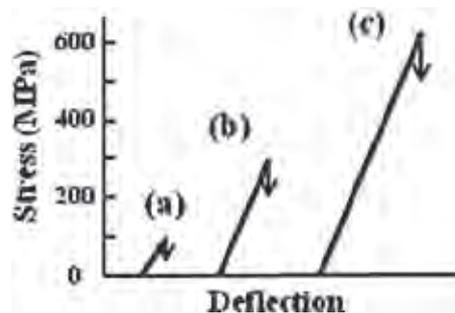


図 2 接合体の曲げ応力-たわみ曲線（室温）

3. 本年度 発表リスト

[口頭発表リスト]

- 1) H. Noto, A. Kimura, H. Kurishita, S. Matsuo, “Diffusion bonding of W-1.1%TiC and 15Cr-ODS ferritic steel for diverter application”, The 4th International Symposium of Kyoto University Global COE Program, P9, May 22 - 23, 2012, Siam City Hotel Bangkok, Bangkok, Thailand, (Poster)
- 2) 能登裕之, 木村晃彦, 松尾悟, 栗下裕明 "先進 W-1.1%TiC/低放射化 ODS フェライト鋼の拡散接合", 第 9 回核融合エネルギー連合講演会, 2012 年 6 月 28 日, 神戸国際会議場, (ポスター)
- 3) 能登裕之, 木村晃彦, 栗下裕明, 松尾悟, "W/ODS 鋼異材接合における熱応力緩和技術", 日本金属学会 2012 年秋期大会 2012 年 9 月 17-19 日, 愛媛大学
- 4) H. Noto, A. Kimura, H. Kurishita, S. Matsuo, “Diffusion bonding of W-1.1%TiC and 15Cr-ODS ferritic steel for diverter application”, 27th Symp. Fusion Tech. (SOFT 2012), September 24-28, 2012, Liege, Belgium (Poster)

[論文発表リスト]

- 1) H. Noto, A. Kimura, H. Kurishita, S. Matsuo, Evaluation of Feasibility of Tungsten/Oxide Dispersion strengthened Steel Bonding with Vanadium Insert, MATERIALS TRANSACTIONS, in press (with review)

核融合炉構造材料とその接合材の微細組織に対する 変位損傷と核変換生成ヘリウムの相乗効果

山本琢也¹, 呉 源¹, G. Robert Odette¹, 近藤創介², 橋富興宣², 木村晃彦²

¹ University of California Santa Barbara

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

ゼロエミッション社会のエネルギー源の要となる核融合炉の実現に向け、その過酷な使用環境に耐え得る構成材料の開発が急務となっている。特に構造材料中では、高エネルギー中性子による核変換によって大量の He 原子が生成し、結晶粒界へのバブル状析出やボイド形成の促進によって、材料破壊靱性の著しい低下やスウェリングが引き起こされ、材料寿命を左右する一因となっている。材料中の He の挙動は、He 生成量・生成速度、照射損傷量、損傷速度、He 対損傷量比、照射温度などの照射環境条件や材料の微細組織に依存して複雑に変化し、その依存性は、未だ十分に解明されていない。設計条件はもとより、位置、時間によって大きく変化する実際の照射環境における材料中の He 挙動の予測には、系統的に変化させた条件下の He 挙動を実験的に把握し、それらの結果を包括的に記述できる計算モデルを開発することが必要不可欠である。そこで、DuET 装置を利用した Fe-He イオン同時照射実験を、高損傷速度条件 ($3 \times 10^{-5} \sim 10^{-3}$ dpa/s) にて実施し、米国オークリッジ国立研究所の HFIR 炉を利用して取得が進められている低損傷速度 (10^{-6} dpa/s) での結果とあわせて、材料挙動データベースを構築することが本研究の目的である。

2. 実験方法

核融合炉構造材候補フェライト鋼 F82H と酸化物分散強化鋼 MA957 と 14YWT について、DuET 装置を用いた Fe イオン-He イオン同時照射実験を、500 と 650°C の温度条件下にて実施し、照射後、透過型電子顕微鏡による微細組織観察を行った。図 1 に、650°C 照射における変位損傷(dpa)と He 濃度の分布を示す。変位損傷は、表面からの深さ 1.5 μ m 程度、He 濃度は、深さ 1 μ m 程度がピークとなるように分布し、深さ 0.4~1.1 μ m の領域において、He/損傷比が、ほぼ一定となるように調整されている。500°C においては、以前に規定条件 25dpa まで照射した領域に 80dpa までの追加照射を行った。表 1 に、両温度での代表深さでの照射条件を示す。照射後の試料から、FIB 加工により、深さ 0~2 μ m 領域に渡るサンプルを切り出して、透過型電子顕微鏡観察に供した。並行して、開発中のモデル計算との比較を行った。

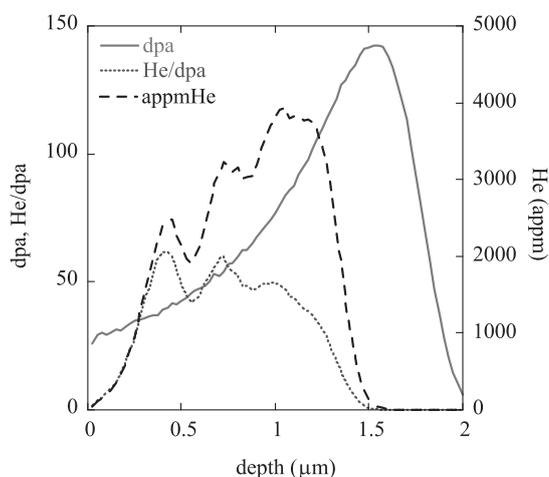


図1 650°C照射における変位損傷と注入ヘリウム濃度の深さ分布

表1 今回行った照射実験での代表深さ2点での照射条件

実験番号	材料	温度 °C	公称条件(0.6-0.7 μ m深さ)				ピーク条件(1.0-1.1 μ m深さ)		
			dpa	He (appm)	He/dpa	dpa/s	dpa	He (appm)	He/dpa
DI12A1	MA957, 14YWT(PM2)	650	48	2230	47	1.1×10^{-3}	83	3860	47
DI10B2	F82H mod.3, MA957	500	80	3200	40	$0.5 \sim 1.0 \times 10^{-3}$	138	5550	40

3. 実験結果

図2(a)に650°C照射後のMA957材の深さ0.6μm位置でのキャビティ組織写真を示す。アンダーフォーカス条件で、白い円状に見えるように、直径1.5nm前後のヘリウムバブルが、高密度に生成していることがわかる。また、この平均径とバブル数密度の深さ分布を図2(b)に、さらに代表位置2点でのバブルサイズ分布を図2(c)に示す。平均サイズ、数密度共に、ヘリウム注入濃度の3つのピークに対応するように局所的にピークをとるが、全体としては、深さ0.8μm付近でサイズが最大値1.5nm、数密度が $5\sim 7\times 10^{23}/\text{m}^3$ と幅広く最小値をとる形になっている。バブルを球状と仮定して体積率をとるとほぼ注入量に対応する順でピークが大きくなることがわかり、注入プロファイルの妥当性を示している。電子顕微鏡観察から、この試料のナノサイズ析出粒子の数密度は、深さ1.5μmあたりで $7\times 10^{23}/\text{m}^3$ となっていることがわかり、各析出に1つずつのバブルが形成されていることがわかる。この種の材料には、析出粒子密度に不均一性があることが知られており、そうした場所による析出粒子の数密度が大局的にはヘリウムバブル数密度を左右しつつ、局部的にはヘリウム注入のプロファイルが数密度に影響を与えていることが考えられる。いずれにしても、高い数密度に分散されるために、精々1.5nm程度の平均を持つバブルサイズ分布をとり、フェライト鋼の500°C照射で見られるようなボイド生成条件には、達しなかったために、ボイドの形成が認められていない。本実験条件で同時に照射した14Cr系分散強化合金でも、同様の高密度、微小バブルが観察され、こうした材料が、ナノサイズ析出によるヘリウムの分散補足によって、核融合炉環境下の高ヘリウム生成に対してもスウェリングや粒界割れを引き起こさないように、ヘリウムを制御してくれることが大いに期待される。

前回の照射試料に追加照射を行った結果の80dpa、3200dpaの試料については、現在、解析を進めているところである。

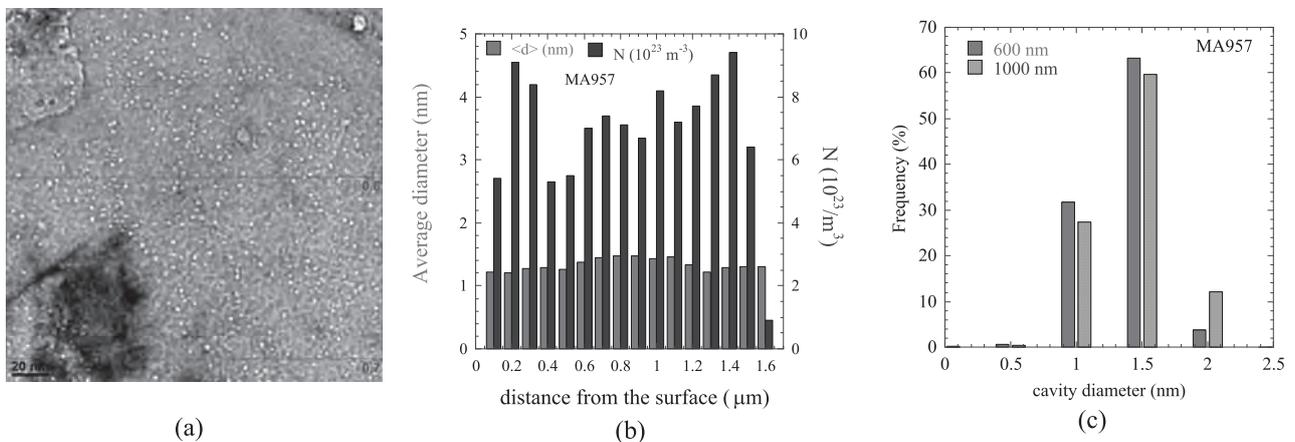


図2 (a)MA957の650°C照射後の ≈ 48 dpa、2200 appm He 条件位置でのキャビティ組織、(b)バブル平均サイズ、数密度の位置分布、(c)代表2深さ位置でのサイズ分布

4. 発表記録

[口頭発表リスト]

T. Yamamoto, G. R. Odette, Y. Wu, K. Yabuuchi, S. Kondo, A. Kimura, D. Edwards, R. J. Kurtz, "Dose and Implantation Rate Effects on Microstructure Evolution in Dual Ion vs. In-situ He Implanter Irradiations – Experimental Studies and Model Predictions," NuMat2012, Osaka, Japan, 10/21-25/2012.

フェムト秒レーザーによる

環境調和型低エネルギー損失ナノ構造固体表面の創製

安丸尚樹¹, 千徳英介¹, 木内淳介², 宮崎健創³, 宮地悟代³

¹福井工業高等専門学校機械工学科, ²アイテック (株)

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 目的

申請者らは、これまで本拠点のフェムト秒レーザーを用いて共同研究を行い、世界に先駆けて DLC (ダイヤモンド状炭素) 等の硬質薄膜表面に周期的微細構造 (ナノ構造) を形成するためのナノ加工技術を開発し、関連技術の特許化してきた。さらに、このナノ構造の形状とサイズを制御し、均一に平面状に加工する技術とトライボロジー分野に応用するための基盤技術の研究を実施してきた。

本研究の目的は、これまでの共同研究の成果を基に、環境汚染物質を含まず機能性・耐環境性・生体親和性に優れた DLC、GC (ガラス状炭素) 等の炭素材料やステンレス鋼、チタン合金等の金属材料の表面にフェムト秒レーザーを照射することにより、(1) ナノ構造の形成機構を実験により検証すると共に、(2) 自動車部品等の実荷重域からナノテク分野の微小荷重域にまで対応した高トライボロジー表面を創製する手法を開発し、環境に優しいエネルギー損失の少ない次世代表面設計技術を実現することである。

2. 共同研究の方法

本共同研究では、本拠点の宮崎教授研究室が有するフェムト秒レーザーシステムを用いて、高機能性炭素材料 (DLC、GC) や金属材料 (ステンレス鋼 SUS304、純チタン) 表面に、フェムト秒レーザーパルスフルーエンス、照射パルス数、波長等を変えて照射し、ナノ構造を加工するためのレーザー条件を明らかにする。ステンレス鋼に対しては、プラズマ窒化による表面硬化処理を行い、窒化層表面に形成されるナノ構造の特徴を調べる。なお、加工条件と共にナノ構造の周期性の解析と形成機構に関する研究を宮崎健創教授および宮地悟代助教と行う。

試料作製およびレーザー照射面の SEM・SPM・ラマン分光等による表面分析、微小荷重域のナノメカニカル試験 (ナノインデンテーション (硬さ、ヤング率)、ナノスクラッチ (摩擦係数))、実荷重域の摩擦摩耗試験等の特性評価は、主として福井高専の千徳英介講師、表面処理企業のアイテック (株) 主管木内淳介氏と共に実施し、本拠点で行うレーザー加工実験にフィードバックする。

3. 実験結果概要

炭素材料の DLC、GC および金属材料のステンレス鋼、純チタンに対してフェムト秒レーザーの照射実験を行い、アブレーション閾値近傍のフルーエンスで、試料表面に微細な周期構造 (ナノ構造) が形成されることを確認した。ナノ構造はレーザーの偏光方向に対し垂直に形成され、そのナノ構造の間隔については、炭素材料は照射したレーザー波長 λ の $1/10 \sim 1/5$ 、ステンレス鋼は $1/3 \sim 2/5$ 程度であり、フルーエンスの増加と共に増大した。以下にステンレス鋼の結果について概要を記す。

オーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304、厚さ 3 mm、硬さ HV200) に対してプラズマ窒化処理を行い、表面に高硬度 (HV1300) の窒化層を形成した。鏡面研磨された未処理材と窒化材に対し、直線偏光のフェムト秒レーザーパルス ($\lambda = 800 \text{ nm}$) を $F = 0.08 \sim 0.24 \text{ J/cm}^2$ のフルーエンスで、約 $250 \mu\text{m}$ のスポット径で固定照射 (照射パルス数 $N = 10 \sim 500$) した。次に、精密 X-Y ステージを用いたレーザーキャンで、ナノ構造を平面状に均一に形成した。照射後の試料表面を SEM にて観察し、微細な周期構造の間隔 D を SEM 画像のフーリエ解析により求めた。また、固定照射によるレーザー照射痕の 3 次元形状を SPM により計測し、加工速度やアブレーション閾値を求めた。

Fig.1 に、フルーエンスを変化させて固定照射した時の窒化材表面形態の例を示す。照射部全面に細長い粒状のナノ構造が形成され、その間隔 D は、フルーエンスの増加と共に増加した。

Fig.2 に、ナノ構造間隔 D の各々のフルーエンスに対する照射パルス数依存性を示す。金属材料の D は波長の $1/2$ 以上という報告例が多いが、窒化材の D はアブレーション閾値近傍の低フルーエンスで最小値 250 nm を示し、レーザー波長 λ よりはるかに小さい (λ の $1/3$ 程度) ことが確認された。また、窒化により、 D が $1\sim 2$ 割減少することが判明した。これは比較的小さなナノ構造を形成する窒化層内の CrN と、窒化層に生じた圧縮性の残留応力が影響していると考えられる。

Fig.3 にレーザー照射痕の断面形状の例を示すが、(b) の窒化材では、 0.08 J/cm^2 の低フルーエンスで照射痕が膨れる現象が生じた。これは、窒化層表面の圧縮性残留応力が、レーザー照射により解放され、照射部表面が膨らむ方向に変形したといえる。

以上のように、ステンレス鋼の窒化層には、最小間隔が $D=1/3\lambda$ 程度のナノ構造が形成されるが、未処理材の D より $1\sim 2$ 割小さいこと、照射部表面が膨張するなどの特徴的な現象が見出された。

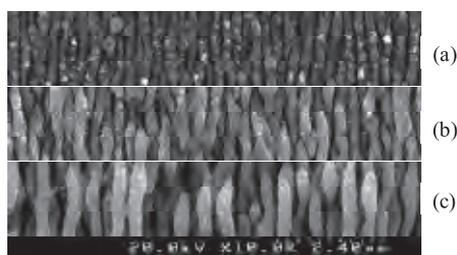


Fig. 1 SEM images of the nitrided stainless steel surfaces ablated by the fs-laser pulses of $N = 300$ at $F =$ (a) 0.08 , (b) 0.12 and (c) 0.16 J/cm^2 .

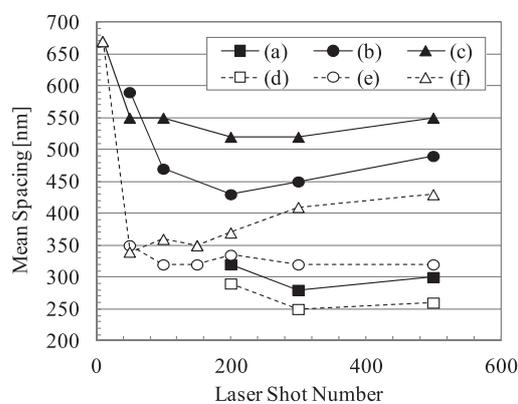
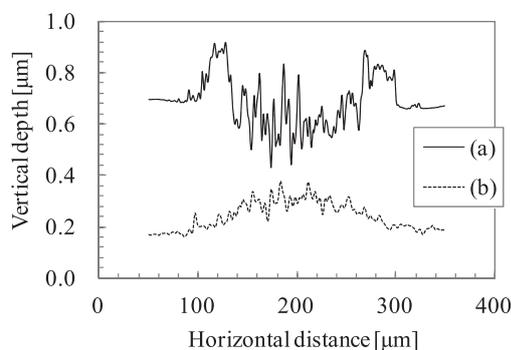


Fig. 2 Dependence of mean spacing of nanostructures on laser shot number formed on (a-c) untreated and (d-f) nitrided stainless steel at $F =$ (a,d) 0.08 , (b,e) 0.12 and (c,f) 0.16 J/cm^2 .

Fig. 3 Cross-sectional crater profiles formed on (a) untreated and (b) nitrided stainless steel with $N = 300$ pulses at $F = 0.08\text{ J/cm}^2$.

4. 本年度 発表リスト

[口頭発表リスト]

1) N. Yasumaru, E. Sentoku, K. Miyazaki, G. Miyaji, J. Kiuchi, "Femtosecond-laser-induced nanostructure formed on stainless steel", The 13th International Symposium on Laser Precision Microfabrication (LPM2012), June 14, 2012, Washington DC.

2) 藤澤和人、安丸尚樹、千徳英介、宮崎健創、木内淳介、"フェムト秒レーザーによるステンレス鋼窒化層表面のナノ構造形成"、日本金属学会・鉄鋼協会北陸信越支部平成 24 年度連合講演会、2012 年 12 月 8 日、福井市。

[論文発表リスト]

1) N. Yasumaru, E. Sentoku, K. Miyazaki, G. Miyaji, J. Kiuchi, "Femtosecond-laser-induced nanostructure formed on stainless steel", Proceedings of LPM2012 - the 13th International Symposium on Laser Precision Microfabrication, #12-11, pp.1-5, 2012.

2) N. Yasumaru, E. Sentoku, K. Miyazaki, J. Kiuchi, "Femtosecond-laser-induced nanostructure formed on nitrided stainless steel", Applied Surface Science, Vol. 264, pp. 611-615, 2013.

酸化物/窒化物セラミックスの照射誘起微細構造 ～電子励起および選択的はじき出し損傷の効果～

安田和弘¹, 高木聖也¹ (院生), 山本知一¹, 松村 晶¹, 近藤創介², 木村晃彦²

¹九州大学工学研究院

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

酸化物および窒化物セラミックスは、その耐熱性、化学的安定性および優れた耐照射損傷性により、プルトニウムや長寿命核種の削減・消滅処理のための不活性母相、次世代核燃料母相材料として期待されている。原子炉照射環境下においては、70～100 MeV の高エネルギーを持つ核分裂片、高速中性子、電子、 γ 線等の種々の放射線が存在し、これらの放射線は弾性的なはじき出し損傷と共に電子励起による損傷を誘起する。我々はこれまでに、比較的低い弾性エネルギーを付与する電子照射を蛍石型酸化物セラミックスに照射すると、酸素イオン副格子に選択的なはじき出し損傷が誘起され、酸素イオン格子間原子から成る特異な転位ループが {111} 面上に形成されることを安定化ジルコニアおよびセリアにおいて見出している [1-3]。原子炉燃料やターゲット母相が置かれる複合的かつ苛酷な照射環境においても、酸素イオン副格子に優先的なはじき出し損傷が誘起され、形成された点欠陥は陽イオン点欠陥よりも高い移動度を有して、材料中を離合集散する。すなわち、酸素イオン点欠陥の挙動は、蛍石型酸化物セラミックスの照射損傷過程に大きく影響を与える重要な因子であり、この影響を種々の照射環境において明らかにすることは重要な意義を持つ。本報告では、MeV 程度の重イオンを高温で照射したセリアの微細構造変化を透過電子顕微鏡法を用いて調べた結果を報告する。

2. 実験方法

CeO₂ 粉末 (レアメタリック社製, 純度 99.99 %) を加圧成型および焼結し、CeO₂ 焼結体を作製した。作製した焼結体を幅 5 mm、高さ 2.4 mm、厚さ 0.3 mm の短冊状試料に加工し、機械研磨で鏡面仕上げを行った後に、京都大学エネルギー理工学研究所に設置されている DuET (Dual-Beam Facility for Energy Science and Technology) の高温試料ホルダーに装着し、板面に垂直な方向から 6.4 MeV の Fe³⁺イオンを照射した。照射は 873 および 1273 K で行い、照射量 3.0×10¹⁸ および 1.2×10¹⁹ ions/m² まで照射した。イオン照射後の試料を機械研磨し、イオンスライサー (日本電子(株)) を用いて Ar イオンによりイオン研磨を施し、断面試料を作製した。微細組織観察は、加速電圧 200 kV の汎用透過型電子顕微鏡によって行った。

3. 結果および考察

図 1 (a) は、照射温度 1273 K で 3.0×10¹⁸ ions/m² まで 6.4 MeV Fe イオン照射した CeO₂ 試料を断面観察法により観察した時の明視野像であり、図 1 (b) には対応するはじき出し損傷量をイオン侵入深さの関数として示している。図 1 (a) より、試料表面から 2.5 μ m 程度の深さまで発達した転位および 20-40 nm 程度の大きさの転位ループが形成されていることがわかる。また、はじき出し損傷量が最大値を示すイオン侵入深さ (~1.8 μ m) 付近の深さにおいては、転位ループ密度が増加し帯状のコントラストを呈している。

照射温度 873 K で 6.4 MeV Fe³⁺ イオンを照射した CeO₂ 試料の微細組織を 1273 K で照射した試料の微細組織と比較すると、転位ループ密度が増加し、サイズは減少していた。それぞれの照射条件で照射した試料の照射領域全域にわたって電子回折図形を取得した結果、全ての領域で鮮明な回折斑点が現れ、結晶性は保たれていることがわかった。

図 2 (a)~(d) は、6.4 MeV Fe³⁺ イオン照射を 1273 K にて、 1.2×10^{19} ions/m² まで照射することにより形成された転位ループおよび転位の性状を同定するために複数の回折ベクトルを用いて結像した二波励起条件における明視野像である。電子線の入射方向は、(a) および (b) で $B=[\bar{1}11]$ 方向、(c) および (d) で $B=[\bar{1}\bar{1}2]$ 方向であり、各々の回折ベクトルは図中の矢印で表示している。図 2 中の 1 で示した転位ループのコントラストは、(b) および (c) の回折条件のときに消失している。このことから、図 2 中の 1 の転位ループのバーガスベクトル b は $[0\bar{1}1]$ 方向に平行であることがわかった。他の転位ループおよび転位について同様に $g \cdot b$ 解析を行った結果、バーガスベクトルは $b // \langle 011 \rangle$ の関係を持つ完全転位であることがわかった。1.5 MeV 以下の電子照射により酸素イオン副格子にのみはじき出し損傷を与えた場合に形成された転位ループは $\{111\}$ 面上に存在し、その性状は異なっていた。図 1 (b) に示すように、本報告の照射条件 (6.4 MeV Fe イオン) においても酸素イオン副格子に優先的なはじき出し損傷は誘起されているが、転位ループの性状は異なっている。今後は、イオン照射後の組織に電子照射を行い、酸素イオン副格子に選択的なはじき出し損傷を誘起した場合の微細構造発達過程を調べることにより、照射欠陥形成に及ぼす酸素イオン点欠陥挙動を明らかにする予定である。

参考文献

- [1] K. Yasuda, C. Kinoshita, S. Matsumura, A.I. Ryazanov, J. Nucl. Mater., 319 (2003) 74.
- [2] K. Yasunaga, K. Yasuda, S. Matsumura, T. Sonoda, Nucl. Instr. Meth., B266 (2008) 2877.
- [3] S. Takaki, T. Yamamoto, M. Kutsuwada, K. Yasuda, S. Matsumura, submitted to Proc. MRS Symp. (2013).

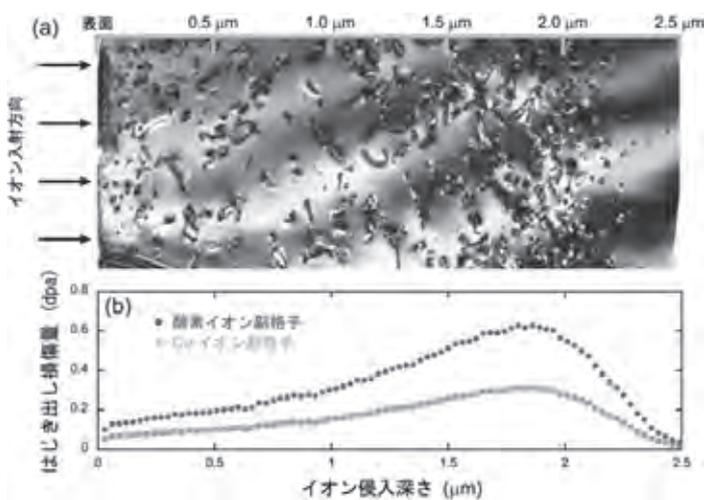


図 1 (a) 照射温度 1273 K で照射量 3.0×10^{18} ions/m² まで照射した試料の断面 TEM 明視野像。(b) 6.4 MeV Fe イオンを CeO₂ に照射した場合のはじき出し損傷量のイオン侵入深さ依存性。

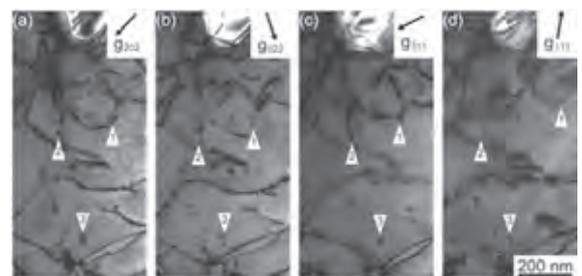


図 2 照射温度 1273 K で照射量 1.2×10^{19} ions/m² まで照射した CeO₂ に形成された欠陥集合体のコントラスト実験。同一の欠陥集合体を番号で識別している。電子線入射方向は、写真(a),(b)では $B=[\bar{1}11]$ 、 $B=[\bar{1}\bar{1}2]$ である。

赤外自由電子レーザを用いた光触媒物質成膜および 生物 CO₂ 固定の研究

早川恭史¹, 中尾圭佐¹, 鈴木 薫², 胡桃 聡², 寒河江登志朗³, 桑田隆生³,

大垣英明⁴, 紀井俊輝⁴, 全 炳俊⁴

¹ 日本大学量子科学研究所

² 日本大学理工学部電気工学科

³ 日本大学松戸歯学部

⁴ 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究の背景

パルス型電子線形加速器を用いる自由電子レーザ (FEL: free electron laser) は、連続波長可変に加えて短パルスでピークパワーが高いという特徴を持つ。日本大学電子線利用研究施設 (LEBRA: Laboratory for Electron Beam Research and Application) では基本波の波長が 1.5~6 μm の近赤外自由電子レーザを学内共同利用施設として運用しており、生体組織や生物由来の試料に対する非熱的レーザアブレーションがこれまでの主な応用となっている。近年の非線形光学素子の性能向上の恩恵もあって、短波長領域については 400nm まで高調波でカバーすることが可能となっている。しかしながら、下方変換で近赤外から中赤外に変換するのは効率が悪く、中赤外の FEL を積極的に利用する方が合理的である。KU-FEL の波長領域 (5~15 μm) は LEBRA-FEL の波長域とまさに相補的であり、両者の協同により非常に広い波長範囲で波長選択性が必要な実験が可能となる。

2. 研究の目的

LEBRA-FEL の応用研究として実績のある、パルスレーザ堆積法による薄膜生成、および生体硬組織と光の相互作用についての最適波長探索を KU-FEL の波長領域で行う。

薄膜生成については CO₂ の排出抑制という観点で水分解光触媒材料である酸化チタンベースの材料 La₂Ti₂O₇ の無機機能性材料や、キトサン・ポリ乳酸といった環境への影響が低い生物由来のバイオマテリアルについて、LIFT 法 (Laser Induced Forward Transfer) によって異種基板へ転写や描写を行う。

生体硬組織と光の相互作用に行うには、最終的には生物の炭酸塩殻形成作用による CO₂ 固定を光で促進するのに最適な条件の探索を目指す。まずは各種生体鉱物自体と中赤外光との相互作用の波長依存性を調べる。

3. LIFT 法によるキトサン転写実験

バイオマテリアルの一種であるキトサンのガラス及びスライスした真珠への転写成膜を LIFT 法で行った。ベースプレートの ZnSe へ蛍光剤ローダミン 6G を添加したキトサンをコーティングし、レシーバー基板 (ガラスまたは真珠) に対面させた状態で、FEL (波長: 8, 10 μm , パルスエネルギー: 4 mJ) をベースプレートの背面から集光・照射し、コーティングされたキトサンをレシーバー基板へ付着堆積させた。評価は LIFT 前後の結晶性について、顕微ラマン分光測定で評価した (図 1)。ベースプレート上に成膜したキトサンは 1500 cm^{-1} にピークを持

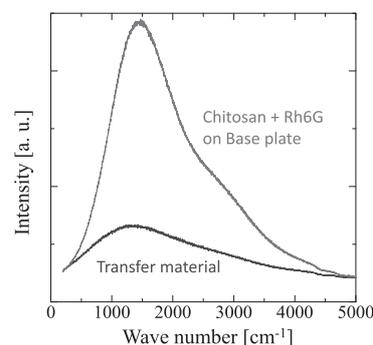


図 1 顕微ラマン分光測定結果

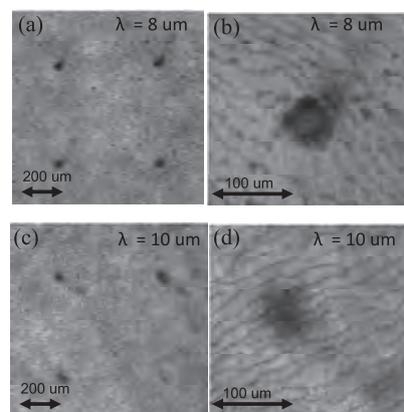


図 2 真珠基板に転写されたキトサンの光学写真

つブロードなラマン散乱光が確認できる。 レシーバー基板（ガラス基板）上の物質では、発光強度は減少するがベースプレートと同様に 500 から 4000 cm^{-1} にかけてブロードなピークが得られた。波長 10 μm の FEL で転写に成功したと考えられる。

FEL 照射痕や基板に転写されたキトサンの光学顕微鏡による観測も行った。図 2 は波長 8, 10 μm でスライスされた真珠へキトサンを転写した試料の光学写真である。8 μm , 10 μm 共に転写物質（図 2 (a), (c)）が確認されたが、波長 8 μm では真珠層に黒色化した損傷が若干確認できる（図 2(b)）。それに対し図 2(d)では真珠層が明確である。波長 10 μm では真珠に損傷を与えずに転写できるという結果が得られた。

4. 生体硬組織と中赤外 FEL の相互作用

生体硬組織の材料として、リン酸カルシウムを主成分とするヒトの歯の薄片と、炭酸カルシウムを主成分とする二枚貝（アサリ、ハマグリ、ホタテガイ）の殻を使用した。KU-FEL 照射実験は波長 9.6 μm および 11 μm （パルスエネルギー：8~10mJ）で行った。ヒトの歯については LEBRA-FEL 照射実験では、従来型レーザーで臨床応用されている 3 μm を至適波長とする結果が出ていた。今回 KU-FEL の照射に用いた波長域では歯の硬組織へのレーザーによるピット形成は困難と考えられていたが、波長 11 μm では 3 μm のときと同様に明瞭な深いピットが形成された。このことは、歯のピット形成が主に水分の水蒸気爆発によるとする従来説を修正する必要があることを示唆する。それに加え、波長 9.6 μm では他の波長と異なり、形成されるピットが浅く表面が焦げたようになるという明確な波長依存性が認められた（図 3）。アブレーションの際に白色のプラズマ発光が観測されたが、象牙質とエナメル質で発光の仕方に違いがあった。



図3 歯の断面への KU-FEL 照射結果

一方、貝殻の場合は歯のような明確な波長依存性は見られなかった。形成されるピットも顕微鏡的な微小なものであったが、アブレーションにおけるプラズマ発光は紫色であった。生体硬組織はリン酸カルシウムや炭酸カルシウムといった無機物の他にコラーゲンなどの有機質で構成されていることから、歯の硬組織と貝殻の硬組織の振舞いの違いは、おそらく有機質成分の違いを反映しているものと思われる。さらに詳細に検討を進める予定である。

5. 本年度 発表リスト

[口頭発表リスト]

1. 齋藤正旭, 胡桃 聡, 鈴木 薫, “LIFT 法を用いたアモルファスガラスとポリエチレンフィルムへの光触媒 (TiO_2) の転写成膜”, レーザ学会学術講演会第 33 回年次大会, 2013 年 1 月 28 日(月)~30 日(水), 姫路商工会議所
2. Masateru Saito, Satoshi Kurumi and Kaoru Suzuki, “Deposition of La doped SrTiO_3 Films for Water Splitting Photocatalytic Reaction on Flexible Substrates by Laser Induced Forward Transfer”, 8th International Conference on Photo-Excited Processes and Applications, August 12–17, 2012, Rochester, NY, USA (ポスター)
3. Kurumi S, Suzuki K, Taima T, Hayakawa K, Hayakawa Y, Tanaka T, Shishikura F, “Bioluminescence and its Dynamics in *Enchytraeus Japonensis* by Irradiation of Free Electron Laser”, FEL2012, August 26–31, 2012, Nara, Japan (ポスター)
4. Sakae T, Kuwada T, Kii T, Ohgaki H, Zen H, Hayakawa Y, Inagaki M, Nakao K, Nogami K, Sato I, Tanaka T, Hayakawa K, “Pit Formation on dental Hard Tissues Using Two Different Free Electron Laser Sources, LEBRA-FEL and KU-FEL”, FEL2012, August 26–31, 2012, Nara, Japan (ポスター)
5. Sakae T, Kuwada T, “Study of Free Electron Laser-Dental Hard Tissues Interaction”, Japanese Association for Dental Research, 2012 年 12 月 14 日, 新潟 (ポスター)

超短レーザーパルスを用いた高効率分子イオン測定法の開発

新倉弘倫¹, 宮崎健創²

¹早稲田大学先進理工学部

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. イントロダクション

大気汚染・環境汚染に係わる気体分子の高感度・高精度分析法として、原理的に単一分子の検出が期待できるレーザーイオン質量分析法が用いられている。この方法では、レーザーを気相分子に照射し、脱離または生成したイオンの質量を飛行時間型 (TOF) 質量分析装置などで測定する。極微量の分子を高効率・高感度に測定するためには大きなレーザー電場を用いる必要があるが、この場合、分子の多電子イオン化過程に伴い分子解離 (クーロン爆発等) が生じることが多い。この分子イオンの解離によって親分子の同定が困難になることがあり、分子を構成する原子数が多くなると共に、レーザーイオン化質量分析法における原理的な感度制限が問題になる。

本研究では、分子振動周期よりもパルス幅の短い、数回しか電場が振動しない超短レーザーパルス (数サイクルパルス) をイオン化光源として用いる。水素分子等の簡単な分子では、レーザーパルス幅が短くなると優先的に親イオンが生成できることが見いだされているが、ここでは、多原子の有機分子について数サイクルレーザーパルスを用いてイオン化と解離過程の効率を測定し、そのイオン化および解離過程を測定する。これらにより、微量分析が可能な新たな高感度イオン分析法の確立をめざす。

2. 実験装置

マルチパスチタンサファイアレーザーシステムから発生したパルス幅 35 フェムト秒 (fs)、中心波長 800nm のレーザーパルスを励起光源として使用した。また、35fs のパルスをアルゴンガスを封入した長さ 1m の中空ファイバーに集光し、自己位相変調によりパルスの帯域幅を 700nm~900nm 程度に広げ、チャープミラーや熔融石英板により分散を制御することにより、約 7fs のパルス (数サイクルパルス) を得た。これらのパルスを、新たに作製した飛行時間差型質量分析器に導入し、焦点距離 50mm のフォーカスミラーにより試料ガスに集光しイオン化した。発生したイオンは、二枚の電極によりマイクロチャンネルプレート (MCP) の方向に加速し、MCP により電気信号として検出した。レーザーパルスが照射されてから MCP に到達するまでの時間 (飛行時間、TOF) は、イオンの質量電荷比 (m/z) に依存する。その飛行時間を時間デジタル変換器 (Time to digital converter) によって測定した。試料として気化した $C_5H_{10}O$ および C_6H_{10} を用いた。

3. 実験結果

図 1 に、気相の $C_5H_{10}O$ に $1.5 \times 10^{14} \text{W/cm}^2$ の強度のレーザーパルスを集光したときの質量スペクトルを示す。それぞれ (a) はパルス幅が 35fs、(b) では 7fs である。質量電荷比が約 80 のあたりのピークは、親イオン $C_5H_{10}O^+$ から H がいくつか解離した $C_5H_nO^+$ (n は整数) と同定される。同様に、代表的なピークがどのようなイオンに由来するものであるかを図中に同定した。

図が示すように、親イオン以外にも複数の解離イオンが測定される。最も左側のピークは H^+ であり、その右側のシャープなピークは H_2^+ である。レーザー電場の強度を低下させると、(a), (b) ともに低い質量電荷比のピークの量は減少することが測定された。

パルス幅が 7fs のときと 35fs のときを比較すると、7fs のときでは H_2^+ および H^+ のピーク強度が、親イオンやその他の解離イオンのピーク強度よりも相対的に大きくなっている。この傾向は $C_5H_{10}O$ だけでなく、 C_6H_{10} でも観測された。それぞれの分子ともに、中性の定常状態では H は C に結合しており、 H_2 という成分を直接、分子内には含まない。したがって H_2^+ が測定されるということは、高強度パルスによるイオン化および解離過程に際して、C-H 結合などを形成する電子が、H-H 結合の形成の

ために移動したと考えられる。7fs で励起した場合、その過程が他の解離過程に比べて、優先的に起こることが確かめられた。

数サイクルパルスを用いた場合、水素分子のイオン化および解離に際して、 H_2^+ にイオン化した後、そのレーザー半周期後(約 1.33fs 後)には次の電場強度のピークにより、 H_2^{2+} にイオン化することが測定されている [Phys.Rev.Lett. 91, 093002 (2003)]。すなわち長いパルス幅 (35fs) を用いた場合には、 H_2^{2+} へのイオン化過程と H_2^+ の解離過程とが競合するが、数サイクルパルスの場合には解離する前に H_2^{2+} にイオン化する過程が増大する。同様に、本研究で用いた多原子分子の場合においても、数サイクルパルスの場合には分子の解離前に多価イオンの生成が優先すると考えられるが、そのときに同時に放出される電子の量が増えるので、それらの電子が H_2^+ の結合に使用されると想定される。感度の良い質量分析のためには、解離過程とともに、結合生成の過程を抑制する必要があると考えられる。

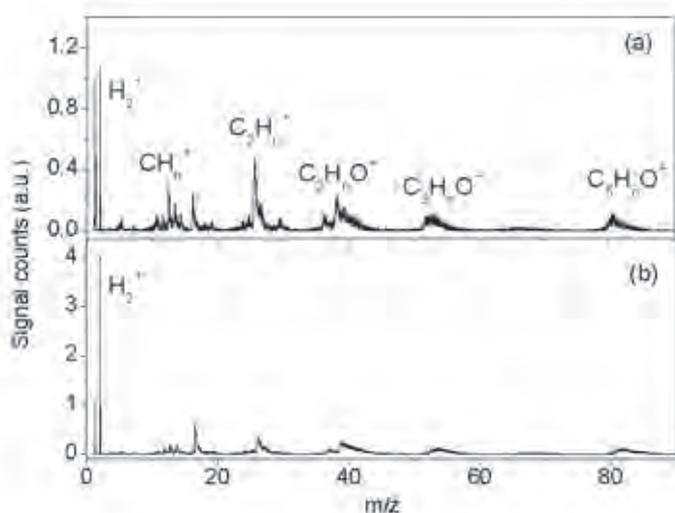


図1 $C_5H_{10}O$ にパルス幅(a)35fs および(b)7fs を照射したときに得られた質量スペクトル。

先進タングステン合金の耐照射性機構解明に関する研究

長谷川晃¹, 藪内聖皓¹, 福田 誠¹, 佐々木健太¹, 野上修平¹, 近藤創介², 笠田竜太², 木村晃彦²

¹東北大学工学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景・目的

核融合炉プラズマ対向材料であるタングステンは、高温下での中性子照射による欠陥の蓄積や核変換によりボイドや照射誘起析出の形成によるボイドスウェリングや照射硬化などにより、粒内強度が粒界より大きくなることにより粒界割れの発生による粒界脆化が懸念されている。近年、加工と熱処理さらに合金添加などにより照射欠陥のシンクを導入することで照射欠陥集合体の形成を抑制できることが明らかになってきた。さらに微細な結晶粒配位により粒界の脆化を抑制出来る可能性も示唆されている。本研究では、タングステンの照射硬化挙動及び微細組織発達に及ぼす、添加元素、熱処理、初期組織等の影響を明らかにすることで、耐照射性機構の解明とその有効範囲を明らかにすること目的とする。

2. 実験方法

供試材には、再結晶させたタングステン(以下、再結晶 W)およびアーク溶解にて溶解させたタングステン(以下、アーク溶解 W)の2種類を使用した。原材料は、Plansee 社製の純 W (99.96%)を用いた。再結晶 W は、再結晶化処理として 1600 °C で 1 時間の等温保持後、応力除去処理として 1400 °C で 1 時間の熱処理を施した。アーク溶解材は、アーク溶解後、熱歪除去のために 1400 °C で 1 時間の熱処理を施した。熱処理後の平均結晶粒径は、再結晶材 13.5 μm、アーク溶解材 100 μm 以上であった。熱処理後の試料は、直径 3 mm の試験片に切り出して実験に用いた。

イオン照射は、京都大学エネルギー理工学研究所の有する DuET を用いて実施した。5.1 MeV の Si²⁺ イオンを用い、照射温度 750 °C にて、損傷量 1.3 dpa まで損傷速度 1.8 × 10⁻⁴ dpa/s で照射を行った。損傷量の計算は SRIM2008 を用いた。損傷量計算の結果を図 1 に示す。本研究において損傷量は、照射深さ 0.5 μm における損傷量と定義している。

照射後試験片は、Agilent 社製 Nanoindenter G200 を用い、CSM 法にて硬さを測定した。硬さは、各試験片について照射前後において 36 点ずつ測定した。

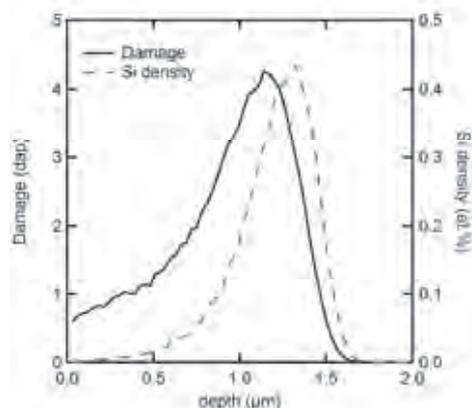


図 1. 損傷量及び Si 濃度分布

3. 結果・考察

照射後にナノインデーターにて硬さ試験を行った結果を図 2 に示す。すべての材料に対して、押し込み深さが減少するにしたがって、硬さが硬く測定されるという Indentation Size Effect (ISE) が観察された。ISE は、圧子自身が押し込まれること材料中に導入される Geometrically Necessary Dislocation (GND) による加工硬化によって説明できるというモデルが Nix, Gao らによって提案されている (以下、Nix-Gao モデル)。Kasada らは、イオン照射材に対して Nix-Gao モデルを適用することで、ISE の影響を除いたバルク相当硬さを導出する試みを進めている。本研究でも、Nix-Gao モデルを適用することにより、バルク相当硬さを導出することとした。図 3 にナノインデーションで得られた結果の Nix-Gao モデルによって整理した結果を示す。横軸は押し込み深さの逆数 (1/h)、縦軸は硬さの 2 乗 (H²) である。Nix-Gao モデルは、 $H^2 = H_0^2 + A(1/h)$ で表され、切片の値 H₀ がバルク相当硬さに対応する。本結果から求められたバルク相当硬さおよび、照射硬化を表 1 にまとめる。また、ナノインデーター

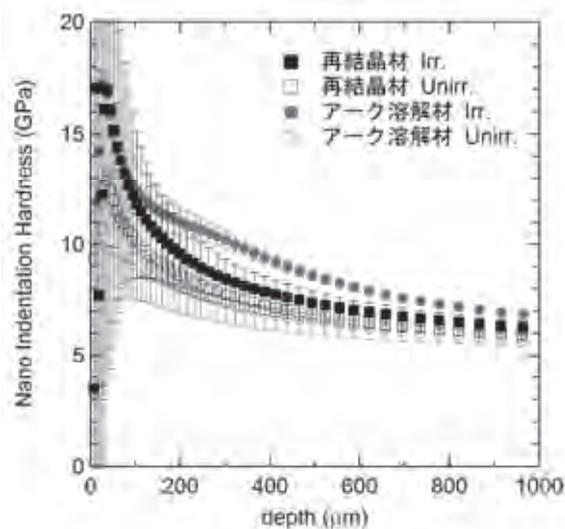


図2 ナノインデンテーション硬さ

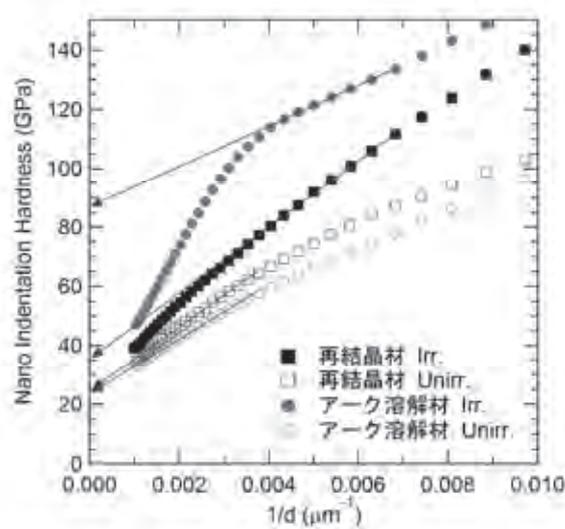


図3 Nix-Gao モデル

表1 バルク相当硬さおよび照射硬化量

DuET 照射材	$H_{0, \text{Unirr.}}$ (GPa)	$H_{0, \text{Irr.}}$ (GPa)	$\Delta H (H_{0, \text{Irr.}} - H_{0, \text{Unirr.}})$ (GPa)	$HV_{\text{conv, Unirr.}}$	$HV_{\text{conv, Irr.}}$	$\Delta HV_{\text{conv.}}$
再結晶材	5.0	6.0	1.0	400	480	80
アーク溶解材	4.9	9.3	4.4	390	740	350
JOYO 照射材				$HV_{\text{Unirr.}}$	$HV_{\text{Irr.}}$	ΔHV
アーク溶解材	-	-	-	392	733	341

シオン硬さ (H_{NI}) とビッカース硬さ (HV) の相関は、 $HV = 0.8 \times H_{\text{NI}}$ の相関があることが報告されており、本結果に対して上式を用いてビッカース硬さを導出した値 ($HV_{\text{conv.}}$) を表 1 に示す。

アーク溶解材の方が再結晶材に比べて照射硬化量が大きいという結果が得られた。これは、結晶粒径の大きさに影響されていると考えられる。すなわち、結晶粒が小さいほど粒界シンの濃度が増え、粒界シンに流れる格子欠陥が増加し、その結果、照射欠陥形成に寄与する格子欠陥が少なくなるためである。中性子照射材でも同様の傾向が得られている。

Tanno らが、JOYO を用いて 750 °C で 1.54 dpa まで中性子照射した同じ材料のビッカース硬さおよび照射硬化量を表 1 に合わせて示す。今回ナノインデンテーション試験から得られた硬さと JOYO にて照射した試験片の硬さは非常に良い一致を示している。図 1 に示すようにイオン照射材の損傷量には深さ方向に勾配があり、損傷量も 0.8 - 4 dpa までと幅広いため、本研究で得られた硬さを中性子照射材と直接比較することは難しい。今後、微細組織観察を通して、硬さと組織の相関を明らかにすることが必要である。しかしながら、今回 DuET を用いてイオン加速器実験を行った結果は、中性子照射材と類似する傾向を示しており、イオン加速器実験は、タングステンの耐照射性機構の解明とその有効範囲を明らかにするに極めて有効な手法であると考えられる。

4. 本年度 発表リストについて

なし

繰り返し高熱負荷環境およびパルス高熱負荷環境下における タングステンの損傷形成機構に関する研究

江里幸一郎¹，鈴木哲¹，関洋二¹，木村晃彦²

¹ (独) 日本原子力研究開発機構 核融合研究開発部門

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

核融合システムは二酸化炭素を排出しない（ゼロエミッション）エネルギーシステムである。核融合システムにおける重要な材料科学的課題の一つに、ダイバータシステム材料の開発があげられる。タングステンは他材料と比較して損耗が少なく高温特性に優れていることから、核融合炉内ダイバータといったプラズマ対向機器の表面保護材（アーマ材）として有望な候補材料である。アーマ材表面は10MW/m²程度の繰り返し定常高熱負荷に加え、ディスラプションやELM時等にはパルス高熱負荷を受け、これによる材料表面の材料の劣化・損傷は機器の寿命やプラズマ放電に大きな影響を与えることが予想されている。本研究では、原子力機構で実施した高熱負荷試験（繰り返し加熱およびパルス）後のタングステン表面の破壊挙動および強度特性を明らかにし、材料開発ならびにタングステンをを用いたダイバータの設計指針を得ることを目的とする。初年度である今年度は原子力機構において実施したWダイバータ試験体の繰り返し高熱負荷試験の結果、および断面観察結果を報告する。

2. タングステン・ダイバータ試験体への繰り返し高熱負荷試験

図1にタングステン(W)ダイバータ試験体の概要を示す。試験体にはアライドマテリアル製純Wモノブロック（圧延材、27.8mm幅、28mm高、12mm奥行）5枚が銅合金CuCrZr冷却管に冶金接合されているものである。WモノブロックとCuCrZr冷却管の間には、無酸素銅の緩衝層が挿入されている。Wと無酸素銅は日本タングステンによるNDB法により接合されている。無酸素銅とCuCrZr冷却管は中性子により蒸気圧の高い元素に核変換される金・銀などを含まない、Cu-Mn-Ni合金によるロウ付けにより、Wタイトルの圧延方向を加熱面（プラズマ対向面）と垂直になるよう冶金的に接合している。冷却管には無酸素銅製のねじりテープを挿入し、熱伝達（除熱）性能を高めている。

本試験体の繰り返し高熱負荷試験は原子力機構の電子ビーム照射試験装置JEBISを使用し、冷却管に純水（流動条件：室温、2MPa、10m/s）を供給し、強制冷却を行う。熱負荷条件は20MW/m²以上の熱流束で10秒加熱、10秒冷却の繰り返しを1000サイクル実施した。試験体への熱流束測定は純W製チップの断熱条件での温度上昇および冷却水温度上昇から評価した。加熱は試験体5個ブロックのうち、3タイトルに実施した。試験時、Wモノブロックの表面温度は赤外(IR)カメラを用いて測定し、試験後、表面観察および断面観察を行った。

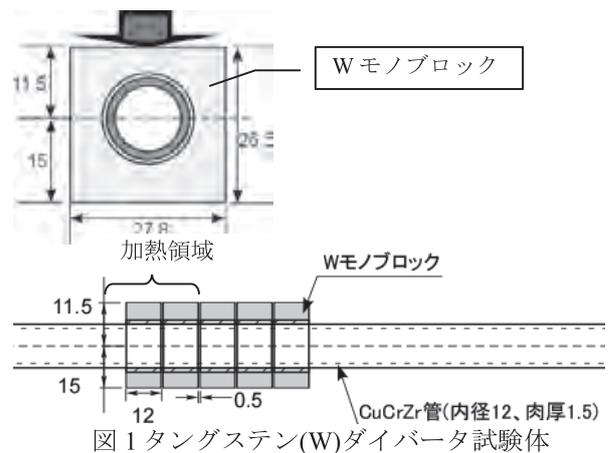


図1 タングステン(W)ダイバータ試験体

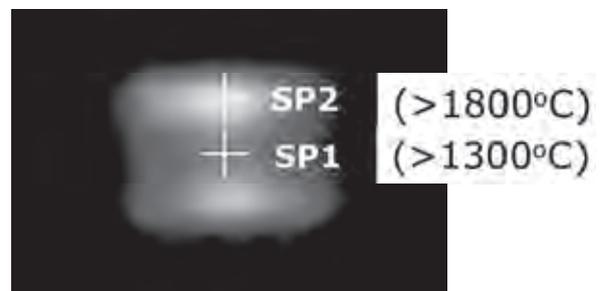


図2 20MW/m² · 1000 サイクル時のW表面温度

図 2 に 1000 サイクル時の試験体表面を示す。表面温度は電子ビームによる熱流束分布があるため、不均一な温度分布をしているものの、タイル中心(SP1)で 1300°C、タイル端部(SP2)で 1500°C を示し、20MW/m² 加熱を仮定した解析による予測値 1050°C、1550°C をそれぞれ 250°C 程度上回り、W タイル全域で W の再結晶温度を超えている。図 3 に 1, 400, 1000 サイクル目における加熱終了からの冷却状況を示す。表面温度は照射終了前 1s の平均温度および加熱開始前温度で無次元化した値をプロットした。SP1 および SP2 のいずれにおいても、冷却速度はそれぞれのサイクルでほぼ一致しており、冷却速度の低下、すなわち W タイルの除熱性能の劣化は観察されなかった。

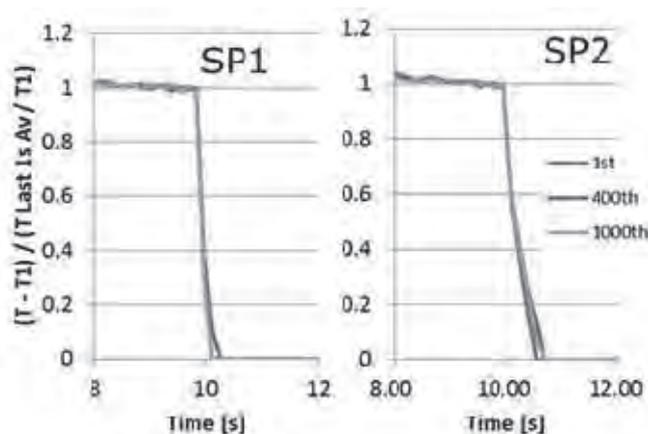


図 3： W タイル中心(SP1)および W タイル端部(SP2)における冷却過程の比較

3. 20MW/m²・1000 サイクルの試験体観察

図 4 に上記繰り返し加熱試験終了後の試験体表面写真を示す。加熱した 3 枚の W タイル表面は再結晶を起こし、未照射タイルと比較して、白色に変化しているものの、目視できるほどの結晶成長は観察されなかった。最も高い熱負荷を受けた中心のタイルでは、熱負荷端部領域で表面変質（粗面化）していると同時に、中心に近い領域で管軸方向とほぼ平行に亀裂が発生した。図 5 に冷却管軸方向に試験体を切断した W/無酸素銅/CuCrZr 冷却管接合部の断面写真を示す。各接合部において損傷・欠陥は観察されず、20MW/m²・1000 サイクルの高熱負荷繰り返し試験による接合部の劣化は生じていないことから、図 2 で示した結果を裏付ける結果である。

4. 結言

W ダイバータ試験体にたして、高熱負荷繰り返し加熱試験を実施し、20MW/m²・1000 サイクルに対する W タイルおよび接合部の耐久性のデータを取得した。高熱負荷繰り返し加熱試験後の W 表面には再結晶化もしくは表面粗大化、亀裂発生が観察された。今後、材料開発ならびに W を用いたダイバータの設計指針を得るため、熱応力解析を進めるとともに、繰り返し加熱試験により再結晶化もしくは表面粗大化、亀裂発生した W の熱機械特性および強度特性の評価を進める。

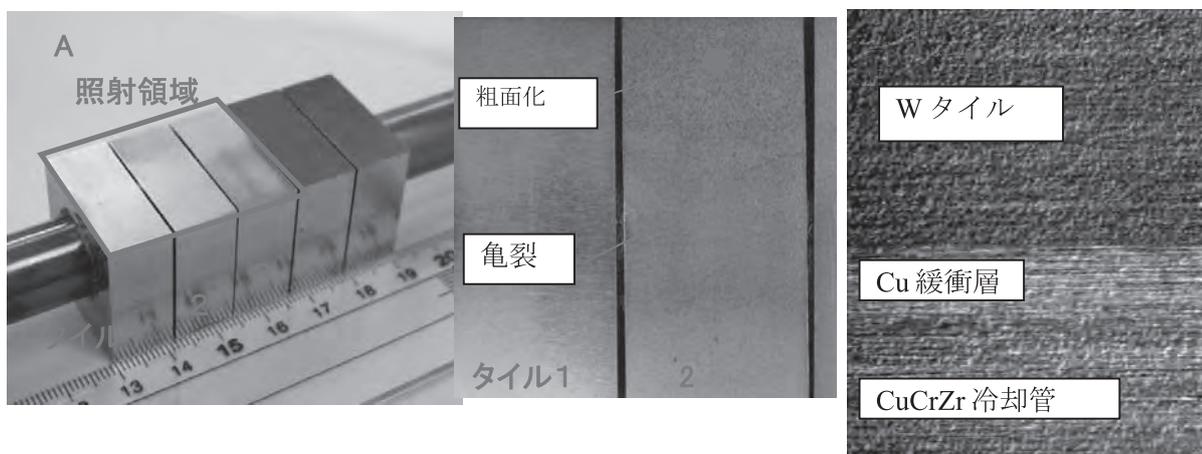


図 1：加熱試験（20Mw/m²・1000 サイクル）後のタングステンアーマ試験体
(A：試験体全景、B：W タイル表面照射領域、C:接合部)

イオン照射による圧力容器鋼の照射脆化

荒瀬史朗¹, 渡辺英雄¹, 木村晃彦², 笠田竜太²

¹九州大学応用力学研究所

²京都大学エネルギー理工学研究所

研究目的

原子炉構造材である圧力容器鋼は、原子炉の高経年化に伴い、中性子照射による照射脆化が懸念されている。圧力容器鋼の照射硬化型脆化メカニズムとしては、1) Cu析出物が原因によるもの。2) マトリクス欠陥によるもの。この2つの脆化メカニズムが提案されている。特にマトリクス欠陥の形成に伴う照射脆化のメカニズムを解明するためには、照射欠陥集合体（格子間原子型 (I)、空孔型 (V) 転位ループ）の形成挙動を明らかにすることが必要である。照射欠陥の形成には、添加されている様々な溶質原子が大きく関与していると考えられており、特にCuは重要な元素である。そこで、本研究では、IVARプログラム^{*}で使用されたCu含有量の異なる3種類の圧力容器鋼に鉄イオン照射を行い、それらの硬度変化からマトリクス欠陥の形成メカニズムを検討する。

^{*}Irradiation Variable (IVAR) program、UCSB（米国カリフォルニア大学サンタバーバラ校）が実施したプログラム。種々の化学組成の鋼材を種々の条件で中性子照射し、照射脆化への材料因子及び環境因子の影響を検討。

研究方法

表1に実験に用いた試料の化学組成を示す。Cuの含有量が異なるA533B (LG材、LH材、LI材)を用いて実験した。重イオン照射実験（照射量依存性、温度依存性）には九州大学応用力学研究所設置のHVEE社製タンデム型加速器を使用し、2.4MeVのFe²⁺イオンを用いた。照射温度は室温・290℃・320℃・350℃、照射量は0.01、0.1、0.3、0.5、1.0dpaとした。重イオン照射実験（フラックス依存性）には京都大学エネルギー理工学研究所の照射施設DuETを使用し、6.8MeVのFe³⁺イオンを用いた。照射温度は290℃、照射強度は 8.6×10^{10} ions/cm²s、 2.56×10^{11} ions/cm²s、 2.48×10^{12} ions/cm²s、照射量は1.0dpaとした。硬度測定にはエリオニクス社製超微小押し込み硬さ試験機を用いた。硬度の変換には稲村の式を用いてVickers硬度を算出した。また、本研究では稲村の式を用いてVickers硬度(Hv)に変換し硬度評価をしているが、超微小押し込み硬さ試験機を使用して硬度評価を行う際に、超微小押し込み硬さ試験で得られる接触投影面積A_p(h_c)を用いて算出できる、ナノインデンテーション硬さH_{IT}を用いることもできる。そこで、九州大学応用力学研究所設置の超押し込み硬さ試験機(株)ELIONIX社製ENT-1100を用いて算出したナノインデンテーション硬さH_{IT}が硬度評価を行う際に妥当であるか確かめた。実験では九州大学応用力学研究所設置の超押し込み硬さ試験機(株)ELIONIX社製ENT-1100と京都大学エネルギー理工学研究所設置のNanoIndenter G200 (Agilent Technologies)を用いて、照射済みの同一試料A533B (LG材)でのナノインデンテーション硬さH_{IT}を算出し比較を行った。

表1 試料の化学組成 (wt.%)

種類	ID	Cu	Ni	Mn	Mo	P	C	Si	S
A533B	LG	0	0.74	1.37	0.55	0.005	0.16	0.22	<0.015
	LH	0.11	0.74	1.39	0.55	0.005	0.16	0.24	<0.015
	LI	0.2	0.74	1.37	0.55	0.005	0.16	0.24	<0.015

実験結果及び考察

図1、2に290°C、350°Cでの照射後のビッカース硬度の変化を示す。照射初期(0.1dpa以下)に大きく硬度が上昇し、その後はあまり硬度が上昇しなかった。350°CではCu含有量の違いによる硬度上昇の差があまりみられなかった。290°Cと比べ350°Cでは硬度上昇が抑制された。これらの結果から、以下のことが考察される。照射による硬度の上昇の原因は、銅を主体とする溶質原子クラスター並びに格子間原子型の転位ループであるが、350°C付近で銅濃度依存性が顕著でないことから、これらの効果による硬度上昇が抑制されている。図3に硬度の照射強度依存性を示す。照射強度 $2.56 \times 10^{11} \text{ ions/cm}^2 \text{ s}$ 、 $2.48 \times 10^{12} \text{ ions/cm}^2 \text{ s}$ では硬度にあまり変化が見られなかった。一方で $8.6 \times 10^{10} \text{ ions/cm}^2 \text{ s}$ の低い照射強度では硬度が下がる結果となった。図4に照射温度320°C、で1dpa重イオン照射した試料でのナノインデンテーション硬さの深さ依存性を示す。比較すると九州大学設置の装置と京都大学設置の装置とでほぼ同じ値を示していることから、九州大学応用力学研究所設置の超押し込み硬さ試験機(株)ELIONIX社製 ENT-1100でのナノインデンテーション硬さ H_T を用いての硬度評価も可能であることがわかった。照射強度並びに照射温度の影響について、電子顕微鏡による内部組織の観察が不可欠であり、詳細な検討を平成25年度に実施予定である。

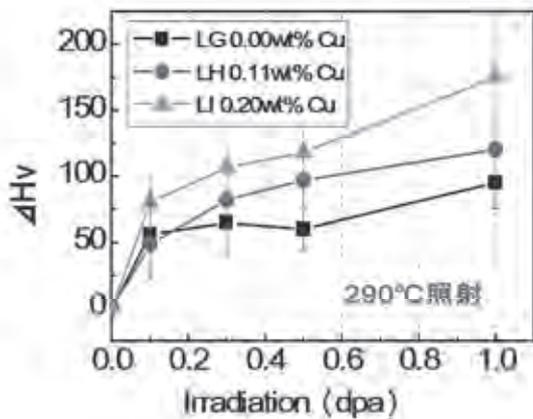


図1 硬度変化の照射量依存性(290°C)

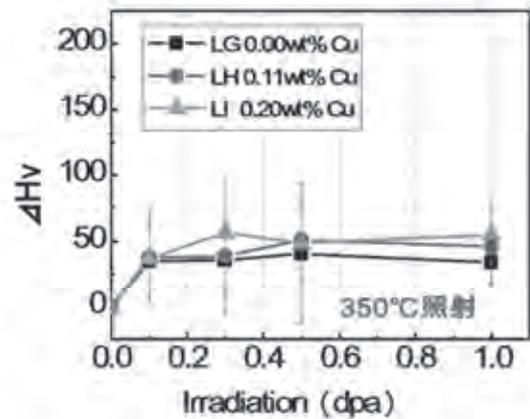


図2 硬度変化の照射量依存性(350°C)

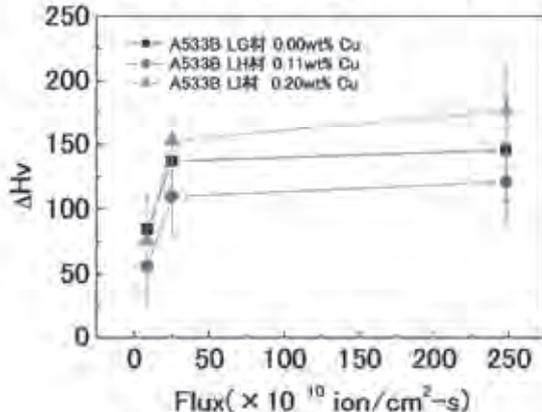


図3 1dpa照射時のΔHVの照射強度依存性

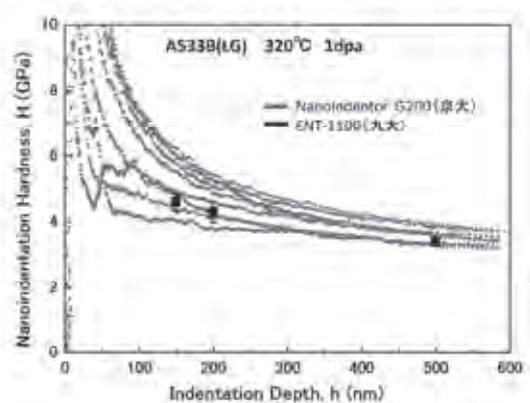


図4 ナノインデンテーション硬さの深さ依存性

成果発表

- 1) 日本金属学会, 2012年秋季(第151回)大会, 愛媛大学, 平成24年9月19日, 「压力容器鋼における照射欠陥挙動のCu濃度依存性(2)」荒瀬史朗他
- 2) 日本原子力学会九州支部第31回研究発表講演会, 九州大学伊都キャンパス, 平成24年12月1日, 「压力容器鋼における照射欠陥挙動のCu濃度依存性」荒瀬史朗他

DuET によるグリーンケミストリー半導体 水分解可視光触媒等の効率改善

鈴木 薫¹, 胡桃 聡¹, 木村 晃彦², 紀井 俊輝², 近藤 創介², 橋富 興宣²

¹ 日本大学理工学部電気工学科

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究の背景

我々は水分解光触媒や太陽電池など地球環境保護を目的としたグリーンケミストリー半導体材料の研究している。現段階では各半導体材料の機能性向上のため、集束イオンビームによるキャリア注入、プラズマ照射、熱拡散によるドーピングなど一般的な方法でドーピングを試みている。グリーンケミストリー半導体材料の機能レベル向上させるためには、MeV 級でありながら複合的にイオンビームをサンプルに注入できる DuET (Dual-Beam Facility for Energy Science and Technology) の利用が、水分解効率及び発電効率の向上や新奇性発見に期待できる。研究の具体的な内容は下記 2 点の通りである。

(1) TiO₂ や ZnO ベース材料は光触媒材料で、その中には紫外光を照射すると水を水素と酸素に分離する能力を持つ材料が存在する。水素発生効率向上のためにキャリア注入が効力をもつため、DuET でキャリア注入し、Fe イオンが及ぼすサンプルの光学的特性を調査する。

(2) DLC (Diamond Like Carbon) は集束イオンビームによりナノスケールのエリアに Ga イオンの注入し半導体的振舞いを示し同時に太陽電池の特性を得ているが発電効率が少ない。DLC 太陽電池の効率向上に向け DuET でキャリア注入が及ぼす DLC 薄膜の結晶性について検証する。

2. Fe イオン注入された ZnO 薄膜の光学特性

Fe イオン注入用の ZnO 薄膜サンプルは日本大学にて複合型のパルスレーザー堆積法により製作した。この手法は ZnO へアクセプタとして窒素 N を混入するために、通常のパルスレーザー堆積法に対して赤外光や誘導結合プラズマをレーザーアブレーションにアシストする複合型成膜プロセスを用いている。基板はサファイアの 0001 面 10 mm × 10 mm を使用した。成膜した ZnO 薄膜は京都大学の DuET にて Fe²⁺: 10¹³, 10¹⁴, Fe³⁺: 10¹³, 10¹⁴ ion/cm² のドーズ量の注入を行った。ZnO 薄膜の評価方法は分光高度計 (StellarNet: EPP2000) による紫外から可視光の波長領域 (300 nm ~ 800 nm) における透過率測定について、Fe イオン注入前後について比較検討した。

図 1 に ZnO 薄膜の透過率測定結果を示す。各グラフには 2 つの特性があるが、黒線の特性が Fe イオン注入されていない領域の特性で、もう一方は Fe イオンが注入された領域の特性である。可視光領域の透過率はすべてのサンプルに対して約 90 % の透明性を有している。紫外光から 500 nm 付近の波長領域では透過率が減少している。これは ZnO のエネルギーバン

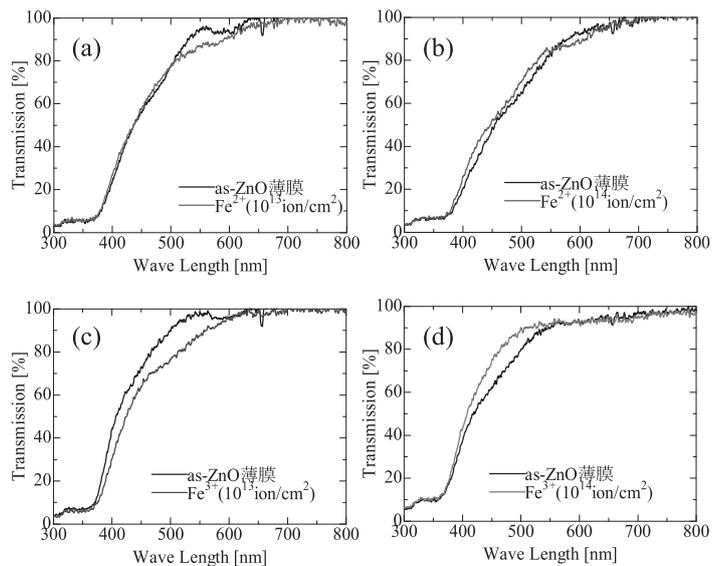


図 1 Fe イオン注入された ZnO 薄膜の透過率

ドギャップ 3.37 eV に起因する光の吸収である。Fe イオン注入によって欠陥準位が形成し可視光領域の吸収が顕著になることを期待していたが、イオン注入前後を比較すると(c), (d) について 400 nm から 500 nm にかけて吸収の仕方に値に若干の違いはあるものの、(a), (b) において明確な差異を得られなかった。今後は ZnO の発光特性や光触媒反応の効率について詳細な検討を進めていく予定である。

3. DLC 薄膜への Fe イオン注入と結晶性

DLC は日本大学のイオン化蒸着装置によって石英基板 (10 mm× 10 mm) 成膜し、京都大学の DuET にて Fe^{2+} : 10^{12} , 10^{13} , 10^{14} , Fe^{3+} : 10^{13} , 10^{14} ion/cm² のドーズ量の注入を行った。Fe イオン注入後の DLC サンプルは顕微ラマン分光装置(Renishaw System-1000)にて結晶性の評価を行った。

図 2 に DLC 薄膜の顕微ラマン分光測定結果を示す。青線の特徴がサンプルのラマン光のスペクトルで、 sp^3 混成軌道に起因する D-peak (1360 cm⁻¹, 緑線)と sp^2 混成軌道に起因する G-peak (1580 cm⁻¹, 赤線)にピーク分離した。すべてのサンプルに対して G-peak, D-peak が確認できた。また Fe イオンのドーズ量を増加に対して D-peak の割合が増加する傾向があることがわかる。図 3 は各サンプルの顕微ラマンスペクトルの G-peak と D-peak のピーク強度比を求めた結果である。この値が小さいほど sp^2 混成軌道が多くグラファイト寄りな DLC とされている。イオン注入前の Ref.サンプルは G/D 比は約 1.29 に対し、 Fe^{2+} のドーズ量を増加すると 10^{13} ion/cm² では 1.10、 10^{14} ion/cm² では 1.02 と減少傾向にあることから、Fe イオン注入によって DLC はグラファイト化していることが分かる。また、 Fe^{3+} のイオン注入も同様で G/D 比は 10^{12} ion/cm² では 1.13、 10^{13} ion/cm² では 1.09 と Ref.サンプルに対して減少した。これはサンプルに加速された Fe イオンの衝突やイオン注入サンプル表面で発生する熱により DLC の結合を切りグラファイト化が進行したと推察される。

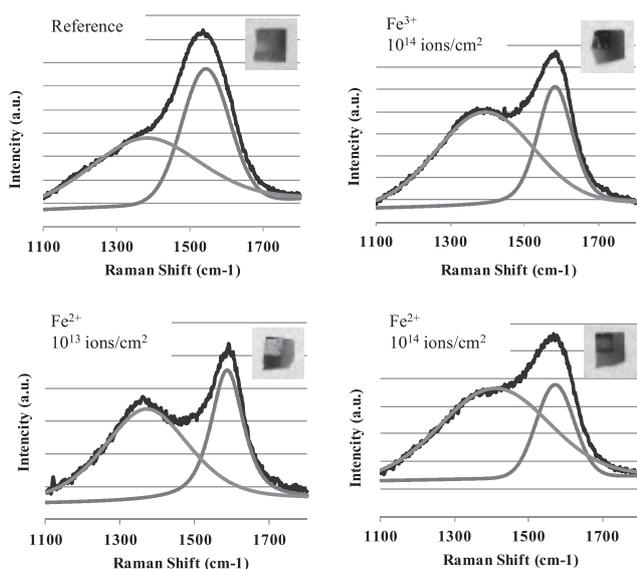


図2 Fe イオン注入された ZnO 薄膜の透過率

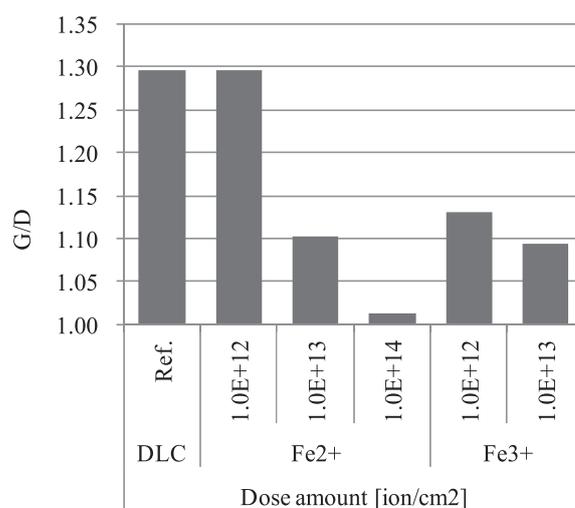


図3 Fe イオン注入された ZnO 薄膜の透過率

4. 本年度 発表リスト

[口頭発表リスト]

1. 平出利博, 胡桃 聡, 鈴木 薫, “赤外光支援 PLD 法による p 型酸化亜鉛の成膜”, 平成 24 年電気学会 基礎・材料・共通部門大会, 2012 年 9 月 20 日~21 日, 秋田大学
2. T. Tamura, S. Kurumi, K. Kaoru, “Fabrication of Diamond-Like Carbon and Carbon Nano Tube for Terahertz Wave Detecting Circuit by Focused Ion Beam Technique” International Conference on Diamond and Carbon Materials, September 3-6, 2012, Granada, Spain (ポスター)

核融合炉用低放射化バナジウム合金の高 Cr 化、 Y 添加による強度および照射特性の改善

長坂琢也¹，米谷信幸²，室賀健夫¹，宮澤 健³，木村晃彦⁴，近藤創介⁴，
岩田憲幸⁴，橋富興宣⁴，大村高正⁴

¹核融合科学研究所

²名古屋大学大学院工学研究科

³総合研究大学院大学

⁴京都大学エネルギー理工学研究所

1. 諸言

核融合発電は大規模かつ新規のゼロエミッションエネルギーとして期待できる。低放射化バナジウム合金 (V-4Cr-4Ti 合金) は、高温強度が高く中性子照射特性も良好なことから、核融合炉の先進構造材料として期待されている。バナジウム合金の高温強度をさらに改善する、あるいは耐食性を高めるためには Cr 量を増やすのが有効である。それにより、高熱効率でコンパクトな発電ブランケットが実現できるばかりでなく、もう一つのゼロエミッションエネルギーである原子炉への応用も拓けてくる。一方、高 Cr 化は照射前、照射後の低温延性を損なうことから、その添加量は 4 wt% 程度に抑えられてきた。しかし最近の研究では、不純物制御によってバナジウム合金の低温延性を改善できることが明らかとなり、高 Cr 化の見通しがでてきた。本研究では高 Cr バナジウム合金の強度と照射特性を総合的に評価し、構造材料としての摘要性を検討する。京都大学はこれまで高 Cr 分散強化鋼等先進材料の試作開発研究及び、それらの照射研究に大きな実績がある。DuET、MUSTER をはじめとした豊富な分析機器群・材料評価技術を利用することで、高 Cr バナジウム合金の総合評価と、それに基づいた材料開発指針が得られると期待される。今年度は高 Cr バナジウム合金の特性と比べるべき 4Cr バナジウム合金の非照射及び溶接材の機械特性を評価した。

2. 実験方法

表 1 に本研究で使用する合金の化学組成を示す。このうち、V-4Cr-4Ti-0.012O は大学共通試料 NIFS-HEAT2 (NH2) である。これらの試料を厚さ 4 mm または 0.25 mm まで冷間圧延し、950°C または 1000°C で 1~2 hr の熱処理を施した。熱処理後の試料及びその電子ビーム溶接材にて高温引張試験、衝撃試験、硬さ試験を既に実施または予定している。引張試験片のゲージサイズは 5×1.2×0.25 mm、引張試験の初期歪速度は 6.67×10^{-4} 1/s である。衝撃試験では 1.5 サイズ (1.5×1.5×20 mm) または 1/3 サイズ (3.3×3.3×25.4 mm) V ノッチシャルピー試験片を用いた。試験温度は液体窒素温度 (-196°C) から室温、クロスヘッドスピードは 5 m/s である。溶接材に 400~1000°C で真空熱処理を施した後、溶接部の硬さ試験を行った。

3. 結果と考察

溶接後熱処理後、照射前の溶接部における硬さ分布を図 1 に示す。溶接ままの溶接金属の硬さは母材よりも大きかった。溶接ままと 500°C 熱処理後の溶接金属の硬さは同程度だが、600°C 熱処理でさらに硬化した。700°C 以上の熱処理では軟化し、900°C 熱処理で母材と同程度の硬さとなった。TEM 観察の結果、溶接ままで母材と比べ溶接金属が硬い原因は、溶接前に存在した Ti-CON 析出物が分解固溶されることによる固溶硬化であることがわかった。一方、600°C 熱処理でのさらなる硬化の原因となり得るような Ti-CON の再析出等は観測されなかった。アーク溶接及びレーザー溶接の研究では、硬化の原因として微細高密度析出が確認されており、本研究でも観察できないサイズの析出物ができている可能性がある。600°C でさらに長時間熱処理を行い、析出の有無を確認している (この表現では確認中なのか、確認済みなのか曖昧) 調査中である。800°C、1000°C 熱処理では Ti-CON の再析出が観測され

た。その分布はアイランド状の不均一な集合であった。700℃以上での軟化はTi-CON再析出による固溶硬化の消失が主因と考えられる。25年度に溶接後熱処理材の衝撃特性を評価する。

表1 試作合金の化学組成 (wt%)

Code	Cr	Ti	Y	C	N	O
V-4Cr-4Ti-0.012O (NH2)	4.00	4.02	< 0.002	0.005	0.0096	0.012
V-4Cr-4Ti-0.051O	4.40	4.51	< 0.002	0.014	0.015	0.051
V-4Cr-4Ti-0.15Y-0.011O	4.51	4.59	0.09	0.011	0.013	0.011
V-4Cr-4Ti-0.15Y-0.27O	3.87	3.99	0.06	0.010	0.018	0.27
V-7Cr-4Ti-0.15Y-0.089O	6.81	4.10	0.08	0.008	0.016	0.089

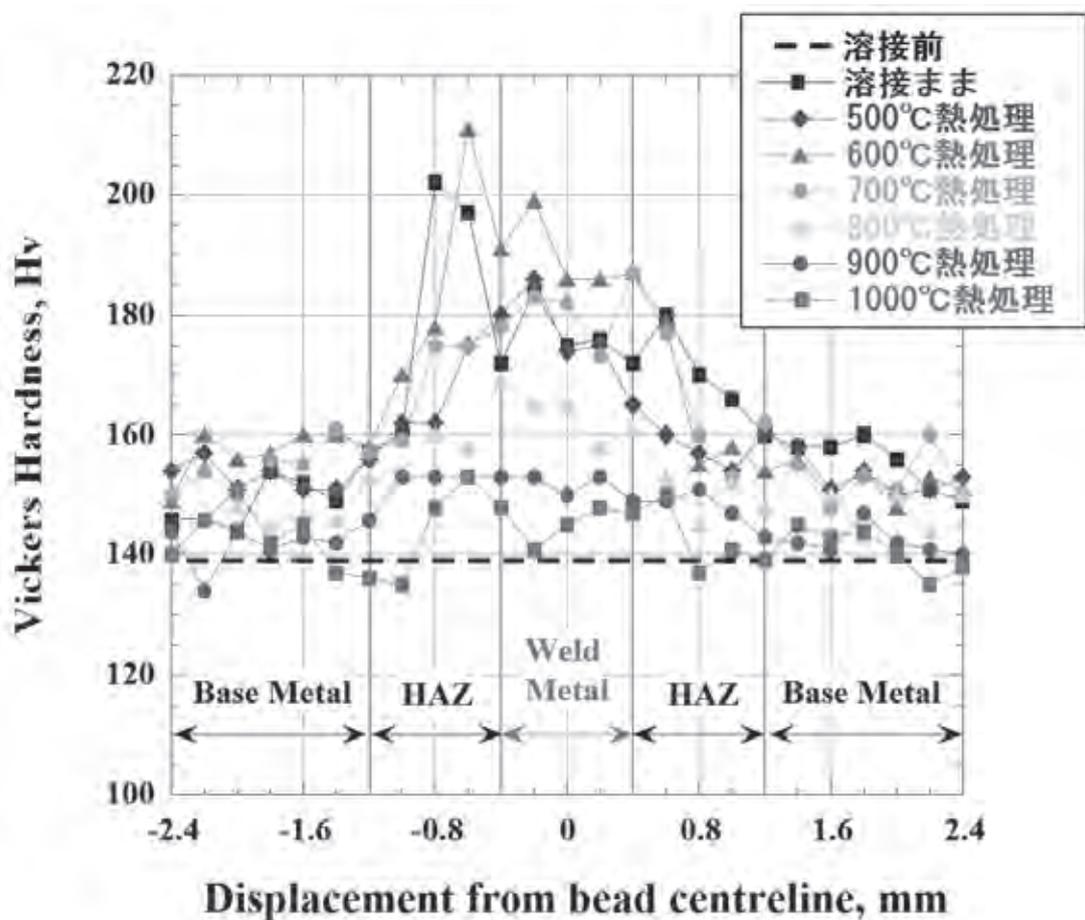


図1 NH2 溶接部の硬さ分布

[口頭発表リスト]

米谷信幸, 久保伸, 長坂琢也, 菱沼良光, 室賀健夫, 義家敏正, 宮澤健, 木村晃彦, ”バナジウム合金溶接部の照射硬化に及ぼす溶接後熱処理の影響”, 日本原子力学会 2013 年春の年会, 2013 年 3 月 26 日 -28 日

内部電流系トーラスプラズマにおけるヘリカル構造の研究とヘリカル系プラズマ研究へのインパクト

政宗貞男¹, 三瓶明希夫¹, 比村治彦¹, 水内 亨², 岡田浩之², 山本 聡²

¹京都工芸繊維大学工芸科学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 目的

高ベータ内部電流系トーラスプラズマとしての逆磁場ピンチ (RFP) では、軸対称な磁場境界条件のもとで「ヘリカル磁気軸をもつ RFP 配位への自己組織化」とその輸送特性が注目を集めている。軸対称境界条件のもとでのヘリカル軸構造への自訴組織化は従来の「Taylor 緩和」の枠組みを超える高次緩和現象であり、同時に「電子輸送障壁」の形成も報告されている。現在のところ、この高次緩和は RFP 装置に共通の現象であり、現象を共通に記述できる無次元パラメータの探索などが進められている。ヘリカル軸ヘリオトロン高温プラズマ実験装置 (H-J) に代表されるヘリカル系プラズマでは、強い外部電流のために、構造形成は局所性をもつ傾向があり、輸送障壁形成はその典型例である。本研究では、電流駆動 MHD 不安定性が主要な役割を果たし、軸対称境界条件からヘリカル構造が形成される内部電流系トーラス (RFP) と、磁氣的境界条件がヘリカル構造をもち、局所的構造形成に圧力駆動 MHD 不安定性が主要な役割を果たす外部電流系 (H-J) 高温プラズマにおける遷移現象の理解を深めることにより、高温プラズマ物理に対する学術的貢献を目指す。RFP の構造形成過程に対する電流駆動不安定性の役割の解明のためにはプラズマパラメータの計測とヘリカル軸プラズマを対象に開発された解析ツールが必要である。エネルギー理工学研究所の H-J グループとの共同研究により、ヘリカル軸高温プラズマに対する内部電流系、外部電流系両者の立場からの相互の理解を深める効果が期待できる。

2. 方法

本共同研究では内部電流系トーラス高温プラズマとして京都工芸繊維大学の低アスペクト比 RFP 実験装置 RELAX を使用する。従来の磁気計測、SXR 計測、SXR 画像計測に加えて、新たに Nd:YAG レーザ光トムソン散乱測定による電子温度計測が可能となった。さらに、RFP 配位において RWM として成長する電流駆動外部キンクモードを安定化するために、サドルコイルアレイを用いたフィードバック制御系の初期実験にも着手した。RELAX では従来、トロイダル磁場の反転が浅い領域でヘリカル RFP 配位に遷移しやすいことが指摘されてきた。一方、磁場揺動レベルという観点からは反転が極端に深い配位において磁場揺動レベルの低下と軟 X 線放射強度の増加が観測されている。RELAX における QSH の性能改善 (特に密度制御と高温度化) のために、低密度で生成した大電流 RFP プラズマに高速ガスパフを行い、同時に反転磁場制御を行って浅い反転領域にシフトさせ、高性能の QSH 状態を実現するシナリオを検討した。本年度の計測の充実を機に、幅広い運転領域にわたる QSH の性質を調べ、今後 QSH の性能改善を通して RFP の性能改善に取り組むために、広い放電領域にわたって QSH の特長を調べた。また、 $m/n=1/4$ ヘリカル RFP 配位形成過程の理解を深めるために、3-D MHD シミュレーションとの比較も始めた。

3. 結果

RELAX においてヘリカル RFP 配位 (Quasi-Single Helicity, QSH) に遷移しやすいのは、浅い反転領域を達成するために自己反転で RFP 配位を形成する放電である。図1に $m=1$ モードの時間発展を示す。準周期的に $m/n=1/4$ モードが成長し、単一モードが支配的となる。ある程度時間が経過すると主要モードは減衰して多数のモードが同程度の振幅をもつ (Multi-Helicity (MH)) 状態を経て再び主要モードが成長する。この時間発展に伴う軟 X 線放射強度の半径方向分布の時間発展の様子は昨年の成果報告書に示されており、

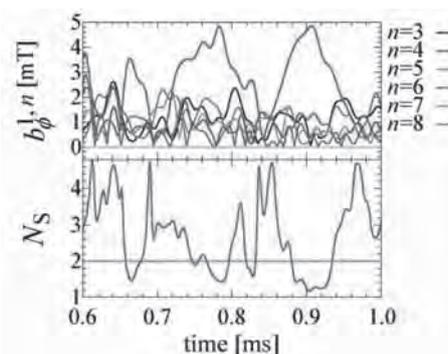


図1. RELAX で観測される QSH への遷移。 $m/n=1/4$ が主要モード。

急な勾配が形成されていることより、輸送障壁形成の可能性が議論された。このようなQSHは、充填ガス圧力が比較的高い場合に安定的に得られやすい。ただし、電流立ち上がりフェーズで放射損失が大きいため、ループ電圧（放電抵抗）は比較的高い。一方、ガス圧力が低い場合には深い反転においてQSHへの遷移が起こるが、QSH状態が維持される時間幅は短くなる。図2に、磁場反転パラメータ F を変化させた場合のQSH発生の確率と、主要 $m=1$ モードのトロイダルモード数 n の変化を示す。反転が浅い領域でQSH発生確率がたかいことがわかる。また主要 $m=1$ モードの n は、浅い非反転から弱い反転にかけての領域では $n=3-4$ 、深い反転の場合に高 $n=5-6$ の高 n 側にシフトする。反転を深くすれば軸上の安全係数 q_0 が低下する傾向にあり、中心付近の共鳴テアリングモードのモード数が高 n 側にシフトするためである。

RELAXのQSHにおけるプラズマ性能をさらに向上させるためには、密度制御とヘリカルコア内部の電子温度の増加が必要である。プラズマ性能を評価するための計測として、Nd:YAG レーザーを使ったトムソン散乱測定装置が動き始めた。図3に、トムソン散乱による中心電子温度と、赤道面上でSXR吸収法により測定した平均電子温度のプラズマ電流に対する依存性を示す。いずれも、放電開始から1ms後の時刻における値である。図3に示されたプラズマ放電は磁場反転が比較的深く、磁場揺動レベルの低いMH状態の放電である。電子温度はプラズマ電流とともに上昇し、100kAで100-150eV前後の値である。SXR電子温度もプラズマ電流とともに上昇するが、その値はトムソン散乱電子温度よりも常に低い。SXR信号は、不純物イオンの内殻電離により放射される特性X線を伴うことがあるが、図3より、RELAXではトムソン散乱温度よりもSXR温度が低いので不純物イオンの影響は小さく、電子温度の決定において与える誤差は無視できる程度であると考えられる。RELAXにおいては、トムソン散乱計測で対応できない低電子温度領域ではSXR電子温度が電子エネルギーのよい指標となることがわかった。QSH状態のプラズマを測定対象として、同様のデータベースを構築することが次の目標である。

先に述べたように、RELAX ではサドルコイルアレイを用いてMHD不安定性（特にRWM）のフィードバック制御が行われるようになり、 $I_p \sim 100\text{kA}$ で $\sim 3\text{ms}$ のフラットトップ放電が可能となった。QSH最適化によるプラズマ性能向上の1つの方法として、 $I_p \sim 100\text{kA}$ を確立した後に強力なガスパフを行い、同時にトロイダル磁場反転の制御を行って、自発的または外部共鳴磁場により、QSHへの遷移を促すシナリオを検討している。

4. 本年度発表リスト

- [1] S. Masamune et al., "Direct observation of SXR filament structure and high current operation in low-aspect-ratio RFP", 24th IAEA Fusion Energy Conf., San Diego, 2012/10/8-13, EX/P4-24 (Poster).
- [2] 政宗貞男他, "RELAX プラズマの高性能化シナリオ", 第29回プラズマ・核融合学会年会, 28E17P, 福岡県春日市, 2012/11/27-30 (Poster).
- [3] K. Oki et al., "Characterization of QSH states in a low-aspect-ratio RFP", Plasma Fusion Res. Vol.7, 1402028 (2012).

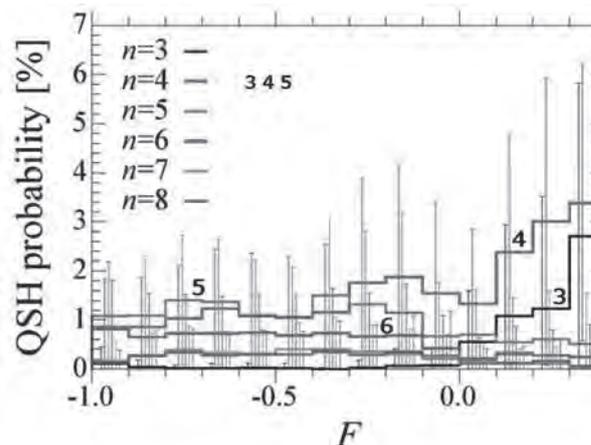


図2. RELAX で観測される QSH 発生確率と主要モードの磁場反転パラメータに対する依存性。

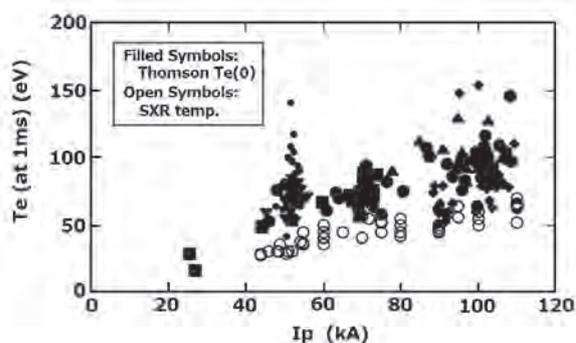


図3. トムソン散乱による中心電子温度と SXR 吸収法による平均電子温度のプラズマ電流に対する依存性。

エネルギープラント構造材料の耐久性評価

木下博嗣¹, 鈴木茂和¹, 木村晃彦², 岩田憲幸², 近藤創介², 橋富興宣², 大村高正²

¹福島工業高等専門学校機械工学科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 目的

経済の発展に伴うエネルギー消費の拡大から、化石燃料による発電によって二酸化炭素の放出量が増加しており、地球規模での二酸化炭素放出削減が求められている。また、二酸化炭素放出を抑制しつつ、資源の乏しい日本がエネルギーを安定供給するためには、核融合や原子力、再生可能エネルギーを中心としたエネルギー構成にする必要がある。特に核融合発電については人類全体のエネルギー構造の転換を可能とする新エネルギー技術であり、実用化に向けた研究開発が行われている。

そこで本研究では核融合炉等のエネルギープラントに用いられる構造材料が大気中で高温酸化した場合の材料特性の変化に与える微細組織の影響について調べることを目的とする。また、東日本大震災からの復旧・復興に向けて原子力関連技術の人材育成が福島高専に求められており、その中心的な位置付けとして、高専の学生をエネルギー理工学研究所に派遣し、最先端の実験機器や施設を活用した実験、講義聴講を通じてエネルギープラント用材料に関する知識を深めることを目的とする。

2. 実験条件

本研究の実験は福島高専の学生7名（4年生3名、女子1名含む5年生4名）がエネルギー理工学研究所において、修士2年生および修士1年生をそれぞれ3名ずつ計6名と産学連携技術員1名からの支援を受けながら、インターンシップ形式で実施した。

供試材には工業的に不可欠なベースメタルである純鉄（Fe）、汎用のフェライト系ステンレス鋼である SUS430、核融合炉用低放射化フェライト鋼である F82H の3種類を用いた。

高温酸化による材料特性の変化を調べるため、高温酸化試験の前に供試材の重量測定、外観観察、ビッカース硬さ試験を行い、マッフル炉において 700℃、10 時間の高温酸化試験後にも同様の観察と試験を行って比較した。その後、FE-SEM、FE-EPMA による微細組織観察を行った。

3. 高温酸化試験による材料特性の変化

高温酸化試験後の重量を測定した結果、純鉄で 1.69%、SUS430 で 0.003%、F82H で 0.05%の酸化による重量増加を確認した。また、母材表面の酸化層の硬さは 330%、F82H は 5%の増加、SUS430 は 16%の減少が確認された。

酸化の様子を詳細に確認するため、EPMA による分析を行った。その結果を図 1～3 に示す。

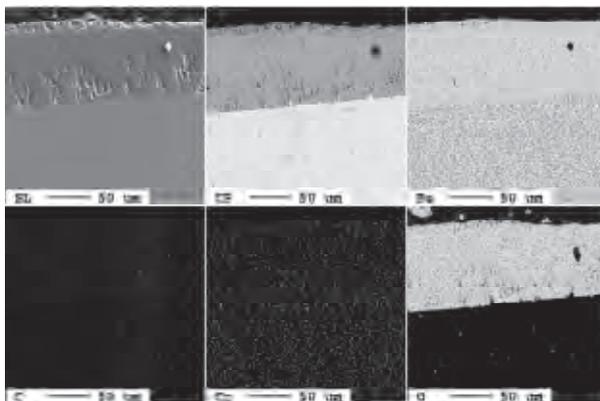


図 1 純鉄

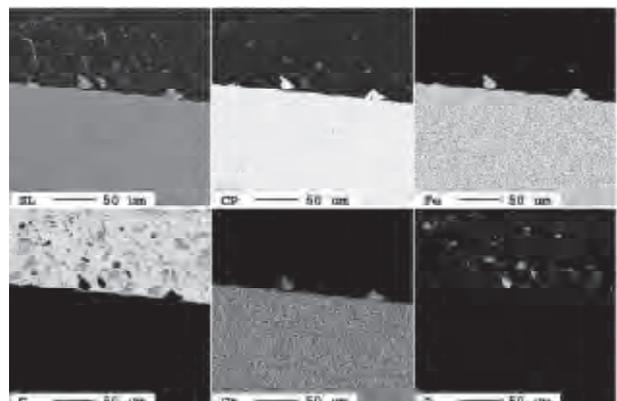


図 2 F82H

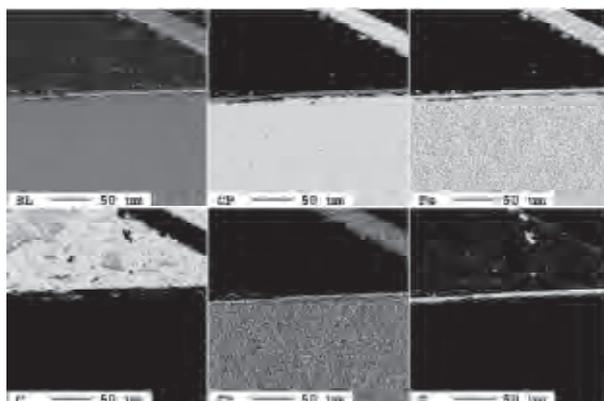


図3 SUS430

EPMAによる分析結果から、純鉄の表面には Fe_3O_4 の酸化膜が約 $100\mu\text{m}$ 、SUS430は約 $10\mu\text{m}$ 形成されていることを確認した。F82Hは明確な酸化層を確認することができなかった。これらの分析を通してCrが酸化に与える影響について理解することができた。

4. アンケート結果

インターンシップに参加した学生へのアンケート調査の結果、全員から参加して良かった、大学院生・技術職員の指導が良かった、来年も参加したいと回答があった。以下に自由記述の一部を示す。

①インターンシップに参加してどうでしたか

- ・福島高専ではできないような実験や国内でも数少ない装置を実際に見て操作できたことを、今後の自分に大きく生かしていきたいです。
- ・絶対に経験できないことをさせていただいて、とてもためになったし、楽しかったです。これからはずっと続けてほしいです。
- ・普段学校で行っている実習は結果が分かっているが、今回は「実験」として結果が分からないものであったので非常に関心が沸いた。

②チューター（大学院生）の指導はどうでしたか

- ・分かりやすい指導で、よく理解することができました。
- ・何も分からない自分に丁寧に分かりやすく教えてくれたので、スムーズに実験を進めることができました。また分からない所も調べて教えてくれてとても頼もしかったです。
- ・実験での技術面だけでなく、大学生活の話聞いてよかった。
- ・分からないことを本当に分かりやすく教えてもらった。丁寧に教えてくれた。これからの人生についても話してくれた。

また、チューターへのアンケートの結果、教えることの難しさを実感し、自分の知識について再認識することができ、教えることより教わることの方が多かったなどの回答があったことから、高専学生の教育だけではなく、大学院生への教育効果も現れた。



図4 成果発表会の様子

5. まとめ

本研究を通じて、福島高専学生への原子力技術に関する知識を養い、技術者としての素養を身に付けさせることができたと考えている。今後もインターンシップ活動を継続していき、原子力災害からの復興・復旧に貢献する人材を一人でも多く輩出できるよう努力していきたいと考えている。

最後に、本研究並びにインターンシップ実施に関して多大なるご協力とご支援を賜りました、エネルギー理工学研究所 尾形幸生 所長に厚く御礼申し上げますと共に、ご協力頂きました教職員の皆様方に御礼申し上げます。

KU-FEL エネルギー増強のためのマルチパルスレーザー開発

黒田隆之助¹, 島橋享兵², 全 炳俊², 紀井俊輝², 大垣英明²

¹独立行政法人産業技術総合研究所計測フロンティア研究部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究目的

本研究は、京都大学エネルギー理工学研究所の KU-FEL 施設において、マルチバンチ電子ビームによる革新的な FEL エネルギー増強を行うため、光陰極電子銃用の独自のマルチパルスレーザー開発研究を行うものである。その際、目標とするレーザーに要求される項目は、①モードロック周波数と加速周波数 (2856MHz) の同期、②マルチパルスレーザー用発振器と FEL 共振器長 (約 4.5m) の同期、③マクロパルスあたり数 100 以上のマイクロパルスを形成できること、④マクロパルスの強度及びマイクロパルスの強度が FEL 発振に対して安定であること、⑤シングルパルス動作が可能なこと、などの項目が挙げられる。目標値としては、マクロパルス内のマイクロパルス数 300 以上、マクロパルスの繰り返し 1~10Hz、マクロパルスフラットネス、及びマイクロパルスの強度揺らぎは 1%以下、マイクロパルスあたりのエネルギーは、UV に波長変換後で 10 μ J 以上を目指したシステム設計、および製作を行う。同時に、開発した UV レーザーを KU-FEL 高周波空洞のカソード面に照射し、光電効果により光電子を発生させ、KU-FEL のエネルギー増強に最適なマルチバンチ電子ビーム生成の実現を目指す。

2. 研究開発手法

本研究における開発レーザーのシステム概念図、および実際のセットアップを図 1 に示す。まず、レーザー発振器としては、Time-Bandwidth 社製 Nd:YVO₄ モードロックレーザー (GE-100-VAN) を用いており、発振波長は 1064 nm、繰り返し周波数は KU-FEL 加速周波数と同期可能な 89.25 MHz (32 分周波、時間間隔 11.2 ns)、平均出力 600 mW、パルス幅 7.5 ps (FWHM) である。加速器との同期で

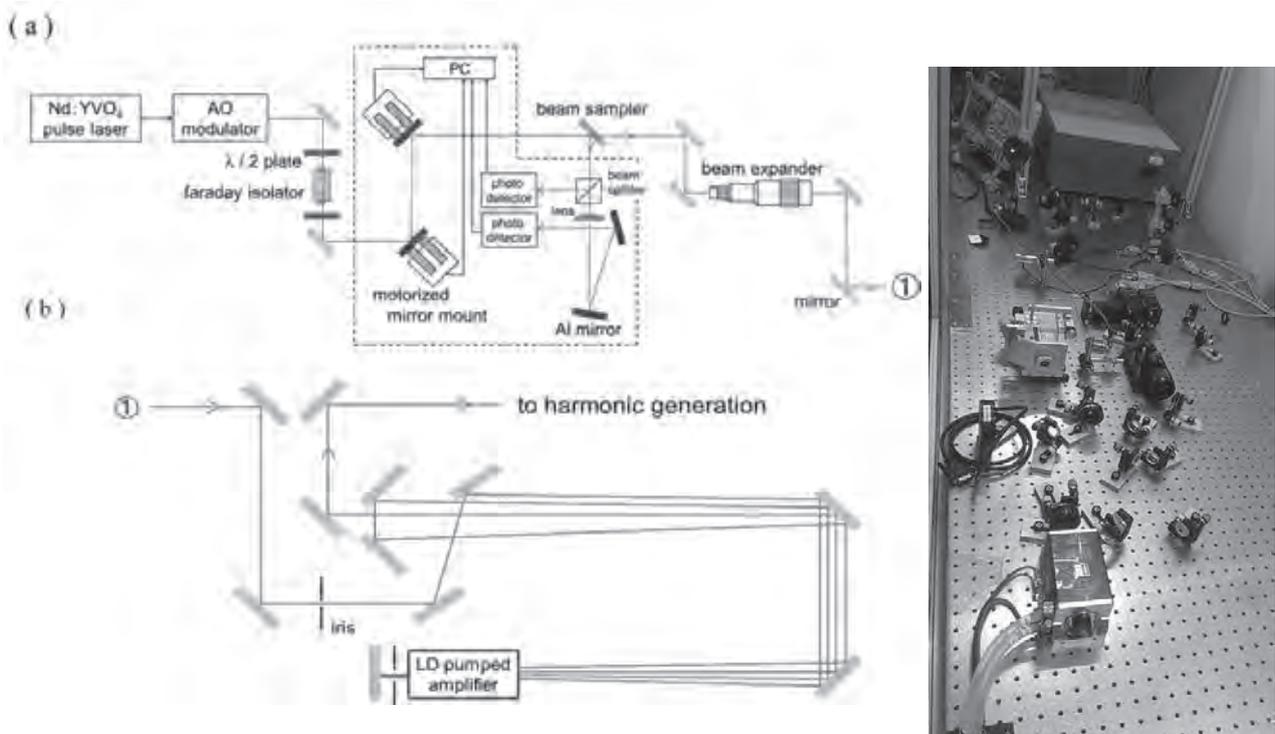


図 1 開発レーザーのシステム概念図とセットアップ

は、モードロックレーザーの共振器長をピコモータ及び PZT 素子を用いて制御し、基準信号との Phase-Lock-Loop (PLL) によって高精度同期を行う設計である。モードロックレーザー発振器のパルス列は、AOM (acousto-optic modulator) 変調器により任意の強度変調を持ったマクロパルス列に切り出すことができ、発振器直後にはビームアライメントシステムを導入することで、位置、角度とともにシステムの安定化を図っている。後段には、LD (laser diode) 励起マルチパスアンプ (4 パス) の構築を行っており、アンプモジュールには CEO 社製 REA5006-2P1 を使用し、 $\phi 5 \text{ mm} \times 12.6 \text{ cm}$ の Nd:YAG 結晶により増幅試験を行っている。

3. 研究結果

本年度は、前述のように LD 励起アンプにレーザーを 4 パスさせるマルチパス増幅システムの構築をおこなった。増幅する種光レーザーの 1 つのマクロパルス内におけるマイクロパルス数は 300 で、AOM 光変調素子に入力する変調信号は振幅 4 V の矩形波としている。以上の条件下のもとで、アンプ結晶に 4 パス通過させた後の増幅レーザーパルス列を、高速 PD (photo-diode) により測定を行った。しかしながら、アンプ電流値が 60 A を超えた時点でアンプ結晶の自発光と周囲の光学系とによる自励発振が起こっていることがわかった。そのため、図 1 (b) に示すようにアイリスを設置し、発散角の大きい自励光を遮ることによって、アンプ電流値 80 A まで自励発振を抑えることに成功した。その際の増幅パルス列の PD 信号波形を図 2 に示した。また、電流値と増幅パルスエネルギーとの関係を図 3 に示したが、指数関数的に増大していることが確認でき、システム構築がほぼ設計通り行えたと言える。しかし、自励発振の防止と増幅マクロパルス波形のフラットトップ化については、今後検討する必要がある。

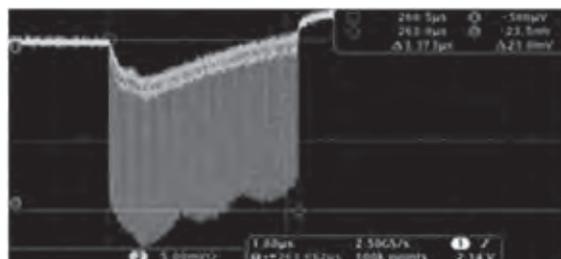


図 2 増幅後のマルチパルスレーザーの波形

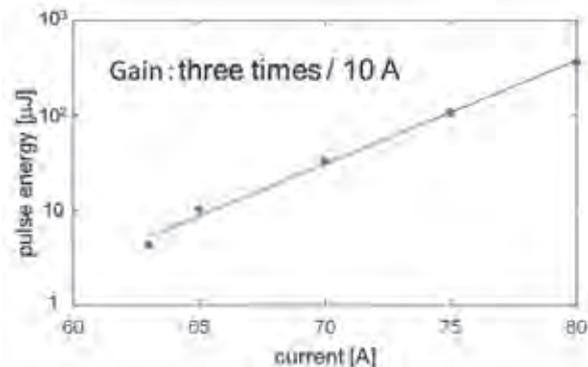


図 3 アンプ電流値とパルスエネルギーとの関係

4. まとめ

本研究では、KU-FELのエネルギー増強を目指し、光陰極の導入及びマルチバンチ電子ビームの実現に向け、マルチパルスレーザーの開発を行っている。本年度は、レーザー発振器直後にビームアライメントシステムを導入し、AOM変調器のドリフトの抑制を行い、後段には4パスのマルチパスアンプシステムを構築した。その結果、十分な増幅ゲインが得られ、 $1.2 \mu\text{J}$ /マイクロパルス $\times 300$ パルスまで増幅させることに成功した。今後は、アンプの自励発振防止と増幅フラットトップ化を行うと同時に、UVまでの波長変換を行う。そして、マルチパルスUVレーザーをKU-FEL電子銃の光陰極に照射し、マルチバンチ電子ビーム生成の実現と、さらにはKU-FELのエネルギー増強を目指していく。

5. 本年度 発表リスト

[口頭発表リスト]

1. 島橋恭平, 黒田隆之助, 全 炳俊, 紀井俊輝, 大垣英明 他 10 名, “KU-FEL におけるフォトカソード RF 電子銃入射用のマルチバンチレーザーの開発”, 第 9 回日本加速器学会, 2012 年 8 月 9 日, 大阪大学, ポスター
2. K. Shimahashi, R. Kuroda, H. Zen, T. Kii, H. Ohgaki 他 10 名, “DEVELOPMENT OF MULTI-BUNCH LASER SYSTEM FOR PHOTOCATHODE RF GUN IN KU-FEL”, The 34th International Free-Electron Laser Conference (FEL2012), 2012 年 8 月 27 日, 奈良, ポスター

ステンレス鋼の核融合炉条件での重照射効果

－ イオン照射試料のナノ硬度測定 －

大貫惣明, 岡 弘, 佐藤 豊, 橋本直幸

北海道大学工学研究院材料科学部門

【緒言】 イオン照射とナノインデンテーション硬さ評価は、中性子照射による組織・強度変化を簡便に知る方法であるが、そのデータの精度を上げ工学的に活用するためには、損傷勾配効果、背面効果、押し込みサイズ効果、など多くの学術的・技術的課題がある。特に Nix と Gao はナノインデンテーションの荷重変位データでは深さの逆数と硬さの二乗が直線関係になることを指摘し、高精度化に道を開いた [1]。本研究では、Nix-Gao プロットとセクショニングを併用し、損傷勾配のある損傷領域の硬さを評価することを試みた。

【方法】 アニールしたオーステナイト鋼 (PNC316) に Fe^{3+} イオンを 250°C で 0.1, 1, 10dpa まで照射した後、ナノインデンテーション硬さ試験を行った。押し込み深さは 50 ~ 800nm とし、得られた荷重変位データを用いて Nix-Gao プロットをとった。また、1dpa の試料において表面から、0.6, 1.2, 1.8 μm のセクショニングを FIB にて行い、各領域にナノインデンテーション硬さ試験を行った。

【結果】 Fig.1 は 10dpa の試料での Nix-Gao プロットであり、直線の屈曲部として hc が測定される。すなわち hc 以上の押し込み深さにおいて、照射損傷のない領域の影響 (背面効果) が出ることがわかる。そのため、押し込み深さが hc の時の硬さは損傷領域の平均硬さを表していると考えられる。0.6 μm , 1.2 μm , 1.8 μm のセクショニングを行った領域に導入した Nix-Gao プロットから求めた押し込み深さ hc における硬さはそれぞれ、278, 333, 398, 408 である。セクショニングの深さに応じて損傷領域を 4 つの層に分け、それぞれのローカル硬さを H_1, H_2, H_3, H_4 とし、インデントによる変形領域を表面から損傷領域の末端までを半径とした半球状として、硬さはそれぞれ変形領域の体積率 \times ローカル硬さの和で表せると考える。その仮定をもとにローカル硬さを求めたところ $H_1 = 180, H_2 = 259, H_3 = 390, H_4 = 408$ となる。ローカル硬さと損傷勾配との関係は Fig.2 のようになっており、損傷量と硬さの関係を詳しく知ることができた。

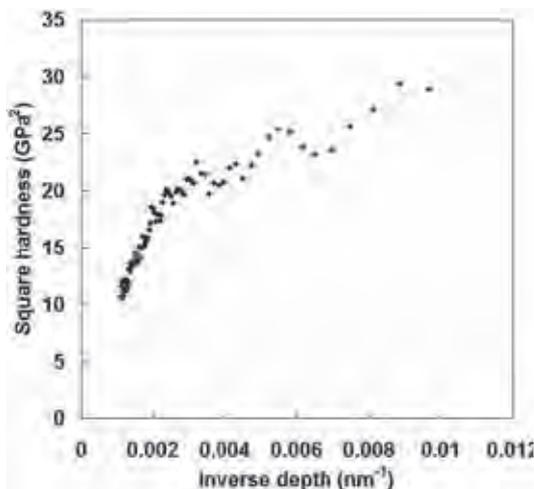


Fig.1 Analysis of critical depth hc by Nix-Gao plot

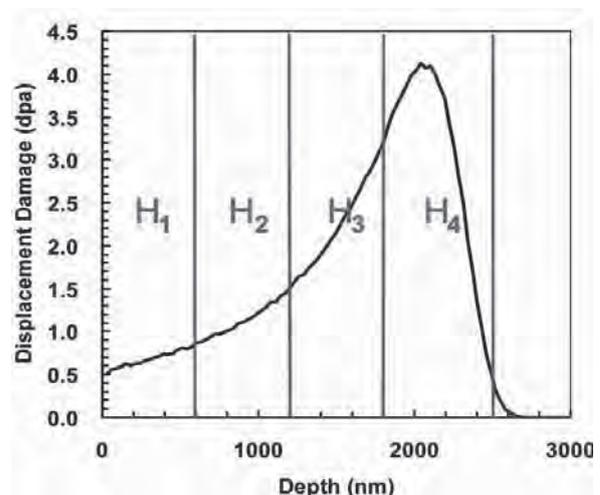


Fig.2 Relation between damage gradient and local

[口頭発表リスト]

佐藤 豊, 岡 弘, 橋本直幸, 大貫惣明, イオン照射したステンレス鋼のナノインデンテーション硬さ評価法, 日本金属学会北海道支部講演会, 2013年1月25日, 室蘭

T. Kubota, N. Hashimoto, S. Ohnuki, S. Jitsukawa, Hydrogen effect on microstructure evolution of irradiated Reduced Activation Ferritic/Martensitic steel F82H, Asian-Core University Program on Advanced Energy Science, International Symposium on Advanced Energy Systems and Materials, Aomori, 2012, 8/19-8/22

C. Liu, N. Hashimoto, S. Ohnuki, M. Ando, N. Okubo, D. Hamaguchi, K. Shiba, S. Jitsukawa, Irradiation hardening and micro-structure change in F82H-ODS steel, Asian-Core University Program on Advanced Energy Science, International Symposium on Advanced Energy Systems and Materials, Aomori, 2012, 8/19-8/22

H. Oka, N. Hashimoto, S. Ohnuki, S. Yamashita, Relationship between strength and microstructure of 316 steel at elevated temperature, Asian-Core University Program on Advanced Energy Science, International Symposium on Advanced Energy Systems and Materials, Aomori, 2012, 8/19-8/22

K. Tadaki, H. Oka, S. Chen, S. Ohnuki, N. Hashimoto, Evaluation of helium induced hardening in steels by the nano indentation, Asian-Core University Program on Advanced Energy Science, International Symposium on Advanced Energy Systems and Materials, Aomori, 2012, 8/19-8/22

S. Wang, N. Hashimoto, S. Ohnuki, Hydrogen effect on thermal activated behavior of dislocation in Fe and Fe-Cr based alloy, Asian-Core University Program on Advanced Energy Science, International Symposium on Advanced Energy Systems and Materials, Aomori, 2012, 8/19-8/22

S. Chen, K. Tadaki, C. Liu, N. Hashimoto, S. Ohnuki, Helium trapping due to oxide particles in reduced-activation ferritic/martensitic steels,

S. Ohnuki, In-situ observation of radiation damage in iron base alloys by means of HVEM-ion accelerator Facility, Schedule of the 11th China-Japan Symposium on Materials for Advanced Energy Systems and Fission & Fusion Engineering, Chengdu, 2012, 9/11-14

H. Oka, T. Kubota, N. Hashimoto, S. Ohnuki, S. Yamashita, Hardening and Softening Caused by Long Term Neutron Irradiation in Modified-SUS316 Stainless Steel, 2012 MRS Fall Meeting, Boston, 2012, 11/25-11/30

[論文発表リスト]

C. Liu¹, N. Hashimoto¹, S. Ohnuki, M. Ando and K. Shiba, Dependence of Dose and He on Irradiation- Hardening of Fe-Ion Irradiated Fe8Cr Model Alloy, Materials Transactions, 54 (2013) 96-101

Shuai Wangⁿ, Naoyuki Hashimoto, Somei Ohnuki, Effects of hydrogen on activation volume and density of mobile dislocations in iron-based alloy, Materials Science & Engineering A 562 (2013) 101-108

低放射化核融合炉材料の重照射効果に関する研究

谷川博康¹, 安堂正己¹, 酒瀬川英雄¹, 近藤創介², 檜木達也²

¹ 日本原子力研究開発機構

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景と目的

低放射化フェライト鋼は核融合炉構造材料の第一候補材料としてこれまで多くの照射実験によりその耐照射性が示されてきたが、実用化においては低温（350℃以下）照射による脆化・硬化現象や高温での軟化・延性劣化の理解が急務といわれている。この現象は転位組織の発達だけでは説明ができず、報告者の研究により時効効果が顕著でない温度においても照射下では析出物に変化し得ることが見いだされ、この現象が強度特性変化を説明出来る可能性が示された。本研究の今年度の研究活動では、低放射化フェライト鋼の強度特性発現の鍵となる析出物であるが、中性子照射下では消失する傾向にあることが確認された MX 系析出物の照射下安定性について、イオン照射実験により解明を試みることを目的として、イオン照射領域の照射後析出物解析手法の検討を進めた。

2. 照射実験方法

供試材は低放射化フェライト鋼のモデル合金 FETA3 (Fe-0.20Ta-0.015C-0.08Si-0.08Mn) である。イオン照射実験は、複合ビーム・材料実験装置 DuET を利用して行った。デュアル照射実験は 6.4 MeV Fe³⁺ イオン + 1.0 MeV He⁺ イオンにて行い、照射条件は深さ 700nm で 1×10⁻³dpa/s、20dpa、15 appmHe/dpa、照射温度は 500℃の条件である。照射後試験は、日本原子力機構国際核融合エネルギー研究センター内原型炉 R&D 棟に設置された集束イオンビーム (FIB) 加工装置 (FB-2100)、TES 型 X 線分析装置付走査電子顕微鏡 (Carl Zeiss ULTRA55) を用いた。また、FIB 加工後のフラッシュ電解研磨は室温にて電解液 (100ml: メタノール溶媒、10ml アセチルアセトン、1g テトラメチルアンモニウムクロライド) を試料表面に滴下した状態で、2V の電圧を負荷して実施した。

3. 結果と考察

析出物分布変化を解析する上では、その統計的な精度が重要となる。近年では FIB 加工装置による高精度なクロスセクション試料の作成が可能となったことから TEM 観察解析位置誤差は皆無となったが、解析対象領域は薄膜サイズ (幅) と対象となる損傷領域深さ範囲に限定されることから、観察点数を増やしてその精度を上げることは多大な労力を要求する。また、析出物が確認されたとしても、微小析出物の多くは薄膜中に存在するため、TEM-EDS 解析では母相からの信号が強く特定することが難しい。そこで、近年その分解能がかつての TEM 並みに飛躍した FE-SEM による解析を試みた。

図 1 に今回作製した試験片の状況を示す。照射後試験片に対して W コーティングを行った後、約 3 度傾け約 50μm 幅で FIB 加工を行うことで、損傷深さ 500~1000nm の領域を幅 50μm、奥行き 10μm に拡大することができた。実際には加工後にレーザー顕微鏡により正確に評価を行い、照射表面に相当する W デポとの境界から 13.75~24.47μm の領域が損傷深さ 500~1000nm の領域に相当することが確認された。さらに、FIB 加工ままの状態では、多くの析出物が母相中にあるために明確な信号が得られない (図 2 (C))。そこで加工後の表面にフラッシュ電解研磨を実施し析出物を露出させた上で、加速電圧 3kV にて後方散乱電子 (BSE) による SEM 観察を実施した。図 2 に示す BSE 像において白いコントラストを示す析出物に対して従来型 EDS および TES 型 X 線分析装置にて特性 X 線分析を実施したところ、従来型 EDS 分析では特定できなかったが、TES 分析により Ta を含む MX 系析出物であることが明らかになった (図 3)。この MX 系析出物に対応した白いコントラストのサイズ分布を解析した結果、図 4 に示すようなデュアル照射領域で特に 10nm 以下の析出物の減少が顕著となる変化を得た。

これらの結果は、FE-SEM によるイオン照射後析出物解析が非常に有望であることを示している。しかし電解研磨によって露出した析出物が溶解している可能性があること、非照射領域との相対的な比較は可能であるが析出物数密度の評価が難しい点が課題として挙げられる。今後 TEM 薄膜観察との比較により、本手法の可能性と限界を精査していく予定である。

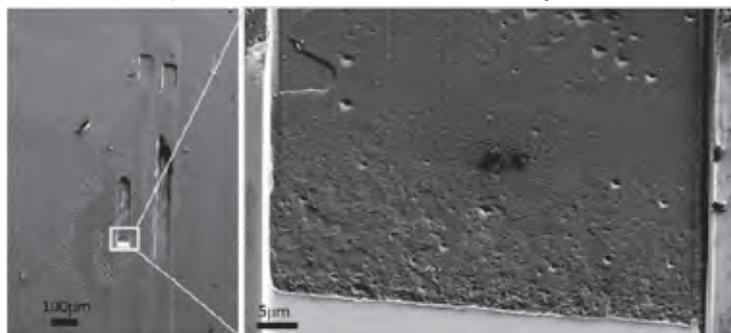


図1 FIB加工で作製したSEM観察面。画面下から上に深くなるように加工されている。右図加工部画面下端の白いコントラストは表面位置特定のためのWデポ、中央のコンタミ付着部が分析箇所

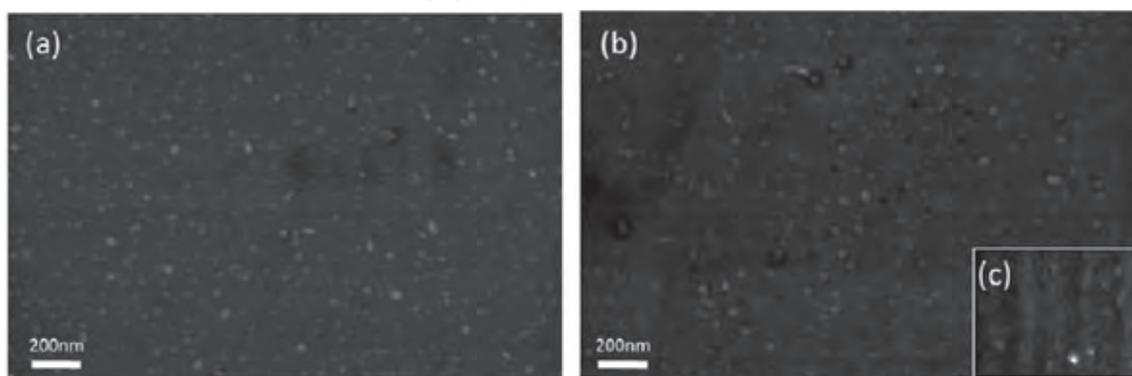


図2 非照射部(a)およびデュアル照射部(b)の後方散乱電子(BSE)像。(c)はフラッシュ研磨無しでのデュアル照射領域のBSE観察像

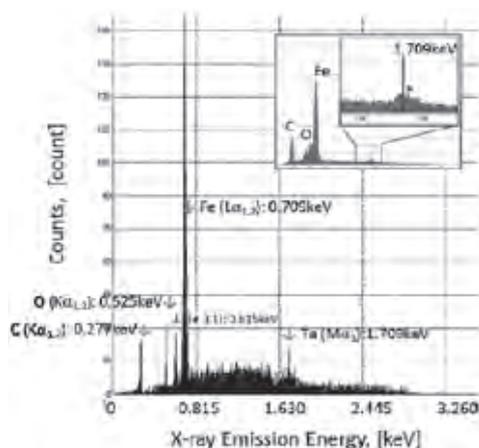


図3 図2の白いコントラストを示す20nm析出物のTES分析結果およびEDS分析結果(赤枠内)

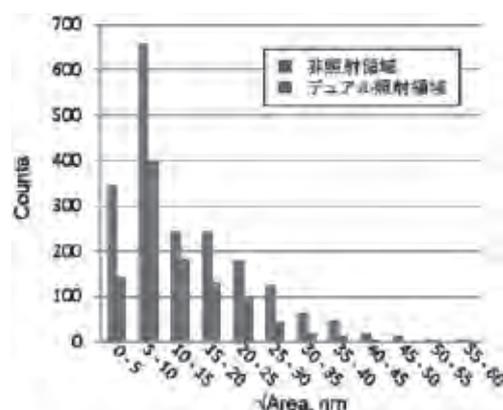


図4 非照射およびデュアル照射部のMX系析出物のサイズ分布(横軸はコントラスト面積の平方根)

4. 発表リスト

今年度は該当なし。次年度以降に予定。

ナノバブル/粒子分散強化合金の創製と

その組織に及ぼす照射影響評価

大野直子¹, 鵜飼重治¹, 施 詩¹, 佐野佳祐¹, 木村晃彦², 近藤創介², 橋富興宣², 大村高正²

¹北海道大学大学院工学研究院 材料科学部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景・目的

原子力発電は二酸化炭素を排出しない（ゼロエミッション）基盤エネルギーとして未だ重要な位置付けにあり、安全性が高く高効率な原子炉の開発が必要不可欠である。本研究は、次世代の革新的原子炉(核分裂・核融合炉)への利用を想定したナノバブル及びナノ粒子分散強化合金に着目し、これらナノ構造の照射下における安定性を評価することを目的とし、H23 年度から企画型の共同研究として開始された。H23 年度は鉄基ナノバブル分散強化合金のシングルイオン照射を行い、マトリクス中に高圧のガスが閉じ込められた場合に起こる（ナノバブルを分散させていない合金では起こらない）著しいキャビティの成長を確認した。今年度は第4世代原子炉・高速炉の炉心材として有用な γ'/γ 析出強化型高 Ni 鋼及び Ni 基酸化物粒子分散強化(ODS)合金について高照射量 (100dpa) の Fe/He デュアルイオン照射を行い、ポイドスウェリングや析出相の変化、またそれに伴う硬さ変化を評価した。

2. 実験方法

PM1000 相当の組成を持つ Ni 基 ODS 合金 (Ni-0.3Al-20Cr-3Fe-0.5Ti-0.6Y₂O₃) の 0.5wt. %Hf 添加材と Hf 無添加材、及び高 Ni 鋼 (34Fe-0.04C-15Cr-43Ni-1Mo-2W-3.8Nb-0.1Ti-0.28Al) を供試材とし、京都大学エネルギー理工学研究所の DuET 施設を利用して照射実験を行った。高 Ni 鋼については 20%の冷間圧延を施した後 600°C~800°Cの温度範囲で 50~200h の時効処理を施したものをを用いた。照射条件は 600°C, 6.4MeV Fe³⁺イオン, 1.38×10⁻⁰³dpa/s, total 100.6dpa(@1.5µm), 240appmHe(@1.4-1.5dpa) であった。照射前後の試験として、超微小押し込み硬さ試験及び TEM 観察を行った。

3. 実験結果・考察・まとめ

図 1 は Nix-Gao モデルによって表された照射部と非照射部（マスク部）の押し込み硬さ試験結果である。非照射部に対して照射部で明瞭な照射硬化が見られたのは高 Ni 鋼の 800°C200h 時効材のみであった。Ni 基 ODS 合金と高 Ni 鋼 700°C時効材では非照射部と照射部の硬さはほぼ同程度であった。

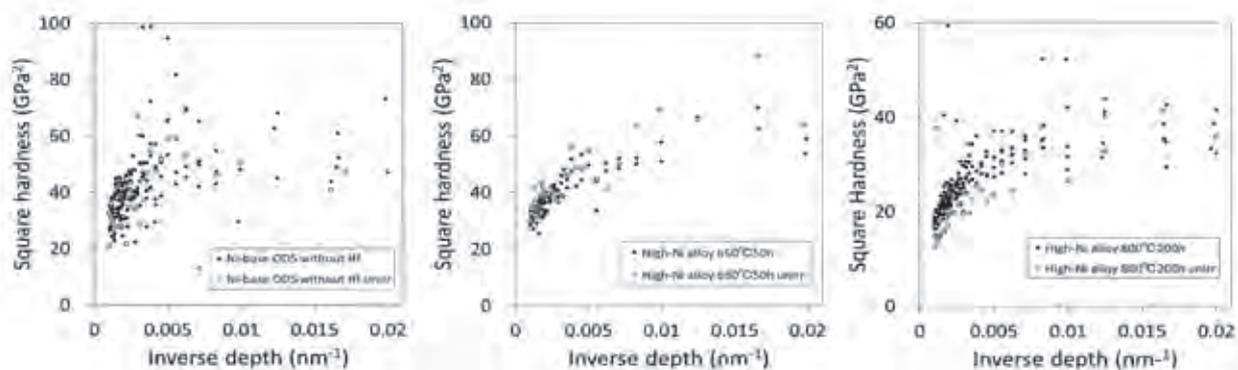


図 1 照射による硬さ変化 (左:Hf無添加 Ni 基 ODS 合金, 中:高 Ni 鋼 650°C50h 時効処理材, 右:高 Ni 鋼 800°C 200h 時効処理材)

800°C200h 時効材の硬化量 $\Delta = (\text{照射部硬さ}) \div (\text{非照射部硬さ})$ を照射部深さ 100nm-300nm、非照射部

深さ 140nm-1 μ m の硬さを用いて最小二乗法により算出した結果、 $\Delta \approx 1.4$ であった。

図2は高Ni鋼の非照射・照射断面のTEM像である。高Ni鋼では、すべての試料において薄板上の析出物とキャビティが観察された(g-i)。800 $^{\circ}$ C200h時効材については非照射の状態で存在していた析出物は変わらぬ形状で存在していたが(b, d)、650 $^{\circ}$ C-750 $^{\circ}$ C時効材の結晶粒内に微細に分散していた γ'/γ'' 相は100dpaの照射によって消失した。

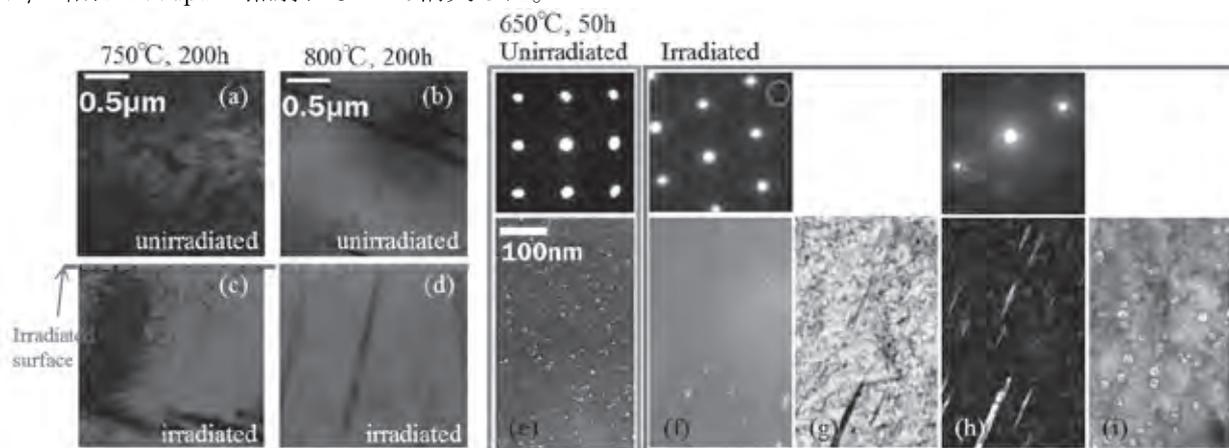


図2 高Ni鋼の照射前後TEM像。(a, b)非照射材, (c, d)照射材断面, (e, f)非照射/照射材の γ'/γ'' 析出物(回折図形の○印から撮影した暗視野像), (g, h)照射材析出物(明視野像/回折図形の○印から撮影した暗視野像), (i)キャビティ。(g-i)は同じ位置で撮影。

図3はNi基ODS合金の照射材のTEM像である。Hf無添加材では、微細かつ緻密なキャビティが観察された(b)。しかし0.5wt.%Hf添加材においてはこれらのキャビティは観察されなかった(d)。いずれの試料においてもアンダーフォーカスで白い斑点のようなものが緻密に存在していた。これらは酸化物粒子にトラップされたHeバブルであると考えられる。Hf無添加材において観察されたキャビティがHf添加材において観察されなかったのは、粒内に緻密に分散した酸化物粒子がHe原子をトラップし、凝集によるキャビティの粗大化を妨げたためであると考えられる。

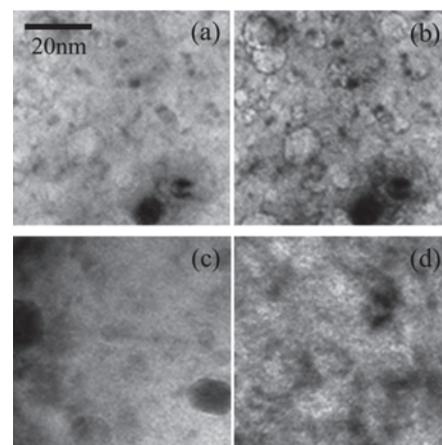


図3 Ni基ODS合金の100dpa照射断面TEM像。Hf無添加材の(a)析出物, (b)キャビティ。Hf添加材の(c)析出物, (d)キャビティ(観察されなかった)。

本研究で使用した材料では、主に材料の硬化に寄与する因子として析出物とキャビティが挙げられる。750 $^{\circ}$ C以下の温度で時効した高Ni鋼では、キャビティによる硬化に対し γ'/γ'' が消失したことによる軟化が拮抗し、照射/非照射部で硬さの違いが出なかったと考えられる。これに対し800 $^{\circ}$ C時効材では照射前から存在した析出物は安定に存在したため、照射後のキャビティによる硬化が現れたと考えられる。Ni基ODS合金の硬さについては、Hf無添加材においてキャビティが多く形成されたものの、Hf無添加/添加材の硬さは非照射部とほぼ同程度であったため、酸化物粒子の安定性ととも未だ不明な点が多く、今後更なる調査を必要とする。

4. 本年度発表リスト

[口頭発表リスト]

N. Oono, R. Kawano, S. Ukai, S. Hayashi, S. Kondo, O. Hashitomi, A. Kimura, "Irradiation Effect of Bubble Dispersion Strengthened (BDS) Alloy", the Nuclear Materials conference (NuMat2012), 22-25 October, 2012, Osaka, Japan.

[論文発表リスト]

N. Oono, R. Kawano, S. Ukai, S. Hayashi, S. Kondo, O. Hashitomi, A. Kimura, "Irradiation Effect of Nano-Bubble Dispersion Strengthened (N-BDS) Alloy, J. Nucl. Mater. 投稿中.

酸化物分散強化型フェライト鋼における 弾き出し損傷およびヘリウム影響評価

安堂正己¹, 酒瀬川英雄¹, 谷川博康¹, 木村晃彦², 近藤創介²

¹日本原子力研究開発機構

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景と目的

次世代エネルギープラントにて発電効率を高めるために高温強度に優れた材料の開発は重要な課題であり、従来鋼に酸化物粒子を分散させた酸化物分散強化型 (ODS : Oxide Dispersion Strengthened) 鋼の開発が鋭意進められてきている。近年、原子力機構にて開発された核融合炉用構造材料低放射化フェライト鋼 (F82H) をベースにした、ODS-F82H 鋼 (以後 J1 材と表記) も、非常に優れた高温強度特性を有していることが報告されてきている。一方で、核融合炉の第一壁では、非常に高い照射量となることが見込まれており、従来の F82H 鋼より、耐照射性に優れるとされる ODS 鋼のヘリウムへの影響評価を進めることは非常に重要である。この点を考慮し、本研究ではスウェリングの著しく生じる温度付近での照射にて、ODS 鋼、F82H 鋼のスウェリング挙動の評価を進めることを目的とした。

2. 実験方法

供試材として用いたのは、酸化物分散強化型フェライト鋼 J1 (Fe8Cr2WVTa-Y₂O₃) および F82H 鋼 IEA ヒート、BA07 ヒート (Fe8Cr2WVTa) の 3 種類である。これらの材料より、1.5 mm×7 mm×0.25 mm³ の大きさに切出し、機械研磨後、電解研磨にて仕上げた。イオン照射実験は、エネルギー理工学研究所附属エネルギー複合機構研究センター設置の複合ビーム・材料実験装置 DuET を利用して行った。デュアル照射は 6.4 MeV Fe³⁺イオン+1.0 MeV He⁺イオンにて行い、He ビームについてはエネルギーディグレーダーを利用して、試験片の中央部に行った。照射条件は、ボイドスウェリングの顕著な 470 °C を中心として、20 dpa, 1x10⁻⁴ dpa/s とした。なおヘリウムの注入量は核融合環境を考慮し、15 appmHe/dpa にて調整した。照射後試験は、青森県六ヶ所村にある日本原子力機構国際核融合エネルギー研究センター内原型炉 R&D 棟に設置された集束イオンビーム (FIB) 加工装置 (FB-2100) にて、30 μm×15 μm 四方のマイクロ組織観察用薄膜試験片を作成した後、低エネルギースパッタ装置にて表面をクリーニングし、200kV 透過電子顕微鏡 (JEM-2100) にてマイクロ組織観察を行った。

3. 結果と考察

図 1 に今回作製した試験片の位置関係を示す。イオン照射面側に幅 30μm 程度の W コーティングを行い、その後イオン入射方向と平行な薄膜として FIB 装置を用いて取り出した。DuET でのイオンエネルギー (Fe³⁺, He⁺) での表面からの損傷分布とヘリウムの分布を右側に示す。凡そ、0.5~1.0μm までが、デュアル照射域となる。図 2 には、J1 材 (表面から 0.46~0.62μm 付近) の透過電子顕微鏡像、図 3 には比較のため、F82H IEA 材 (表面から 0.5~0.7μm 付近) の透過電子顕微鏡像の例を示す。J1 材では、比較的高密度の数 nm 程度のヘリウムバブルと、10 数 nm 程度のボイドが少量観察された。一方、F82H IEA 材においては、数 nm のヘリウムバブルから 30nm 程度までの大きさのボイドが形成しており、ボイドスウェリングが顕著に生じる照射温度付近であることが確認された。今後、同条件にて照射しているシングル照射材 (損傷のみ) との比較も行い、マイクロ組織の定量化を進めていく予定である。

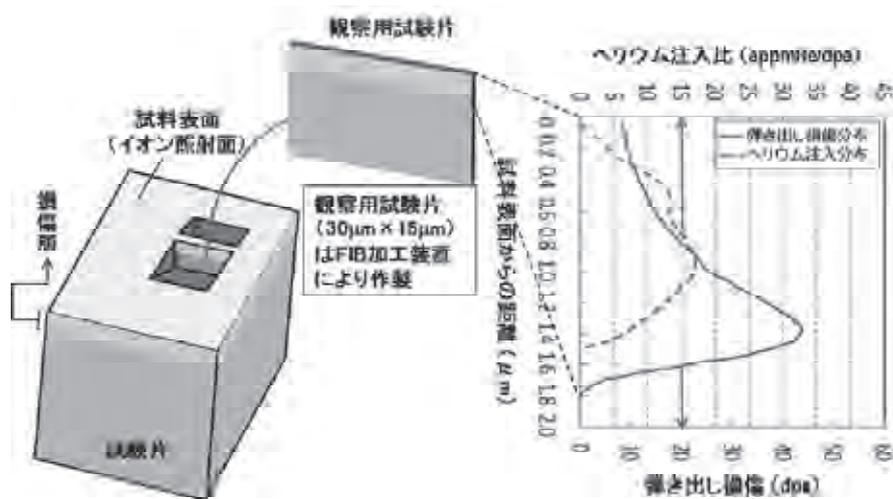


図1 FIB加工で作製したマイクロ組織観察用試験片の取出位置と損傷・ヘリウムの深さ分布

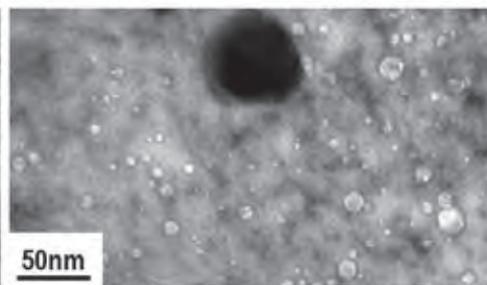
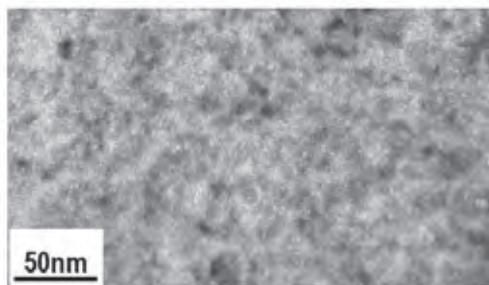


図2 J1材のマイクロ組織観察結果の例 図3 F82H IEA材のマイクロ組織観察結果の例
(いずれも照射温度は470℃、損傷量は約15dpa)

4. まとめ

スウェリングの著しい温度域付近の照射温度にて、J1-ODS 鋼、F82H 鋼のスウェリング挙動の評価を進め、以下のことが明らかとなった。

1) 20dpa、470℃の条件では、いずれの材料もキャビティ組織が観察され、耐スウェリング特性は、F82H IEA に比べて、J1-ODS 鋼の方が優れている。

2) 同種の実験では、これまで高い照射量での結果が多く、20dpa 付近での結果は少ないため、スウェリングピークの再確認のための重要な知見が本研究にて取得できた。

5. 発表リスト

[口頭発表リスト]

今年度は該当なし。次年度以降に予定。

[論文発表リスト]

今年度は該当なし。次年度以降に予定。

Hybrid Solar Energy Research suitable for Rural Electrification

Hew Wooi Ping¹, Hideaki Ohgaki²

¹UM Power Energy Dedicated Advanced Centre,
Faculty of Engineering, University of Malaya

²Institute of Advanced Energy, Kyoto University

1. Objectives

In this project we are working on,

- 1) Design a hybrid solar system suitable for rural electrification,
- 2) Incorporate the smart grid principle to ensure that the hybrid solar system is efficient and effective,
- 3) Construct a laboratory prototype to demonstrate the robustness and effectiveness of the proposed hybrid solar system.

2. Outcome overview

The advantages of practical use of renewable energy include a short construction cycle as the supply can be located near to the demand and contributed to prevention of global warming[1]. Integration of renewable energy into a smart hybrid energy system is suitable for sustainable development of the rural and urban sector [1]. Malaysia is a tropical country with plenty of sunshine and low wind speed because it is sheltered by Sumatra on the West and Borneo on the East. There are heavy rainfalls and numerous streams are often available near most remote villages. Hybrid solar systems have been proposed to be implemented in many developing countries such as Nepal, India and Nigeria [2], [3], [4]. Effective use of renewable energy resources involves the developing a set of policies for renewable energy power generation and to evaluate the influence of distributed generations from renewable energy on the quality and reliability of the electricity supply network. The final part is to establishing the optimum technology to integrate the various renewable energy sources [1]. This projects aims to look into the policy, technology and stability/robustness when hybrid solar system is installed in the remote village of Malaysia.

3. Methodology

The project is divided into 4 basic parts. The first part works on the design of effective wind/solar/hydro hybrid systems. Both simulation model and laboratory prototypes have been used to investigate the properties of the proposed system. The second part works on the design and control of electrical generators that can convert efficiently the renewable energy sources into reliable electricity supply. The third component is the power converters necessary to convert the intermittent renewable energy sources into a stable and usable energy source. These three parts are then integrated to form a reliable and effective electricity supply system. The last part is the Energy Policy group which studies on the effective energy policies that can promote and sustain the growth of reliable green energy installations in the remote villages.

4. Deliverables

By the end of the project, there should be sufficient data to identify the optimum technology to integrate a hybrid solar system to provide reliable electricity supply to the remote villages in Malaysia. Indigenous technologies will be developed to be used in the hybrid solar system. These technologies include efficient low cost generators, power electronic converters and power control strategies. Energy policies that can promote the use of hybrid solar system for rural electrification will also be investigated.

References

1. Junichi Arai, Kenji Iba, Toshihisa Funabashi, Yosuke Nakanishi, Kaoru Koyanagi and Ryuchi Yokoyama, "Power Electronics and Its Application to Renewable Energy in Japan". IEEE Circuits and System Magazine, 3rd quarter 2008, pp.52-66.
2. Nabina Pradhan, Nava Raj Karki, "Probability Evaluation of Off-grid Small Hybrid Solar PV-Wind Power System for the Rural Electrification in Nepal", North American Power Symposium 2012, pp.1-6.
3. T.Ilakkia, G. Vijayagowri, "Hybrid PV/Wind system for Reduction of Harmonics using Artificial Intelligence Technique", IEEE International Conference on Advances in Engineering, Science and Management (ICAESM - 2012), pp. 303 -308.
4. Udochukwu B. Akuru and Ogbonnaya I. Okoro, "Renewable Energy Investment in Nigeria: A Review of the Renewable Energy Master Plan", 2010 International Energy Conference, pp. 166-171.

ゼロエミッションエネルギーシステム適合分子としての 低炭素型ボロントレース分子の設計開発

堀 均¹, 多田 竜¹, 宇都義浩¹, 中田栄司², 森井 孝², 増田 開²

¹徳島大学大学院 STS 研究部ライフサイエンス部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究目的

本研究「ゼロエミッションエネルギーシステム適合分子としての低炭素型ボロントレース分子の設計開発」の目的は、ゼロエミッションエネルギーである中性子源を利用し、その力学的エネルギーを発生する分子として、BF₂誘導化クルクミノイド UTX-51 (図 1) を分子設計することである。本化合物は、含有する 約20%の B-10 の中性子捕捉能による莫大なエネルギーによる分子破壊力と放出される即発ガンマー線による高感度トレーサビリティ機能をもつ、全く新しい次世代低炭素型医薬品である。この結果、ラジオアイソトープ標識化合物を全く使用しない世界が実現し、しかも中性子の平和利用技術としての社会的ニーズに高めることができる。このボロントレース分子の分子破壊力を利用した医療技術、すなわち中性子力学療法 (Neutron Dynamic Therapy; NDT) が実現する。本年度は貴研究所の小型中性子源を利用し、UTX-51の牛血清アルブミンBSAをターゲット分子に対するNDT実験を実施した。

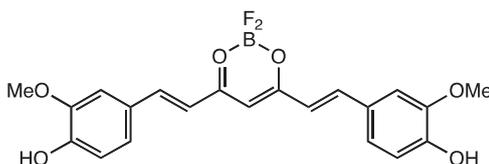


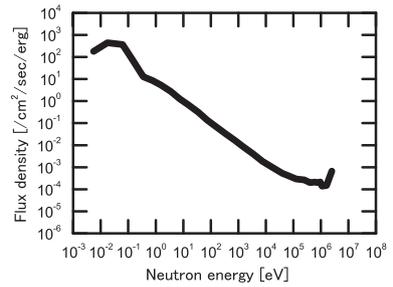
図 1. BF₂誘導化クルクミノイド UTX-51の化学構造

2. 実験方法

BF₂誘導化クルクミノイド UTX-51 (図 1) の分子設計は、ボロントレース分子スキャフォールドとしてクルクミノイドを選び、ホウ素原子を埋め込むべく、分子軌道法計算によるモレキュラーモデリングにより構造最適化し、化学合成した。ホウ素原子導入試薬は B-10 濃縮せず天然存在比の一般的試薬 BF₃・Et₂O を用いた。UTX-51 はファルマコダイナミクスに影響を及ぼさないホウ素原子結合環境を考慮して設計したクルクミノイドボロントレース分子である。ターゲット分子としては、照射用サンプルは、化学量論的に異なる UTX-51 (MW: 416.18)と牛血清アルブミン BSA (MW: 66 kDa)の混合溶液およびコントロール溶液を調製した。つまり、BSA (M.W.66kDa) 6.6 mg を 5ml の mQ に溶かして 20μM stock を調製し、テフロンチューブ計 8 本に 100μl ずつ加えた。サンプル No.1 と No.4 には mQ を、サンプル No.2 には DMSO を 100 μl ずつ加えそれぞれ全量を 200μl とした。UTX-51 (M.W.416.18) 8.3 mg を 2ml の DMSO に溶かして 10mM stock を調製し、サンプル No.3 とサンプル No.6 にそれぞれ 100μl ずつ加えた。サンプル No.7 に 10 mM stock を DMSO で 10 倍希釈して 100 μl 加え、サンプル No.8 にはさらに 10 倍希釈したものを 100 μl 加えそれぞれ全量 200μl とした。サンプル No.5 はクルクミン(M.W.368.38)7.4 mg を 2 ml の DMSO に溶かして 10 mM stock を調製し、サンプル No.5 に 100 μl 加え全量 200 μl とした。

サンプルの中性子照射には、京大エネルギー理工学研究所南 3 号棟に設置されている放電型核融合中性子源を用いた。この中性子源は、DD 核融合反応により定常的に 2.45 MeV 単色中性子を発生す

図2 サンプル位置における中性子のエネルギースペクトル



る直径 25cm の球形真空容器と、この周囲を覆う球殻状の冷却水層（厚さ：照射方向（下方）は 7 mm、他の方向は 47 mm）からなる。冷却水は中性子の減速材を兼ねている。モンテカルロ計算によるサンプル位置での中性子エネルギー分布を図 2 に示す。中性子源の真下の床面に鉛ブロック、その上にサンプルを配置し、中性子源中心とサンプルとの距離は 35cm とした。UTX-51 および BSA の混合物およびコントロールからなるサンプルの 5 本を 8 時間連続照射した。

3. 結果および考察

放電型核融合中性子源を用い、ターゲット分子として血清タンパク BSA に対する 8 時間照射での破壊実験を行った。その結果、2 nmol BSA に対し 100 nmol 以上の UTX-51 を用いた場合、SDS-PAGE 電気泳動により、バンドは検出限界以下であり（図 3）、ターゲット分子の破壊を確認した。

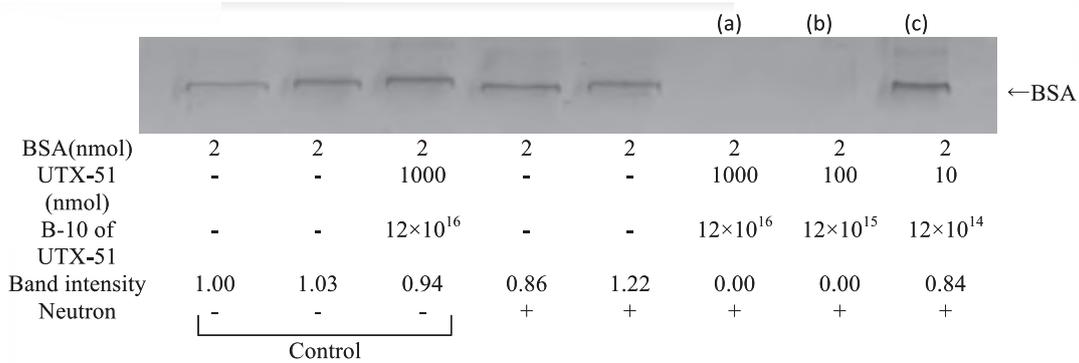


図 3. Dynamic effects of boron tracedrug UTX-51 to BSA under 8h neutron irradiation condition using an IEC fusion device as a compact D-D neutron source; UTX-51: 10, 100, 1000 nmol ; BSA: 2 nmol. Ten-fold diluted BSA treated with a boron tracedrug UTX-51 on SDS-PAGE gel stained with Coomassie Brilliant Blue (CBB) and band intensity. Band Intensities were measured with SWEDAY Just TLC soft (Control=1.00). (a) $^{10}\text{B}:\text{BSA}=100:1$; (b) $^{10}\text{B}:\text{BSA}=10:1$; (c) $^{10}\text{B}:\text{BSA}=1:1$.

4. 結論

中性子捕捉により莫大なエネルギーを産生する分子を設計したボロント्रेस分子 BF_2 誘導化クルクミノイド UTX-51 は、放電型核融合中性子源からの照射により、ターゲット分子・血清タンパク BSA を分子破壊することを確認した。今回の結果は、放電型核融合中性子源による NDT の実用化に向けた第一歩であると考えている。

高熱伝導性を有する鉄鋼系複合材料の創製

橋本直幸¹, 本間尚寛², 檜木達也³, 木村晃彦³

¹北海道大学大学院工学研究院材料科学部門

²北海道大学大学院工学院

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究目的

本研究は、鉄鋼材料に微量のカーボンナノチューブなどを添加して、熱伝導率を飛躍的に向上させた複合材料を開発するものである。二酸化炭素排出量を大幅に削減（ゼロエミッション）できる核融合実証炉におけるダイバータ用構造材料の第一候補である低放射化フェライト/マルテンサイト鋼（～60W/mK）よりも熱伝導率が高い材料を用いることによって、第一壁およびプラズマ対向材料が受ける熱を効率よく逃がすヒートシンクとしての役割を有する新規の構造材料を創製する。

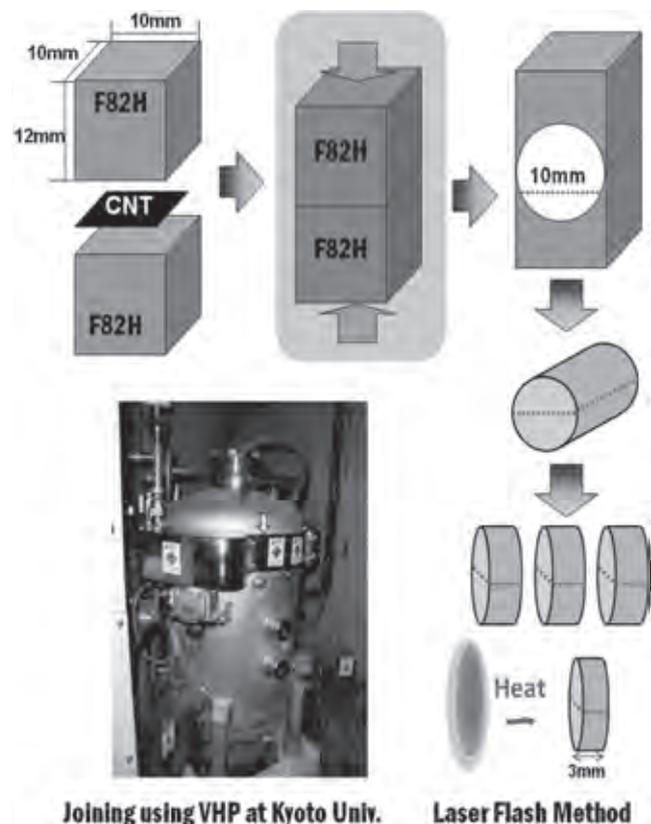
近年応用研究が進んでいるカーボンナノチューブは熱伝導率が極めて高い（理論値約 6000W/mK）ことから、これをフィラーとして鉄鋼材料中に配向して添加すれば熱伝導率が大幅に高められるとが期待されるが、ナノチューブ繊維が極めて微細なことが難点となる。本課題では、添加するフィラーとして、カーボンナノチューブとより繊維が太い気相成長カーボンファイバー（VGCF）を併用し、配向性を確保して母材中あるいは接合界面に分散し、熱伝導率が高く、かつ良好な機械的特性を維持した複合材料を作製することを目指す。

2. 実験方法

純鉄を供試材とし、10mm×10mm×5mm に加工成形後、接合面を研磨し鏡面とした。高熱伝導体である CNT を接合面に配置し、真空ホットプレス（VHP）より接合した。接合体の一部を直径 10mm のディスクに加工し、レーザーフラッシュ法により熱伝導率測定した。また、接合体の断面を切り出し走査型電子顕微鏡（SEM）及び、エネルギー分散 X 線分光法（EDS）により微細組織解析を行った。左に、実験方法の概略を示した。

3. 結果および考察

純鉄と CNT を接合した試料の熱伝導率の変化を図 1 に示す。これによると、CNT を添加することで試料全体の熱伝導率が向上することが示唆された。次に、接合界面付近に存在する CNT の SEM 画像を図 2 に示す。これによると CNT は単分散状態で鉄素地中に存在しておらず、今回の CNT 含有量の範囲では熱伝導性に有効なネットワーク構造を形成するには至っていないため、CNT 分散方法の改善および CNT 添加量を増加させることで更なる熱伝導率の向上が見込まれる。



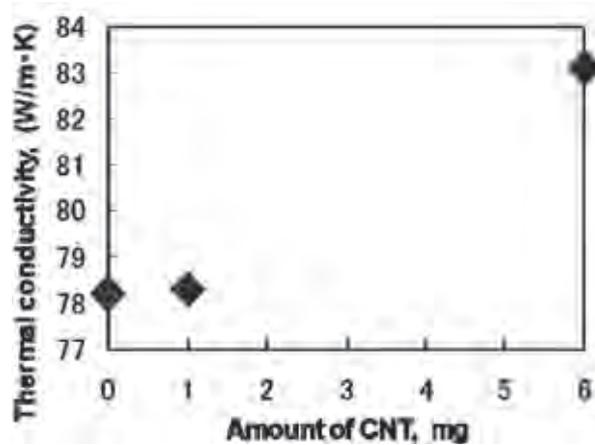


図 1.CNT 添加量に伴う熱伝導率の変化

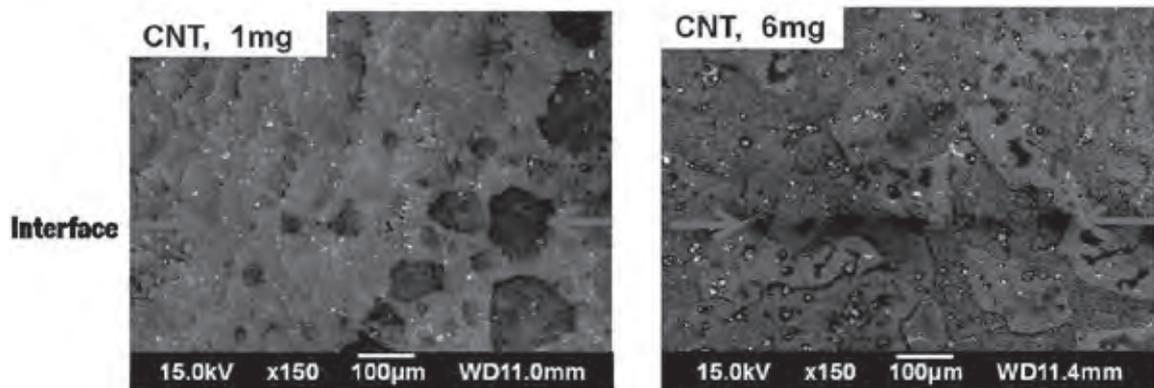


図 2.接合界面付近に存在する CNT

4. まとめ

接合界面に多層 CNT を挟んだ純鉄を真空ホットプレスを用いて接合することに成功し、界面に炭化物或いはグラファイトと思われる析出物が存在したものの、接合状態も概ね良好であった。この接合により純鉄の熱伝導率の僅かな上昇がみられ、CNT の配向状態を改善することによりさらなる向上が見込まれる。

[口頭発表リスト]

本間尚寛,橋本直幸,大貫惣明“高熱伝導性を有する DEMO 炉用鉄系複合材料の創製-2”, 日本原子力学会秋の年会, 2012年9月19日, 広島大学

爆接による核融合炉ダイバータ素子の開発

外本和幸¹, 森園靖浩², 森大知³, 笠田竜太³, 小西哲之³

¹熊本大学衝撃・極限環境研究センター

²熊本大学工学部

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究の背景・目的

核融合炉の開発には、過酷な高熱粒子束および中性子照射に耐えるダイバータの実現が不可欠である。ダイバータの最表面領域の材料構成としては、プラズマ対向材料としてタングステンを表面に被覆した低放射化構造材料（フェライト鋼、ODS 鋼、SiC 複合材料等）を用いることが想定されており、これらの異材接合の開発が不可欠である。これらの低放射化構造材料の中で、フェライト鋼や ODS 鋼については、ろう付けや固相拡散接合等の冶金学的接合法や、プラズマ溶射法等の手法がタングステンとの異材接合法として用いられているが、比較的高い接合温度を要するためにタングステンと鉄の熱膨張率の違いによって生じる熱応力によって接合部付近で破断する場合が見られる。

このような接合時の熱応力発生を低減するために、爆発接合（爆接）は接合面での温度上昇時間が極めて短時間であるために、有効な手法であると考えられる。爆発圧接（爆接）法は、爆薬が爆発する際に発生する高圧力を利用して、被覆材を加速飛翔させ、基材に衝突、接合させる接合法である。接合強度が強く、多くの金属の組み合わせで接合が可能であるなどの特徴が挙げられる。特に、外本らによって開発された水中爆発圧接法は、水という均質な媒体での衝撃波を利用することにより、空気中で行う通常法に比べ非常に短い距離で飛翔板を高速度に均一に加速することができるという特徴があり、タングステンのような脆性材料への適用も可能であると考えられる。このような研究は、核融合工学・材料研究の世界的拠点である京都大学エネルギー理工学研究所と、国内の大学では唯一爆接実験が可能な総合実験施設を有している熊本大学衝撃・極限環境研究センターとの実質的共同研究によって初めて実施可能なものであり、共同利用・共同研究を実施する意義は大きい。

本共同研究では、京都大学エネルギー理工学研究所の電子顕微鏡設備等を用いて、接合界面の形態や元素分布や硬さ分布を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

熊本大学衝撃・極限環境研究センターにおいて、水中爆接実験を実施した。図 1 に用いたセットアップの模式図を示す。用いた材料は、低放射化フェライト鋼である F82H 鋼とタングステンである。エネルギー理工学研究所において、接合後の断面硬さ分布をナノインデンテーション装置（Nanoindenter G200）によって評価した。

3. 結果および考察

図 2 に接合断面部の SEM 像を示す。接合界面部に爆接特有の波状組織が見られる。また、コントラストの違いから中間層の形成が示唆される。図 3 に接合断面部のナノインデンテーション硬さ分布を示す。連続剛性測定から荷重 7mN の時のナノインデンテーション硬さを抽出し、界面からの距離に対してそれぞれの距離で 6 点計測した結果をプロットした。接合界面付近に形成したと考えられる中間層領域は数 μm 程度の厚さのために、ナノインデンテーション硬さ試験において確実に捉えることは困難であるため、界面付近のデータ取得数は 11 点とした。界面付近の硬さ分布は、中間層領域の硬さが F82H 鋼とタングステンの中間にあり、ラーベス相やマルテンサイト変態による硬化は生じていないことを示している。

このように、平成 24 年度においては、低放射化フェライト鋼 F82H とタングステンとの爆接を世界で初めて実施し、接合体を得ることに成功した。また、ナノインデンテーション硬さ分布や波状界面組織の形成から、良好な接合強度を有していることを示している。次年度は、ダイバータや第一壁環境を考慮した熱衝撃試験等を実施するとともに、接合界面組織形成のメカニズムを明らかにし、更な

る改良を進めていく予定である。

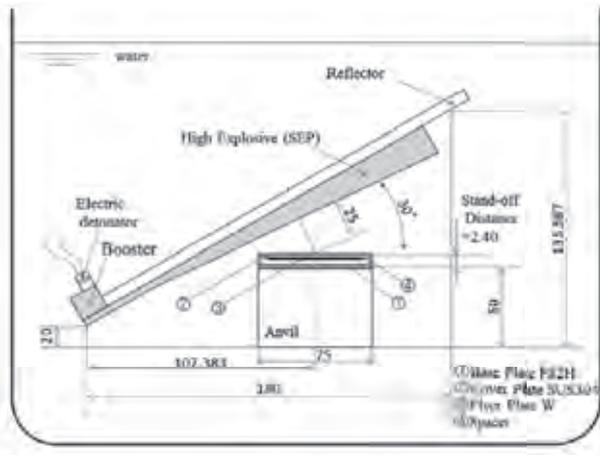


図1 水中爆接実験におけるセットアップの模式図

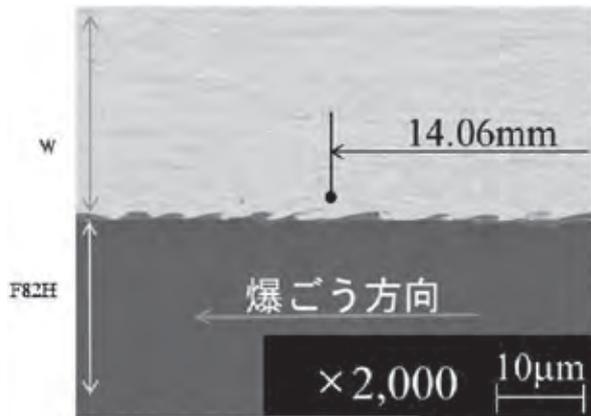


図2 接合境界近傍のSEM像

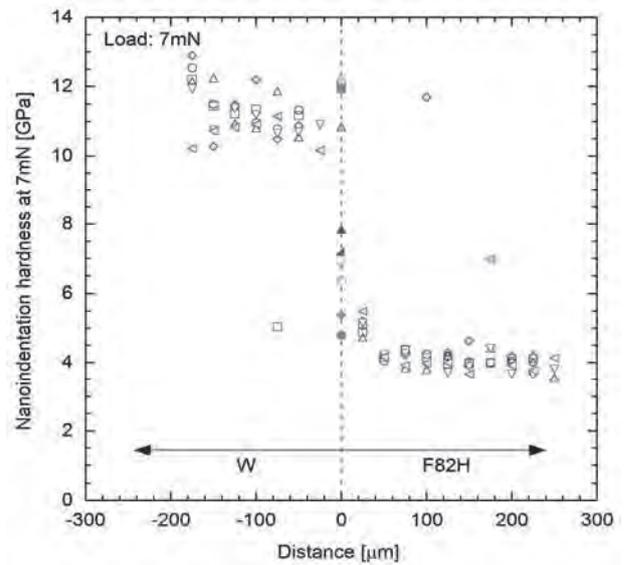


図3 接合境界部付近の硬さ分布

4. 本年度 発表リスト

[1] 森 大知, 笠田 竜太, 小西 哲之, 森園 靖浩, 外本 和幸, 「核融合炉第一壁コンポーネントへのタングステンの水中爆発溶接に関する研究」, プラズマ・核融合学会年会, 平成 24 年 11 月 24 日, 福岡県春日市. (ポスター)

植物バイオマスの酵素糖化に関する研究

澤山茂樹¹, 小瀧 努²

¹京都大学大学院農学研究科, ²京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

サトウキビやトウモロコシ由来の糖デンプン系バイオエタノールは、食料や飼料との競合が問題となっている。そこで、第二世代バイオ燃料として、リグノセルロース系植物バイオマスを糖化後エタノール発酵して、バイオエタノールを生産する技術の研究開発が進められている。糖化工程には、セルラーゼやヘミセルラーゼなどの加水分解酵素を使用する酵素法が有望と考えられている。しかし、セルロース系原料の酵素処理は、デンプン系に比べ酵素使用量が多く、酵素コストが過大になることが実用化の障害の一つとなっている。水熱処理、アルカリ処理、メカノケミカル処理などの前処理法の最適化により、酵素投入量を削減する研究が進められている。

セルロース系糖化酵素の生産者としては、糸状菌や細菌が知られているが、生産性が高く実用化に近いのは *Trichoderma reesei* に代表される糸状菌で、酵素コスト削減のためには糸状菌の酵素生産性向上も重要である。そこで、長年突然変異法を用い、高セルラーゼ生産性糸状菌変異株の取得が試みられてきた。私たちの研究グループでは独立行政法人産業技術総合研究所バイオマスリファイナリ研究センターと共同で、産総研の山辺博士らが単離した高セルラーゼ生産糸状菌 *Acremonium cellulolyticus* の研究を進めている (1)。産総研では *A. cellulolyticus* について突然変異株の取得も進められているが、今後は遺伝子操作により糖化酵素生産性を向上させる研究が重要と考えている。そのために、ゲノム解析や遺伝子導入・破壊技術の研究が進められている (2)。

当該共同利用・研究では、ゼロエミッションエネルギーシステムの1つとして、バイオエタノール等の原料となる植物バイオマス由来の単糖の生産について研究を行っている。糸状菌の分子育種により、最終的には効率よくセルラーゼ等の糖化酵素を生産するために、遺伝子操作の基盤的な技術の研究を行う。エネルギー利用過程研究部門には、遺伝子導入装置など糸状菌の分子育種に不可欠な共同利用機器があり、キシロース発酵酵母の分子育種など関連する専門的な技術・知識が蓄積されており、共同利用・共同研究を実施することにより研究の進展が期待される。

2. 実験方法

形質転換には、産総研で開発された *A. cellulolyticus* Y94 株のウラシル要求株を用いた。マーカーとして *pyrF* (*ura5*)、遺伝子発現のためのプロモーターとターミネーター配列を持つベクター *pbs-pyrF* を、非相同組換え遺伝子破壊用ベクターとして用いた。形質転換には PEG 法を用い、ウラシル要求性を相補する株を選択した。*pbs-pyrF* が非相同組換えによりゲノムに挿入され、不特定遺伝子の破壊株を作成することができる。形質転換体の液体培養には、PD 培地を用いた。共同利用の機器としては、エネルギー利用過程研究部門の共同利用設備・機器としてあげられている、遺伝子導入装置やクリーンベンチ等である。

3. 結果と考察

A. cellulolyticus においては、抗生物質ハイグロマイシンをマーカーとして用いた形質転換法に加え、栄養要求性相補を利用した形質転換法が報告されている (3)。今回 *pbs-pyrF* を不特定遺伝子の

破壊を目的に *A. cellulolyticus* に形質転換したところ、得られた形質転換体は1株を除いて元株と同様に培養液は白色を呈していたが、1株は明らかに赤色を呈していた（図1）。*A. cellulolyticus* は相同組換えが起きにくいことが分かっているので、今回得られた形質転換体は確認はできていないがいずれかの遺伝子が破壊された可能性が高いと考えられる。酵母や糸状菌ではアデニン合成系の *ade2* 遺伝子が破壊されると、コロニーが赤くなることが報告されており、今回得られた赤色を呈す形質転換体もアデニン合成系遺伝子が破壊された可能性がある。今回得られた赤色物質生産形質転換体は、変異遺伝子が特定できれば、新たなマーカーを用いた形質転換系の宿主株としての利用が考えられる。



図1. 高セルラーゼ生産糸状菌 *Acremonium cellulolyticus* 培養液 左：元株、右：形質転換株

さらに、形質転換プロトプラストをアデニンを含まない最少培地に塗布したところ、通常と比べて生育が遅いコロニーが1株得られた。当該コロニーをアデニンを含む最少培地に植え継いだところ、コントロールと同様なコロニー成長を示した。また、当該コロニーをアデニンを含まない最少培地に植え継いだところ、コントロールと比べて低密度で菌糸が成長したコロニーが得られた。これらのことから、当該形質転換体はアデニン要求性株であることが推定される。当該コロニーは、赤色を呈することはないが、アデニン要求性をマーカーに使用できる宿主としての利用が考えられる。

4. 終わりに

将来的にバイオマスシュガープラットフォームを産業化していくためには、糸状菌のセルラーゼ等糖化酵素生産性を向上させ、酵素コストの低減を図ることが重要と考えられる。

参考文献

- (1) Fujii, T., Fang, X., Inoue, H., Murakami, K. and Sawayama, S. Enzymatic hydrolyzing performance of *Acremonium cellulolyticus* and *Trichoderma reesei* against three lignocellulosic materials. *Biotechnol. Biofuels*, 2:24 1-8 (2009).
- (2) Kanna, M., Yano, S., Inoue, H., Fujii, T. and Sawayama, S. Enhancement of beta-xylosidase productivity in cellulase producing fungus *Acremonium cellulolyticus*. *AMB Express*, 1:15 1-8 (2011).
- (3) Fujii, T., Iwata K., Murakami, K., Yano, S., and Sawayama, S. Isolation of uracil auxotrophs of the fungus *Acremonium cellulolyticus* and the development of a transformation system with the *PyrF* Gene. *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, 76, 245-249 (2012).

DNA ナノワイヤトランジスタに関する研究

山名一成¹, 松尾直人¹, 森井孝²

¹兵庫県立大学大学院工学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

従来の CMOS 回路での作製はトップダウン手法で行われる事から微細化が進むに従い作製プロセス上の困難は益々大きくなり、ULSI (ultra-large scale IC) の研究開発は集積度が 1.5 年で約 2 倍というムーアの法則 (Moore's Law) がもはや成立しない段階に到達している¹⁾。CMOS のゲート長が 20nm 世代においては、Si に代わる材料の出現が期待されている。DNA は、遺伝情報の根幹を担う生体高分子であるとともに、相補的な塩基認識に基づく自己集合により複数の核酸塩基対が π スタックナノワイヤ構造を形成する分子材料として有望である。このようなユニークな構造をもつ DNA は、半導体の性質を有することが示唆されてきた。従って、この特徴を生かすことで DNA 分子が電子・ホールキャリアとして働く分子トランジスタの創成が可能であると考えられる。

デオキシリボ核酸 (DNA) は電流を流す性質を持ち、さらに自己組織化によってナノ構造体を形成する事から、カーボンナノチューブやグラフェン同様に、Beyond CMOS の材料として魅力を秘める²⁻⁵⁾。更に、DNA は半導体としての性質があり、無機半導体と同様にゲート電圧を変化させることで、トランジスタ特性を示すことが知られている。我々は DNA のトランジスタ特性と、電荷保持特性がある事を報告した^{6, 7)}。本研究では、DNA チャンネル/SiO₂/Si (ゲート) 構造における電荷保持機構について検討を行った。

2. 実験

Fig.1 に作製した電極の模式図を示す。シリコン 3 端子電極を用いて DNA デバイスの作成とその評価を行った。ソース-ドレイン電極長は 120nm のものを中心に検討した。DNA をこれらのギャップ間に架橋するため、シリコン電極表面をヒドロシレーション法によりエポキシ化を行い、 λ -DNA をテンプレートに 5'末端をジスルフィドで修飾したプライマーを用いて末端をチオール修飾した 400 量体 DNA (~120nm) を調整した。ギャップへの DNA の架橋は、室温中性水溶液中でチオール-エポキシ間の反応を利用して行った。Si 電極間を 400 塩基対 (bp)(136 nm) の長鎖 SH-DNA により接続し、ゲート電極にリフレッシュ電圧を印加し、リフレッシュ特性の変化を調べた。

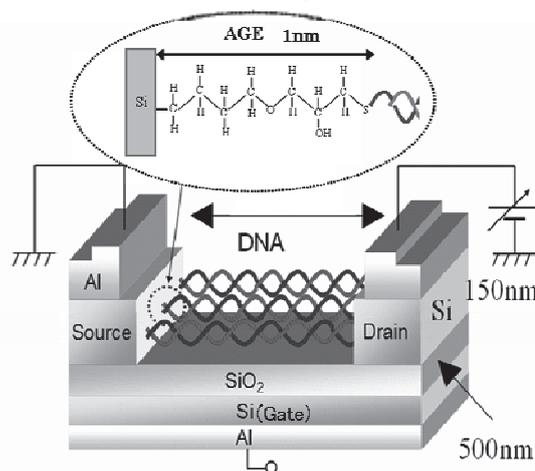


Figure 1. Schematic description of DNA memory FET (field effect transistor)

3. 結果と考察

Fig.2 はドレイン電流増加分 ΔI_d のリフレッシュ有無での測定くり返し依存性を示す。測定と測定の間にリフレッシュ電圧として $V_g = -20V$ 、 $-50V$ をそれぞれ 30 秒間負荷した。電流値の変化は $V_g = -20V$ では測定毎の増加量が小さく、 $V_g = -50V$ では測定毎に減少が見られた。これは DNA 内にトラップされた電子が大きいゲート電圧を印加することによりデトラップしたため、元の状態近傍に回復したと考えられる。この結果から DNA 内部には電子のトラップが多数存在することが考えられる。また、その Refresh の効果は電圧の大きさと印加する時間に影響されると考えられる。

DNA を構成する 4 塩基中でグアニンが最もイオン化ポテンシャルが小さいため正孔を作りやすい。グアニンに電子がトラップされることによりグアニンで生じた正孔が伝導することが DNA 内の電気伝導の主な因子になっている。I_d-V_d 特性のドレイン電流変化率に極値が観測されており、その理由は、グアニンにトラップされた電子がチャンネル中の電界によりデトラップされ、電子と正孔の再結合を生じ、質量作用の法則により正孔注入が増加したからと考えられる。Fig.3 は DNA 内の電荷の流れを模式的に表したものである。グアニンで生じた正孔や、Si 電極から 1nm 程度の厚さを持つ AGE をトンネル注入された正孔は、グアニン・シトシン上を流れ、少数キャリアとして DNA 内を伝導する。アデニン・チミンで形成された電子は、グアニン内の電子トラップ準位に捕獲される。又は、正孔と再結合し、電子電流は観測されない。このトラップ準位が電荷保持のオリジンと考えられる。

4. 参考文献

- (1) International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS) 2009 Edition.
- (2) B. Xu, P. Zhang, X. Li, and N. Tao, *Nano Lett.* 4, 1108 (2004).
- (3) R. Martel, H.-S. Philip Wong, K. Chan and P. Avouris, *IEEE International Electron Device Meeting (IEDM) Tech. Dig.*, 159-162 (2001).
- (4) K. Nagashio, T. Nishimura, K. Kita and A. Toriumi, *IEEE International Electron Device Meeting (IEDM) Tech. Dig.*, 2009, 565-568.
- (5) M. D. Ventra, M. Zwolak, *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology* 2, 475 (2004).
- (6) 高城祥吾, 松尾直人, 山名一成, 部家彰, 高田忠雄, 坂本憲児, 横山新, 第 71 回応用物理学会学術 q A 講演会予稿集 16a-R-9 (2010).
- (7) Takagi, S.; Takada, T.; Matsuo, N.; Yokoyama, S.; Nakamura, M.; Yamana, K. *Nanoscale*, 4, 1975 (2012).

[発表リスト]

前野尚子, 松尾直人, 高城祥吾, 部家彰, 高田忠雄, 山名一成, “DNA メモリートランジスタの電荷保持機構の検討”, 応用物理学会, 2012 年 9 月 11 日~14 日, 愛媛大学城北地区・松山大学文京キャンパス, ポスター

[論文発表リスト]

Naoto Matsuo, Shyogo Takagi, Kazushige Yamana, Akira Heya, Tadao Takada, and Shin Yokoyama, “Electrical Property of DNA Field-Effect Transistor: Charge Retention Property”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 51, 04DD13, 2012, 発行済

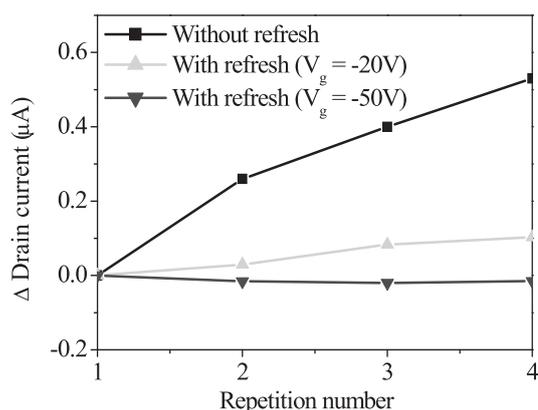


Figure 2. Dependence of ΔI_d on repetition number with and without refresh.

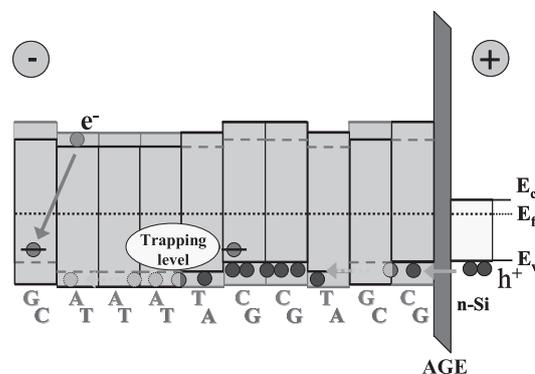


Figure 3. Schematic representation of conduction and memory mechanism in the DNA.

超省エネルギー素子を目指す極細炭素細線の ビルドアップ手法の開発

中江隆博¹, 坂口浩司²

¹愛媛大学大学院理工学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

目的 グラフェンナノリボン (GNR) は、有限幅を持つ二次元のグラフェン構造を持つ、化学の言葉で言う縮環性導電性高分子である。シリコンを凌駕する超低消費電力・高性能の半導体として期待されているが、炭素間結合、ラジカル重合、脱水素縮環反応などの高エネルギー反応を必要とするため、その合成が困難であった。近年、微細加工技術の進展に伴い、グラフェンの微細加工や CNT 開裂などのトップダウン法による GNR の合成法が報告されている。しかし、大量合成が困難であり、また微細加工の限界を超える極細分子幅やエッジ構造を規制した GNR の合成技術の開発が未解決の課題として残っている。これらの問題を解決するブレークスルーを実現するためには、設計した構造を持つ有機合成分子原料を基板表面上で組み上げるボトムアップ合成法の開発が不可欠である。

実験方法 愛媛大学グループが GNR の原料分子の化学合成を行い、京都大学グループで、化学気相成長法 (図 1)、電気化学重合による GNR 表面合成 (図 2) の検討、及びデバイス作成と評価を行った。また両グループの実験結果をフィードバックすることで原料分子改良の指針とした。

実験結果

1. ラジカル重合型化学気相成長法 これまで、GNR のボトムアップ合成法として、超高真空中でハロゲンを含むアントラセン誘導体を 400 °C に加熱した金属単結晶基板に蒸着し、ラジカル反応を起こしてアームチェアエッジ GNR へ重合させた研究が報告されている (J. Cai *et al. Nature* **2010**, 466, 470.)。短寿命のラジカル活性種の分子間反応を行うために 10^{-10} Torr という超高真空条件が必要であり、反応効率が低く単層 GNR しか形成できていない。我々は、ラジカル重合型の新しい化学気相成長法を開発した。熱反応管に原料分子を吹き付け、管表面から反射・発生する短寿命のラジカル活性種が時空間的に濃縮される界面に Au(111) 基板を置くことによって、従来に無い高い効率での GNR 大量合成法を見出した。この方法により、従来、超高真空が必要、かつ単層でしか

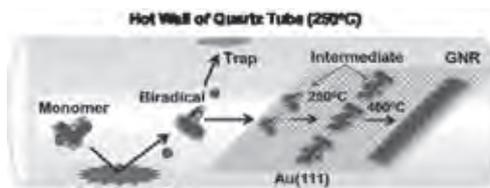


図 1. ラジカル重合型化学気相成長法による GNR 合成の概念図

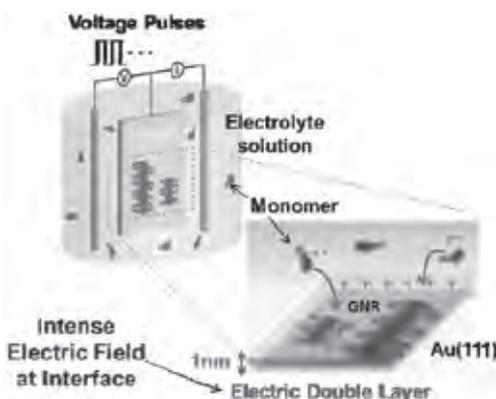


図 2. 電気化学表面重合法による GNR 合成の概念図

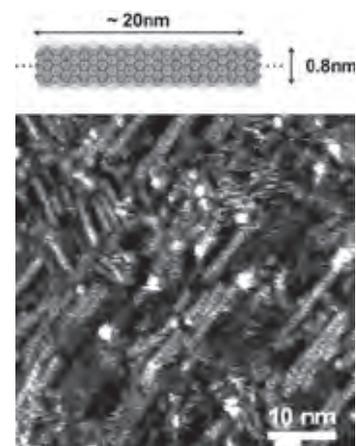


図 3. ラジカル重合型化学気相成長法で作成したアントラセン分子幅グラフェンナノリボン

できなかった GNR 表面合成を、1 Torr 程度の低真空から大気圧条件下において、多層合成を初めて実現した (図 3)。更に、GNR の様な高分子材料では困難であったデバイス形成のプロセスを開発し、ボトムアップ法で合成した GNR の初めての単離を達成した (図 4)。表面酸化シリコン上に作成したボトムアップ合成グラフェンナノリボン電界効果トランジスタの I-V 特性の評価に成功し、バイポーラ特性、最高 $4.1 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ の移動度の計測に成功した (図 5)。今後の最適化により更なる性能向上が期待される。また、異なるハロゲン化芳香族炭化水素分子としてジプロモペリレンを用いることで、最小幅のアームチェアエッジ GNR であるポリペリナフタレンを合成することにも初めて成功し (図 6)、従来分からなかった GNR の種々の物性を明らかにした。

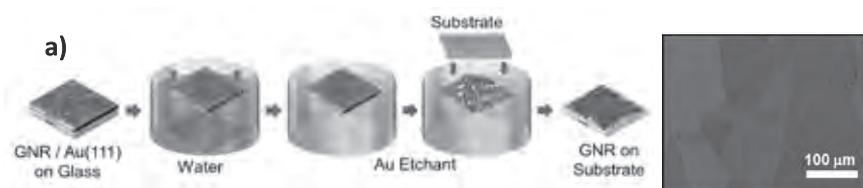


図 4. ラジカル重合型化学気相成長法で作成したボトムアップ型 GNR の単離 a) GNR 単離プロセスの模式図. b) 単離した GNR の光学顕微鏡像.

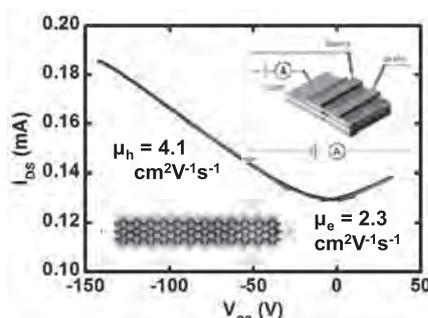


図 5. ボトムアップ合成したアントラセン幅 GNR の電界効果トランジスタ特性

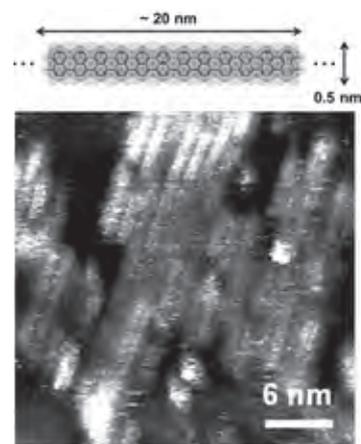


図 6. ラジカル重合型化学気相成長法で作成したナフタレン分子幅グラフェンナノリボン

2. 電気化学表面重合法 坂口グループが開発した、電気化学を用い固液界面で 1 本の導電性高分子を長さ・密度・方向・形を電気パルス印加により制御しながら大面積に形成させる細線合成法“電気化学エピタキシャル重合”を GNR 合成に適用した。電極界面で酸化を受けて発生するカチオン活性種へ、溶液から供給されるモノマーが反応する。電界反応条件で直接共役拡張が進行することによって GNR の成長反応を一段階で行うことができた。アルコキシ基を導入したナフタレン誘導体をモノマーとして用い、最長で長さ 50 nm の GNR (ポリペリナフタレン) の電気化学合成と直接観察に成功した。本手法は、**室温での GNR 合成に初めて成功した。**

[学会発表リスト]

- ・山元朋毅, 仲淵龍, 萩原宏紀, 矢野真葵, 中江隆博, 坂口浩司, “電気化学エピタキシャル重合により作製したグラフェンナノリボンの STM 観察“, 第 61 回高分子討論会, 2012.9.19-21, 名古屋, 口頭発表.
- ・坂口浩司, 中江隆博, “電気化学プログラム自己組織化-ナノ炭素高分子の電気化学表面合成“, 新学術領域研究「分子ナノシステムの創発化学」第 4 回全体会議, 2012.8.17-18, 長野, 依頼講演.
- ・坂口浩司, 中江隆博, “ナノ炭素高分子の新規表面合成法の開発“, 新学術領域研究「分子ナノシステムの創発化学」領域終了シンポジウム, 2013.2.1-2, 東京, 依頼講演.
- ・T. Nakae, R. Ohnishi, Y. Kitahata, H. Sato, S. Mori, T. Okujima, H. Uno, H. Sakaguchi, “Synthesis of Iodinated Fused Aromatics by Multiple Cyclization using AuCl Catalyst“, GOLD2012, 2012.9.5-8, 東京, ポスター.
- ・中江隆博, 坂口浩司, 錯体化学討論会 招待講演 (2013.11 予定)
- ・他 国内学会 ポスター発表 12 件.
近く 2 件の論文投稿準備中.

細胞内エネルギー代謝シグナルの可視化を目指した 蛍光プローブ開発

佐藤慎一¹, 平田直¹, 領田優太¹, 中田栄司², 田村友樹², 森井孝²

¹京都大学物質-細胞統合システム拠点

²京都大学エネルギー理工学研究所

【研究背景と目的】

近年、RNA があらゆる生命現象に関与していることが明らかとなっており、RNA を研究することは、生命現象の全貌を明らかにする上で極めて重要な課題として位置付けられている。細胞内の RNA の動きを見ること、すなわち RNA の時空間的な細胞内挙動を視覚的に捉えることは、RNA の細胞内での働きを理解するための重要な知見を得ることにつながる。しかしながら、内在性 RNA をライブイメージングするためのツールに乏しいなど技術面の難しさから、細胞内における RNA の動的・空間的な制御機構の大部分は未だ謎に包まれているのが現状である。本研究では、培養液に添加するだけで mRNA の生細胞内動態を観察可能な蛍光化合物プローブとそれを認識する RNA アプタマーを利用した RNA イメージング法の開発を目指す。

これまでに申請者は、種々の蛍光波長で標的 RNA を検出可能な小分子蛍光プローブの開発を行ってきた [Chem. Commun., 47(16), 4712-4714, (2011)]。このアプローチでは、まず、蛍光クエンチャー BHQ1 分子に親和性を有する RNA アプタマーを選出する。この RNA アプタマーは、BHQ1 により消光されている「蛍光基-BHQ1 プローブ」の BHQ1 部分に結合し、BHQ1 のクエンチャーとしての機能を無効化することで、プローブの蛍光を回復させる。BHQ1 は幅広い波長領域の蛍光を消光する性質を持つため、様々な「色」の蛍光で標的 RNA アプタマーを検出することが可能となった (図 1)。本研究では、BHQ1 認識 RNA アプタマーに配列認識能を付加することで、内在性 RNA 検出が可能な方法論への改良を目指した。

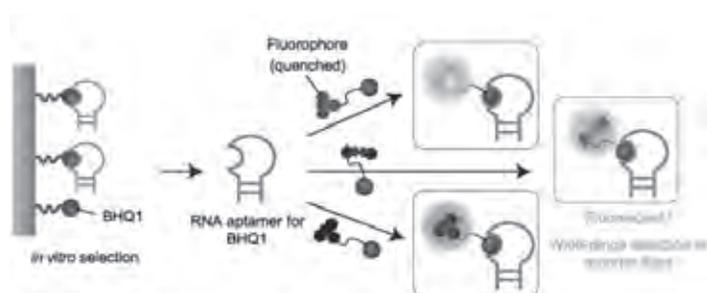


図 1. 蛍光化合物プローブと RNA アプタマーを利用した RNA イメージング法

【方法と実験結果】

: RNA アプタマーの最適化:

BHQ1 認識 RNA アプタマーは、BHQ1 認識ループとそのループ構造を安定化するステム構造からなる。この RNA アプタマーはステム構造を短くすると、BHQ1 認識ループが不安定化し、BHQ1 の結合能が失われる。この性質を利用して、ステム構造を RNA 認識アームに置きかえることで、標的 RNA

存在下でのみ BHQ1 認識ループが安定化し、BHQ1 を捕えることができるように RNA アプタマーユニットを設計した。

このモデルを検証するため、設計した RNA 認識アームを持つ RNA アプタマーと BHQ1 プローブの混合液に、25 塩基からなる標的 RNA を加えることにより、BHQ1 プローブの蛍光強度変化を評価した。BHQ1 プローブ単独の蛍光（図 2 - 黒×）と RNA アプタマー存在下での BHQ1 プローブの蛍光（図 2 - 青○）の強度に変化はなく、RNA アプタマーが BHQ1 プローブを捕える性質を失っていると考えられた。しかしながら、標的 RNA 存在下では BHQ1 プローブの蛍光が回復し、BHQ1 プローブ単独の蛍光と比較して約

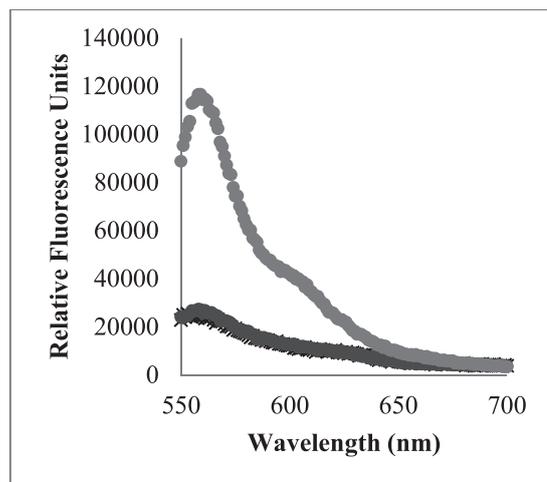


図 2. 標的 RNA の配列選択的ラベル化

5 倍の強度の蛍光が観察された（図 2 - 赤○）。この結果は、RNA 認識アプタマーが標的 RNA を配列選択的に認識して、標的 RNA 上で安定な BHQ1 認識ループ構造を形成し、BHQ1 プローブを捕える性質が回復したことを示唆する。本実験により、任意の RNA 配列に対して蛍光ラベルする方法論の土台が確立できたと考えられる。利用した RNA アプタマー・標的 RNA は DNA テンプレートから転写することにより調整しており、共同利用機器 DNA シーケンサーによりその配列を確認した。

： RNA 認識アームを持つ RNA アプタマーの配列選択性の評価：

本研究の最終目標は、生細胞での内在性 RNA イメージングにある。細胞内には、リボソーム RNA やトランスファー RNA、mRNA など数多くの RNA 種が存在することから、任意の RNA を特異的にラベルするには、類似配列を識別する極めて高い配列認識能を持つ必要がある。そこで、次に設計・作製した RNA 認識アプタマーの配列選択性を評価した。具体的には、3 種の half specific な標的 RNA (HS RNA) を作製し、HS RNA 存在下・非存在下における RNA アプタマーと BHQ1 プローブの混合液の蛍光強度変化を観察した。その結果、3 種の HS RNA 存在下において BHQ1 プローブの蛍光強度に変化は見られなかった。この結果は、RNA 認識アプタマーの高い配列選択性を示唆しており、生細胞内での内在性 RNA イメージングを可能とすると期待できる。

【本年度 発表リスト】

[口頭発表リスト]

Shin-ichi Sato, 小分子蛍光化合物プローブを用いた生細胞内 RNA 検出法の開発,

第 35 回日本分子生物学会, 2012 年 12 月 11 日, 福岡

[論文発表リスト]

Takemoto N., Suehara T., Frisco H. L., **Sato S.**, Kusamori K., Kawazoe Y., Park S., Yamazoe S., Mizuhata Y., Inoue R., Kanaya T., Tokitoh N., Takakura Y., Nishikawa M., Uesugi M., Small molecule-induced clustering of heparan sulfate promotes cell adhesion, *in revision*

蛋白質を素材とする機能性ナノファイバーの設計と 細胞培養基板への応用

田中直毅¹，和久友則¹，森井 孝²

¹京都工芸繊維大学生体分子工学部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

目的

細胞を人工的環境で培養して増殖、分化を制御する細胞工学の急速な発展は再生医療を現実的なものとしつつあるが、実際に培養細胞から組織を構築して人体に応用するためには、培養細胞の増殖を外部環境により精密に制御する必要がある。本課題ではポリペプチドが形成するナノファイバーであるアミロイド線維を用いて細胞接着のための人工の足場を構築し、細胞増殖基板として応用する研究を行なう。アミロイド線維は神経変性疾患の患者の脳に蓄積する繊維状蛋白質凝集体であるが、線維状凝集体自体には毒性がないことが認識され、近年はその規則構造を利用した機能性ナノ材料として応用する方法が模索されている^[1]。

昨年度は、卵白タンパク質の主成分である卵白アルブミンのs3A領域の断片ペプチドが形成するアミロイド線維がMC3T3-E1細胞の増殖に及ぼす影響を調査した。s3Aアミロイド線維をコートした基板上でMC3T3-E1細胞は凝集塊を形成し、これは線維表面の高密度の正電荷が細胞増殖に影響を及ぼすことが示唆された。この成果に基づき本年度は新たに熱ショックタンパク質 α クリスタリンの部分ペプチドが形成するアミロイド線維による神経細胞の増殖制御を研究した。

結果・考察

α クリスタリンは水晶体内のタンパク質凝集を抑制する機能を有するが、その基質結合部位ペプチド (FVIFLDVKHFSPEDLTVK (α AC (71-88))) は図1に示すアミロイド線維を形成することで同様のシャペロン機能を発現する^[2]。 α AC (71-88) アミロイドがタンパク質と疎水性相互作用を介して結合する機能を利用して、ポリマー表面と細胞表面の双方に親和性を有するペプチドナノファイバーを設計した。

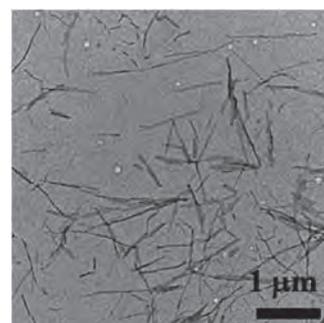


図1. α AC (71-88) アミロイドのTEM画像

細胞培養基板に用いられるポリスチレンはオゾン処理やプラズマ処理によってカルボキシル基を導入して親水化されている場合が多

い。これまでに研究で、アルギン酸を多数有するペプチドがこの親水化ポリスチレン表面に強く結合することが報告されている。さらにこのペプチドは、細胞にも強い親和性を示すことが知られている。これは、アルギニン側鎖のグアニジウム基がカルボキシ基やリン酸基との間に2個の水素結合を介して相互作用するためであると考えられている。

そこで α AC (71-88) 配列の5残基をArgに改変したFVIFLDVRHFRPRDLRVR (α AC (71-88)R5) ペプチドを合成し、そのアミロイド線維形成能および細胞増殖に及ぼす影響を調査した。R5 ペプチ

ドは、緩衝液系では線維形成しなかったが 100 mM NaCl 水溶液に溶解した後、60 °C でインキュベートすることによって図 2 に示すアミロイド線維を調製した。電気泳動顕微鏡観察法により決定した R5 アミロイドのゼータ電位は+36 mV であった。これは α AC (71-88) アミロイドの-40 mV とは対照的に線維表面は強く正に帯電していることが示された。さらに、疎水性蛍光プローブを用いて R5 アミロイドの表面を解析すると α AC (71-88) アミロイドと同様、疎水性の高い表面を有することが明らかになった。アルギニンの効果を確認するため FVIFLDVKHFSPKDLKVK (α AC (71-88) K2, +19 mV) および FVIFLDVKHFKPKDLKVK (α AC (71-88)K3, +20 mV) が形成するアミロイドについても調査した。

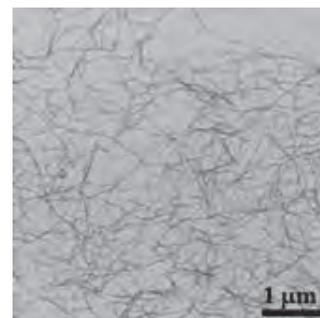


図 2. α AC (71-88) R5 アミロイドの TEM 像

カバーガラスに対して 2 wt% ポリスチレン-トルエン溶液をスピコートすることによりアミロイド 100 nm 程度の厚みのポリスチレンをコートした。この基板に UV-O₃ 処理を施すことによりポリスチレンを親水化した。親水化は接触角測定及び X 線光電子分光分析によって確認した。

親水化したポリスチレン基板にアミロイド線維を吸着し、その線維上での PC12 細胞を培養した。DMEM 培地で 37 °C、5% CO₂ で 1 時間プレインキュベートした 5 × 10⁴ cells/mL の PC12 細胞を細胞を播種し、3 時間培養した。位相差顕微鏡像から接着細胞数をカウントするとともに、接着細胞を Crystal Violet で染色してから吸光度を測定

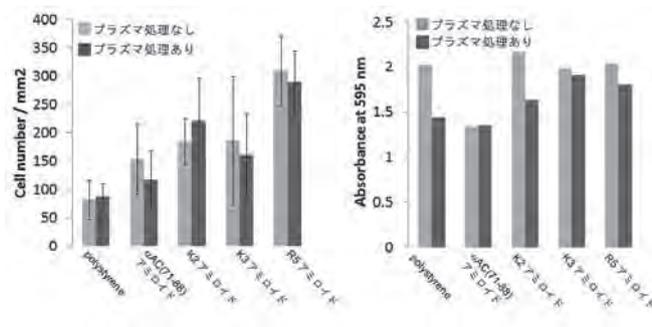


図 3. アミロイド線維による細胞接着 左、位相差顕微鏡像による細胞接着数；右、Crystal Violet を用いた細胞接着数

した。図 3 に示すように親水処理の有無に関わらずポリスチレンにアミロイド線維を吸着させると細胞接着を促進することが分かる。またその効果は表面に負電荷をもつ α AC (71-88) アミロイドより、表面に正電荷をもつ K2、K3 アミロイド線維の方が高く、R5 はさらに細胞接着能が高いことが明らかになった。しかし、細胞数カウントとの相関は見られず、プラズマ処理の有無による影響がみられなかった。今後は α AC (71-88) のアミノ酸配列の Arg の導入位置を改変し、ポリマー接着性と細胞接着性の双方に優れたアミロイド線維を開発する。

文献

[1] M. Sakono, *et al. React, and Func. Polym.* **71**, 324 (2011) ; M. Sakono, *et al.: Chem. Lett.* **40**, 315 (2011)

[2] N. Tanaka, *et al.: Biochemistry* **47**, 2961 (2008); S. Fukuhara, *et al.: Biochemistry* **51**, 5394 (2012)

[口頭発表リスト]

「シャペロン様活性を有するペプチドナノファイバーの機能解析」, 土屋喬比古, 西垣辰星, 福原早百合, 和久友則, 田中直毅, 第 61 回高分子学会年次大会, 2012 年 5 月 29 日, パシフィコ横浜
「タンパク質異常凝集を抑制するペプチドナノファイバーの作用機構解析」, 土屋喬比古, 西垣辰星, 和久友則, 功刀滋, 田中直毅, 第 61 回高分子討論会, 2012 年 9 月 20 日, 名古屋工業大学

低分子有機薄膜太陽電池の開発

平本昌宏¹, 嘉治寿彦¹, 久保雅之¹, 新村祐介¹, 横山和弥¹, 能岡 聡¹, 石山仁大¹, 佐川 尚²

¹分子科学研究所分子スケールナノサイエンスセンター

²京都大学大学院エネルギー科学研究科

1. はじめに

平本らは、1991年に世界で初めて低分子系有機薄膜太陽電池における p-i-n 接合を活性層（光電変換が起こる層）に適用し、Si系と同様に有機半導体材料においても i層は p成分と n成分のバンドギャップ調節に重要な役割を演じていることを明らかにした [M. Hiramoto, H. Fujiwara, M. Yokoyama, *Applied Physics Letters* **1991**, 58, 1062]。

本研究では、チオフェン六量体を p成分とし、ドーパントとして MoO₃ を ppm レベルで添加した新しい薄膜を平成 23 年度に提案し、フラーレン C₆₀ (n成分) との接合形成において MoO₃ ドープ量の増加に伴う n型ショットキー接合から p-i-n 接合、さらに p型ショットキー接合へと変遷することを見出した [N. Ishiyama, M. Kubo, T. Kaji, M. Hiramoto, *Applied Physics Letters* **2011**, 99 (13), 133301]。このとき、デバイスの仕事関数の測定と評価には、京都大学既設の大気中光電子測定装置を利用した。

平成 24 年度は、チオフェン六量体の代わりにフリーベースのフタロシアニン H₂Pc を用いて C₆₀ との pn 接合セルを組み立て、活性層の H₂Pc/ C₆₀ (または C₆₀/H₂Pc) と電極 Ag (または ITO) との間に、MoO₃ ドープ H₂Pc あるいは Cs₂CO₃ ドープ C₆₀ を挿入し、有機/金属界面のオーミックコンタクト形成を促進させることに成功し、Ag や ITO などの電極材料に依存しない順型にも逆型にも応用可能なデバイス構築技術を開発した¹⁾。さらに、活性層に H₂Pc のみを使用し、C₆₀ をまったく利用しなくても、MoO₃ ドープ H₂Pc および Cs₂CO₃ ドープ H₂Pc を組合せるだけでバンドギャップ調整が可能であり、光電変換し得ることを見出した²⁾。

2. MoO₃ ドープ H₂Pc と Cs₂CO₃ ドープ C₆₀ による有機/金属界面オーミックコンタクト

フリーベースのフタロシアニン H₂Pc を p成分とし、フラーレン C₆₀ を n成分とした pn 接合セルの構成を図 1 に示す。活性層の H₂Pc/ C₆₀ (または C₆₀/H₂Pc) と電極 Ag (または ITO) との間に、ドーパントとして MoO₃ あるいは Cs₂CO₃ を 50,000 ppm または 10,000 ppm で添加した MoO₃ ドープ H₂Pc あるいは Cs₂CO₃ ドープ C₆₀ を挿入した。エネルギーダイヤグラムは図 2 のように表すことができる。

電流-電圧特性を光照射下および暗所下で調べた結果、図 3 のように、MoO₃ ドープ H₂Pc および Cs₂CO₃ ドープ C₆₀ の挿入により、オーミックコンタクトの形成が促進され、未ドープの場合と対比して整流特性が著しく向上するとともに、順型と逆型のいずれにおいても発電し得ることがわかった。

3. MoO₃ ドープ H₂Pc および Cs₂CO₃ ドープ H₂Pc を用いた薄膜デバイスの光電変換特性の評価

活性層に H₂Pc のみを使用し、MoO₃ あるいは Cs₂CO₃ を、それぞれ 5,000 ppm 添加した MoO₃ ドープ H₂Pc および Cs₂CO₃ ドープ H₂Pc を組合

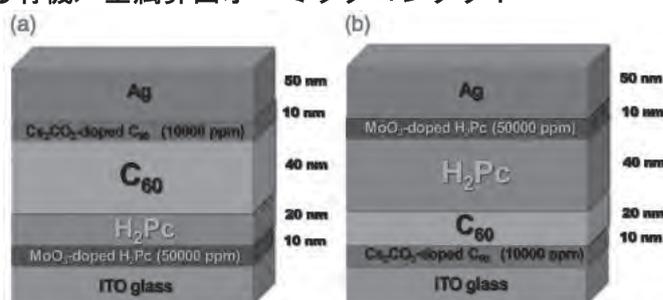


図 1 H₂Pc/ C₆₀ の pn 接合有機薄膜太陽電池の構成

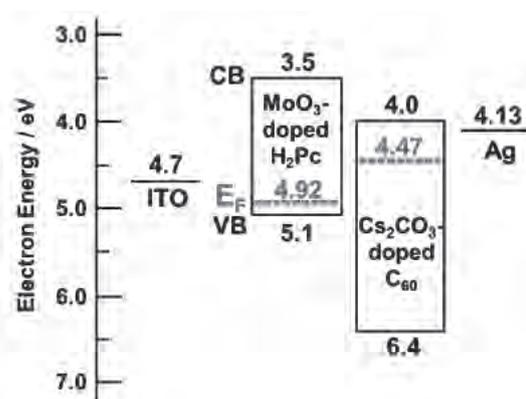


図 2 MoO₃ ドープ H₂Pc および Cs₂CO₃ ドープ C₆₀ のエネルギーダイヤグラム

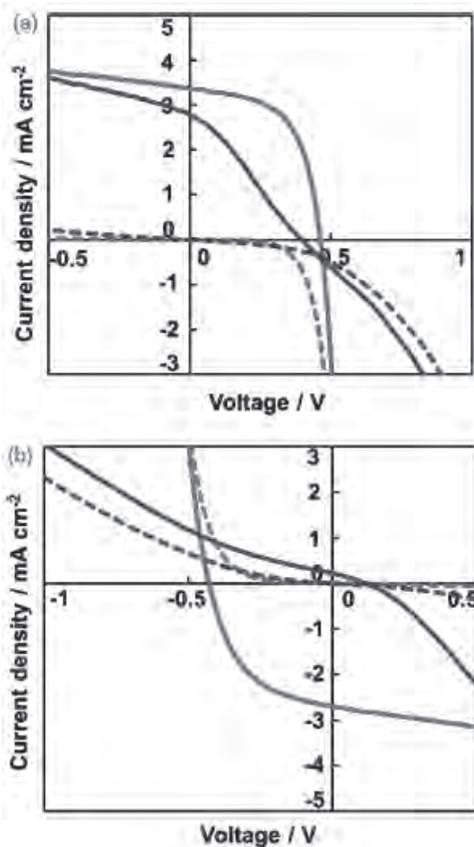


図3 H₂Pc/ C₆₀ の pn 接合有機薄膜太陽電池の電流-電圧曲線 (a) 図 1 a, (b) 図 1 b に相当. 実線が光照射下で破線が暗所下.

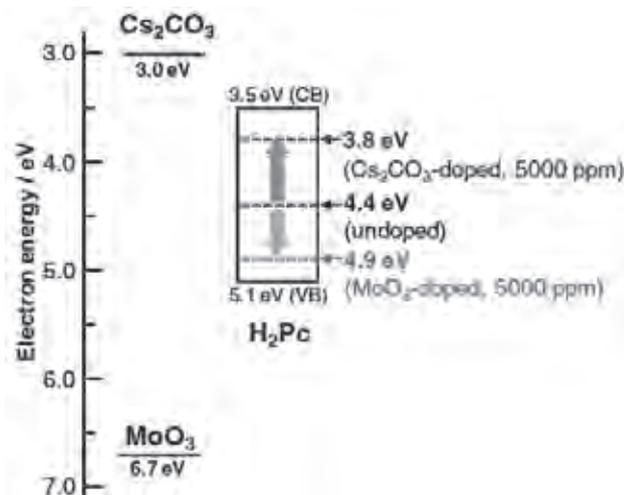


図4 H₂Pc 薄膜のエネルギーダイアグラム

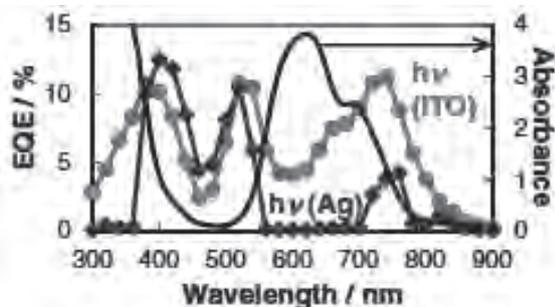


図5 pn ホモ接合 H₂Pc 薄膜のアクションスペクトル

せた pn ホモ接合を構築した。図 4 にエネルギーダイアグラムを示す。H₂Pc のフェルミ準位はバンドギャップ (4.4 eV) の中央に位置しており、Cs₂CO₃ ドープにより伝導帯下端 (3.5 eV) 側にシフトする (3.8 eV) ことがわかった。一方、MoO₃ ドープでは 4.9 eV にシフトして価電子帯上端 (5.1 eV) 側に近づくことが確認された。

ショットキー接合あるいは pn ホモ接合のガラス-ITO/ MoO₃/活性層/BCP/半透明 Ag という構成のセルを作製し、それぞれの光電変換特性を調べた結果、ドーパントとして MoO₃ あるいは Cs₂CO₃ を添加することにより、同一の材料 H₂Pc のみを使用しているにもかかわらず、いずれの場合も発電し得ることがわかった。pn ホモ接合のアクションスペクトル (外部量子収率) を図 5 に示す。ITO 側と Ag 側のいずれから光照射しても H₂Pc の吸収端付近から光電流が発生していることから、光活性領域は、膜中央に形成された Cs₂CO₃ ドープ n 型 H₂Pc/MoO₃ ドープ p 型 H₂Pc 接合界面に位置することが示唆された。

4. 文献

[論文発表リスト]

1. M. Kubo, Y. Shinmura, N. Ishiyama, T. Kaji, M. Hiramoto, "Invertible Organic Photovoltaic Cells with Heavily Doped Organic/Metal Ohmic Contacts", Applied Physics Express, 5, 092302-1/, 2012 発行済.
2. Y. Shinmura, M. Kubo, N. Ishiyama, T. Kaji, M. Hiramoto, "pn-control and pn-homojunction formation of metal-free phthalocyanine by doping", AIP Advances, 2, 032145, 2012 発行済.

トロイダルプラズマの衝突輸送における 対称性のもつ役割に関する研究-1

菊池 満¹, 長崎百伸², 中村佑司², 佐野史道², Ker-Chung Shaing³

¹原子力機構, ²京都大学エネルギー理工学研究所, ³国立成功大学

1. はじめに

トカマクとヘリカルの本質的な違いに幾何学的な対称性がある[1]. 近年、トカマクに非軸対称磁場を加えることで起こるプラズマ特性の変化に注目が集まっている。特に、残留トロイダル回転の観測[2]は、その値が小さいとしてもRWMの安定化に重要である。昨年度の共同研究で残留トロイダル回転の解析解を導いたが、今回不純物の粘性による残留トロイダル回転の補正項を評価した。

2. これまでの結果

軸対称トカマクでは、径電場の如何に関わらず両極性拡散が保証される。対称性が破られると、両極性拡散も破られる。そして、径電場は非両極性拡散束=0となるように決まる。不純物がフィルッシュ・シュリユータ (PS) 領域にいてそのトロイダル粘性が無視できる場合、非両極性拡散束=0条件は以下で与えられる。

$$\langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_i \rangle = 0 \quad (1)$$

このイオンのトロイダル粘性は、Shaing [3] によって次のように与えられている。

$$\langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_i \rangle = \epsilon_i B_t B_p \Gamma_{rs} = -\epsilon_i n_i B_t B_p \pi^{-3/2} (T_i / \epsilon_i B r)^2 q^2 \tau_{ii} \epsilon^{3/2} \delta^2 [\lambda_{1i} (p_i' / \rho_i + c_i \Phi' / T_i) + \lambda_{2i} T_i' / T_i] \quad (2)$$

これを用いて、次式のような残留トロイダル回転と残留トロイダル回転の表式を得た [4]。

$$u_{i0} \cdot \nabla \zeta = \left[\frac{\lambda_2}{r Z_i \lambda_i} - \frac{q K_1 F(\mathbf{B} \cdot \nabla \theta)}{r Z_i (B^2)} \right] \frac{dT_i}{d\psi}, \quad u_{i0} \cdot \nabla \theta = -\frac{K_1 F(\mathbf{B} \cdot \nabla \theta) dT_i}{\epsilon Z_i (B^2) d\psi} \quad (3)$$

3. 残留トロイダル回転に対する不純物トロイダル粘性の効果

非軸対称系では径方向電流 $\langle \mathbf{J} \cdot \nabla v \rangle$ は次式で与えられる。

$$\langle \mathbf{J} \cdot \nabla v \rangle = \sum_a e_a (\Gamma_{na}^a + \Gamma_p^a + \Gamma_x^a) \quad (4)$$

ここで、右辺は非両極性拡散束、分極粒子束、運動量源による粒子束である。運動量源のない定常状態では、径方向電流はゼロで非両極性拡散束もゼロになる。

$$\sum_a e_a \Gamma_{na}^a = 0 \quad (5)$$

小さい電子粘性を無視すると、方程式 (4) は次式となる。

$$\langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_i \rangle + \langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_I \rangle = 0 \quad (6)$$

不純物トロイダル粘性の表式は付録に与える。ここでは、残留トロイダル回転の第1次補正項を求めるために逐次近似を用いる。残留トロイダル回転を $u_\zeta = u_{\zeta 0} + u_{\zeta 1} + \dots$ と展開すると、0次と1次の方程式は、次のように与えられる。

$$\langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_i \rangle_0 = 0 \quad (7)$$

$$\langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_i \rangle_1 + \langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_I \rangle_0 = 0 \quad (8)$$

明らかに (7) に対する解は(3)で与えられる。1次の方程式 (8) の解は $u_{\zeta 1} = \Delta E / B_p$ と (2) を用いて次式で与えられる。

$$\langle B_t \cdot \nabla \cdot \Pi_i \rangle_1 = \frac{p_i \tau_{ii}}{\pi^{3/2}} \left(\frac{\delta}{R} \right)^2 \epsilon^{3/2} B_t \lambda_{1i} u_{\zeta 1} \quad (9)$$

よって、不純物 NTV による1次の残留トロイダル回転の補正項 $u_{\zeta 1}$ は次式で与えられる。

$$u_{\zeta 1} = -\frac{\pi^{3/2} R^2 \langle \mathbf{B}_t \cdot \nabla \cdot \mathbf{\Pi}_I \rangle_0}{\mu \tau_{II} \delta^2 \epsilon^{3/2} B_t \lambda_{II}} \quad (10)$$

付録に与えたフィルツシュ・シュリユータ領域における不純物トロイダル粘性の表式を用いると計算できる。

4. References

- [1] M. Kikuchi, “Frontier in Fusion Research – Physics and Fusion”, Springer Verlag, London (2011).
- [2] A.M. Garofalo, et al., *Phys. Rev. Lett.* **101**(2008)195005.
- [3] K.C. Shaing, et al., *Phys. Plasmas* 10(2003)1443.
- [4] M. Kikuchi, M. Azumi, *Rev. Mod. Physics* 84 (2012) 1807
- [5] K. Shaing, et al., *Plasma Phys. Contr. Fusion* 51(2009)075015
- [6] S. Hirshman, D. Sigmar, *Nuclear Fusion* 21(1981)1079

付録 PS 領域における粘性

PS領域における不純物粘性 (NTV) の表式は Shaing [5] によって以下で与えられている。

$$\langle \mathbf{B}_t \cdot \nabla \cdot \mathbf{\Pi}_I \rangle = 3 \times \left(\left\langle \frac{\mathbf{B}_t \cdot \nabla B}{B} \frac{\partial B}{B \partial \theta} \right\rangle (\mu_{I1} \mathbf{u} \cdot \nabla \theta + \mu_{I2} \frac{2q}{5p_I} \cdot \nabla \theta) + \left\langle \frac{\mathbf{B}_t \cdot \nabla B}{B} \frac{\partial B}{B \partial \zeta} \right\rangle (\mu_{I1} \mathbf{u} \cdot \nabla \zeta + \mu_{I2} \frac{2q}{5p_I} \cdot \nabla \zeta) \right) \quad (A1)$$

ここで、粘性係数はHirshman and Sigmar [6]で与えられている。

$$\begin{aligned} \mu_{a1} &= K_{I1}^a \\ \mu_{a2} &= K_{I2}^a - \frac{5}{2} K_{I1}^a \\ \mu_{a3} &= K_{I2}^a - 5K_{I2}^a + \frac{25}{4} K_{I1}^a \end{aligned} \quad (A2)$$

,ここで

$$K_{ij}^a = p_a \tau_{aa} \iota_{ij}^a \quad (A3)$$

近似 ($m_i/m_e \gg 1$)を用いると、規格化粘性 $\hat{\mu}_{Ij} = \mu_{Ij}/p_I \tau_{II}$ に対する次のような結果を得る。

$$\hat{\mu}_{I1} = 1.357, \quad \hat{\mu}_{I2} = 2.193, \quad \hat{\mu}_{I3} = 6.81 \quad (A4)$$

磁場のポロイダル、トロイダル角依存性が次式で与えられるとすると、

$$\mathbf{B} = B_0 [1 - \epsilon \cos \theta - \delta \cos(\pi \theta - n \zeta)] \quad (A5)$$

, 浜田座標系で次式を得る。

$$\left\langle \frac{\mathbf{B}_t \cdot \nabla B}{B} \frac{\partial B}{B \partial \theta} \right\rangle = -\frac{\phi'}{2} n m \delta^2, \quad \left\langle \frac{\mathbf{B}_t \cdot \nabla B}{B} \frac{\partial B}{B \partial \zeta} \right\rangle = \frac{\phi'}{2} n^2 \delta^2 \quad (A6)$$

これらの結果を用いると、PS領域におけるトロイダル粘性は次式で表わせる。

$$\langle \mathbf{B}_t \cdot \nabla \cdot \mathbf{\Pi}_I \rangle = \frac{3}{2} p_I \tau_{II} \phi' n \delta^2 \left[\hat{\mu}_{I1} \mathbf{u}_I + \hat{\mu}_{I2} \frac{2q_I}{5p_I} \right] \cdot [n \nabla \zeta - m \nabla \theta] \quad (A7)$$

[口頭発表リスト]

1. M. Kikuchi, “Impurity effect on Neoclassical Toroidal Viscosity”, Autumn meeting, Japan Physical Society, Division of Plasma Physics, September 18-21, 2012, Yokohama National University
2. M. Kikuchi, “Effect of impurity toroidal viscosity on offset toroidal rotation”, flow and viscosity research meeting, organized by Prof. Yokoyama, IAE, Kyoto university, February 25-26, 2013.

[論文発表リスト]

1. M. Kikuchi, M. Azumi, Steady state tokamak research - core physics, *Rev. Mod. Physics* 84 (2012) 1807

顕微分光による高品質カーボンナノチューブの 光・電子物性の評価

宮田耕充¹, 北浦 良¹, 北河友也¹, 趙 思翰¹, 鈴木祥司¹, 中村俊也¹,
犬飼恵理¹, 林 宏恩¹, 篠原久典¹, 宮内雄平², 毛利真一郎², 松田一成²

¹名古屋大学理学研究科
²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究背景

現在、太陽光エネルギーを含むエネルギーの高効率利用のために、高いポテンシャルを有する種々のナノマテリアルを積極的にエネルギー変換・蓄積デバイスへと利用することが検討されている。特に、カーボンナノチューブ(CNT)は、卓越した電子輸送特性と光学特性により、少ないエネルギー消費で作動するトランジスタや、高効率な光電変換素子、発光デバイスをはじめとする様々な光・エレクトロニクス応用が期待されている物質である。しかしながら、その構造(カイラリティ・長さ・構造欠陥)、ドーピングや支持基板の界面が、その光・電子物性へ与える影響については未だ理解の途上であり、その特性を十分に引き出すに至っていない。

一般に、ナノチューブの光学特性を評価する際には、溶液中に孤立分散させたナノチューブが試料として用いられることが多い。この場合、分散プロセスで用いる超音波処理がCNTに構造欠陥を生成することに加え、分散の際に用いる界面活性剤や溶媒がナノチューブの光学特性を変調することになる。このため、ナノチューブ本来の光学特性を観測するためには、これらの要因を排した試料を用いることが必要不可欠である。そこで、当研究グループでは、電極間に架橋した高品質カーボンナノチューブを合成し、顕微分光を利用した物性研究に着目した。このような架橋された単一のナノチューブを対象とすることで、分散プロセスや基板などの外因的な影響を極力排除した条件でCNT本来の物性研究が可能になる。特に電子顕微鏡観察と分光測定を組み合わせることで、構造と光物性を直接関連付けることが可能となり、構造物性相関の包括的な理解につながると期待できる。

2. 実験方法

スリット間に孤立架橋した“as-grown CNT”を作製し、電子顕微鏡による構造決定、およびレイリー散乱分光による電子構造と光学応答の評価を行った。具体的な手順は、以下に示す通りである。まず、フォトリソグラフィおよびウエットエッチングによってSi基板に貫通スリットを作成し、CNT合成の触媒であるFe/MgO(Fe 5.0 wt.%)をその貫通スリット付近に塗布した。続いて、触媒を担持したSi基板を石英ポートの上に乗せ、エタノール気流下(85 sccm)、電気炉で900℃に加熱した石英管内に挿入して60分間反応させることで、架橋CNTを合成した。架橋したCNTに対し、TEM観察および電子線回折を行い、その原子レベルの構造(カイラリティ)を決定した。構造を決定したCNTについて、レイリー散乱分光分析およびラマン分光分析を行った。

3. 結果と考察

光学特性を測定するためには、貫通スリットの幅は最低10 μm必要である。このような幅の広いスリットにCNTを架橋させるためには、配向した長尺なCNTを合成する必要がある。長尺・配向CNT

の CVD 合成には、基板周りの気流が層流であることが重要である¹⁾。そこで、基板を乗せている石英ボートの形状を従来の舟形ボートから内径 6 mm の円筒形に変更し、気流が層流になりやすい条件とした。これによって、架橋効率を約 10 倍向上し、最適条件では 1 基板あたり約 11 本の孤立架橋 CNT が得られた。図 1 に典型的な孤立架橋 DWCNT の

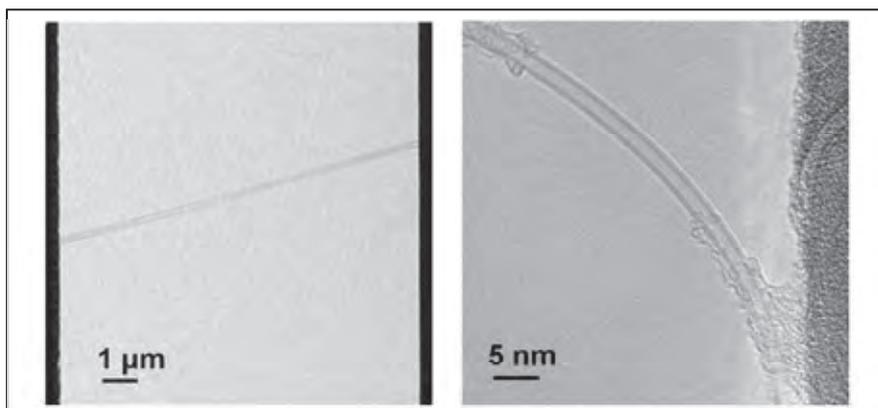


図 1. スリットに架橋した CNT の電子顕微鏡像

TEM 像を示した。TEM 像から、内層および外層の直径をそれぞれ 1.48 nm および 2.13 nm と決定できる。図 2 に、対応する電子線回折像とレイリー散乱スペクトルを示した。得られた直径の値と電子線回折像より、この架橋 DWCNT のカイラリティを (15,8)@(26,7) と決定した。これに基づき、レイリー散乱スペクトルで観測された 4 本のピークを、低エネルギー側からそれぞれ外層の E₃₃, E₄₄、内層の E₃₃、外層の E₅₅ と帰属した。同様の測定、解析を

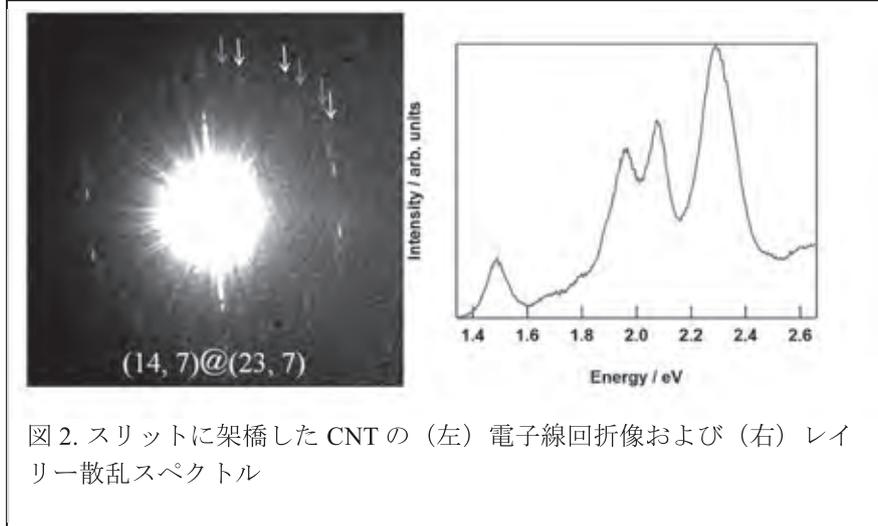


図 2. スリットに架橋した CNT の (左) 電子線回折像および (右) レイリー散乱スペクトル

(24,24)@(30,30) の DWCNT についても行い、レイリー散乱スペクトルの帰属を行った。

測定したそれぞれの遷移エネルギーを SWCNT の文献値と比較したところ、(24,24)@(30,30) (内層と外層ともに金属) の場合、(15,8)@(26,7) (内層と外層ともに半導体) の場合ともに、文献値と比較して 70~100 meV 未満程度の低エネルギーシフトが観測された。CNT の光学遷移は、励起子と呼ばれる電子-正孔対の束縛状態に支配されている。励起子のエネルギーは、それぞれの光学遷移に対応する CNT のファンホープ特異点間のエネルギーと励起子束縛エネルギーで決まる。DWCNT では、隣接する CNT がクーロン力を遮蔽するため、ファンホープ特異点間のエネルギーおよび束縛エネルギーともに小さくなると考えられる⁴⁾。このとき、前者の効果のほうが大きければ、光学遷移は低エネルギーシフトすることになる。実際、本研究で観測された低エネルギーシフトは、隣接する CNT の効果を誘電率として取り込んだ理論計算によって再現できることを確認できた。

4. 発表リスト

Tomoya Kitagawa, Ryo Kitaura, Yuhei Miyauchi, Yasumitsu Miyata, Kazunari Matsuda and Hisanori Shinohara, Fabrication and characterization of individually suspended DWCNTs, 第 43 回フラーレン・ナノチューブ・グラフェンシンポジウム, 2012 年 9 月 5-7 日, 東北大学, ポスター

重水素プラズマ慣性静電閉じ込め装置(IEC)から発生する放射線の計測技術の開発

三澤 毅¹, 高橋佳之¹, 八木貴宏¹, 卞 哲浩¹, 増田 開²

¹ 京都大学原子炉実験所

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究の目的

重水素プラズマの慣性静電閉じ込め (Inertial Electrostatic Confinement; IEC) を利用した放電型装置は、小型でしかも重水素のみを用いた D-D 反応により中性子を発生させることが可能でトリチウムのような放射性物質を用いない高出力中性子源として幅広く利用することができると考えられている。現在、この装置から発生する高エネルギーの中性子を核燃料物質に照射し、その核分裂反応により発生する放射線 (中性子と γ 線) を計測するための技術開発を行っている。

本研究においては、エネルギー理工学研究所において現在開発が進められている中性子発生源としての IEC 装置の特性を把握するため、この装置から発生する中性子と γ 線を測定することにより IEC の特性を調べ、さらにそのために使用する検出器とその測定システムの開発を行うことを目的としている。

2. 中性子測定実験

実験では IEC の D-D 中性子源から放出される中性子と γ 線を有機液体シンチレータを用いて測定した。有機液体シンチレータでは入射中性子がシンチレータ中の主として水素と弾性散乱反応を生じ、反跳された陽子イオンに起因とするシンチレーション光を検出することにより中性子のエネルギー分布を測定することができるという特徴がある。また、観測されるシンチレーション光の減衰時間の違いにより中性子と γ 線とを弁別して測定することができるため、核燃料物質の核分裂反応により生じる中性子と γ 線と同じ検出器で測定することができる。

図 1 に実験装置の配置を示す。測定では直径 3 インチの有機液体シンチレータ (NE213) を用い、IEC からの X 線、および低エネルギーの γ 線によるノイズを低減させる目的で厚さ 1mm の鉛シートで覆って IEC の下部に設置した。

有機液体シンチレータを用いた中性子・ γ 線波形弁別では、検出した 1 つの信号からシンチレータの発光量及び減衰時間の 2 次元情報を同時に収集する必要がある。今回用いた回路系 (図 2) は、検出器のプリアンプ信号を Multimode Amplifier を通して増幅し、パルス信号の立ち上がり時間を Rise time to Height Converter を用いてパルス波高差に変換し、Dual Multi Channel Analyzer によりパルス波高とパルスの立ち上り時間の 2 次元の情報を時間情報 (時間分解能 1 μ sec) とともに連続的に記録して測定した。

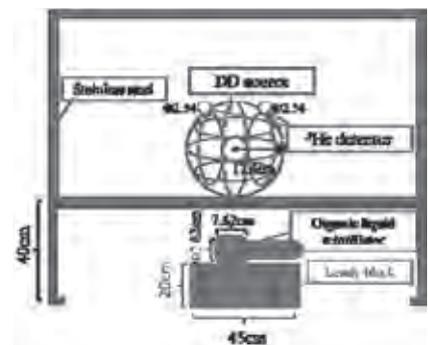


図 1 実験装置配置図

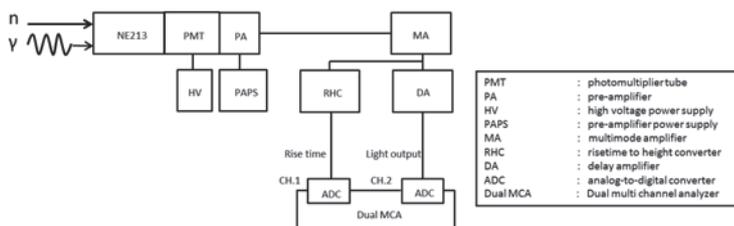


図 2 測定回路系

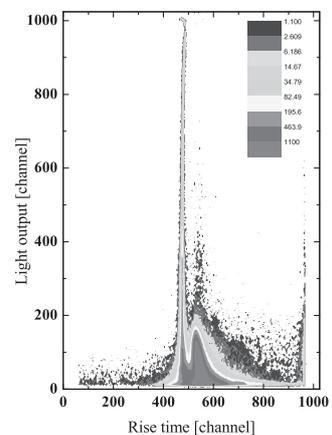


図 3 2次元波高分布の例

3. 実験結果

図3に Dual Multi Channel Analyzer により測定した波高の2次元マップを示す。横軸 (Rise Time) の低いほうの信号が γ 線の成分、高い方が中性子による成分であり、中性子の成分のみ2次元ポリゴンで囲み、その信号を縦軸の Light output に射影したものが中性子によるシンチレーション発光により生じた波高信号(発光量分布)となる。図4にその発光量分布の例を示す (IEC からの中性子発生率 7.2×10^4 n/sec で測定)。図中の赤線は本実験で使用した有機液体シンチレータの応答関数を SCINFUL-QMD コードにより作成し、その結果を用いて D-D 中性子源からの 2.45MeV の単色中性子が入射した場合の波高分布である。この結果より、2.45MeV 以上の中性子に相当する波高の高い成分に信号が測定されてしまっていることが判る。これは電氣的なノイズ、 γ 線との分離が不十分であること、信号のパイルアップなどが原因であると思われる。

そこで、有機液体シンチレータから発生する波高の高い成分に発生するバックグラウンド (BG) ノイズを低減するために、測定系における最適な設定値を得るための実験を行った。D-D 中性子源の中性子発生数を 9.5×10^6 (n/sec) とし、発光量の情報に直接影響を及ぼす Multimode Amplifier の時定数を変化させて測定を行った結果、時定数が 0.1s、1s のように短い場合と逆に長い場合には γ 線と中性子を弁別することができないが、0.2s または 0.5s の時には両者の弁別が可能であることが判った。さらに、2.45MeV 以上の高エネルギー中性子に相当する波高信号の BG 計数率については、0.5s としたときが最も計数率が低いため、今後は Multimode Amplifier の時定数を 0.5s と設定して測定を行うこと適切であることが判った。

Table 1 に中性子発生率と BG ノイズの発生率の測定結果を示す。この表より、中性子発生率が 10^6 (n/sec) から 5.3×10^6 (n/sec) に変化した時の BG ノイズの差は 20 倍と大きく、他方で中性子発生率が 5.3×10^6 (n/sec) から 9.5×10^6 (n/sec) に変化した時のノイズの差はほとんど無かった、このことから中性子発生率が増加すればするほど、BG ノイズの増加幅は少なくなることが判った。

4. まとめと今後の課題

D-D 中性子源から発生する中性子を有機液体シンチレータを用いて測定すると、中性子発生量に依存して信号のパイルアップ等により波高の高い成分に BG ノイズが生じてしまうこと、その量は中性子発生量に依存していることが判った。高エネルギー中性子の測定を精度良く行うためにはこの BG ノイズをより一層低減させる必要があり、今後はこの BG ノイズの発生原因を確かめるとともに、その量を低減させるための方策について検討する必要がある。

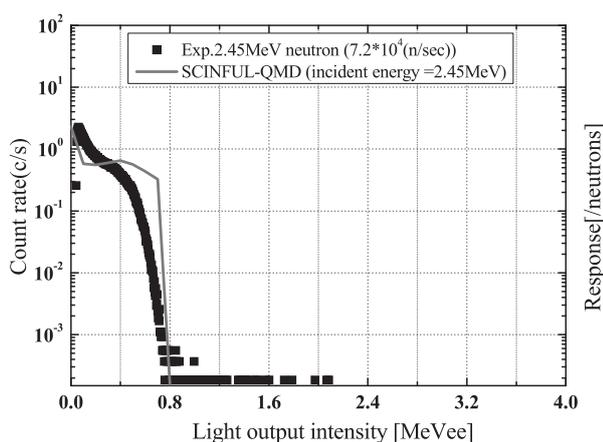


図4 中性子の発光量分布の例

表1 中性子発生率と高波高成分のノイズ

中性子発生率(n/sec)	ノイズの計数率(count/sec)
0	0.008
7.2×10^4	0.017
10^6	0.67
5.3×10^6	11.05
9.5×10^6	8.70

真空紫外パルスの位相計測と電子状態制御

板倉隆二¹, Chen, Jun², 中嶋 隆³

¹日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門

²中国計量学院

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 序

レーザーを用いた物質の物性や化学反応の制御は、同位体や元素の分離など、原子力エネルギーの廃棄物処理においても、汚染物を出さないという観点から必要性が増している。物質の物性や化学反応は電子により支配され、電子の動く時間はアト秒スケールである。近年、利用可能になりつつあるアト秒 (10^{-18} 秒) パルスを用いて物質内の電子を実時間観測できるようになれば、強レーザー場を用いた電子制御研究が大きく進展すると見込まれる。一方で、アト秒パルス発生技術のみならず、波形計測技術においても残されている課題は少なくなく、本研究は、原子の光イオン化を通して、真空紫外パルスの波形を計測する新しい手法の開発を目指すものである。位相情報をも含め時間波形が既知の真空紫外光パルスをイオン化光源として用いることができるようになれば、コヒーレントに電子励起された原子・分子の電子状態位相が観測できることにもなる。

2. 実験方法

本研究では、直接電場再構築のためのスペクトル位相干渉計測 (Spectral Phase Interferometry for Direct Electric-field Reconstruction: SPIDER) 法のスキームを光電子分光に適用する。通常の SPIDER 法では、2 通りの非線形波長変換を行い、周波数のずれた 2 つのパルスのスペクトル干渉を観測するが、本研究では、コヒーレントに励起された原子の束縛 2 準位を中間状態として用意し、その 2 準位からの光電子干渉を観測することによって周波数 (エネルギー) のずれた干渉を達成する。そのため、2 つの線形過程の組み合わせにより測定を行うことができ、高強度パルスを必要としないことが利点である。ここでは、2 準位の相対位相のみが重要であり、絶対位相を固定する必要はない。具体的には、850~900 nm の周波数成分を持つ近赤外 (NIR) パルスによって、アルカリ金属原子であるセシウム (Cs) の電子励起状態 $6p_{1/2}$ と $6p_{3/2}$ のコヒーレントな重ね合わせ状態を作り、ある遅延時間の後、測定すべき真空紫外 (VUV) パルスを照射することによってイオン化を起し、光電子スペクトルを測定する。重要な点は、アト秒 VUV パルスは幅広いエネルギー幅を持っているため、2 つの中間状態からイオン化しても、光電子スペクトル上で、ピークが重なり合い、どちらの中間状態を経由してイオン化したか区別できず、干渉が生じることにある。したがって、この計測の必要条件は、VUV パルスのスペクトル幅が、中間 2 準位のエネルギー差よりも大きいことである。Cs $6p$ 準位の場合、スピン軌道エネルギー分裂は、68 meV であり、時間に換算すると約 60 fs の量子ビートに相当する。NIR ポンプパルスと VUV プローブパルスの遅延時間を掃引することによって現れる量子ビートを、光電子スペクトルのエネルギー成分毎に観測することができれば、通常の SPIDER 法の解析手順と同じように真空紫外パルスの位相を決定することができる。

3. 実験結果

チタンサファイア増幅器の出力をサファイア基板に集光し、広帯域化したポンプ光を用いて Cs を $6p$ 状態へ励起する。その後、3 次および 5 次の高調波 (プローブ光) を照射し、 $6p$ 状態からのイオン化信号を観測した。その光電子スペクトルを図 1 に示す。ポンプ光を入射しない場合には、プローブ光である高調波のみに由来する信号、つまり、電子基底状態 Cs $6s$ 状態からのイオン化信号 (点線) のみが観測された。そこに、プローブ光より早い時刻にポンプ光を照射すると、光電子エネルギー 2.2 eV と 5.4 eV の位置に、電子励起状態である Cs $6p$ 状態から 3 次、5 次高調波によるイオン化信号

が観測された。

次に、電子励起 $6p$ 状態から 3 次光によるイオン化信号をモニターしながら、ポンプ-プローブ時間遅延を掃引した結果を図 2 に示す。時間依存信号の立ち上がりは、ポンプ-プローブシステムの応答時間を示しており、100 fs 程度である。これは、主に広帯域化したポンプパルスの時間幅によって決まっている。今回、対象としているのは、スピン・軌道分裂した 2 準位のみであるため、ポンプパルス照射後は、ポンプパルスの時間幅に関係なく、2 準位間のエネルギー差に相当する約 60 fs の周期の量子ビートが起こることが予想されるが、現段階では、その量子ビートを観測するに至っていない。その原因は、ポンプ光の波長が十分に長波長側まで広帯域化されておらず、下位準位 $6p_{1/2}$ への励起波長である 894 nm の強度が不十分であり、スピン軌道分裂した高エネルギー側の $6p_{3/2}$ 準位しか励起できなかつたためと考えられる。

4. まとめと今後の展開

本研究では、NIR ポンプ-VUV プロブ光電子エネルギー分析装置を開発した。これまで、入射レーザーパルスが 50 fs 程度の NIR パルスであったため、ポンプ光の広帯域化が十分でなかったが、その後、以下のような対処策を取った。まず、Ar ガス中におけるフィラメンテーションによって、一度、広帯域化し、その後、負分散ミラーを用いて分散補償し、約 12 fs の基本波を得ることに成功していた。このフィラメントパルスを用いることによって、ポンプ光のサファイア基板における自己位相変調による広帯域化が改善し、 $6p_{3/2}$ への遷移波長 894 nm におけるスペクトル強度が増加した。このパルスを用いれば、スピン・軌道分裂 2 準位間の約 60 fs の量子ビートが観測できると期待している。さらに、高調波の集光システムも導入が完了し、信号強度の増大による S/N 比の向上も期待される。

最後に、本研究を遂行するに当たり、京都大学エネルギー理工学研究所「ゼロエミッションエネルギー研究拠点」における御支援に感謝申し上げます。

5. 本年度 発表リスト

[口頭発表]

板倉隆二, “Development of time-resolved photoelectron spectrometer with high harmonic generation”, The 13th Symposium on Advanced Photon Research, 2012 年 11 月 15-16 日, 日本原子力研究開発機構・関西光科学研究所 (木津), (ポスター)

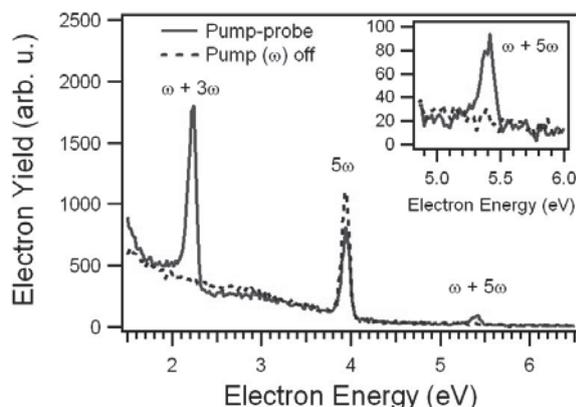


図 1 広帯域化されたポンプ光と 3 次および 5 次高調波によるプローブ光を用いた Cs 原子の光電子スペクトル。実線はポンプ光-プローブ光ともに照射した時のスペクトル。破線はプローブ光のみを入射した時。挿入図は、5-6 eV 領域の拡大図。

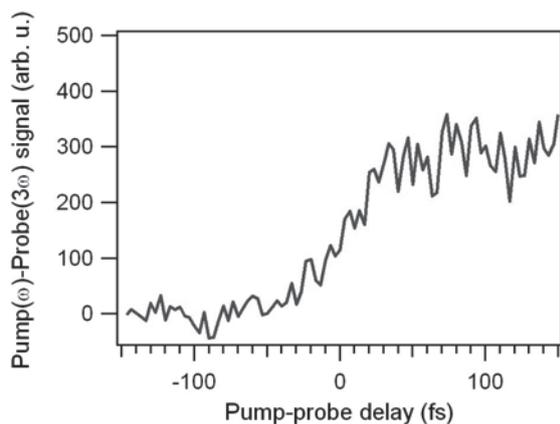


図 2 広帯域化されたポンプ光と 3 次高調波をプローブ光とした $6p$ 状態のポンプ-プローブ信号。

高温プラズマにおける中性粒子の輸送過程に関する基礎研究

中嶋洋輔¹, 小林進二², 細井克洋¹, 武田寿人¹, 市村和也¹, 上田英明¹,
木暮諭¹, 庄司主³, 水内亨², 岡田浩之², 李炫庸⁴, 永榮蓉子⁴, 原田伴誉⁴

¹筑波大学プラズマ研究センター

²京都大学エネルギー理工学研究所

³核融合科学研究所

⁴京都大学エネルギー科学研究科

1. 研究背景と目的

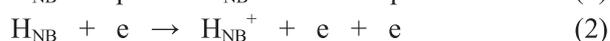
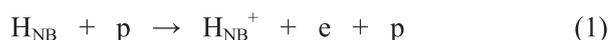
プラズマ中の中性粒子は、解離・励起・電離・荷電交換反応等の原子分子過程を通じて、プラズマや対向壁材料と相互作用するため、高温プラズマ中の粒子・エネルギーバランスに重要な役割を果たしている。

中性粒子ビーム入射 (NBI) はプラズマの加熱・運動量注入・粒子補給として、磁場閉じ込めプラズマにおいて広く用いられている。NBI における重要な原子過程としてイオンや電子による電離の他に、荷電交換反応によるハロー中性粒子の発生が挙げられる。加速電圧が 30kV 程度の NBI では荷電交換反応の反応断面積はイオンや電子によるそれらと比べて 3 倍程度大きく、ハロー中性粒子の影響を無視することができない。特にハロー中性粒子は①イオン温度の速度分布を持つため、その平均自由行程が背景の中性粒子よりも長いこと、②NBI のビームライン上に沿って発生するため、その分布・輸送は対称でなくなること、が挙げられる。特に分布の非対称性を取り扱うには高度なシミュレーションコードと計算機資源が必要なため、今まで行われてこなかった。本研究課題では、上記問題を解決するためハロー中性粒子の輸送をシミュレーションにより詳細に調べることを目的とする。

2. ハロー中性粒子のシミュレーション

シミュレーションはモンテカルロ法を用いた中性粒子輸送コード (DEGAS) を用いた。DEGAS はプラズマ中の中性粒子 (ここでは水素原子・分子) の密度・温度を、電離・解離・荷電交換等の原子分子反応に基づいて評価することができ、任意の三次元形状のプラズマ・真空容器壁形状に適用可能である。また真空容器壁面における原子・分子の反射・脱離過程もモデルに基づいて模擬しており、核融合プラズマにおけるダイバータ領域の中性粒子輸送解析コードとして広く用いられている。

本研究では DEGAS コードにハロー中性粒子をシミュレートするための改良を加えた。NBI による原子過程には主に以下の (1) イオン・(2) 電子による電離過程に加えて、(3) 荷電交換反応によるハロー中性粒子 H_{halo} の発生が存在する。



荷電交換反応では水素イオンは電子捕獲をするため H_{halo} は水素イオンの速度、すなわちイオン温度に相当した速度を

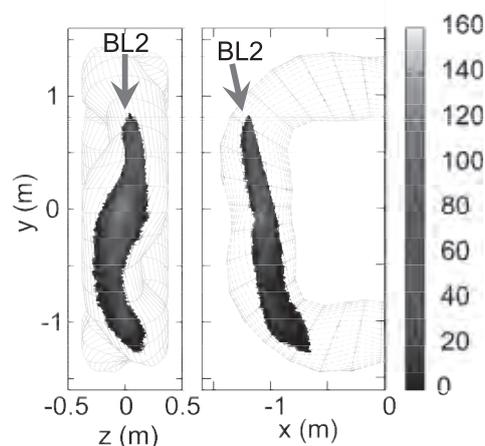


図1 ビームイオンの発生位置分布。
左：横から、右：上からの鳥瞰図。

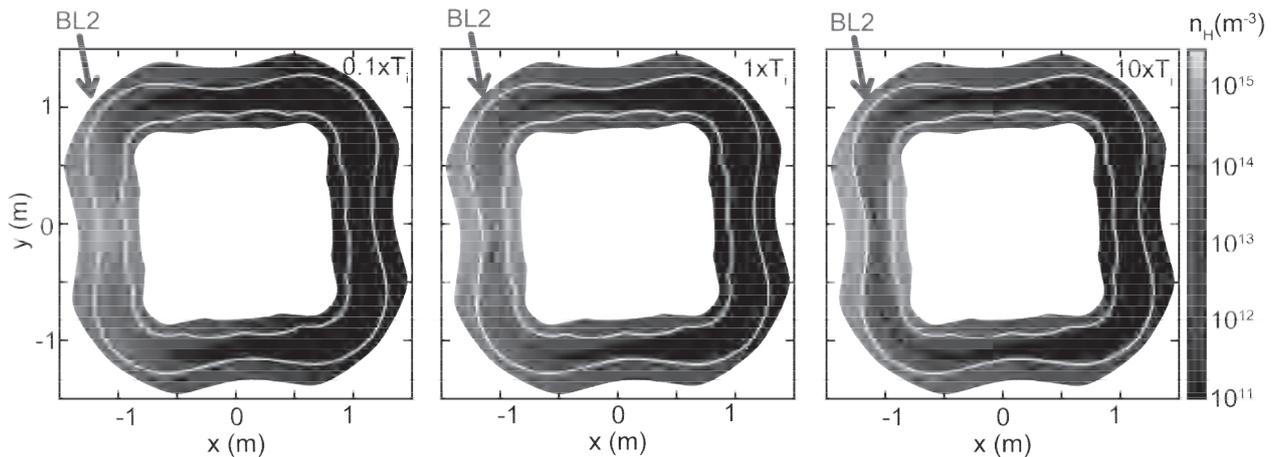


図2 磁気軸を通る水平面上でのハロー中性粒子密度の二次元分布。左から典型的なイオン温度の0.1倍、1倍、10倍の場合の計算結果。図中の白線は最外殻磁気面を表す。

持つ。また上述したとおり、加速電圧が30kV程度のNBIでは(3)の反応断面積は(1),(2)と比べて3倍程度大きい。そこでモンテカルロ法を用いたNBIビームイオン発生分布の計算を別途おこなうことでビームイオンの発生位置(図1参照)からハロー中性粒子を出発させることとした。その際、マクスウェル分布を仮定してバックグラウンドのイオン温度からハロー中性粒子の初期速度ベクトルを決定した。本研究ではヘリカル軸ヘリオトロン高温プラズマ実験装置(主半径1.2m、小半径0.16m)を対象とし、ビームイオンの発生位置は順電流方向のNBIであるBL2を用いた。

3. 結果・考察

ハロー中性粒子のシミュレーションは典型的なイオン温度(プラズマ中心で250eV)を与えた場合と、その10倍もしくは0.1倍を仮定した場合の3つの事例で行った。図2に計算で得られた中性粒子密度を、磁気軸を通る水平面上の2次元分布として示す。特徴的なこととして、典型的なイオン温度($1 \times T_i$)ではハロー中性粒子密度はビーム発生分布と異なり、最外殻磁気面外側で高くなる事がわかった。これはハロー中性粒子の平均自由行程が数10cm程度あり、閉じ込め磁場内から容易に逃げ、真空容器壁で衝突した反射粒子もしくは分子として壁面から脱離した粒子の影響であると考えられる。イオン温度が低い場合($0.1 \times T_i$)には発生位置分布と似ており、上記結果と矛盾しない。イオン温度が高い場合($10 \times T_i$)にはプラズマ中でのハロー中性粒子密度がより低くなった。密度は 10^{11} - 10^{12} (m^{-3})程度であるがトラス反対方向にもハロー中性粒子が影響しており、壁との反射の効果が顕著になる。今回は壁でのリサイクリング係数を1と仮定したが、今後は現実に則した係数での計算が必要であろう。

4. まとめ

中性粒子輸送コードを改良することでハロー中性粒子の輸送を詳細に調べた。主半径1.2m、小半径0.16mの中型の閉じ込め装置では真空容器壁との衝突のプロセスが重要であることがわかった。今後はこれらの結果を計測により検証し、閉じ込め・輸送に与える影響について議論する。

5. 口頭発表リスト

S. Kobayashi, M. Osakabe, T. Ito, S. Murakami, Y. Nakashima, et al., "Transport Analysis of Halo Neutrals for Fast-Ion Charge Exchange Spectroscopy Diagnostic", Joint Conference of OS2012 and PMIF2012, 2012.8.27-8.31 Tsukuba, Ibaraki, Japan

IEC 装置を用いた X 線/中性子同時ラジオグラフィの研究

大澤徳高¹, 大西正視¹, 吉田拓真¹, 牧野一樹¹,

大西正晃¹, 橋本元輝², 梶原泰樹², 増田 開²

¹ 関西大学システム理工学部, ² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 序

放電型プラズマ中性子源 (IEC 装置) は、京都大学および関西大学で様々な方式の装置が開発・研究されている。他の中性子源と比較して安価に製造ができ制御しやすいという特徴をもっている。現在定常状態ではおおよそ毎秒 10^7 程度の中性子発生を実現できている。この中性子源の応用として発生する中性子線による中性子ラジオグラフィが考えられている。中性子の透過性を利用して金属内部の軽元素物質試料のイメージ画像を中性子イメージングプレート (中性子 IP) 上に得ることができ様々な分野の応用が考えられている。

2. 研究成果

2.1 予備実験

中性子ラジオグラフィの実験は京都大学の南 3 号棟にある IEC25 装置を用いて行う。装置と試料とイメージングプレートの位置関係は図 1 の様になっている。IEC 装置の直下 20cm 程度の場所に、鉛で覆った試料箱を置き、その中に下方と側面だけを中性子を吸収するカドミウムで覆いをつけて中性子 IP とイメージング試料を配置する。IEC25 装置からは中性子線とともに X 線も同時に照射されるので試料上部の鉛の厚さを予備実験にて調整し鮮明な画像を得る。

図 2 試料対象のカドミウムと鉛を示す。この中性子イメージング画像を中性子 IP リーダーを用いて得ることができ図 3 の様になる。上部鉛は厚さ 2mm が適切であることがわかる。

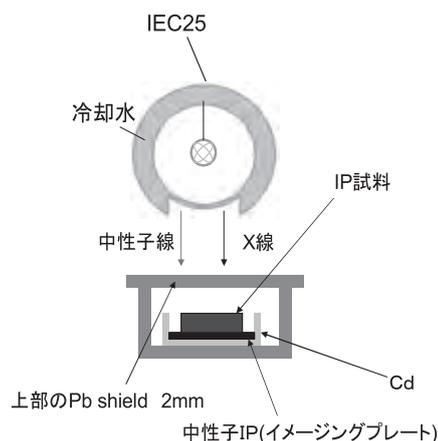


図 1 中性子イメージング配置図

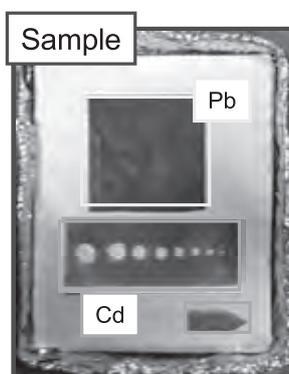


図 2 イメージング試料

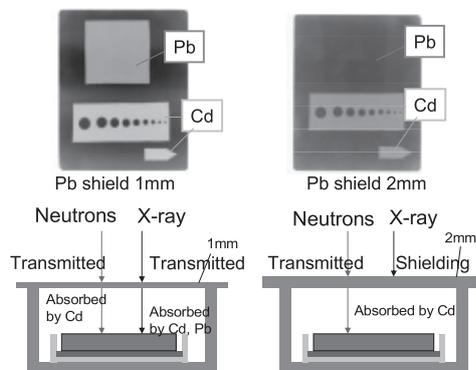


図 3 上部 Pb1mm と 2mm の比較

2.2 中性子イメージングの空間解像度

IEC25 装置でおおよそ 1 Pa、70kV で毎秒 107 程度の中性子を 2 時間ほど照射することで中性子イメージが得られる。中性子 IP と密着した試料の場合、図 3 の様に鮮明な画像を得ることができるがイメージング対象が立体物の場合には反射・回折してきた中性子および X 線の影響で鮮明な画像が得られないことが考えられる。試料と中性子 IP との距離を様々な設定した中性子イメージを比較することで中性子イメージングの空間解像度を求めた。

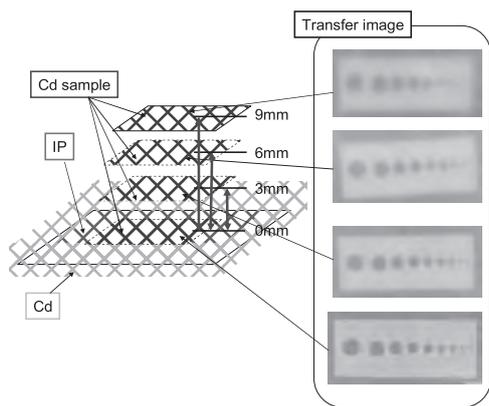


図 4 IP 試料の配置と中性子イメージ

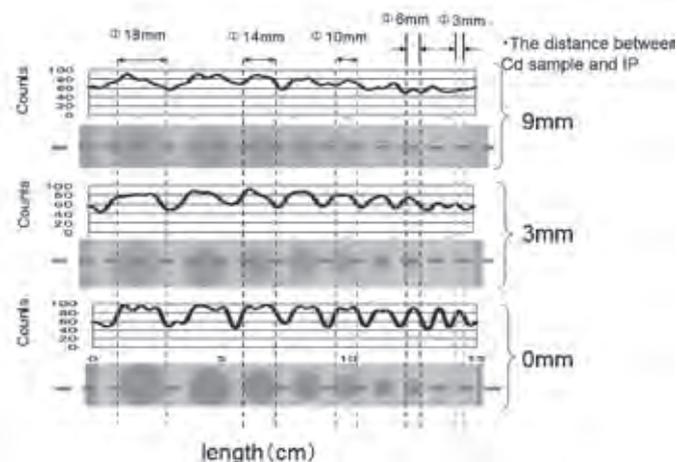


図 5 中性子イメージのフーリエ解析

図 4 にイメージング試料と中性子 IP との距離、それに対応する IP 画像を示す。これによると中性子 IP から 3mm 以上の対象物について右側の小径の穴の像がぼやけている様子がわかる。9mm においてはほぼ全部の穴の像の輪郭がぼやけている。これらの画像データについてフーリエ解析を行い高周波成分を取り除いた分析波形を図 5 に示す。画像でややぼやけていたものについても解析を行うと判別が可能になることがわかる。このことから、上方 3mm の位置での直径 3mm の判別が可能な空間解像度を持っていることがわかる。

3. 発表リスト

[口頭発表リスト]

吉田拓真, 梶原泰樹, 橋本元輝, 大澤徳高, 増田 開, 大西正視, ”放電型中性子源を用いた中性子ラジオグラフィ”, 第 9 回核融合エネルギー連合講演会, 2012 年 6 月 28 日, 神戸, (ポスター)

T. Yoshida, T.Kajiwara, G. Hashimoto, H. Osawa, K. Masuda, M Ohnishi, “Spatial resolution of radiography with IECF device and imaging plate”, 14th US-Japan Workshop on IECF, Oct. 14-17, 2012, University of Maryland

吉田拓真, 梶原泰樹, 橋本元輝, 大澤徳高, 増田 開, 大西正視, “放電型プラズマ中性子源による中性子イメージング”, プラズマ・核融合学会第 29 回年会, 2012 年 11 月 27 日, 福岡, (ポスター)

機能性有機薄膜の作製と発光特性および

光電変換特性の評価

伊原博隆^{1,2}, 宮本皓史¹, 神徳啓邦¹, 高藤 誠^{1,2}, 佐川 尚³

¹熊本大学大学院自然科学研究科

²くまもと有機薄膜センター (PHOENICS)

³京都大学大学院エネルギー科学研究科

1. はじめに

本研究グループではこれまでにポルフィリンやフタロシアニン、フラーレンユニットなどを含む種々のドナー/アクセプター低分子有機化合物を分子設計し、超分子集合体として特徴的な分光学的特性を明らかにしてきた[例えば、*Chem. Eur. J.*, **17**, 11628-11636, 2011]。とりわけ平成 23 年度は、フタロシアニンとフラーレンおよびポリビニルピロリドンからなるマット状になったナノファイバーの薄膜構築に成功し[*Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, **539**, 40-44, 2011]、高い結晶性と高度な分子配向に由来する特徴的な発光特性を明らかにした。

本研究グループで開発されたグルタミド脂質は、規則的な分子会合に起因して特異的な分光スペクトル特性を示す。とりわけ脂質頭部に発色性のクロモフォアを導入したときに、発光ピークの長波長シフトならびに大きなストークスシフトとして顕著に観測される。そこで平成 24 年度は、ピレンやチオフェンなどの種々の発光部位を頭部にもつグルタミド脂質 (図 1) をナノファイバー化した場合の発光素子あるいは光電変換素子としての可能性を探索した。

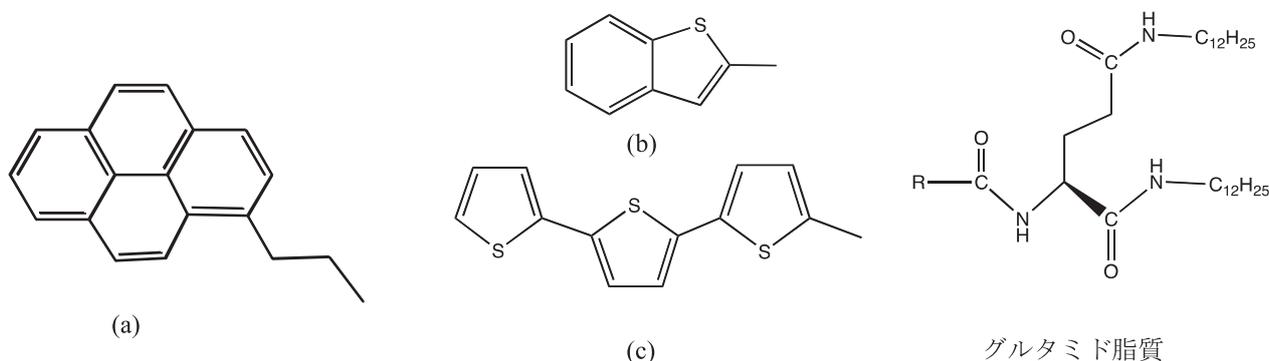


図 1 ピレン (a)、ベンゾチオフェン (b)、ターチオフェン (c) を頭部にもつグルタミド脂質

2. ピレンナノファイバー

電界紡糸法によるナノファイバー形成には、一般的に紡糸が容易なポリマーを併用する必要があるとあり、ポリスチレンやポリビニルピロリドン、あるいはポリビニルアルコールなどがよく利用されている。本系においても、ポリスチレンを使用したピレン脂質 (図 1 a) とのファイバー作製を行い、均質なファイバーが得られることを確認した。すなわち、5~10%のピレン脂質を含むポリスチレンのジメチルホルムアミド溶液の入ったシリンジから 15 kV の電場で紡糸した。走査型電子顕微鏡観察から、直径数百 nm の均質な一次元ナノファイバーがマット状にできあがっていることを確認

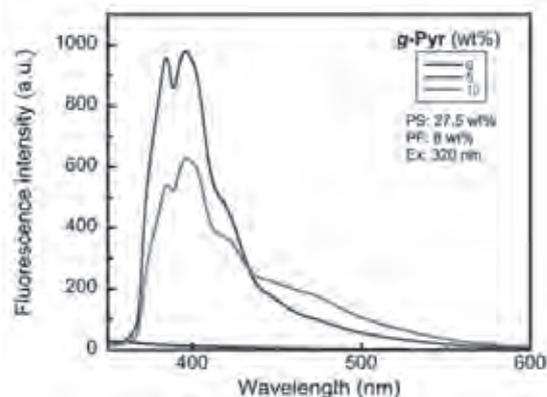


図 2 ピレンナノファイバーの発光スペクトル

した。紫外線ランプ光照射により、目視による微弱な発光が認められた。そこで、定常光による蛍光スペクトルを測定すると、ピレン脂質のファイバー内での分散度が高すぎるためにモノマー発光が優先しており、相対強度の弱いエキシマー発光がわずかながら観測された（図2）。したがって、マイクロ相分離を誘発し得る会合性の高い紡糸条件として、紡糸前の混合溶液の濃度、ポリマーの分子量と混合比、粘度、溶媒の種類、あるいは紡糸時の温度、高揮発性の極性添加剤の使用などについて今後検討し、発光ピークの長波長シフトや大きなストークスシフトを実現し得る最適化を図る。

3. チオフェンナノファイバー

ベンゾチオフェン脂質（図1b）とターチオフェン脂質（図1c）に関して、低極性溶媒のメチルシクロヘキサン中でグルタミド脂質の規則的な会合体を熟成させると、分子分散型からナノファイブリルへと形態が階層的に成長することを透過型電子顕微鏡観察（図3）から確認した。

蛍光スペクトルを測定したところ、図4のように、ベンゾチオフェンでは高温（90℃）から室温（25℃）になるにつれてJ会合の進行により、発光の積分強度を対比すると高温のときの7倍近い増大が見られた（図4左）。

一方、ターチオフェンでは、高温（90℃）から室温（25℃）になるにつれてH会合の進行により、顕著な（積分相対比で高温のときの1/7分の1）消光が観測された（図4右）。

これらの諸現象は、発色部位の分子間会合による特定の空間配置形成に基づくエキシマーの生成や分子内分極（大きな遷移双極子モーメント）の誘起（増大）によるものと推測される。

今後は、熊本大学において詳細な発光機構の解明を進めると共に、京都大学において薄膜作製とその仕事関数および状態密度、光電変換素子特性を系統的に検討する予定である。

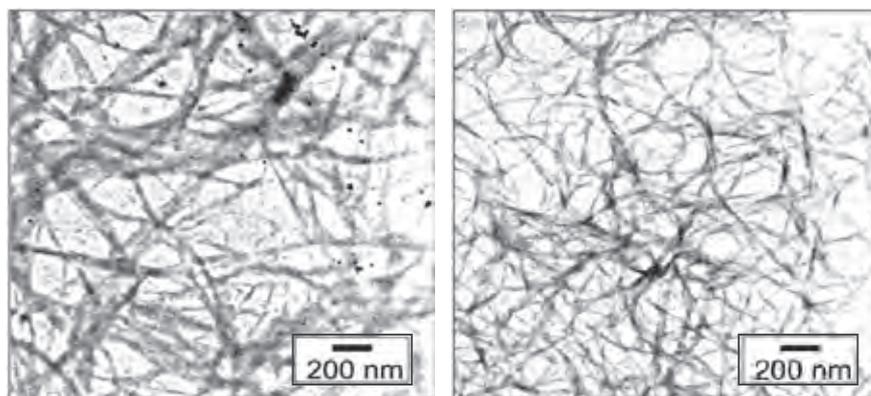


図3 チオフェンナノファイバーのTEM画像

ベンゾチオフェン脂質（左）とターチオフェン脂質（右）

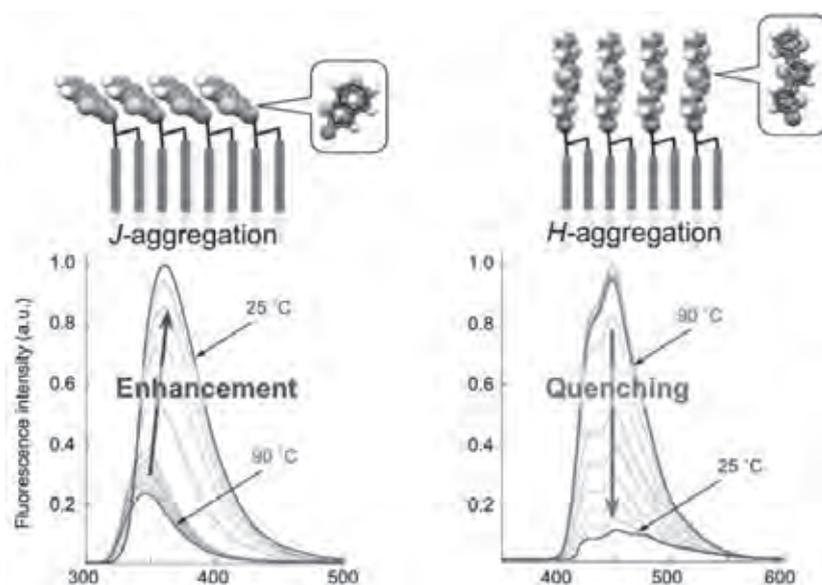


図4 チオフェンナノファイバーの発光スペクトルの温度依存性

高調波発生を利用した真空紫外域における 高強度フェムト秒パルスの発生

加来昌典¹, 宮崎健創²

¹宮崎大学工学部, ²京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

本研究では真空紫外域で高強度なフェムト秒パルスを得るために、高調波発生によって波長 126 nm の超短パルスシード光を発生させ、それをアルゴンエキシマ増幅器によって増幅する新しい超短パルス真空紫外レーザーシステムを開発している。昨年度までに、波長 882 nm のチタンサファイアレーザーの第 7 次高調波発生を利用した波長 126 nm のフェムト秒シードパルスの発生とその最適化、および波長 126 nm に利得を有する光電界電離 (OFI) アルゴンエキシマ (Ar_2^*) 増幅器の開発を個別に行い、実際に高調波の光増幅を確認した。本年度は、波長 126 nm のシードパルスを用いて OFI Ar_2^* 増幅器の利得の空間分布について検討した。

2. アルゴンエキシマ増幅器の利得の空間分布

Ar_2^* 増幅器の利得領域、および注入されるシード光のビーム径は、共に 100 μm 程度と小さいため、それらの空間的なオーバーラップを最適化することは重要である。そこで Ar_2^* 増幅器の位置を変化させることによって、利得の空間分布を測定した。その結果を Fig. 1 に示す。横軸 X は Ar_2^* 増幅器の位置の変位量を表しており、励起レーザーの集光レンズの位置を変化させ調整した。Fig. 1 に示すように、最大で 2.57 倍の光増幅が観測された。この時、利得長を Ar_2^* 増幅器の励起レーザーのレイリー長 1.0 cm と同程度であると仮定した場合の利得は 0.94 cm^{-1} であった。この値は、 Ar_2^* 増幅器単体で評価した利得と同程度であった。Fig. 1 の曲線の様にガウス関数でフィッティングすると利得領域の半値幅は 250 μm であった。このとき第 7 次高調波のビーム径が 110 μm であることを考慮すると、遅延時間 20 ns における実際の利得領域は 220 μm であると見積もられた。初期の利得領域を励起レーザーの集光径の 120 μm と同じであると考へ、20 ns 後の利得領域の径が 220 μm までプラズマ膨張により拡大したと仮定すると、膨張した OFI アルゴンプラズマの平均温度は 1.2 eV であると見積もられた。これは、レーザーパラメータより見積もられる OFI アルゴンプラズマの温度と一致していた。

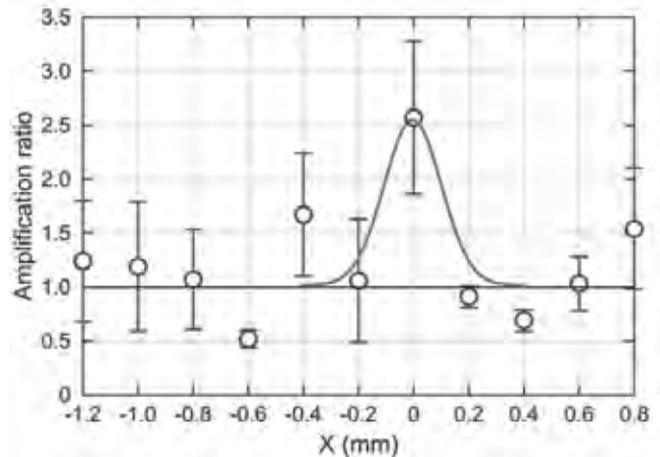


Fig. 1 Spatial distribution of the amplification ratio of the 126 nm emission

3. 光電界電離アルゴンプラズマのイオン分布測定

光電界電離によって生成される一価のアルゴンイオン (Ar^+) は、プラズマ中で衝突緩和過程を経てアルゴンエキシマのプリカーサである第一励起状態のアルゴン (Ar^*) へと緩和する。したがって、 Ar^+ の密度分布はアルゴンエキシマ増幅器の利得分布と密接に関連していると考えられる。そこで我々は、光電界電離によって生成されるアルゴンイオン密度の空間分布をレーザー干渉法によって観測した。シード光が入射される遅延時間 20 ns における Ar^+ の空間分布を Fig. 2 (a)に示す。Fig. 2 (a)において励起レーザーは右から集光照射されており、集光点を中心として Ar^+ の空間分布の半分を示し

ている。

Fig. 2 (b)は、 Ar^+ の密度 $n(l)$ を Fig. 2 (a) において l 方向に積分し、指数で表したものの $(\exp[\int n(l)dl])$ であり、それを X 方向における空間分布として評価したものである。また Fig. 2(b)の横軸の X は、Fig. 1 における横軸 X と対応している。ここで、 Ar^+ の空間分布より評価された Fig. 2 (b)は、Fig. 1 の増幅率の空間分布と相関があると考えられる。しかしながら、増幅率の空間分布の幅 $220 \mu\text{m}$ (FWHM) と比較すると、アルゴンイオンの分布は、 $800 \mu\text{m}$ (FWHM) に広がっていることがわかる。これは実際に増幅に寄与する Ar_2^* は、 Ar^+ を初期状態として、三体再結合過程を経ることによって、生成されるためだと考えられる。

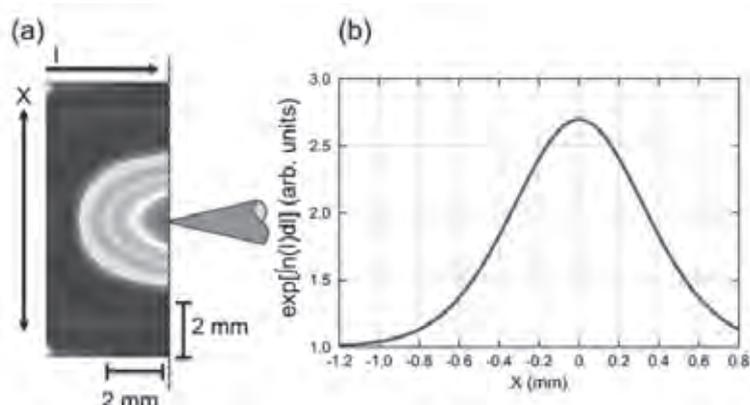


Fig. 2 Density contour of the OFI Ar ion density (a), and the gain-related curve as a function of position X (b)

4. まとめ

光電界電離 Ar_2^* 増幅器を用いて、第 7 次高調波による波長 126 nm の真空紫外フェムト秒パルスの光増幅を観測した。最大 0.94 cm^{-1} の利得が得られ、この値は Ar_2^* 増幅器単体で評価された利得と同程度であった。シードパルスが入射される遅延時間 20 ns における利得の空間分布を測定したところ、およそ $220 \mu\text{m}$ (FWHM) であることがわかった。またその時の平均プラズマ温度は、 1.2 eV であることが見積もられた。光電界電離によって生成される Ar^+ 密度の空間分布をレーザー干渉法によって測定した結果、利得の空間分布と相関があることがわかった。

[口頭発表リスト]

- [1] M. Kaku, Y. Ezaki, M. Katto and S. Kubodera, "Amplification of ultrashort pulse vacuum ultraviolet coherent radiation in OFI Ar_2^* amplifier", The 19th International Symposium on High-Power Laser Systems and Applications, September 10, 2012, Lares Park Hotel, Istanbul, Turkey.
- [2] 江崎功浩, 大休寺匠, 甲藤正人, 加来昌典, 窪寺昌一, 宮崎健創, "光電界電離アルゴンエキシマによる真空紫外フェムト秒パルスの増幅", 第 73 回応用物理学学会学術研究会, 2012 年 9 月 12 日, 愛媛大学.
- [3] K. Fujiyoshi, M. Kaku and S. Kubodera, "Temporal dynamics of OFI Ar plasma produced by high-intensity IR laser", The 65th Joint Conference of Electrical and Electronics Engineers in Kyusyu, September 25, 2012, University of Nagasaki.
- [4] S. Kubodera, M. Kaku, M. Katto and K. Miyazaki, "Amplification of femtosecond vacuum ultraviolet laser pulses at 126 nm in an optical-field-induced ionized argon plasma", 65th Gaseous Electronics Conference, October 22, 2012, The University of Texas at Austin, TX, USA. (ポスター)
- [5] 加来昌典, 江崎功浩, 大休寺匠, 藤吉一行, 甲藤正人, 窪寺昌一, 宮崎健創, 宮永憲明, "超短パルス真空紫外レーザーの開発", レーザー学会第 436 回研究会「短波長量子ビーム発生と応用」, 2012 年 12 月 6 日, 宮崎市民プラザ.
- [6] 江崎功浩, 大休寺匠, 藤吉一行, 加来昌典, 甲藤正人, 窪寺昌一, 宮崎健創, "光電界電離アルゴンエキシマ増幅器を用いたフェムト秒真空紫外パルスの増幅", レーザー学会学術講演会第 33 回年次大会, 2013 年 1 月 29 日, 姫路商工会議所.

[論文発表リスト]

- [1] M. Kaku, Y. Ezaki, M. Katto and S. Kubodera, "Amplification of ultrashort pulse vacuum ultraviolet coherent radiation in OFI Ar_2^* amplifier", Proceedings of SPIE. (受理済み)
- [2] 加来昌典, 江崎功浩, 大休寺匠, 藤吉一行, 甲藤正人, 窪寺昌一, 宮崎健創, 宮永憲明, "超短パルス真空紫外レーザーの開発", レーザー学会研究会報告, No. RMT-12-56, 1-5, 2012 年 12 月 6 日.

がん環境応答性蛍光プローブの in vivo での機能評価

原田 浩¹, 中田栄司²

¹京都大学生命科学系キャリアパス形成ユニット

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景

低酸素細胞は放射線治療や抗がん剤に抵抗性を示すことから、がん治療効果不良の一因とされてきた。このようなヒト腫瘍内の低酸素がん細胞を同定、可視化（画像化）、もしくは定量することが出来れば、各種治療効果の予測や評価に有用であると考えられる。

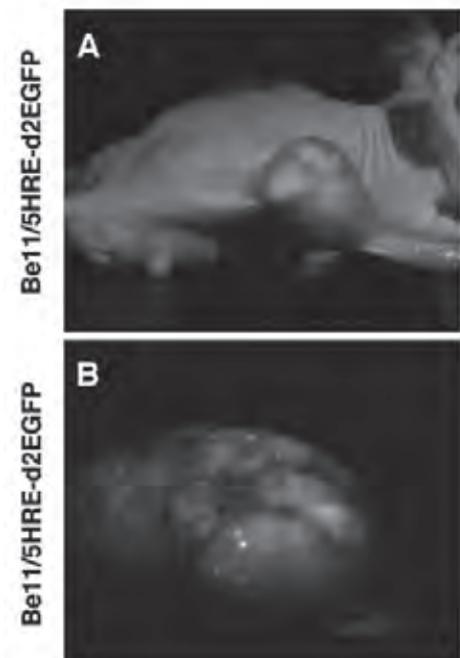
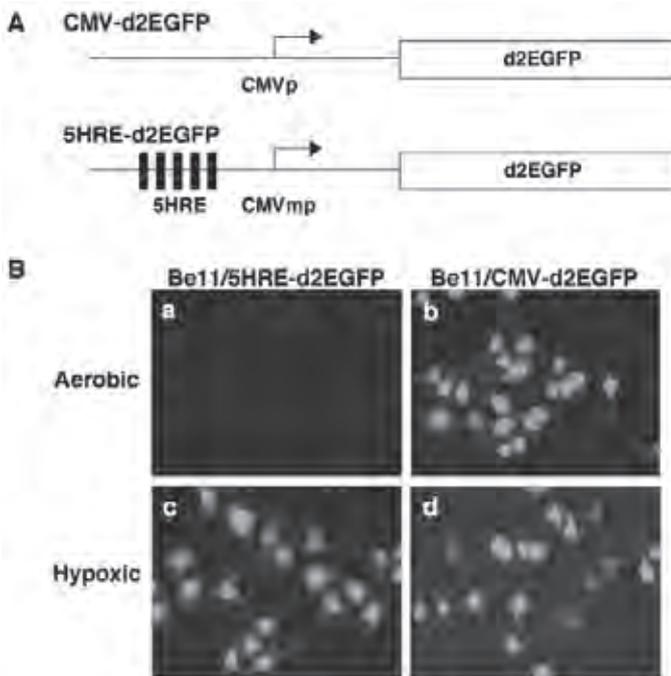
2. 結果

VEGF プロモーターの低酸素応答エンハンサー (HRE) を直鎖状に 5 コピー繰り返す DNA を構築し、これをヒトサイトメガロウィルスのミニマムプロモーターの上流に組み込み、低酸素応答プロモーター (5HRE プロモーター) を構築した。5HRE プロモーターの制御下でレポーター遺伝子としてルシフェラーゼ遺伝子を発現するプラスミドを構築し、細胞に導入後にルシフェラーゼアッセイを実施することによって、5HRE プロモーターが数 1000 倍にもおよぶ低酸素応答性を有することが明らかになった。また、ヒト繊維肉腫 HT1080、ヒト肺癌由来細胞株 A549、ヒト子宮頸がん由来細胞株 HeLa、ヒト大腸がん由来細胞下部 WiDr、ヒト肝臓がん由来細胞下部 HepG2、ヒト膵がん由来細胞株 MIA PaCa-2 および CFPAC-1 等、ヒト由来の各種癌細胞においても同様の低酸素誘導活性を示したことから、本システムの多癌種に対する有効性を実証することが出来た。

次に、5HRE プロモーターの制御下でレポーター遺伝子として GFP の誘導体 (d2EGFP) を発現するプラスミド (p5HRE-d2EGFP) を構築し、ヒト悪性黒色腫由来細胞株 Be11 に安定に導入した。単離したクローン (Be11/5HRE-d2EGFP) は in vitro の有酸素条件下においては殆ど蛍光を示さなかったが、低酸素培養によって極めて強い緑色蛍光を呈した (図 1)。対照として d2EGFP を恒常的に発現するプラスミドを安定に導入した Be11 細胞 (Be11/CMV-d2EGFP) を用いて同様の実験を実施した結果、この細胞は培養条件に関わらず極めて強い緑色蛍光を呈した。Be11/5HRE-d2EGFP の緑色蛍光を FACS を用いて解析した結果、低酸素刺激による発現誘導比は数 1,000 倍に達していた。

図 1 レポーター遺伝子の構造 (A) とその機能評価 (B)

図 2 腫瘍内低酸素の蛍光イメージング



また短半減期の d2EGFP をレポーター遺伝子として利用したことによって、この細胞を低酸素処理後に再酸素化した場合に、凡用の EGFP を利用した場合と比較して速やかな緑色蛍光の退色が見られた。これは低酸素環境を緑色蛍光によってリアルタイムに可視化できることを期待させる結果である。

Be11/5HRE-d2EGFP をヌードマウス皮下に移植し固形腫瘍を形成させ、固形腫瘍内の低酸素環境を可視化できるか否かを検討した。適切な励起光と光学フィルターを利用することによって非侵襲的に腫瘍内の緑色蛍光を検出することが可能であった。Be11/CMV-d2EGFP の固形腫瘍においては、腫瘍全体が一様に蛍光を呈していた。一方、Be11/5HRE-d2EGFP の固形腫瘍においては、腫瘍内部が不均一に緑色蛍光を呈していた (図 2)。抗 GFP 抗体、および低酸素マーカーを利用して Be11/5HRE-d2EGFP の腫瘍組織切片を免疫組織学的に解析した結果、緑色蛍光を発していた細胞が確かに低酸素環境下に置かれていたことを確認することが出来た。以上の結果は、実際に生体内に存在する腫瘍低酸素領域において我々のベクター系による遺伝子発現の ON/OFF が可能であることが示唆されたのみならず、従来不可能であった生体腫瘍内低酸素領域の非侵襲的解析を可能とする有望な成果と考えている。

3. 本年度 発表リストについて

[口頭発表リスト]

原田浩, “放射線治療後のがん再発機構の解明とその克服”, 大阪大学第 11 回放射線治療セミナー, 9 月 23 日, 大阪大学中之島キャンパス

原田浩, “Cancer cells that acquire HIF-1 activity after radiation therapy cause local tumor recurrence after radiation therapy”, 第 71 回日本癌学会学術総会, 9 月 19 日, ロイトン札幌

原田浩, “HIF-1 陰性低酸素がん細胞は S 期への細胞周期の移行により放射線抵抗性を獲得する”, 日本放射線影響学会第 55 回大会, 9 月 6 日, 東北大学川内キャンパス

原田浩, “がん細胞の動きを捉える”, 京都大学基礎物理学研究所主導研究会, 8 月 9 日, 湯川英樹記念館

原田浩, “Function of Hypoxia-Inducible Factor 1 in Tumor Recurrence after Radiation Therapy; Lessons from Hypoxia Biology”, 7 月 23 日, The 31st Sapporo International Cancer Symposium, 札幌

原田浩, “Molecular Mechanism behind Tumor Recurrence after Radiation Therapy”, 京都大学 再生医療臓器再建医学コースミーティング, 5 月 11 日, 京都大学 iPS 研究所

[論文発表リスト]

Miki K, Nakano K, Matsuoka H, Yeom CJ, Harada H, Hiraoka M, Ohe K. Amphiphilic Brush-Like Copolymers Involving Hydrophobic Amino Acid- and Oligopeptide-Side Chains for Optical Tumor Imaging In Vivo. *Bull Chem Soc Jpn.* (印刷中)

Yoshimura M, Itasaka S, Harada H, Hiraoka M. Microenvironment and radiation therapy. *Journal of Biomedicine and Biotechnology.* (印刷中)

Zhu Y, Zhao T, Itasaka S, Zeng L, Yeom CJ, Hirota K, Suzuki K, Morinibu A, Shinomiya K, Ou G, Yoshimura M, Hiraoka M, *Harada H. Involvement of decreased hypoxia-inducible factor 1 activity and resultant G1-S cell cycle transition in radioresistance of perinecrotic tumor cells. *Oncogene.* (印刷中)

Yeom CJ, Goto Y, Zhu Y, Hiraoka M, *Harada H. Microenvironments and Cellular Characteristics in the Micro Tumor Cords of Malignant Solid Tumors. *Int J Mol Sci.* 13:13949-13965. 2012. (発行済)

*Harada H, Inoue M, Itasaka S, Hirota K, Morinibu A, Shinomiya K, Zeng L, Ou G, Zhu Y, Yoshimura M, McKenna WG, Muschel RJ, Hiraoka M. Cancer cells that survive radiation therapy acquire HIF-1 activity and translocate towards tumour blood vessels. *Nat. Commun.* 3:783 doi: 10.1038/ncomms1786. 2012. (発行済)

Kai S, Tanaka T, Daijo T, Harada H, Kishimoto S, Suzuki K, Takabuchi S, Takenaga K, Fukuda K, Hirota K. Hydrogen sulfide inhibits hypoxia- but not anoxia-induced hypoxia-inducible factor 1 activation in a von Hippel-Lindau- and mitochondria-dependent manner. *Antioxid Redox Signal.* 16: 203-216. 2012. (発行済)

ゼロエミッションに役立つ材料評価のための 高次高調波ビームラインの高出力化

関川太郎¹, 五十嵐裕紀¹, 槇田 歩¹, 中嶋 隆²

¹北海道大学工学研究院応用物理学部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究の背景

太陽エネルギーの高効率利用によるゼロエミッションの達成、レアアース代替材料など発見など、現在の喫緊の課題を克服するために、様々な新規材料の開発が求められている。新規材料の基礎物性を評価する手法の一つに光電子分光法がある。短波長の光を材料に照射したとき、光電効果により放出される光電子の運動量および運動エネルギーを解析することにより、バンド構造など材料の電子状態を研究する手法である。波長が真空紫外光以下の短波長光源が必要なため、先端的研究はシンクロトロン軌道放射光を用いて行われることが多い。

光電子分光法は、材料に対する光照射効果の研究にも有効な研究方法である。光化学反応では光励起により原子の結合が変わり分子軌道が大きく変化するが、敏感に観測することができる。また、固体材料においても光照射により光学的・磁氣的・電氣的性質や結晶構造が変わる、光誘起効果を示す材料（太陽電池材料も含む）においても、バンド構造の変化を敏感に検出することができる。

一方、近年、フェムト秒レーザーの高次高調波は、アト秒・フェムト秒の極端紫外・軟 X 線光源としてその応用研究が進められている。放射光の時間幅が最短でも 10 ピコ秒程度であるため、高次高調波は新しい極端紫外・軟 X 線時間分解分光用光源として期待される。特に光電子分光に応用すると、光照射後の電子状態の変化を実時間で観測することが可能となる。しかし、高次高調波を分光光源として利用するための問題点として、強力な基本波のみならず多数の次数が同軸に伝搬することがある。それぞれの次数が信号を出すため、スペクトル情報を得るためには高調波の次数を分ける必要がある。そこで、昨年度以来、我々は、高調波の単一次数を切り出すため時間遅延補償分光器を開発し、その出力パルスの時間幅の評価と位相整合による高出力化の研究を行ってきた。昨年度は、切り出した単一次数高調波のパルス幅の最適化と位相整合について報告した[1]。

2. 研究の目的

本年度は、切り出された高調波ビームの空間伝搬を研究した。高次高調波は極端紫外コヒーレント光源として、微細構造の撮像（イメージング）に使われている。しかし、空間伝搬したときのビーム広がりには狭い、といわれているが報告例は我々の知る限りはない。ビーム広がり、イメージングや分光応用のための高調波の集光性に影響を与えるため、実際に計測することは重要である。

3. 実験

高調波のビーム形状は、高調波照射により発する Ce:YAG 結晶の蛍光（中心波長 500 nm）の空間分布と等価として決定した。高調波はチタンサファイアレーザーを、ガスジェット、内径が 300 μm と 200 μm の中空ファイバー（長さ 1cm）の 3 種類に集光して発生した。媒質には Ar ガスを使用した。時間遅延補償分光器は、2 枚の回折格子が 0 次反射光のみを取り出せる状態（0-0 次）と、入射側の回折格子のみを回転させて単一次数高調波を取り出せる状態（1-0 次）で観測した。単一次数高調波には 19 次高調波を選択した。観測点は集光点、集光点から 4.2cm、6.5cm、12cm の 4 地点である。

4. 実験結果と考察

図 1a)、2b) に 19 次高調波を内径 300 μm と 200 μm の中空ファイバーを使った場合のビーム半径の距離依存性を示す。300 μm （図 1a)）においては、0.05 cm 以遠での発散角を再現するようなガウス波形とトップハット型の波形の伝搬の計算結果も示す。

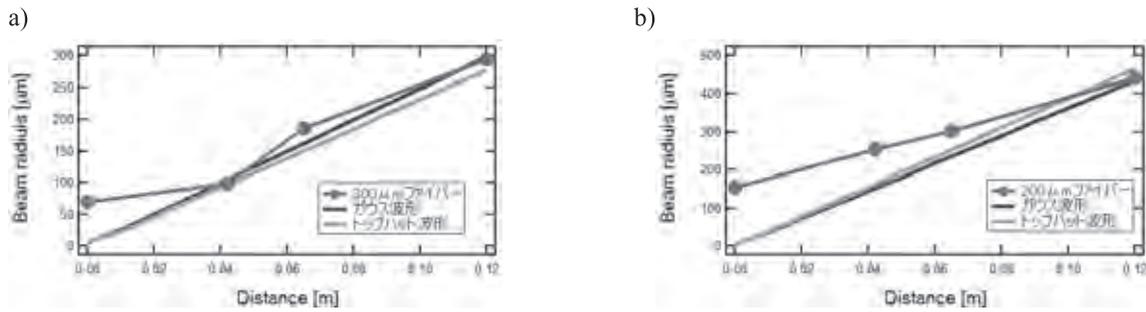


図1 a) 300 μm ファイバーで発生した19次高調波のビーム半径の伝搬長依存性。実線は、ビーム広がり再現するようにしたガウス波形とトップハット波形のビーム半径。b) 200 μm ファイバーで発生した19次高調波のビーム半径の伝搬長依存性。実線は、12cmでのビーム半径を再現するようにしたガウス波形とトップハット波形のビーム半径。

発散角はどちらでも再現できるが、発生地点では高次の横モードのため回折限界よりビーム径が6倍ほど大きくなっていて、一方、200 μm (図1b)において、ビーム径およびビーム広がり300 μm の場合より大きいことが分かった。また、ガウス波形とトップハット型の伝搬ではビームの広がり角を説明できないことも分かった(焦点でのビーム径を拡大すると広がり角は急速に小さくなる)。

この違いを説明するため、位相整合条件の空間依存性を計算した。昨年度、報告したように、300 μm ファイバーは100 Torr付近で最大値をとり、200 μm ファイバーは10 Torr付近で最大値をとる。最適値の違いは、ファイバーとの結合効率の違いによる最適位相整合条件の違いから生じている。図3に位相整合マップを示す。図2a, 2bはそれぞれ、300 μm ファイバーと200 μm ファイバーの場合を示す。300 μm の場合は進行方向に位相整合が取れるが、200 μm 場合は、発生時にすでに拡散する方向に高調波が発生していることが分かる。このため、200 μm ファイバーからのビーム広がり大きいと考えられる。高調波発生時のレーザー強度が位相整合条件を通して空間コヒーレンスに影響を与えていることが分かった。

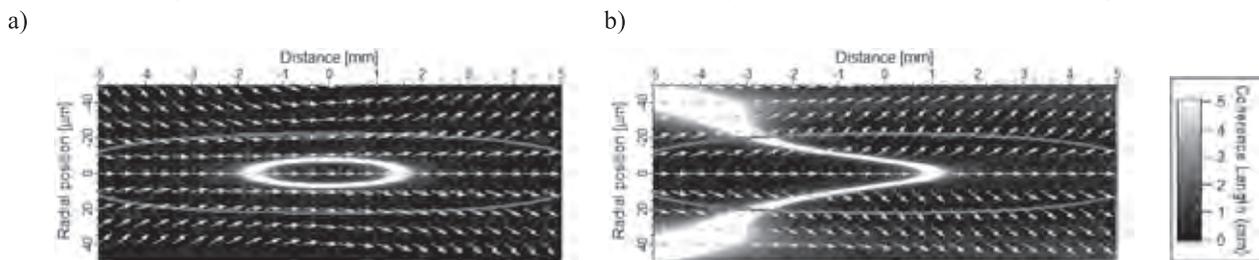


図2 a)300 μm ファイバー中でのレーザー光の焦点付近での位相整合マップと b) 200 μm ファイバーの場合。赤線の内部で高調波が発生する強度に達している。

[1] H. Igarashi, A. Makida, M. Ito, and T. Sekikawa, *Optics Express* **20**, 3725–3732 (2012).

5. 発表リスト

[口頭発表リスト]

- 1) H. Igarashi, A. Makida, M. Ito, and T. Sekikawa
AT-O12, 1st Advanced Lasers and Photon Sources, (Yokohama, April 26, 2012).
- 2) H. Igarashi, A. Makida, M. Ito, and T. Sekikawa,
QTu2H.8, Conference on Lasers and Electro-Optics, (San Jose, May 8, 2012).
- 3) H. Igarashi, A. Makida, M. Ito, and Taro Sekikawa
THU.PIII.3, 18th International Conference on Ultrafast Phenomena, (Lausanne, July 12, 2012). Poster

[論文発表リスト]

- 1) H. Igarashi, A. Makida, and T. Sekikawa,
Page53-56 “Multiphoton Processes and Attosecond Physics”, Springer Proceedings in Physics 125 edited by K. Yamanouchi and K. Midorikawa, Springer (2012).

キャリアドーピングしたカーボンナノチューブにおける 励起子位相緩和の微視的機構の解明

小鍋 哲¹, 松田一成², 岡田 晋¹

¹筑波大学数理物質科学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景

炭素原子シートを筒状にしたカーボンナノチューブは、その擬一次元構造に起因した特異な光学応答を示すことが知られている。とりわけ、低次元構造ではキャリア間に働くクーロン相互作用が増大するため、多体効果が興味深い。光励起された電子と正孔間に働く引力相互作用が強くなり、非常に大きな束縛エネルギーを持つ電子-正孔束縛状態、即ち励起子、が生成される (Ando J. Phys. Soc. Jpn. 66 1066 (1997))。その値は数百 meV にも達するため、カーボンナノチューブの光学応答は室温においても励起子が支配的となる。また、最近ではキャリアドーピングしたカーボンナノチューブの光学応答が盛んに調べられており、励起子のみならず、励起子と荷電キャリアとの束縛状態である荷電励起子も安定に存在することが明らかになった (Matsunaga et al. Phys. Rev. Lett. 106 037404 (2011))。このような低次元物質特有の新たな多体励起状態は、次世代光エネルギーデバイスやスピントロニクスデバイスへの応用が期待されている。そこで、昨年度に引き続き、本年度も基礎物理的立場からキャリアドーピングしたカーボンナノチューブの光学応答を理解すべく、理論と実験による研究を行った。

2. 方法

理論的アプローチでは、励起子と電子の弾性散乱による励起子位相緩和率（線幅）を強束縛近似により計算した。励起子状態は Bethe-Salpeter 方程式を解くことにより得られる。位相緩和率は Fermi の黄金律に基づき計算した。実験は、吸収・発光スペクトルの測定を行った。それぞれの結果を比較・検討し、物理的解釈を行った。

3. 結果と考察

一般に、キャリアドーピングした半導体の位相緩和は、励起子-キャリア弾性散乱が最も主要なプロセスであることが知られており、低温になるほどその効果は大きくなる。しかし、カーボンナノチューブでは、状況が全く異なることがわかった。図1はカーボンナノチューブのスペクトル線幅のキャリア密度依存性を低温 (50K) と高温 (300K) の場合において、様々な直径に対してプロットしたものである。高温下ではキャリア密度の増加に伴い線幅が増加しているが、低温下では高温の場合と比べ線幅とその増加率が非常に小さいことがわかる。従って、ここで得られたカーボンナノチューブにおける励起子-キャリア弾性散乱による位相緩和は通常の半導体の場合と真逆の傾向を示している。以下に示すように、この特異な振る舞いは1次元励起子のエネルギーバンド構造から理解できる。

図2はカーボンナノチューブの励起子エネルギーバンド (singlet: 光学

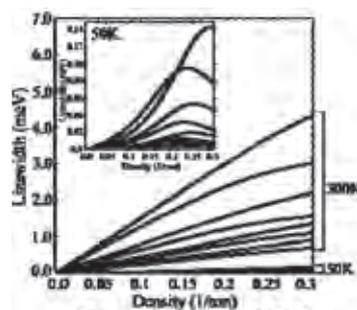


図1 一重項励起子の線幅

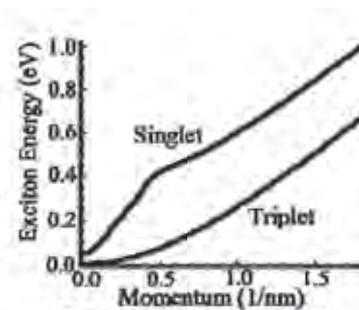


図2 励起子エネルギーバンド

許容、triplet:光学禁制) である。図から明らかなように、光学許容なスピン-重項励起子のバンド構造は放物型では無く、長波長において傾きが急峻になっている。これはカーボンナノチューブのような低次元物質では、電子-正孔間の交換相互作用が非常に大きいため、励起子バンドに対数補正がつくためである。ところで、励起子-キャリア散乱ではその散乱プロセスにおいてエネルギーと運動量を保存する必要がある。しかし、図2のような特異なバンド構造を有すると散乱の際に保存則を満たすことが困難になり、散乱プロセスが抑制されることになる。この効果は低温になるほど顕著になるため、励起子-キャリア弾性散乱は低温ほど抑制されると同時に、キャリア密度に対し非線形な振る舞いを示す(図1挿図)。以上の計算結果は吸収・発光スペクトル測定結果と非常に良い一致を示しており、理論と実験の両サイドから、キャリアドーピングしたカーボンナノチューブの特異な光学応答が明らかになった。

4. まとめ

本研究では、昨年度に引き続き、カーボンナノチューブにおける励起子ダイナミクス、特にキャリアの弾性散乱による位相緩和について理論と実験により調べた。その結果、カーボンナノチューブの低次元性に由来する励起子バンド構造の特異性により、この散乱プロセスが強く抑制され位相緩和率が非常に小さくなるとともに、キャリア密度に対し非線形な振る舞いをすることがわかった。以上の結果は、既存のキャリアドーピングした半導体と大きく異なり、低次元物質であるカーボンナノチューブ特有のものであり、クーロン相互作用の効果が最も顕著に現れた現象の一つであると言える。このように、カーボンナノチューブでは従来の常識では理解できない現象が生じる。従って、カーボンナノチューブを次世代光エネルギーデバイスへ応用するためには、今後も基礎物理的立場からその物性を詳細に調べる必要がある。

5. 発表

[口頭発表リスト]

小鍋 哲, “カーボンナノチューブにおける励起子多体相関”, 日本物理学会, 2012年9月12日, 横浜国立大学(招待講演).

[論文発表リスト]

S. Konabe, K. Matsuda, and S. Okada, “Suppression of exciton-carrier scattering in doped single-walled carbon nanotubes”, *Physical Review Letters* 109, 187403(2012) (発行済).

原子力発電所の安全性評価と今後のエネルギー環境教育

岩切宏友¹，森下和功²

¹琉球大学教育学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

原子力発電は極めて多くの科学技術を内包しており、一般人のみならず非理科系の研究者や教師、政治家等も十分な知識を有しているとは言えない。もちろん、民主主義の大原則により、十分な知識を持たない一般市民も（例えば）原子力工学者と平等な決定権を有する。しかし、原子力発電を理解するための根幹ともいえる物理学に関する一般的な習熟度は非常に低い。2010年に発表された日本学術会議による「物理学分野の展望」という報告書によると、高校における物理履修者の比率は1970年代には80～90%台であったが、1982年の指導要領改訂以降は30%台に激減し、現在では20%以下と言われている。すなわち、「エネルギー保存の法則」ですら大部分の市民が理解しているとはいえないのが現状である。本研究は「エネルギー保存の法則」や「エネルギー変換効率」などの物理現象について“実感を伴った体験”をさせることを目的としたエネルギー環境教育法の開発を目的のひとつとする。

揚水発電とは水力発電の一種であり、夜間の余剰電力で上部調整池に汲み上げ貯留し、電気の需要の多い昼間に汲みあげた水を下部調整池に落として発電する方式である。このため、原子力発電と組み合わせることで効率的な運用が可能とされている。一般的な揚水発電所は上部と下部にダムを築き、淡水を用いているが、建設可能な場所には限りがある。そこで、海を下部調整池とみなした海水揚水発電所が考案された。この方式では下池のためのダム建設が省略できるので、建設コストを大幅削減でき開発可能地点も広がる。その実証プラント建設地として沖縄県国頭村・安波の海岸が選ばれ、1999年に建設完了後、5年間の実証試験運転を経て2004年から発電運転が行われている。

本研究では沖縄県にある世界で唯一の沖縄やんばる海水揚水発電所を活かし、新規的な物理・エネルギー教育プログラムの作成を目指す。本施設における技術・環境により、以下の物理的事象を実感を伴って学習することが可能である。なお、項目番号は次項（実践の内容）中にも付記する。

- ① 3相交流発電・送電
- ② 音速と音波の反射（やまびこ）
- ③ 海水による金属の腐食と腐食防止のための工夫
- ④ 流体シミュレーション
- ⑤ 上部調整池に蓄積された海水が有する位置エネルギー
- ⑥ 運動エネルギーの電気エネルギーへの変換と効率
- ⑦ プラスチック・ゴムの材料強度

2. 教育実践の内容

本実践は2011年8月および2012年11月に琉球大学教育学部理科教育専修及び自然環境教育コースの学生、総計22名を対象として行った。実践当日は(株)電源開発から専門の技術者に来ていただき、施設の誘導や補足説明などを行っていただいた。実践当日における見学・解説について以下に示す。

まず、施設内の入り口で高圧送電用の鉄塔についての説明を行った。鉄塔には3つの大型の碼子が装着されており、3相交流発電であることがわかる(①)。施設内入り、レクチャールームで発電所の概要についての講習を受けた後、標高132mの地上施設から地下発電所(標高-15m)までエレベーターで移動した(図1参照)。地下発電所の入り口付近には資材を運ぶためのクレーン穴(長さ150m)

があり、手をたたくと1秒程度で明快な反射音が聞こえる(②)。沖縄県では適当な山地がないため、このような「やまびこ」を実体験できる場所はほとんどない。

地下発電所には揚水発電の要であるポンプ水車発電電動機があり、駆動状況を観察することができる。ポンプ水車のランナー(羽根;水の流れる力を回転する力に変える)およびガイドベーン(ランナーへの水量を調節する羽根)はモリブデンを数%添加したオーステナイト系ステンレスを用いることで海水に対する耐食性を保持している(③)。なお、本施設見学前には、海岸付近の腐食した金属材料(ガードレールなど)を観察させており、塩分があるとステンレスの不動態皮膜(クロム酸化物)が局部的に破壊され、虫食い状の腐食が生ずることを説明してある。

地下発電所から放水口連絡トンネルを通ると、900個のテトラポットに囲まれた放水口があり、海水が放水されている様子がよくわかる(夜間は取水されている)。放水口は放出された海水が周囲の環境(サンゴ礁など)に負荷を与えないように流体解析を行った後に建設されている。この流体解析はナビエ・ストークス方程式に基づいたコンピュータシミュレーションであり、天気予報の気象モデル作成も本質的には同等の手法が用いられている(④)。

最後に地上に戻り、上部調整池の見学を行った。上部調整池は高さ25m、幅252mの八角形であり、有効貯水量は564,000m³である。上部調整池とポンプ水車発電電動機との有効落差は136mであることから、このとき水が有している位置エネルギーと発電効率などが計算できる(⑤、⑥)。遮水シートとして用いられているEPDMゴムシートは厚さが2.0mmにもかかわらず、981N/cm²の引っ張り強度を有し、最大伸び率は450%である(⑦)。その後、付近の高台から施設全貌を俯瞰し、本実践を終了した。

3. まとめ

学習項目のうち、②、⑤、⑥についてはほとんどの学生が理論上の予備知識を有しており、本実践により実感を伴った理解が深まったと答えている。また、①、⑦については比較的身近であり、理解度も高かった。③、④については理工系学生向けの高度な内容も含んでおり、事前指導も十分ではなかったため、半数程度の学生が「よく分からない」と答えている。実践後の感想ではほとんどの学生が「物理学に対する興味がいっそう喚起された」と答えていることから、ある程度の効果は得られたようである。

本年度は試行的な実践研究であり、対象人数も20人程度だったことから十分に完成したプログラムとは言えないが、来年度以降も本実践研究を推進させていくことで本施設を利用した新規的な物理・エネルギー教育プログラムの作成を目指す。また、中高生を対象とした教育プログラムの作成も検討する。

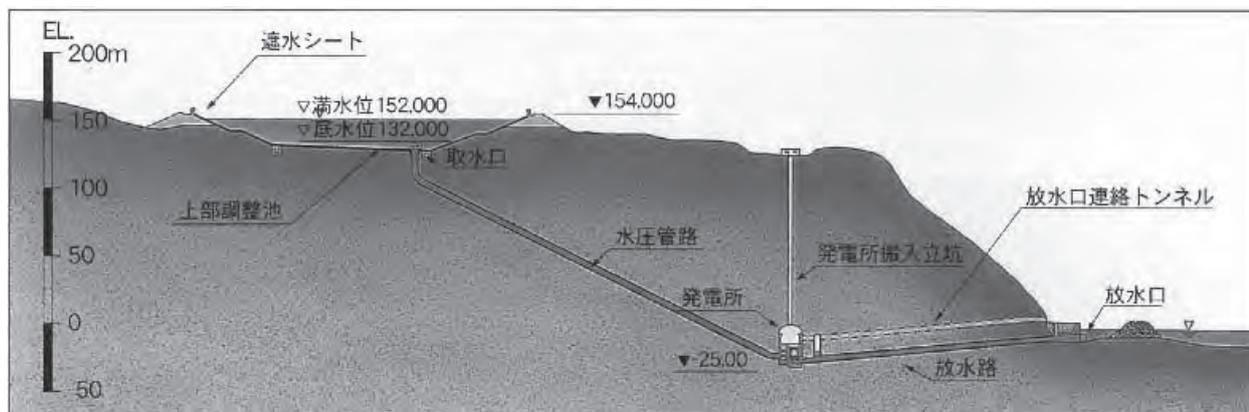


図1 沖縄やんばる海水揚水発電所」断面図(パンフレットより引用)

レーザーパルスの最適制御による 光化学反応の高効率化

大槻幸義¹, 中嶋 隆²

¹東北大学大学院理学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

【序】

整形した超短レーザーパルスにより分子波動関数を直接操作できれば、高確率・高選択的に目的の光化学反応を誘起できる。実際、パルス整形技術と学習アルゴリズムを組み合わせたフィードバック法を用いて、ロドプシンの光異性化（視覚の初期過程）の制御[1]やデンドリマー（光合成のモデル分子）のエネルギー移動促進[2]など、溶液中の生体分子においても有効性が実証されている。一般に、化学反応においては「分子の向き」が重要である。したがって、レーザーパルスにより分子の向きを揃えることができれば、光化学反応の高効率化が実現でき、ゼロエミッションエネルギー研究に大きく貢献できると期待される。この制御は分子を空間固定系に対して揃えるため、化学反応を含む分子動力学研究全般においても重要な基盤技術である。そのため分子の配向・整列制御はさまざまな動機に基づき盛んに研究されている。

量子力学的描像では、分子整列は回転状態同士の重ね合わせで実現できる。小サイズの分子の場合、超短レーザーパルス列の照射によりある程度の整列が達成できる。そのため研究の中心は最適化や応用に移りつつある。一方、分子配向では対称性の異なる回転状態をコヒーレントに重ね合わせる必要がある。対称性を破るために双極子相互作用や超分極相互作用の利用が提案されており、特に後者は、電場ゼロ下での分子配向の可能性から有望視されている。しかし、時間幅がピコ秒[3]からナノ秒のレーザーパルス[4]を用いて制御実験が試みられたものの、いずれも配向度合いは低いままに留まっている。単一パルス励起が原因の一つとして挙げられているが、それ以上の制御には強度・タイミング・相対位相など様々な要素を考慮する必要があり、少数の候補に絞り込むのは難しい。

我々が開発した非線形相互作用下での最適制御シミュレーションは、(モデル) ハミルトニアン情報だけから、目的達成に最適なレーザーパルスを数値設計する[5]。したがって、分子配向のように制御機構に関する知見が乏しい現象に対しても有効である。そこで平成24年度は中嶋隆准教授との共同研究を通して分子配向制御の課題に取り組んだ。その結果、分子整列を通した2段階の配向制御機構が有効であることを見出したので報告する[6]。

【最適制御シミュレーション】

配向制御の議論において、CO分子がしばしばプロトタイプ系として取り上げられる。また、超分極率相互作用を利用する配向制御では、通常、位相ロックした800 nmと400 nmパルスの2色レーザーパルスが非対称電場として用いられる。この波長は共鳴遷移を誘起せず、ラマン過程を通して回転波束を生成する。レーザーパルスの搬送波振動には分子回転は追従できず、サイクル平均したハミルトニアンの下で時間発展する。

$$\bar{H}^t = B\hat{J}^2 - \frac{1}{4}\alpha(\theta)[\varepsilon_\omega^2(t) + \varepsilon_{2\omega}^2(t)] - \frac{1}{8}\beta(\theta)\varepsilon_\omega^2(t)\varepsilon_{2\omega}(t)\cos\eta \quad (1)$$

ここでは回転定数 B の剛体回転子モデルを仮定した。 $\varepsilon_\omega(t)$ と $\varepsilon_{2\omega}(t)$ はそれぞれパルスの800 nmと400 nm成分のパルス包絡線関数を表す。また、 $\alpha(\theta)$ と $\beta(\theta)$ は分極・超分極相互作用に関わる分子パラメータである（角度 θ はパルスの直線偏光方向と分子軸とのなす角度）。目的の時刻を t_f とすれば、配向度合い $F = \langle \psi(t_f) | \cos\theta | \psi(t_f) \rangle$ を最大にするパルス

は次の変分条件から求められる。

$$\frac{\delta F}{\delta \varepsilon_{\omega}(t)} = \frac{\delta F}{\delta \varepsilon_{2\omega}(t)} = 0 \quad (2)$$

我々は、(2)式から導かれるパルス設計方程式を高速・高精度で解くための数値アルゴリズムを開発し[5]、シミュレーションを行った。

【結果と考察】 [6]

回転基底状態を初期条件にしたシミュレーション結果を示す。図1は、最適パルスの包絡線関数(a)、分子配向・整列の時間変化、量子数が偶数・奇数の分布の総和および平均の量子数の時間変化(c)を表す。なお、時間の単位は古典的な回転周期 (CO分子の場合 8.7 ps) である。最適パルスにより達成された配向度合いは 0.93 (理想値 1.0) であり、2つのメインピーク以外を除いても 0.92 と高い値が保たれた。すなわち、ダブルパルス励起が最適であることを制御シミュレーションにより明らかにできた。更に興味深いのは、パルスのピーク位置と分布の時間発展との関係である。最初のメインパルスは偶数の回転準位だけを励起し分子整列を誘起している。分子配向は2番目のピークにより誘起される。すなわち、最適制御シミュレーションにより「整列誘起の配向制御」という2段階制御機構が導けた。この2段階制御がロバストであるならば、ガウスパルス列でも高い配向度を達成できるはずである。整列パルスと配向パルスの強度・遅延時間を変えて得られた配向度合いを図2に表示した。最適解に相当するところを×印で示す。配向度合いが高い領域が複数個所現れ、確かに2段階制御が有効であることを裏付けられた。

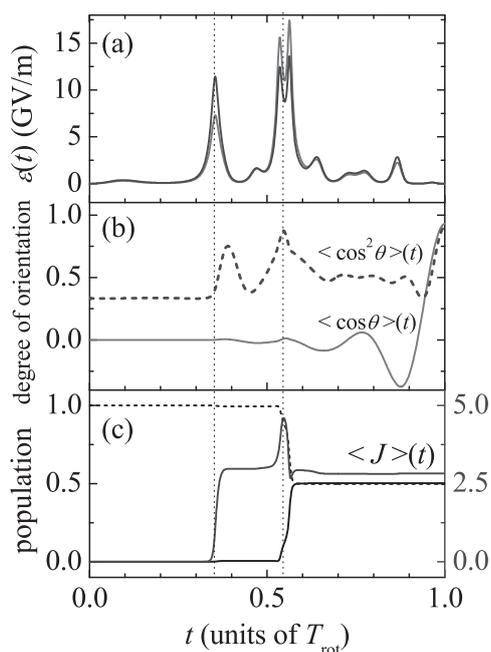


図1 (a) 最適パルスの包絡線関数 [(1)式]
(b) 配向・整列度合いの時間変化
(c) 偶数 (点線)・奇数 (実線) の量子数の分布の総和および平均量子数の時間変化。

【参考文献 (a)、b)が共同研究成果】

- [1] V. I. Prokhorenko et al., *Science* **313**, 1257 (2006).
 [2] D. G. Kuroda et al., *Science* **326**, 263 (2009).
 [3] S. De et al., *Phys. Rev. Lett.* **103**, 153002 (2009).
 [4] K. Oda, M. Hita, S. Minemoto, and H. Sakai, *Phys. Rev. Lett.* **104**, 213901 (2010).
 [5] Y. Ohtsuki and K. Nakagami, *Phys. Rev. A* **77**, 033414 (2008);
 H. Abe and Y. Ohtsuki, *Phys. Rev. A* **83**, 053410 (2011); *Chem. Phys.* **400**, 13 (2012)^a.
 [6] K. Nakajima, H. Abe, and Y. Ohtsuki, *J. Phys. Chem.* **116**, 11219 (2012)^b.

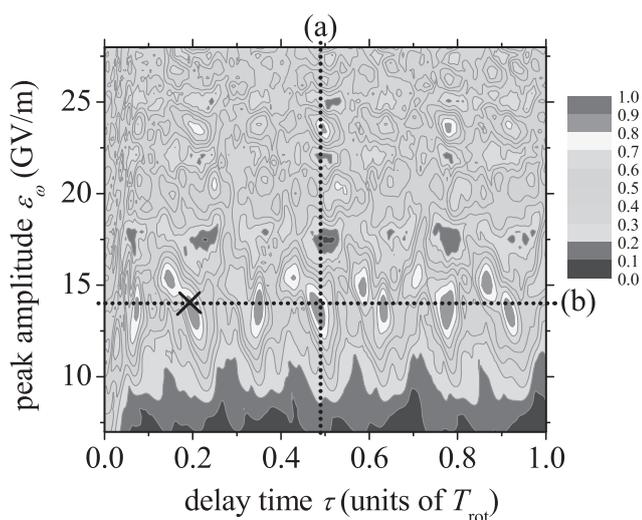


図2 ガウス整列パルスと配向パルスを照射した際の最大の配向度合いの等高線図。パルス強度 (縦軸) および遅延時間 (横軸) 依存性を示す。

フェムト秒レーザーアブレーションによる 高機能性クラスター生成

小林 徹¹, 中嶋 隆²

¹ (独) 理化学研究所

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 序

フェムト秒レーザーによるアブレーション (fsLA) では、レーザー光の大きな尖頭値強度によって固体試料の非熱的原子イオン化効率が大きい[1]。これまでの研究から、fsLA によるクラスター生成およびその水素化反応等が明らかとなった。我々は新しいクラスター生成法として fsLA に注目し、新奇機能性クラスター生成を目指して研究をおこなっている。

13 族元素の窒化物 (BN, AlN, GaN) は、絶縁体セラミクスあるいは発光素子として実用化されているが、クラスター科学の観点からも興味深い。今回窒化アルミニウム (AlN) に関する実験の結果、絶縁体の fsLA では原子イオン化が主であること、その結果試料固体とは組成が全く異なるクラスターイオン生成が起こりうるということが判明したので報告する。

2. 実験装置

既報のフェムト秒レーザーと飛行時間型質量分析装置 (TOF-MS) から構成される実験装置を用いて、fsLA によって生成する正イオン種を観測・同定している。今回の実験試料である窒化アルミニウム (AlN) は、古河電子 (株) から入手した (FAN-170)。

3. 結果および考察

図 1 に AlN の fsLA によって生成する正イオン種を示す。窒化ホウ素の場合とは大きく異なり、 $(\text{AlN})_n^+$ のような混合クラスターイオンはほとんど観測されず、純アルミニウムクラスター (Al_n^+) および 1 窒化物クラスター (Al_nN^+) のイオン系列が観測された。窒化ホウ素の場合とは異なり、表面吸着分子由来の水素化物生成は見られない。純アルミニウムクラスターイオンの生成は、窒化アルミニウムが fsLA によって完全に原子イオン化されている事を示す重要な証拠である。図 2 に、大きなクラスターに対して、MCP ゲート動作による TOF スペクトルの高感度測定結果を示す。図に示されるように Al_n^+ ($n \leq 2$) の生成が確認された。さらに特徴的なのは $n \geq 3$ においてスペクトル線が 2 本ずつペアになって現れていることである。TOF の検討から、図 2 に示すように、 Al_n^+ に隣接したピークは $\text{Al}_n^+ \leftarrow \text{Al}_{n+1}^+$ の準安定解離イオン (Al_n^{*+}) によるものと判明した。さらに図 2 に挿入し

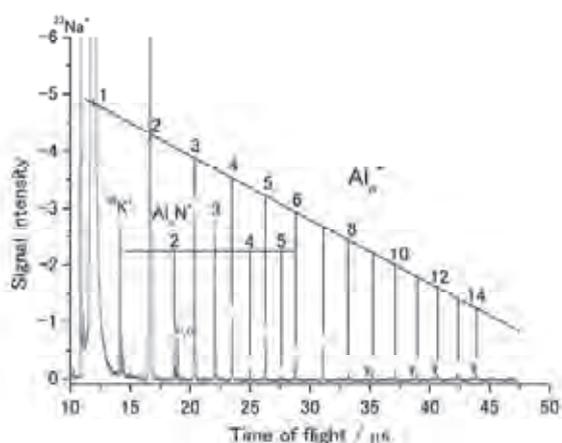


図 1 窒化アルミニウム基板をフェムト秒レーザーアブレーション ($I=0.68\text{J}/\text{cm}^2$) して生成する正イオン種の飛行時間 (TOF) 質量スペクトル

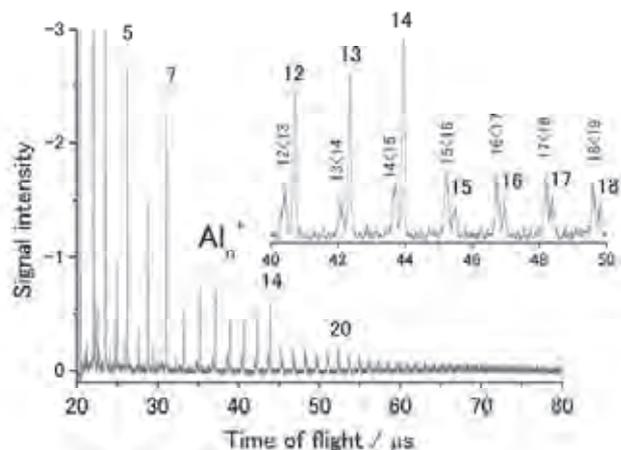


図 2 MCP のゲート動作による高感度測定による TOF スペクトル。図中 $n < n+1$ は準安定解離 $\text{Al}_n^+ \leftarrow \text{Al}_{n+1}^+$ による Al_n^+ イオン信号を表す。

た拡大図から明らかな通り、 $n \leq 4$ と $n \geq 5$ では Al_n^+ と Al_n^{*+} の強度が逆転している。図3に Al_n^+ の準安定解離度 (▲) のクラスターサイズ依存性を示す。 $n=15$ における純安定解離度のジャンプが明瞭に示されている。この結果は、Begemannらによる報告 (1986) を非常に良く再現している。

一方、AlN 基板の nsLA において、イオン生成には fsLA に比べて大きなレーザー強度が必要であり ($I \geq 100 \text{ J/cm}^2$)、純アルミニウムクラスターイオンはほとんど観測されなかった。さらに純アルミニウムの fsLA/nsLA においては、いずれの場合もほとんどが単原子イオンおよびその酸化物が生成し、アルミニウムクラスターイオンは観測されなかった。

上記の結果を合わせて考察すると、基板の fsLA によるクラスター生成において、(1) レーザー強度には制限がある事、(2) 基板が絶縁体であることが必要であることの2点が判明した。(1) は過度に大きなレーザー強度はプラズマ温度の上昇をもたらし、その結果クラスター生成が阻害される事を示している。nsLA ではクラスターイオンの生成が見られない事も同じ原因によるものと考えられる。(2) は fsLA において表面電子の剥ぎ取りにより誘起される大きな局所電界によるクーロン爆発が試料構成分子の原子イオン化に必要である事を示している。

本研究結果から、レーザーアブレーションによるクラスターイオン生成に向けた実験条件に関する興味深い知見が得られた。今後は、試料基板の適切な選択により、高機能性クラスターイオン生成を試みたい。

4. 本年度 発表リストについて

[口頭発表リスト]

T. Kobayashi and Y. Matsuo, "Production of metal cluster cations by femtosecond laser ablation of aluminum nitride", 28th Symposium on Chemical Kinetics and Dynamics, 2012年6月6日~8日, 九州大学筑紫キャンパス

小林 徹・松尾由賀利, "フェムト秒レーザーアブレーションによるクラスターイオン生成", 第9回 AMO 討論会, 2012年6月15日・16日, 理化学研究所大河内記念ホール (ポスター)

[論文発表リスト]

T. Kobayashi and Y. Matsuo, "Production of metal cluster cations by femtosecond laser ablation of an insulator: Pure aluminum cluster cations from aluminum nitride", Journal of Chemical Physics (投稿中)

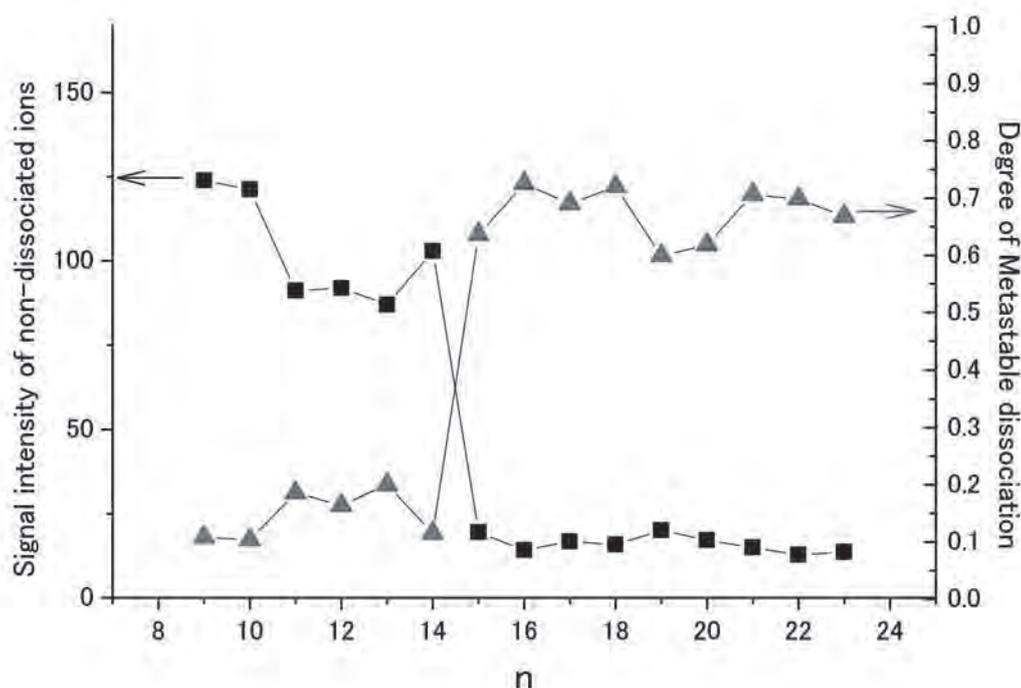


図3 非解離クラスターイオン強度 (■) および準安定解離割合 (▲) のクラスターサイズ依存性

SMBI のためのノズルからの流れの解析

西野信博¹, 村山将一², 佐藤伸宙², 笠島慶純³,

Linge Zang³, 水内 亨⁴, 岡田浩之⁴, 小林進二⁴, 大島慎介⁴

¹広島大学大学院工学研究院

²広島大学大学院工学研究科

³京都大学エネルギー科学研究科

⁴京都大学エネルギー理工学研究所

1. 計算手法

ノズル中心を軸とした円筒座標系を用い、ノズル境界には CP (特性点) を配置してノズル壁を再現した。この CP は流体モデルで面積のない界面を表す手法として当研究室で研究開発している計算手法である。通常の界面以外にも衝撃波などの物性値がジャンプする界面も存在するが、現状の CP は、物質の異なる界面に使用している。SMBI ノズルから流れるガスは、流体モデルで近似できる圧力、温度範囲であるが、ほとんど真空中でのガス噴出ということを考慮し、粘性項を無視したオイラー方程式を用いた。

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + u \frac{\partial \rho}{\partial x} + v \frac{\partial \rho}{\partial y} + \rho \frac{\partial v_r}{\partial x} + \rho \frac{\partial v_z}{\partial y} = 0$$

$$\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial x} = 0$$

$$\frac{\partial v}{\partial t} + u \frac{\partial v}{\partial x} + v \frac{\partial v}{\partial y} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial y} = 0$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} + u \frac{\partial T}{\partial x} + v \frac{\partial T}{\partial y} + \gamma \rho \frac{\partial v_r}{\partial x} + \gamma \rho \frac{\partial v_z}{\partial y} = 0$$

ここに、 ρ , p , v_r , v_z , γ はそれぞれ密度、圧力、半径方向速度、軸方向速度、比熱比である。

差分に関しては、移流項に 1 次風上差分法、非移流項に 2 次の中央差分法を用いている。

2. 計算結果の例

使用したガスの初期条件を表 1 に示す。計算領域は、300x460 格子の円筒形座標で、格子間隔は、0.025 mm、クーラン数は 0.3 で計算した。また、CP で示す境界ではガスは粘着条件としている。理想的なノズルによる準定常流れの始まり部と終わり部の圧力の分布を図 1 に、拡大図を図 2 に示す。

表 1 計算条件

	流入流体(重水素)	初期流体(真空)
密度	1.625kg/m ³	1.604 × 10 ⁻⁶ kg/m ³
圧力	10atm	1Pa
温度	300K	300K
速度	0m/s	0m/s
比熱比	1.41	1.41

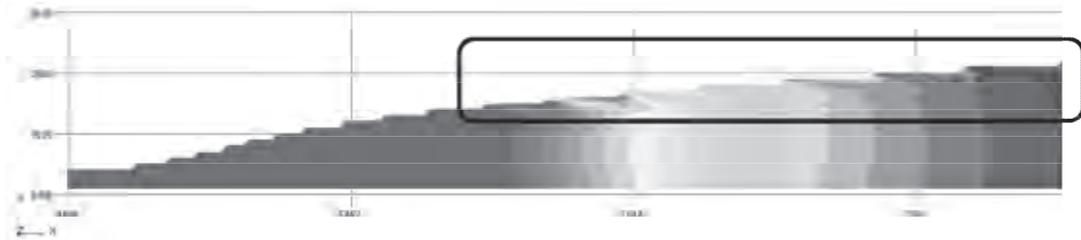


図 1. ノズル部分の圧力分布



図 2. 壁面部分の拡大部

図 2 の丸印の付近に周囲の格子点よりも不自然に高い圧力が生じている。これは CP の非移流項を計算を格子点から値を代入することで代用していたためだと考えられる。今年度は CP の非移流項計算を片側差分にして計算を行った。圧力の結果を図 3 に示す。

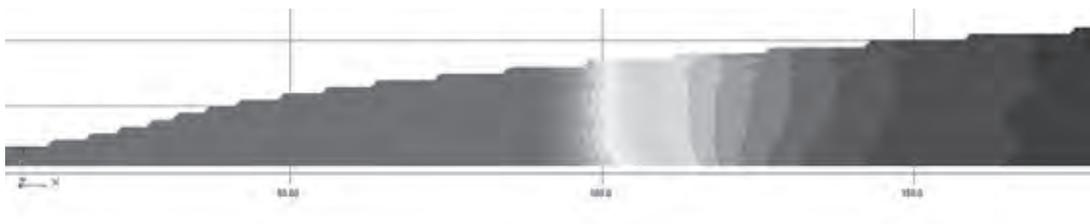


図 3. ノズル部分の圧力分布（改良版）

図 1 と比較し、壁面付近に生じていた不自然な高い圧力は見られなくなり、バグはとれたと思われる。

3. 今後の課題

より高次のスキームなどによって計算する計算精度の向上が見込めるが、計算速度やメモリの制限がある。また、三次元計算に対応させ、実験値との比較を行う必要がある。

トーラスプラズマにおける電子サイクロトロン波放射の トロイダル 2 点間相関計測

吉村泰夫¹, 長崎百伸², 佐野史道², 水内 亨², 岡田浩之², 小林進二², 山本 聡²,
岡村昇一¹, 久保 伸¹, 下妻 隆¹, 伊神弘恵¹, 高橋裕己¹, 西浦正樹¹

¹核融合科学研究所

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究の目的

京都大学エネルギー理工学研究所のヘリカル軸ヘリオトロン高温プラズマ実験装置 Heliotron J に、核融合科学研究所の Compact Helical System (CHS) で用いられていた ECE 測定器を移設し、Heliotron J 既設の ECE 測定器との同時計測を行う。二台をトロイダル方向およびポロイダル方向に離れた位置を測定するように配置することにより、それぞれで測定された電子温度の時間変化に現れる揺動の位相差や相関などを調べ、揺動の空間構造を明らかにする。

2. これまでの経緯

Heliotron J 既設のラジオメータシステムは、Heliotron J から ECE 信号を伝送するための導波管伝送路、Heliotron J の加熱装置である 70GHz ジャイロトロンの発振周波数帯の高強度信号を減衰させるためのノッチフィルター、ローカル発振器とミキサーを用いた差周波数 (IF) 発生部、差周波信号を周波数帯域毎に分離し増幅するフィルターバンク、信号を増幅するアンプ、ディテクタなどで構成され、Heliotron J の #11.5 ポートからの ECE 信号を測定している。H23 年度までに、CHS ラジオメータの新たな測定位置を #7.5 ポートとして決定し、受信アンテナ、導波管伝送路を設置した。これにより異なるトロイダル位置における ECE 信号受信が可能となっている。

初期性能確認として、#7.5 ポートで受診した ECE 信号を CHS ラジオメータのフロントエンド部に入力し、その IF 出力を CHS ラジオメータのバックエンド部および Heliotron J ラジオメータのバックエンド部に入力した場合のデータを比較した。すなわち、それぞれのラジオメータのバックエンド部での信号処理結果の比較を行った。ここでフロントエンド部とは、プラズマから放射される ECE 信号に対してローカル信号でミキサーをかけその IF 信号を取り出す部分であり、CHS ラジオメータの場合ローカル信号の周波数は 90 GHz である。またバックエンド部とは、20GHz 程度以下となった IF 信号を測定周波数ごとにフィルターした後ディテクタで電圧信号に変換し、アンプして出力する部分である。比較の結果、二台のラジオメータのバックエンド部からの出力は、CHS ラジオメータ側にノイズが多いものの、ノイズ成分を除いたデータの時間変化としてはほぼ相似であり、感度校正を行えば電子温度測定が可能であることが分かった。

3. 平成 24 年度の成果

CHS ラジオメータを用いた温度測定のために、W バンドノイズソースを用いて感度校正を行った。測定温度範囲内でディテクタの出力が入力に対して線形となるように信号減衰器の挿入を行い、また個々の ECE チャンネルからの出力値のデータを取得し、チャンネル間感度校正係数を求めた。W バンドノイズソースは、ECE 測定周波数帯にわたって周波数依存のない平坦な出力をする発振器である。これにより、CHS ラジオメータを用いて電子温度分布形状の測定が可能となった。絶対値については別途決定する必要がある。

校正後の CHS ラジオメータを用いて実験時に計測された電子温度分布形状を図 1 に示す。実験では電子サイクロトロン波電流駆動 (Electron Cyclotron Current Drive: ECCD) を行っており、図中 Npar と表記されているのは ECCD のため斜め入射された電子サイクロトロン波の磁場に平行方向の屈折率

である。横軸はラジオメータの各測定チャンネルの中心周波数としているが、測定周波数は計測位置の磁場強度に対応しており、プラズマの平衡（磁気面の変位）を考慮してプラズマ半径に焼き直す必要がある。プロットされた範囲はおおよそ $0.2 < r/a < 0.6$ (r/a は規格化小半径) である。ラジオメータ各チャンネルの出力の N_{par} 依存性を示したのが図 2 である。プロット点の色の違いは測定周波数の違いを表す。これらのデータから明らかなように、特に $N_{\text{par}} > 0.2$ において全測定チャンネルにおいて N_{par} とともに ECE 信号強度が増大している。これはバルクの電子温度の変化ではなく、斜め入射された電子サイクロトロン波により生成された非熱的電子からの放射を測定しているためと考えられる。ラジオメータによる電子温度計測にあたっては、対象プラズマが十分に光学的に厚いことが重要である。今後は、トムソン散乱計測による電子温度計測結果を用いた校正を行うことで、ECE による電子温度分布計測が可能となる。

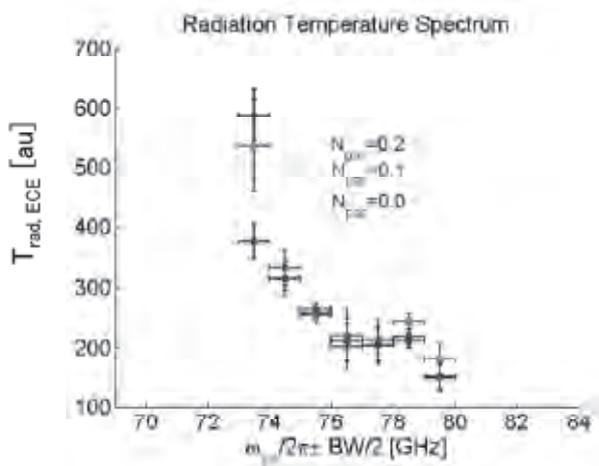


図 1 感度校正された CHS ラジオメータを用いて計測された電子温度分布形状

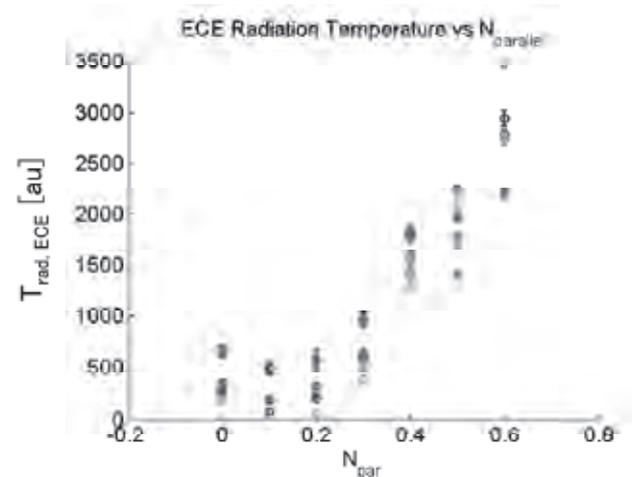


図 2 ラジオメータ各チャンネルの出力の N_{par} 依存性

4. 本年度の発表リスト

[口頭発表リスト] (下線は本共同研究の共同研究者)

K. Nagasaki, S. Yamamoto, S. Kobayashi, T. Mizuuchi, H. Okada, Y. Yoshimura, F. Sano et al., "Recent Results from ECH/ECCD Experiments in Heliotron J", Japan-Korea Workshop on Physics and Technology of Heating and Current Drive, Hanwha Resort, Haeunde, Busan, Korea, January 28-30, 2013

K. Nagasaki, S. Yamamoto, S. Kobayashi, T. Mizuuchi, H. Okada, Y. Yoshimura, F. Sano et al., "Control of Energetic-Ion-Driven Instabilities by ECCD in Heliotron J", Workshops on Physics and Technology of RF Heating of Fusion Plasmas 2012 (US-EU-Japan Workshop on RF Heating Technology and US-Japan Workshop on RF Heating Physics), 11-15 December, 2012, Nara

K. Nagasaki, S. Yamamoto, S. Kobayashi, T. Mizuuchi, H. Okada, Y. Yoshimura, F. Sano et al., "Stabilization of Energetic-Ion-Driven MHD Mode by ECCD in Heliotron J", 24th IAEA Fusion Energy Conference, San Diego, USA, Oct. 8-13, 2012, EX/P8 (ポスター)

長崎百伸, 山本 聡, 小林進二, 水内 亨, 岡田浩之, 吉村泰夫, 佐野史道 他, "ヘリオトロン J における ECCD を用いた高エネルギーイオン駆動 MHD 不安定性の抑制", プラズマ・核融合学会第 29 回年会, クローバープラザ, 福岡県春日市, 2012 年 11 月 27 日-30 日, 28pA03

核融合炉材料の照射下ミクロ構造変化の 照射場依存性に関するモデリング研究

渡辺淑之¹, 森下和功², 近藤創介², 山本泰功³, 鈴木知明¹

¹日本原子力研究開発機構

²京都大学エネルギー理工学研究所

³京都大学大学院エネルギー科学研究科

1. 研究目的

核融合炉の材料設計や寿命評価を精度良く行うためには、既存の代替照射場で所得した材料照射データを核融合環境下でのデータへ理論的に外挿するための方法論の開発が必要である。そのためには、照射による材料の振る舞い（照射下材料挙動）をその時間的・空間的マルチスケール性を十分に踏まえて記述すると共に、計算機シミュレーションを用いて、互いに異なる照射場での材料挙動の関係を物理的に正しく解釈しておくことが不可欠となる。本研究では、照射下での材料ミクロ構造変化（欠陥集合体形成）を対象とし、その照射場依存性を理論的に明らかにするための基盤技術の開発を目的とする。

2. 手法

ここでは、純鉄中の代表的な欠陥集合体であるボイド（空孔集合体）及び転位ループ（SIA 集合体）に着目し、欠陥集合体核生成プロセスの照射場依存性を理論的に評価することを試みた。具体的には、まず、原子シミュレーション（分子動力学計算）より評価した欠陥集合体の熱的安定度（点欠陥結合エネルギー）のサイズ依存性を導入した反応速度論モデルを構築した。続いて、反応速度論解析を実施し、原子はじき出し損傷速度（dpa レート） $P=10^{-7}\sim 10^{-3}$ dpa/s, 温度 $T=300\sim 800$ K における欠陥集合体の核生成率及び臨界核サイズについて調べた。尚、ここでは空孔過飽和度 S_V ($S_V = (D_V C_V - D_I C_I)/D_V C_{Veq}$: 母相中における空孔の実効的な拡散フラックス) を用いて、転位ループについては S_V 最小値（転位ループの形成が顕著なタイムスケール）、ボイドについては S_V 最大値（ボイドの形成が顕著なタイムスケール）における核生成挙動を調べた。

3. 結果および考察

図1は、 $P=10^{-3}$ dpa/s でのボイド核生成率を温度に対してプロットしたものである。ここで、ボイド核生成率は「単位時間あたりに生成するボイド核（臨界核サイズ n^* 以上のボイド）の個数」と定義している。図より、ボイド核生成率は照射温度に強く依存しており、ピーク温度を有している。これは、低温側では空孔が動きにくく、高温側ではボイドが熱的不安定的になるため、両温度におけるボイド核生成率が低下することが原因である。また、このような（ピーク温度を有する）傾向は、実験的に観察されるボイドスウェリングと同様の傾向を示している。図2は、欠陥集合体の臨界核サイズの温度依存性を示したものであり、ボイドについては温度の増加に伴って臨界核サイズも増加していることが確認できる。例えば、350K でのボイド核は複空孔 (V_2) であるが、600K でのボイド核は4重空孔 (V_4) である。これは、比較的小さい空孔集合体は高温下では熱的に不安定であり、安定に存在するためにはサイズをより大きくする必要があることを意味している。続いて、さまざまな照射場におけるボイド核生成率の温度依存性を図3に示す。図より、ボイド核生成率のピーク温度は、dpa レート P が高いほど高温側へ遷移している。これは、 P が高くなるにつれて空孔過飽和度 S_V が増加し、ボイドへの実効的な空孔流入量が増加することで比較的高温でもボイド核が形成されやすくなるためである。

同様に、転位ループ（SIA 集合体）の核生成挙動について調べた結果を図4に示す。転位ループの核生成率はボイドのそれとは大きく異なり、温度依存性が低く、ピーク温度も存在しない。この理由は転位ループがボイドと比べて非常に熱的に安定であることに起因しており、事実、転位ループ

プにおいては幅広い温度領域において複格子間原子 (I_2) が核であることが確認できる (図 2)。これは、転位ループ核生成の記述には、広範囲の温度において従来モデル (複格子間原子を臨界核と仮定したモデル) が適用可能であることを示唆している。一方、転位ループ核生成率の照射場依存性については、ボイドのそれと同様に、dpa レート P の増加と共に核生成率も増加している。これは、 P が高くなるにつれて空孔過飽和度 S_V が減少し、ループへの実効的な SIA 流入量が増加することで転位ループ核がより形成されやすくなるためである。

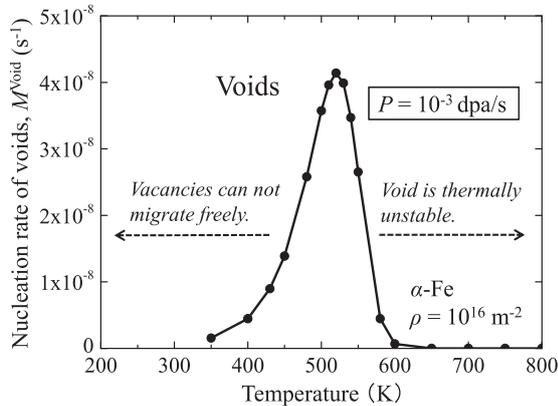


図 1 ボイド核生成率の温度依存性

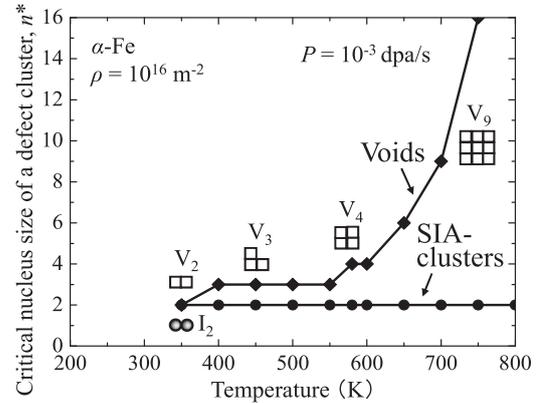


図 2 欠陥集合体臨界核サイズの温度依存性

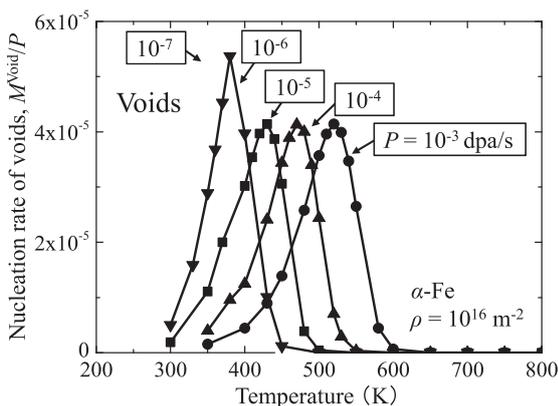


図 3 ボイド核生成率の照射場・温度依存性

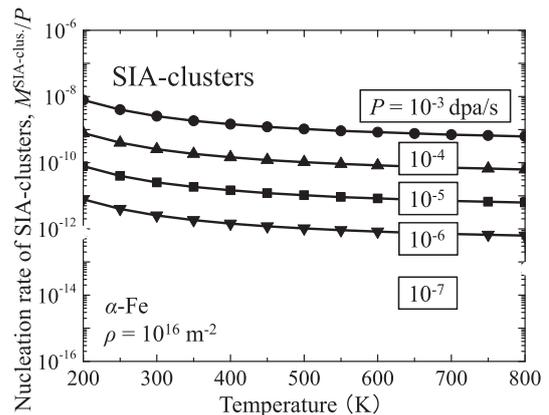


図 4 ループ核生成率の照射場・温度依存性

4. まとめ

欠陥集合体の臨界核サイズをエネルギー論に基づいて定義することで、純鉄におけるボイド及び転位ループの核生成挙動の照射場依存性を理論的に表現しうる基礎的モデルの構築に成功した。これらの知見は、実用鋼の照射下マイクロ構造変化を理論的に記述する際の重要な基盤要素となる。

[口頭発表リスト]

K. Morishita, J. Yoshimatsu, Y. Yamamoto, Y. Watanabe, “Multiscale Modeling Viewpoint for Simulating Defect-Cluster Nucleation Process in Materials during Irradiation”, 2012 MRS (Materials Research Society) Spring Meeting, California, USA, Apr. 9-13, 2012.

[論文発表リスト]

Y. Watanabe, K. Morishita, Y. Yamamoto, D. Hamaguchi, H. Tanigawa, “Displacement damage rate dependence of defect cluster formation in alpha iron during irradiation”, Nucl. Instrum. Meth. B (accepted)

重水素チャージされたタングステンの 重水素トラップサイトの検出

佐藤紘一¹, 徐 虬¹, 木村晃彦², 笠田竜太², 近藤創介², 橋富興宣², 大村高正², 義家敏正¹

¹京都大学原子炉実験所

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言及び研究の目的

二酸化炭素排出を抑えることができるエネルギー源として核融合炉は大変有望である。その核融合炉のプラズマ対向材料には高 Z 材であるタングステンが用いられることが検討され、最近では最も可能性が高い材料として多くの研究者により特性が調べられている。タングステンの利点は、スパッタ率が低い、水素蓄積が少ない、融点が高い、の 3 点である。これらはよく用いられてきた炭素の弱点を克服しているが、タングstenは再結晶化が進むと結晶粒界の脆化が深刻な問題となる。他に、工業的にも一般的に使われる材料ではないことから、材料特性の理解が不十分であり信頼性に欠ける点も問題である。これらの弱点は個々の研究者がデータを溜めて、克服していくしかない。

本研究では、タングステンの材料特性の中で、空孔型欠陥と重水素の相互作用に注目した。昨年度までに、単空孔、転位、ボイドからの重水素の解離エネルギーを調べた。その研究を元に、鉄イオン照射したタングsten試料の重水素のトラッピングサイトを同定することを本研究の目的とした。

2. 実験方法

(株) アライドマテリアル製の純度 99.95%のタングstenを用いた。試料サイズは鉄イオン照射したものは $10 \times 10 \times 0.2 \text{ mm}$ であった。いずれの試料も 1773 K, 1 h の条件で焼鈍を行い、できる限り欠陥を取り除いた。その後、鉄イオン照射により、欠陥を導入した。鉄イオン照射には京都大学エネルギー理工学研究所の複合ビーム材料照射装置 (DuET) を用いた。鉄イオン照射は 6.4 MeV の Fe^{3+} イオンを $2.3 \times 10^{19} / \text{cm}^2$ (損傷ピーク位置で 8.4 dpa) まで照射した。損傷量 (dpa) の計算には弾き出ししきいエネルギーとして 42 eV を用いた。照射温度は 378 K, 473 K, 573 K, 673 K であった。その後、京都大学原子炉実験所に設置してある低エネルギーイオン加速器を用いて、重水素を注入した。加速エネルギーは弾き出し損傷が起きない 1 keV であった。最後に、昇温脱離ガス分析 (TDS) 測定を行い、タングstenからの重水素の脱離挙動を調べた。

3. 実験結果と考察

図 1 に 378 K, 473 K, 573 K, 673 K で鉄イオン照射後、低エネルギーで重水素を注入したタングstenの TDS スペクトルを示す。照射温度が変わってもスペクトルの形状はそれほど大きく変わることはなく、500 K 近傍と 800 K 近傍に二つのピークが現れた。ほぼ形状が同じであるため、代表して 573 K 照射した試料の TDS スペクトルを汎用のデータ分析・グラフ作成ソフトウェア Origin を用いてピーク分離した結果をそれぞれ図 2 に示す。460 K, 630 K, 840 K 付近にピークを持つガウス関数の 3 つに分離できた。昨年度の研究から、450 K, 560 K, 640 K, 840 K 付近に表れるピークに関連する欠陥からの重水素の解離エネルギーはそれぞれ 1.19 eV, 1.45 eV, 1.63 eV, 2.19 eV となる。それぞれ、表面、原子空孔、転位、ボイドからの重水素放出である。573 K 照射の場合、分離された 3 つのピークは表面、転位 (転位ループ)、ボイドからの重水素放出であると考えられる。378 K, 473 K で鉄イオン照射されたタングstenでは 450 K の他に 560 K 近傍にもピークが見られる。これらの照射温度では原子空孔が移動することができないため、照射によって導入された原子空孔が残っており、それに重水素がトラップされたと考えられる。また、いずれの試料においてもボイドからの放出である 800 K 近傍のピークが見られる。照射温度が低い場合、それほど大きなボイドが形成することは考えられないため、TDS で昇温中に原子空孔が移動してボイドが形成し、同時に、重水素も移動して成長

しているボイドにトラップされ、そこから重水素が放出されたと考えられる。673K 照射では原子空孔の移動が活発になるため、照射中にボイドが形成すると同時に、欠陥シンクへ移動する原子空孔も増え、残存する欠陥密度が下がり、重水素放出量の合計（TDS スペクトルの温度での積分値）が減ったと考えられる。今後、どの程度の温度でボイドが形成されるのか、またその密度はどの程度なのかを透過型電子顕微鏡観察によって調べていく予定である。

[口頭発表リスト]

佐藤紘一, “Interaction between Defects and Deuterium in Tungsten”, 第 25 回固体原子衝突国際会議 (ICACS-25), 2012 年 10 月 21-25 日, 京都 (ポスター)

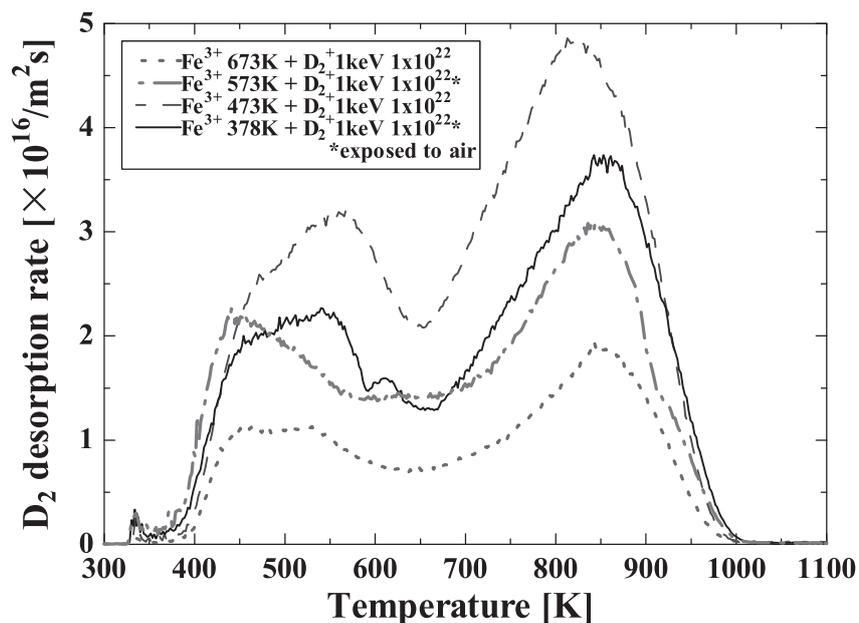


図 1 Fe イオン照射後、低エネルギーで重水素を注入したタングステンの TDS スペクトル

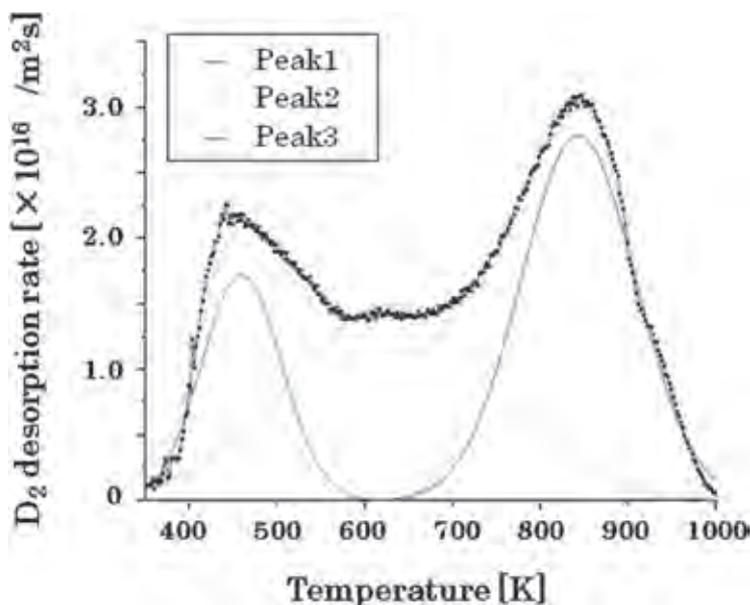


図 2 573K で鉄イオンを照射した試料の TDS スペクトルのピーク分離

Research of fracture toughness behavior of structural materials using small specimens

B.J. Kim¹, E. Wakai¹, A. Kimura²

¹Japan Atomic Energy Agency, ²Kyoto University

1. Objective

In this study, effects of specimen size and geometry for fracture toughness were evaluated using the various sizes of Compact Tension (CT) type specimens (1 CT, 1/2 CT, 1/4 CT and 0.16 CT) for development of Zero-Emission Energy Research and IFMIF (International Fusion Materials Irradiation Facility).

2. Experimental

The chemical composition of the reduced-activation ferritic/martensitic steel, F82H, used in this work was Fe (bal.)-7.65Cr-2W-0.16Mn-0.16V-0.02Ta-0.11Si-0.09C(in wt%). The fracture toughness tests were carried out in accordance with ASTM E 1921-02 standard test method for determination of reference temperature, T_0 , for ferritic steels in the transition range. Fracture toughness test was performed using the INSTRON 8562 in Kyoto University. The fracture toughness was measured for various sizes of specimens (1 CT, 1/2 CT, 1/4 CT and 0.16 CT). The dimension, size and shape of the CT specimen was shown in Fig. 1.

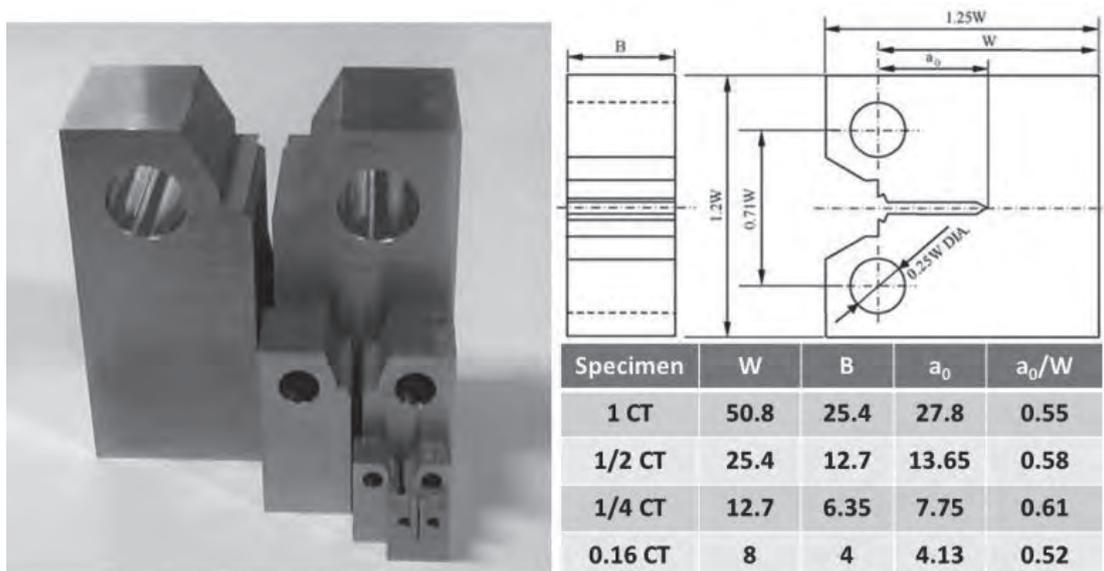


Fig. 1 Dimension, size and shape of the Compact Tension (CT) specimens used in this study

3. Results and conclusions

Fracture toughness behavior was extensively investigated for the F82H steels by applying the previous proposed MC method and then compared the result of ASTM master curve analysis. The obtained main results are as follows:

1) The size effect of specimen may depend on the choice of which method is evaluated the reference temperature. However, the difference of the reference temperature is not a large below the 11°C in Fig.2. Therefore, small specimen test technique (SSTT) using the miniaturized CT specimen can be applicable to evaluate the DBTT behavior for F82H steels.

2) The analysis of data set in the transition temperature region using the proposed MC method can be evaluated the reasonable estimate of the reference temperature (T_0) and proper description of the data scatter than that of ASTM MC method.

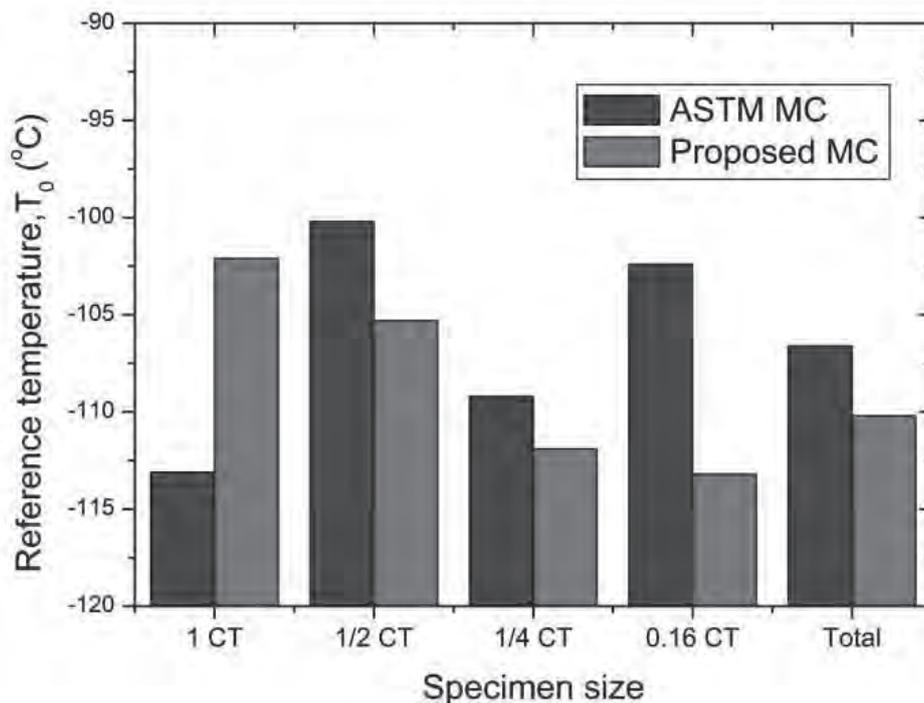


Fig. 2 Effect of specimen size for different sizes F82H steels using the ASTM and proposed MC analysis

4. Paper list

- 1) B.J. Kim, E. Wakai, A. Kimura, "Development of small specimen test technique on fracture toughness for reduced-activation ferritic steels", Fusion Engineering and Design, (2013), in press.

有機薄膜太陽電池の高効率化を目指した 有機-無機ハイブリッド膜の開発

秋山 毅¹, 坂口浩司²

¹滋賀県立大学工学部材料科学科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

次世代の太陽電池として、有機薄膜太陽電池が注目を集めており、その高効率化を目指した種々の研究開発が活発に展開されている。このような太陽電池の高効率化や耐久性向上のためには、有機材料自体の開発はもちろんのこと、太陽電池の構造、作製プロトコルの改良・改善も重要な開発対象である。

一方、金や銀などの貴金属ナノ粒子がそのプラズモン共鳴にもとづいて光を吸収すると、ナノ粒子表面のナノ空間に局所的に増強された電場（局在表面プラズモン共鳴）が発生することが知られている。この電場は、色素や分子を励起することが可能であるため、貴金属ナノ粒子は光エネルギーをナノ空間に濃縮する材料ととらえることができる。

以上の背景から、本研究ではホール輸送層として機能する導電性高分子薄膜に金ナノ粒子を組み込んだ複合膜を作製し、その有機薄膜太陽電池への応用について検討を行った。

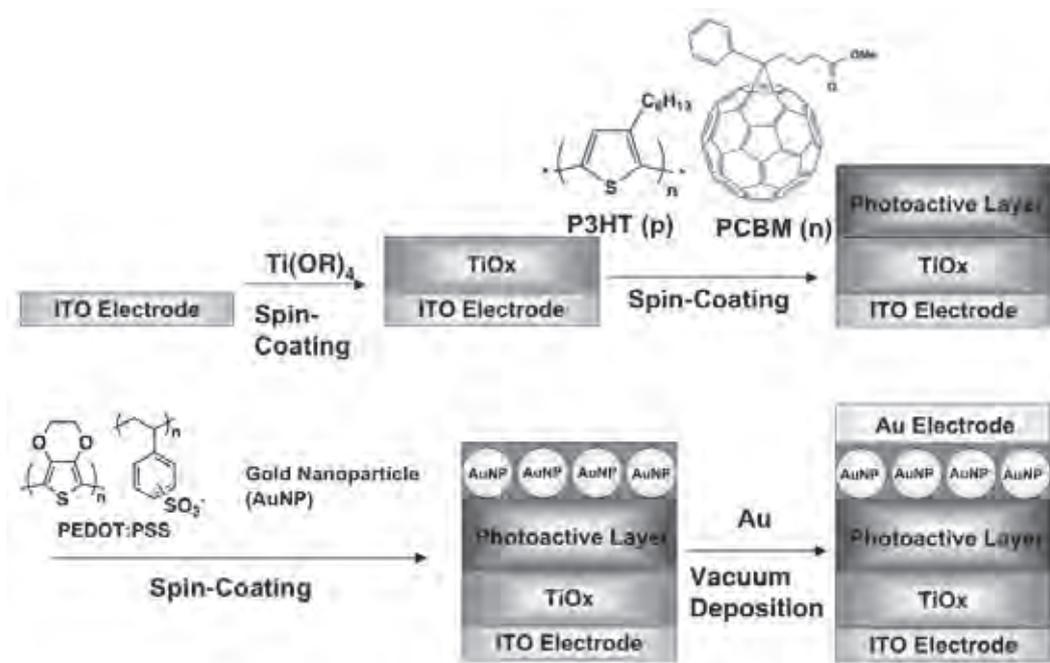


図1 金ナノ粒子を組み込んだ有機薄膜太陽電池の作製経路

2. 実験

p 型半導体材料としてポリ-3-ヘキシルチオフェン (P3HT) を、n 型材料としてフラーレン誘導體 (PCBM) を用いた有機薄膜太陽電池に、金ナノ粒子を組み込んだ (図1)。まず、常法に従い、塩化金酸水溶液を加熱還流し、クエン酸三ナトリウムを還元剤および保護剤として加え、金ナノ粒子のコロイド水溶液を合成した。

この金ナノ粒子コロイド水溶液と、ホール輸送層であるポリエチレンジオキシチオフェン：ポリスチレンスルホン酸ナトリウム (PEDOT:PSS) 水溶液の混合溶液を調製した。一方、インジウム-スズ酸

化物 (ITO) 透明電極表面にチタンアルコキシド溶液をスピコート製膜し、加熱処理を行った。続いて、P3HT と PCBM の混合溶液をスピコート製膜して光活性層を得た。その後、金ナノ粒子を含む PEDOT:PSS 水溶液を同様にスピコートした後、対向電極として金を真空蒸着して、ナノ粒子を組み込んだ逆型有機薄膜太陽電池を得た。ナノ粒子を含まない太陽電池についても同様な方法で作製して用いた。これらの太陽電池の構造と諸特性は、フィールドエミッション走査型電子顕微鏡 (FE-SEM)、透過型電子顕微鏡 (TEM)、顕微ラマン分光装置、光電流-電圧測定などの手法で評価した。

3. 結果と考察

金ナノ粒子の粒径はおよそ 20nm 程度であることが TEM 観察の結果から明らかとなった。ITO/TiO_x/P3HT:PCBM/PEDOT:PSS-AuNP の PEDOT:PSS-金ナノ粒子複合膜表面を FE-SEM によって観察したところ、 μm オーダーのサイズを持つ微粒子が希薄かつ一様に分散していることがわかった (図 2)。この微粒子を拡大して観測するとより微細な構造を有しており、PEDOT:PSS 中で金ナノ粒子が凝集した可能性が示唆された。また、顕微ラマン分光装置を用いた評価の結果、金微粒子近傍では PEDOT:PSS 由来のラマン散乱信号が顕著に増強されることが明らかとなり、PEDOT:PSS 中の金微粒子表面では局所的に増強された電場が生じていることが強く示唆された。

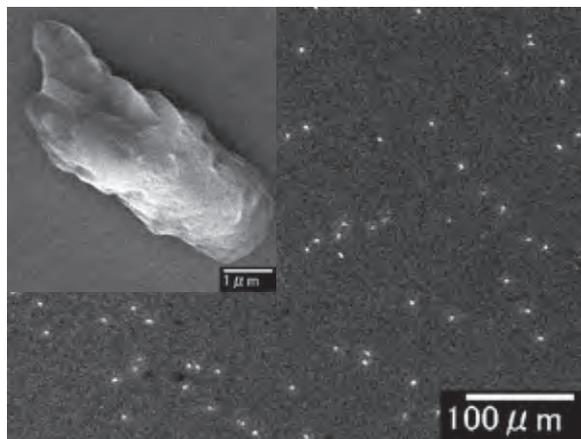


図 2 PEDOT:PSS-金ナノ粒子複合膜表面の SEM 像

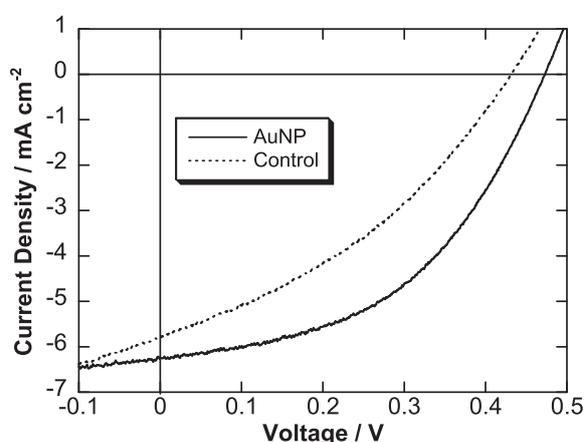


図 3 金ナノ粒子を組み込んだ有機薄膜太陽電池 (AuNP) とナノ粒子を含まない参照系 (Control) の光電変換特性

金ナノ粒子を組み込んだ逆型有機薄膜太陽電池の人工太陽光源照射下 ($100\text{mW}/\text{cm}^2$, AM1.5) での光電流—電圧特性を図 3 に示す。この結果から、金ナノ粒子の組み込みによって、短絡光電流密度および開放電圧が向上していることが明らかとなった。この光電変換特性向上には、電気的な効果と局在増強電場の効果の双方が関与している可能性がある。今後、光電変換の量子収率の増強特性について詳細に検討し、光電変換特性向上の機構の解明に近づきたい。

[口頭発表リスト]

- 1) 西田拓司, 松本泰輔, 秋山 毅, 奥 健夫“金属ナノ粒子を組み込んだ逆型有機薄膜太陽電池の作製と評価”, 第 56 回日本学術会議材料工学連合講演会, 平成 24 年 10 月 29-30 日, 京都テルサ
- 2) 秋山 毅, 松本泰輔, 西田拓司, 奥 健夫“プラズモニックナノ粒子による逆型有機薄膜太陽電池の光電変換効率向上の試み”, 第 31 回固体・表面光化学討論会, 平成 24 年 11 月 21-22 日, 大阪大学吹田キャンパス銀杏会館

[論文発表リスト]

- 1) Tsuyoshi Akiyama, Takuji Nishida, Taisuke Matsumoto, Hiroshi Sakaguchi, Takeo Oku, “Incorporation effect of gold nanoparticles on inverted type bulk-heterojunction organic solar cells (tentative)”, 投稿準備中

入射方向可変 環状 大電力ミリ波ランチャーの開発

設楽弘之¹, 長崎百伸², 水内 亨², 坂本欣三², 中村雄一³

¹日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門

²京都大学エネルギー理工学研究所

³京都大学エネルギー科学研究科

1. 背景と目的

凹面形状の金属板の反射ミラーを用いた物が、伝送効率の良さ、設計の容易さ等からミリ波領域のガウスビーム用ランチャーに多く用いられている。このランチャーへは、導波管から放出されたガウスビームを自由空間伝送により入射させるが、この入射ビームは自由空間での伝播に伴い発散角を持つため、この適当な広がりを持つビーム形状を集束もしくは発散度を緩和させ、適当なビーム径を持たせたビームを目的とする方向へ向け出射するのがランチャーの目的である。その際、2つの反射部が一般的に必要であり、1つめを集束用、2つめを出射方向可変用とするが、高伝送効率維持のためにビーム径を十分カバー出来る反射領域が必要である。それぞれの反射部においては、小角度反射では反射面領域が大きくなるため大角度反射が必要であり、また反射方向、角度の可変化を行う場合、

大角反射時、反射ミラー周縁部によるビームカットを避けるために反射角度の可変域が制限される。(図1)したがって、単一の反射ミラーにより、出射ビームの集束化、方向可変化が可能であれば、そしてさらに大角度での方向可変化が実現出来れば、ランチャー機構の簡略化、設置上の空間効率の向上においても望ましい。この目的を達成するために環状のミリ波ランチャーを考案した。考案したランチャーは短円筒状の方向可変部を導波管先端に位置させたものであり、一般的なランチャーに比べ、反射ミラーを1ヶ所削減できるため伝送損失の低減が図れ空間効率にも優れる。出射ビームの品質、入射方向可変性能、伝送効率などが既存のランチャーよりも優れることが実験的に検証されれば有用なランチャーとなる。本研究では、考案したランチャーに関し、シミュレーション計算による性能評価を行うことを目的とした。

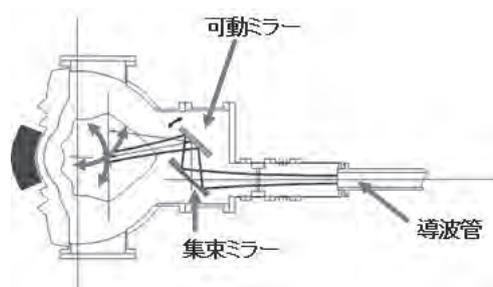


図1 反射ミラーを用いた 70 GHz ビーム集束、入射方向ランチャー例

大角反射時、反射ミラー周縁部によるビームカットを避けるために反射角度の可変域が制限される。(図1)したがって、単一の反射ミラーにより、出射ビームの集束化、方向可変化が可能であれば、そしてさらに大角度での方向可変化が実現出来れば、ランチャー機構の簡略化、設置上の空間効率の向上においても望ましい。この目的を達成するために環状のミリ波ランチャーを考案した。考案したランチャーは短円筒状の方向可変部を導波管先端に位置させたものであり、一般的なランチャーに比べ、反射ミラーを1ヶ所削減できるため伝送損失の低減が図れ空間効率にも優れる。出射ビームの品質、入射方向可変性能、伝送効率などが既存のランチャーよりも優れることが実験的に検証されれば有用なランチャーとなる。本研究では、考案したランチャーに関し、シミュレーション計算による性能評価を行うことを目的とした。

2. 評価手法

FDTD法 (Finite-difference time-domain method: FDTD method) を用いた3次元電磁波解析 商用コード、富士通 Poynting を使い、ランチャー、導波管からの入射ビームを模擬し、いくつかのパラメータスタディを行った。導波管出口から単純円筒状のランチャーへのビーム入射としては、70 GHz、内径 63.5 mm (2.5 インチ) 導波管からの円形ガウシアン、線形偏波 平面波ビームを模擬した。ビームのパワー e-folding 半径は 18.8 mm とし、導波管出口とスムーズ壁の円筒状ミラーとの距離、反射角度に関するパラメータスタディを行い、出射ビームの評価を行った。また、円筒状ミラー周縁部による出射ビームへの影響を混在させないようにするため、円筒状ミラーの周縁部を 50 mm 厚の平面形状とした。

3. 計算結果および考察

定性的な評価としては以下の点が挙げられる。

焦点距離の可変化（図 2）：

ビームの発散角が自由空間伝送時よりも抑制されることがわかった。それに伴い焦点距離の変化が生じた。出射ビームがガウスビーム形状から変化している可能性もあるが、結果として集束化、発散化を行うビーム光学的機構としての利用が可能である。またミラー内壁を楕円断面などの非軸対称形状化やテーパ断面化を行うことで、より機能を持たせることも可能と考えられる。

反射角度の可変化（図 3、4）：

円筒状ミラーを伝播方向に対して傾きを与えることでビームの出射方向を変えられることがわかった。ただし、導波管－ミラー間距離が不十分な場合、ミラー入口での反射、散乱が生じるため、入射角可変化性能は大きく出来ない。また焦点距離の可変化と同様、ミラー内壁をテーパ断面、楕円断面などの内壁形状にすることで大角度可変化も可能と考えられる。

4. まとめと今後の課題

本 円筒状ミラーのビーム光学的機構としての有用性－焦点距離の可変化、反射角度の可変化－について定性的性能を示すことが出来た。ランチャー機能に関わる主なパラメータとしては、導波管－ミラー間距離、ミラー開口部寸法および形状、ミラー胴長さ、ミラー内壁形状が挙げられる。定量的な評価は目下 遂行中であるが、出射ビームの位相、パワー損失は未算出であり、早急に結果を得る必要がある。本 円筒状ランチャーは、焦点距離、出射角度の可変化性能、伝送効率などが既存のランチャーよりも優れることが実験的に検証されれば、有用なランチャーとなる。ランチャーの設置空間が乏しい場合には特に本方式は有効である。また、小角度での導波管伝送が必要な場合、マイターバンドの代替機構部としての利用可能性も考えられるため、より広く研究を進めていく必要がある。

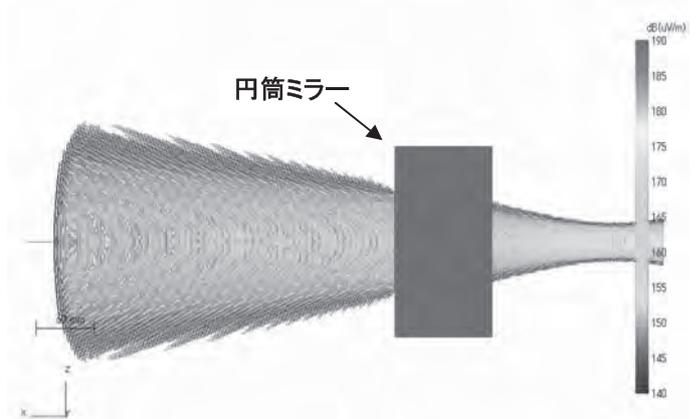


図 2 反射角度 0 度、導波管－ミラー間距離 175 mm、円筒状ミラー長 100 mm。右側のくびれた位置から左右両方向に伝播する様子。



図 3 反射角度 30 度、導波管－ミラー間距離 150 mm、円筒状ミラー長 200 mm。右側のくびれた位置から左右両方向に伝播する様子。

マイクロロッド構造を有するシリコーン樹脂の作製と セルフクリーニング材料の開発

山内 健^{1,2}, 深見一弘³, 作花哲夫³, 尾形幸生³

¹新潟大学工学部

²新潟大学超域研究機構

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 緒言

シリコーンは耐熱性、生体適合性に優れていることから電子材料、自動車、化粧品など幅広い分野で使用されている。しかしながら医療材料に使用する際、タンパク質や脂質などの汚れの付着、除去に課題がある。新たな原料モノマーの開発、プラズマなどを利用した材料表面の改質により改善が図られているが、製造工程の複雑化、原料費などのコスト面で問題がある。一方、蓮の葉の超撥水性、蛾の目の無反射性といった生物の優れた機能は表面微細構造に起因していることが知られている。これらの構造を模倣し、材料表面に蓮の葉やヤモリに見られるセルフクリーニング機能を付与することで防汚と容易な汚れの除去が可能になる。

本研究ではシリコンウェハを鋳型とし、表面にマイクロロッド構造を有するシリコーンゴムの作製、表面特性評価、およびセルフクリーニング機能の付与について検討した。本手法は鋳型の微細構造を材料表面へ転写するという簡便性、鋳型の再利用の面から上記の問題を解決でき、生物が獲得している低エネルギー機能を利用した、新規なソフトマテリアルの開発が期待できる。

2. 実験

シリコーン主剤に硬化剤を添加し、小型ミキサーを用いて攪拌した。微細孔基板に洗剤を 10 倍希釈した溶液を吹きかけ、テフロン板で囲み、その中にシリコーンを充填した。その後、定温乾燥機で 150 °C、30 分間加熱硬化し、微細孔基板からシリコーンゴムを剥離した。なお、微細孔基板は 8 μm ピッチ、深さ 10 μm の配列孔を有するものを用いた。

得られたシリコーンゴムの表面構造は SEM による観察、微細構造部分にレーザー光を照射した際の透過光パターンの解析により行った。表面特性評価として、水および油の接触角測定、水との接着力測定を行った。セルフクリーニング評価は JIS K3362 の家庭用合成洗剤試験法を参照し、調製した汚れをシリコーンゴムに滴下、水へ浸漬後、汚れの付着を光学顕微鏡により観察することで行った。

3. 結果および考察

SEM 画像により、シリコーンゴム表面に微細孔基板に対応したマイクロロッド構造が観察された (Figure 1a and b)。レーザーを透過させると、フラットな表面では一点の透過光パターンだったのに対し、微細構造表面では規則的に配列した透過光パターンが得られた (Figure 1c)。光学顕微鏡により測定したロッド間距離 d とヤングの干渉理論より算出した理論値 d_t を比較したところ、近似した値を示した。これより、シリコーンゴム表面のマイクロロッド構造は格子状に配列していることがわかった。

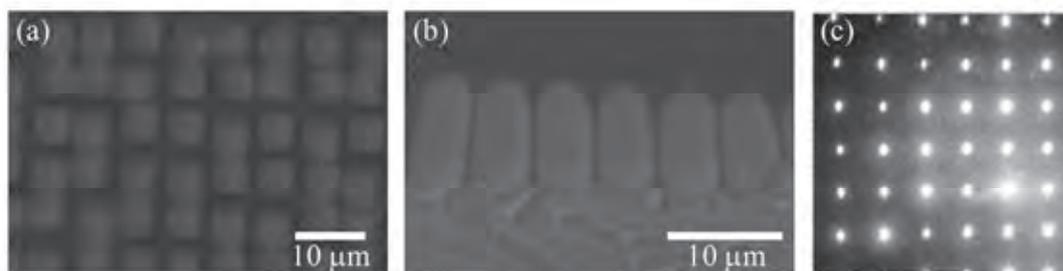


Figure 1 SEM images of silicone rubber with micro rods structure (a) top view and (b) cross sectional view. (c) Image of pattern due to transmitted light.

水接触角においてフラットな表面では 90° であったのに対し、微細構造表面では 110° となり撥水性が向上した。これはマイクロロッド構造を有することで表面積が大きくなり、表面エネルギーが増加したためと考えられる。油接触角においてフラットな表面では 54° であったのに対し、微細構造表面では 67° となり撥油性を示した。これは濡れのピン止め効果によるものと考えられる。これより作製したシリコンゴムは撥水性、撥油性の両性質を有していた。

水を滴下したシリコンゴムを 90° に傾けたところ、微細構造表面では水滴が流れ落ちることはなく、接着性を示した。これは微細構造により表面が変形しやすくなり、密着性が向上したためと考えられる。

汚れの付着を観察したところ、フラットな表面では汚れが一樣に広がっていたのに対し、微細構造表面では小さく凝集していた (Figure 2)。また画像解析によりフラットな表面では 100 % 汚れが残存していたのに対し、微細構造表面では 16.4 % であった。微細構造表面で撥油性を示したことから、防汚性が発現したと考えられる。

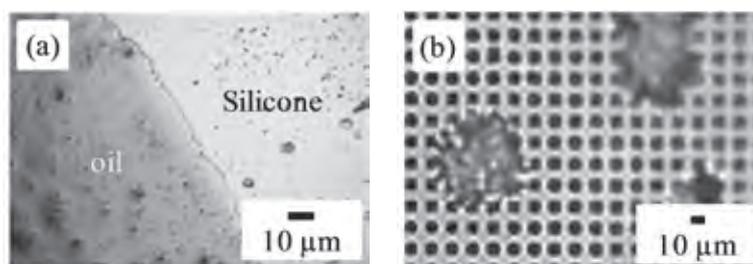


Figure 2 Images of silicone rubber surface (a) plane and (b) micro rods structure.

4. 結論

微細孔基板を鋳型とし、剥離することでマイクロロッド構造を有するシリコンゴムが作製できた。微細構造により撥水性が向上し、撥油性、接着性を示した。得られたシリコンゴムはセルフクリーニング機能を有していたことからこの技術によりセルフクリーニング機能を付与したコンタクトレンズ、人工血管などの医療材料、人工臓器およびその補助材料、マイクロ化学分析キットなどの開発が期待できる。

DNA ナノ構造体への膜輸送体の集積化

小山祥平¹, 清中茂樹^{1,2}, 中田栄司³, 森井孝³, 森泰生^{1,2}

¹京都大学大学院工学研究科

²京都大学大学院地球環境学

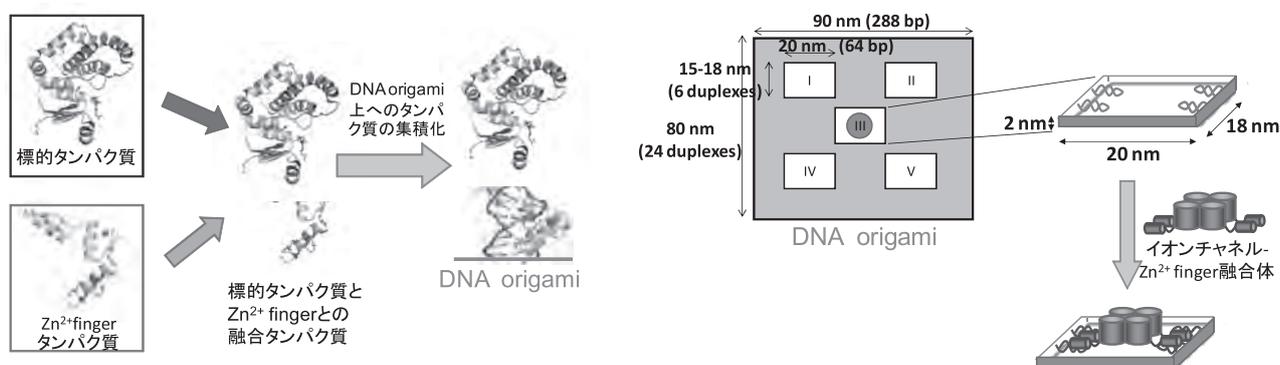
³京都大学エネルギー理工学研究所

<目的>

本研究では、生物が有する膜輸送システムを巧みに利用した微量物質の回収システム構築を目指す。原始生物から高等生物に至るあらゆる生物は、細胞膜上の膜輸送体を用いた独自の物質収集システムを有している。自然界に存在する微量物質の高効率な回収を考えた際に、生物が有するこの膜輸送システムは非常に有用なシステムである。この輸送システムを人工的に応用するためには、膜タンパク質として存在する膜輸送体を二次元に集積化させることが必須であるが、現状ではその技術が乏しい。最近、DNA ナノ構造体 (DNA origami) を用いてタンパク質を集積化させる技術を開発された。本研究では、この技術を膜輸送システムに応用することで膜輸送体の DNA ナノ構造体への集積化を行う。本技術は、微量物質回収のための基本技術になることが期待され、ゼロエミッション研究拠点構築に貢献すると期待される。

<結果>

膜輸送体を二次元に集積化させる方法として DNA origami に着目した。DNA origami とは、一本鎖環状 DNA が複数の短鎖 DNA によって固定されたナノメートルサイズの高次構造体である。特徴的な DNA 配列に対して選択的に結合するジンクフィンガータンパク質 (Zif) を利用することで、膜タンパク質の DNA origami への配向をナノスケールで制御できると期待される (図 1)。本研究では、膜輸送体のモデルとしてカリウムを高選択的に透過させる K⁺ チャンネル (Kir3) に着目し、Kir3 の DNA origami への配向制御を試みた。



Nakata et al. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 51, 2421-2424 (2012).

図 1: タンパク質配向分子としてのジンクフィンガータンパク質

Kir3 に Zif を融合させたタンパク質 (Kir3-Zif) をコードするプラスミドを構築し、HEK293T 細胞を用いて Kir3-Zif を過剰発現させた。その後、Kir3-Zif の精製を行った後、DNA origami を加えることで Kir3-Zif の配向を行った。DNA origami は、およそ 90 nm 四方の DNA origami の中に 20 nm 四方の空間が 5 か所出来るように DNA の配列設計を行った。5 か所の中で、中央のスペースのみに Zif 認識配列を導入した。DNA origami への Kir3-Zif の配置を高速原子間力顕微鏡 (AFM) で評価したところ、Zif 認識配列部位に特異的に結合がみられ、それ以外のスペースには Kir3 の結合が見えなかったことから、Kir3-Zif を DNA origami の狙った場所に配向できたことが確認された (図 2)。さらに、

DNA origami の認識配列間の距離や構造を制御したところ、Kir3-Zif の DNA origami への結合割合が上昇し、Kir3-Zif と DNA origami との結合条件を最適化することができた。

次に、Kir3 が DNA origami 上で機能的なタンパク質として存在していることを確認した。Kir3 は生体内において 4 量体を形成することで機能することが知られている。しかし、界面活性剤により可溶化した際にはその 4 量体構造が崩れることが多く、膜輸送体の集積化の際に問題点とされている。本研究で使用した Kir3.1 は、Kir3.4 とヘテロ 4 量体で機能するが、ホモ 4 量体ではイオン透過能をもたない。そこでホモ 4 量体でも機能する Kir3.1 (K137S) 及び Kir3.4 (S143T) 変異体を作製後使用した。4 量体の確認には、蛍光色素である carboxytetramethylrhodamine (TAMRA) に Kir3.1 および Kir3.4 の阻害剤である terriapin (TPNq) を結合させた TAMRA-TPNq を合成し使用した。Kir に対する TAMRA-TPNq の阻害活性は、電気生理学的手法により Kir のイオン電流を測定し阻害効果を確認した。DNA origami 上の Kir3.1 および Kir3.4 に TAMRA-TPNq を作用させ、電気泳動後 TAMRA の蛍光強度により結合の有無を調べた (図 3)。その結果、TAMRA-TPNq の濃度依存的結合が確認出来たことから、これらタンパク質は DNA origami 上で機能的な 4 量体を形成していることが確認出来た。以上の結果より、DNA origami を用いることで、膜タンパク質複合体をナノメートルの単位で配向制御することに成功した。本研究で確立した膜輸送体を二次元に集積化する技術は、膜輸送体の種類を変えることで、様々な用途に応用出来ると期待される。



図 2: AFM による観察結果

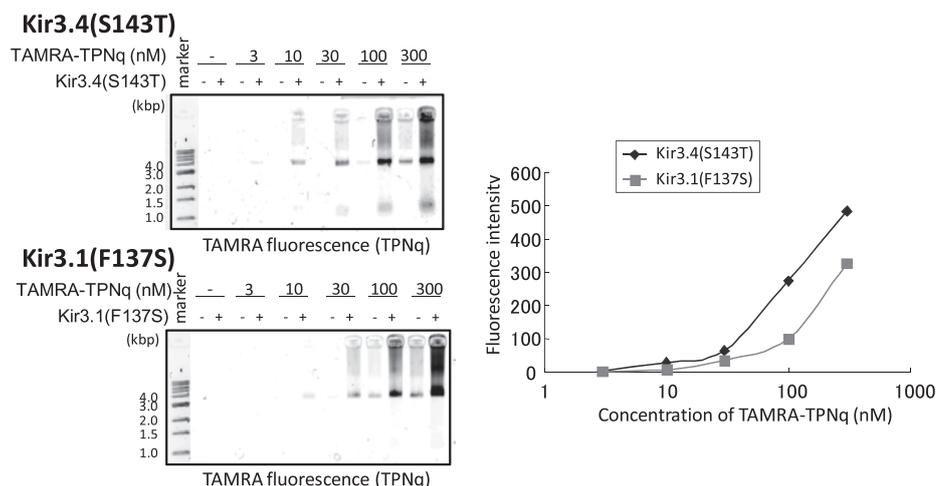


図 3: DNA origami 上での Kir3 と阻害剤の濃度依存的結合

<発表リスト>

[学会発表]

(口頭)

小山祥平, 清中茂樹, 鈴木勇輝, 日高久美, 中田栄司, 遠藤政幸, 森恵美子, 森井孝, 杉山弘, 森泰生, DNA origami を用いたイオンチャネル複合体の高度集積化, 日本化学会, 滋賀, 2013 年 3 月 (ポスター)

小山祥平, 清中茂樹, 鈴木勇輝, 日高久美, 中田栄司, 遠藤政幸, 森恵美子, 森井孝, 杉山弘, 森泰生, DNA origami 法を用いたイオンチャネル複合体の高度集積化, 第 85 回日本生化学会大会, 福岡, 平成 24 年 12 月 15 日

[論文発表]

Nakata E, Liew F, Uwatoko C, Kiyonaka S, Mori Y, Katsuda Y, Endo M, Sugiyama H & Morii T. Zinc-Finger Proteins for Site-Specific Protein Positioning on DNA-Origami Structures. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **51**, 2421-2424 (2012).

プラズマ対向材料の変形・破壊挙動評価

野上修平¹, 佐々木健太¹, 豊島和沖², 長谷川晃¹, 檜木達也²

¹ 東北大学大学院工学研究科

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 背景

ゼロエミッションエネルギーシステムの一つであり、次世代の基幹エネルギー源として期待される核融合炉の構造信頼性を確保するためには、高温プラズマに晒されるプラズマ対向材料の高性能化が不可欠である。タングステンは、融点が高く、スパッタリングされにくいことから、核融合炉プラズマ対向材料の有力な候補として開発されている。

工業的に大量生産が可能な粉末冶金法によって製造されるタングステン材料は、圧延により導入された層状組織により異方性を有する。よって、機器の信頼性を確保するために、機械特性に及ぼす異方性の影響を明らかにする必要がある。特に熱疲労や熱衝撃の負荷の下では、層状組織の層間でのき裂発生と剥離が発生することが懸念されるため、層間での破壊挙動とその強度の評価が不可欠である。本研究では、層状組織を持ち、異方性を有する純タングステンを対象に、ねじり試験法を用いて破壊挙動とその強度を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

供試材は、アライドマテリアル社製の粉末冶金法によって製造された純タングステン（板厚 5 mm）である。試験片として、図 1 に示す評価部の直径 2 mm のねじり試験片を用いた。層状組織による異方性の影響を評価するため、評価部軸方向に対し、層状組織が平行および直角な方向になるよう試験片を製作した。ねじり試験は、ASTM F734 に基づき、微小試験片用に改良された試験方法を適用し、室温大気中において実施した。試験装置は、図 2 に示す京都大学エネルギー理工学研究所に設置されたインストロン型試験機を使用した。試験後は、変形・破壊モードを明らかにするため、試験片断面および破面について、光学顕微鏡や走査電子顕微鏡による観察を実施した。

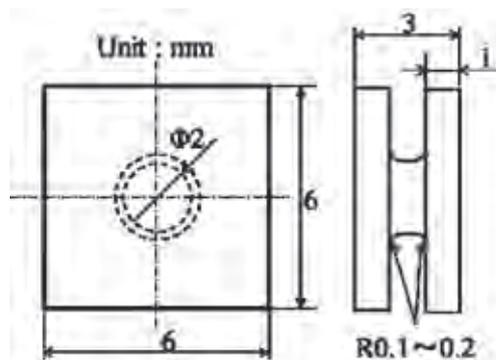


図 1. ねじり試験片の形状

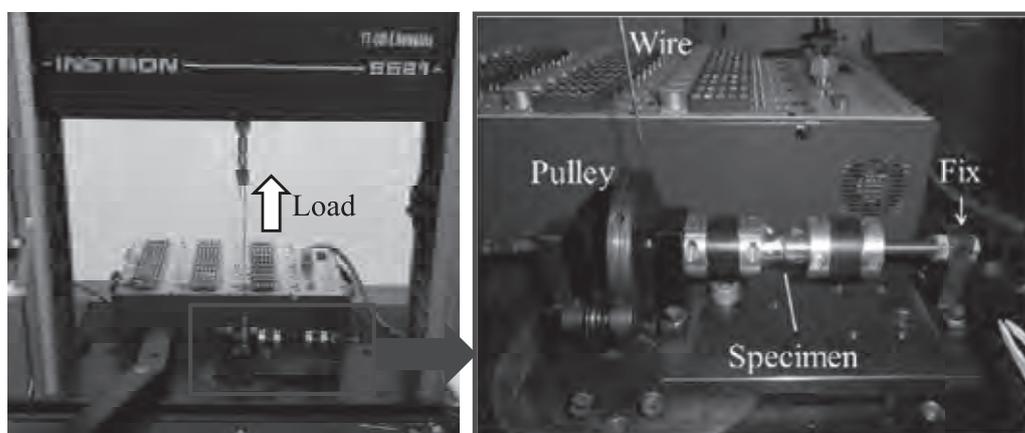


図 2. ねじり試験装置の外観

3. 実験結果・考察

図3に、ねじり試験におけるせん断応力-変位曲線と、試験後の試験片の外観写真および断面観察結果を示す。せん断応力は、 $\tau = 16T/\pi D^3$ （ここで、 T はトルク、 D は評価部の直径）により求めたものであり、変位は試験機のクロスヘッドの変位である。3回の試験を実施した結果、強度のばらつきは比較的小さく、最大せん断応力は、ねじりの軸と結晶粒の長軸方向が垂直な試験片（図3左）では約0.8 GPa、ねじりの軸と結晶粒の長軸方向が平行な試験片（図3右）では約1 GPaであった。試験後の表面を観察した結果、試験片の採取方向に関わらず、き裂は評価部軸方向に対し約45度の方向に複数発生していた。試験片評価部の断面観察の結果、ねじりの軸と結晶粒の長軸方向が垂直な試験片では、き裂が結晶粒の長軸方向に進展しており、層状組織がねじりの軸に対して平行な試験片より強度が小さく、比較的容易に破断に至ったと考えられる。一方、ねじりの軸と結晶粒の長軸方向が平行な試験片では、き裂は内部で複雑に進展していた。そのためき裂の進展量が大きくなり、破壊により大きなエネルギーが必要となり、容易に破断には至らなかったと考えられる。本研究の結果から、タングステンをプラズマ対向機器に使用する際には、作用応力の方向および大きさと、タングステンの層状組織の方向との関係を考慮することにより、構造強度を高められる可能性がある。

4. 発表リスト

- 1) 佐々木健太, 野上修平, 福田誠, 長谷川晃, 豊島和沖, 檜木達也, “タングステン合金の破壊挙動の評価”, 第9回核融合エネルギー連合講演会, 2012年6月28日~29日, 神戸国際会議場, (ポスター)

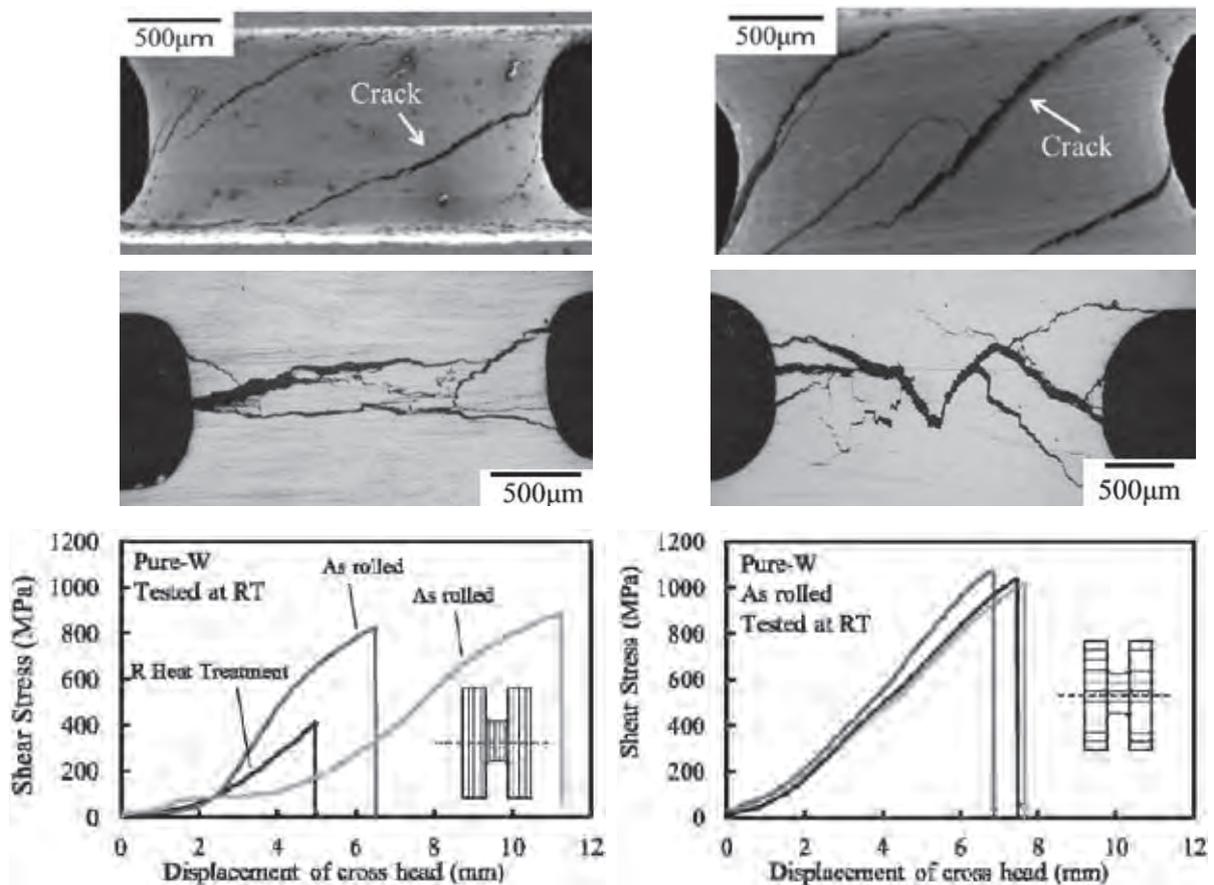


図3. ねじり試験の結果

左：ねじり軸と結晶粒の長軸が垂直な試験片、右：ねじり軸と結晶粒の長軸が平行な試験片
 上段：試験片評価部の外観写真、中段：試験片の断面観察結果、下段：せん断応力-変位曲線

イオン照射金属ナノ粒子分散法による 高輝度高効率光学デバイスの開発基礎研究

柴山環樹¹, 渡辺精一¹, 谷津茂男¹, 蒙 萱², 近藤創介³, 小柳孝彰⁴, 檜木達也³

¹北海道大学大学院工学研究院附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センター

²北海道大学大学院工学院大学院生

³京都大学エネルギー理工学研究所

⁴京都大学大学院エネルギー科学研究科大学院生

1. はじめに

酸化物基板に金属ナノ粒子を分散することによって、表面プラズモン共鳴効果を利用した各種光学デバイスの開発が進められている。金などのナノ粒子を化学的に吸着あるいは分散させる方法は、容易で安価である反面、機械的強度に弱いことから耐久性に難点があり実用化に向けて課題となっていた。近年、シリカガラス表面に金や白金を薄膜形成し Ar 等の希ガスイオン照射によって **dewetting** 現象とイオン照射によるシリカガラスの照射軟化及び照射誘起塑性流動を利用した金属ナノ粒子分散方法が提案されている。我々は、金属薄膜の製膜条件と 100keV 程度の希ガスイオンの照射条件を制御することにより単結晶金属ナノ粒子をシリカガラス表面に 2 次元的に 1 層だけ分散させ包埋させる条件を見出した。そこで、この方法を利用し、高い変換効率を有する太陽電池や高輝度ディスプレイ等の光学デバイス開発に関する基礎研究に着手している。しかしながら、金属薄膜や基板種類によっては MeV オーダーのエネルギーを有するイオンが必要なことから京都大学エネルギー理工学研究所の DuET を用いた高エネルギーイオン照射実験を計画立案した。

そこで、本研究では、高エネルギー Si イオン並びに Fe イオン照射を行い、表面並びに断面の微細構造解析を行うとともに可視光の吸収光度を評価しその相関について明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

誘電体基板（酸化物基板）と貴金属微粒子の分散形態に対する基板の結晶性や格子定数のミスマッチ等が与える影響を検討するため、ガラス基板（SiO₂）と単結晶基板（Al₂O₃、TiO₂）を用いた。基板表面に北海道大学大学院工学研究院附属エネルギー・マテリアル融合領域研究センターにて高周波スパッタ装置及び真空蒸着装置を利用して貴金属薄膜を形成させた。イオン照射前の表面形態を光学顕微鏡と電界放出型走査型電子顕微鏡（FE-SEM）にて観察するとともに可視光領域の吸光度についても基礎データの取得を行った。

京都大学エネルギー理工学研究所の DuET を利用して、MeV オーダーの Si イオンや Fe イオンを前述の試料に照射した。照射量は、最大 5.0×10^{16} ions/cm² を目標とした。照射温度やトータルの照射量だけでなく単位時間当たりの照射束にも留意して照射条件を設定した。

照射後の表面形態観察は、MUSTER 施設の FE-SEM を利用して行った。また、イオン照射後の試料を、北海道大学にて可視光領域の吸光度について測定を行い、その後 AFM やや北海道大学のナノテクプラットフォームの FE-SEM を利用して表面の形態観察及び FIB による断面観察試料作製と FE-TEM による微細組織解析を行い、微細構造と吸光度の相関について解明を試みた。

3. 実験結果

紙面の関係から、Au/SiO₂ 基板に Si イオンを照射した結果について報告する。DuET を利用して 5.1MeV の Si²⁺ イオンを 1.0×10^{15} ions/cm²、 1.0×10^{16} ions/cm²、 6.0×10^{16} ions/cm² まで (20nm)Au/SiO₂ 基板に照射した。予めランプ加熱で試料を 160°C まで昇温しておいたが、照射開始直後よりビームヒーティ

ングのため 560°Cまで上昇したことからランプ過熱を中止した。その後、ある程度の変動はあるものの照射中は赤外線温度計より表面温度が 500°Cを示していた。

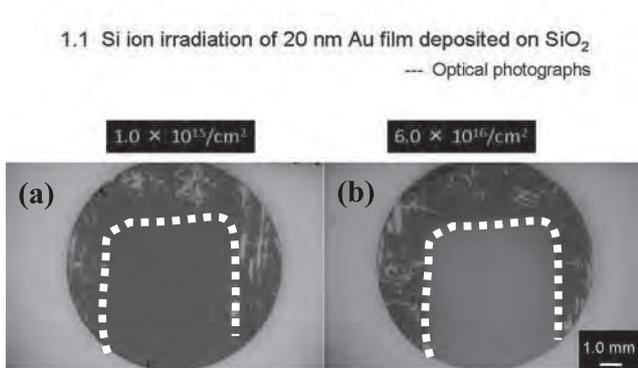


図1 Si²⁺イオン照射後の光学顕微鏡写真
 (a) 1.0×10^{15} ions/cm²、 6.0×10^{16} ions/cm²

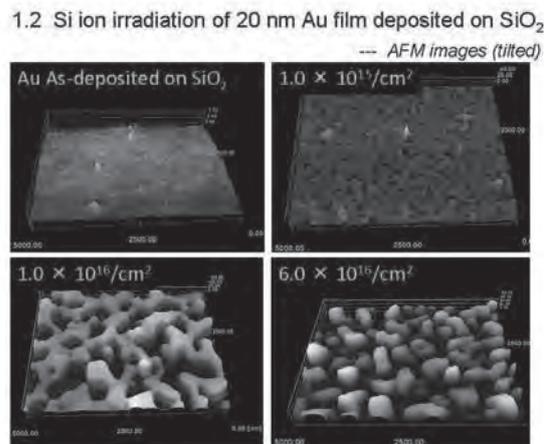


図2 Si²⁺イオン照射後の AFM 像
 (a) As-received、(b) 1.0×10^{15} ions/cm²、
 (c) 1.0×10^{16} ions/cm²、(d) 6.0×10^{16} ions/cm²

図1は、Si²⁺イオン照射後の光学顕微鏡写真で、照射量はそれぞれ (a) 1.0×10^{15} ions/cm²、(b) 6.0×10^{16} ions/cm²である。白い点線は、イオン照射で使用した試料ホルダーの形状に対応し、点線の内側がイオン照射された領域で点線の外側が未照射の領域に対応する。未照射領域の白い部分は、試料を取り外すときに金薄膜が剥がれて基板の下地が出ている領域である。イオン照射により、金薄膜の金属光沢が消失し、可視光が透過し青みがかかった色に変化している。照射量が増加するに従い、青みがかかった色から赤みを帯びた色へ変化することがわかった。

図2は、Si²⁺イオン照射後の AFM 像で、照射量はそれぞれ (a) As-received、(b) 1.0×10^{15} ions/cm²、(c) 1.0×10^{16} ions/cm²、(d) 6.0×10^{16} ions/cm²である。照射前の表面形態は、このスケールでは島状あるいは粒状の金薄膜ではなく、下地の基板表面の研磨傷が認識できるくらい基板表面を反映した状態であることがわかった。 1.0×10^{15} ions/cm²照射後の表面は、Si²⁺イオンによるスパッタあるいは照射により dewetting が生じて金薄膜に数 10~100nm 程度の穴が開き始めていることが明らかになった。更に照射を続けると、穴の周りの薄いところがスパッタあるいは dewetting により消失し近隣の穴と結合してネットワーク状の形態になったと考えられた。 6.0×10^{16} ions/cm²まで照射を行うと、ネットワークの矩形部分が切断し、それぞれ島状の形態になったのではないかと考えられた。これまで、同様な厚さを有する Au/SiO₂基板に 100keV オーダーの Ar⁺イオンを照射すると dewetting により 30nm を中心とする正規分布した球形のナノ粒子が形成することがわかっていたが、本研究では 5.1MeV の高いエネルギーのため深い飛程を有するので、飛程が金薄膜内の場合と比較して異なる現象を示したと考えられる。現在、吸光度の測定を行っており 1.0×10^{16} ions/cm²までの照射では約 580nm、 6.0×10^{16} ions/cm²まで照射すると約 550nm に吸収ピークが測定できた、しかしながら、従来の結果と比較するとブロードであることから、更に照射を継続し金薄膜の形態変化について検討するとともに断面 TEM 観察から金ナノ粒子の形態について詳細な検討を進める予定である。

4. 本年度 発表リストについて

[口頭発表リスト]

于 睿譚, 蒙 萱, 柴山環樹, 谷津茂男, 渡辺精一, “ナノ秒パルスレーザー照射した Au/SiO₂ の表面ナノ構造解析と光学特性”, 2012 年日本金属学会秋期講演大会, 平成 24 年 9 月 3 日, 松山大学 (ポスター)

[論文発表リスト]

本年度の成果の一部を含む論文を現在投稿中

光学的手法を利用したグラフェンナノ構造の 電子状態の解明とその応用

春山純志¹, 松田一成²

¹青山学院大学大学院理工学研究科

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 研究目的

炭素原子一個の薄さの原子膜「グラフェン」の特殊なエッジ原子配列に存在する偏極スピンを活用したスピン物性の光学的手法による研究と、そのスピントロニクス素子などのゼロエミッションエネルギー素子応用の基盤技術を開発することを目的とした。

2. 研究成果

昨年度、グラファイトの機械剥離で形成したグラフェンに、多孔質アルミナ膜をマスクとしてリソグラフィを用いずに六角形のナノ細孔を蜂の巣アレイ状に創製し（細孔グラフェン）、高温熱処理でその細孔エッジを zigzag 原子配列に制御、水素終端すると、細孔エッジに偏極スピンの自発発生し、試料に強磁性が出現することを報告した。

これに基づき、この強磁性細孔グラフェンを用いながら本年度は、①大面積化と磁化強度の改善、②低抵抗 SiC 基板を使った偏極スピンの直接検出、③水素以外の元素による細孔エッジ終端と磁化の改善、④イオン化液体ゲート形成による細孔エッジへの高キャリア注入と電子状態観察、⑤トンネル磁気抵抗 (TMR) 素子の開発、などを、日本原子力機構、NTT 環境基礎研究所、のご協力の下で行った。以下に概要を述べる。

- ① 機械剥離、Cu 基板上へ気相成長したものを Si 基板に転写、SiC 表面の熱分解、などで生成した 3 種類の面積グラフェンを使い、それらの上に面積細孔アレイを形成し、これらの磁化特性を SQUID により測定した。その結果、飽和・残留磁化などの特性は面積化してもそれほど向上しないことがわかった。これは、臨界温度付近の熱処理によるエッジ原子再配列のみでは zigzag 型エッジを持つ細孔が面積に比例して形成出来ていないためであると思われ、細孔エッジの原子配列の完全制御が今後必須である。
- ② ①のうち低抵抗 SiC 基板上に熱分解で形成した強磁性細孔グラフェンに偏極スピンを持つ He イオンを照射し、スピントランスファーによる細孔エッジの偏極スピン検出に挑戦した。その結果、グラフェンの π バンド付近に偏極スピンのピークが出現することがわかったが、そのピーク強度が小さく、強磁性がこの偏極スピンの起因するかどうかを結論するには至らなかった。①と併せて、強磁性の強度の改善が今後必須である。
- ③ 細孔エッジをホウ素、窒素などで終端し、磁性の変化を観察した。この結果、水素終端して強磁性が出現した細孔グラフェンを一度酸化させ反磁性を出現させた後に、酸化ホウ素液体を高温で試料に接触させると、残留磁化が二倍も大きい強磁性が発生することを発見した。ホウ素・炭素の化学結合はまだこの試料で確認できていないが、同様の結果を予測した理論もあり、今後の追試・解析が期待される。特に各種化学結合の確認は必須である。
- ④ イオン化液体を強磁性グラフェン表面に滴下、サイドゲート電極から超高電界を印加し、 $10^{13}/\text{cm}^2$ を超える高キャリア密度を誘起した。その結果、細孔エッジの局在 π バンドが電気伝導度測定から同定できる可能性を発見し、さらにこの試料面内に電圧印加することでエッジ電子軌道のスピン縮退が解けて π バンドピークが分裂する可能性を発見した。この結果は新たな

スピントロニクス素子の観点から、おおいに注目される。また、この方法では2, 3日間通電測定すると試料が劣化することも発見した。

- ⑤ 大面積強磁性グラフェン上にトンネル酸化膜を形成しコバルト電極でそれを挟むことでトンネル磁気抵抗 (TMR) 構造を創製、TMR に類似した特性を観測することに成功した。TMR 比はまだ20%と非常に小さいが、今後酸化膜を MgO 膜などに置換し、強磁性細孔グラフェンのみで TMR 構造を創製することで、大幅な性能向上が期待できる。

3. 結論

どの成果も重要であるが特に⑤の TMR 特性は興味深い。今後、強磁性細孔グラフェンのみで TMR 構造を創製し希少磁性金属フリーの TMR 出現の確認を行い、希少元素フリー・ゼロエミッションエネルギースピントロニクスの扉を開きたい。

[口頭発表リスト]

1. “Graphene spintronics”,
International conference on Electronic Materials and Applications 2013, Orland, Florida (January 2013)
2. “Spin-related phenomena and application to spintoronic in graphenes”,
The 2nd Annual World Congress of Nano-Science & Technology, Qingdao, China (October, 2012)
3. “Graphene magnets and spintronics arising from graphene edges”,
The 5th Szeged International Workshop on Advances in Nanoscience,
Szeged, Hungary (October, 2012)
4. “Superconductivity and spintronics in nano-carbon materials”,
Colloquium at Dept. Physics, Sorbonne Universite (Universite of Marie Curie) (September 2012)
5. “Graphene edges: Physics and applications”
C2C Workshop: Progress in Nanoscience and Materials, Shanghai (August 2012)
6. “Magnetism and spintronics arising from graphene edges”,
4th Worldwide Universities Network (WUN) International Conference on Spintronics
7. “Spintronics in graphene edges”
The 1st Annual World Congress of Advanced-Material 2012, Beijing, China (June 2012)
8. “Magnetism and spintronics arising from graphene edges”
International Conference on Superconductivity and Magnetism, Istanbul, Turkey (April 2012)

[論文発表リスト]

1. K. Tada, N. Kosugi, K. Sakuramoto, T. Hashimoto, K. Takeuchi, Y. Yagi, **J. Haruyama**, H. Yang, M. Chshiev,
“Edge related spin polarization and anomalous magnetoresistance in graphene nanopore arrays”
Journal of superconductivity and novel magnetisms, DOI 10.1007/s10948-012-2093-0 (2013)
2. T. Shimizu, J. Nakamura, K. Tada, Y. Yagi, **J. Haruyama** ,
“Magnetoresistance oscillations arisen from edge-localized electrons in low-defect graphene antidot-lattices”,
Appl. Phys. Lett. 100, 023104 (2012)
3. K. Tada, **J. Haruyama**, H. Yang, M. Chshiev,
“Spontaneous spin polarization and spin pumping effect at edges of graphene antidot lattices”
Physica Status Solidi (b), 1, DOI 10.1002/pssb.201200042 (2012)
4. S. Kamikawa, Y. Yagi, **J. Haruyama**, D. C. Marcano, D. V. Kosynkin, J. M. Tour,
“Edge-sensitive semiconductive behaviors of nanotube-derived narrow graphene nanoribbons”,
Nature Nanotechnology 投稿中
5. T. Hashimoto, S. Kamikawa, Y. Yagi, **J. Haruyama**,
“Edge electronic properties of ferromagnetic graphene nanomeshes at high carrier densities under ionic-liquid gating”,
Nature Nanotechnology 投稿中

単一電子ビーム照射技術開発による微視的トラック構造研究

魚住裕介¹, 中村直人², 野ヶ峯翔², 福留翔吾², 山田剛広², 和西航平²,

大垣英明³, 紀井俊輝³, 全 炳俊³

¹九州大学大学院工学研究院

²九州大学大学院工学府

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 目的

電子ビームやイオンビームは、医療をはじめとする様々な産業・応用分野において照射用として使用されている。照射計画を高度化するためには、電子から物質へエネルギーが移行する素過程を解明し定量化しなければならない。この際、一次電子の飛跡に沿って発生する二次電子の空間密度分布およびエネルギー分布を表す微視的トラック構造の理解が不可欠となる。トラック構造の研究では、単一電子照射下での実時間測定が有力な方法である。しかし、現在の電子加速器では単一電子取り出しは困難であり、ビーム電流を通常の強度よりも 10 桁程度弱め、電子 1 個 1 個を個別に操作するための技術を新規に開発する必要がある。

本研究では、大強度電子加速器を用いて、単一電子の生成と制御をエネルギー・位置に関して精確に行うための技術要素開発を行う。また、超高速結晶検出器を用いた電子計測技術を開拓する。本研究の結果単一電子照射技術が実用化されると、電子による付与エネルギー測定が可能になるため、トラック構造の微視的研究が可能となる。さらに、電子相互作用の素過程研究の可能性が大きく広がり、機能性材料の開発や生命科学の分野で新しい展開が期待される。

2. 方法

本研究では、エネルギー複合機構研究センター・自由電子レーザー発生用電子加速器 KU-FEL を用いて実験を行った。単一電子照射は、磁石によるデフォーカスと散乱体によるビーム強度減弱に加えて RF 電子銃の陰極温度を下げて電流を低く抑えて行った。実験の体系は、図 1 に示している。電子は高周波電子銃で 8.2 MeV まで加速した後加速管まで導き、そこで 37 MeV まで加速した。繰り返し周波数は 2 Hz とした。散乱体は図中 A の位置に挿入した。散乱体は厚さ 0.5 mm の Si ウエハであり、

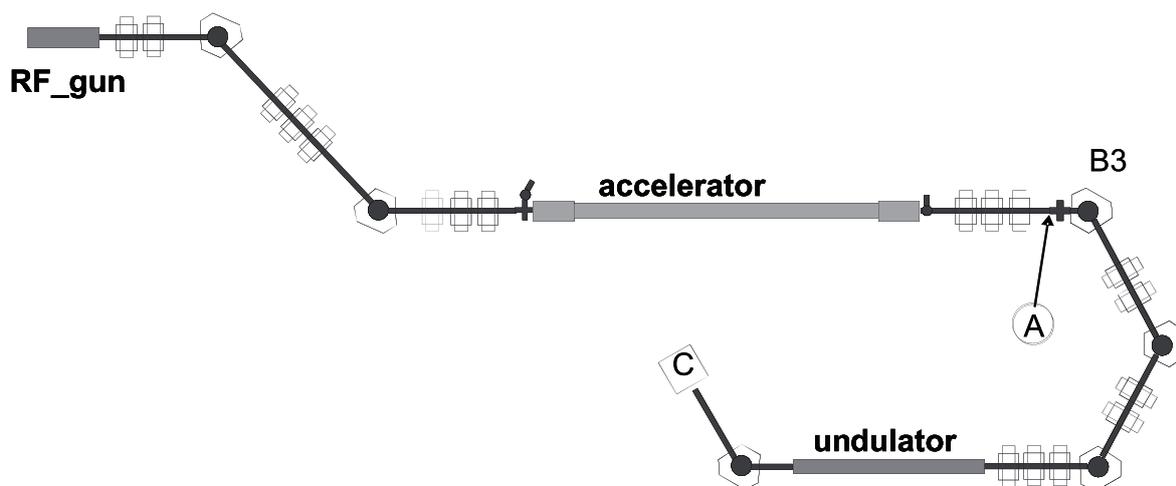


図 1 実験装置

片面にアルミ蒸着が施されていることから、ビーム計測用 OTR スクリーンとしても使用可能である。B3 電磁石の前後にはコリメータを置いて、ビームをカットした。B3 以降の電磁石の設定により、電子を選択的に C の位置まで導いた。取り出した電子のエネルギーは、15, 20, 25, 30 MeV であった。C の位置には初めプラスチックシンチレータを置いてビームを確認して強度調整をある程度済ませた後、PWO シンチレータに取り換えて計測を行った。PWO シンチレータは大きさ 40×40×50 mm で、光電子増倍管に接続してオシロスコープで信号を読み取った。

3. 結果とまとめ

PWO シンチレータの波形の例を図 2 に示している。これは、15 MeV 電子に対する出力をオシロスコープで観測した結果である。電子線に対する波形は、ビームのマクロ構造全体の中で大きな電子ノイズの後、変動するベースライン上に中性子線、X 線の信号と共に見られる。PWO シンチレータの応答が極めて早いため、ビームのマクロバンチ中の複数の信号が無干渉に観測出来ている。図 3 は PWO シンチレータ波形における減衰時間 τ_1 の電子エネルギー依存性を示したものである。無機シンチレータ出力の減衰時間は、電離密度の大きなイオンに対してエネルギー依存性を示すが、電子に対しては一定と考えられている。今回、比較的高いエネルギーの電子の場合にエネルギー依存性が見られていることから、電子の電離密度に違いがある可能性を示唆している。

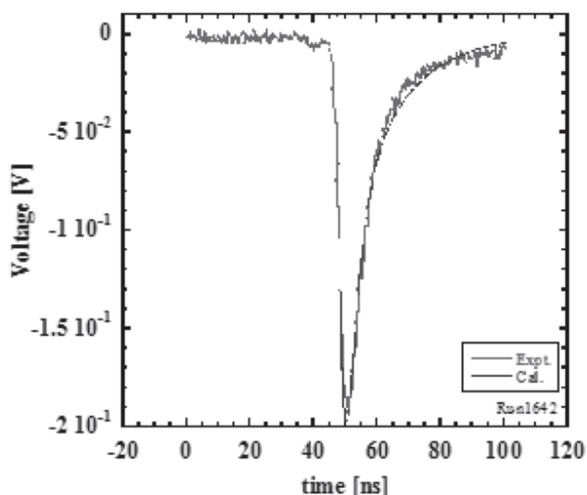


図2 パルス波形の例 (15 MeV 電子)

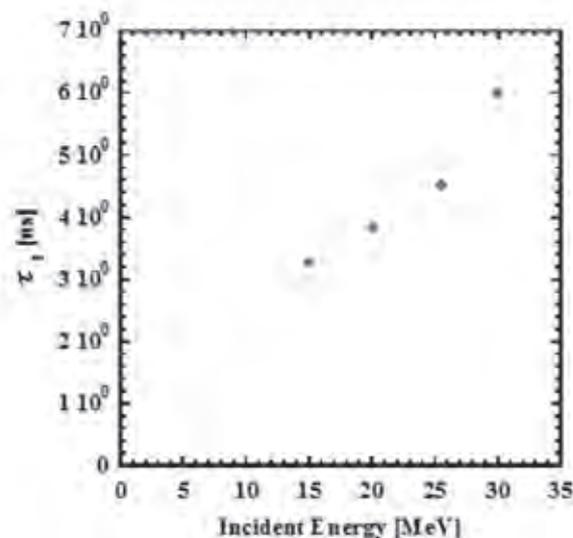


図3 減衰時間の電子エネルギー依存性

4. 発表リスト

[口頭発表]

中村直人, 魚住裕介, 野ヶ峯翔, 大垣英明, 紀井俊輝, 全炳俊, “電子入射による PWO シンチレータ出力波形の測定”, 日本原子力学会 2012 年秋の大会, 2012 年 9 月 19 日-21 日, 広島大学

金属内原子空孔と結合した水素原子クラスタの 熱分解に関する理論研究

加藤太治¹, 森下和功², 山本泰功²

¹核融合科学研究所ヘリカル研究部核融合システム研究系

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

遷移金属内の水素原子は原子空孔と結合して捕獲されることが知られている。これは、不完全に占有された d 電子軌道や f 電子軌道をもつ遷移金属原子と水素原子とが共有結合性を示すためである。特にタングステンやモリブデンは格子間位置での水素固溶熱が高いため、水素原子と原子空孔の結合エネルギーが際立って大きい。したがって、これらの材料を用いた核融合炉内機器には、DT 核融合反応で生じる中性子照射により材料内に生じる原子空孔（およびその集合体）に水素同位体原子が結合し、リテンション量が増加すると予想される。

最近では、欠陥などを含む材料に対しても第一原理計算が応用されるようになり、格子欠陥と水素原子との相互作用の非経験的な理論研究が行われるようになった。代表者らは、密度汎関数法を用いた第一原理計算によって、タングステンの単原子空孔に複数の水素原子が捕獲され、水素原子クラスタが形成されることを理論的に示した。しかし、このような水素原子クラスタの熱力学的な安定性については未解決であり、昇温脱離実験やマイクロ構造観察などとの比較による実験的検証には至っていない。本共同研究では、タングステンの単原子空孔と結合した水素原子クラスタの熱分解に関する知見を得るために、水素原子クラスタの熱振動の第一原理計算を実施し、振動エネルギーに現れる多体相関効果を明らかにした。

2. 研究方法

本研究は、擬ポテンシャルと平面波基底を用いた第一原理（密度汎関数法）計算コード VASP を用いて行った。まず、54 個のタングステン原子からなる体心立方格子からタングステンを 1 個除いてできる単原子空孔内に水素原子を配置し、格子の体積を固定して各原子位置と格子の形状を緩和させながら全体の平衡配置を求めた。格子の体積を変えて同様の緩和計算を行い、凝集エネルギーの計算値が最小になる体積を求めた。

このようにして求められた平衡状態から、水素原子クラスタの熱振動を調和振動近似によって求めた。このとき、タングステン原子と水素原子の質量比が大変大きいため、タングステン原子は平衡位置に固定して計算を行った。調和振動近似では、水素原子クラスタの基準振動 μ の座標 Q_μ と振動エネルギー $h\nu_\mu$ は、 i 番目の水素原子の平衡配置 \mathbf{P} からの微小変位を \mathbf{q}_i とした、次式の Hessian 行列 \mathbf{A}_{ij} の固有ベクトルと固有値で表される。

$$A_{ij} = \left. \frac{\partial^2 E}{\partial q_i \partial q_j} \right|_{\mathbf{P}}$$

Hessian 行列要素の値は、平衡位置からの微小変位の値を $\pm 0.04 \text{ \AA}$ とし、これと平衡点を含む 3 点での凝集エネルギー E の計算値から差分法により求めた。

3. 結果と考察

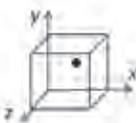
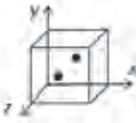
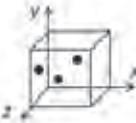
表 1 に、水素原子が 1~3 個結合したクラスタについて、基準座標とゼロ点振動エネルギーの計算結果を示した。表の第一列目に図示したように、平衡状態では、空の立方体で示された原子空孔に対して、水素原子は八面体サイト近傍（若干、空孔内側にシフトしている）に配置される。単原子空孔の形成に必要な体積は約 10 \AA^3 であり、相当する立方体の一辺の長さはおおよそ 2 \AA になる。これは完

全結晶（格子定数 3.16 Å）のタングステン原子 1 個が占める体積（約 16 Å³）よりも小さく、周辺の格子緩和を示している。1 個目の水素原子に対して、2 個目はそれと対向する面側に、3 個目は辺を共有する隣の面側に配位した場合に、それぞれのクラスタの形成エネルギーが最小になる。表の基準座標は、それぞれの水素原子の変位方向のデカルト座標で示されている。

移動に必要な活性化エネルギー障壁の高さに応じて、面に垂直方向の振動エネルギーが際立って大きく、面に平行な振動エネルギーは小さい。したがって、水素原子は原子空孔の面に平行な経路を通過して隣接する格子間位置に解離しやすいと考えられる。単独で結合している場合の xy 方向の振動エネルギーに若干の異方性がみられるが、これは計算誤差によるものと考えられる。水素原子が 2 個結合したクラスタの 2 つの基準振動エネルギー (z, z) と ($z, -z$) はほぼ縮退している。つまり、 z 方向の振動に対しては 2 つの水素原子間の相互作用の影響がほとんど現れないことを示しており、水素原子 1 個当たりの振動エネルギーは、単独のものとはほぼ一致する。振動数にすると約 4×10^{13} Hz となり、これは四面体サイトの格子間水素原子の振動数とだいたい同じ値であった。一方、 xy 方向の振動エネルギーには相互作用の影響がみられ、2 つの水素原子が同位相で変位する場合 (x, x) (y, y) の方が、逆位相の場合 ($x, -x$) ($y, -y$) より振動エネルギーが明らかに小さい結果となった。

3 個の水素原子が結合したクラスタの場合には、 yz 面側に配置した 3 個目の水素原子が x 方向（面に垂直方向）に変位する基準振動の振動エネルギー ($0, 0, x$) が最も大きく、単独または 2 個結合したクラスタの面に垂直方向の振動エネルギーよりも明らかな増加がみられる。一方、1 個目と 2 個目の面に垂直方向の振動エネルギー ($z, z, 0$) ($z, -z, 0$) には若干の減少がみられるが、エネルギーの値はほぼ縮退したままである。興味深いことに ($0, 0, x$) ($z, z, 0$) ($z, -z, 0$) の 3 つ基準振動エネルギーの平均値は、単独または水素原子が 2 個結合したクラスタの z 方向の振動エネルギーとほぼ一致する。相互作用によって平衡状態での 3 つの水素原子の配置が単独または水素原子 2 個のクラスタの配置から変化し、振動エネルギー準位の分裂が生じたものと考えられる。また、面に平行方向の振動エネルギーには、($-x, x, z$) を除いて、相互作用の影響によって増加の傾向がみられる。

表 1 タングステン単原子空孔（立方体）と結合した水素原子（●）クラスタの基準座標とゼロ点振動エネルギー（meV）

	Q_{μ}	$h\nu_{\mu}$
	x	15
	y	21
	z	172
	(x, x)	4
	$(x, -x)$	17
	(y, y)	5
	$(y, -y)$	26
	(z, z)	173
	$(z, -z)$	175
	$(0, 0, x)$	192
	$(x, x, 0)$	76
	$(0, 0, y)$	37
	$(y, y, 0)$	85
	$(y, -y, 0)$	87
	$(z, z, 0)$	161
	$(z, -z, 0)$	162
	$(x, -x, z)$	82
	$(-x, x, z)$	15

4. 関連する成果発表

[口頭発表リスト]

D. Kato, “First-principle calculations of hydrogen interaction with vacancies and impurity atoms in tungsten”, Seminar at University of Provence, 2012/3/27, Physique des Interactions Ioniques et Moleculaires, CNRS / Universite de Provence, Marseille, France

D. Kato, “Ab-initio calculation on hydrogen effects in pure iron and tungsten”, Meeting of JAEA-ORNL research collaboration, 2012/10/25, IAE, Kyoto University

電気化学的手法を用いた多孔質半導体形成における 有機溶媒の効果

辻 悦司¹, 深見一弘², 作花哲夫², 幅崎浩樹¹, 尾形幸生²

¹北海道大学大学院工学研究院

²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 目的

シリコンや酸化チタンは現在、広く利用されている半導体であり、シリコンは古くから太陽電池として、酸化チタンは光触媒や色素増感太陽電池として、それぞれ光エネルギー変換材料としても注目されている。こういった応用では、ナノレベルでの表面構造制御が重要であり、シリコンや酸化チタンでは簡便な電気化学的手法により表面の多孔質化が可能であるという利点がある。また、これら孔の微細化により、新機能の発現も期待できる。しかしながら、その一方で、微細化が進むと構造形成機構の解明や評価は困難になる。

多孔質シリコン、および多孔質酸化チタンはともに有機電解液中で陽極酸化することで得られるが、それらの孔壁表面は決定的に異なる性質を示す。多孔質シリコンは Si-H 結合に由来する強い疎水性を示し、多孔質酸化チタンは Ti-O 結合に由来する強い親水性を示す。これらの性質の違いは電気分解中においても孔形成に影響すると考えられる。実際、昨年度までの共同研究において、ナノメートルサイズの多孔質シリコンと多孔質酸化チタンを陽極酸化法によって作製する際に、溶媒と基材の親和性の違いが孔形成に影響を与えることを報告してきた。表面が疎水性である多孔質シリコン形成では、炭素鎖の長い、つまりより疎水的な溶媒を用いた場合の方が膜の生成速度が速いのに対し、表面が親水性である多孔質酸化チタンの形成では、逆に生成速度が遅い。これらは、溶媒の効果に由来すると考えられ、溶媒と基材との親和性の違いにより、多孔質構造形成時に与える影響が異なることを示唆している。

そこで、本研究では、親水性である多孔質酸化チタン形成に着目し、炭素鎖が短くした有機溶媒よりもより強く親和すると考えられる溶媒中の OH⁻濃度、つまり塩基性度の違いに着目し、それらが多孔質形成に与える影響について明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

多孔質酸化チタン薄膜は、リン酸塩を含むグリセリン溶液中での陽極酸化により作製した。基板には電解研磨後の純度 99.5%のチタン板を用い、リン酸塩は K₃PO₄、K₂HPO₄、KH₂PO₄ を様々な比率で混合したものを用いた。これらを 180°C で十分に脱水したのち、窒素雰囲気中 160°C、定電圧条件下で陽極酸化を行った。得られた多孔質酸化チタン薄膜の構造は、主に走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて評価した。

3. 結果・考察

リン酸塩の混合比率を変えることで、電解液中の塩基性度 (OH⁻濃度) を変化させた。これらの溶液を用いて定電圧 3 V で 1 時間、陽極酸化を行った結果、塩基性度が高いものほど膜厚が厚いことがわかった (Table 1)。このことは親水性の酸化チタンと相互作用が強いと考えられる OH⁻濃度が高いほど膜の生成速度が速いことを示唆している。この結果は、昨年度の研究成果で報告したより疎水性である炭素鎖が長い溶媒の方が酸化チタン薄膜の生成速度が遅いといった実験結果ともよい一致を示す。また、20 V での陽極酸化により得られた酸化チタン薄膜の多孔質構造に着目すると、塩基性度の上昇に従い、多孔質構造の規則化が促進され、シリンダー状の多孔質が得られることがわかった。

Table 1. 多孔質薄膜を作製した際の各リン酸塩含有量と得られた酸化チタン多孔質膜の膜厚。陽極酸化は 3 V 定電圧で 1 時間行った。Sample 名の番号が小さいほど塩基性度は高い。

Sample 名	K_3PO_4 ($mol\ dm^{-3}$)	K_2HPO_4 ($mol\ dm^{-3}$)	KH_2PO_4 ($mol\ dm^{-3}$)	膜厚 (μm)
1	0.6	0.2	0	26
2	0.4	0.4	0	17
3	0	0.8	0	13
4	0	0.6	0.2	12
5	0	0.4	0.4	10

また、さらに興味深いことに、3 V の定電圧での陽極酸化において、塩基性度が高くなるに従い、陽極酸化時に電流振動が現れることが確認された (Figure 1)。このような電気化学的振動現象は古くから知られており、様々な要因が考えられるが、中には周期的な自己組織化構造の形成を引き起こす場合もあることが知られている。現状、これらの電流振動と多孔質構造の形成との相関関係は不明であるが、塩基性度の上昇に従い生じたことから、 OH^- 種が何らかの影響を与えていると考えられる。

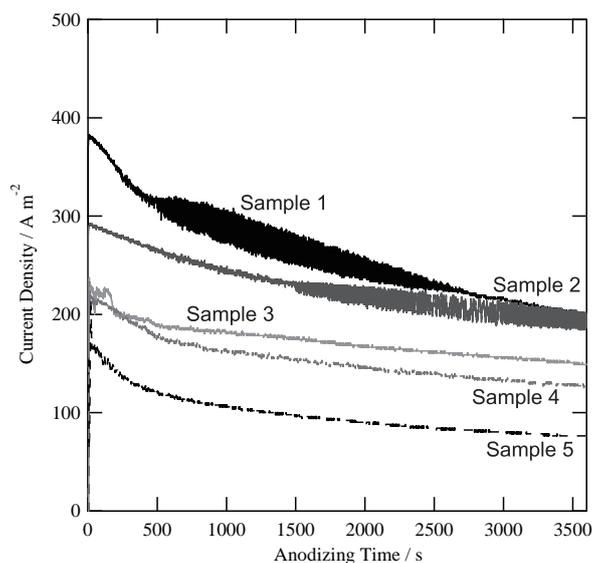


Figure 1. 様々な比率で混合したリン酸塩を含む高温グリセリン溶液中、3 V で Ti 基板を陽極酸化した際に得られた陽極酸化曲線。Sample ごとのリン酸塩混合比は Table 1 と同じ。

以上のように、親水性の酸化チタン多孔質膜の作製において、電解液中の OH^- 濃度とその成膜速度に大きく影響を与えることを明らかにした。また OH^- 濃度の上昇により定電位陽極酸化時に電流振動が生じることが明らかとなった。今後、この電流振動の原因を探ることで、自己組織化構造形成との関連性を明らかにし、より精密に多孔質構造を制御することを目指す。

マイクロ波によるプラズマ乱流計測

稲垣 滋¹, 永島芳彦¹, 佐々木真¹, 小林達哉²,
長崎百伸³, 小林伸二³, 山本 聡³, 大島慎介³

¹九州大学応用力学研究所

²九州大学総合理工学府

³京都大学エネルギー理工学研究所

1. 本研究の目的

本研究ではマイクロ波を用いてマルチスケール乱流中の顕在・潜在する揺動の実態解明を目的とする。特に巨視的スケールの揺動と微視的スケールの揺動間の非線形結合の時間変化を評価する。異スケール間のエネルギーのやり取りは乱流が駆動する輸送や構造形成の統合的理解に寄与する。本研究には、マイクロ波技術による大容量データの取得に加え、信号処理技術の確立やプラズマ乱流理論の進展といった多くの要素がある。我々は基礎プラズマを用いたプラズマ揺動の解析に経験と実績があり、また、マイクロ波計測の開発も開始している。エネルギー理工学研究所のヘリオトロン J 装置で得られるより高温度のプラズマでの乱流構造を共通の解析ツール、計測機器で観測する事でプラズマ乱流研究の新たな展開がもたらされると期待される。

2. 平成 24 年度の成果

ヘリオトロン J 装置で揺動計測実験を行った。標準的な高磁場の NBI (Neutral Beam Injection) プラズマをターゲットとして選んだ。プラズマの揺動はマイクロ波反射計、BES (Beam Emission Spectroscopy)、磁気プローブアレイにて計測した。磁気プローブ計測から通常の NBI プラズマと同様に高速イオン励起の MHD モードが励起されている事を観測した。定常状態におけるマイクロ波反射計と BES とのコヒーレンスを図 1 に示す。反射計のカットオフ密度は $1 \times 10^{19} \text{m}^{-3}$ であり、本放電ではプラズマ周辺部を計測していると考えられる。揺動スペクトルには 8-18 kHz, 35-45 kHz にコヒーレンスの高いピークが観測される。特に反射計の信号は BES の周辺チャンネル (ch13) と相関が強い事が分かる。両者のモードともプラズマ中心部の BES チャンネル (ch3) と相関があり、これらのモードが径方向に広がった揺動である事を示す。特に 35-45 kHz の揺動は中心部のコヒーレンスが相対的に大きい。また、周辺部と中心部で位相差を持つ。これらの揺動に着目し、SMBI (Supersonic Molecular Beam Injection) に対する揺動振幅の動的応答に着目した。これまで多くのトカマク及びヘリカル装置において周辺へ与えた摂動が瞬時に (拡散により伝達速度よりも速く) 中心部へ伝わる現象が観測されており、その最初の発見から 30 年経っても未だ未解決の謎であ

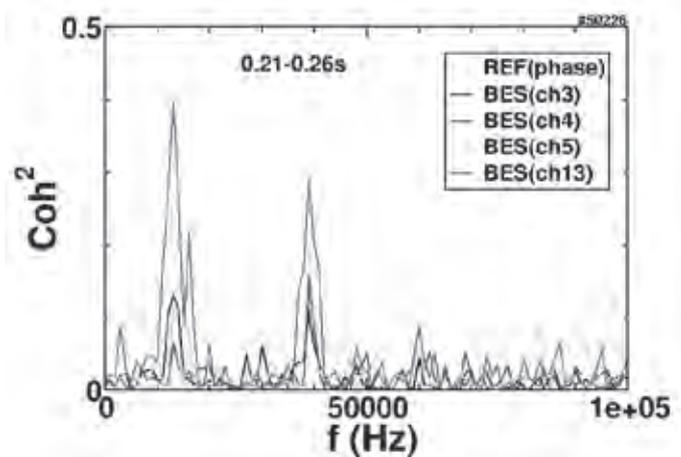


図1 マイクロ波反射計と BES の各チャンネルとのコヒーレンス。BES は ch3 がプラズマ中心部を通る視線で ch13 は周辺部視線

る。ヘリオトロン Jにもそのような機構が内在していると考えられる。近年、揺動の塊 (front) の速い伝搬 (turbulence spreading) やグローバルモードとのカップリング等の理論モデルや実験観測が報告されている。これらの揺動のダイナミクスを明らかにするため、揺動振幅の時間変動を解析した。まず揺動信号に対して帯域幅 10kHz のバンドパスフィルター (8-18kHz, 35-45kHz) を適用し、1ms の時間窓を用いてその振幅 (envelope) を求めた。図 2 及び 3 にそれぞれのモードの時間発展を示す。8-18 kHz のモードに関して SMBI に同期した揺動振幅の変化が観測された。コヒーレントなモードの存在しない周波数帯域(100-110kHz)に対しても同様の解析を行ったが、SMBI に対する応答はランダムな変動に埋没しており明瞭ではなかった。今後 conditional averaging 法等を適用する事で SMBI に対する応答の S/N の向上を目指すと共に BES の信号を活用し、応答の時空間構造を明らかにする。また、外部摂動によらない自発的な揺動振幅モジュレーション (1kHz) の存在も示唆されている。アンサンブル数を上げる事で振幅モジュレーションの周波数分解の向上を行う。

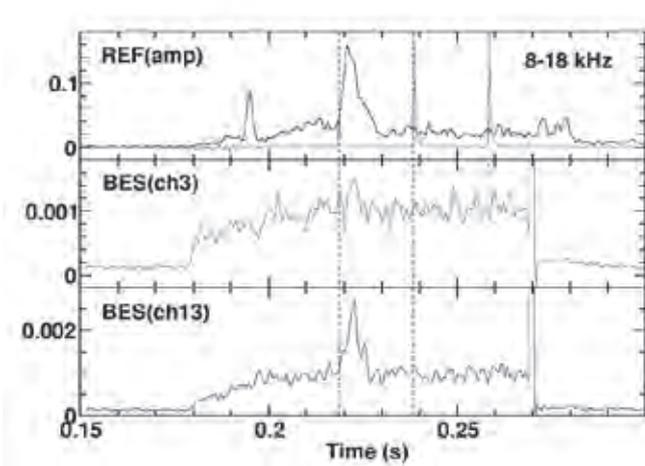


図 2 8-18kHz の帯域の揺動振幅(envelope)の時間発展。図中ピンクで示したのは H α 光であり、SMBI のタイミングのリファレンスとして使える。

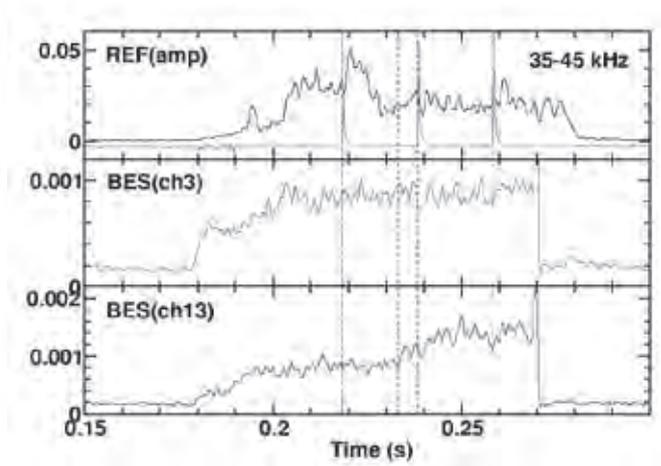


図 3 35-45kHz の帯域の揺動振幅 (envelope) の時間発展。

3. 平成 24 年度成果発表

[口頭発表]

- [1] S. Inagaki et al., “Fluctuation with Long Range Correlation and Coupling with Plasma Turbulence in Toroidal Plasma” 39th European Physical Society Conference on Plasma Physics and 16th International Congress on Plasma Physics (Stockholm), July 4 (2012)
- [2] S. Inagaki et al., “Is turbulence determined by local temperature gradient?” 24th IAEA Fusion Energy Conference (San Diego), Oct 13 (2012)
- [3] 稲垣他, “Experimental Developments on Long Range Correlation of Plasma Turbulence” プラズマ核融合学会, Nov. 30 (2012)

シート状超音速分子ビームを用いた高速カメラによる 2次元揺動イメージング計測

竹内正樹¹, 都甲 将², 野口直樹³, 笠嶋慶純³, 大島慎介⁴, 水内 亨⁴

¹日本原子力研究開発機構那珂核融合研究所, ²京都大学工学部電気電子工学科,

³京都大学エネルギー科学研究科, ⁴京都大学エネルギー理工学研究所

1. 本研究の目的

本研究の目的は、シート状超音速分子ビームを用いてプラズマの発光を高速カメラで観測することによって、プラズマ周辺部だけでなく中心部までの2次元揺動計測を行える新規装置の開発を行うことである。図1に計測システム概念図を示す。本計測装置はシート面のみの発光を観測するため、2次元的な揺動を線積分効果がなく高時間・高空間分解能で観測できる特徴を有している。

2. 研究方法

昨年度、シート状超音速分子ビームを生成するために、平面状ラバールノズルを設計及び製作を行った。このノズルはSUS304製で1.0 mm×1.0 mmのガス入射口から0.2 mm×1.0 mmのスロート部を通した後にビーム出射口まで厚さ1.0 mmの平面状に広がる構造となっている。このノズルに最短160 μsでのガス入射が可能なパルスバルブを接続して用いた。バルブとノズルの接続にはメタルシールを製作して用いている。

このシート状ビーム生成装置を真空チャンバーに設置して、径方向に可動する高速電離真空計を用いてシート状ビーム入射時の圧力（ビームの密度に相当）を計測した。図2にその真空チャンバーと機器構成を示す。本装置を用いて、生成した超音速分子ビームの性能（ビームの広がり、速度等）を評価することができる。ガス種は水素、ガス圧は0.2-1 MPaとし、またノズルの向きを水平方向、垂直方向に変える実験も行った。真空チャンバー内のビーム入射前の圧力を一定とするために、コールドカソードゲージにて圧力を計測して、数分おきにビーム入射した。

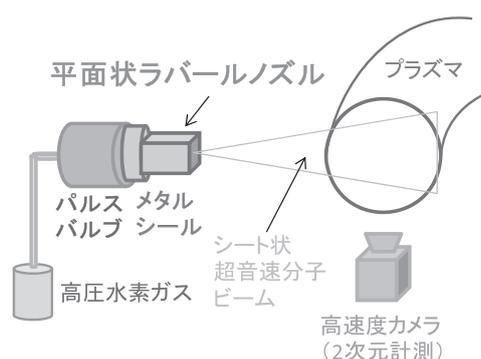


図1 シート状超音速分子ビームを用いた計測システム概念図

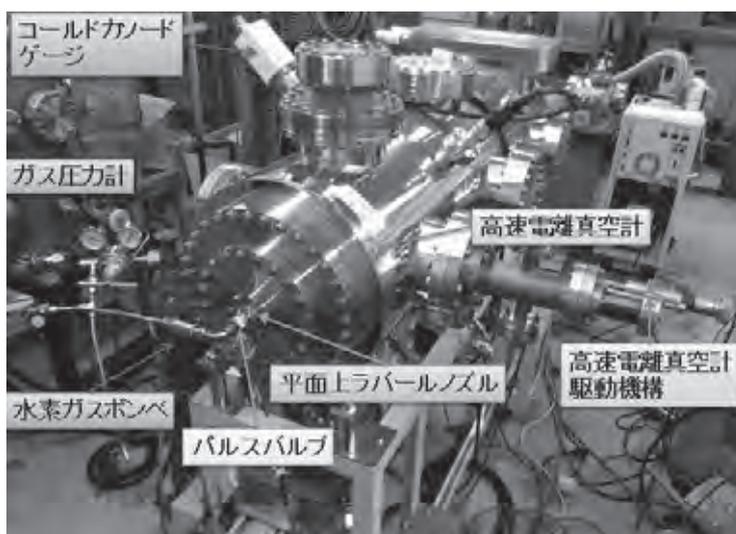


図2 シート状超音速分子ビーム入射装置及び真空チャンバーの機器配置

3. 実験結果

図 3 に高速電離真空計の計測位置を中心部とした場合のビームの密度（高速電離真空計での圧力）の時間変化を示す。ガス入射時間は $160 \mu\text{s}$ とした。時間 $t = 0 \text{ ms}$ はパルスバルブに電圧信号を送り、ガスがパルスバルブから入射した時間に相当する。 $t = 0.5 \text{ ms}$ 程度から急激にビームの密度が上昇し $t = 1 \text{ ms}$ にはビームの密度は下がり切り、チャンバーの排気によって徐々に減少していく。水素ガス圧を $0.2 - 0.4 \text{ MPa}$ に上げるにつれて、ビームの密度も上昇する。

図 4 にはガス圧を 1 MPa とした場合のビームの密度の空間分布を示す。ビームの中心部では周辺部と比較して約 2 倍程度のビームの密度となっていることが分かる。他の条件においてもデータを収集しており、シート状ビームの初期的なデータ収集を行うことができた。

本実験に続き、ノズルの向きを垂直方向にする実験も行っている。その結果、水平方向の場合との差は確認されるものの、著しい差は得られなかった。ノズルの出射口から高速電離真空計の位置までの間でビームが広がっている可能性が考えられ、プラズマ閉じ込め装置に適用するためにはノズルの長さを現在の 60 mm からさらに延長する必要があると考えられる。

また、シート状ビームの拡がりをもより詳細に明らかにするために、電子ビームを用いる実験やグロー放電中の発光を高速カメラによって観測する実験及びシュリーレン撮影法を用いた実験も、今年度末に行っており、現在解析を進めている。今後、これらの結果を総合して、シート状ビーム性能を明らかにして、プラズマ閉じ込め装置であるヘリオトロン J 装置への適用を考える必要がある。

さらには、流体シミュレーションコードによる計算との比較も重要であるため、広島大学の西野氏、村山氏との打ち合わせを行った。今後、実験結果と計算結果との比較も行う予定である。

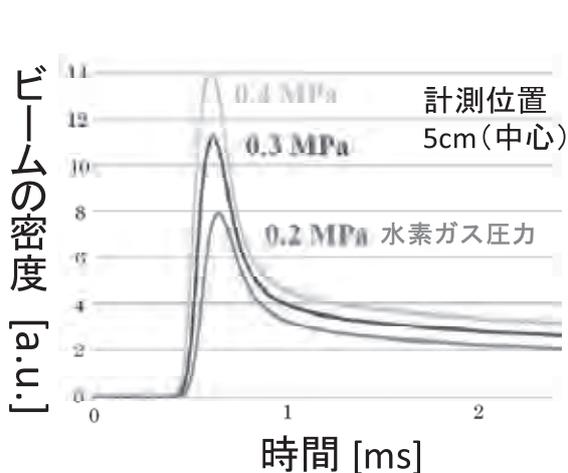


図 3 シート状超音速分子ビーム密度の時間変化

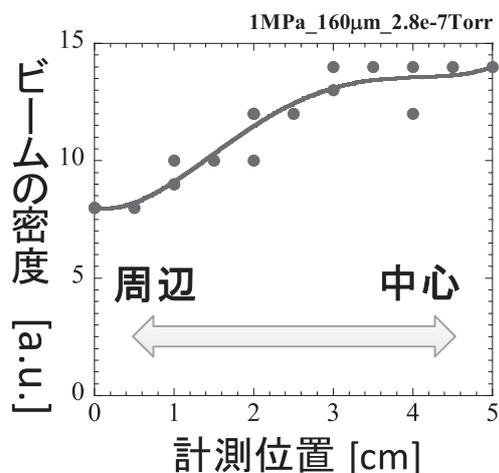


図 4 シート状超音速分子ビーム密度の空間分布

4. 謝辞

本研究は、京都大学ゼロエミッションエネルギー共同研究 Z24 B-41 の支援および科研費（若手研究 B、課題番号 23760807）の助成を受けて実施されたものであり、感謝致します。

ジルコニウム合金における

添加元素と水素・酸素元素との相互作用に関する理論的研究

金田保則¹, 石野 栞², 森下和功³

¹秋田工業高等専門学校自然科学系, ²東京大学, ³京都大学エネルギー理工学研究所

はじめに

本研究では、昨年度に引き続き、軽水炉燃料の被覆材として用いられているジルカロイを念頭において、その母体であるジルコニウム (Zr) 金属とそれに添加される元素、外部から侵入する水素・酸素元素とのミクロスコピックな相互作用についての知見を得るため、これらの物質に対する理論的な電子状態計算を行っている。

電子状態の計算方法には様々なものがあるが、その中でも、擬ポテンシャル法に基づいた計算は、体系（セルの体積）を大きくすることが比較的容易であり、不純物を内包する系を対象として用いられることが多い。近年、外部から入手した計算コードパッケージを用いた電子状態計算が行われることが多いが、一方、そこで用いられている擬ポテンシャルの有効性が、計算コード利用者自身で確かめられることは少ない。

本研究では、Muffin-Tin 球や Wigner-Seitz 球を用いた全電子計算手法を用いて電子状態計算を行い、これまで Zr 合金に対して行われた理論計算の結果の有効性を検証する。その手始めとして、Zr 金属を主たる対象とし、Linear Muffin-Tin Orbital 法(LMTO 法)、および Full-Potential Augmented Plane Wave 法 (FLAPW 法) を用いた計算を行い、これらの手法の間で結果の比較を行った。ここで LMTO 法では、結晶内の空間を全て各原子を中心とした球の集合として扱う原子球近似 (Atomic Sphere Approximation: ASA) を用いており、ここでの比較は、ASA と Full-Potential との比較となっている事に注意しておく。また、電子の交換・相関相互作用については、これまで同様、局所密度近似 (LDA) を用いている。

結果とまとめ

図 1、2 に、六方晶 Zr 金属に対する、LMTO-ASA 法を用いたエネルギーバンド図 (図 1) および FLAPW 法によるエネルギーバンド図 (図 2) を示す。横軸は、六方格子の逆格子空間における対称軸、縦軸は Rydberg 単位のエネルギーで、点線がフェルミレベルを表している。縦軸の絶対値は、各手法やコード作成時のエネルギー原点の取り方の違いによるものであり、本質的な違いとはならない。ASA を用いた場合、4d-5s バンドのバンド幅が FLAPW 法の結果に比べ若干 (0.04 Ryd.程度) 広がっている。また、フェルミレベル近傍で部分的にバンド分散が狭くなるバンドが存在しており、二つの手法で微妙に分散が異なるため、小さなフェルミ面ではその存在位置と場所が二つの手法間で異なっている。これ以外の 1 Ryd. 程度の幅でのバンド構造は、二つの手法では一致している。

現在、FLAPW 法を用いて、Zr 合金と不純物を内包した系について順次計算を進めている。酸化物 (ZrO₂) の計算で、技術的なものと思われる問題 (ゴーストバンドの発生) が見られ、現在これを解消する努力を行っている。

表 1 は、LMTO-ASA 法によって得られた Zr-5d バンドのおよそのバンド幅、フェルミレベル上のバンドギャップ、フェルミレベル上での状態密度である。バンド幅は(逆格子空間での)Γ点で見積もった。およその見積りではあるが、バンド幅で見ると、ZrO₂ < Zr metal < ZrH₂ の傾向がある。ZrH₂ の 5d バンド幅が Zr 金属より広がっているのは、水素の 1s 軌道と Zr の 5d 軌道の混成が非常に大きく、この影響によるものと考えられる。現在、FLAPW 法により同様な計算を進めており、さらに今後、擬ポテンシャル法による結果を加えながら、手法間による結果の比較を行っていく予定である。

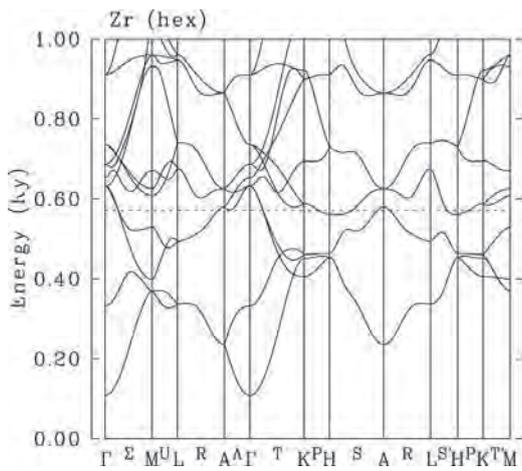


図 1. Zr 金属（六方晶）のエネルギーバンド図。LMTO-ASA 法を用いた結果。

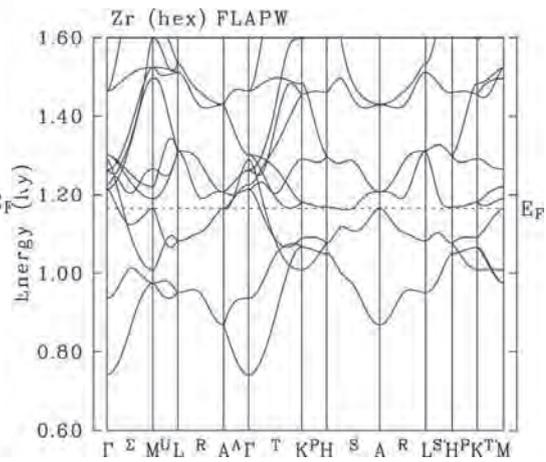


図 2. Zr 金属（六方晶）のエネルギーバンド図。FLAPW 法を用いた結果。

表 1. Zr, ZrH₂, ZrO₂（正方晶）、ZrO₂（単斜晶）、それぞれの、5d バンド幅、バンドギャップ、フェルミレベル上での状態密度。LMTO-ASA 法によるもの。

	Crystal structure	Metal/Insulator	Zr d-band width (Ryd.)	Band Gap (Ryd.)	DOS at EF (State/Ryd.)
Zr	Hex.	metal	0.92	-	21.9
ZrH ₂	Tet.	metal	1.61	-	10.1
ZrO ₂	Tet.	Insulator	0.36	0.414	0.0
ZrO ₂	Monocli.	Insulator	0.38	0.256	0.0

先進 SiC/SiC 複合材料における熱分解炭素界面相の 微細組織に及ぼすイオン照射効果

小沢和巳¹, 檜木達也², 野澤貴史¹, 谷川博康¹, 近藤創介², 橋富興宣², 小柳孝彰³

¹ 日本原子力研究開発機構核融合炉構造材料開発グループ

² 京都大学エネルギー理工学研究所

³ 京都大学大学院エネルギー科学研究科

1. 緒言

先進 SiC/SiC 複合材料は、優れた高温強度特性や耐照射特性等の様々な利点を有することから、先進核融合炉ブランケット機能・構造材料の候補として期待されている。同材料の核融合実証 (DEMO) 炉実現に向けた具体的な設計指針取得のもと、繊維・マトリックスを構成する高結晶性 SiC の照射後挙動に対する理解は比較的高温高線量まで進んでいる[1]一方で、複合材料の破損挙動に最も強い影響を及ぼす熱分解炭素 (PyC) 界面相の照射効果に関する知見は限られている。より精密な照射後挙動の把握のためには、ほぼ完全な積層構造を有する黒鉛単体を用いた予測には限界があり、複合材料中に存在する PyC 界面相そのものを用いて、微細組織の面から照射挙動を評価することが強く求められている。本研究では、使用が想定されるあるいはそれ以上の温度における先進 SiC/SiC 複合材料の PyC 界面相の微細構造 (形状安定性) に及ぼすイオン照射効果を明らかにすることを主目的とした。

2. 実験方法

Tyranno™-SA3 繊維で強化され、PyC 単相 (厚さ: 520-720 nm) あるいは SiC/PyC 多層被覆界面構造 ((SiC_{100 nm}/PyC_{20 nm}) の 5 層構造) を有する、先進 SiC/SiC 複合材料 (米国 HyperTherm 社製) を表面研磨し、照射に供した。照射実験は、京都大学エネルギー理工学研究所附属エネルギー複合機構研究センターの DuET 照射施設を用いた。弾き出し損傷を模擬した 5.1 MeV Si²⁺イオンのみのシングルイオン照射、ならびに核変換ヘリウム効果を模擬した 1.0 MeV He⁺イオン同時照射 (ディグレーダー使用) をあわせて実施した。イオン照射条件を実験結果とともに表 1 に示すが、照射温度は 1200, 1400°C、試料表面から深さ 1230 nm における損傷量は 10, 30, 100 dpa-SiC、ヘリウム注入速度は 0, 60, 1000 appmHe/dpa (いずれも公称) とした。集束イオンビーム (FIB) 加工装置により薄膜に加工した後、透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて PyC 界面相の照射損傷組織を評価した。

3. 結果及び考察

代表的な照射後組織として、1200, 1400°C, 10 dpa, 1000 appmHe/dpa の条件にてデュアルイオン照射した単相 PyC 界面相の低倍 TEM 観察像を図 1 に示し、また、単相 PyC 界面相の照射前後における界面相厚さ変化について表 1 にまとめた。今回のような極端なヘリウム生成条件下でも、照射後界面相厚さ変化に及ぼす 1200-1400°C, 10 dpa での温度依存性、ならびに 1200-1400°C における 30 dpa までの照射量依存性について、顕著な影響は認められなかった。図 2 に 1400°C, 100 dpa, 60 appmHe/dpa の条件でデュアルイオン照射した SiC/PyC 多層界面相を示した。50 dpa 以上では、多層被覆界面相を構成するごく薄い (~20 nm) 炭素界面相の一つ一つの相の部分的な消失が認められた。損傷量の増大とともにその現象は著しくなり、その原因のひとつとしてミキシング効果が推察される。これまでは炭素の照射特性の観点から、できるかぎり薄い炭素界面相が志向されてきた (一方向繊維強化の場合、理論的には繊維表面粗さの 2 倍まで薄くすることが可能[2])。しかしながら、逆に薄すぎる場合、高線量照射によるミキシング等の影響で、界面相が消失することにより、マトリックスでクラックを分岐、偏向させ、繊維に荷重を伝達し擬延性を発揮させるという最も重要な界面相の役割が担えなくなることが懸念されるため、今後、さらに耐照射特性に優れる界面相の構造と厚さの最適化が必要である。

4. 本年度発表リスト

なし。

参考文献

- [1] L.L. Snead, *et al.*, J. Nucl. Mater. 371 (2007) 329-377.
 [2] C. Sauder, *et al.*, J. Appl. Ceram. Technol. 7 (2010) 291-303.

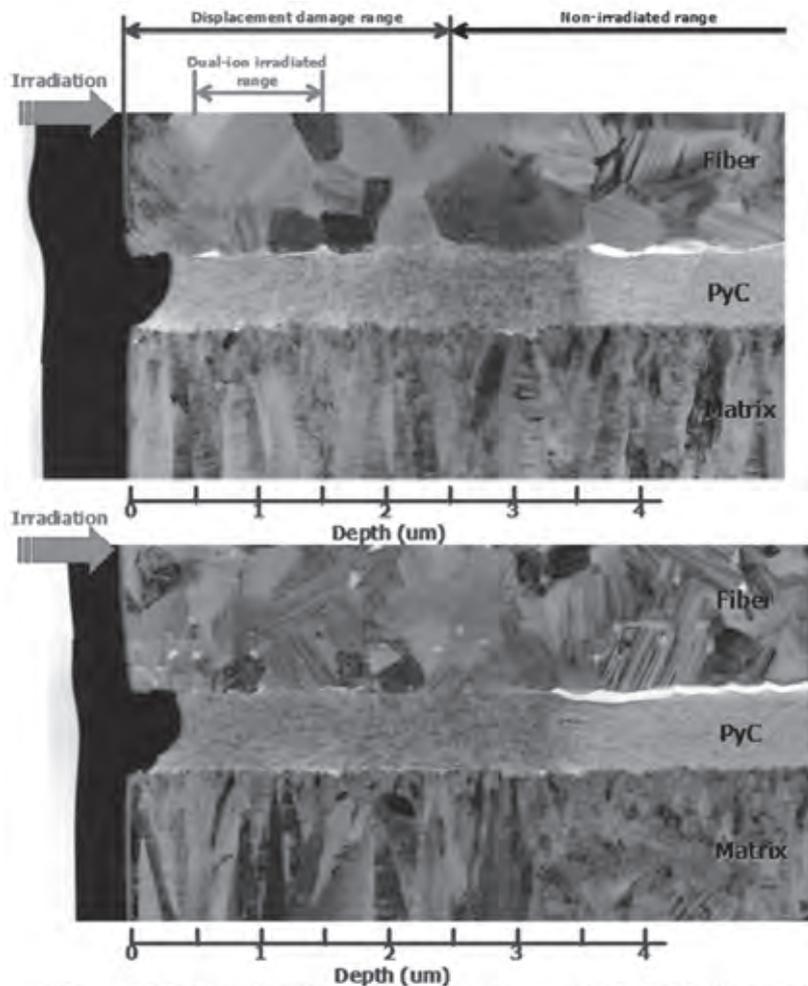


図1 (a) 1200°C, (b) 1400°C, 10 dpa, 1000 appmHe/dpa の条件にてデュアルイオン照射した単相 PyC 界面相の低倍 TEM 観察像。

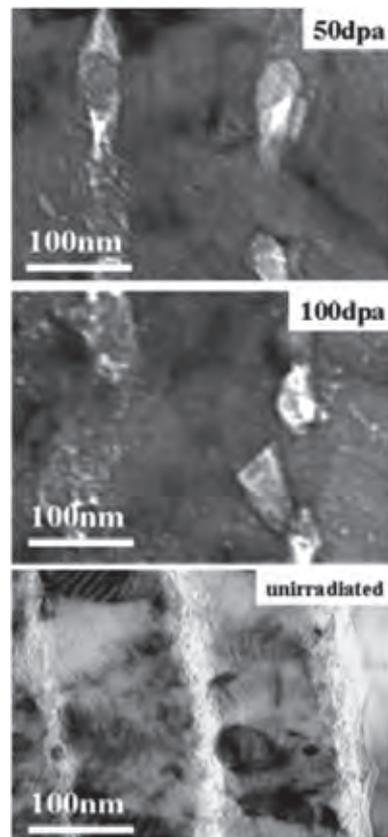


図2 1400°C, 100 dpa, 60 appmHe/dpa の条件にてデュアルイオン照射した SiC/PyC 多層被覆界面相。

表1 単相 PyC 界面相のイオン照射後寸法変化の結果。()内の数字は標準偏差を示す(各条件・各場所に対し3-4点計測し、TEM像におけるPyC相の距離を界面相厚さとした)。

照射温度 [°C]	照射量 [dpa]	ヘリウム注入速度 [appmHe/dpa]	照射領域 (深さ1230nm付近) の界面相厚さ [nm]	非照射領域の界面相厚さ [nm]	厚さ倍率 [-]
1200	10	1000	531 (4)	559 (13)	0.94
1400	10	1000	590 (6)	541 (14)	1.09
1400	30	1000	587 (6)	525 (6)	1.12
1400	100	0	589 (9)	525 (13)	1.12
1400	100	60	646 (7)	499 (15)	1.30

コンピュータ断層撮影法を用いた 三次元高温プラズマの可視化に関する研究

大舘 暁¹, 山本 聡², 明 廷鳳³, 杜 暁第³, 岩間尚文⁴, 長崎百伸², 小林進二²,
大島慎介², 佐野史道², 水内 亨², 岡田浩之², 南 貴司²

¹核融合科学研究所ヘリカル研究部

²京都大学エネルギー理工学研究所

³総合研究大学院大学物理科学研究科

⁴大同大学情報学部

1. 目的

プラズマは数百万度を超えるような高エネルギー（高温）粒子の集合体である。電磁的な性質を有する流体（電磁流体）であり、電場や磁場によって外部制御可能である一方、構成粒子である電子やイオン相互間の電磁力による自己組織化といった性質を本質的に有する高エネルギー物質である。そこで本件研究では高温プラズマの振る舞いを理解するために、三次元プラズマの可視化（イメージング）に関して、実験で得られ視線の数や配置が限定的な線積分情報から適切に局所的な情報を得るためのコンピュータ断層撮影法（computer tomography: CT 法）を開発することを目的としている。具体的には、これまで軸対称トーラスプラズマにおいて実施されてきた CT 法を非軸対称な三次元トーラスプラズマに拡張、または新規に提案することでより広範囲な適用性に優れた CT 法の確立を目指すことが目的である。加えて、得られた結果よりプラズマの平衡を決める電磁流体波 (MHD) 平衡の理解を、特に非軸対称プラズマでの理解を深めることを目標とする。

2. 研究手法と結果

本研究では京都大学エネルギー理工学研究所のヘリカル軸ヘリオトロン高温プラズマ実験装置で生成される三次元高温プラズマを計測・解析対象とし、その振る舞いを可視化する手法の開発を行った。プラズマの振る舞いは電子の制動放射による真空紫外線領域から軟 X 線領域の電磁波の放射分布（ここでの CT は医療用 X 線 CT として一般的な吸収分布ではなく PET（ポジトロン放射断層撮影）に代表される放射分布が測定量となる）より判断でき、その波長領域の光子を多チャンネル半導体（Si, PN 型）一次元アレイより検出し、得られた線積分量をより適切に局所的な値へと逆変換する CT 法を三次元プラズマに対して開発を進めた。昨年度の研究では、最適な CT 法の決定とそれを用いて実際にどのような検出器ならびに視線配置であればより正確に局所値が得られるかの検討を行った。その結果、CT 法として軸対称プラズマで良く用いられ計算時間の短い級数展開を用いる方法は難しく、ペナルティ関数を用いる方法が良いこと、そしてその中でも視線欠如に最も強く且つノイズに強い特性を有する Tikhonov-Philips 正則化法が最適であることが解った。また、実際の検出器設置可能位置を考慮した上で、その配置、視線の広がりなどを考慮して検出器が 5 個や 3 個、即ち視線数が 100 本や 60 本といった条件下での最適な検出器ならびに視線配置を求めることに成功した。そこで、その結果に基づいて実験においても検出器や視線を配置したいところであるが、幾つかの他の実験条件

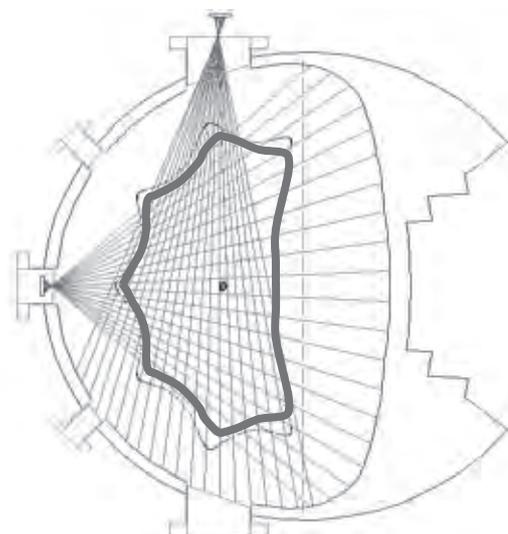


図 1. 実験系における軟 X 線検出器ならびに視線配置図

などによる制約により設置可能な検出器数が 2 個、またその視線配置も数値計算結果とは異なる案が採用された。そこで、このような配置において CT 法により最適な局在値が得られるかの検討ならびに実際の実験データへの CT 法の適用を行った。図 1 は実際の実験系における軟 X 線検出器とその視線の配置を示している。加えて同一でのプラズマの最外殻磁気面ならびに真空容器の断面も合わせて示してある。まず、仮想的にプラズマ圧力を変えた際の MHD 平衡の変化を計算し、Tikhonov-Philips 正則化法によってその変化が再現できるかシミュレートした。図 2 がプラズマ圧力が極端に低い場合 (a)、とプラズマ圧力が高くなり (b) プラズマが径方向 R に移動した際のそれぞれ仮想的な軟 X 線放射分布とそれを線積分した値を再度逆変化して得られた軟 X 線放射分布である。MHD 理論によればプラズマの圧力が高くなると、プラズマは径方向に移動する。特に

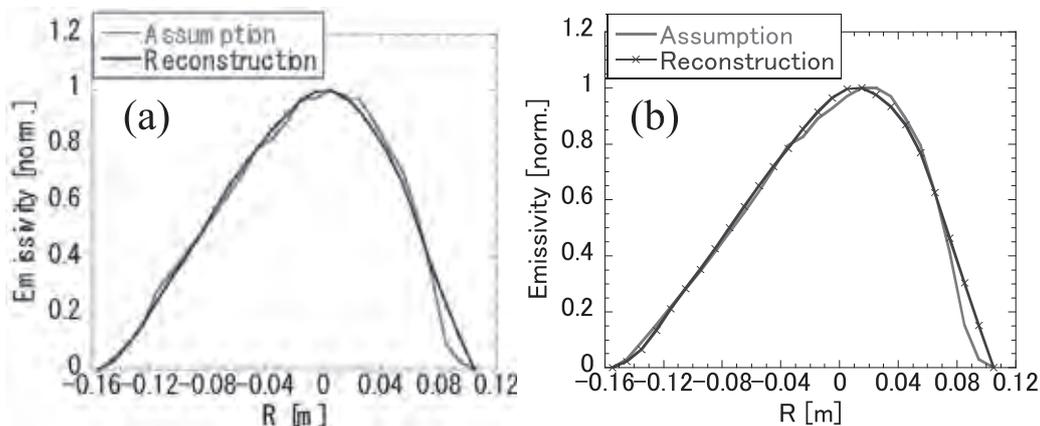


図 2. 低圧力 (a) または高圧力分布時 (b) の軟 X 線放射強度分布の仮定値と逆変換結果との比

磁気軸の径方向変化は MHD 平衡を理解する上で重要で、図 2 から解るようにピークの位置、即ち磁気軸を径方向に移動させても、CT により得られた放射分布のピークも追従し変化しており、図 1 で示されたような限定された検出器ならびに視線配置であっても、MHD 平衡の変化を軟 X 線放射強度分布の変化から測定できることが示された。では、実際の高プラズマ圧力分布を得た実験での実験データに同手法を適用し、放射強度分布の最大値（磁気軸）が理論的に予測されるものと一致するかを比較した。その比較した結果が図 3 で、実線が MHD 平衡計算により算出された磁気面であり、その裏のカラーイメージが軟 X 線放射強度分布の実験結果を CT 法により逆変換して得られた放射分布である。残念ながらプラズマ周辺部での再現性は悪いが、プラズマ中心部、磁気軸の変化は良い精度で再現されていることが解る。このように、限定的な検出器ならびに視線配置であっても、MHD 平衡解析に重要な磁気軸の変化を再現できた。

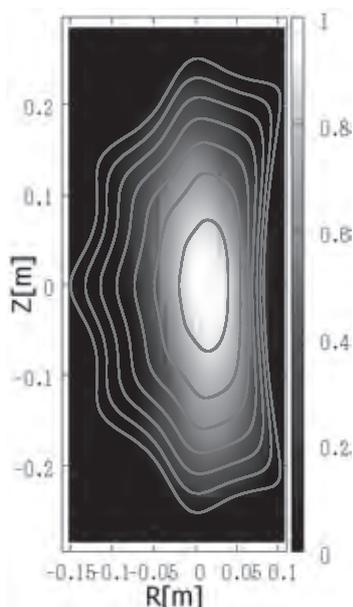


図 3. 高プラズマ圧力実験における MHD 平衡計算結果 (実線) と軟 X 線放射分布の再構成イメージ

この二年間での研究により MHD 平衡の再構築が限定的であるものの可能であることを示した。来年度からは平衡解析から一歩進め MHD 安定性に関連したプラズマ中の MHD モードの解析を進める予定である。

3. 発表リスト [口頭発表リスト]

山本聡, 大舘暁 その他 “Soft X-ray measurements for MHD studies in Heliotron J”, Korea-Japan Workshop on Tomography and Reconstruction in Fusion Plasmas, 2013 年 1 月 22-23 日, 京都大学宇治キャンパスおうばくプラザ

ブランケット用 SiC 材料のイオンビーム 誘起発光測定による照射損傷評価の研究

田中照也¹, 坂上裕之¹, 檜木達也², 室賀健夫¹

¹核融合科学研究所, ²京都大学エネルギー理工学研究所

1. 諸言

SiC/SiC 複合材料は優れた高温強度特性、低放射化特性、耐照射特性をもつとともに、電気絶縁機能についても期待できることから、Li-Pb 冷却核融合ブランケットにおける Flow Channel Insert (FCI) としての使用が考えられている。これまでに本共同研究活動において、各種試作モノリシック、複合材試料について、電気絶縁特性を中心に、核融合炉用の材料選択、材料設計に関する基礎データを取得してきた。これまでに取得したデータは、核融合炉の高温・高線量率環境下においても、Li-Pb ブランケットにおける FCI として要求される電気絶縁性能は確保できる見通しを示しているが、核融合炉環境に長期間置かれた際の、照射損傷や化学組成変化、結晶性変化による恒久的な絶縁特性変化を調べることが今後特に重要になる。本研究課題では、この結晶特性変化を光学特性の変化から捉えようとするものである。特に、高空間分解能の材料評価を可能とし、将来的にはレーザー等を用いた大型構造物の遠隔材料評価に発展できる可能性がある。ビーム誘起発光スペクトルによる評価に重点をおいて研究を進めており、23 年度に液体窒素冷却温度において 4H および 3C-SiC 材料の電子ビーム照射下における発光スペクトルを取得している。H24 年度、DuET 装置を用いたイオンビーム照射を行い、イオンビーム誘起発光スペクトル変化のその場測定を試みるとともに、照射前後の電子ビーム誘起発光スペクトルの比較を行った。

2. 実験

DuET 装置を用いた焼結モノリシック Hexoloy-SiC 試料に対する照射実験を実施した。今回の実験では $10 \times 10 \times 1.0 \text{ mm}^3$ の研磨試料表面の $\sim 8 \times 8 \text{ mm}^2$ の領域に 5.1 MeV 、 Si^{2+} ビームを電流密度 20 nm/mm^2 で約 75 分の照射を行った。照射下におけるイオンビーム誘起発光スペクトルのその場取得を試みるため、コア径 $900 \mu\text{m}$ の石英ファイバーの先端部を照射チェンバー内の試料表面から 1 cm 程度の位置に照射部に向けて設置し、チェンバー外におかれた CCD 分光器に接続して、積算時間 10 秒でのスペクトル測定を繰り返した。半導体材料の発光効率を増加させるとともに、バンドギャップと相関のあるスペクトル情報を得る目的で、試料は液体窒素冷却サンプルホルダーに設置し、非照射時の温度を -170°C まで冷却した。また、イオンビーム照射実験後の試料に対して、SEM (走査型電子顕微鏡) を用いたカソードルミネッセンス (電子ビーム誘起発光、CL) スペクトルの測定を行い、照射部と非照射部における違いを調べた。

3. 結果及び考察

イオンビーム誘起発光のその場測定を試みについては、イオンビーム照射に伴う試料温度上昇は -140°C 程度に抑えられたものの、SiC に起因する考えられる発光スペクトルは今回観測できなかった。周囲に置かれたアルミナ等が発する微弱バックグラウンド光は観測されていることから、SiC 試料の発光に対する集光効率が不足していた可能性がある。今後の試みにおいて、光ファイバーと試料表面の発光部位の距離を狭めるとともに集光レンズ等の導入により SiC の発光成分に対する測定効率を高める等の改良が必要であると考えられる。

照射後試料について、SEM を用いて室温で実施した CL 測定結果を図 1 に示す。非照射部においては 665 nm 付近にピークをもつ発光が観測されたのに対し、照射部位では 600 nm 付近にピークが見られ

た。照射部位における発光ピークの半値幅は $\sim 400\text{nm}$ と、非照射部位の $\sim 200\text{nm}$ と比較して非常に大きく広がっている。また、照射部位では発光強度が低下し、非照射部位と同程度の発光強度を得るために、SEMの電子ビーム電流値を一桁以上増加させる必要があった。CL測定に用いた 20keV の電子ビーム照射において発光強度が最も強い深さは、CASINOコード[1]により $\sim 1\mu\text{m}$ 程度、75分間の Si^{2+} ビーム照射によるこの深さ領域のはじき出し量は、SRIMコード[2]により $\sim 4.5\text{dpa}$ と見積もっている。

イオンおよび電子ビーム誘起発光の材料結晶状態評価への適用は、各種試料に対するデータベースの構築が重要となる。照射量とスペクトル変化量の関係について、今後、より詳細なデータ取得が必要であるが、今回の室温で観測したCLスペクトルのイオンビーム照射前後における違いは、Hexoloy-SA SiC試料の結晶特性評価に適用できることを示していると考えられる。

その他のSiC材料への適用可能性を調べるために取得した、NITE-SiCを母材とするSiC/SiC複合材試料の室温におけるCLスペクトルを図2に示す。焼結助剤に起因すると考えられる発光が 450nm 以下に見られるものの、SiCに起因すると考えられる 600nm 付近の発光が分離して現れており、Hexoloy-SA試料と同様に、ビーム誘起発光による結晶特性評価が可能であると考えられる。

4. まとめ

室温で取得したHexoloy-SA SiC試料の電子ビーム誘起発光(カソードルミネッセンス; CL)スペクトルには、イオンビーム照射損傷に伴うピーク位置、半値幅、発光量の変化が見られ、今後の核融合炉環境模擬試験等における結晶特性変化を光学的特性変化から捉えることが可能であると考えられる。特にイオンビーム照射誘起発光を捉えることができれば、結晶状態を確認しながら照射条件の調整等を行い、効率的な材料試験の実施に寄与することが期待できるため、今後、集光効率の改善等や測定系の改良を行い誘起発光のその場測定を目指す。今回の照射試料については、アニーリングによる欠陥の回復とCLスペクトル変化の相関について引き続き調べる予定である。

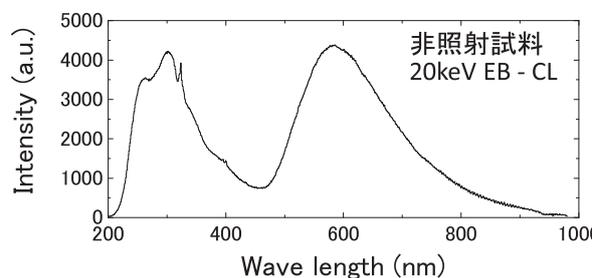
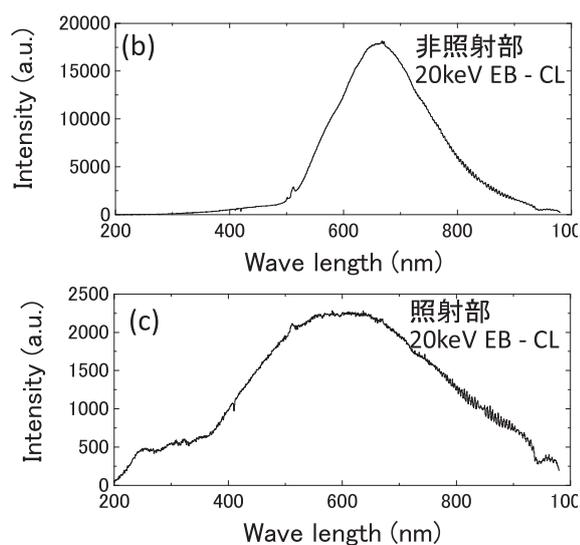
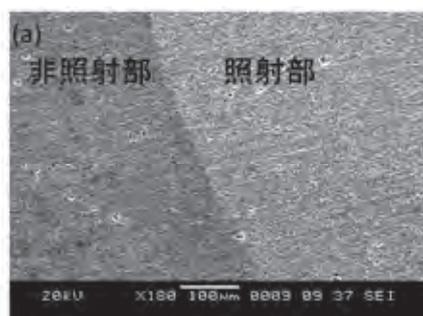


図2 SiC/SiC複合材試料の室温におけるカソードルミネッセンススペクトル測定結果。

図1 イオンビーム照射したHexoloy-SA SiC焼結モノリシック試料のSEM像と室温におけるカソードルミネッセンス(CL)スペクトル。

結晶配向が炭化ケイ素の熱伝導および 電気伝導特性へ及ぼす影響の解明

鈴木 達¹, 檜木達也², 下田一哉²

¹ (独) 物質・材料研究機構先端材料プロセスユニット セラミック材料グループ

² 京都大学エネルギー理工学研究所

1. 目的

結晶性材料においては、その特性は結晶方位に依存するために、結晶方位を揃える配向制御は特性の改善などに期待が持たれる組織制御手法の一つである。多結晶材料でも結晶配向することにより単結晶に準ずる特性の発現が期待され、セラミックスではテンプレートを種結晶にした粒成長など様々な手法で試みられている。本研究代表者らのグループでは常磁性・反磁性セラミックスでも強磁場と溶媒中における粒子の分散を制御することに有効なコロイドプロセスを用いることにより配向制御が可能であることを見出しており、炭化ケイ素の結晶配向制御にも有効であることを示してきた。

一方、SiC-B₄C系などにおいては、高温作動型の熱電材料としての特性が報告されており、廃熱利用に適した熱電材料への適用が期待できるため、SiCの熱伝導性と電気伝導性の制御は重要な課題である。また、構造材料として信頼性の高い鉄鋼材料の内側に高温耐熱材料である炭化ケイ素などのインサート材を入れることで、使用温度を高くする Flow Chancel Insert (FCI) 技術では、インサート材の特性として低い熱伝導と電気伝導特性が求められている。そのため、結晶配向により熱伝導性と電気伝導性の制御が可能であることが示されれば、基盤的なプロセスとして材料開発への応用につながる。

そこで、強磁場成形により制御した結晶配向が炭化ケイ素の電気伝導に及ぼす影響について基礎的な検討を行った。

2. 実験方法および結果

市販の α -SiC微粒子(0.55 μm)に焼結助剤として Al_2O_3 微粒子(0.15 μm)を5wt%、および Y_2O_3 微粒子(30nm)を5wt%添加した。粉末量を30vol%とし、水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)を用いてpH=10に調整し、超音波ホモジナイザーを10分間とその後スターラーにて攪拌し、スラリーを調製した。図1には、使用したSiC粒子におけるゼータ電位のpH依存性を示す。pHを10とすれば、-40mVを超える大きなゼータ電位が得られ、十分に分散することが分かる。このよく分散したスラリーを12Tの強磁場中でのスリップキャストにより固化成形した。SiCのc軸と磁場方向が平行となるように配向することは既に見出している。そのため磁場印加方向は、鉛直または水平方向とし、試料の切り出し方向により電気伝導度測定方向と、配向したc軸との方位関係を系統的に採取できるようにした。その後、392MPaでのCIP処理を行ってから、放電プ

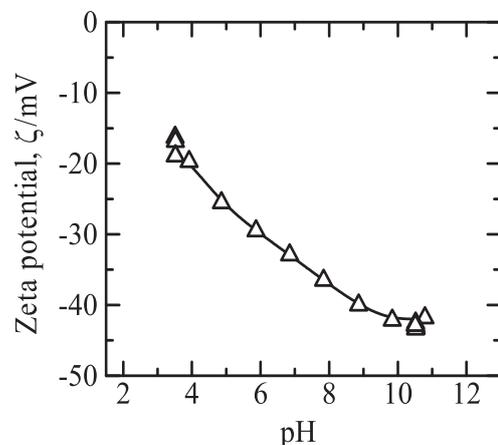


図1 SiC粒子のゼータ電位のpH依存性

ラズマ焼結(SPS)を用いて、100°C/min、N₂ 雰囲気、80MPa、1900°C で 10 分保持の条件で緻密化した。どの試料においても 98%以上の相対密度が得られている。

焼結後の試料において、磁場印加方向と c 軸とのなす角を α とし、 α 角の頻度分布を図 2 に示す。約 65%の結晶粒が $\alpha < 10^\circ$ の中にあり、また、 α が 25°以上傾いている粒子は全体の 1 割程度しかなく、高い配向性が得られている。図 3 には、c 軸配向方向からの電気伝導度測定方向がなす角度を β としたときの電気伝導度の β 角依存性を示す。SiC 単結晶での電気伝導は c 面内方向での伝導性が c 軸方向よりも高いことが知られており、 $\beta=90^\circ$ の時に伝導度が高いことは理解できるが、 β 角に対して比例した関係となっておらず、また、ランダム体よりも全ての方位で低いことが認められた。これらの結果は、結晶方位以外の因子も電気伝導に大きく寄与していることを示唆している。そこで、配向試料とランダム試料の微構造組織を比較した。本作製条件においては、配向試料において粒成長が顕著であり、また、粒界相の厚みなども異なることが分かった。今後は、これらの組織因子との関連も考慮して、さらに検討する必要がある。

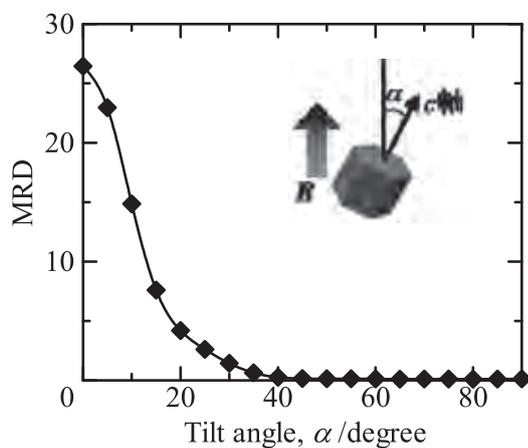


図 2 磁場配向 SiC での c 軸の傾き分布

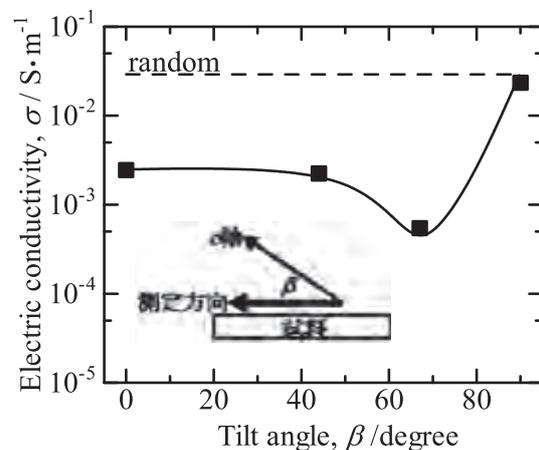


図 3 SiC 電気伝導度の配向方位異存性

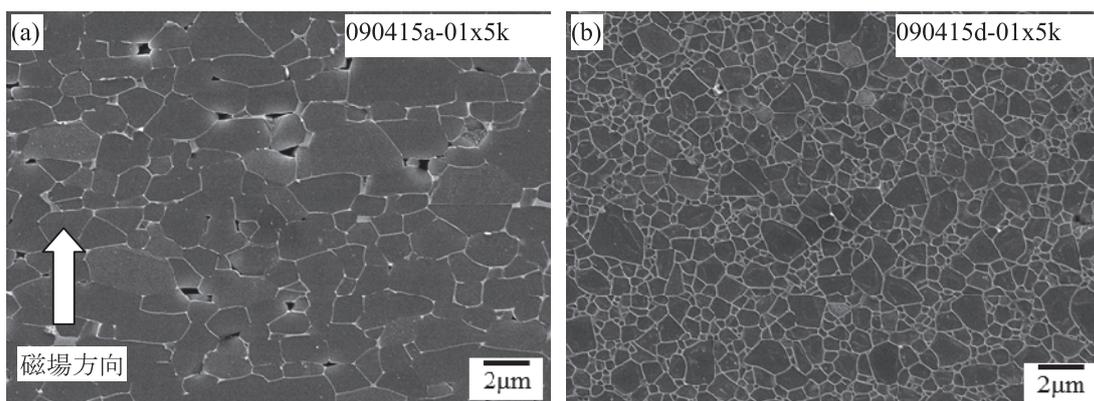


図 4 焼結後の SiC の微構造組織 (a) 配向試料、(b)ランダム試料

謝辞

電気伝導度は、核融合研の田中博士に測定頂いた。記して感謝の意を表します。

摩擦攪拌接合した低放射化フェライト鋼の 高温強度特性および腐食特性の評価

酒瀬川英雄¹, Sanghoon Noh^{1,*}, 谷川博康¹, 藤井英俊², Je Hwanil³, 木村晃彦³

¹日本原子力研究開発機構核融合研究開発部門

²大阪大学接合科学研究所

³京都大学エネルギー理工学研究所

*現、韓国原子力研究所原子力材料部

1. 研究目的

低放射化フェライト鋼 (Reduced Activation Ferritic/Martensitic Steels; RAFM Steel)を構造材料とする核融合ブランケット製作のための接合技術の開発は CO₂ ゼロエミッション核融合発電の早期実現を左右する重要課題の一つである。

本研究はその接合技術として摩擦攪拌接合(Friction Stir Welding; FSW)法の適用を最終目的とした接合部の高温強度特性および腐食挙動の評価を目的とした。なお本研究近年の鉄鋼材料の摩擦攪拌接合法に対する産業界全般のニーズの高まりも背景としているため、本研究を通じた核融合ブランケットに対する FSW 技術の適用に向けた研究活動の成果は核融合分野のみに留まらず、一般合金鋼の FSW 技術開発にとっても有用なものとして期待される。

2. 実験方法

供試材とした RAFM Steel は日本原子力研究開発機構（旧・日本原子力研究所）で開発された F82H IAE-Heat (Fe-8Cr-2W-V, Ta in wt%) を用いた。なおその仕上げ熱処理条件は、焼きならしが 1050 °C で 60 分、焼きもどしが 740 °C で 120 分である。

FSW は 220^l × 100^w × 1.5^t (mm) の F82H 鋼板を用い、その板の長手方向に平行に接合を実施した。ツールは WC-Co 系合金製のものを用いた。

高温強度特性の評価方法として最も代表的な引張試験を実施した。本研究の引張試験は接合部の強度特性を正しく評価するため微小試験片を用いた試験技術を採用し、その試験片は SS-J タイプ(ゲージ部の寸法：5 mm 長さ、1.2 mm 幅、0.75 mm 厚さ)を用いた。そして室温、300、400、500 および 550 °C にて、ひずみ速度 1×10⁻⁴ (s⁻¹)、真空度 <5×10⁻⁵ (torr) の条件下で引張試験を実施した。

3. 結果および考察

図 1 にまず室温における母材部 (BM: Base Metal) と摩擦攪拌部 (回転速度：100-400 rpm) の引張特性を示した。降伏強さ (YS: Yield strength)および引張強さ (UTS: ultimate tensile strength) はツールの回転速度の上昇とともに増加した。全伸び (TE: total elongation)はツールの回転速度の上昇、とりわけ、100 rpm 以上で大きく低下したがこれは変態温度の影響を受けているためと考えられた。これより FSW 条件としては 100 rpm が望ましいと判断した。

図 2 にツールの回転速度を 100 rpm とした条件下で FSW した場合の高温引張試験結果を示した。この図に示されるように 500 °C までは引張特性は、母材部と摩擦攪拌部とともにほぼ同様の特性を示すものの、550 °C 以上の場合降伏強さおよび引張強さの低下と全伸びの増加が確認された。これは組織変化に対する考察から説明できる、摩擦攪拌部は動的回復および再結晶現象によって母材部よりも低い転位密度となっていることが考えられる。また母材部は摩擦攪拌部よりもより粗大な結晶粒径を持つ傾向が認められているため、摩擦攪拌部では粒界すべりによる軟化の影響も受けている可能性も考えられる。これらの考察についてはさらなる組織観察結果によって検討を加える予定である。

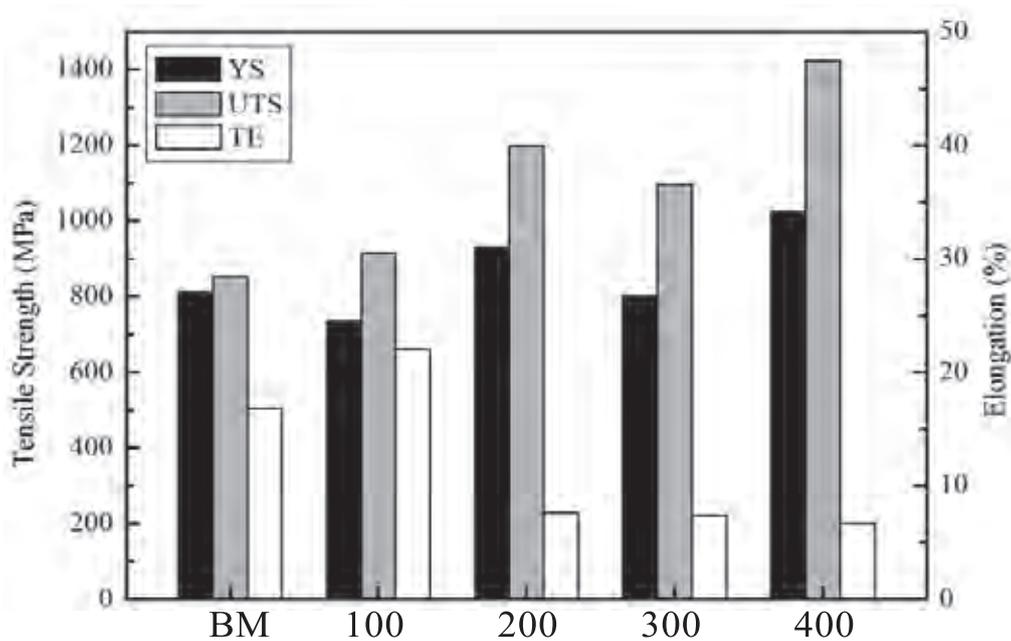


図1 母材部 (BM: Base Metal) と摩擦攪拌部 (回転速度: 100-400 rpm) の引張特性

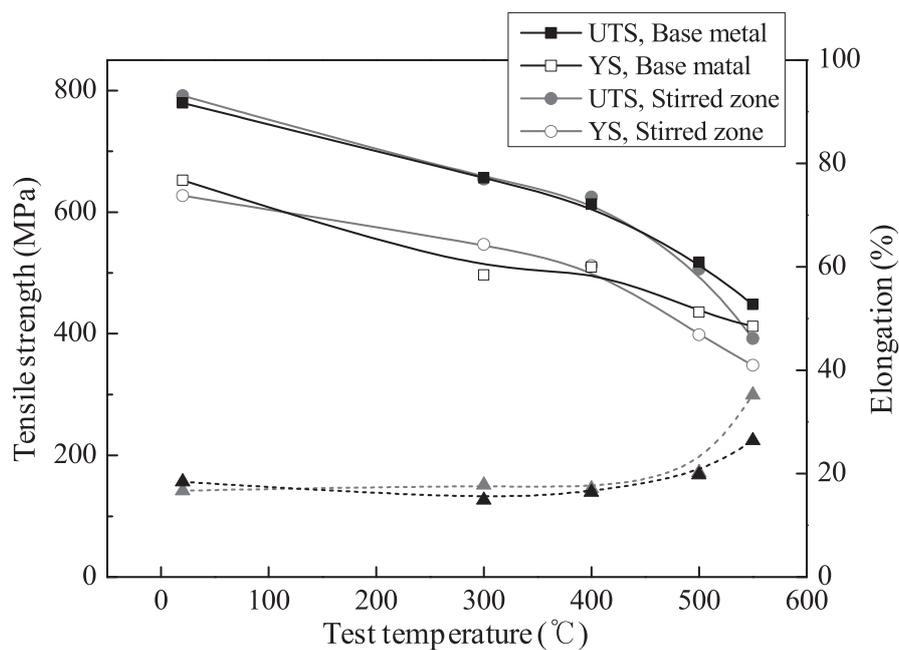


図2 母材部 (BM: Base Metal) と摩擦攪拌部 (回転速度: 100 rpm) の高温引張特性

4. まとめ

本研究により 100 rpm が母材部と同等の引張特性を得られる条件であることが明らかとされた。これは溶接後熱処理を必要ない接合技術でもあるため期待されるものである。今後は腐食特性の評価を進めつつ、核融合ブランケット製作のための FSW 技術開発と実用化を目指す。

細胞活動の制御・解明のための機能性タンパク質の創製

今西未来¹, 森井孝²

¹京都大学化学研究所

²京都大学エネルギー理工学研究所

本研究では、天然に存在する DNA 結合タンパク質をもとに、様々な遺伝子配列に結合できる人工タンパク質を創製し、細胞の活動の制御と機構解明を行うことを目的とした。特に、地球上の多くの生命体が有する「体内時計」に関わる遺伝子配列を標的とし、その制御メカニズムを明らかにするための分子ツールの創製に取り組んだ。

近年、生体の概日リズムを司る時計遺伝子群が同定され、個々の末梢細胞においても、それらの遺伝子発現は約 24 時間周期で振動することが明らかになった。この体内時計は、コアクロックが刻む約 24 時間周期の「発振系」を中心として、外部環境に応答して時刻を前後にずらす「入力 (同調) 系」、時刻を生理現象として現す「出力系」から構成される。細胞内の時計システムは複雑で、これまでに、コアクロックに選択的に作用する入力系は知られていない。また、出力系においては、通常、概日振動発現パターンを示す遺伝子は Clock-Controlled Gene (ccg) と呼ばれ、E-box などの時計タンパク質による制御配列がプロモーター中に含まれていることが必要である。一方、本研究では、人工 DNA 結合蛋白質をデザインすることによって、コアクロックに直接かつ選択的に働く「人工入力系」および、任意の遺伝子を概日振動発現させ得る「人工出力系」の構築を行った (図 1)。

「同調」機構においては、グルココルチコイドや血清の刺激によって位相シフトが生じることが知られているものの、同時に様々な遺伝子の発現が変動し、意図しない副反応が伴ってしまう。そこで、時計遺伝子 *Period1* のグルココルチコイド応答配列 (GRE) に選択的に作用する人工転写因子を設計した。代表的な DNA 結合蛋白質である CCHH 型ジンクフィンガーは、アミノ酸改変とフィンガーの連結によって、任意の DNA 配列へ結合させることが可能である。そこで、*Period1* GRE とその周辺配列を標的とするジンクフィンガーをデザインしたところ、ゲノム中の標的に高い選択性で結合することが示唆された。さらに、この人工転写因子による *Period1* 活性化のタイミング依存的に、位相が前後にシフトした。すなわち、この人工転写因子により、細胞時計の「同調」が遺伝子選択的に誘起された。また本結果は、同調における *Per1* の重要性を直接的に示唆するものである。

また、「出力系」において、人工的にリズム的な遺伝子の発現を誘起できるシステムができれば、遺伝子ネットワークを理解する上でも、また時間生物学的な観点からも魅力的である。そこで、ジンクフィンガードメインと時計蛋白質 *Bmal1* もしくは *Clock* との融合蛋白質を細胞内で発現させた。そ

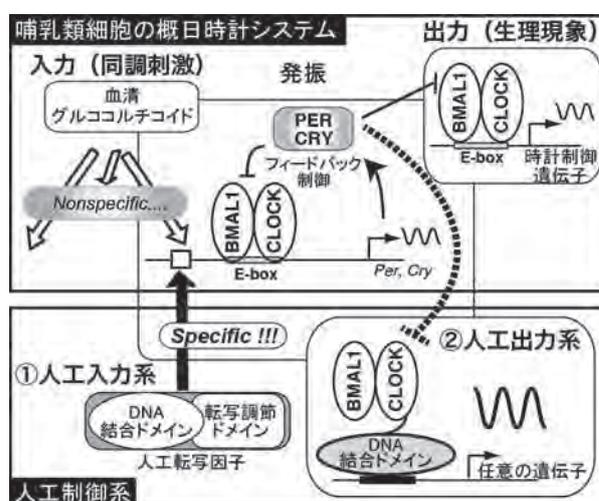


図 1 「入力・発振・出力」から構成される哺乳類の概日時計システムの概略 (上) と、本研究で作製した「人工入力系」および「人工出力系」の概要

の結果、ジンクフィンガーを介して標的のプロモーター上で Bmal1/Clock ヘテロダイマーが形成され、さらに、それが抑制因子 Per, Cry による周期的な制御を受けることによって、ジンクフィンガー制御遺伝子に約 24 時間周期のリズミックな発現が誘起されることが明らかになった。これらの新しい機能性タンパク質は、細胞活動を理解するための有用な分子ツールになると期待される。

[口頭発表リスト]

Miki Imanishi, Atsushi Nakamura, Masao Doi, Hitoshi Okamura, Shiroh Futaki, “Resetting of the cellular circadian clock by an artificial zinc-finger transcription factor”, 金属の関与する生体関連反応シンポジウム (SRM2012), 2012 年 5 月 31 日, 金沢市

今西未来, 中村篤史, 土居雅夫, 二木史朗, 岡村均, 「Period1 プロモーターを標的とした人工転写因子による細胞時計のリセット」, 第 19 回日本時間生物学会, 2012 年 9 月 15 日, 札幌市

今西未来, “New functions of zinc fingers revealed by substitution of conserved residues”, 第 50 回日本生物物理学会年会, 2012 年 9 月 22 日, 名古屋市

Miki Imanishi, Atsushi Nakamura, Masao Doi, Hitoshi Okamura, Shiroh Futaki, “Control of cellular circadian phase by an artificial zinc-finger transcription factor”, 第 39 回国際核酸化学シンポジウム, 2012 年 11 月 17 日, 名古屋市

今西未来, 辻将吾, 松村一史, 中屋智博, 杉浦幸雄, 二木史朗, 「ジンクフィンガーの配位子置換による亜鉛濃度応答性人工転写因子の創製」, 日本ケミカルバイオロジー学会第 7 回年会, 2012 年 6 月 7 日, 京都市 (ポスター)

Miki Imanishi, Atsushi Nakamura, Masao Doi, Shiroh Futaki, Hitoshi Okamura, “Resetting the cellular circadian clock by an artificial zinc-finger transcription factor”, FASEB SCIENCE RESEARCH CONFERENCES “Genome Engineering: Research & Applications”, 2012 年 9 月 5 日, Lucca, Italy (ポスター)

今西未来, 山本和俊, 中村篤史, 土居雅夫, 二木史朗, 岡村均, 「人工 DNA 結合蛋白質による細胞分子時計の操作」, 細胞を創る研究会 5.0, 2012 年 11 月 21-22 日, 横浜市 (ポスター)

[論文発表リスト]

Miki Imanishi, Kazutoshi Yamamoto, Hiroyuki Yamada, Yuka Hirose, Hitoshi Okamura, Shiroh Futaki, “Construction of a rhythm transfer system that mimics the cellular clock”, ACS Chem. Biol., 7, 1817-1821 (2012).

ヘリオトロンJに於ける周辺計測と 高周波加熱の研究 II

Boundary plasma diagnostics and rf heating in HeliotronJ II

上原和也¹, 定本嘉郎², 川島寿人³, 大島慎介⁴

¹宇宙航空研究開発機構, ²上越教育大学学校教育学部,

³日本原子力研究機構那珂核融合研究所, ⁴京都大学エネルギー理工学研究所

1. はじめに

京都大学のヘリオトロンJは定常運転を目指すヘリカル装置で核融合科学研究所のLHDと共に世界でも有数の実験装置である。ヘリカル装置として低磁場ながら、ECHとNBI加熱で、プラズマへの燃料ガス供給法に新しい手法(SMBI)を取り入れることで、内部エネルギー4.5 kJ平均体積として $4.3 \times 10^{19} \text{ m}^3$ が得られている。このようなプラズマでの周辺プラズマの挙動は重要なプラズマパラメーターである。昨年度までに、ヘリオトロンJ用に設計・製作した非対称型ダブルプローブ(Asymmetric Double Probe for Heliotron J, ADP-HJ)をヘリオトロンJに取り付けをおこない、予備的な測定を行った。今年度は、実験がなかったため、取得したデータの解析と設計的検討を行った。

2. データ解析

ADP-HJの電極列は磁力線方向に置かれる必要がある。しかし、設置ポートの関係で電極列は磁力線と10~20度の角度をなしている。そのため、正確なイオン温度の評価はできなかったが、電子温度とプラズマ密度の評価は可能であった。ADP-HJのプローブデータを図1に示す。下はプローブ電圧 V_{pr} 、上はプローブ電流 I_{pr} である。これから、 $t \sim 80 \text{ ms}$ における電子温度は $T_e \sim 20 \text{ eV}$ 、プラズマ密度は $n_e \sim 3 \times 10^{17} \text{ m}^{-3}$ と評価できた。今回は掃引したプローブ電圧の周波数が100 Hzと遅かったので、半周期でイオン飽和電流の比 I_2/I_1 があまり変化しないように、次回はプローブ電圧の周波数を少し早く(1 kHzくらい)にしたい。

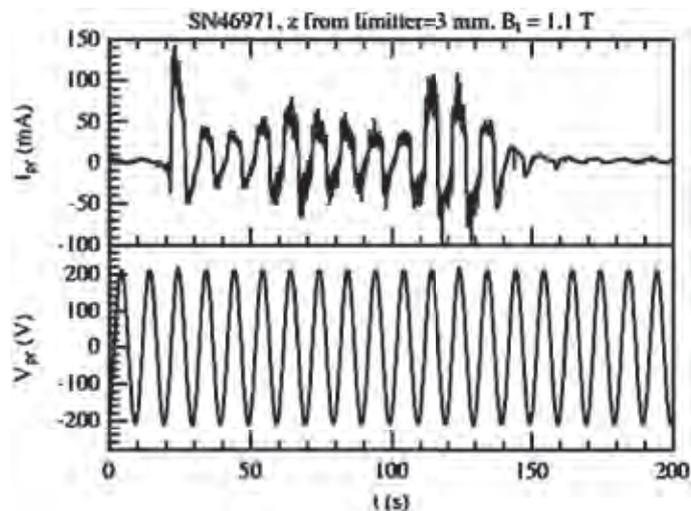


図1 ADP-HJの電圧と電流の時間変化

3. 最適位置の検討

ADP-HJは電極列が磁力線方向に置かれた時に正確にイオン温度が測定できるが、今回プローブを設置した箇所は、最外殻磁気面周辺の磁場の傾きに” おおよそ並行” にした程度の、Xポイント周辺であった。しかし、この付近は複雑な磁場構造をしており、径方向にプローブを動かすと、かなりずれてくる可能性がある。そこで、ADP-HJにショット間で調整可能な微小 θ ($-10^\circ < \theta < +10^\circ$ くらい) 変えられる治具を設計してみた (図2)。これは、自在継手と磁石を使って自動的にADP-HJの電極を磁場と平行にすることを考えたものである。さらに、プローブ列が磁力線と微小角度 θ を持っている時のイオン飽和電流値の定式化を評価している。

プローブ挿入ポートは、前は#11.5の斜めポートであったが、磁力線がなるべく平行位置を確保するために、#14.5の垂直ポートへの挿入も検討した (図3)

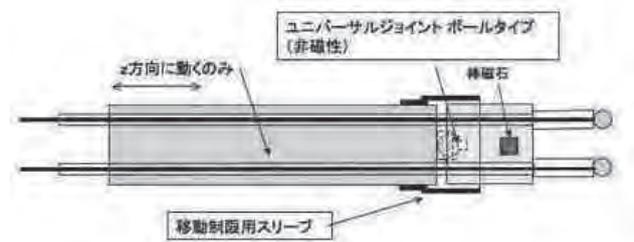


図2 ADP-HJの電極を磁力線方向に向ける治具

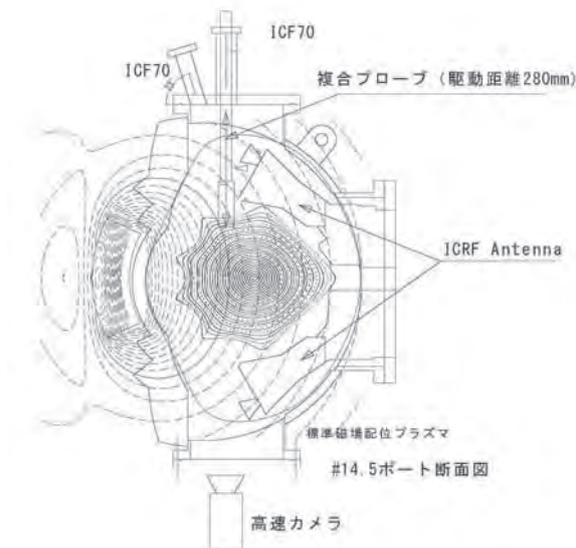


図3 ADP-HJ挿入予定ポート (複合プローブ) 位置

Reference

- 1) 京都大学エネルギー理工学研究所 附属エネルギー複合機構研究センター 共同研究成果報告書 (平成23年度) p.99

第二部 活動実績

京都大学エネルギー理工学研究所
ゼロエミッションエネルギー研究拠点
平成 24 年度 共同利用・共同研究
【活動実績】

2012 年 4 月

4 月 2 日 共同利用・共同研究採択課題一覧 エネルギー理工学研究所 HP 掲載

4 月 18 日 第 1 回 共同利用・共同研究推進室会議

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所本館会議室 (N-571E)

- 議題：
1. 平成 23 年度共同利用・共同研究活動の総括
 2. 平成 24 年度共同利用・共同研究活動計画
 3. 平成 24 年度共同利用・共同研究推進室活動計画
 4. ZE ネットワーク活性化へ向けた取り組み
 5. その他

4 月 24 日 「平成 23 年度共同研究活動状況調査」所内世話人へ調査依頼

2012 年 7 月

7 月 19 日 第 23 回 光ナノサイエンス インフォーマルセミナー

場所： 京都大学宇治キャンパス おうばくプラザ セミナー室 4

【講演 1】

題目： レーザーアブレーションによる液中固体表面の元素分析

講演者： 田村文香 京都大学エネルギー科学研究科

【講演 2】

題目： ナノカーボン材料の光ナノサイエンス

講演者： 宮内雄平 京都大学エネルギー理工学研究所

2012 年 8 月

ゼロエミッションエネルギー研究拠点 国際シンポジウム開催案内

7 月 17 日 京都大学 HP、エネルギー理工学研究所 HP

8 月 20 日 開催案内文書配信

8 月 20 日 国際シンポジウム ポスター送付

2012年9月

9月2日 - 4日 第3回 エネルギー理工学研究所 国際シンポジウム

The 3rd International Symposium of Advanced Energy Science

～Toward Zero-Emission Energy～

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所

内容： 9/2 : パラレルセミナー I

9/3 : 全体会議 (招待講演 8 件・一般講演 7 件)

9/4 : パラレルセミナー II



参加者数： 総人数：173名 (所内：138名/所外：35名)

9月3日 第一回 共同利用運営委員会ならびに共同利用・共同研究計画委員会 合同委員会

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所 本館会議室 (N-571E)

- 議題：
1. 平成24年度共同利用・共同研究活動状況
 2. 拠点中間評価に向けて
 3. 任期満了に伴う次期委員選出について
 4. その他

9月12日 議事録の配信

2012年10月

10月12日 第24回 光ナノサイエンス インフォーマルセミナー

場所： 京都大学宇治キャンパス 宇治おうばくプラザ セミナー室3

【講演1】

題目： 中赤外 Oscillator FEL における発振波長と電子ビーム特性の関係

講演者： 全 炳俊 京都大学エネルギー理工学研究所

【講演2a】

題目： 中赤外自由電子レーザー (KU-FEL) のパルス幅計測と波長揺らぎの評価

講演者： Qin Yu 京都大学エネルギー科学研究科

【講演2b】

題目： 中赤外自由電子レーザー (KU-FEL) の単一パルススペクトル計測

講演者： Xiaolong Wang 京都大学エネルギー理工学研究所

2012年11月

11月15日 第二回 共同利用・共同研究計画委員会（メール会議）

平成25年度共同利用・共同研究公募要領案作成

11月29日 - 30日 ゼロエミッションエネルギー研究拠点 技術講習会（共催）

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所 セミナー室（N273 及び南2号棟）

講師： 池上貴久 大阪大学

内容： NMR 講習会

2012年12月

12月3日 第25回 光ナノサイエンス インフォーマルセミナー（英語講演）

場所： Obaku Plaza Seminar Room 3

題目： Optimal control approach for laser-induced molecular
Alignment / orientation

講演者： Professor Yuki Yoshi Ohtsuki

Department of Chemistry, Tohoku University

12月6日 技術講習会記録の配信

12月7日 エネルギー理工学研究所拡大教授会にて

平成25年度共同利用・共同研究公募要領案承認

12月14日 第二回 共同利用運営委員会（メール会議）

平成25年度共同利用・共同研究公募要領の審議・決定

平成24年度共同利用・共同研究公募開始通知

12月17日 エネルギー理工学研究所 HP 掲載

12月18日 通知文書メール配信

12月19日 京都大学 HP 掲載・通知文書郵送

2013年1月

1月25日 共同利用・共同研究推進室アンケート調査

2013年2月

共同利用・共同研究成果報告会開催通知

- 2月5日 エネルギー理工学研究所 HP 掲載
- 2月8日 成果報告会ポスターの発送
- 2月13日 京都大学 HP 掲載
- 2月15日 成果報告会案内メール配信
- 2月18日 共同利用・共同研究ホームページ刷新

2月22日 第三回 共同利用・共同研究計画委員会

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所 本館会議室 (N-571E)

- 議題：
1. 平成25年度共同利用・共同研究申請書の採否ならびに研究費・旅費の配分額の原案作成
 2. 平成24年度共同利用・共同研究の活動の総括
 3. 報告書の作成
 4. 平成25年度・26年度計画委員会委員の原案作成
 5. その他

2013年3月

3月5日 第26回 光ナノサイエンス インフォーマルセミナー

場所： 京都大学宇治キャンパス 本館セミナー室2

題目： レーザーアブレーションで物質組成変換

講演者： 小林 徹 理化学研究所

3月6日 平成24年度 ゼロエミッションエネルギー研究拠点

共同利用・共同研究成果報告会

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所 総合研究実験棟 4F (HW401)

内容： 共同研究者 14名発表



3月7日 第三回 共同利用運営委員会ならびに第四回共同利用・共同研究計画委員会
合同委員会

場所： 京都大学エネルギー理工学研究所本館会議室 (N-571E)

- 議題：
1. 平成 24 年度 ゼロエミッションエネルギー研究拠点活動の総括
 2. 平成 25 年度 活動計画（公募研究課題採択案の審議を含む）
 3. 平成 25-26 年度共同利用運営委員会委員並びに共同利用・共同研究計画委員会委員について
 4. 平成 23-24 年度拠点活動並びに今後の拠点活動に関する意見交換
 5. その他

3 月 8 日 第 27 回 光ナノサイエンス インフォーマルセミナー

場所： 京都大学宇治キャンパス 宇治おうばくプラザ セミナー室 4

題目： 赤外超短パルスを利用した凝縮相分子のダイナミクス観測と制御

講演者： 芦原 聡 東京農工大学

第三部 その他

**平成25年度 京都大学エネルギー理工学研究所
「ゼロエミッションエネルギー研究拠点」
共同利用・共同研究の公募について**

目的

本研究拠点は、地球環境問題を抜本的に解決する「ゼロエミッションエネルギー¹」に関するエネルギー研究の推進のために、京都大学エネルギー理工学研究所が有する、先端的・分野横断的な知識・情報ならびに研究施設・設備を、全国の関連する研究者に供することを目的としています。

この主旨に沿って、平成25年度の共同利用・共同研究の公募を下記の要領で行います。

但し、当研究拠点での共同利用・共同研究による核融合研究に関しては、自然科学研究機構 核融合科学研究所が実施する双方向型共同研究に含まれない研究を実施する課題を募集します。

記

1. 公 募 事 項：

ゼロエミッションエネルギーを指向する次の3種類の研究課題を広く公募します。

(A) 企画型共同研究

本研究所共同利用運営委員会（以後、「運営委員会」と略称）が、既存分野間の融合的な研究を促進することを目的にして企画した課題テーマに基づいて、本研究所の研究者と共同で行う研究課題。

(B) 提案型共同利用・共同研究

申請者が提案し、本研究所の研究者と共同で行う研究課題。

(C) 共同利用

本研究所の設備・施設を利用する研究計画。

2. 応 募 資 格：

大学及び国・公立研究所等の研究機関の研究者、または、これと同等の研究能力を有すると本研究所所長が認める者。

3. 応 募 方 法：

応募期間内に該当する申請書を電子ファイルで提出してください。

4. 応 募 期 限：

(A) 企画型共同研究、(B) 提案型共同利用・共同研究、(C) 共同利用

平成25年1月31日（木）正午 必着

¹ 二酸化炭素、有害物質を可能な限り放出しないエネルギーシステム

5. 採 否 :

採否は、運営委員会の議を経て決定されます。

なお、研究期間が年度を超えるような課題についても、次年度以降、公募手続に従って改めて申請書を提出していただきます。

6. 採否決定通知の時期 : 平成25年3月下旬

7. 研 究 経 費 : 予算の範囲内において本研究所で支出します。

8. 旅 費 : 予算の範囲内において国立大学法人京都大学旅費規程により支給します。

9. 保 険 等 の 加 入 :

大学院学生及び学部学生が共同利用・共同研究のため来所する際には、(財)日本国際教育支援協会の学生教育研究災害傷害保険(含、付帯賠償責任保険)またはこれと同等以上の保険に加入していることが条件となります。申請した研究課題が採択された場合、学生(研究生も含む)、所属を持たない名誉教授の方は、「学生教育研究災害傷害保険」又は同等の傷害保険に必ず、加入して下さい。

10. 施 設 等 の 利 用 :

研究所内諸施設の利用にあたっては、研究所の諸規則を遵守し、責任者の指示に従ってください。

11. 放射線同位元素や放射線発生装置等の使用 :

放射性同位元素や放射線発生装置等を使用する場合は、原則として、事前に所属する機関で放射性同位元素等取扱者及びエックス線装置取扱者の資格を取得する必要があります。その後、研究所へ登録申請していただきます。登録申請の方法ならびに本学における関連する規程は、以下のホームページ(<http://www.uji.kyoto-u.ac.jp/07rix/rix00.html>)に掲載されていますので、ご参照ください。ご不明な点は、所内の教職員へお問い合わせください。

12. 保健及び安全保持に関して :

保健及び安全保持に関しては、本学の規程に従っていただきます。

詳細は共同利用・共同研究推進室までお問い合わせください。

13. 知的財産権の取扱について :

京都大学発明規程に定めるところによります。

14. 宿 泊 施 設 :

研究者用の宿泊施設は特に用意していません。近隣のホテルなどをご利用ください。

15. 申 請 書 送 付 先 :

〒611-0011

京都府宇治市五ヶ庄

京都大学 エネルギー理工学研究所

共同利用・共同研究推進室

電子メール : ze_shinsei25@iae.kyoto-u.ac.jp

電話 : (0774)38-3413 (ダイヤルイン)

16. 共同利用機器：

共同利用設備・機器については添付資料を参照してください。

また、Web上 (<http://www.iae.kyoto-u.ac.jp/kosirase/setsubi.html>) に随時更新データを掲載します。

17. そ の 他：

その他ご不明な点は、上記共同利用・共同研究推進室までお問い合わせください。

(A) 企画型共同研究公募要項

1. 企画型共同研究：

運営委員会よりテーマ課題を設定し、これに基づいて本研究所の研究者と共同で行う研究です。本年度設定されたテーマは以下の二つです。申請に際しては、所内の教員と十分協議してください。

テーマ1 「太陽光・レーザー・バイオ等を利用したエネルギーシステムに関する研究」

- A) ゼロエミッションエネルギーシステムの一つである太陽エネルギー変換システムに関して、発電、蓄電、省エネルギーに関わる高機能有機／無機／生体材料の開発や、精密分析に関する革新的技術の創成を目指す研究課題。
- B) 超短パルスレーザーや中赤外レーザー、バイオ技術等を利用した環境・エネルギーに関連する精密分析技術の開発や材料創製、エネルギー生成等を目指す研究課題。

テーマ2 「先進原子力システム及びプラズマ利用に関する研究」

- A) 社会基盤となるエネルギー源の開発を目的とした、先進エネルギー材料とプラズマとの相互作用の理解、および、核融合を含めた受動安全性の高い新たな原子力材料の可能性を持つ金属／セラミック材料の創製を目指す研究課題。
- B) 核エネルギーの広範囲にわたる応用を目的とした、プラズマ／マイクロ波技術の応用や熱／粒子エネルギーの利用に関する革新的技術の創成を目指す研究課題。

- 2. 研究期間： 1年以上3年以内（1年以上継続する場合でも1年ごとに運営委員会において採否を審査します。）
- 3. 研究代表者： 所外の研究者。ただし、研究組織の中に所内世話人を含む1名以上の所内研究者が参加していなければなりません。
- 4. 内容等の説明： 研究内容、所要経費等について、共同利用・共同研究計画委員会で説明していただくことがあります。
- 5. 研究報告書： 研究代表者は、平成26年2月7日（金）までに共同研究実施成果報告書を所長へ提出していただきます。また、平成26年3月初旬開催予定の研究成果報告会において、その研究概要を報告していただきます。
- 6. 謝辞について： 成果発表の際には、謝辞に

“This work is supported by the “Joint Usage/Research Program on Zero-Emission Energy Research, Institute of Advanced Energy, Kyoto University (課題番号).”

または

This work is supported by the “ZE Research Program, IAE (課題番号).”
の一文を加えてください。

(B) 提案型共同利用・共同研究公募要項

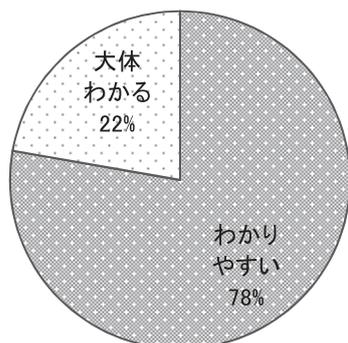
1. 提案型共同利用・共同研究： 申請者が提案し、本研究所の研究者共同で行う研究です。
申請に際しては、所内の教員と十分協議してください。
2. 研究期間： 原則として、当該年度内に実施。
3. 研究代表者： 所外の研究者。ただし、研究組織の中に所内世話人を含む1名以上の所内研究者が参加していなければなりません。
4. 内容等の説明： 研究内容等について、共同利用・共同研究計画委員会で説明していただくことがあります。
5. 研究報告書： 研究代表者は、平成26年2月7日（金）までに共同研究実施成果報告書を所長へ提出していただきます。また、平成26年3月初旬開催予定の研究成果報告会において、その研究概要を報告していただくことがあります。
6. 謝辞について： 成果発表の際には、謝辞に
“This work is supported by the “Joint Usage/Research Program on Zero-Emission Energy Research, Institute of Advanced Energy, Kyoto University (課題番号).”
または
“This work is supported by the “ZE Research Program, IAE (課題番号).”
の一文を加えてください。

(C) 共同利用公募要項

1. 共同利用： ゼロエミッションエネルギーを指向する研究を促進するために、本研究所の設備・施設を利用する研究計画。申請に際しては、所内の教職員と十分協議してください。
2. 利用期間： 原則として、当該年度内に実施。
3. 利用代表者： 所外の研究者。
4. 内容等の説明： 利用内容・利用期間等について、共同利用・共同研究計画委員会で説明していただくことがあります。
5. 研究報告書： 利用者は、平成26年2月7日（金）までに共同利用実施成果報告書を所長へ提出していただきます。また、平成26年3月初旬開催予定の研究成果報告会において、その研究概要を報告していただくことがあります。
6. 謝辞について： 成果発表の際には、謝辞に
“This work is supported by the “Joint Usage/Research Program on Zero-Emission Energy Research, Institute of Advanced Energy, Kyoto University (課題番号).”
または
“This work is supported by the “ZE Research Program, IAE (課題番号).”
の一文を加えてください。

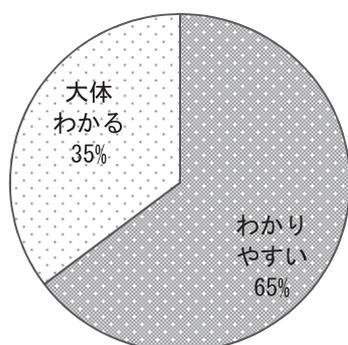
平成 24 年度 京都大学エネルギー理工学研究所
ゼロエミッションエネルギー研究拠点
共同利用・共同研究推進室 アンケート調査結果

Q1. 共同研究申請書類の説明はわかりやすかったですか



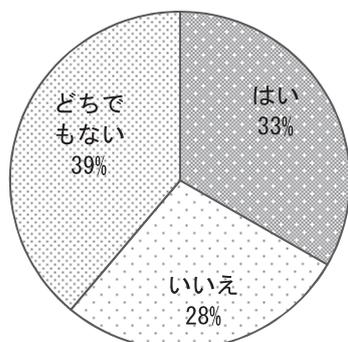
- ・ 申請書作成への労力が少なく、大変助かる。共同研究の目的、意義、なぜ共同研究での実施が必要かについて求められていると読み、それにこたえる申請書類作成に取り組んだ。
- ・ 内容に関しましては今の通りで特に問題ないと思います。ただ、書類の形式は、昨年度（H24 年度）までの Word ファイルの方が扱いやすかったと思います。
- ・ 申請書類をメールで送付できるため、便利です。

Q2. 共同研究実施に際しての事務手続きはわかりやすかったですか



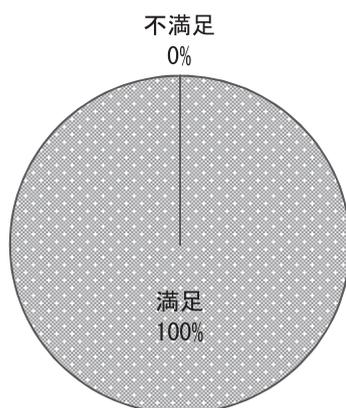
- ・ 物品購入と検収の扱いについても送っていただく書類に記載があり助かった。また、当方に出入りの業者への説明にも役立った。実際の物品手配、旅費の処理についても大變的確に処置いただき助かっている。
- ・ 書類作成の依頼や注意事項が適切な時期にメール送信されるので、特に不便はないです。

Q3. 共同研究の研究会開催を希望されますか



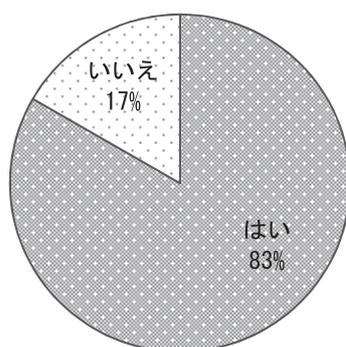
- ・ 口頭発表ではある程度まとまった成果の発表が期待され、また聴衆として参加した際にも最新の研究の進展をまとまって伺える点が期待される。一方で、多様な分野の研究者が集まる可能性のある場として萌芽的な成果や新しい連携を模索する場としてのざっくばらんな議論ができる研究会があればぜひとも参加してみたい。
- ・ エネルギー関連、ポスター形式。
- ・ ポスター発表等も含めて、共同研究に参加している方、皆様の研究内容の発表の場があればよいと思います。

Q4. 同研究の研究設備・環境へは期待どおりでしたか



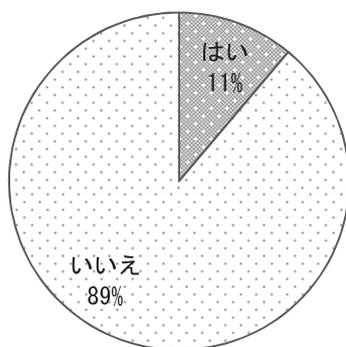
- ・当方での実施でしたので、共同研究費の支出を希望通りに行えました。
- ・申請者の現在保有しない設備、実験技術を用いた研究の展開を、所内世話人との共同研究により推進できた。
- ・こちらの訪問にあわせて装置を利用できるように調整していただいております、助かります。

Q5. エネルギー理工学研究所のホームページはご覧になりますか



- ・見やすくよいと思います。
- ・共同研究とは直接関係ありませんが、宇治キャンパスの建物配置図が見当たりません。アクセスのページ内にリンクがあると便利だと思います。
- ・講演会の情報なども得やすかった。

Q6. ホームページ掲載の共同利用・共同研究スケジュールは活用されていますか



【その他、ご意見・ご要望】

- ・国際会議、発表会、懇親会でいろいろな分野の研究者と交流でき、貴重な機会となっている。共同研究などの芽が出てくるように努力したい。

