

特集

2 陽電子をプローブとしたナノ材料評価技術

産総研における陽電子を利用した材料計測・評価研究

陽電子の発生と制御技術開発

高強度陽電子の応用技術開発

電子・陽電子・対消滅の理論と材料評価

陽電子寿命測定方法の標準化

陽電子計測のための普及技術開発

【応用1】半導体デバイス部材の評価

【応用2】燃料電池材料の評価

【応用3】機能性化学材料の評価

リサーチ・ホットライン

- 12 セラミックスの壊れにくさを高精度に測定
圧子圧入法で亀裂の先端まで可視化して再現性よく測定
- 13 バイオ分析向けの超小型蛍光検出装置を開発
患者のそばで迅速な診断を実現するキーテクノロジー
- 14 量子通信や精密光計測を支える基盤計測技術
光子数識別器による超広帯域スウィーズド光の直接観測
- 15 水中の放射性セシウムを素早くモニタリング
亜鉛置換体プルシアンブルーを利用したカートリッジ

パテント・インフォ

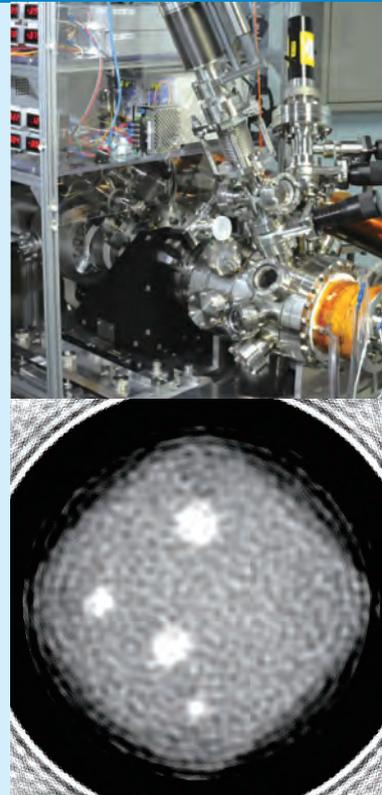
- 16 人工生物発光酵素(ALuc)の創製と応用
超高輝度・高安定性発光特性と環境バイオへの応用
- 17 生体吸収デバイス用マグネシウム合金薄肉細管
結晶配向制御で目的に応じた生分解寿命や変形特性を実現

テクノ・インフラ

- 18 陽電子寿命による空孔欠陥評価用標準物質
金属や半導体中の原子レベル空間解析のためのものさし
- 19 断層深部の岩石変形過程の解明
断層の活動性を予測する新たな手法の開発に向けて

シリーズ

- 20 進化し続ける産総研のコーディネーション活動(第55回)
地質情報整備イノベーションと国際協力



上：再放出型陽電子顕微鏡 (p.5)
下：コンクリートブロックを陽電子消滅
γ線CT法で撮影した画像 (p.5)

陽電子をプローブとした ナノ材料評価技術

産総研における陽電子を利用した材料計測・評価研究

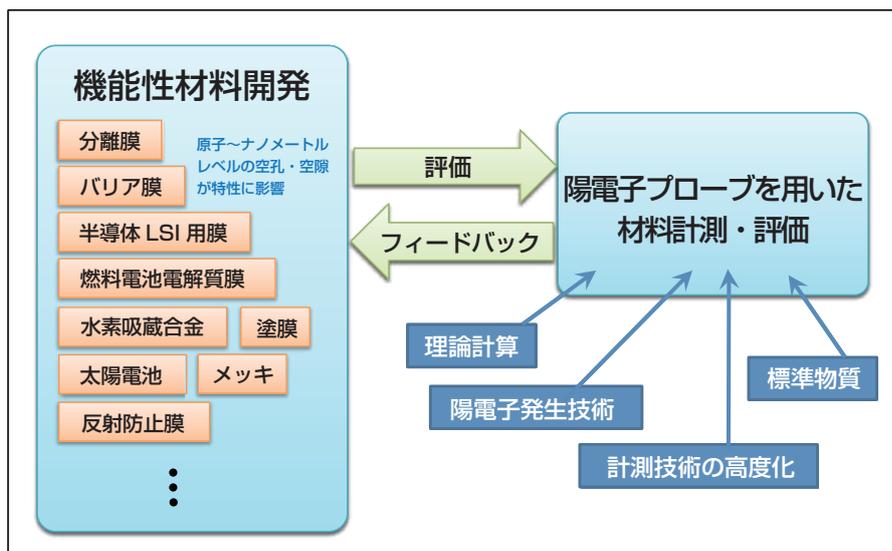
機能性材料開発と計測

さまざまな分野で材料の高機能化は技術革新の鍵を握っています。機能性材料の開発では、その機能に関係する構造を計測・評価し、材料開発やプロセス開発にフィードバックすることが重要です。特にさまざまな膜材料や表面改質によってつくられる材料では、それらの製造プロセスに影響を受ける表面近くの領域の計測・評価技術が望まれています。産総研では、このような技術の一つとして、電子の反粒子である陽電子をプローブとしたナノ材料計測・評価技術の開発を行ってきました。

陽電子プローブの特徴

陽電子は、材料の各種特性（機械的性質、電気的性質、物質の透過性など）に影響を与える原子レベルからナノメートルレベルの空孔・空隙に対して敏感なプローブで、以下の特徴があります。

- ・陽電子は正の電荷をもつため、同じ正の電荷をもつ原子核から反発を受け、原子のない所（原子空孔や微小空隙）に移動しようとしています。
- ・物質中に入った陽電子は最終的に物質中の電子とともに対消滅し、消滅 γ 線を放出します。消滅 γ 線は物質を透過しやすく、物質内の情報を伝える伝達媒体となります。
- ・消滅 γ 線の発生時刻やエネルギーなどを精密に測定することにより、空孔・空隙の情報を得ることができます。
- ・陽電子の入射エネルギーを変えることにより、陽電子が入る深さをナノ



機能性材料開発と陽電子プローブを用いたナノ材料計測・評価

メートルから数マイクロメートルまで制御でき、深さ方向の情報が得られます。最近ではビームを収束して走査することにより、三次元の分布を得ることもできるようになりました。

- ・現在得られている陽電子の強度では測定試料への影響がほとんどないため、非破壊で計測することができます。

産総研では、このような陽電子プローブの特徴を最大限に生かして機能性材料開発の有力なツールとするため、計測や材料関連の研究者が研究ユニットを超えて連携し、計測パラメータの理論計算による予測、電子加速器を用いた高強度陽電子ビームの発生計測技術の開発、陽電子計測の信頼性確

保のための標準物質開発などを行うとともに、開発した計測・評価技術を利用したさまざまな機能性材料の評価研究に取り組んでいます。また、陽電子ビーム利用材料評価コンソーシアムにより産学官連携を推進するとともに、つくばイノベーションアリーナナノテク共用施設、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業において開発した計測・評価技術の公開も行っています。

この特集では、産総研の陽電子利用材料評価研究の最新の成果をご紹介します。

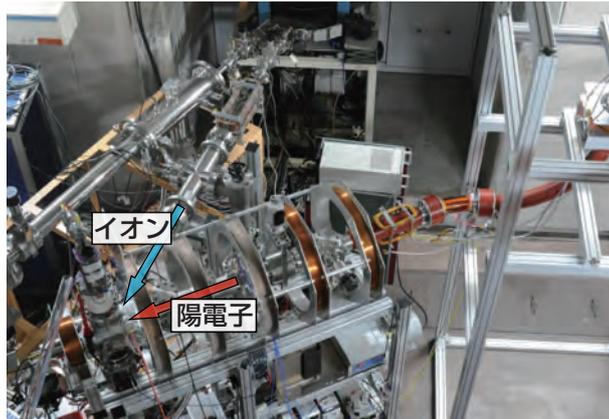
計測フロンティア研究部門
首席研究員
すずき りょういち
鈴木 良一

高強度陽電子の応用技術開発

○ イオン・陽電子複合ビーム分析装置

照射損傷の予測と低減は、半導体へのイオン注入や原子力材料の研究開発における重要な課題です。照射損傷の形成過程では、最初に格子間原子や原子空孔などの点欠陥がつかられ、その点欠陥が拡散し集まることで、より複雑な欠陥集合体(二次欠陥)になります。点欠陥から二次欠陥にいたるまでの途中の段階を知ることはとても重要なのですが、そのための有力な手法が、欠陥導入と欠陥の分析を同時にできるその場分析です。陽電子を使うと電子顕微鏡でも観察できない原子レベルの空孔型欠陥の検出が可能のため、産総研では、イオンビーム照射(欠陥導入)と低速陽電子ビームによる陽電子寿命測定(欠陥分析)を同時に実施できる、複合ビーム分析装置の開発を進めてきました。

写真は産総研で開発した複合ビーム



複合ビーム分析装置

分析装置です。陽電子寿命を測定できる低速陽電子ビームラインの斜め45度方向から、イオンビームが入射されます。陽電子エネルギーを選ぶことにより、イオンビームがつくる欠陥分布の深さに合わせて陽電子を打ち込むことができます。陽電子とイオンはパルス化されており、それらの照射タイミン

グを変えて、欠陥の時間変化を調べることもできます。

今後この装置を用いて、さまざまな材料の照射耐性を評価していくことを目指しています。

計測フロンティア研究部門
陽電子プローブグループ
木野村 淳

○ 再放出型陽電子顕微鏡

陽電子顕微鏡は原子レベルの空孔型欠陥の分布を可視化できる優れた特徴があり、他の計測手法では観察できない顕微鏡像を取得できます。このため、これまで走査型の陽電子顕微鏡を中心としてさまざまな種類の陽電子顕微鏡の開発が行われてきました。

現在、負の仕事関数をもつ材料表面から陽電子が真空中に放出されるとい、陽電子の性質を生かした再放出型の陽電子顕微鏡の開発を行っています。加速されて測定試料に打ち込まれた陽電子は、熱エネルギー程度まで減

速された後拡散しますが、このうち試料表面に到達した陽電子が再放出されます。試料中に欠陥があると陽電子は欠陥にトラップされ消滅する場合がありますので、欠陥がある場所では陽電子の放出確率が下がります(図1)。したがって、再放出された陽電子のコントラスト像を得ることにより欠陥分布を観察することができます。また、陽電子に対する仕事関数は、元素や結晶状態により異なるため、陽電子は材料固有のエネルギーで再放出されます。再放出された陽電子のエネルギーを選別し、

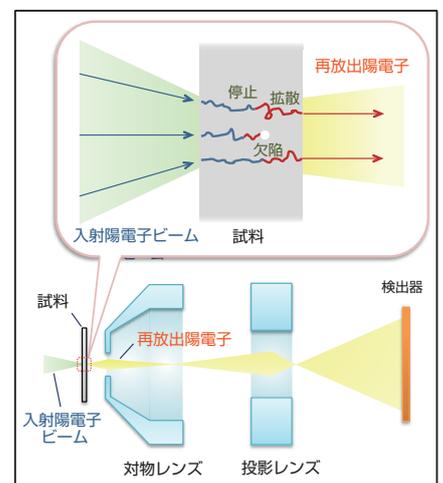


図1 再放出型陽電子顕微鏡の原理図

陽電子をプローブとしたナノ材料評価技術

結像すれば、欠陥分布と物性情報を関連付けることができます。さらに、加熱状態や応力を加えるといった実環境下で測定することにより、材料表面における元素の偏析過程や欠陥生成などの動的な現象の解明に役立つと考えられます。

このような再放出型の陽電子顕微鏡(図2)は、ほかの陽電子顕微鏡と比べて撮像時間の高速化や陽電子仕事関数を反映したコントラストが得られるなどの特徴をもっています。しかし、これまでの研究では、陽電子源として放

射性同位元素を用いており、画像取得に長時間かかることが実用化への課題となっていました。このため、電子線形加速器による高強度陽電子パルスビームを用いることにより、これまでと比較して画像取得時間が大幅に短縮されることを目指した再放出型の陽電子顕微鏡の開発を行っています。

計測フロンティア研究部門
小型量子ビーム源グループ
おがわ ひろし
小川 博嗣

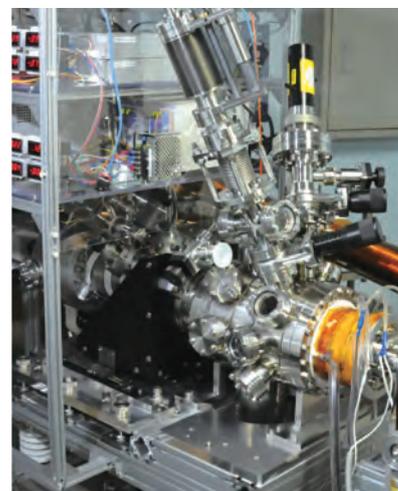


図2 再放出型陽電子顕微鏡

○ 陽電子消滅 γ 線CT法

陽電子が電子と対消滅するとき放出される消滅 γ 線を用いたComputed Tomography (CT)法が、陽電子消滅 γ 線CT法です。この方法では、高エネルギーのX線を用いて物質内で陽電子を発生させ、構成元素の電子との消滅 γ 線の情報から画像を再構成します。消滅 γ 線は透過性が高く、また、その放出頻度は元素の種類に関係するため、物質内部の元素分布や電子密度、極小欠陥の分布などを非破壊で三次元解析できます。私たちは、この方法を橋やトンネルなどに使われる大型構造材料の劣化診断や健全性評価に応用するため、電子加速器を用いた高エネルギーX線源の開発と、消滅 γ 線の計測技術の開発に取り組んできました。

はじめに、二次元CTの開発を行いました。径の異なる鉄筋を4本挿入した1000 cm³のコンクリートブロック(図1)に、9 MeVのエネルギーの単色レーザーコンプトン散乱X線を照射し、消滅 γ 線の放出頻度分布を二

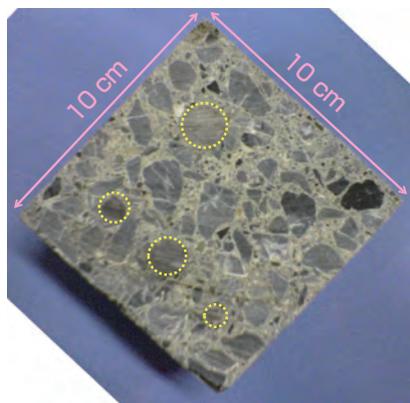


図1 コンクリートブロック
点線は鉄筋の位置

次元計測した結果を図2に示します。コンクリート内部の鉄筋(図1の破線部分)を非破壊で可視化(図2の白い部分)することに成功しました。

現在は、三次元CTの開発を進めています^[2]。消滅 γ 線の放出頻度分布に加えて陽電子の寿命分布も測定することにより、材料破壊の起点となる極小欠陥を非破壊で三次元イメージングすることができ、材料劣化をごく初期の段階でとらえることができます。

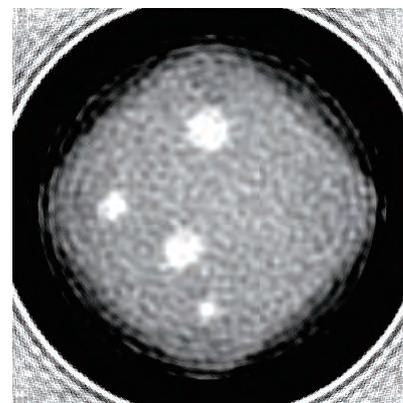


図2 コンクリートブロックを陽電子消滅 γ 線CT法で撮影した画像^[1]

参考文献

- [1] H. Toyokawa et al.: *Proceedings of AccApp07*, 331-335 (2008).
- [2] Y. Taira et al.: *Journal of Instrumentation* 9, C05036(1)-(8) (2014).

計測フロンティア研究部門
小型量子ビーム源グループ
とよかわ ひろゆき
豊川 弘之
ないら よしたか
平 義隆

電子・陽電子・対消滅の理論と材料評価

○ 陽電子状態・消滅パラメータのシミュレーション

正に帯電した陽電子は、固体中で原子核を避ける性質があるので、空孔型格子欠陥が存在すると、しばしばそこに捕獲されることとなります。一方、陽電子寿命や消滅 γ 線のエネルギー分布（これらを消滅パラメータと呼ぶことにします）は、陽電子の消滅場所に強く依存します。どのような格子欠陥がどのような消滅パラメータを与えるか、理論計算によるシミュレーションで予測し、測定結果と比較することで、試料に存在する欠陥を同定することができます。

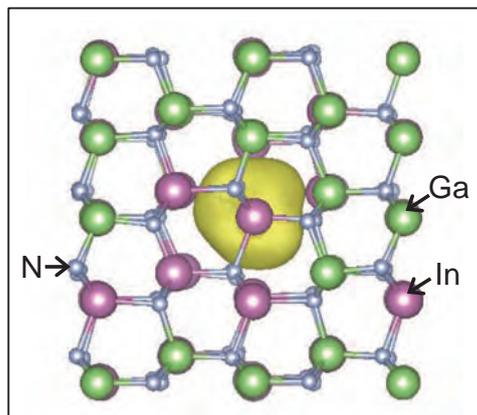
私たちは、開発中の第一原理材料シミュレータQMASに、陽電子状態・消滅パラメータの計算機能を実装し、特

に半導体材料中の格子欠陥研究を進めています^[1]。一例を挙げると、プラズマ支援型分子線エピタキシー法により作成した $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 膜の $x=0.5$ 近辺では、カチオン空孔あるいはその窒素空孔との複合体が多く形成されていることを、実験とシミュレーションの比較から、明らかとしました^[2]。

参考文献

- [1] S. Ishibashi and A. Uedono: *J. Phys.: Conf. Ser.*, 505, 012010(1)-(4) (2014).
- [2] A. Uedono *et al.*: *J. Appl. Phys.*, 112, 014507(1)-(5) (2012).

ナノシステム研究部門
関連材料シミュレーショングループ
いしばし しょうじ
石橋 章司



$\text{In}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{N}$ 中の「カチオン-窒素」複合空孔に捕獲された、陽電子の密度分布のシミュレーション結果（黄色の等値面）
（描画にはVESTA [K. Momma and F. Izumi: *J. Appl. Crystallogr.*, 44, 1272 (2011).]を使用)

○ ポジトロニウムの理論

陽電子は多くの高分子やシリカ系ガラス中でポジトロニウムを形成します。ポジトロニウムは陽電子と電子が結合した束縛状態で、材料に入射した陽電子が原子・分子から電子をたたき出し結合することにより形成されます。現状では、物質中のポジトロニウムの生成率を理論的に予測することは不可能ですが、物質の化学構造とポジトロニウム形成率の関係の理解が深まりつつあります^{[1][2]}。

ポジトロニウムは有効直径が0.106 nmと小さいため、高分子中の分子間隙やガラス中の空孔に入り込む性質があります。これらの空間に捕獲されたオルトポジトロニウム（陽電子と電子のスピンの互いに平行なポジトロニウム）は数ナノ秒程度で消滅し

ますが、この時の寿命がポジトロニウムの存在する空間の大きさに依存するため、ほかの手法では測定が難しい材料中のサブナノメートルからナノメートルサイズの分子間隙や空孔の大きさを評価することができます。これまでにポジトロニウムの寿命から見積った高分子の非晶領域の分子間隙の大きさと、ガラス転移^[3]、気体分子透過^[4]、機械強度^[5]などとの相関が得られています。このように、ポジトロニウムは、機能性材料の研究開発において、目的とする物性制御のための分子設計に重要な知見を与えています。

サブナノメートルやナノメートル空間中のポジトロニウムの寿命と空間の大きさに関する理論は、いまだ発展段階にあります。現状では、機能性材料

の分析には半経験式^[6]が用いられていますが、第一原理計算などを用いたより精密な理論の発展が期待されています。

参考文献

- [1] Y. Kobayashi *et al.*: *J. Phys. Chem. B*, 113, 5698-5701 (2009).
- [2] Y. Kobayashi *et al.*: *J. Phys. Chem. B*, 118, 6007-6014 (2014).
- [3] Y. Kobayashi *et al.*: *Macromolecules*, 22, 2302-2306 (1989).
- [4] Y. Kobayashi *et al.*: *Polymer*, 35, 925-928 (1994).
- [5] Y. Kobayashi *et al.*: *Mater. Sci. Forum*, 733, 147-150 (2013).
- [6] K. Ito *et al.*: *J. Phys. Chem. B*, 103, 4555-4558 (1999).

計測フロンティア研究部門
陽電子プローブグループ
こばやし よしのり
小林 慶規
すずき りょういち
鈴木 良一

陽電子をプローブとしたナノ材料評価技術

陽電子寿命測定方法の標準化

はじめに

燃料電池用電解質膜や海水淡水化用分離膜など機能性高分子材料の開発では、分子レベルの空間構造の評価とその制御が肝となります。陽電子プローブの活用法の一つにサブナノメートルスケールの空孔を直接評価できる陽電子寿命法があります。産総研では、この手法のための計測技術の研究開発とともに、解析結果の同等性や信頼性の確保のための標準化を進めてきました。

陽電子寿命測定のための標準規格

バルク材料の陽電子寿命法では、陽電子線源を二つの対象試料で挟み、陽電子とともに発生する γ 線と試料からの消滅 γ 線の時間差を百万回以上積算して、陽電子の平均寿命を測定します(図1)。この手法を標準化するため、陽電子科学に関する研究機関と分析サービス企業が集まり、産総研が開発した高分子系基準試料による試験所間比較試験を実施しました^{[1][2]}。その際に合意された測定プロトコルに基づき、JISC標準仕様書(TS Z0031:2012)が発行されました。この規格には、高分子系材料のサブナノメートルスケール空孔に対応する数ナノ秒のポジトロニウム寿命を測定するためのシステムの構成と調整方法、試料調製手順やデータ解析条件が定められています。

認証標準物質(CRM)の開発

産総研では、上述の基準試料と同ロットの原材料に値付けしたCRMを開発し、2008年からは石英ガラスを、2009年からはポリカーボネート

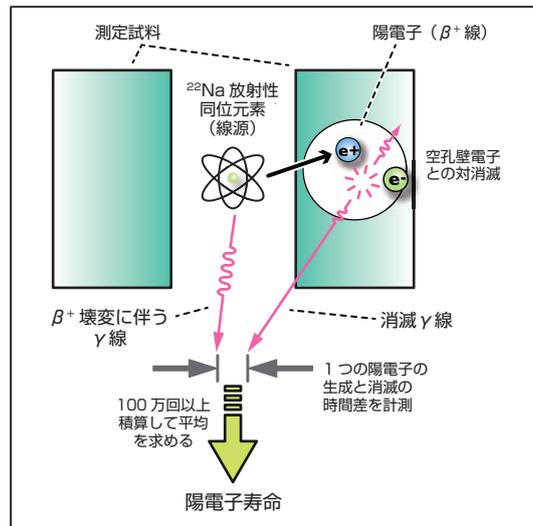


図1 バルク材料の陽電子寿命測定の大略



図2 世界初となるサブナノメートルスケール空孔評価用認証標準物質(石英ガラスNMIJ CRM 5601a)

のCRMを供給しています(図2)。このCRMは、空孔半径が0.26 nmまたは0.29 nmに相当するポジトロニウム寿命を認証値としてもち、高分子材料などの陽電子寿命測定の精度管理、妥当性確認に適用できます。各種材料や異なる研究室で得られたデータを精度よく比較することができるようになり、国内外の研究機関や分析サービス企業で測定規格とともに活用されています。

現在、対象材料を拡張するため、新

規CRMの開発を進めるとともに、順次供給を始めています^[3]。

参考文献

- [1] K. Ito *et al.*: *J. Appl. Phys.*, 104, 026102(1)-(3) (2008).
- [2] 伊藤 賢志: *陽電子科学*, 第2号, 39-43 (2014).
- [3] 山脇 正人: *産総研 TODAY*, 14(9), 18 (2014).

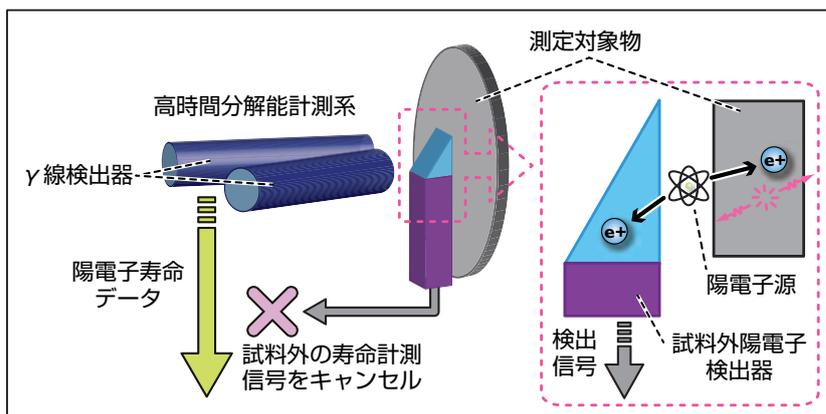
計測標準研究部門ナノ材料計測科
ナノ構造化材料評価研究室
いとう けんじ
伊藤 賢志

陽電子計測のための普及技術開発

○ その場診断用陽電子欠陥評価システム

金属材料中の欠陥は構造疲労の要因とされ、その高感度分析は疲労機構の解明に重要です。さらに、航空機のタービン、自動車のフレームなどの大型部材や配管などのすえ付け部品を製造または利用する現場で使える、非破壊診断技術が求められています。

欠陥の大きさや濃度を評価できる陽電子寿命法でバルク材料を分析する場合、通常は陽電子が対象内で消滅するように、切り出した二つの同じ試料で陽電子源を挟んで測定します。そこで、大型部材などを“そのまま”評価できるようにするために、高時間分解能計測系をベースにして、測定対象物に設置した検出器で試料と反対側に放出した陽電子の信号を弁別することにより、試料を切り出すことなく測定できるシステム（アンチコインシデンス法）を開



アンチコインシデンス法の概略

発しました(図)。

このシステムを産業界で活用するため、オンサイト診断用ポータブル型装置やインライン評価用ラボ型装置の実用化に向けた企業との共同研究を進めています。

参考文献

M. Yamawaki et al.: *Jpn. J. Appl. Phys.*, 50, 086301(1)-(5) (2011).

特開2012-127942「陽電子消滅特性測定装置及び陽電子消滅特性測定方法」

計測標準研究部門ナノ材料計測科
ナノ構造化材料評価研究室
やまわき まさと
山脇 正人

○ 薄膜用・陽電子ビーム空孔計測装置

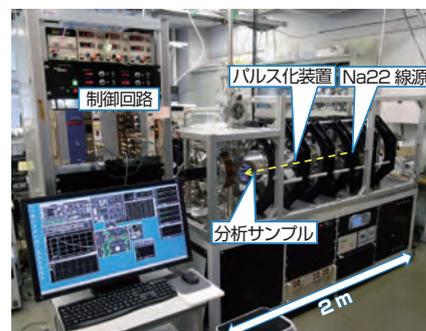
半導体デバイスやガスバリア膜などの先端材料の多くは、厚さがマイクロメートル以下の薄膜を基板などに積層させることによりつくられています。このような機能性薄膜では原子サイズの微細な欠陥も特性に影響するため、その計測ニーズが高まっています。

産総研では、薄膜材料に適用可能なビーム法による陽電子寿命分析(PALS分析)を電子加速器施設で行ってきましたが、この分析法を企業などの材料開発の現場にも導入できるようにするため、ラボサイズの汎用型装置を開発しました。この装置では陽電子

源に²²Na放射性同位元素を用いています。得られる陽電子強度は加速器施設よりも二桁ほど低下しますが、高効率ビーム単色化技術、高圧縮パルス化技術などの開発により、現在では加速器施設と同等の原子サイズ分解能での空孔計測が可能な性能が得られています。

現在この装置は製品化され、企業、研究機関に導入されています。

計測フロンティア研究部門
陽電子プロブグループ
おおだいら としゆき
大平 俊行
すずき りょういち
鈴木 良一



汎用型・陽電子ビーム空孔計測装置

【応用1】半導体デバイス部材の評価

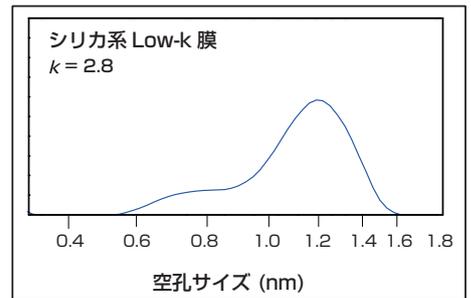
○ LSI材料（銅配線膜やLow-k膜）の分析

LSIなどの半導体集積回路の微細化が進むにつれて、材料中の原子サイズからナノメートルサイズの空孔欠陥の制御が重要となっています。例えば、多層金属配線の間に挿入する層間絶縁膜には、ナノメートルからサブナノメートルサイズの空孔を導入することにより誘電率を低減した低誘電率（Low-k）膜が用いられています。

産総研では半導体メーカーなどから依頼を受け、先端LSI材料の陽電子分析を数多く行ってきました。図はプラズマ化学気相堆積法（プラズマCVD法）によって成膜されたシリカ

系Low-k膜の分析例です。プラズマCVD法では成膜条件によって空孔（シリカ骨格内の隙間）の大きさが変化し、この空孔サイズと誘電率や不純物拡散バリア性などに相関のあることが明らかとなっています。また、金属配線に用いられるメッキ銅薄膜の分析では、膜内の原子サイズ空孔の動きやすさと配線信頼性に強い相関があるという結果も得られています^[1]。

計測フロンティア研究部門
陽電子プローブグループ
おおだいら としゆき
大平 俊行



プラズマCVD法によって成膜されたシリカ系Low-k膜の分析例。kは比誘電率

参考文献

[1] F. Shoji *et al.*: *Proc. Advanced Metallization Conf. Mat. Res. Soc.*, 313-319 (2004).

○ シリコンのイオン注入層への応用

シリコンにイオン注入を行うと格子欠陥が作られますが、熱処理により小さな欠陥が集合して大きな欠陥に発達します。特に、水素イオンの注入の場合には空孔の形成が顕著で、ナノ空孔の測定手法である陽電子消滅分光法は、そのような試料を調べるのに最適な評価方法です。

シリコンへの水素イオン注入は、次のような目的から、研究開発が進められてきました。

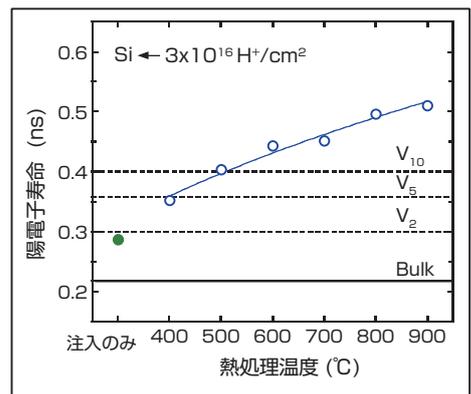
- (1) ナノメートルサイズの空孔（ナノ空孔）を高密度に導入し、不純物金属を吸着してデバイス領域から除去するためのゲッターリング層を形成。
- (2) ナノ空孔が多量に集まり亀裂に変わるまで水素密度を上げて、マイクロメートル単位の薄く均一な単

結晶膜を基板から剥離。

- (3) ナノ空孔形成により素子のライフタイムを制御。

照射量 $3 \times 10^{16} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ の水素イオン注入を行ったシリコンと、注入後400～900℃で熱処理したシリコンを陽電子寿命測定した例を図に示します。点線は空孔サイズに対応する陽電子寿命値を示しています（Bulkは原子空孔なしの状態）。注入のみの試料では空孔サイズは V_2 （原子空孔2個の集合体）に近い陽電子寿命値ですが、熱処理温度が高いほど、空孔サイズが大きくなり、600℃以上では V_{10} （原子空孔10個の集合体）を超える大きさになることがわかります。

このような測定から、熱処理温度と空孔サイズの関係を知ることができ、加工条件の最適化に役立ちます。



水素イオン注入を行ったシリコンのナノ空孔に対応する陽電子寿命

参考文献

A. Kinomura *et al.*: *J. Appl. Phys.*, 104-034301(1)-(6) (2008).

計測フロンティア研究部門
陽電子プローブグループ
きのむら あつし
木野村 淳

【応用2】 燃料電池材料の評価

○ 水素吸蔵合金の格子欠陥評価と劣化機構解明

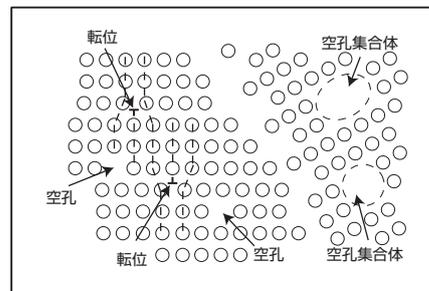
可逆的に水素を吸蔵・放出する水素吸蔵合金はエネルギー貯蔵材料として期待されており、吸蔵と放出の繰り返しによる特性劣化の克服が実用化への課題です。劣化機構解明を目指し、陽電子消滅法により水素吸蔵に伴う欠陥構造の変化を調べました。

まず、吸蔵前後で陽電子消滅測定を行ったところ、電子顕微鏡で確認された転位の導入に加え、空孔も形成されることがわかりました(図)。さらに、耐久性がよい材料では導入された空孔と転位の密度が低いことから、これら

格子欠陥の蓄積が劣化の要因とわかりました。

次に、いつどのように格子欠陥が導入されるのかを調べるため、水素圧力下で水素濃度を制御しながら陽電子消滅測定を行った結果、水素化物が形成される初期段階から格子欠陥が導入されることを発見しました。

導入された格子欠陥の濃度は体積膨張量では整理ができません。そのため、さまざまな水素吸蔵合金の耐久性の評価と、陽電子消滅法による欠陥構造の評価を進め、格子欠陥の導入機構とそ



金属中の格子欠陥の模式図(○は金属原子)

れらを制御する方法を見出すことが重要です。格子欠陥が低減され、耐久性に優れた水素吸蔵合金の新規開発につなげるため、研究を進めています。

エネルギー技術研究部門
水素エネルギー技術グループ
さかき こうじ
榊 浩司

○ 陽電子寿命法による固体高分子形燃料電池用電解質膜の特性解析

燃料電池はクリーンかつエネルギー効率の高い分散型電源であり、例えば、家庭用の『エネファーム』が知られています。2015年には燃料電池自動車の市場導入が見込まれ、さらなる高性能化と低コスト化が重要な課題です。

燃料電池の基幹部材の一つである電解質膜は、発電効率や耐久性の観点から、燃料となる水素や酸素を通さない性質が要求されます。その高性能化の

ためには膜内での気体透過現象の解明が必要です。燃料電池が発電中のとき電解質膜は加湿環境にあるため、膜部材を評価する際には雰囲気(水分量)制御が求められますが、陽電子寿命法はそのような環境で電解質膜内の気体の通り道を解析できる有力な手法です。

そこで、電解質膜内の水分量を制御しながら陽電子寿命を測定したところ、膜内のサブナノメートル空隙サイズが水分量に依存し、気体透過性に対

応すること(図1)、その結果、空隙サイズが気体透過性を左右する重要な因子であること(図2)を見だし、材料開発の設計指針とすることができました。この手法が多様化する材料への有効な解析手法として期待されます。

参考文献

[1] 産業技術総合研究所:「きちんとわかる燃料電池」『産総研ボックス』, 219, 白日社, (2011).

ユビキタスエネルギー研究部門
イオニクス材料研究グループ
おおひら あきひろ
大平 昭博

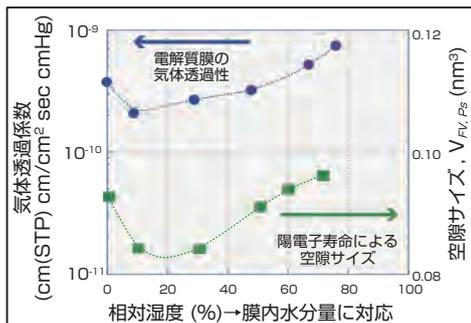


図1 電解質膜の気体透過性と空隙サイズの相対湿度依存性^[1]

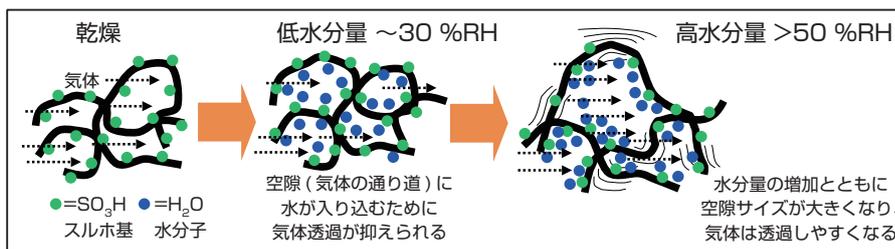


図2 水分量変化に伴う膜内部の変化の様子の模式図

【応用 3】 機能性化学材料の評価

陽電子でみる化学材料のナノ空間構造

高効率分離プラントや次世代自動車にはさまざまな機能性化学材料が使用されており、これらの材料を開発する技術は、わが国産業の根幹をなすものの一つです。化学材料の諸物性は自由体積空隙とよばれるナノメートルスケールの空間に強く支配されることから、その評価は重要です。特に無定形高分子などの非晶構造を形作る分子鎖間の自由体積空隙に関しては、陽電子寿命法以外に直接評価できる分析法がありません。ここでは、機能性化学材料の特性の起源を陽電子プローブで解析した事例を紹介します。

逆浸透膜のイオン分離機構の解析

海水から淡水をつくるための高分子系複合膜では、多孔性支持層表面にのせた厚さ約0.1 μmの高分子の緻密層（分離活性層）中の自由体積空隙が、塩イオンの透過に強く影響すると考えら

れています。産総研が独自開発したパルス化低速陽電子ビームシステムを活用した寿命測定技術により、分離活性層を選択的に解析できるようになりました^{[1][2][3]}。その例として、分離活性層中の自由体積空隙と溶質分子のサイズ比が阻止率と相関することを初めて明らかにし（図1）^[1]、革新的性能をもつ膜材料の開発に必須である空隙構造評価への陽電子プローブ技術の有用性を示しました。

機能性ポリオレフィンの構造—物性相関解析—

次世代自動車用材料としてポリプロピレン（PP）ベースの新規材料が期待されています。PPのような結晶性高分子ではこれまで結晶構造を制御することで高強度化が試みられてきました。一方、産総研で新たに開発したPPに水酸基型分岐が導入された高強度化PPでは、機械強度が結晶構造

で説明できないことがわかってきました。そこで、非晶領域の自由体積空隙を解析したところ、非水酸基PPに比べて水酸基PPは空隙が小さいことがわかりました^[4]。非晶領域で水素結合が形成された結果、高分子鎖の運動性が抑制され機械強度が高くなったと考えられます（図2）。非晶構造による物性制御は、機能性化学材料の新たな設計指針を与えると期待されます。

参考文献

- [1] Z. Chen *et al.*: *J. Phys. Chem. C*, 115, 18055-18060 (2011).
- [2] 伊藤 賢志：膜，38, 17-24 (2013).
- [3] H. Hagihara *et al.*: *Desalination*, 344, 86-89 (2014).
- [4] H. Hagihara *et al.*: *Macromolecules*, 46, 4432-4437 (2013).

環境化学技術研究部門
化学材料評価基盤グループ
萩原 英昭

計測標準研究部門ナノ材料計測科
ナノ構造化材料評価研究室
伊藤 賢志

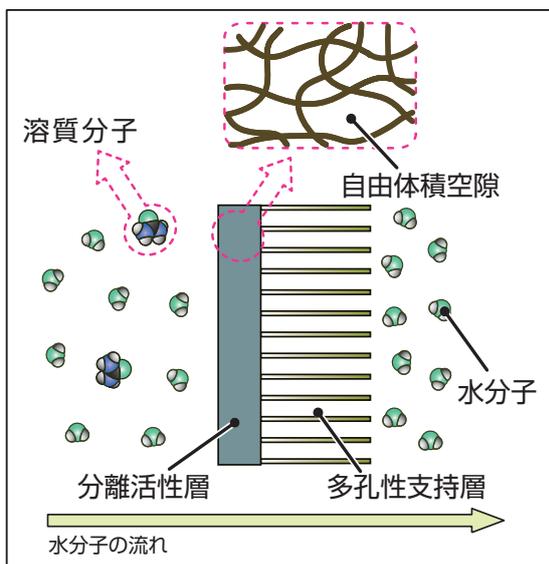


図1 複合膜では表面層の自由体積空隙の大きさが溶質分離性能を決める

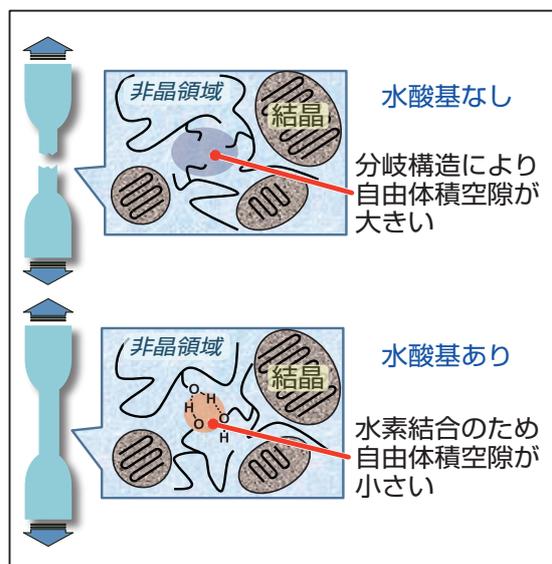


図2 同じ結晶性をもつ置換基導入PPでは自由体積空隙の小さい水酸基PPの引張強度が高い

セラミックスの壊れにくさを高精度に測定

圧子圧入法で亀裂の先端まで可視化して再現性よく測定



宮崎 広行

みやざき ひろゆき
h-miyazaki@aist.go.jp

先進製造プロセス研究部門
セラミック組織制御プロセス
研究グループ
主任研究員
(中部センター)

入所以来、セラミックスの機械的および熱的特性に関する研究を行ってきました。これまでの機械試験手法では評価が難しい、ベアリングボールや放熱基板など小型のセラミック製品を対象とした機械特性測定法の国際規格化に向けた研究を進めています。これら日本製品の品質保証や優位性の証明に役立つ標準的な試験手法の開発を通して、産業界へ貢献したいと考えています。

関連情報：

- 参考文献

兼松 渉、宮崎 広行：産総研 TODAY, 13(2), 16 (2013).

● 用語説明

* 破壊じん（靱）性：材料の壊れにくさを示す指標。この値が高い材料は、何らかの理由により多少の傷が入った場合でも、破壊に対して高い抵抗力を示す。

** 圧子圧入法：鏡面研磨したセラミック試験片の表面に四角すいのダイヤモンド圧子を圧入し、それにより生成した亀裂の長さを測定して、破壊じん性を測定する手法。

● プレス発表

2014年3月10日「セラミックの壊れにくさを簡便で高精度に測定する手法を開発」

圧子圧入法の問題点

ファインセラミックス製のボールベアリングや切削工具など、多種多様な高性能小型ファインセラミック製品の世界市場は拡大の一途をたどっており、製品の機械特性評価手法として圧子圧入法による破壊じん（靱）性*試験の重要性がますます高まっています。しかし、これまでの圧子圧入法**では、金属顕微鏡を用いても、亀裂先端の位置の同定が困難な場合があり、破壊じん性算出に必要な亀裂長さの正確な読み取りに熟練が必要でした。このため再現性が劣る場合もあり、海外では圧子圧入法は敬遠されてきました。

可視化溶液を塗布して亀裂長さを高精度に測定

圧子圧入法による破壊じん性試験では、ダイヤモンド圧子の圧入により生成した亀裂の長さを測定します。これまでの手法では、表面を鏡面研磨しても微細な凹凸が残り、それによる光の乱反射の影響があるため、金属顕微鏡の高倍率観察で空間分解能を向上させても、亀裂先端位置を特定することが難しい場合がありました。

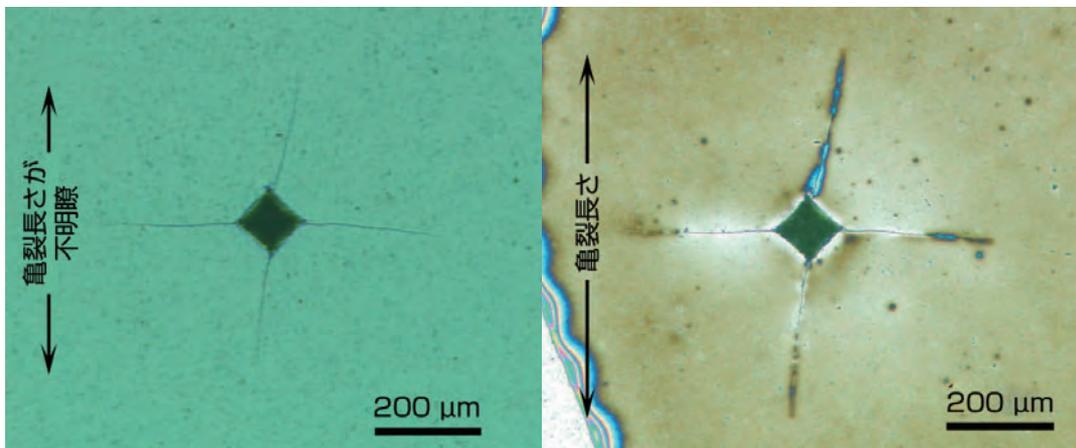
今回開発した技術では、市販の透明塗料をある濃度範囲に希釈した可視化溶液を、圧子圧入後の試験片表面に塗布し透明被膜を形成します。この透明被膜により表面が平滑化すること

で乱反射が低減され、亀裂先端がより鮮明になります。また、亀裂付近では透明被膜の膜厚がわずかに異なるため、亀裂と離れた部分とは異なる光の干渉色を示します。これにより亀裂先端が着色して見えるため、より一層鮮明に亀裂を観測できます。透明塗料の濃度が低いと、皮膜の厚みが不足してこのような効果は得られず、反対に、濃度が高いと皮膜が厚すぎて亀裂自体が見えにくくなってしまいます。最適な濃度範囲になるよう調整しました。これらの効果により、今回の技術を用いると、広く一般に普及している総合倍率100～200倍程度の通常の金属顕微鏡を用いた観察でも、高い精度で亀裂長さを測定できるようになりました。

大学と公的研究機関、民間企業の研究所など9研究機関が、共通の試験片を用いて、今回開発した技術により破壊じん性の測定を行ったところ、高い再現性が得られ、この技術が有効であることが示されました。

今後の予定

今後は海外研究機関の協力を得て、測定値の再現性が高いことを実証していきます。これにより、この手法が簡便で信頼性の高い測定方法であることを周知し、国際標準化機構 (ISO) に国際規格として提案する予定です。



セラミック表面の圧痕（くぼみ）の金属顕微鏡写真

これまでの手法（左）では不鮮明だった亀裂先端が、今回の手法（右）では亀裂長さを測定できるほど鮮明になっている。

バイオ分析向けの超小型蛍光検出装置を開発

患者のそばで迅速な診断を実現するキーテクノロジー



亀井 利浩

かめい としひろ

toshi-kamei@aist.go.jp

集積マイクロシステム研究センター
ライフインターフェース研究チーム
研究チーム長
(つくばセンター)

新しい産業でシステムの主導権を握ることは、ゲームのルールを決めるほどの力があります。例えば、ヒトゲノムプロジェクトで活躍したキャピラリーDNAシークエンサーは、日本企業が重要な要素技術を開発しながら、経済的な成功を収めたのはシステムを主導した米国企業でした。部分から全体に至るのではなく、全体を俯瞰して部分を見る発想が必要だと思います。バイオデバイス分野においてシステムで主導権を握れることを目指しています。

関連情報：

- 共同研究者

住友 慶子、辻村 範行（産総研）

- 用語説明

* POC 診断：健康状態や疾病と相関のあるDNAやタンパク質などの生体分子を検出することで、在宅やベッドサイドなど、患者のそばで行う迅速診断。

** イムノアッセイ：抗原と抗体の反応を利用して、血液や尿などに含まれる微量物質の検出や濃度測定を行う生化学的分析手法。

- プレス発表

2014年3月17日「バイオ分析向けの超小型蛍光検出装置を開発」

● この研究開発は、最先端研究開発支援プログラム（平成21～25年度）「マイクロシステム融合研究開発（中心研究者：江刺 正喜 東北大学）」の支援を受けて行っています。

POC診断への期待

近年、その場で高速に診断できる利便性・簡易性からPOC診断*が注目され、特に、糖尿病患者の血糖センサーは商業上も大きな成功を収め、POC診断市場全体としても急速に成長しています。POC診断は、疾患の予防、健康増進に寄与し、患者の生活の質を維持しながら、医療費を削減できる在宅医療にも資する技術であり、今後、ますます発展すると期待されます。POC診断には、医療従事者が実施する簡易診断と患者自身が在宅で実施する健康モニターなどの自己診断が含まれていますが、いずれの場合にも、可搬性、迅速性、簡便性が要求されます。

超小型蛍光検出装置を開発

微量の流体を操作可能なマイクロ流体バイオチップ技術は、わずかな試料での高速診断が可能であり、POC診断を実現するために理想的な特徴を備えています。しかし、高感度な共焦点レーザー励起蛍光顕微鏡のような大型の装置が用いられており、POC診断や装着可能（ウェアラブル）な健康モニタリングデバイスなどを実現することが困難でした。

そこで私たちは今回、下図に示すような超小型LED励起蛍光検出装置（外寸40×40×20 mm）を開発しました。この装置では、面発光マイクロLEDから放出された光を非球面マイクロレンズにより集光し、励起光用光学干渉フィルタ

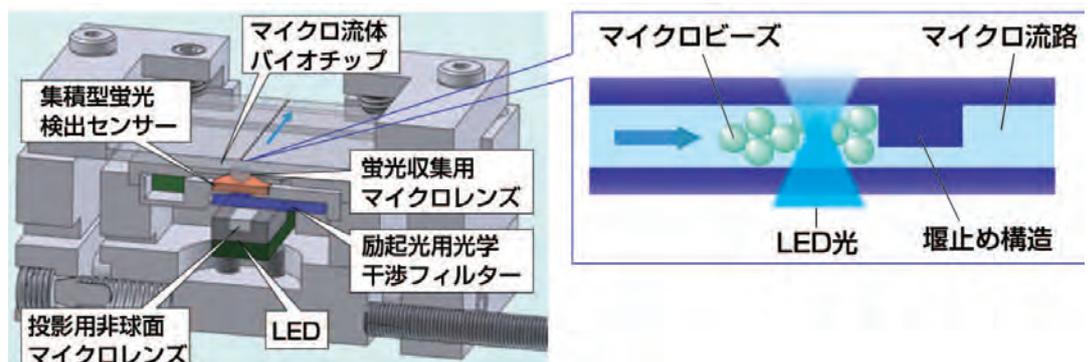
ーにより、特定の波長領域の光のみを選択的に取り出します。この光はアモルファスシリコンを用いた集積型蛍光検出センサーを通してマイクロ流体バイオチップ内のマイクロ流路に照射されます。このため励起光源と蛍光検出素子をチップの同側に、かつ、同軸に配置できるので、構造が単純にできます。そして、マイクロ流路内の蛍光色素から放出される蛍光を蛍光収集用マイクロレンズにより収集し、光学干渉フィルターにより選択的に蛍光成分のみを取り出し、アモルファスシリコン・フォトダイオードにより検出します。

技術的には、LED発光面を小型化し、非球面マイクロレンズにより200 μm以下に集光して、マイクロチャンネルへの低散乱光照射を実現したのも重要なポイントです。

堰止め構造を形成したマイクロ流路に、抗体を固定化したマイクロビーズを充填して固定化した、マイクロ流体バイオチップと、この蛍光検出装置により、臨床検査で重要なイムノアッセイ**を行うことができます。

今後の予定

今後は、LEDが面発光源である特徴を生かして、LEDやマイクロレンズを量産性の高い実装技術を用いて組み立てる手法を確立するとともに、さらなる小型化と高感度化の両立を目指します。



LED励起蛍光検出装置の構造と流れ方向に沿ったマイクロ流路断面構造

量子通信や精密光計測を支える基盤計測技術

光子数識別器による超広帯域スキューズド光の直接観測



福田 大治

ふくだ だいじ
d.fukuda@aist.go.jp

計測標準研究部門
光放射計測科
レーザー標準研究室
研究室長
(つくばセンター)

レーザーパワーや光エネルギーに関する標準開発とともに、究極的な計測対象である光子の超精密計測技術の研究開発に取り組んでいます。光子のもつさまざまな量子的な性質は、大容量光通信、安全性の高い暗号通信への応用が期待されています。このような産業や量子標準の実現に向け、光子計測に関するイノベーションハブとして機能すべく、精力的に研究を行っています。

関連情報：

● 共同研究者

沼田 孝之、吉澤 明男、土田 英実、石井 裕之、板谷 太郎（産総研）、和久井 健太郎、佐々木 雅英（情報通信研究機構）

● 参考文献

K.Wakui et al.: *Scientific Reports*, 4, 4535 (2014).

● 用語説明

*スキューズド光：ある位相の領域（時間間隔）での量子揺らぎを人為的に制御した光。

● プレス発表

2014年4月4日「革新的な量子通信を実現する超広帯域スキューズド光源と検出技術を開発」

スキューズド光への期待と課題

近赤外領域から光通信波長帯に至る広い波長範囲をカバーする光源は、大容量光通信や光コヒーレンストモグラフィー、分光計測、量子標準などさまざまな分野での活躍が期待されています。スキューズド光*はレーザー光よりも雑音小さいことから量子情報処理の大容量化や光計測精度の飛躍的な向上を実現する光源としてその実用化が期待されています。しかし、発生した光子がどの程度の量子性を持ち、どのような光伝播特性をもっているかを正確に計測することは難しく、特に光通信波長帯ではこのような計測はこれまで実現していませんでした。この原因は、スキューズド光が損失に極めて弱く、量子状態を壊さずにその光子統計を測定することの難しさにありました。

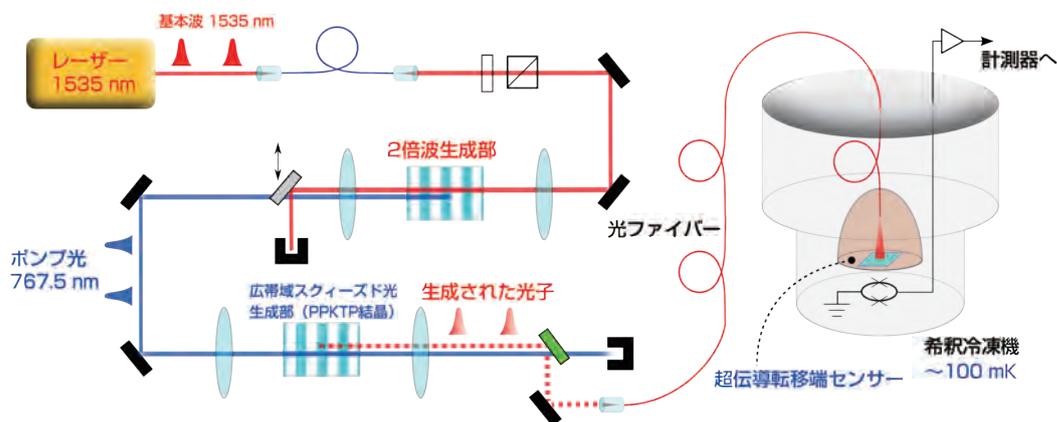
高効率の超伝導転移端センサーを用いて光子数を識別

そこで、私たちは、超伝導転移端センサー (TES) と呼ばれる高効率の光検出器を用いてスキューズド光の光子統計を直接評価することにより、光源の量子的な性質を計測する技術の開発に共同研究者らとともに取り組んでいます。TESは、光子がセンサーに入射したときに生じる超伝導状態の破れを検出原理とします。この破れの大きさは入射光子数に比例し、これを検出することで光パルス中に含まれる光子数を

ショットごとに識別できます。超伝導体には光共鳴キャビティに配置したTi/Au系の金属を用いることで、光通信波長帯域で90%以上の検出効率、応答時間200 ns以下で光子を測定できます。このTESを用いた、光通信波長帯の超広帯域スキューズド光源の評価実験装置の構成を下図に示します。スキューズド光発生部分である非線形結晶での位相整合条件を調整し、スキューズド光を非常に広い波長範囲で発生させます。これを、光ファイバーを通じて冷凍機内に配置されたTESへと導波し、光パルスに含まれる光子数を測定します。この装置によりスキューズド光の光子数分布は偶数個の光子から構成されるという特殊な性質（偶数光子性）の直接観測に世界で初めて成功しました。また、偶数光子性が100 nm以上の帯域幅にわたり生じていることを確かめました。これまでのスキューズド光の観測波長帯域は10 nm以下であり、それを一気に10倍以上に広げたこととなります。これにより、波長多重による量子通信の大容量化の実現可能性を実証しました。

今後の予定

今後は、スキューズド光源と光子数識別技術の性能をさらに改善しながら、光計測の高精度化に取り組み、光通信の低電力・大容量化を実現するための共同研究先との研究開発や量子標準への応用を進めていきます。



スキューズド光の光子数分布直接測定のための実験装置の概略図

水中の放射性セシウムを素早くモニタリング 亜鉛置換体プルシアンブルーを利用したカートリッジ



保高 徹生

やすたか たつお
t.yasutaka@aist.go.jp

地図資源環境研究部門
地図環境リスク研究グループ
主任研究員
(つくばセンター)

博士(環境学)。京都大学大学院農学研究科修士課程を修了後、環境コンサルタント会社に入社。横浜国立大学大学院社会人博士後期課程修了後、2011年に産総研に入所。重金属類や放射性セシウム汚染土壌の溶出挙動評価、リスク評価、措置技術評価、社会経済性評価、持続可能性評価などを行っています。また水中の放射性セシウムのモニタリング技術開発や広域調査も継続して実施しています。

関連情報：

● 共同研究者

伊藤 康博、今藤 好彦(日本バイリン株式会社)、矢吹 隆夫、鈴木 安和(福島県農業総合センター)、川本 徹、高橋 顕(産総研)

● 参考文献

保高 徹生 他：環境放射能除染学会 第3回研究発表会 講演要旨集, P-019 (2014) .

● 用語説明

* プルシアンブルー：1704年に初めて人工的に合成された青色顔料。紺青とも呼ばれる。

● プレス発表

2014年4月7日「水中の放射性セシウムを素早くモニタリング」

● この研究開発は、JST 先端計測分析技術・機器開発プログラムの支援を受けて行いました。

河川中のセシウム濃度測定における課題

東京電力福島第一原子力発電所の事故で河川などに流出した水中の放射性セシウム (rCs) の濃度を定期的にモニタリングすることは、長期的な環境への影響を考える上で重要です。しかし、福島県内の多くの河川では、平水時はrCs濃度が0.5 Bq/L未満と低く、直接測定では分析に長い時間がかかります。また、植物への影響や環境動態評価のためには、水に溶けているrCs (溶存態rCs) と水に溶けていない懸濁物質に付着しているrCs (懸濁態rCs) を分離して測定する必要があります。そのため、これまでの方法では、まず20～100 Lの水をろ過して懸濁態rCsを測り、さらに溶存態rCsについては水分を蒸発させて濃縮してから測るのが一般的です。しかし、この前処理法では6時間から1週間もの時間がかかってしまいます。

亜鉛置換体プルシアンブルーで濃縮時間を短縮

私たちは今回、効率的に溶存態rCsを計測できるカートリッジ「Zn-C」を新たに開発しました。このカートリッジには、プルシアンブルー色素の鉄元素を亜鉛元素に置き換えた、亜鉛置換体プルシアンブルーを担持した不織布を用いています。Zn-Cに水を通すことで、溶存態rCsは不織布内の亜鉛置換体プルシアンブルーに効率的にとらえられ、カートリッジ内に蓄積されます。

亜鉛置換体プルシアンブルーは、図2に示すとおり、内部に保持するカリウムと交換する形で溶存態rCsを取り込むと考えられています。

開発したZn-Cは水20 Lを毎分0.5 Lの速さで処理した場合には99.5%以上、毎分2.5 Lの場合でも約96%の溶存態rCsを吸着でき、これまでに開発したプルシアンブルーを用いたカートリッジ (PB-C) と比較しても、高い吸着率を示しました。さらに、PB-CではpH 6-8の範囲を超えたときに吸着率が低下しましたが、今回のZn-Cは、pH 3-10の範囲でpH 6-8の場合とほぼ変わらない吸着率となりました。

吸着率が上昇したことによって、水20 L中の低濃度rCsの分離・濃縮を8分程度で行うことが可能となり、これまでの技術と比較して濃縮時間を圧倒的に短縮できました。従来法の一つである濃縮乾固法と比較して所要時間が45～1000分の1まで、PB-Cを用いた方法と比較しても5分の1まで短縮されました。

今後の予定

rCsを吸着させたZn-Cの放射能を測定すれば、水中の低濃度のrCs濃度が短時間で測定可能になります。この方法は、複数の研究機関ですでに活用されており、多地点での継続的なモニタリングなどに用いられ、長期的な環境影響評価への貢献が期待されます。



図1 亜鉛置換体プルシアンブルー担持不織布を用いたカートリッジ

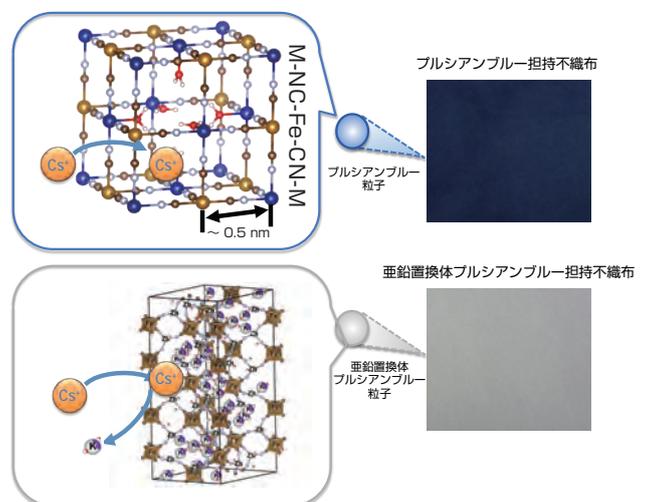


図2 プルシアンブルー (上) と亜鉛置換体プルシアンブルー (下) のセシウムの取り込み構造の概念図

人工生物発光酵素(ALuc)の創製と応用

超高輝度・高安定性発光特性と環境バイオへの応用

国際公開番号
WO2014/065047
(国際公開日:2014.5.1)

研究ユニット:

環境管理技術研究部門

適用分野:

- バイオアッセイ
- 環境診断
- 医薬スクリーニング

関連情報:

- 参考文献

産総研プレス発表、2013年11月26日「人為的に設計・開発した生物発光酵素(ALuc)」

Patent Informationのページでは、産総研所有の特許で技術移転可能な案件をもとに紹介しています。産総研の保有する特許等のなかにご興味のある技術がありましたら、知的財産部技術移転室までご連絡なくご相談下さい。

知的財産部技術移転室

〒305-8568
つくば市梅園 1-1-1
つくば中央第2
TEL : 029-862-6158
FAX : 029-862-6159
E-mail : aist-tlo-ml@aist.go.jp

目的と効果

医薬・環境・バイオ産業分野に広く応用できる優れた基礎発光材料の創製を目的として研究を進めてきました。日本の当該材料分野の技術は欧米に圧倒されていた経緯もあり、新たな機能性発光材料を開発しこれを普及させることは、当該産業分野の競争力強化につながります。この超高輝度発光材料は、ライフ・イノベーションとグリーン・イノベーションの両方に寄与できる可能性が高く、医薬学・環境分野における国民の生活環境改善をサポートする新技術としての利用が期待されます。

技術の概要

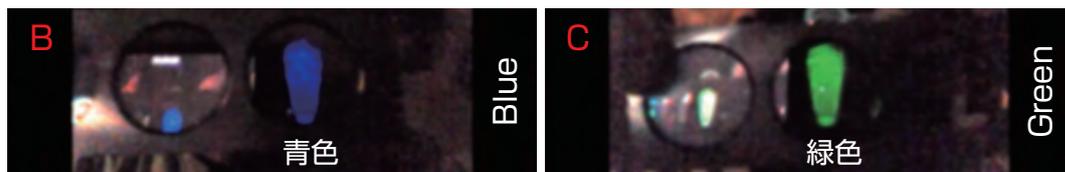
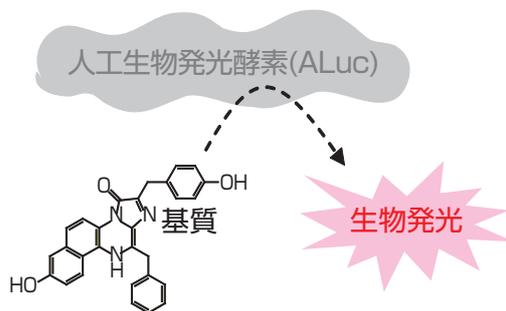
わたしたちは、以前から発光標識材料の産業的価値に注目し、海洋動物由来の発光酵素とその発光メカニズムに関する基礎研究を実施してきました。2012年に深海発光プランクトンのデータベースが蓄積された経緯から、その発光機能を再解析し「頻度の高いアミノ酸を抽出すること」により、遺伝的に新種であり、多様な産業分野(医薬スクリーニング、環境診断など)に適用可能な革新的な発光酵素(ALuc)の創

製に成功しました(図)。この発光酵素群は、これまでの最高輝度を誇っていた酵素群より約50~100倍の高輝度化を達成しており、発光持続性も格段と優れています。

ALucに特異的な発光基質はセレンテラジン i (CTZ i) であることを発見しており、その基質特異性はALucの立体構造予測(超2次構造)によっても説明できました。

発明者からのメッセージ

今回の発明のベースになったカイアシ類発光酵素は、2つの酷似したアミノ酸配列から成り立っており、上下配列間の類似性が輝度に影響します。また13種類の発光酵素配列のアミノ酸頻度から熱力学的な安定性を追求しました。今回、発光酵素群が示す規則性を模倣することにより自然界にないアミノ酸配列をもった高機能酵素を生み出すことができました。このような自然の規則性の模倣という考え方は、この分野の従来法では困難であった飛躍的な性能向上を達成するための新たな方法論を提示するものと考えます。



ALucによる生物発光

ALucは基質(光の素)がもつ化学エネルギーを光に変える触媒である。この発光色はALucの種類により異なる。ALuc16の場合、アアクアマリン色であり(A)、この発光色は青色(B)と緑色(C)の混合色である。

生体吸収デバイス用マグネシウム合金薄肉細管 結晶配向制御で目的に応じた生分解寿命や変形特性を実現

国際公開番号
WO2014/021454
(国際公開日: 2014.2.6)

研究ユニット:

先進製造プロセス研究部門

適用分野:

- 生体吸収ステントの基材
- 生体吸収インプラントの基材

目的と効果

これまでの狭心症や心筋梗塞の治療ではステントの長期留置によって生じるリスクが問題となっていました。マグネシウム合金からなる生体吸収ステントは、ある一定の期間で体内に分解・吸収されるため、ステントの長期留置によって生じる問題を解決する方法として期待されています。しかし、ステント用基材に必要な生分解寿命や変形特性を満たすには、合金の組成を変更するしか有効な方法がありませんでした。そこで基材の合金組成を変えずに結晶配向組織を制御することで、生分解寿命や変形特性を変えたマグネシウム合金薄肉細管を開発しました。

技術の概要

開発したマグネシウム合金薄肉細管は、合金鋳造ビレットを熱間押し出しにより細管に加工し、さらに冷間引抜き加工と熱処理を繰り返しながら、最終形状まで加工したものです(図1)。その外径のサイズは直径2~10 mm、管

肉厚は150~400 μm程度とさまざまあります。この加工工程で結晶配向を制御することによって、図2に示すような異なる変形特性と生分解寿命をもつ薄肉細管が得られます。ステントの適用部位は、循環器系、消化器系など多岐にわたり、それぞれに求められる変形特性や生分解性寿命が異なります。この合金薄肉細管は、合金組成を変えずに、適用部位に合った特性の選択が可能となります。

発明者からのメッセージ

この発明は、患者への負担・リスクを減らすことを目的とした低侵襲ステントへの応用が一例として挙げられますが、ほかにも生体吸収性をもつインプラントスクリューなどへの応用が考えられます。また、産総研に登録されているノウハウと合わせてメートル級の長尺管を作製することにより、生産性を確保することができます。今後、生体吸収マグネシウム合金デバイスの実現に向けて研究開発を行っていきたいと思います。



図1 開発したマグネシウム合金薄肉細管の外観

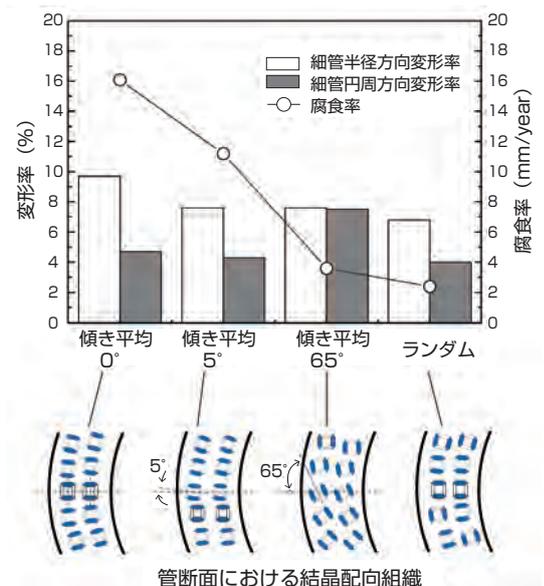


図2 開発したマグネシウム合金薄肉細管の変形特性および生分解寿命

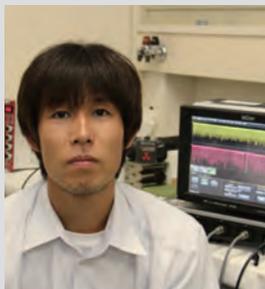
Patent Information のページでは、産総研所有の特許で技術移転可能な案件をもとに紹介しています。産総研の保有する特許等のなかにご興味のある技術がありましたら、知的財産部技術移転室までご連絡なくご相談下さい。

知的財産部技術移転室

〒305-8568
つくば市梅園 1-1-1
つくば中央第2
TEL : 029-862-6158
FAX : 029-862-6159
E-mail : aist-tlo-ml@aist.go.jp

陽電子寿命による空孔欠陥評価用標準物質

金属や半導体中の原子レベル空間解析のためのものさし



山脇 正人
やまわき まさと
yamawaki.masato@aist.go.jp

計測標準研究部門
ナノ材料計測科
ナノ構造化材料評価研究室
主任研究員
(つくばセンター)

2010年に産総研入所以来、陽電子寿命による欠陥評価のための標準物質と普及技術の開発に従事しています。近年の計測技術の高度化・多様化に伴い、標準物質への対応を一層求められると予想されます。ナノ材料評価技術のための標準整備、および普及を目指した技術開発の成果を還元していくことで社会に貢献していきたいと考えています。

関連情報:

● 共同研究者

伊藤 賢志 (産総研)

● 参考文献

[1] 伊藤 賢志: 産総研 TODAY, 11(2), 18(2011); 産総研 TODAY, 12(12), 18(2012); 産総研 TODAY, 14(9), 7(2014).

[2] NMIJ 認証標準物質カタログ 2014-2015. <https://www.nmij.jp/service/C/>

[3] 山脇 正人: 産総研 TODAY, 14(9), 8(2014).

はじめに

金属や半導体中に含まれる空孔欠陥は電気伝導や構造疲労などの特性と密接な関係があるため、それらの欠陥を信頼性高く分析する技術は、部材の機能制御や製品の劣化予測に欠かせません。陽電子寿命測定法を用いると、電子顕微鏡では解析が難しい原子・分子レベルの空隙や欠陥を、非破壊、かつ感度よく評価できます。産総研計測標準研究部門では、この手法のための標準開発を進めてきました^[1]。

陽電子寿命測定法

電子の反粒子で、正に帯電した陽電子は、物質中の空間に捕獲されやすく、また電子に出会うと対消滅して高エネルギーの光(消滅 γ 線)を放出します。この消滅 γ 線のタイミング(陽電子寿命)とその相対強度を計測する陽電子寿命測定法によって、材料中の空孔欠陥の濃度や大きさを分析することができます(図1)。金属や半導体中の陽電子寿命を測定した結果の精度管理や妥当性確認には必要な認証標準物質(CRM)が重要な役割をはたします。

金属・半導体の空孔欠陥評価用CRMの開発

金属や半導体中の陽電子寿命は通常100ピコ

秒(1ピコ秒=1兆分の1秒)から500ピコ秒の範囲にあります。したがって、金属・半導体の空孔欠陥評価に用いるCRMの陽電子寿命の特性値は、すでに供給されている高分子系材料の超微細空孔評価用CRM(石英ガラス、ポリカーボネート)^[1]よりも一桁程度小さい値にする必要がありました。そこで、これまでよりも小さな特性値を決定するため、計測回路、 γ 線検出器の形状や計測プログラムの最適化を行うなどして、高効率化と高信頼性を両立した陽電子寿命計測システムを新たに構築しました。そして、高純度単結晶シリコンを基材とした金属・半導体の空孔欠陥評価用CRMを開発し、2014年6月より供給を開始しました^[2](図2)。材料の均一性や計測システムの時間分解能に依存する統計誤差などを要因とする不確かさを評価した上で、このCRMの陽電子寿命の認証値として220.6ピコ秒の値が付けられています。

このCRMは、半導体分野でのデバイス部材開発や、構造インフラ劣化の原因となる金属部材疲労に関する安全性診断を行う現場での活用が期待されます。これまで高度化してきた技術を駆使して、多様化する計測手法^[3]に対応させるため、実用部材に適応可能なCRMなど関連標準の開発を進めています。

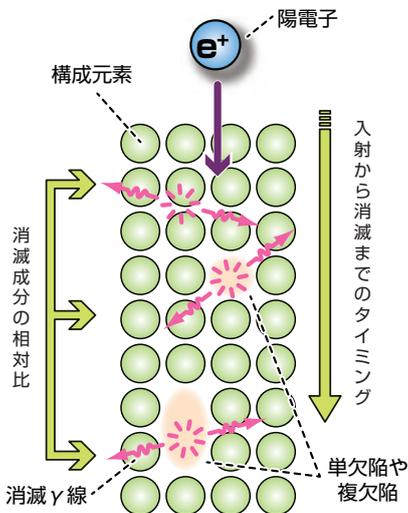


図1 陽電子寿命測定法の原理

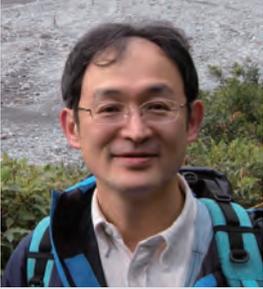
金属中の空孔欠陥に捕獲された陽電子は、空間の大きさに依存した寿命で電子と対消滅する。消滅 γ 線の放出のタイミングとパルスと欠陥の各消滅成分の相対比を計測して欠陥の濃度や大きさを評価する。



図2 陽電子寿命による空孔欠陥測定用単結晶シリコン(NMIJ CRM 5606a)^[2]

断層深部の岩石変形過程の解明

断層の活動性を予測する新たな手法の開発に向けて



重松 紀生

しげまつ のりお

n.shigematsu@aist.go.jp

活断層・火山研究部門
地震テクトニクス研究グループ
主任研究員
(つくばセンター)

専門は構造地質学です。これまで地質調査に基づき、断層深部で起こる現象をミクロからマクロに至るさまざまなスケールで推定する研究を行ってきました。最近では原子力発電所の敷地内の断層の活動性評価に関する業務も行っています。



高橋 美紀

たかはし みき

miki.takahashi@aist.go.jp

地質分野研究企画室
企画主幹
(つくばセンター)

岩石の変形組織と変形条件を定量的に結び付ける研究に魅力を感じ構造地質学を専攻しました。特に高温・高圧の変形試験機を用いた岩石の変形メカニズム解明に一貫して取り組んでいます。

活断層の活動性評価

日本列島の主要な活断層については、過去の活動履歴に基づき、発生しうる地震の規模、発生確率などについて長期評価が行われています。活断層の活動履歴調査は活断層・火山研究部門の重要な業務です。一方で、活断層で発生する大地震の破壊の開始点である震源は深さ10-15 km程度の深部に位置しますが、断層深部の岩石変形過程を含めた情報は地震の評価には利用されていません。私たちの研究グループの目標の一つは、地震予測に対し断層深部の情報の有効性を検討し、それに基づき新しい予測手法を開発することです。

これまでの取り組み

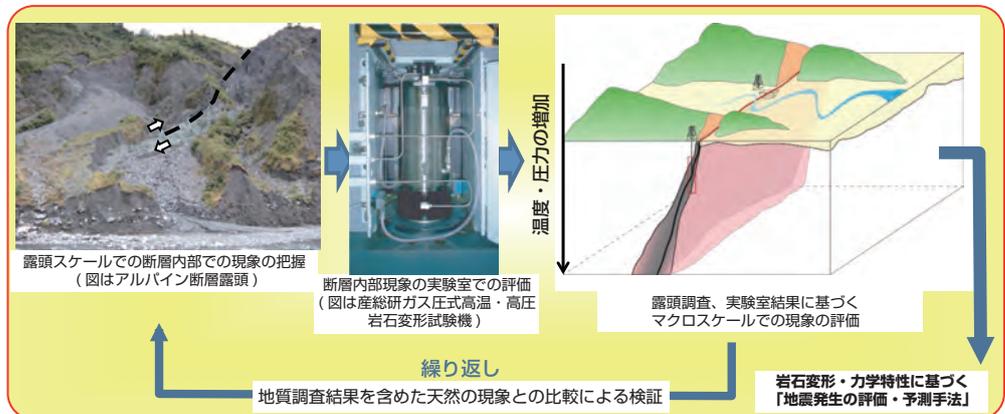
断層深部の情報が予測に利用されない背景には、断層深部で起こる現象の理解不足という問題があります。地下では深さとともに温度と圧力が上がるため、断層を構成する岩石の変形様式が変わります。大地震の震源の深さは岩石の変形様式が脆性から塑性へ変わっていく領域になります。したがって、深さに伴う変形様式の変化は、大地震発生を理解するうえで重要な鍵です。しかし、活断層深部の岩石は地表には露出しておらず、その変形の様子を直接観測・観察はできません。

一方、過去の断層深部がその後の地殻変動などにより地表に露出している場所があります。

そのような場所では、地質調査に基づき断層深部で起こる現象を推定することが可能です。また、推定された現象を実験室で再現することにより、現象の力学的な影響を評価できます。産総研ではケーススタディーとして、三重県内の中央構造線でのボーリング掘削に基づき、断層深部の塑性変形領域から浅部の脆性変形領域に至る岩石変形過程を明らかにしています。また推定された現象を実験室で再現するため、ガス圧を用いた高温・高圧岩石変形試験機を開発し、すでに一定の成果を出しています。

今後の展開

さて、2014年9月には国際陸上掘削計画(ICDP)によるニュージーランドのアルパイン断層の掘削が始まり、産総研もこの計画に参加します。この断層でも中央構造線と同様に、断層深部から浅部に至る断層活動の様子を明らかにできると期待されています。また、中央構造線において明らかにした現象の再現実験に着手したところです。しかし、断層深部で起こる塑性変形を再現しようとしたとき、高温・高圧岩石変形試験機の温度性能の向上、人工岩石の合成など新たな技術開発が必要となります。私たちは産総研の他分野の研究ユニットとも協力しながら、新たな予測手法開発に向けた挑戦を続けています。



断層深部の岩石変形過程の解明の流れ

地質調査に基づく現象の推定と、現象の実験室における評価を繰り返すことにより、「断層深部で起こる現象が理解できていない」という状況を打開する。これにより岩石変形・力学特性に基づく「地震発生の評価・予測手法」の開発につながる。

シリーズ：進化し続ける産総研のコーディネーション活動(第55回)

地質情報整備イノベーションと国際協力

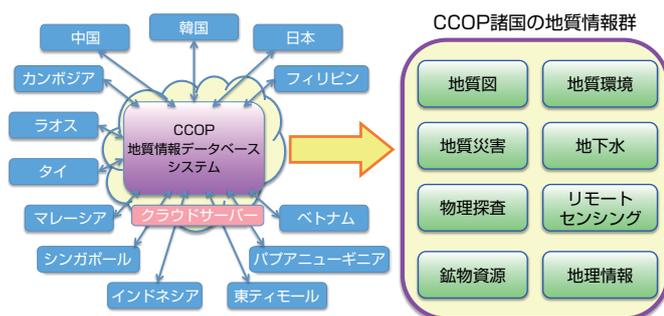
イノベーションコーディネータ うちだ としひろ 内田 利弘

地質情報整備の前線

先般、フランス、オランダ、ドイツの地質調査所を訪問する機会がありました。地質、地球物理、地球化学などの調査データを編集して作成される地質図などの地質情報(マップ)は各国の地質調査所が出版しています。上記の地質調査所では、地質情報を電子化し、インターネット上に掲載しています。さらに、それらの地質情報は公的な予算を使用して作成されたものであることから、すべての人が無料でダウンロードできるようになっています。とりわけ、オランダの地質情報整備は最先端を走っており、土木工事や資源開発のために実施されたボーリング調査のデータを用い、全土でシームレス化した3次元地質図データを公開しています。2002年に施行された鉱業法により、企業によるボーリング調査データも実施の5年後には公開することが義務づけられました。国土の詳細な地質情報を公開することにより、その後の産業や公的事業における地質調査・地盤評価を革新的に効率化することが目的とされており、現在その効果が見えはじめているとのことでした。

産総研の現状

産総研地質分野でも、シームレス20万分の1地質図やさまざまな地球科学データを電子化し、オンライン公開しています。昨年からは新しいポータルサイト「地質図Navi」が公開されました。今後は、地質図データの精緻化、各種地球科学データの更新・追加などが行われていくものと思われます。また、都市域などでの産業や生活において重要な基礎情報となる3次元地質モデルや、これまで調査の空白域となっていた沿岸海域の地質の研究は数年前から実施されており、これから長期間をかけてではありますが、徐々に情報が整備されていくものと思います。



CCOP 地質情報データベースシステムの概念図

コーディネータの役割

筆者は地質分野のコーディネータとして地質情報整備について以下の活動を担当しています。

1) 地質情報の国内産業界での利用促進への協力

知的基盤である地質情報は、原則として誰でもアクセスできるように公開することがわが国の政策として決まっています。しかし、その利用の拡大については課題が残されています。地質調査に関連する産業界や国・自治体といったユーザーがどのように地質情報を有効に利用できるかについて、産業界などとの意見交換を進めます。

2) 東南アジア地域における地質情報整備の支援

日本の企業が東南アジアなどに事業進出するとき、相手国における活断層、地震、地盤などの地質情報は不可欠です。産総研地質分野では、東・東南アジア地球科学計画調整委員会(CCOP)*における技術や人材の交流を通じて、東南アジアにおける地球科学の発展に貢献する活動を行ってきました。現在、地質分野が主導するプロジェクトとして、CCOP諸国の地質図情報の整備、地震・火山災害図の作成などの研究協力があります。また、将来に向けて、CCOP諸国の地質図、資源分布、地質災害などの情報を整備してオンライン公開するデータベース構築プロジェクト(図)の実施を検討しています。東南アジアの国々はいま、経済発展が急速に進んでいますが、それを支える科学技術や、さらにそれを担う人材の育成ではまだまだ課題が多いと聞いています。地質分野では、CCOP諸国における地質情報整備と人材育成の支援を行いつつ、国内企業の海外展開をサポートする活動を進めることにしています。

* CCOPは1966年に設立された政府間機関であり、現在、東・東南アジアの13カ国が加盟し、資源開発、環境保全、地質災害軽減などの広い分野で、共同研究、情報普及、人材育成などの協力活動が行われています。



CCOPの2013年総会(10月20～26日、仙台市)で司会を務める筆者

日本-ASEAN イノベーション・科学技術ワークショップへの参加

報告

2014年5月16日、シンガポールのフュージョノポリスにおいて「日本-ASEAN イノベーション・科学技術ワークショップ」が、STSフォーラム、シンガポール科学技術庁（A*STAR）、日本貿易振興機構（JETRO）の主催で開催されました。

産総研からは中鉢理事長が出席し、「イノベーションにおける各地域の概況と世界的なビジョン」をテーマに講演し、グリーン・イノベーションとライフ・イノベーションの2つの観点から産総研のASEANとの連携の事例を紹介しました。グリーン・イノベーションについては福島再生可能エネルギー研究所を中心とした海外とのネットワークについて、またタイ、マレーシア、インドネシア、ベトナムおよびシンガポールとのバイオマスエネルギー

の普及と標準化に向けた連携を紹介しました。ライフ・イノベーションについてはバイオテクノロジーによる新材料開発について、インドネシアとの連携による天然ゴムの生産技術開発を紹介しました。

さらに、アジア経済共同体構築をより重層化した活動とするため、アジア研究機関間での人材交流や頭脳循環の促進が重要であり、産総研も人材流動をこれまで以上に加速化していくことを述べました。

このワークショップには、日本から経済産業省産業技術環境局の片瀬局長、科学技術振興機構（JST）の中村理事長らが出席され、海外からはA*STARのPoh長官、インドネシア技術評価応用庁のIskandar長官らが出席されました。世界的規模のSTS

フォーラムに関連するワークショップにおいて産総研の取り組みを紹介したことは、産総研の国際ネットワークの拡大につながると期待されます。

（参考）STSフォーラムは、毎年10月に京都にて数日間にわたって開催され、世界中の研究機関、政府、経済界など幅広い分野から1,000名以上のリーダーが参集する世界的規模のフォーラムです。



ワークショップの様子

茂木敏充 経済産業大臣 福島再生可能エネルギー研究所訪問

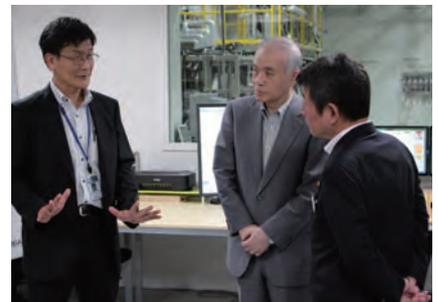
報告

2014年7月3日、茂木敏充 経済産業大臣が産総研福島再生可能エネルギー研究所を訪問されました。太陽光発電などの実証フィールドを始めとし、水素による再生可能エネルギーの貯蔵・利用技術などの研究現場をご覧いただきました。これらを通して、産総研における再生可能エネルギーに係る研究開発と地元復興への貢献について理解

を深めていただきました。



実証フィールドご視察の様子



水素によるエネルギー貯蔵・利用技術ご視察の様子

山本一太 内閣府特命担当大臣 臨海副都心センター訪問

報告

2014年7月14日、山本一太 内閣府特命担当大臣がロボットに関する研究動向のご視察のため、産総研臨海副都心センターを訪問されました。中鉢理事長によるあいさつに続き、産総研の概要説明、その後に研究現場をご視察いただきました。また、ご視察の後はロボットを含めた科学技術政策などについて意見交換が行われました。今回のご訪問を通して、産総研のロボット

研究に関する理解を深めていただきました。



創業支援ロボットの研究開発現場ご視察の様子



インテリジェント車椅子に試乗される山本大臣

駐日アイルランド大使の福島再生可能エネルギー研究所来訪

2014年6月23日、ジョン・ニアリー駐日アイルランド大使とデレク・フィッツジェラルドアイルランド政府産業開発庁日本代表が福島再生可能エネルギー研究所(FREA)を訪問されました。

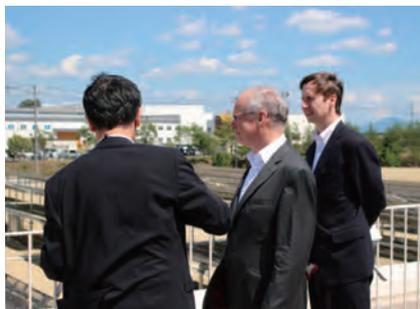
一行は、大和田野所長と酒井国際部長による産総研とFREAについての概要説明の後、実証フィールド、水素、太陽電池、地熱・地中熱に関連する研究室などを視察されました。

意見交換の際、ニアリー大使とフィッツジェラルド日本代表より、アイルランドにおけるエネルギー状況について、再生可能エネルギーでは風力が大きな割合を占めており、波力、潮

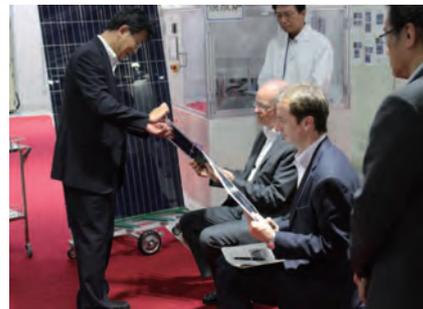
力、海上風力などの海洋エネルギーの研究が今後の重要課題となっているとの説明がありました。

また、ニアリー大使より、FREA設

立に際して日本政府決定から短期間で建設が進んだことに感銘を受けている、共通する分野で連携を進めたいとの言葉をいただきました。



実証フィールドご視察の様子
右からフィッツジェラルド日本代表、ニアリー大使、大和田野所長



太陽電池モジュールご視察の様子

第9回 ロレアル-ユネスコ女性科学者 日本奨励賞を受賞

環境化学技術研究部門 中住友香研究員が、2014年7月4日に日本ロレアル株式会社主催の第9回 ロレアル-ユネスコ女性科学者 日本奨励賞を受賞しました。「ロレアル-ユネスコ女性科学者 日本奨励賞」は、日本ロレアル株式会社が日本ユネスコ国内委員会の協力のもと、博士課程在籍中や修了直後の若手女性科学者が国内の研究・

教育機関で1年間研究を継続できるような奨励し、助成するものです。

【受賞テーマ】金属電極間を架橋した単分子の物性計測と光化学反応

【研究業績の概要】中住研究員は、東京工業大学大学院博士後期課程で行った上記テーマに関する研究と、今後産総研において取り組む、光化学反応を用

いた社会に役立つプロセスの研究開発が評価されました。大学院では、計測システムの構築や反応系の適切な選択などの要素技術を確認し、ナノスケール領域に特徴的な化学反応プロセスを発見しました。今後、レーザー光により誘起される光化学反応を利用して、産業の環境負荷低減に資するプロセスの研究開発に取り組んでいきます。

第39回 井上春成賞を受賞

先進製造プロセス研究部門 明渡純首席研究員が、2014年7月16日に井上春成賞委員会（独立行政法人科学技術振興機構）より第39回 井上春成賞を受賞しました。井上春成賞は、大学や研究機関などの独創的な研究成果で、企業化した技術（販売実績があるもの）に対して毎年2件授与されます。今回の受賞技術は「常温衝撃固化現象を用いたエアロゾルデポジション技術の実用化」で、企業化開発を実施したTOTOファインセラミックス株式会

社（TOTO）の佐伯義光代表取締役社長とともに受賞しました。

明渡首席研究員はエアロゾルデポジション法の基礎技術を構築し、製膜メカニズムの解明、最適な原料粒子特性条件に関する知見を得ました。さらにTOTOと共同で半導体製造関連装置の構造部材用コーティング技術の開発に取り組み、大面積高速成膜装置による量産化技術を確認しました。TOTOでは、2008年よりプラズマ耐食部材を事業化し、現在、新規部材では世界

シェア50%に至っており、半導体デバイスの高集積化に貢献しています。



受賞会場にて
左から明渡首席研究員、佐伯社長

つくばセンター



雨が心配された天候の中、昨年を上回る5,916名の皆さまにお越しいただき、盛況のうちに終了いたしました。



「音楽は技術の力でもっと楽しくなる！」と題して、情報技術研究部門の後藤真孝首席研究員が、音楽情報処理が切り拓く未来についてお話ししました。



地質情報研究部門の高橋雅紀 主任研究員が、自らの地質構造研究に対する思いと、それを伝える手段として提案してきた地下構造模型について講演しました。



「サイエンストーク」では、小学生から大人の方までご参加いただき、研究者との熱心な対話が繰り広げられました。



工作や実験など、楽しみながら科学技術にふれられる「チャレンジコーナー」には、たくさんのお子どもたちが参加し、とてもにぎやかでした。



中学、高校の理科系クラブの皆さまが研究発表を行いました。



「工作コーナー」の「紫外線ビーズストラップ」は今年も大人気でした。



「見学ツアー」では、普段は見ることのできない産総研の研究施設をガイドつきでご案内しました。

東北センター

産総研 一般公開

今年も全国各地の産総研で「一般公開」を開催しています。今回は、つくばセンター（7月19日）、東北センター（7月20日）での体験コーナー、展示コーナーなどを報告します。

今年も特定非営利活動法人 natural science 主催の『学都「仙台・宮城」サイエンス・デイ2014』内のブースとして行いました。朝から断続的に雨が降る中、サイエンス・デイ来場者7,382名のうち、1,320名の皆さまに産総研ブースへお越しいただきました。



砂を顕微鏡でのぞくと、何が見えるのかな？



手のひらをあてて発電してみよう！



実験で使った風船はヘリウムを入れてお土産に持って帰れるよ。



粘土で描いたみんなの作品を乾かし中。



自分の誕生石は何か？誕生石や化石でしおりを作ってみよう。



3D眼鏡で見る日本の地形はどんなかな？



パロはみんなの人気者



君の息を吹き込んだ溶液のphはいくつかな？ph試験紙の色を見本と合わせてみよう。



血管年齢と実年齢のギャップに一喜一憂…

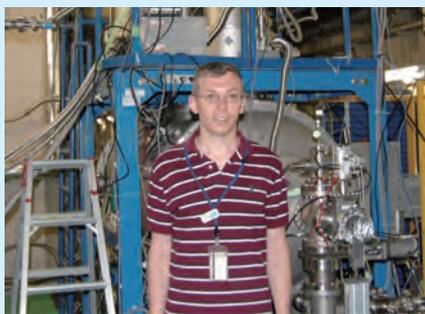
小型超伝導加速器による次世代陽電子ビーム技術

計測フロンティア研究部門 陽電子プローブグループ オローク・ブライアン (つくばセンター)

身のまわりの機能材料の特性は分子レベルの欠陥や空隙（ナノ空間）に影響されます。低速陽電子寿命法は、電子デバイス部材などのナノ空間を評価できるユニークな方法です。産総研は、独自開発した陽電子ビーム技術を利用して、企業との連携のもと、新規材料の創出に貢献していますが、公開装置の利用数増加やニーズの多様化により、陽電子ビームのさらなる高強度化が求められています。オローク主任研究員は現在、超伝導加速器ベースの次世代陽電子ビーム技術の開発を進めています。この技術は、ナノ空間リアルタイムイメージングなど現状では難しい評価手法への活用が期待されています。



加速器室にて



オロークさんからひとこと

私たちは、高強度ビーム化した陽電子をプローブとして材料評価を行っています。陽電子を作り出すには、電子加速器で発生した高速電子をターゲットにぶつけたときの対生成を利用します。これまでの常伝導加速器に対し、超伝導加速器では、陽電子寿命測定により適した陽電子ビームを形成できます。しかし、一般的な超伝導加速器では大型の冷却設備が必要なためメンテナンスが大変です。そこで、小規模グループでも運用できる、循環型ヘリウム冷凍機による“Stand Alone”超伝導加速技術の開発を目指しています。次世代陽電子発生技術による世界最先端の材料評価拠点を確立するため、日々研究に励んでいます。

イベントの詳細と最新情報は、産総研のウェブサイト（イベント・講演会情報）に掲載しています
<http://www.aist.go.jp/>

EVENT Calendar

2014年9月 → 2014年11月

8月7日現在

期間	件名	開催地	問い合わせ先
9 September			
3日	TIA-nano公開シンポジウム	東京	029-862-6123
3日	AIST放射線計測セミナー	千葉	029-861-4118
4日	NMIJ標準物質セミナー 2014	千葉	029-861-4118
8日	産総研本格研究ワークショップ	札幌	011-857-8406
29～30日	日本熱電学会学術講演会	つくば	06-6879-7905
10 October			
8～10日	VICTORIES国際シンポジウム&ワークショップ	つくば	victories-win2014-ml@aist.go.jp
11日	産総研一般公開（九州センター）	鳥栖	0942-81-3606
11 November			
8～9日	産総研一般公開（臨海副都心センター）	東京	03-3599-8006
11日	国際標準推進戦略シンポジウム	東京	029-862-6221

産 総 研
TODAY

2014 September Vol.14 No.9

(通巻164号)
平成26年9月1日発行

編集・発行
問い合わせ

独立行政法人産業技術総合研究所
広報部広報制作室

〒305-8568 つくば市梅園1-1-1 中央第2

Tel : 029-862-6217 Fax : 029-862-6212 E-mail : prpub-ml@aist.go.jp

ホームページ

<http://www.aist.go.jp/>

● 本誌掲載記事の無断転載を禁じます。● 所外からの寄稿や発言内容は、必ずしも当所の見解を表明しているわけではありません。