

●京都大学納め

横置形のタンデム方式バン・デ・グラーフ形加速器 一原子核物理実験用の新鋭加速器据付を終わる—





普通形の パッ・デ・グラーフ 形加速器は世界各 国で利用され、その数も約 400 台といわれて いる. タンデム方式 パッ・デ・グラーフ 形加速器は その数がまだ約 30 台で、米国、英国、 ソ連、 日本でしか製作されていない. 横置形のもの を 20 台以上製作している米国の HVEC を 除けば他はすべてたて置形のもので、もつと も困難な横置形を製作しうる技術をもつのは 当社と HVEC のみである. 日本では当社製 の横置形のものが京都大学にあり、一方国産 のたて置形のものが東京大学にあるだけであ る.

タッデム 方式と普通形との相異は, 性能的に みて、後者は高電圧電極の耐電圧以上に荷電 粒子を加速できないのに対し、前者は図に示 すように負 イオン 源(正 イオン を電子付着器 で負 イオン にする) からの負 イオン を高電圧 電極まで加速し、ここで負イオンを正イオンに 転換してさらに後半で正 イオン として加速で きる特長がある.正 イオンの電荷数を n, 高 電圧電極の電圧を V とすると最終の正 イオン の エネルギは (1+n)V 電子 ボルト になる. プロ トッ(陽子)の場合は n=1 であるから 2 V 電 子ボルトになるが,正 イオンが重い元素のイオ ッたとえば酸素 O+5 であれば n=5 で 6V 電 子 ボルトになり、V=5 MV であれば 30 Me の エネルギ になる. これは普通形のものでは 非常に困難で タッデム 方式で始めて可能にな る訳で原子核物理実験には大きな魅力である

写真は負 イオン 源側から撮影したものであ るが、高圧容器は直径約 3 m,長さ約 14 m, 充てん ガス 圧力 16 kg/cm<sup>2</sup> であり、負 イオン 源から分析電磁石までは約 27 m という巨大 な装置で、その構成は負 イオン 源,高電圧発 生本体、排気系、分析系、制御系、ガス 充て ん・循還・回収系からなっている.

この装置は京都大学理学部のご要求で製作 したもので、10 MeV、2 µA (分析電磁石の 入口 スリットにおいて)の プロトン・ビーム をう ることを目標としている.



表紙説明

表紙説明 ここ 10 年間における最も偉大な発明 といわれる レーザ の偉力をまのあたりに デす写真である.出力 50 J に近い 超弩 級 ルピーレーザ の出力光が レッス により ス 物板の表面 1 平方 ミロン、以下の花 後小口 飛行に集中され、瞬時に溶解し火花 を発して飛び散っているところである. 右側に見えている レーザかず の中には ル ビクトランプ が入っており, ルピー結晶 の ロッド とそれをとり囲む 社本 の大きさは直径 1.6 cm, 長さ 16 cm で ある. 巨大な コンデンサパンク に蓄積された 数 すとしつき 2 が入っており, ルピー 結晶 の大きさは直径 1.6 cm, 長さ 16 cm で 数 すとしつき 2 がした レント (すぐれた 4 (波) の 電気 エネルギ により クセンション す kJ の電気 エネルギ により クセンション す kJ の 電気 エネルギ により クロシンシン うちつき なった ひょう ためた (す く) かた 単色性, 平行性) な ルピーレーザ 光 (波 日本 など) です なく, そのす く) れた単色 研究および 軍用, 宇宙 技術などに応用す ることができる.



# **電機**: F

昭和40年 第39巻 第9号(中央研究所30周年記念特集)

目	次							_						_					
	《特集論文》																	1	
	卷頭言	a 40 8 5 8 40														柴山	1-	郎…	2
	中央研究所の	概況		********	unm											石黒	克	己…	3
	質量分析計の	)開発					·後藤	正之	· 尾	形	善	以・金	合 木	飯	允 ·	小材		裔…	8
	大電力パルス	クライス	トロン …岡田	武夫・3	<b>粛石</b>	1 彦・	小野哥	车俊里	• 竹	延	真	設・ネ	申生	忠	興·	家喜	洋洋	司	14
	光磁気共鳴磁	行行	の応用								~ • •								
			…安東	滋•	久保了	高啓.	西岡	忠臣	· 吉	Щ	裕二	1.7	ヒ川	清	人。	尾崎	博	規…	21
	アメリカエイムス	研究所	「納め複	式中性于	一回折響	专置 …						··蘒	原	智	· 宮	下表	*		
			津田	栄一・	弘中-	-光・	柳下	和夫	·梶	田	1	敗・ネ	計岸		聡·	俵 口	久	元…	28
	イオン 交換樹脂	旨によ	るニトロ	้าวชื่อ ต	)精製		******		…太	田	基	義・)	II L	8-0	剛·	山口	久美	子…	35
	電解積分器…										****		No.	卓	也.	松岡	宏	昌…	39
	分相性ホウケイ	酸ガ	ラスの溶	出過程	の体積	変化…	*****	******	…林		次」	郎·豆	互楽	隆	司・	大谷	勝	也…	44
	透過形電子顕	1微鏡1	こよろ、	-רםכעו	X の研	究…							<b>ケ</b> 内	守	久。	北風	敬	<u> -</u>	49
	サイリスタ無整法	流子雷	電動機 …				·····	stixteer		野	栄-	-• 1	岸 本		健·	赤松	;昌	彦…	55
	方向性電力分	配回题	格とその	応用…	******							p	中原	昭次	郎・	紅林	秀都	司…	63
	高速回転体…									原	4	智·沙	度辺	光	人 .	梶田			68
	電解加工								…前	田	祐山	谁。汤	新藤	長	男·	荒井	伸	治…	75
	ダイヤラスチックエ	***=	絶縁…				·穴山	光夫	•伊	藤	公	男・同	司橋	和	郎•	伊藤	昭八	郎…	81
	GaAs 1-1="-	7=1==1	12-11						…油	Л	秀王	2.1	頁崎		涉·	十河	敏	雄…	88
	III-V 族化合	物半江	直休道結	.品	<b>族 林</b> 7	<b>雀次</b> 。	殿	泰一	• 八	原	俊う	変・隆	司田	和	夫•	西面	i宗	男…	95
	17-7 PH 3=-	1120	D RH	加班 …									ŧ	博	司.	今泉	=	2	101
	《新製品紹介》	101.	,										-	13		1. 14			
	ゼロインピーダンス 引過電流継電器会	変圧器 E成・F	完成·三 KK形電码	菱 LOE- 該 マイクロ:	-2-R 形 フラッチ <sup>ス</sup>	%, LO を開発	E-3 形 • MF-	高圧地 70 形,	a絡継 MF	電器 -75	完成形広	・三範囲	菱 II 交流和	[S-3 責算]	-D 刑 電力言	多 十			
	を開発 〈単相 2 機 TC-245 形法	線式	1素子単¾	由計器〉・	150 mi > HD-1	n 電気 10 形象	ジスクク	ラインダ	PA-	150A	<b>\</b> −1	形を	<b>用</b> 発	• ===	<b>夏掃</b> 修	R			108
	《ニュースフラ	ッシュ	>	0 1211		12.40	17474												
	300 kV, 2,500	MVA,	4,000 A	SF <sub>6</sub> ガス	シャ断者	器共同]	之合形式	民試験	終了	· 71	325	56 製	配電	用了	ど旧著	2			
	完成・日新製鋼	副納め	分塊圧延	機の水銀	整流器	駆動・	アルミハニ	7 上処	機用	目動を	<b>扳厚</b> 上	制御書	<b>麦谊</b> 「雷雪	・新早	<b>牟線</b> 有 上面 (	茸			
	研究所納めサー	-キュレー	え ・ NHF	「納め全	モレクト	い空破	テレビジ	ション同	期信号	<b>身分</b>	記器	完成·	PE.R				••••		113
4	令有計と別来》	においてい	すする新	市缶 ケイ・)	や放雷を	「・雷湖	算件 ガヨ	7											117
	《最近登録され	た当社	の実用新	深》…				59 (483282)			ss tit t		*****						20
a	《最近における	社外講	演一覧》		· · · · · · · ·					·····									94
	《表 紙》	1. 2. 3.	大出力 京都大学	ルビーレーサ 学納め横 イオワ 大学	装置 置形の ミェームフ	タンデム	方式 パ 新納める	ン・デ	・ グラー	っ形	加速	志器							
		4.	三菱ケー	光灯明	見スタン	F	(INITARY)	~~~!!	inte d 12	41/13	s par								

卷

tion in the

夏

当社研究部門が生産工場から独立して活動を開始した のは昭和 10 年9月であって、それからはやくも 30 年 の歳月が経過した、神戸和田岬の一隅に呱々の声を上げ てから 30 年、その間の歩みは決して平たんなるもので はなかったが今や当社技術の中心として確乎たる陣容を 誇る中央研究所にまで成長するに至った、この発展は歴 代所長を中心として所員一同のたゆまざる努力研さんも さることながら、諸賢のご支援の賜物であり深く感謝の 意を表する.

ここに研究所創立 30 周年を記念して"研究所特集号" を編し最近の業績の一端を披露して、大方のご批判を仰 ぐはこびとなったことは誠に時宜を得た試みであると思 う.この機会に研究開発に関する所感の一端を述べ、巻 頭の言葉としたい.

日進月歩変遷の目まぐるしい技術革新の時代にあって は研究開発は企業の発展の原動力であり,他社に比べて すぐれた独自の技術を持つことが企業の将来を左右する ことになり研究開発活動の中心である中央研究所の役割 はますます重要なものとなる.

企業会社における研究は基本的知識を探求する基礎研 究から、これを基として新製品を創造する開発研究に至 るまで一貫した研究が必要であるが、いずれの段階にお いても絶えず研究所が中核となってその推進にあたり各 製作所が研究所と緊密な連系を保ちつつ研究開発の成果 の企業利益への貢献を具体化することが研究開発の真の 姿である。

最近の研究は大規模となり広範囲の知識を必要とする 傾向にあり、したがって総合的に知識および技術能力を 集結する共同研究の必要性がますます多くなってきた. 共同研究においては、人格・技量、ともにすぐれた プロジ ェクトマネージャー を得ることが一つの必要条件であり、また これに参加する研究者に、必要な分野の最高の知識・技

### 取締役 研究本部長 柴 山 一 郎

術が要求される. これらの リーター の確保と, たくまし い研究者の育成が研究所に課せられたおもな任務の一つ であろう. 共同研究の実施にあたっては, すぐれた リーダ シップ と研究者の協調と責任, ち密な計画が必要であり, 近来の新技術に対する過酷なまでにきびしい期限の要求 は, 開発研究においては期限どおりに成果をあげること が最も重要であるということを意味するものであろう. 大規模な研究を進めるためにはその中の一部分にでも遅 延があれば全体の計画に大きな影響を及ぼすことを認識 することが必要であり, その管理には新しい手法である PERT などの活用が望ましい.

次に企業における研究といえども一面科学につながる ものであり、その意味で研究の自由という要素も欠くべ からざるものであるが、企業体の研究所でとりあげる研 究はあくまで企業方針に従ったものでなければならず、 その研究成果はなんらかの形で企業利益に寄与する研究 でなければならないことは当然である。しかし研究の遂 行にあたって、各自が十分にその能力を発揮できるだけ の自由と可能性が必要であり、研究管理者は各個の研究 者の能力が最大限にしかも指向された目標に向い発揮で きるようなふんい気をつくることに努力しなければなら ない、

以上研究開発に関し二,三の所感を述べたが,要は企 業における研究開発は企業意識を根底とし、研究本来の 意義を認識して行なわれるべきことという一語につき る.過去の 30 年間に比べ、今後科学技術進歩の速度は ますます増大し企業間の開発競走は激化するものと予想 され、研究所に対する期待と責務もいよいよ増大するも のと考えられる.

今後中央研究所がますます充実し,各位のご支援によ って輝かしい成果が当社製品に具現されることを念ずる 次第である。

2 (1050)

# 中央研究所の概況

石黑克己\*

## General Situation of The Central Laboratories

Director of Research Katsumi ISHIGURO

It is a thirtieth anniversary of the foundation of the Central Laboratories in September.

In the former half of last five years the economic world of Japan made an astonishing development, which induced the necessity of research and development on new products and new techniques in addition to those introduced from foreign countries in every field of industry.

Mitsubishi is no exception, striving hard to push forward its engineering and manufacturing and expanding its research facilities year after year. Originated in the study on basic electric engineering, the Company has extended its scope markedly in last five years. Semiconductor devices electronic apparatus and experimental devices on nucleonics have been added to the subjects of research with consequent increase in the personnel and the expenditures.

Under the circumstances, the Company decided to build new and powerful laboratories to cope with the world trend by procuring a site in the nearby city from the old establishment. The plan, however, is suspended because of general business depression visited in the latter half of the period. To strengthen the research activity and turning it to higher efficiency, the old organization has been revised since then, and now new divisions are now in force, such as a general affair department, a research administration department, first, second and third research department, a development department, a technical cooperation department and a manufacturing department. Aside from them branches for study on semiconductors, electronics and metallurgy have been established here and there. This article gives review on the achievement of there five years just to introduce the sincere efforts on the part of researchers to the circles.

本年は9月をもって中央研究所創立満 30 周年を迎えることに なり、去る昭和 36 年5月に 25 周年記念号を発行して以後の成 果の概要を報告することができることを欣快とするものである.

この5年間の前半は、あたかも日本経済界は驚異的な発展を遂 げた時期にあたり、その根底をなすものの多くが諸外国からの技 衛導入に基づく新製品、新技術であり、この技術革新に対する研 究の必要性・重要性がようやく認識されて、研究所の拡充・新設 が相次いでおこり、とくに基礎研究に力を注いでその成果を長い 目で見る目的で既存研究所を持つ企業にも基礎研究所あるいは中 央研究所の設立されたものが少なくない。

三菱電機株式会社においては、当研究所の 30 年の歴史が示す ようにつと(夙)に先覚経営者によって電気機器製造事業の将来に 備えて,独自の力による技術の向上と製品開発を目的とする研究 所が創立された。その後戦争中,戦後のきびしい社会情勢の激し い変化の中にもかかわらず創立の精神を貫き通して年々拡充を続 け、内容の充実を図ってきて、今や総員 1,100 名を数えるに至っ て、この5年間には別項に詳述するように、電子応用機器,電子 機器部品をはじめとして、原子力関係の実験装置および放射線応 用機器の開発などの新しい分野と材料関係の研究のために研究者 を増員し、多額の研究費が投入された。一方研究成果の製作所へ の移管を積極的に進めそれに伴う人員の移動も活発に行なわれた ので総人員の増加数が比較的少ないのはこのためであるが、単に 新製品を移管したばかりでなく有能な技術者を新技術とともに製 作所に移植したことになり無形の大きな寄与を行なった。

研究項目がとみに増加するばかりでなく、その規模も漸次に大

形化してきたため、現研究所の狭あい(隘)と設備の陳腐化のきざ しがあらわれてきたのでし(箕)面市内に適地を求めて新研究所の 建設を計画したが、この期間の後半に訪れた電機製造業界全般の 不況の波におされてその実現ははばまれている.しかしながらこ の間,研究態勢の強化・効率化のために38年11月よりは従来の 9研究室と総務、工作両部門を改編して,総務部,研究管理部,第 1,第2,第3研究部,開発部,技術協力部および工作部としたほ か、半導体の北伊丹分室,電子管の京都分室、金属材料の相模分室 とを設けて,研究と開発および製作所に対する技術協力態勢の明 確化と強化を図った.その後京都分室の京都製作所への合併、半 導体分室の第1研究部への吸収を行なうとともに、鎌倉に高周波 機器研究部を移駐させ,相模分室も金属材料研究部と改称して研 究活動をよりいっそう容易にするように改めて今日に至っている.

電気機器という当社製品分野においてその製品がより高度の性 能が要求され、新しい科学と技術の分野がより深く究められるに つれて研究開発の対象も方法もいっそう高度なものかつ早い速度 が要求されるので、昨日の成果も今日はすでに陳腐なものとなる ことも少なくない、その意味では過去5年間の成果の羅列は無意 味ともいえるが、所員のたくましい足取りをたたえるとともに、 今後の発展への足掛りともなることを念じつつ研究の一端の概要 をまとめて 30 周年記念号を発刊して大方のご批判を仰ぐことと した。

### 1. 電力機器

電力需要の増大に伴って、発電機の大形化と送配電系統におけ

\* 研究本部技師長



図1研究用真空シャ断器 (オメガトロン 質量分析計および B-A ゲージ を付けて 真空シャ 断器内の残留 ガス の分析を行なっている.) Fig. 1 Vacuum interrupter for testing.



図 2 MHD 発電用 アセチレン 燃焼器と発電 ダクト Fig. 2 An acetylene combustor and a generator duct for MHD power generation experiment.

る超高圧化の要請にこたえるため,発電機,変圧器ならびに シャ 断器などについての活発な研究開発が製作所と共同で実施された. 発電機の大形化に対しては,液体冷却方式を独自の技術で完成す るため,すでに基礎試験を完了し,実用化試験を開始しつつある. シャ 断器については,SF6を用いる シャ 断器の各種基礎特性を解 明し,伊丹製作所における実用機の開発に協力した.新しい シャ 断器としての真空 シャ 断器の開発を完了し,京都製作所で製作し つつある (39 年). 将来の発電方式の一つである MHD 発電に ついては プラズマジェットを用いた実験装置による試験を完了し,化 学燃料を用いる試験を実施中である.

2. 制御と計測

電力系統の制御については,無効電力制御装置を試作するとと もに,火力発電機群の保修計画,揚水発電所の運用法および直流 送電系統などの解析を行なった.制御方式の基礎となる最適化制 御,情報制御の研究を行ない各方面に応用した.制御機器として は,主としてサイリスタを応用した各種 インパータを開発し,電動 機の速度制御などに応用した.工業用計測器としては,高速度 X 線厚み計を開発し,神戸製作所で製品化され八幡製鉄へ納入され (37 年),本年 10 月には住友金属へも納入される予定である.

### 3. 電子計算機関連機器

計算機の大形化と高速化の要求にそって各種の研究が行なわれた.大容量磁心記憶装置は大船製作所と共同で開発し,磁性薄膜記憶装置については,実用化研究を完了した.MELCOM-1101F 用自動 プログラミングシステム として,自動 コンパイラ MUSE および MAMA を完成して,同 1530 用 COBOL システム の編集を行なった.モレクトロン(集積回路)を利用した高速論理回路についても 研究を実施中である.

#### 4. 科学機器

科学機器としては,各種大形粒子加速器,放射線実験用機器,科 学測器類の開発が活発に行なわれた.加速器としては,10 MeV タンデム方式パン・デ・グラーフ形加速器を完成し京都大学へ納入した (39 年). 東北大学納め 100 MeV 電子線形加速器を製作中であ る. 陽子線形加速器は 5 MeV のものを建設中である. 放射線実 験用機器では、わが国で当社のみが製作している中性子回折装置 は原子力研究所はじめ国内各所へすでに5台を納入し、さらに39 年 アメリカ エイムス 研究所 (アイオワ 大学) へ輪出した. その他中性子 チョッパ,中性子分光機なども多数製作した.照射装置および放射性 物質取扱装置の関係では, 30 万 キューリ Co<sup>60</sup> 照射装置を 39 年 に完成し、マニプレータ は、機械式は各種のものを数十台製作し、 電気式 メカニカルアーム (50 kg 用) を インド 原子力研究所用に製作 した (40年). 科学測器としては, 質量分析器 (二重収 レン形オ メガトロン形など),核磁気共鳴装置,電子スピン共鳴装置などの物 性研究用装置のほか、ロケット用の光磁気共鳴磁力計が開発され た (39年). 近年その応用が急速に進歩した極低温関係では へりウ



図 4 タンデム 方式 パン・デ・グラーフ 形加速器 Fig. 4 Tandem system Van-de graaff accelerator.



図 5 アリカ エイムス 研究所納め複式中性子回折装置 Fig. 5 Double neutron diffractometer exported for AMES Laboratory.



図 3 可変周波数 イン パータによる交流電動 機制御の試験装置 Fig. 3 Test equipment for variable frequency drive of AC motors by thyristor inverter.



図 6 ロケット 用 光 磁 気 共 鳴 磁 力 計 (40 年 1 月 31 日鹿児島宇宙空間観測所から打上げられた 東大宇宙航空研究所の L-3 形 2 号ロケット に装着された セシウム 磁力計)

Fig. 6 Cesium vapor magnetometer for rocket.



図 7 気体液化室 (He, H<sub>2</sub> など低沸点 ガス の液化を行なう) Fig. 7 Low boiling point gas LIQUEFYING CENTRE.

液化装置の開発が終わり(36年),すでに長崎製作所で続々生産 されている.レーザの関係では ガスレーザ,ルビーレーザ および半導体 レーザの基礎研究を完了し応用機器の開発が行なわれている.

### 5. 高周波機器

宇宙通信用高利得低雑音 ァンテナ,航空機用,列車用,自動車用 各種 ァンテナ などは アンテナ 研究の代表的成果である. 有骨多面体 レードーム について電気的特性の研究を行ない,富士山頂気象 レーダ 用 レードーム の完成に導いた.



図 8 宇宙通信アンテナ用自己追尾装置 Fig. 8 Tracking device for space communication antenna.



図 9 400 Mc 帯移動電力無 線用小形 サーキューレータ Fig. 9 Small circulator for use with 400 Mc band mobile power radio equipment. 新原理による低損失 VHF・UHF 帯小形 サーキュレータ の開発, 位相調整用の フェライト 移相器の研究を行なった.

衛星追尾用,富士山気象 レーダ 用の パラメトリック 増幅器,ならびに新幹線始運転,オリンピック のテレビ 中継の TDA を開発した.

### 6. 電 子 管

大出力高周波発振管, ミリ 波管, カラーブラウン 管, 蓄積管, 光電 管などの研究開発が実施され, カラーブラウン 管は 38 年より京都製 作所で製作されている.大出力進行波管, クライストロン, ラダートロン, 蓄積管なども試作が完了し, 製品化の段階にある.



図 10 ラダートロン LV-5010 Fig. 10 Laddertron.

7. 半 導 体

素子関係では大容量 サイリスタ,集積回路,特殊 ダイオード, CdS セル などの研究開発が行なわれたが,サイリスタ,集積回路はすでに 北伊丹製作所で生産されている.特殊 ダイオード も,GaAs パラクタ ・ダイオード, PNPN スイッチング 素子,Si パリキャップダイオード,放射線 検出用 ダイオード などの開発が完了し,生産準備中である.レーザ・ ダイオード も各種のものが試作された(38年).材料面では電子冷 凍用材料,デンドライト結晶,エピタキシァル結晶などが開発され,あ との二つのものは実用段階に入っている.



図 11 GaAs ダイオード の室温における レーザ 発光 (下の写真は上の写真の ダイオード から レーザ 光を赤外線顕微鏡で観察したもの) Fig. 11 Laser ray from a GaAs diode at room temperature.

### 8. 管球用材料

管球用材料の開発も継続して行なわれ、ケイ光灯および TV 画 像管用のケイ光体、各種管球用陰極、ガラスおよび磁器材料の分野 において新管種の開発に大いに貢献した.メッキ 関係では無電気 金メッキ 液の高性能のものが開発された (37 年).

### 9. 高分子材料

高分子材料の橋かけ密度と ガラス 化温度など絶縁材料追求のた め基礎的性質について、アナログ 計算機を用いる力学的性質の シミ ュレーション が行なわれた.耐熱絶縁材料に用いる ポリフェニール 系高 分子材料の開発が行なわれすでに実用段階に入っている. エポキシ 樹脂系各種 ワニス,接着剤の応用も電力機器の性能向上に重要な 役割をなした.半導体, カラーブラウン 管や金属 マスク 加工などに用 いられる感光材料や表面処理剤についても広はんな研究が行なわ れた.

### 10. 金属材料

磁性合金、パネ 材料、パイメタル などの他に新しい材料である超電 導合金の製造研究を行なう一方その磁気特性の完明に努め将来の 超電導 コイル 設計の資料を集積した.磁性材料の分野では多くの 新種 フェライト の試作が行なわれ、一部は製品化された.

### 11. 加工機および工作法

新しい方式の加工機として注目される電解加工機は条こん(痕) を残さない方式が開発され(37年),名古屋製作所において生産 されつつあるがさらに精度の向上,難加工材の加工方法などの研 究が続けられている.工作法ではとくに溶接関係につき,MIG 溶接,NO-GAS アーク溶接などの現象の解析が行なわれ、実用 面で大いに貢献した.

#### 12. 材料強度および振動

各種材料の応用解析および疲労についての研究を実施し,各種 機器の設計基礎資料を提供した.家庭用電気品より,大形発電機 までの各種機器の振動問題を解析し,製品の性能向上に貢献した.

### 13. 分析

被状陰 イオン 交換樹脂および エレクトログラフ 法の分析への応用が なされ材料中の微量成分の分析に貢献した。

#### 14. 計算技術

電力系統の解析に アナログ 計算機を用いる従来の方法から、ディ ジタル 計算機を用いる方法を導入し、社内外の系統計算に多数応 用した.計算機の応用の一つとして、文献機械検索 システム (MELISS)を開発(39年)実施中である。

### 昭和10年9月16日(1935) 社内全体の研究機関として、神戸製作所構内に本店研究課が誕 生した. 課長には, 堀元夫参事が就任. 総勢 20名. 鉄骨 スレー ト ぶき, 延 2,300 m<sup>2</sup> の建物が実験室にあてられた。 昭和15年3月 (1940) 本店研究部と改称,部長には引続き堀参事が就任. 昭和16年6月 (1941) 尼崎市南清水の現在地に移転を開始した。当初の実験室は、木 造平屋および2階建の4棟と レンガ 造1棟, 延 7,000 m3 であ st. (12 月 8 日, 第二次大敵勃発) 昭和17年7月 (1942) 移転完了. 電気・物理・化学第一・化学第二・無線第一・無線第二・試作 の7課が組織された 昭和18年10月 (1943) 事務課が新設され、神戸製作所内にあった特許課が移管されて 部内は9課となった. 昭和19年3月(1944) 研究所と改称、独立場所になった、初代所長に引き続き堀参与 が就任. 4月 鉄筋 コンクリート 3 階建, 延 5,890 m2 の本館が完成した この年に装備された主要な実験設備は, 磁気材料試験装置 水銀整流器試驗設備 2,000 kV 衝擊電圧発生装置 100,000 A 衝撃電流発生装置 2,000 kV シャ 断試験装置 断熱材料研究用としての特殊試験装置 などがある. 昭和20年4月 (1945) 大阪市南区鰻谷中之町に焼損鉄筋建物を利用し3階建、延 1,100 m<sup>2</sup> の真空管工場を設置,長堀工場と称した. (8 月 15 日終戰) 昭和21年1月 (1946) 伊丹製作所の無線機部が移管され、無線技術課、無線工作課が 新設された.

6 (1054)

### 譜

年

4月 無線第一課と無線第二課とを統合して無線研究課と改称. この年に班制度,引き続き係制度が設けられた. 昭和22年2月 (1947) 所長・堀元夫取締役が常務取締役に就任. 2代目所長に名古屋製作所副長・若山高根参事が就任. 3月 無線技術課と無線工作課が伊丹製作所に移管された。 昭和24年5月 (1949) 研究所長堀工場を研究所長堀分室と改称. 12 月 長堀分室を閉鎖した. 昭和26年8月 (1951) 研究室制度が設けられるとともに新しい職制が敷かれた。 総務部(事務課, 整備課) 特許部(出願課,調查課) 電気第一研究室 雷気第二研究室 物理研究室 化学第一研究室 化学第二研究室 材料研究室 工務課 昭和28年7月(1953) 120 m<sup>2</sup> の ベータトロン 実験室が完成した 9月 電気第二研究室員の全員が無線機製作所の設立に先行して,伊 丹製作所無線機部に転出した。 10 月 無線機製作所が設立され、転出した研究員は無線機本務、研究 所兼務となった。 昭和29年2月 (1954) 特許部が本社直轄となり、転出した 4月 物理研究室室長・大野才三参事が副長に就任、 5月 所長·若山高根取締役逝去, 6月

3 代目所長に伊丹劇作所所長,弘田実禧取締役が研究所所長兼 務に就任. 7月 新 ワニス 工場および新 ワニス 倉庫 (計 820 m2) が完成した. 8月 弘田所長が常務取締役に就任. 4 代目所長に副長・大野才三参事が就任. 物理研究室が物理第一研究室,物理第二研究室に分割された. 12 月 逾料課が誕生1た. 昭和30年3月(1955) 電気計算機室 (340 m<sup>2</sup>) が増築され 電子管式 Ptuj 計算機 交流計算盤 などが設置された. この年には、電子顕微鏡、 ゲッチンゲン 形風胴などが設置された. 昭和31年4月(1956) 総務部に経理課が新設された. 6 8 560 m<sup>3</sup> の トランジスタ 試作工場が完成した. 10 月 天皇,皇后両陛下行幸啓の光栄に浴した. 昭和32年5月 (1957) 電気第二研究室員の無線機製作所本務が解かれ実質上の再発足 となった 10 月 TV 画像管と高圧 ケイ光水銀灯の生産が人員とともに無線機製 作所に移管された. 昭和33年4月 (1958) 三菱原子力工業株式会社設立に伴い,十数名の人員が転出した. 6月 新 トランジスタ 試作工場, 延 590 m² の増築が完成した. 7月 工務課新工場(延 1,370 m<sup>2</sup>)が完成した. 8月 新放射線実験室 470 m<sup>2</sup> が完成した. 10 月 放射性材料実験室 180 m<sup>2</sup> が完成した. この年には、ベッディックス電子計算機が設置された. 昭和 34 年 1 月 (1959) 機械研究室が新設された. 3月 プラズマ 実験室 (200 m2) が完成した. 8月 トランジスタの生産工場として北伊丹工場が設立された. 9月 新放射線実験室の第2期工事(200 m<sup>2</sup>)が完成した。 昭和35年7月(1960) 化学第一研究室室長・石黒克己参事が副所長に就任, 8月 本館増築工事 (2,240 m<sup>2</sup>) が完成した。 12 月 大野所長が取締役技師長に就任. 5代目所長に石黒克已参事が就任. 昭和36年2月 (1961) 計測実験室(延約2,000 m2)が完成した。 塗料課の設備人員のすべてが伊丹製作所に移管された. 物理第三研究室が新設された。

3月 工務課試作工場の増築工事(延約 1,300 m<sup>2</sup>)が完成した。 4月 試作部が設立され従来の工務課は工務課、試作課に分割された 現研究室に主任研究員制度が新設された。 5月 研究所北伊丹分室鉄筋 コンクリート 造3階建(延約3,250m²) が 完成した. 6月 総務部長・川岡清次郎参事.物理研究室長・菅野正雄参事が副 所長に就任. 昭和38年4月 (1963) 東館 (1,632 m<sup>2</sup>) が完成した. 放電研究実験室(1,648 m<sup>2</sup>)が完成した. 11 月 研究所の名称が中央研究所と改称された. 名称の改称と同時に2部10室を廃止し、次の8部3分室に職 制が改正された. 総務部 総務課, 経理課, 業務課, 資材課 研究管理部 企画課,研究管理課 第一研究部 第二研究部 第三研究部 開発部 設計課, 開発課 技術協力部 絶縁材料課,分析課,計算機課 工務課,工作課 工作部 北伊丹分室 相模分室 京都分室 昭和39年2月(1964) 放射線機器組立実験室(493.5 m<sup>2</sup>)が完成した 8月 職制の一部が次のとおり改正された. 工 作 部 工作第一課,工作第二課 開発部 設計課, 開発第一課, 開発第二課 昭和40年1月 (1965) MG および マイクロマシン 機械室 (67.77 m2) が完成した. 2月 職制の一部が次のとおり改正された. 総務部 総務課,経理課,業務課,資材課 研究管理部 企画課,研究管理課 第一研究部 第二研究部 半導体分室 第三研究部 開発部 設計課, 開発第一課, 開発第二課 技術協力部 絶縁材料課, 電気課, 分析課, 計算機課 工作第一課,工作第二課 工作部 金属材料研究部 高周波機器研究部 3月 501 工場増築 (330 m<sup>2</sup>) が完成した. 7月 副所長川岡清次郎参事は弘前電鉄に出向 8月

所長石黒克己参与は研究本部技師長(中央研究所駐在)に就任 6代目所長に柴山ー郎取締役が研究本部長兼中央研究所長兼総 務部長(中央研究所駐在)に就任

# 質量分析計の開発

後藤正之\*·尾形善弘\*\*·鈴木敏允\*\*·小林 喬\*\*

## Development of Mass Spectrometers

Central Research Laboratory Masayuki GOTO-Yoshihiro OGATA-Toshimitsu SUZUKI-Takashi KOBAYASHI

New type mass spectrometers have been now developed. One of them is a model MS-520 spectrometer of a double focusing system with an aim of analyzing solid and gas in general case and also of the analysis of isotope abundance ratio, while the other are model MS-315 and model MS-223 spectrometers of a Nier type for the purpose of the determination of geological age. To make possible the analysis of minute amounts of test samples and the determination of the abundance ratio of isotope a pumping system, ion source, ion detectors, power supplies and measuring equipment have been given technical studies so as to develop mass spectrometers of low background and high sensitivity. From March, 1964 to April, 1965 the products have been delivered to Tōkyō and Kyōto universities and other institutes, the number being aggregated to six sets. They are now in practical use in experiments.

### 1. まえがき

最近の質量分析計の普及は著しいものがあり、化学工業および 理化学実験の分野でひろく用いられるようになっている. さらに ここ 2,3年の間に、極微試料の分析、微量同位体存在比の測定 ならびに質量分析計による岩石の地質年代の絶対測定といった新 分野が クローズァップ され、これにこたえる質量分析装置を必要と するようになってきた.

これらの目的に適した装置として MS-315 形, MS-223 形お よび MS-520 形の3 種類の質量分析計を新たに製品化して, 東 京大学理学部地球物理学教室,京都大学理学部地質鉱物学教室, 工業技術院地質調査所および東京大学原子核研究所に納入し,そ の一部はすでにか(稼)動実験を開始している.

パックグラウンド が少ないこと, 高感度高精度が要求されること, ならびに分解能・再現性など質量分析計として必要な一般性能を 達成するため, 設計工作技術的にかずかずの問題点があり, 製品 化にあたり解決を必要とした. ここにこれら新しい質量分析計の 構造と性能の概要を報告したい.

### 2. 目的および概要

同位元素存在比を測定できるということは質量分析装置本来の 特長であり、これを目的とした質量分析計はとくに目新らしいも のではない.しかし最近の高真空技術の進歩、イオン電流測定感 度の向上などの技術分野の進歩はさらに微量分析の可能性をもた らし、微量同位元素分析用装置の出現をみることになった.

さらに質量分析計が国内で製品化市販されてすでに 15 年をこ えるが、その間 イオン 光学的な ビーム の収束方式に新しい原理を 取り入れた例はほとんどなく、質量分析計技術者は地味な技術の 進歩を少しずつ積み重ねた保守的な進み方をしてきたということ ができる. ここにご紹介する2種類の装置は、一つは従来の分析 ・収束方式をそのまま用いて低 パックグラウンド、高感度の微量分析 用装置として一歩すすめたものであり、いま一つは新しい収束方 式をとり入れて高分解能、高感度化をねらったものである.

### 2.1 立体収束方式の試み

均一な磁界のなかで荷電粒子は円軌道を描き、その軌道半径は

8 (1056) \* 中央研究所 (工博) \*\*中央研究所



図 2.1 立体収束方式と従来の方式との比較 Fig. 2.1 Comparison of double-focusing system and convensional single-focusing system.

粒子の運動量の関数である―ということを利用して質量分析, 同位元素分離ならびにペータ線分析などの仕事がこれまで長い間 行なわれてきた。この場合の分散能力は軌道半径に比例するから, 分解能をあげようと思えば磁石を大形にする必要があり,大形で 高価な装置とならざるを得なかった。また点線源を出て均一磁界 で偏向分析された ピーム は,像点で1点に集まらず帯状に収束す る。つまり均一磁界は1方向のみにしか レンズ作用を持たない不 完全な レンズ ということができる。粒子軌道の半径方向に つう配 をもった磁界が2方向に集束性をもたせうること,運動量分散を 大きくできること―すなわち レンズ うりズム としてさらにすぐ れていることは以前から知られており、ペータ線 スペクトロメータ な どに用いられた例は少なくない。たとえば

$$H = H_0 \left\{ 1 - \alpha \frac{r - r_0}{r_0} + \beta \left( \frac{r - r_0}{r_0} \right)^2 + \cdots \right\} \quad \dots \dots \dots \dots (2, 1)$$

の形の磁界は  $\alpha = \frac{1}{2}$  ととることにより図 2.1 (b) のように二 重収束性をもち,分散が2倍となることが期待される.これにさ らに イオン 光学的な検討を加えることによって収差の少ない系と することができ,分解能と感度のすぐれた分析計を得ることがで きる.この点については3章でさらに詳しく触れる.

### 2.2 低バックグラウンドと高感度のねらい

分離された同位元素存在比の測定,あるいは物質中に含まれる 微量成分の分析などの目的で 10-8~10-5 cc の気体試料または数 ~数百μg の固体試料を分析する必要があり,高感度質量分析

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

計に対する必要性はここ 2,3 年の間に急に高まってきた. 放射 崩壊同位元素による岩石の地質年代の絶対測定はそのよい例であ り、全国の地質,地球物理研究者が質量分析計の使用に関心をも ち、また大阪大学緒方研究室を中心に極微試料の同位元素分析 の研究が進められてきた.年代決定の原理については4章で触れ る.

このような目的の実験にあたり質量分析装置に要求される性能 は,

(1) 分析すべき試料と同じ質量数の パックグラウンド が十分低い こと,

(2) 10-8~10-6 cc 程度の気体試料を数 パーセント の精度で分析できる感度と再現性を有すること,

(3) 分解能は必ずしも高い必要はないが,余裕をもった分解 能で使用できること,などである.

低パックグラウンドの要求に対しては到達真空度をよくすること, 炭化水素のパックグラウンドをへらすことを意図して,気体分析用の 装置はパイレックスガラス 製分析管と水銀拡散ポンラ,イオンポンプの併 用を実施した.また感度,再現性に関しては二次電子増倍管の使 用、イオン源の特性の再検討,ならびにトランジスタを有効に利用し た電源諸回路の安定度の向上などの検討を加えて全般性能を高め る方向に努力を加えた.4章に述べるように、アルゴンによる地質 年代決定用質量分析計 MS-315形はかなりの程度まで目標を実 現することができ、か動実験の段階に入っている。

### 3. 立体収束質量分析計

### 3.1 原 理

2.1 節に述べたように、式 (2.1) で与えられる磁界は  $\alpha =$   $1_2$  ととることにより二重収束性をもつが、 $\beta$  の値を適当に選ぶ ことによってさらに高度の収束性をもたせることができる. この 形の磁界は偏向角 $\sqrt{2\pi}$ =254.6° で集束するものであるが、いま 物点の大きさを  $\delta r$ 、 $\delta z$  (イオン 源 スリット の タテ、ヨコ の寸法) と し、物点から出る ビーム の開き角を  $\varphi_r$ 、 $\varphi_z$  とすると、像点にお ける ビーム の幅 (r 方向) は

$$\begin{split} \delta r' &= -\delta r + \frac{2 - 4\beta}{3r_0} (\delta r)^3 + \frac{4\beta - 3}{3r_0} (\delta z)^3 + \frac{16\beta - 2}{3}r_0, \varphi_r^2 \\ &+ \frac{16\beta - 6}{2}r_0 \varphi_z^2 \qquad (3.1) \end{split}$$

となる<sup>(1)</sup>. ( $\varphi_r$ ,  $\varphi_z$  の一次の項は  $\alpha = 1/2$  の条件で 0 となっている). ここで右辺の &r 以外の項は収差を与えることになる. よい収束条件を得るには、目的に応じてほかの項を適当に 0 にする 必要があり、 $\beta = 1/8$  にとり  $\varphi_r^2$  の項を消す, あるいは  $\beta = 3/8$  にとって  $\varphi_z^2$  の項を消す——といった方式が一般に用いられている.

質量分析計においては鉄心をもった電磁石を用いるため磁極の 形はなるべく簡単な形が望ましいが、 $\alpha=1/2$ 、 $\beta=1/8$  あるいは 3/8 は磁極面が簡単な曲面にならないので、設計・工作上からは  $\alpha=1/2$ 、 $\beta=1/4$  の円 スイ面を使うことが最も望ましい。幸いなこ とにはこの  $\alpha=1/2$ ,  $\beta=1/4$  の磁界でも他の条件を適当に選ぶこ とによって、 $\beta=1/8$  あるいは 3/8 よりもすぐれた収束性の得ら れることが S. Penner<sup>(2)</sup> および坂井<sup>(3)</sup> によって見出された。  $\alpha=1/2$ ,  $\beta=1/4$  の場合の像点における ビーム 幅 (r 方向) は

$$\delta r' = X \cdot \delta r + \frac{1}{6} (\cos \varphi_0 - 1) (1 - \cos \varphi_0 - 2X) \delta z^2$$



$$-\frac{1}{3} \frac{1-X^3}{X^2} \varphi_z^2 - \frac{\sqrt{2} (\cos \Phi_0 - 1)}{\sin \Phi_0} [1 + \cos \Phi_0 - X - X^2] \delta z \cdot \varphi_z$$

となる. ここに X は倍率であり次式で表わされる.

以上の条件から決定された装置の諸元は下記のとおりである. 偏向角  $\sqrt{2}\phi_0=2\sqrt{2}/3\cdot\pi=169^{\circ}42',$ 物点から磁界入口までの距離  $l_1=\sqrt{2}r\tan\phi_1=\sqrt{2}(2-\sqrt{3})r_0,$ 磁界出口から像点までの距離  $l_2=\sqrt{2}r_0,$ 焦点距離  $f=2\sqrt{2}/\sqrt{3}\cdot r_0$ 倍 率  $X=(\sqrt{3}+1)/2.$ 質量分析計としての分散は

$$D = r_0(1+X)\frac{dM}{M} \qquad (3.4)$$

となるから、イオン 源 スリット 幅を  $S_1$  コレクタスリット 幅を  $S_2$  とす れば、理論分解能として

$R = \frac{r_0(1+X)}{S_1X + S_2}$	(3.5)
0121 1 0 2	

を得る。一般の均一磁界形分析計の理論分解能が

質量分析計の開発・後藤・尾形・鈴木・小林

#### 

であることを考えれば、同一軌道半径で2倍の分解能が期待でき ることになる.この方式の装置は東京大学原子核研究所坂井博士 のご提案に基づいて試作開発し、MS-520形として同所に受注納 入して期待どおりの分析性能を実現することができた.

#### 3.2 構造

この装置は本体部および電源操作部から構成されており,その 外観を図 3.2 に示した.本体部は(1)電磁石部,(2)分析管部, (3) 排気装置 から構成され,電源操作部は(1)イオン源電源, (2)電磁石電源,(3) ペークアウト 用電源,(4) 測定記録部,(5) 排気系電源,その他からなっている.

電磁石は C 形で偏向角 169°42′ で磁場間 ゲキ は中心軌道で 25 mm, 磁界の強さは中心軌道で最大 4,500 Oe. 中心軌道半径は 200 mm, 磁場の強さは r 方向に つウ配をもち,中心軌道面でほ ぼ r<sup>-1</sup> に比例している. 材質は炭素含有量が 0.04% 以下の純 鉄で コイル の アンペアターン 数は最大 15,000 AT である. 分析管の ベークアウト に際しては, 電磁石は 2 分割して上下に開く構造にな っている.

分析管部は イオン を偏向分析する分析管,イオン 源および イオン 測定用 コレクタ,二次電子増倍管からなっており分析管は ステンレス 鋼製内径 160 mm 外径 260 mm 高さ 23 mm 肉厚 1.5 mm の半 円弧形のもので、つランジ はすべて溶接構造であり、イオン 源、二次



図 3.2 MS-520 形質量分析計 Fig. 3.2 MS-520 mass spectrometer.



図 3.3 MS-520 形質量分析計の構造 Fig. 3.3 Construction of MS-520 mass spectrometer.

電子増倍管, 排気系への連絡は メタルガスケット を用いている. イオ っ 源は気体用 イオっ 源と固体用 イオっ 源があり前者は電子衝撃形 イオっ 源であり後者は表面電離形 シングルフィラメント 形 イオっ 源であ る. イオっ 測定用 コレクタ には ダイレクトコレクタ と二次電子増倍管が あり, 二次電子増倍管は Cu-Be 電極 12 段からなり振動容量電 位計と組み合わせて使用すると 10<sup>-18</sup>A 程度の イオっ が測定可能 である. 分解能を決める イオン源 スリット  $S_1$ , コレクタスリット  $S_2$  は それぞれ 0.15 mm, 1.0 mm にした.

イオン 源電源(加速電圧電源も含む) と電磁石電源は分析計が磁 界のパラメータで決められた性能に近い性能を出すための安定度が 要求される。この分析計のイオン 源電源および電磁石電源は,電 圧および電流変動率を 1×10-4/h 以下の安定度にした。

#### 3.3 性能

この分析計の性能 テスト はおもに ガス 試料で行なった.使用した試料は H<sub>2</sub>O (パックグラウンド) と Xe ガス である. 走査は磁場走 査と電圧走査とできるが分解能測定のときは電圧走査で スペクトル を取った.

分解能は Xe の同位元素を用いて測定した. 図 3.4 はその スペ クトル である. この スペクトル から分解能を求めると 340 程度にな り、一方理論分解能式(3.5) から収差のない理想的な場合の分解 能を求めてみると R=390 となり、収差を考慮に入れると実測 された分解能は設計値に近いと考えられる.

ピークの形および精度は質量分析計を定量的な分析に用いる場合重要な役割をはたす. これは Xe の同位元素を繰り返し測定しその存在比の変動および H<sub>2</sub>O の スペクトルの ピークの時間的変動を求めて精度 (再現性と安定度)を推察した. 図 3.5 はその図で、図からわかるように明らかに フラットトップ が認められ、分解能に十分余裕がみとめられる. また同位元素存在比の測定精度は Xe について繰り返し測定し、0.1% よりよい再現性を得ている. 気体分析感度は He ガス に対し 10<sup>-11</sup>A/µHg 程度である. 固体試料による感度測定は表面電離形の イオン 源がかなり複雑な フルマイを示すので; 一義的に感度を決めることができなかったが、~10<sup>-13</sup> A/mg 試料 (Rb) 程度の値が得られた.



### 4. 地質年代決定用質量分析計

### 4.1 質量分析計による地質年代決定法

放射性核種の崩壊定数が時間によらずまた周囲の環境にもよら ず常に不変であるという前提のもとに,その崩壊生成物の量を測

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

定することによって,その核種を含有する岩石鉱物の年代を求め ることができる。

このような年代決定に用いられる核種の数は少なくないが,と くに同位体存在比の測定に質量分析技術を利用する年代決定法を 核種別に分けると,

(1) K—Ar 法,

- (2) Rb-Sr法,
- (3) U-Th-Pb 法 などがある.

これらのうちいずれの測定法を用いるにせよ、同位体存在比の 測定に使用される質量分析計には、岩石鉱物から得られる試料が 極微量であるために、高感度、低 パックグラウンド であることが共通 して要求される。

K—Ar 法は K<sup>40</sup>→Ar<sup>40</sup> の崩壊を利用するもので,その半減期の 長さが地質年代に適していること,Kはほとんどあらゆる鉱物に 含まれていることなど利点が多い.しかし Ar<sup>40</sup> が大気中 アルゴン の 99.6% を占めていることから,岩石中の放射生成 Ar<sup>40</sup> と混 在している大気 アルゴンの補正は,存在比 0.36% の微量 Ar<sup>30</sup> を 目じるしとして行なわなければならない.

Rb—Sr 法は Rb<sup>87</sup>→Sr<sup>87</sup> の崩壊を利用するもので、Sr<sup>87</sup> の自 然存在比が低いこと、試料中に パッククラウンド Sr が含まれること が元来少ないことなどから、K—Ar 法に比べて補正がそれほど 重要でなくなるので有利である. しかし Rb は一般の岩石中には 徴量しか含まれないこと、 半減期が長いため放射生成 Sr<sup>87</sup> の蓄 積が微量であることなど、Rb と Sr の定量方法にはかなりの実 験的困難がある.

今回年代決定用として開発した質量分析計は, K—Ar 法のた めの気体用 MS-315 形と, 主として Rb—Sr 法を目的とした固 体用 MS-223 形とである.

#### 4.2 構 造

気体,固体用とも,装置は分析計本体と電源操作盤からなる. 分析計本体は分析系,排気系(気体用ではさらに試料導入系)と に分けられる.電源操作盤は イオン 源制御電源を除いて気体,固 体用および前節の MS-520 形ともにほぼ共通の仕様となってい る.気体用装置の外観を図 4.1 に示す.

### 4.2.1 気体用分析計本体

(1) 全体の構成

本体の構成を図4.1に示す.分析系 イオン 軌道半径 15 cm, 偏向角 60°, 均一磁場による単収束方式である.分析管はパイレック スガラス 製で,加熱炉中に水平に支持されている.配管を含めて,



図 4.1 MS-315 形質量分析計 Fig. 4.1 MS-315 mass spectrometer.

分析管を ガラス 製にしたのは、ガス 放出源になりやすい金属表面 積を減らし、また ガスケット による配管方式に基づく トラブル を避 けるためである.分析管は加熱炉で ベークァウト でき、このとき電 磁石は炉の外へ移動する.

分析管の構造で特長的なのは試料分析を行なう際に、通常の動 作動法以外によって感度の高い静作動法も行なえることである. 試料導入系は カットオフバルブ によって分析計と独立に ベークァウト 排 気ができる.排気系統と操作は分析系の場合には、油回転 ポンプ, 水銀拡散 ポンプ および ドライァイス 冷却 トラップ によって 1×10-5 mmHg 程度までに圧力を下げたあと、拡散 ポップを カットオフ し イオンポンプによって排気する. イオンポンプによる排気は到達真空度, 有効排気速度、真空維持の容易さと効率(電力、冷却剤)などの 点で,水銀拡散 ポップ 系による排気に比べてはるかにすぐれてい ることがわかった. 試料導入系の場合には、大気にさらされるひ ん度が多いこと、それほど高真空を必要としないこと、試料抽出 法の使い方しだいでは導入系の ヘークァウト を避ける必要が出てく ることなどの理由から、短時間に ベークァウト なしで一応の真空度 を得ることが望ましい. 水銀 トラップのあとに特殊構造の冷却トラ ップを設けたのはこのためで,この トラップに液体空気を用いれば ただちに所期の真空が実現できる.

(2) 分析管

分析管は全長約 1 m, その両端は 60  $\phi$ , 央部が 30  $\phi$  の パイ レックスガラス 管で, 両端にはそれぞれ イオン 源, イオン 検出器が マ ウット され, 中央部は一部扁平な偏向管となって分析電磁石の磁 極間(間隔 20mm)にそう入される.分析管は加熱炉床上に イオ ン源, イオン 検出器部の 2 個所で支持される.試料導入系から イ オン 源内 イオン 化 チェンパ にまで通じている試料導入管は, イオン 化 チェンパ の近くで分析管内空間に側路されている.この側路口は大 気測から磁気的に駆動できる鉄製の ボールパルブ で開閉でき,普通 動作動的には閉じ,静作動的には開けて使い分ける.分析管内面 には,分析管両端間 200~300 の導電性皮膜(ネサコート)が施さ れている.

(3) イオン 源

イオン 源は通常の Nier 形で, 出口 スリット の寸法は幅 0.15mm, 高さ 8 mm である. 電極には Ta, ステンレス 鋼, フィラメント には W を使っている. これらの材料からの, 真空中での ガス 放出は とくに問題となっていない.



イオン 源の イオン 生成率は, リースマグネット(100G)を使用してよ

RP 油回転ポンプ SO イオン源 CO コレクタ AN 分析管 TR トラップ DT 特殊構造トラッフ DP 水銀拡散ポンプ MVメタルバルブ - スレスコック IP イオンポンプ GL グ IG イオンゲージ TG サーミスタゲージ S 試料アンブル AM 電磁石 H 加熱炉

図 4.2 気体用分析計の排気系統 Fig. 4.2 Block diagram of vacuum system for gas sample. く調節すれば約159上がる。イオン生成率は電子流強度(現在は最高0.5mA)にほぼ比例する。

(4) イオン 検出器

イオン 検出器としては、 ファラデイカップ 式の ダイレクトコレクタ と二次 電子増倍管とを使い分けた. 入口 スリットの大きさは幅 1 mm,高 さ 8 mm である. 二次電子増倍管は酸化処理した Cu-Be ダイノ ードを使用,12 段で段間に 350 V 印加した場合 10<sup>5</sup>~10<sup>6</sup> の電流 増幅度が得られる. 電流増幅度の長時間安定度や,はみ出し磁界 が電流増幅度に与える影響などを支配する作用因は多く,一律に は論じられない.

### 4.2.2 固体用分析計本体

MS-223 形固体用として東京大学に納入した装置の構成を図4. 3に示す.分析計は軌道半径 9″,偏向角 60°,単収束方式であり 分析管および配管は ステンレス 鋼製である.配管用 ガスケット 材料 には無酸素銅(または Al)板,金線を併用している.分析管は テープヒータ によって 200~250°C に ペークアウト できる.イオン 源部 と分析部とは、ゲートパルブ で カットオフ でき、イオン 源部のみの荒引 きを含む排気操作も分析系と独立に行なえる.イオン 検出器とし ては、ダイレクトコレクタ と二次電子増倍管を同時に使用できる.排 気系は油回転 ポップ,油拡散 ポップ および金属製 4″冷却 トラップ を2系統使用している.

イオン 源は表面電離形 シングルフィラメントイオン 源である. フィラメント には 0.75 mm 幅  $25 \mu$  厚さの Ta リポン を使い、レンズ 電極、イオ ン 化 チェンパ も Ta で作った. 電源部のおもなる構成と仕様を表 4.1 に示す.





表	4.1	質	量	分	析	計	0	雷	源

電源	形 名	住 權
イオン加速電圧電源	三菱 ND-1552	1~5 kV 可変, 安定度 1×10 <sup>-4</sup> 電場走査可能
電子流制海電源	三菱	75 V, 0~500 μA, 1×10 <sup>-1</sup> 気体専用
フィラメント電流電源	三菱	0~5A 可変, 3×10-4 固体専用
励 磁 電 源	三変	1~25 A 可變, 1×10 <sup>-4</sup> 磁場走査可能
二次電子增倍管電廠	三菱 ND9112	段間 100~500 V 可変, 1×10-4
援動容量形電位計	Cary Model 31 または タケダ理研 TR-84B	108, 1010, 1011, 1012 ① 摄施
記 錄 計	山武ハネウニル N15X-16	レスボシス 1/4 陸

### 4.3 か動結果

4.3.1 気体用のか動結果

実験は イオン 検出器に ダイレクトコレクタ を用いて行なった-(1) 到達真空度

真空度の測定には BA f-j (三菱 IG-BA3) を使用した.分 析系は 1 時間の 200°C 程度の n-2pウト と水銀拡散  $\pi v$  5 系に よる排気で 2,3 時間で  $-5 \times 10^{-6}$  mmHg に到達する. この状 態で  $1 v \pi v$  5 の排気に切り換えると約 1 日後  $5 \times 10^{-7}$  mmHg 程度の真空度になる. 1 時間 200°C の n-2pウト をもう一度行 なうと,約 2 日くらいで  $5 \times 10^{-8}$  mmHg 程度の真空度に入る. このときの n-2pウト 求もう一度行 なうと,約 2 日くらいで  $5 \times 10^{-8}$  mmHg 程度の真空度に入る. このときの n-2pウト 排気を行なえば、 $10^{-10} \sim 10^{-11}$  mmHg の真空度 に到達するのはそれほど困難ではないであろう. 試料導入系につ いては、いったん  $2 \times 10^{-5}$  mmHg 程度の真空度になれば、あと は2段目の トラップ に液体空気を入れてやることによってただち に  $1-2 \times 10^{-6}$  mmHg の真空度に到達する. この値は導入系の真 空度としては十分である.

水銀 ピーク によって観測して、コレクタスリットの位置でイオンピーム は約 0.3 mm の幅に収束されており、1 mm の スリット で十分 つ ラットトップ が認められる.

大気 ァルゴンを用いて行なった分析 テスト 例を表4.2,図4.4 に 示す.使用した試料は実際に岩石から得られる試料量の約100倍 の量で便宜上分析管内の真空度指示で表わした.Ar<sup>40</sup>/Ar<sup>36</sup>の値 は、1 日限りの実験では作動 モード ごとにそれぞれ良好な再現性 を示した.雑音レベルに対する Ar<sup>38</sup>の ピーク 高さの相対的な値 は、目的とする地質年代決定において要求される Ar<sup>36</sup>の測定度 が(雑音レベル)/(Ar<sup>36</sup>の ピーク 高さ)で表わして 2~3% 以下な ので、この例のように雑音レベル 0.1 mV であれば 3~5 mV 以 上でなければならない、結局総合的な感度としては使った試料量



図 4.4 大気アルゴンのピーク Fig. 4.4 Peak shape of natural Argon.

表4.2 大気アルゴンの分析

項目	動作動時	靜作動時
イオン加速電圧 (kV)	2.0	2.5
電 子 湿 (µA)	50	50
電位計入力抵抗 (Ω)	104.1	1011
バックグラウンド (mmHg)	2.2×10-5	7×10-5
試料量 (分析管内 mmHg)	$(3.2 - 2.2)  imes 10^{-5}$	(2.4-0,7)×10-4
Ar <sup>40</sup> 感度 (V/分析管内 10 <sup>-5</sup> mmHg)	0.3	0.1
Ar <sup>40</sup> /Ar <sup>38</sup>	3.2×10 <sup>g</sup>	3.0×10 <sup>2</sup>
Ar <sup>an</sup> のピーク高さ (mV)	~0.8	5,5
離音レベル (mV)	~0.1	~0,1

と、雑音レベルに対する Ar<sup>38</sup> の ビーク 高さとから、動作動的で は3ヶ9、静作動的では2ヶ9 不足している。これを解決すること は、イオン 生成率を上げるか、雑音レベルを下げるかがまず考えら れる.後者は現状でほぼ限界に進しているので、イオン 生成率を 上げることにしぼって考えると、たとえば電子流を10 mA 以上 に上げ、また リースマグネット に関してはその位置だけではなく、磁 界の強さについても最適条件を見出すことにより、かなりの感度 向上が期待できるようである.なお感度不足の問題に対しては、 得られる データ の整理に際していくぶんかのはん雑さが増すこと を覚悟するなら、イオン 検出器として二次電子増倍管を用いるこ とが一つの解決策となる.

(2) パックグラウンド 特性

イオンポンプ による排気で、~1×10-7 mmHg となった例では、 パッククラウンドスペクトル は H2O, CO, CO2 だけであった. 次にイ オンポンプを カットオフ して分析管を水銀拡散 ポンラ系に導通させる と、2×10-5 mmHg となる。 そのときの パックグラウンド はほとん ど水銀で,残りの分在にして約 1×10-7 mmHg を H<sub>2</sub>O, CO, CO2 が占めた. この圧倒的に多い水銀蒸気は、イオン化 チェンバに 付着していたものではなく, ポップ 系から逆拡散してきたものら しい. 以上の事情は定常的の試料導入系についてもそのままあて はまるので、静作動の場合、試料の導入を行なうと、分析管に水 銀ピークの増加がみられる.水銀ピークが増大するとイオンピームの 散乱が多くなって分解能の低下を招き,また Hg+5 が Ar40 の位 置に パックグラウンド として出てくるおそれがある. 実際には多荷イ わは Hg+3 までしか認められなかった. なお分析管内導電皮膜 に ネサコート を使ったことから H35Cl+ による M/e=360 の パック グラウンドが懸念されたが、 ダイレクトコレクタ では検出できなかった. (3) 検討

到達真空度については 10<sup>-10</sup> mmHg への見通しがつき,しか も K-Ar 法の測定精度に影響する *M*/*e*=36 の パックララウンド は まったく認められなかった.感度の向上も電子流の増大化を計れ ばかなりの期待がもてよう.残された問題は静作動的におけるメ モリ 効果,同位体間の各種の差別効果,感度,再現性の確認,そし てこれらの実験を二次電子増倍管を使って繰り返えしてみること などである.より簡潔でより合理的な排気系統も検討してゆきた い、

### 4.3.2 固体用装置のか動結果

固体用分析計においては パックうちつド,感度,再現性などの総 合的な性能は,装置の良否に依存するほかに、イオン源に試料を装 テンする技術および フィラメント の通電要領にも大きく左右される. このことは表面電離法による固体試料質量分析技術がまだ完全に は確立されていないことを意味する. まず分析系の到達真空度であるが、パックグラウンドスペクトルとは直接結びつかないので、それほど重要な意味はもたない、実際には 1×10<sup>-6</sup> mmHg 程度である。イオン 源 フィラメント を通電したとき に出てくる パックグラウンド は フィラメント に吸着、または吸蔵されて いる元素であってとくに N<sup>23</sup>、K<sup>30,41</sup>、Rb<sup>55,67</sup> などの アルカリ 金属、 アルカリ 土金属が多く、その中でも K が圧倒的に多い、パックグラウンド として実害のあるのは Rb<sup>57</sup> であるが、実際には Rb<sup>57</sup> と St<sup>57</sup> と では安定に イオン が出現する フィラメント 電流値は同一ではない、

ピークの形は立ち上がり良好で つラットトップ も出ているが、 試料 を分析したときに Sr<sup>88</sup> の ピーク の スソ が Sr<sup>80</sup>, Sr<sup>87</sup> の位置にま で広がる.. これはまだ十分解決されていない. ピーク 高さの変動 としては、 試料の減少に伴う ピーク 高さの減衰は別として、 つイラ メント 電流の変動によるものと、 つイラメント からの イオン の出方の 不安定さ(必ずしも統計変動だけではない)によるものとが観測 される. フイラメント電流の変動率は、 ピーク 高さにすると 10~20倍 の変動率に相当する. 分解能は コレクタスリット 幅 1 mm の場合 180 程度である. 検出感度は ダイレクトコレクタ を使った一例では 10 mV/ 10<sup>10</sup>Ω/μg 試料 (Sr) 程度でなる. 同位体存在比の再現性は、 試料 の塗り方、 フィラメント 電流値の設定の仕方、時間経過な どの要因 によって左右され、これらは今後の問題である.

### 5. む す び

新しい開発製品である MS-520 形, MS-315 形, MS-223 形 質量分析計の構造と性能の概要を紹介した。全装置ともほぼ所期 の性能を実現してか動実験に入っている。今回の製品化から電磁 石および電源操作盤の製作を神戸製作所が担当することになった ことを付記しておく、研究開発,調整実験に際して東京大学原子 核研究所坂井助教授,京都大学早瀬助教授,東京大学小島先生な らびに地質調査所柴田技官のご指導,ご援助に負うところが大き かったことを感謝する。

### 参考文献

- K. Siegbahn and K. Edvarson: Nuclear Physic 1, p. 138, (1956) ほか。
- (2) S. Penner: N. B. S. Internal Report (1961)
- (3) M. Sakai: Nuclear Instr. Meth., 8, p. 61, (1960)
- (4) D.L. Judd: Rev. Sci. Instr., 21, No. 3, p. 213, (1950)
- (5) J. H. Reynolds: Rev. Sci. Instr., 27, No. 11, p. 928, (1956)
- (6) J. Lipson: Bulletin of the Geological Society of America, 69, p. 137, (1958)
- (7) S. R. Hart: Eigth Annual Progress Report (Department of Geology and Geophisics, Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts, U.S. A.), p. 169 (1960)

\_\_\_\_\_

UDC 621. 385. 6

# 大電力パルスクライストロン

岡田武夫\*·建石昌彦\*\*·小野寺俊男\*\* 竹延真哉\*\*·神生忠興\*\*·家喜洋司\*\*

## High Power Pulsed Klystrons

Central Research Laboratory Takeo OKADA • Masahiko TATEISHI • Toshio ONODERA Shinya TAKENOBU • Tadaoki SHINSEI • Hiroshi IEKI

Utilization of microwave, it seems, has been limited to the field of communication. But as high power microwave is becoming easily available, its demand is expanding to the sphere of the linear accelerator, the high power radar and other general industrial uses. As a means to get high power microwave, the klystron is the most appropriate nowadays. Since 1963 S-band high power klystrons having peak output power of 5 MW at 130 kV and 95 A have been developed and expected characteristics have been realized.

This report describes the process of development and characteristics obtained as a result with them.

### 1. まえがき

従来 マイクロ 波のほとんどの利用が通信方面に限られている感 があったが、大電力の マイクロ 波が容易に得られるようになるに つれて、その用途は線形加速器、大出力 レーダ、その他一般工業用 の分野にも広がりつつある.

マイクロ 彼大電力を得る方法としては、現在では クライストロン を 用いることが最も適当である.

筆者らは昭和38年以来,線形加速器用のパルスクライストロンとしてSパッドにおいてビーム電圧130kV,ビーム電流95Aでセン頭 出力5MWの定格の管の開発を行ない,所期の特性を得ること ができた.

### 2. 設 計

### 2.1 ビーム系の設計

陰極には将来現在開発中の ニッケル 含浸形 カソード を使用する予 定であるが、当初は酸化物陰極を使用する点も考慮して、陰極電 流密度の点から陰極径を 70 mm に選んだ. このときの陰極電流 密度は 2.3 A/cm<sup>2</sup> となる、電極形状は集束半角 30° 曲率半径比 2.15 として電解そうによって決定し、電子軌道追跡装置によって その特性を調べた. その結果 ウェスト での ピーム 径は熱初速度の影 響も考慮して約 16 mm と推定された.

磁界集束にはいわゆる ブリルアン 方式と コンファインド 方式とがあ り、金属製真空容器を使用する場合には磁気 シャヘイ 板の穴が小 さくでき、立ち上がりの比較的良好な磁界分布が得られるのでわ れわれはブリルアン 方式を採用した. ピーム 半径 16 mm, ピーム 電圧 130kV, ピーム 電流 95A として ブリルアン 磁界値を求めると 560 ガ ウス となる. 実際に ピーム を集束するときは普通この 1.5~2 倍の 磁束密度を必要とする. したがって 1,000 ガウス 程度が得られる電 磁石を作ればよい. われわれは四つの コイル と ヨーク からなって各 コイル の電流は独立に変化できるような電磁石を設計した.

ブリルアン 方式の場合、ビームウエストの点から垂直な立ち上がりで 均一磁界を加えるのが理想的であるが、実際には磁界の立ち上が りには多少の距離を必要とし、その状態は電磁石の端板とそれに 接続する アノード の磁極板とで形成される磁気 シャヘイ 板の穴の大 きさによってほとんど決まってしまう. このような場合 ビームウェ スト の点で磁界最大値の 70% が加わるようにすればよいという 説もあるが、最も確実なのは実際の ビーム の透過率が最大になる ように実験的に相互位置を求めるのがよい. 以上のような点から この大電力 クライスロン の磁極板の内径を工作上可能なかぎり小さ くし、かつその位置は最終的には実験的に決めることにして、最 初の設計では可能なかぎり電子銃に接近させることにした.

### 2.2 高周波系の設計

クライストロンの設計において、その選定が最もむずかしいのはド リフト 管径である. というのは一つには ドリフト 管径は高周波系と ピーム系の両方に関係し、両者の FJフト 管径に対する要求が相反 していることと,いま一つにはこの量をいったん決めたあとで変 更する場合には、空胴共振器はもちろんのこと、電子銃の設計も 変更する必要があり、まったく新しい クライストロン を作るのと同 じくらいの労力を要することのためである.われわれの場合定格 としてビーム電圧 130 kV, ビーム電流 95A という値が与えられ、 かつ電子銃の設計において ブリルアン 集束方式で、直流 ビーム 径は 16 mm と与えられた. したがって問題はこの直流 ビーム から最も 能率良く高周波 エネルギ を取り出すような空胴,および ドリフト管 を設計することである。 クライストロン や進行波管などの直線 ビーム を使用したマイクロ 波管が高周波動作をする場合、ビーム の一部が ドリフト 管または ヘリックス に取られることは、しばしば経験すると ころである. この現象は高周波変調が ビーム 径の増加をひき起こ すものと直観されるが、実際に ブリルアン 集束のビームに無格子間 ザキで速度変調が加えられたとき, ビーム内の高周波電流分はビーム の密度変調によるよりも、ビーム径の周期的変化によって運ばれる ことが理論的にも実験的にも証明されている(1)(2). このため 下り っト 管径は飽和出力時においても透過率を高く保てるように、変 調のないときのビーム 径よりかなり大きく選びたい、一方これに 反して ドリフト 管径を大きくすることは ビーム 結合係数の低下を招 くばかりでなく クライストロン の能率の低下をもひきおこすことに なり、ドリフト 管径には一つの上限が置かれる. われわれはこれら の点を考慮して ya=1.0 を選び、これから ドリフト 管径を 26mm とした.

この クライストロン は線形加速器に使用することを目的としてい

14 (1062) \* 中央研究所(工博) · \*\*\* 中央研究所

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

るので、帯域幅よりも高利得高能率であることが要求される. この ため空胴間 ゲキ 幅は ビーム 結合係数および ビーム、ローディング、イン ビーダンス を高く取るという点から比較的小さく選んだ. 出力空胴 のみは空胴の特性 インピーダンス (*Rsh*/*Qo*) が余り低下しないように、 他の空胴より少し大きく 13 mm とした. このときの *Rsh*/*Qo* の 値は摂動法によって 75  $\Omega$  と測定された. 上の二つの選定によっ て空胴間 ゲキ 寸法は決まり、コールドテストによって空胴の各部寸法 および同調機構を決定した. 最適空胴間 ゲキ は小信号領域では低 減 プラズマ 被長の4分の1とされ、出力空胴に近づくにつれてこの 値よりも短くするほうが良いとされている. また最後の空胴間 ゲキ については能率と利得との妥協点として 0.1  $\lambda_q$ (36°) に選ぶのが 最もよいといわれている<sup>(3)</sup>. われわれは中間空胴の互換性を考え て、すべての空胴間 ゲキ をひとしく 0.1  $\lambda_q$ =83 mm とした.

次の問題は出力空胴の外部回路との最適結合度である. 出力空 胴は誘導性窓によって出力導波管と結合する. 誘導性窓を調整す ることによって、変調ビームが空胴に誘起する電流に作用するイン ピーダンス を変化すると同時に、空胴の作用間 ゲキ に発生する電圧 を変化することができる. もし負荷 インピーダンス が極端に小さい場 合には、空胴に現われる電圧は ビームの加速電圧に比べて小さく、 出力空胴は電流励振の状態になって出力は負荷抵抗に比例して増 加する。また負荷抵抗が大き過ぎると、空胴に現われる電圧はビ -ム 電圧を越えて ピーム の一部が発散および反転することによっ て能率の低下を招くことになる. このため出力空胴に現われる電 圧が特別の値のとき、すなわち負荷抵抗が特別の値のとき最大出 力が得られる. C.F.T.H. の実験結果<sup>(4)</sup> によると出力空胴の電 圧が ビーム 電圧の約 1.4 倍のとき能率が最大になると報告してい る.われわれはこの点を考えて負荷 インピーダンス を少し ビームインピ - ダンスに比べて高く選んだ. また Qext を変化することはたいし て困難でなく,最終的には実験によって最適値を決めればよい.

### 2.3 機械的設計

全体の構造を図 2.1 に,その外観を図 2.2 に示した.大電 力パルスクライストロンの特長を構造面からいえば,電子銃部,高周波 部および コレクタ 部に大きく分割できることである.工作の際に は,それらを別々に製作し,各部分について個々に寸法試験とリ ークテストとを行ない,空胴部にはそれ以外に高周波 コールドテストを 行なった後,それらの部分を アルゴンアーク 溶接によって組み立て るという方針をとった.また ゲッタイオンポンプ(以後 G.I.P.という) を出力導波管部に取り付け,つねに管内を高真空に保つとともに,



図 2.1 クライストロン 組立図 Fig. 2.1 Structure of pulsed Klystron.

図 2.2 クライストロンの外観 Fig. 2.2 Pulsed Klystron. 管内真空度の モニタ として働かせている.

電子銃部は ヒータ, カソード, ウエネルト 電極および ァノード で構成さ れる. カソード は酸化物陰極または ニッケル 含浸形陰極を使用して いる.

高周波部としては、五つの空胴と出力導波管が含まれる. これ らはすべて厚肉導波管を使用している. 第5空胴を除く四つの空 胴は共振周波数が可変であり、動作試験時には遠隔操作によって 同調をとることができるようになっている. 出力導波管は迷走一 次電子を防止するために ベンド 導波管を使用している.

### 3. エミッションテスト

#### 3.1 エミッションテスト

排気を終わった管は、G.I.P. を動作させて、高真空に保ちな がら 150~200 時間 エィジング を行なったあと、低電圧の エミッション 測定を行なう. この測定では ァノード・カソード間に 1kV を加え、カ ソードの温度を下げていったとき、この状態で空間電荷制限領域が 保たれる最低の温度を測定する. この温度が カソード の エミッション の良否を与えるめやすになる. 図 3.1 に示すのは カソード 温度に 対する低圧 エミッション 測定と高圧 エミッション 測定の結果である. この両者には密接な関係があり、低圧測定によって エミッション の 飽和を示す カソード 温度がわかると、高圧測定においても空間電荷 制限領域にあるための最適 カソード 温度を予知することができる.



Fig. 3.1 Emission characteristics of cathodes.

#### 3.2 放 電

大電力 クライストロン の問題の一つに管内放電がある. われわれ の経験した管内放電には2種類あり、その一つは アノード・ウェネルト 間での真空放電であり、他の一つは ガラス または セラミック 絶縁面 上(真空側)の沿面放電である.

第1のァノード・ウェネルト間の真空放電については、この両極の表 面汚染度が影響している。クライストロン 組立時においては各部品が 清浄であっても、ベイク および コンバージョン 中には、カソード 面から の蒸発物質がそれらに付着する. 電極表面が汚染すれば電極表面 の電界が乱れたり、電極の仕事関数が低下したりして真空放電を 誘発する.

初期の管でコンパージョン後に ベイク を行なわなかった管は,電極 表面に種々の物質が付着し,しばしば放電を起こした.しかしこ の放電は コンパージョン後においてふたたび ベイク を行ない,付着物 を除去することによって解決された.

第2の絶縁面上の沿面放電は管を長時間使用した場合に起こる

ものである. クライストロン の動作時は、ヒータ、カツード、ウェネルト 電極 などが高温に保たれているため、たえずいくらかの蒸発が起こっ ており、これが絶縁面上に付着する. この付着物の量がある限度 を越えたとき、絶縁面上で沿面放電が起こる. この種の放電を防 ぐために、絶縁面上に蒸発物が付着しないような電極構造に変更 する必要があった.

### 3.3 寿命テスト

管の寿命 テスト においては管を規定の条件の下に動作させて寿 命を調べなければならない.しかし実際問題として大電力 クライス トロン を規定の条件の下で,寿命 テストのために何千時間も動作さ せることは困難な場合が多い.

われわれはパルスクライストロンとして最適のカソードを得るために 種々の実験を行なっており、すぐれたニッケル 含浸形カソードを得 ているが、このことについては別に発表する予定である。

ここでは酸化物陰極についての寿命 テストの結果,等価寿命 テ スト として一般的に通ずる事項について述べる.われわれは寿命 テスト として

(a) 実際の 25イストロン に低圧の交流電圧を印加し,平均電 流を実際の動作状態と同じくして テスト する.

(b) 実際と同じ カソード を使用した パーピアンス の大きな試作管 をつくって、印加電圧は低いが ピーク 電流および 平均電流は クライ









ストロンの動作状態に一致さして テスト するという2種類の方法を とった.

(a)の方法による寿命 テスト において、適当な時間間隔における低圧 エミッションテストの結果を図 3.2 に示す. この結果から低い カンード 温度における エミッション は早く劣化を示すので、これらの 傾向から カンードの良否を早期に予想することが可能である.

またこの寿命 テスト 中の 0時間および 2,000 時間における高圧 エミッションテスト の結果を図 3.3 に示した. この図から カワード が 劣化するにつれて温度制限領域が右方に移行することがわかり, 低圧 エミッションテスト との関係も与えられる.

(b)の方法による寿命 テスト は現在 2,000 時間を越えているが, ピーク 電流はまだ空間電荷制限領域にあり, (a)の低圧 エミッションテ スト との相関関係も得られているが, これらの詳細は別の機会に 発表する.

### 4. ビームテスト

### 4.1 集束磁界と透過率

高周波入力のない状態での,集束磁界分布とビーム 透過率 (コレ 29 電流と エミッション 電流の比) との関係を求める事は,最大出力 を与える磁界分布を見出す上で重要である. 透過率が ビーム 電圧 に対し,100kV 以上において一定値を保ち得ることは,今までの 試験で十分に確かめられている.

2.1 節で述べたように、集束用電磁石は四つのセクションに分け ちれている.最も電子銃に近い側のセクション電流をImとし、以 下コレクタ側に向かってIme、Ima、Imaととってゆく.これらおのお ののセクション電流と透過率との関係をすべて求めることは容易で はない.せいぜい2個のパラメータで磁界分布を表わすことが必要 となってくる.その一つの方法として、各セクションのつくる磁界が ビーム 透過率に及ぼす影響度 (weight factor)をパラメータ として、 合成磁界を表わした場合、式(3.1) なる関係式が得られた.

 $\sum x_n I_{\mathcal{M}_n} = I_{\mathcal{M}_1} + 0.7 I_{\mathcal{M}_2} + 0.3 (I_{\mathcal{M}_3} + I_{\mathcal{M}_4}) \dots (3, 1)$ 

この値は、磁界分布の測定から、入射磁界値(磁気  $=+ \sqrt{1}$  用鉄 板付近の磁界値)に対応していることが明らかになった、この関 係を図 4.1 に示した、もう一つの  $R=_{J=g}$  として  $(I_{MS}+I_{MA})$  が 選ばれ、これは主として  $E=_{d}$  の集束に役だっている磁界を示し ている. この二つの  $R=_{J=g}$  をおのおの g= 軸、===軸とした図



Fig. 4.1 Entrance magnetic field vs parameter  $\sum x_n I_{Mn}$ 

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



図 4.2 集東磁界分布に対する透過率 95% 以上の範囲 Fig. 4.2 Areas for beam transmission above 95%.



図 4.3 磁界分布と電子軌道計算例 Fig. 4.3 Magnetic field distribution and calculated electron trajectory.

表上に透過率95%以上の範囲を示したのが図 4.2 である.二つの 範囲は、ドリフト 管内径 26 $\phi$  および 20 $\phi$  のときのものである.20 $\phi$ のものが 26 $\phi$  のものより狭くなっている範囲は、ビーム 径 20 $\phi$  以 上 26 $\phi$ 以下といえるだろう.これらから最適の  $\sum_{n} x_{n} I_{Mn} \simeq 2.0$  と いう値が得られ、ビーム 透過率の最大値は 96~98% であった.

### 4.2 電子軌道計算

図 4.2 の意味およびそれらの関係を明確にするために, Picquender & Cahen の手法<sup>(0)</sup>によって,電子計算機を用いて電子軌 道計算を行なった. ラミナービーム であるという仮定のもとに, 相対 論補正および半径方向磁界をも考慮に入れて行なった計算から, 次のことが明らかになった.

(1) ビームは全体的に非常に大きな リップル を打っている.

(2)  $\sum_{n} x_n I y_n$  の小さいときに透過率が下がるのは、ビームの1 回目の リップル で ドリフト 管にあたるためであり、大きいときには、 最後の リップル で コレクタ 付近で ビーム が取られてしまうからであ る.

(3) (I<sub>M3</sub>+I<sub>M4</sub>) が大きいほど、ビーム はしだいに compress されてゆく。

例として  $\sum_{n} x_n I_{Mn} = 2.1$ ,  $(I_{M3} + I_{M4}) = 8A$  のときの磁界分布を 図 4.3 (a) に、そのときの電子軌道を図 4.3 (b) に示した.

大電力 パルスクライストロン・岡田・建石・小野寺・竹延・神生・家喜



図 4.4 磁気 シャヘイ 板の位置による透過率 95% 以上の範囲 (ドリフト 管内径 20φ)





図 4.5 磁気 シャヘイ 板の位置による透過率 90% 以上の範囲 (ドリフト 管内径 20中)

Fig. 4.5 Areas in parameter  $\sum_{n} x_n I_{Mn}$  for beam transmission above 90% when the position of the magnetic pole piece is varied.

### 4.3 ビーム集束系の検討

透過率最大磁界分布を得るためには Im を逆磁界として働かせ なければならない点について検討した.磁界の立ち上がりが逆正 接関数で変化するような ブリルアン 集束の場合の電子軌道計算と前 項の結果とから、この電子銃によるビームがリップルを打たないで直 進するためには、磁気 シャヘイ 用鉄板を設計の位置から約50mmコ レクタ 側へ離さなければならないことが判明した. すなわちこの鉄 板がカソード 側へ寄りすぎているために、ビームの半径方向成分がま だ大きい範囲で磁界がかかり、大きな リップルを打ってしまうので ある. これらの計算および推論を,実験的に確かめるために,集 東磁界に対して, カソード, アノードなどの電子銃部をおのおの40,60, 80 mm 離して、ドリフト 管内径 20ゆ の ビームテスト 管を作り、 集 東磁界分布と透過率との関係を調べた。その結果を図 4.4,4.5 に示す. 最適の  $\sum x_n I_{Mn}$  すなわち入射磁界値は, 電子銃を離すに 従って大きくなってきている. これはそのときの ビーム径および ビーム半径方向成分から考察して当然といえる。40 mm 引いたと きが最も透過率がよく,80mm以上では明らかに透過率は下がっ ている. これは定量的にも計算と一致している.

透過率 90% 以上の範囲は,40 mm の場合と 60 mm の場合と で同じである。それにもかかわらず,95% 以上の範囲は 60 mm のほうが狭くなっている。換言すれば大部分の ビーム は計算どお りに通っているが,電子 ビーム のごく一部分だけが不規則にふる まっていると考えられる。すなわち,この電子銃にはいくらかの 非層流性があるのであろうと推定され,このことは抵抗回路網に よる電子軌道追跡の結果からも裏づけられた。



図 4.6 試験装置のブロック線図 Fig. 4.6 Block diagram of test equipment.

### 4.4 パワーテスト

### 4.4.1 一般的事項

試験装置の ブロック線図を図 4.6 に示す. クライストロンの出力の 大部分は水負荷を流れる水に吸収させ、その温度上昇から出力を 絶対測定することができる. 一方出力の -50dB を方向性結合器 で取り出し,サーミスタマウントおよび ブリッジによって出力をモニタし ている. 導波管内での放電を防ぐため, 窒素 がえを入れ相対2気圧 に加圧している。高周波入力は反射形 クライストロン 2K41 で発振さ せ、当社製 パルス進行波管 TW-301 で パルス 増幅して供給される. パルス 電源は水素入 サイラトロン 1257 を使用した パルス 変調器と,昇 正比 1:10 の パルストランス とからなり、パルス 幅 6 µS、パルス 電圧最 大 140kV の負 パルス を繰返し周波数 60, 120, 180 pps (電源同期) で印加している. パルストランスおよび クライストロン 電子銃は高圧に耐 えるため油タンク内に納められていて、トランスとクライストロンの接続 はソケットによって簡単に行なわれる、クライストロンおよびパルストラ ンス は放射線の シャヘイ のため鉛板に囲まれた部屋の中に設置さ れ,コレクタの水冷ジャケット内にも鉛を入れてシャヘイには十分留意 している. クライストロン の空胴の同調は シャヘイ 室の外から サーボモー タで遠隔操作して調整を行たう.

ビーム電圧 130kV 付近で出力空胴の共振周波数に入力周波数を 設定し、この周波数で最大利得を与えるように同調を取ったとき すなわち シンクロナス 同調時に磁界分布の  $\sum_{n} x_n I_{Mn}$  の値の大きいあ る範囲で一つの異常現象が観測される.これは一種の寄生振動で



図 4.7 第4空胴の離調と入力出力特性 (V-111) Fig. 4.7 Output power vs input power when the 4th cavity is detuned.



図 4.8 正規化 サセラタンス および結合度 (V-113) Fig. 4.8 Normalized susceptance and Qext

出力に入力以外の周波数成分が発生し、入力の周波数成分との間 にビートを起こし、出力波形が振幅変調を受けたようになる.さらに この寄生振動の周波数は最大利得を与える周波数と一致し、あま り入力周波数には関係しない.この寄生振動は小信号利得が70dB を越えたときに起こり、いずれかの空順を少しずつ離調してゆく と、利得の減少とともに磁界分布に対する寄生振動の範囲は急速 にせばまり、ついに振動は止まる.

### 4.4.2 能率の改善

まず各空胴の離調による能率の改善について調べてみた.図 4.7 に第4空胴をシンクロナス 同調から高いほうに離調した際の入 出力特性を示した.60 Mc 以上離調しても能率の改善および利得 の減少に飽和の傾向が見られ,50 Mc 前後が最適離調と考えられ る.この点では利得の減少が -12 dB で能率が 10% 程度改善さ れ,かつ出力は入力の変化に非常に鈍感であることを示してい る.後者の性質は線形加速器のように クライストロンの出力変動を極 端にきらう場合にはとくに有効な特性である。どうように第3空 胴についても高いほうに離調することによってさらに数%程度の 能率改善がなされる、測定結果を図 4.8 に示した.比較的低 レ ベル で動作している入力,第2,第3空胴の離調は能率改善よりも クライストロンの帯域幅の拡大に役だち,これに反して第4空胴は帯 域幅にはあまり寄与しないが,能率の改善には非常に効果がある.

上の実験はおもに集群能率の改善を目的としたもので最終的に 必要なのは出力空胴の変換能率である.変換能率は種々のパラメー タの関数であるが、とくに出力空胴の作用空間に現われる電圧が 最も大きな影響力を持つ. このため負荷 インピーダンス すなわち出力 空胴と負荷(出力導波管)との結合度 Qext を可変にした特別な ク ライストロン を作って実験を行なった. これは出力空胴に最も近い Detuned Short Position (通常は略して D.S.P. と呼ぶ) よりさ らに λ<sub>0</sub>/8 だけ負荷側に移動した点に容量性 スタブ を取り付け, この スタブ の長さが変化できるようにしたものである. こうする ことによって出力空胴に並列に出力導波管の特性 アドミッタンス か またはそれより大きな可変 コンダクタンス が接続されたことと等価 になり、Qext は スタブのない場合の値から次第に低下する. 一例 として図 4.9 に スタブの長さと正規化 サセプタンス B/Yo および スタ うを出力空胴に接続した場合の結合度の関係を示す. ただし Qext は出力空胴に最も近い D.S.P. を基準面として位相法によって測 定した. この種の実験用 クライストロン によって得られた結果を図 4.10 に示した. ビーム電圧 120 kV 以上ではもう少し Qext の低 いほうが最大能率を与えるようである. Qext を変化することに







図 4.10 結合度 Qext と飽和出力 (V-113 および V-115) Fig. 4.10 Saturation power vs Qext.





よって出力空胴に発生する電圧と能率の関係を調べるため,式 (4.1)の関係から図 4.10 の各点での相対電圧 α を求める.

- - ただし  $lpha = v/V_0$ : 出力空胴の相対電圧

v : 出力空胴に発生する電圧

- Ⅴ₀ : ビーム 電圧
- η : クライストロンの能率

図 4.10の曲線を相対電圧と能率との関係に書き直したものを

大電力 パルスクライストロン・岡田・建石・小野寺・竹延・神生・家喜



図 4.12 ビーム 電圧と出力 (V-114 および V-112) Fig. 4.12 Output power vs beam voltage.

図 4.11 に示した.比較のため二空胴 クライストロン の変換能率に関 する Feenberg の計算結果<sup>(7)</sup>を同時に示した. この図から次の3 点が結論された.

(1) 相対電圧が 1.1から 1.2の間で能率に急激な減少が見られ、その減少点は ピーム 電圧の増加とともに上昇する.

(2) 最大能率を与える最適相対電圧は1.0から1.1の間にある.

(3) ビーム 電圧の増加とともに各ビーム 電圧で最大能率を与える *Q*ext の最適値は減少する.

われわれの得た実験結果は C.F.T.H. のそれと多少くい違う が、Feenberg の計算結果とよく一致すること、および出力空胴の *Rsh/Q*<sub>0</sub> の測定精度がたかだか 10% も越えないことなどからわ れわれの得た結果のほうが正しいと思われる. 図 4.12 に スタブ のない クライストロン の電圧特性を示した. 明らかに *Q*ext の大き い場合は ビーム 電圧に対して出力が飽和する傾向を示している.

以上述べたような諸条件の改善によって、われわれは目標とする 5 MW の出力を安定に発生することに成功した.

### 表 5.1 パルスクライストロン の定格および代表的動作例

電気的定格	
ビータ 純タングステン	
電圧	17 V
<b>電</b> 流	21 A
险 極 傍熱形酸化物途布	(またはニッケル含浸形陰極)
集東磁界 4 セクション	注 1
鼅 圧	100 Vdc
電 流	6 Adc
中心周波数	2,760~2;860 Mc 注 2
带域幅 (1dB 滅)	20 Mc mie.
同 調 调整滴	
バルス幅	$6 \mu s \max$
バルス率	0.001 max
機械的定格	
外形寸法 五空胴内蔵形	
全長	1,193 mm
最大部直径	230 mm
重 量	43 kg
使用位置 垂直(電子銃下)	
冷 却 木冷	
最小流量	30 <i>l</i> /min.
冷却水出口温度	70°C max.
出力窓加圧絶対圧力	3 kg/cm <sup>2</sup> max.
注 1. 各セクションごとの電	源容量を示す。
注 2. 中心周波数はこの周波	数範囲の任意の点に設定できる.
代表的動作例	
ビーム電圧	135 kV
ビーム電流	100 A
セン頭出力	5 MW
平均出力	5 kW
利得	45 dB
能率	37%

### 5. 定格

最終的に得られた パルスクライストロン の定格および動作例を表5.1 に示す。

### 6. む す び

われわれの開発した パルス 出力 5 MW の クライストロン の特長と しては

(a) 五空胴 クライストロンであり、各空胴の共振周波数および Q を最適に調整してあるので、高能率で、かつ高利得である.

(b) 各 セクション ごとに製作したあとに、これらを組み立てる という方式をとっているため、製作が能率的で、かつ修理や周波 数帯の設定が容易である。

(c) 陰極には特殊 ニッケル 含浸形陰極を採用しているために 長寿命である.

などの点があげられる。

約2年間という短期日で開発を完了し得たのは東京大学原子核 研究所の田中, 堀越, 馬場, 石井の各先生のご指導に負うところ が大きい, 厚くお礼を申し上げる次第である.

### 参考文献

- M. Chodorow, H. J. Shaw and D. K. Winslow: The current distribution in modulated magnetically focused electron beams, J. Appl. Phys., 29, p. 1525 (1958)
- M. Chodorow and L. T. Zittelli: The RF current distribution in Brillown flow, I. R. E. trans., ED-6, July, p. 352 (1959)
- (3) W. John Pohl: A Simplified Method for Calculating Klystron Performance, I.R.E. trans., ED-1, p. 32 (1962)
- (4) R. Métivier: Retouches a Apporter à la Théorie du Fonctionnement des Klystrons Amplificateurs de Grande Puissance, Record of the International Congress on Microwave Tubes, Munich. p. 60 (1960)
- (5) D.E. Anderson: Activation and Deactivation of Oxide coated cathodes, Advances in Electron Tube Techniques, Sept. (1960)
- (6) J.E. Picquendar and O. Cahen: Les Méthodes Détude Théorique de la Focalisation du Type "O", Revue Technique C.F.T.H., Fievier (1960)
- (7) E. Feenberg: Notes on Velocity Modulation, Sperry Gyroscope Company, Report No. 5221–1093. p. 23 (1945)

名	称	登録日	登録番号	発 明·考 案 者	関	係場	所
断路器の操作装置		40-4-2	764898	小橋利雄	伊		丹
回転界磁形交流発電機の界	磁線輸保持装置	40-4-2	764899	杉山昌治·深谷邦夫	名	古	屋
過貨荷標示装置	and the first of a sector of	40-4-2	764900	隈本定宏·早田邦彦	福		[26]
始動電動機ドーオッ移動装置	2	40-4-3	764901	高見昭	姫		路
17010		40-4- 3	764902	野口昌介	名	古	屋
研磨装置		40-4- 7	765450	山下源一郎 · 加 藤 庸 夫 柳下儀兵衛	大		船
二温度式冷藏庫		40-4-7	765451	駒形栄一	静		岡
コード 巻込装置付 ブラグ		40-4-7	765452	鶴谷嘉正	群		馬
石油ストーブの芯体保持装置	τ. Γ	40-4- 7	765453	福 田 稔·赤羽根正夫	群		馬
ケイ光灯器具		40-4-7	765454	藤原三男·西間木昇一	大		船
ケイ光灯カバーの装着装置		40-4-7	765455	藤原三男·西間木昇一	大		船
エレベータ 乗場の到着予報灯		40-4-12	765744	鷲津 勝・伊藤隆夫	名	古	屋
+_ポ 弁		40-4-12	765745	金子敏夫	鎌		倉
雷動井戸ポップの自動空気	補給装置	40-4-12	765746	隈本定宏	福		岡
クラッチモータの通風装置	Three persons	40-4-12	765747	横山昌弘·小川鎮二	名	古	屋
回転数表示装置		40-4-21	589814	武田克己·黒川憲造	福		山
コード つり下げ装置		40-4-24	766601	三津沢武夫·山野稔夫	和	歌	IЦ
無接点用開閉器		40-4-24	766706	馬場利彦	伊		丹
タイミング 装置		40-4-24	766707	新川成美	福		ЦЦ
レコードプレーヤのオートストッパ		40-4-24	766708	高橋要蔵	無	線	機
軸封装置		40-4-24	766709	橋本幸雄	長		崎
回転軸の偏心量測定装置		40-4-24	766710	岡本孝治	神		戸
刷子保持装置		40-4-24	766711	福田 巧,吉田 清	福		岡
フリッカリレー		40-4-24	766712	竹内俊晴	長		齡
自励式直列インバータの故障	検出装置	40-4-24	766713	室賀淳	伊		丹
電磁継電器	and the second sec	40-4-24	766714	丸地 謙二	名	古	屋
押し ボタン 操作 スイッチ		40-4-24	766715	都築勇吉·杉浦 博	名	古	屋

20 (1068)

# 光磁気共鳴磁力計の応用

安東 滋\*·久保高啓\*·西岡忠臣\* 吉山裕二\*·大川清人\*·尾崎博規\*

# Application of Alkali Metal Vapor Magnetometers

Central Research Laboratory Shigeru ANDO · Takahiro KUBO · Tadaomi NISHIOKA

Yūji YOSHIYAMA · Kiyoto OKAWA · Hironori OZAKI

Alkali metal vapor magnetometers of the atomic oscillator type operating on the "optical pumping principle" have been built to measure the geomagnetic field. These magnetometers, because of high sensitivity, quick response and compactness, were carried on a rocket of the Tokyo University Space and Aeronautic Center in January and March of 1965 and used to detect the ELF (Extremely Low Frequency) magnetic waves around the earth with success. In the application, frequency response up to 120 cycles and sensitivity of  $0.2\gamma$  were made available. The basic problems involved in the design and operation as well as the principle of magnetometer are discussed herein. The data of the observation are also touched upon.

### 1. まえがき

昭和24年, F. Bitter<sup>(1)</sup> は光で観測する rf (radio frequency) 程度の磁気共鳴を提案した. 続いて, J. Brossel および A. Kastler が オラティカル・パンピック (optical pumping) を使って, 散乱光で水 銀の磁気共鳴の観測に成功した. しかし, この技術が磁力計に応 用できるようになったのは,昭和32年, H.G. Dehmelt<sup>(2)</sup>によっ て透過光による磁気共鳴観測が可能になってからである. この実 験技術では,磁気共鳴による ビーマン 遷移 (周波数  $v_{rf}$ )が光の遷 移 (周波数  $u_{opt}$ ) とほぼ1対1に対応して観測される. したがっ てこの方法は両遷移の  $r + \mu h v_{opt}/h v_{rf}$ に相当する  $10^{9} - 10^{10}$ という著しい増幅度を持っている. このことが圧力  $10^{-6}$  mmHg というほぼ完全な自由原子の定磁性共鳴を可能にしている.

この技術の実用的な応用である磁力計は光磁気共鳴磁力計とよ ばれ原子発振器形と AFC (Automatic Frequency Control) 形と がある. Rb, Cs などの アルカリ 金属を動作物質とするこれら磁力 計は数  $\gamma$  (1 $\gamma$ =10<sup>-5</sup>G) から数 G の磁場が絶対値を周波数に変 換して連続的に測定,記録可能である<sup>(3)</sup>. その感度は 0.1 $\gamma$  以上 で、しかも構造が小形かつ簡単, 軽量で所要電力もわずかですむ から、地上での磁場測定のほか ロケット とう載用磁力計とか軍事 用,地下資源探索用の磁気探知器として ヘリコウタ,飛行機にとう 載して使うのに理想的である. これらの磁力計はすでに アメリカ, フランス などで実用化に移っており,当社でも昭和 39 年 8 月の同 志社大学 アラスカ 探険隊に使用された磁力計を製作したのをはじ め、40 年 1 月と 3 月に打ち上げ,観測に成功している東京宇宙 航空研究所の ロケット のために 2 台の磁力計を製作した. これら に使われた原子発振器は感度 1~0.2 $\gamma$ , 応答が 0~100 c/s 以上の ものであった.

オプティカル・パンピング 技術についてはすでに詳しく報告したので、 ここでは主として アルカリ 金属蒸気磁力計への応用について述べる.

### 2. 原理と構成

### 2.1 透過光による磁気共鳴観測法

弱磁場におかれた Rbs 原子の関係 エネルギ 準位図を図 2.1 に

間隔の等しい ゼーマン (Zeeman) サブレベル に分かれている. 基底 状態  $^{\circ}S_{4}$ , 励起状態  $^{\circ}P_{1}$  間の エネルギ 間隔  $E = h_{po}v_{t}$  (h: plank 定数)に相当した周波数 Vopt は光の領域にあり、ゼーマン・サブレベ ル間隔 E'=hvrf に相当した周波数 vrf (Larmor 周波数) は ラジ オ周波数である。室温において基底状態の各 サブレベル に分布して いる原子数はほぼ等しい. これらの原子が周波数 Vont の円偏光 を吸収して励起され、10-8 秒くらいで自然放出によって基底状態 に帰る. このようなことを繰り返すと基底状態で円偏光の吸収率 の小さい サブレベル ほど原子数が増して分布の カタヨリ ができる, 図 2.1 で円偏光の回転方向が選択規則 ΔmF=+1 に従うとき, 各Fの グルーラ内で上のほうの サブレベル ほど密になる. これを原 子系の整列 (Alignment) といい共鳴線 von による. このような 操作を オプティカル・パンピング という。 これは ベクトルモデル でいうと、 最初各原子の角運動量 ベットル が限られたいくつかの方向に等分 配されていたが、オプティカル・パンピング によって次第に磁場の方向 に向きをそろえてくることを意味する. 整列すると吸収率の低い サブレベル に原子が集まるから原子系による共鳴線の吸収が減少す

示した. 超微細構造量子数 F に対応する レベルは(2F+1) 個の



図 2.1 Rb<sup>&r</sup>の基底状態および第1励起状態の エネルギレベル 構造 (m<sub>F</sub>: 磁気量子数) Fig. 2.1 Energy levels of Rb<sup>&r</sup> in the ground state and the first excited state in a weak magnetic field.





る. この原子系に *vrs* なる周波数の rf 磁場を外部磁場と垂直方 向にかけて磁気共鳴を起こさせると、サラレベル 間の遷移が起こり 整列がこわされて原子分布が最初の状態にもどる. 磁気共鳴が起 こったことは透過光量の減少、すなわちその磁気共鳴吸収によっ て検知できる.

実験装置の構成を図2.2に示す.外部磁場と平行な円偏光を z 光, 直角な円偏光を x 光と呼ぶ. z 光は オラティカル・パンピング を 行ない,磁気共鳴吸収を観察できるが, x 光は単独では オラティカ ル・パンピング が不可能で, z 光と共存する場合, v<sub>rf</sub> で光の強さが 変調を受ける.磁場と 45°をなす v<sub>opt</sub> の円偏光は x 光と z 光の 作用をかねることができる.すなわち オラティカル・パンピング の作用 をもつと同時に, v<sub>rf</sub> で変調を受ける. このように透過光による 磁気共鳴検知法は 2 種類ある.

ゼーマン・サブレベル 間隔は磁場の強さに比例するから  $v_{rf} = K \cdot H_0$ なる関係で磁場の強さ、共鳴周波数の一方が求まれば他方が求まる. K は理論的に計算できるが、既知の  $H_0$ を使い  $v_{rf}$ を測定すれば実験的な K の値もわかる.

図2.1には Rb<sup>87</sup> の エネルギ・レベル を示したが, Na, K, Rb<sup>85</sup>, Cs も同じような関係を持った エネルギ・レベル 構造を持っており, この技術が応用できる. それらの共鳴周波数は 1G あたり Na, K, Rb<sup>87</sup> が 700 kc, Rb<sup>85</sup> が 467 kc, Cs が 350 kc である.

### 2.2 rf 変調信号の解析

Bell および Bloom は磁気共鳴に関する Bloch 方程式を用い,



図 2.3 共鳴点での周波数対位相 特性の つウ 配と rf 変調 信号振幅 (Rb<sup>sr</sup>)

Fig. 2.3 Phase gradient  $d\varphi/d\omega$ and rf modulated amplitude of *x*-beam at resonance as a function of rf magnetic field intensity.



間隔 W と rf 磁場強度の関係 (試料 Rb<sup>87</sup>)

Fig. 2.4 Dependance of the distance between doublepeak of rf modulated amplitude of *x*-beam on rf magnetic field intensity.

パンピングの効果を考慮に入れて、z 光、x 光の試料による吸収  $S_z$ ,  $S_s$  を計算した.

$$S_{z} = A_{0}P_{z} - \frac{\{1 + (S_{2}\Delta\omega)^{2}\}M_{0}P_{z}m_{0}/A_{0}}{1 + (S_{2}\Delta\omega)^{2} + \gamma^{2}H_{1}^{2}S_{1}S_{2}} \qquad (2.1)$$

$$S_{x} = A_{0}P_{x} - \frac{\gamma H_{1}S_{2}(1+(S_{2}\mathcal{\Delta}\omega)^{2})^{\gamma} \mathcal{M}_{0}P_{z}m_{0}/A_{0}}{1+(S_{2}\mathcal{\Delta}\omega)^{2}+\gamma^{2}H_{1}^{2}S_{1}S_{2}} \times \cos(\omega t + \varphi) \qquad (2.2)$$

1

$$t \neq t \cup \tan \varphi = \frac{1}{S_2 \cdot \mathcal{A}\omega}$$
 (2.3)

 $\gamma = \omega_0 / H_0$ 

 $\Delta \omega = \omega - \omega_0$ 

Ao: ビーマン・サブレベル に分布する原子総数

P., P.: z 光, x 光の パンピング の割合

 $m_0, m_0', M_0, M_0': P_x, P_z などできまる定数$ 

$$S_1 = rac{1}{P_x + P_z + rac{1}{T_1}}, S_2 = rac{1}{P_x + P_z + rac{1}{T_2}} (T_1, T_2)$$
はそれぞれ縦

緩和,横緩和の緩和時間である)

磁場の各成分は次式で表わされる.

 $H_x = H_1 \cos \omega t$ 

$$H_y = -H_1 \sin \omega t$$

 $H_z = H_0$ 

方程式の解(2.1), (2.2) はかなりよく実験と一致する<sup>(5)</sup>. し たがってこの解を用いて現象を調べ,原子発振器の動作条件をあ る程度論ずることができる. 図 2.3, 2.4 は式(2.2) から予想 される結果と実験結果である. 共鳴中心で変調信号が最大になる のは  $H_1=1/\gamma\sqrt{S_1S_2}$  の点であることがわかる. パンピング光が弱 くなると ビーク の分離は起こりやすくなることは実験的にも裏づ けできた. また式(2.3) から共鳴点で rf 磁場と信号の位相差が 90° であることもわかる. しかし実験にあらわれる次のような現 象はこの解と一致しない.

(1) 共鳴点の両側にできる rf 変調振幅の ピーク A<sub>1</sub> と A<sub>3</sub> は
 等しくならない、(図 2.5)

(2) 共鳴点付近の信号の位相 コウ 配 dφ/dω が H<sub>1</sub> の大きさ
 で変わる. (図 2.3)

変調の現象がこれらの式で十分説明できるとすれば、原子発振



図 2.5 x 光の ff 変調信号の振幅および位相の 周波数特性 (試料 Rb<sup>87</sup>) Fig. 2.5 Frequency characteristics of amplitude and phase of rf modulated signal of *x*-beam.

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

$$\frac{d\varphi}{d(\varDelta\omega)} = -\frac{S_2}{1 + (\varDelta\omega \cdot S_2)^2} \qquad (2.4)$$

であり、これは  $\Delta \omega = 0$  のとき  $-S_2$  となるから、共鳴点の位相の コウ 配から  $S_2$  が求まる. しかし式 (2.4) にある  $\Delta \omega$  のため実際 上はきわめて誤差が多い. 図 2.4 の  $W = 2\sqrt{\gamma^2 H_1^2 S_1 S_2 - 1/S_2}$  か ら求めるほうがより実際的である. 図 2.4 は Rb<sup>87</sup> についての実 測結果で、計算された  $S_2$  は 1.2 ms 程度となる. 式 (2.2) から明 らかなように信号の半値幅は rf 磁場の強さを小さくした極限で  $2\sqrt{3}/S_2$  であるから、この値によるとこの装置で半値幅は 4.3 mG となる. 図 2.4 に示した  $(d\varphi/d\omega)\Delta\omega=0$  の  $=-\varphi$  は共鳴点を中 心にした 1 kc にわたる平均のような値と解され、これから  $S_2$  を 求めると 0.1~0.2 ms 程度で真の値の 1/10 名らいと思われる. したがって図 2.5 の縦軸の値は真の値の 1/10 程度になっている と解される.

### 2.3 磁力計への応用

上述の方法で磁気共鳴を観測し、その周波数を読み取れば磁場 の強さがわかる.二つの観測方法に対応して2種類の磁力計の方 式が考えられる.一つは磁気共鳴吸収を利用した AFC 形で、他 は rf 変調を利用した原子発振器形の磁力計である.われわれは とくに後者の原子発振器形磁力計を開発し<sup>(5)</sup>、アラスカ 探検隊用、 ロケット 用などの実績をもっているのでこれについて詳細に報告し たい.原子発振器形は AFC 形にくらべ、応答が速く、構造がや や簡単であるなどの利点がある.

図2.6は原子発振器の ブロック 線図である. ここでは前に述べ



**図 2.6** 原 子 発 振 器 Fig. 2.6 Atomic oscillator.

た磁場と 45°の円偏光共鳴線が用いられ、オプティカル・パンピング を 行なうと同時にその rf 変調が光検知器で検知される. この rf 変 調信号は増幅され、rf 磁場との位相を補正して rf コイル に帰還さ れる. この  $\mu$ -プ の ゲイン が 1 より大きければ、外部磁場の強さ に対応した共鳴周波数で自励発振する. これを原子発振器とい う. AGC (Automatic Gain Control) は吸収 セル にかかる rf 磁 場の強さが rf 変調信号の大小にかかわらず一定になるように ゲ イン を変える回路である.

図 2.5 は光の rf 変調信号の振幅および rf 磁場に対する位相を 示したもので、外部磁場を一定とし rf 磁場の周波数を変えて、 それぞれの値を記録紙に記録したものである. これによると rf 磁場  $H_1$ が大きくなると共鳴点では逆に変調信号が小さくなる. この共鳴の中心での rf 変調信号振幅を  $H_1$ に対し  $f_{0.9}$ ト したの が図 2.3 で、 $H_1$ の値には最適強さがあることを示している. 共 鳴点での位相差は常に 90° である.

このようにして原子発振器が構成され,磁場に比例した周波数 光磁気共鳴磁力計の応用・安東・久保・西岡・吉山・大川・尾崎



図 2.7 L-3 形 2号 ロケット 用磁力計の構造 Fig. 2.7 Block diagram of magnetometer for L-3-2 rocket.

 $f_0$ の出力が得られるが、磁力計においてはさらにこの出力周波数 を必要な形の信号に変える装置が用いられる.周波数計測の精度 を向上させるため、高い安定度をもった基準周波数  $f_s$  とビートを とり、周波数  $|f_0 - f_s|$ を r + u - j 量に変換して指示記録するなど の方法がとられる. 一例として図 2.7 に L-3 形 2 号 u + j - j 用磁 力計の構成を示した.

### 3. 性 能

### 3.1 応答速度

 $S_2$ を原子発振器の一次遅れ応答の時定数と考えると周波数特 性の折点周波数  $f_c = (2\pi S_2)^{-1}$ は2.3節で求めた値によって130 c/s 程度となる. 図 3.1 に示した Rb<sup>87</sup>の原子発振器の周波数特 性実測 データ の折点周波数は 120 c/s でよく一致している. した がって  $S_2$ の定義から考えて応答を速くするには パッピング 光を強 くすればよいことがわかる.

### 3.2 感 度

磁力計の感度は共鳴点における被変調信号の S/N と,共鳴点 における位相の コウ配で決定される. 雑音を ラディアン で表わし  $\phi_n$ とすると共鳴点では  $\phi_n = N/S$ ,  $(d\phi/d\omega) d\omega = 0 = -S_2$ , これらか







(タテ軸 0.5r/div, ヨコ軸 約 3 min/div)
 図 3.2 アラスカ 磁場変動現象の実測結果
 (同志社大,小川教授,北村助教授のご好意による)
 Fig. 3.2 Observed fractuations of the earths magnetic field in Alasuka.



ら感度 fd は

24 (1072)

 $f_d = (N|S) (2\pi S_2)^{-1} = (N|S) f_c$  .....(3.1) となる. Rb<sup>87</sup> を使った実測例では S/N=100,  $f_c=120 c/s$ , これ から  $f_d=1$ ,  $2 c/s=0.17 \gamma$  である. Cs 磁力計の実際の感度は図 3.2 の  $r=3\pi$  における磁場の実測 データ から良好であることが わかる. 応答を遅くせずに感度をあげるには S/N を改善する必 要があることは、式 (3.1) からもわかる. 現在の磁力計に対する 要求は感度を最大限にあげることである. したがって ff 磁場の 強さは図 2.3 の変調信号振幅の最大になる付近に保たれている. これは同図の  $(d\varphi/d\omega)d\omega=0$  が最大となる付近と一致している. したがって現在は応答速度をぎせいにして感度を上げていること になる.

### 3.3 磁場実測例

図3.3に通常の磁場測定の数例を示す。普通,都会地では磁場 は商用の 60 c/s (または 50 c/s) で変調されている.工場内でこの 磁場変調の度合いを調べてみると夜間でも セン 頭値で数十mG あ るいはそれ以上ある.このような変調は磁力計出力を レートメータ などで ァナログ 表示する場合に障害となることが多い. (a) は工 場内の実測値で変動が 150γ くらいも記録されているが, これは 磁石などでわざと磁場を変動させたものである. (b),(d) はいな かの静かな磁場を測定した例である. (b) は 10 分間で 5~6γ 程 度の変動が記録されているが、この場所は昼間でも長時間にわた り磁場変動が 10 γ 以下であることもあり, 60 c/s による磁場変調 も昼間で, 工場内の夜間の 1/5 以下であった. (c) はこの測定中 50mくらいの近くを小形車が2台、別々に通過したときの磁場変 動記録である. 車は磁力計に対し, 東西方向に走ったため影響は 比較的小さい. (d) は鹿児島県内の浦の東大宇宙航空研究所の □ ケット 基地での測定例で、もっとも静かなときには数分にわたり 変動が1 γ 以下であった.東京都内数個所の磁場を測定したとき には昼間 30~40γの変動があるところでも深夜近くの電車の電 源が止められた瞬間から静かになり ±3γ ぐらいに減少したこと を記録している.

### 4. ロケット用磁力計

前章で述べたように、光磁気共鳴磁力計の感度は 0.27 以上で、 応答は 0~120 c/s にも及び、しかも小形軽量である. このような 特性は高空の超低周波磁波観測を目的とする ロケット 用磁力計に 好適である. われわれは東大宇宙航空研究所の L-3 形 2 号 ロケッ ト用磁力計および K-9M 形 10 号 ロケット 用磁力計各 1 台を製作 納入し、これらはおのおの昭和 40 年 1 月および 3 月に打ち上げ られ、L-3 形 2 号 ロケット では高度 1,040 km, K-9M 形 10 号 ロ ケット では 350 km の高層超低周波磁波の連続記録に成功した. 高 空に存在する磁波の中で 100 c/s 以下の周波数領域については従 来適当な磁力計がなかったために直接観測が不可能であった. こ の周波数範囲は上層領域では磁気圏の空胴共鳴の周波数および電 離層と大地間の空駒共鳴の周波数を含んでいるが、ロケット などに よる高空での直接観測によって、はじめて データ が得られるよう になったものである.

図4.1は K-9M 形 10 号 ロケット の外観を示し,磁力計は セン 頭部に装着されている.図4.2は L-3形2号 ロケットにとう載し た セシウム 磁力計の外観を示した.

外部磁場 H<sub>0</sub> が磁力計の光軸と 45°の角度をなす必要のあるこ とを図 2.3 について前述したがとう載した磁力計の光軸を ロケッ トの中心軸と一致させ、ロケットの打ち上げ方向の仰角を 78°、方位 角を 145° に取ると、東大鹿児島宇宙空間観測所の地磁気と磁力計 光軸のなす角度が、ほぼこの要求を満足している.

ロケット用としての磁力計は打ち上げ,高層飛しようなどの特殊 の環境のもとで使用されるので,表4.1に示すような模擬的な環 境試験に耐えることが規定されており,また動作時間が十数分,

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



図 4.1 K-9M 形 10号 ロケット Fig. 4.1 K-9M-10 rocket.



図 4.2 L-3形 2号 ロケット に とう載した セシウム 磁力計 Fig. 4.2 Cesium vapour magnetometer installed in L-3-2 rocket.



図 4.3 K-9M 形 10号ロケットに とう載した セシウム 磁力計 Fig. 4.3 Cesium vapour magnetometer installed in K-9M-10 rocket.

表 4.1 環 境 試 驗 規 格

板	動	5~ 50 c/s 全振幅 1 mm
105		50~ 500 c/s 加速度 5 G
		500~2,000 c/s 加速度 2 G
溫	度	150°C に 500 秒 加熱
戾	密	大気圧→1mmHg→大気圧のサイクルテスト 1回
街	撃	40 G

データ 伝送が テレメータ によるなどの諸点で地上用とは異なった回路構成,機構上の構造,材料などに特殊の配慮が必要となる.

### 4.1 磁力計ヘッド

吸収 セル の動作物質の選択については、最適動作温度が 30~40°C で温度制御容易かつ各種周波数 シフトが Rb より少ないなど の諸点から Cs<sup>133</sup> を用いた.原子発振器の構成は図 2.6 に示した 内容のものであるが、光学系は ガラス 部分を有するので、構成機構に耐衝撃性、耐振動性を考慮した、図 4.3 は K-9M 形 10 号 ロケット にとう載した Cs 磁力計の外観を示し、図に構成各部分の位置を記入してある.

セル の透過光検知には、小形で機械的強度が大きく、電源不要 かつ最大波長感度が Cs の D<sub>1</sub>線の 8,943 Å 付近にある シリコン太 陽電池を用いた.しかし太陽電池は時定数が大きく、ロケット 用に 用いたもので、25 μs あり、原子発振器の取り扱う 100~200 kc の 変調周波数に対し、振幅減衰比が 1/5~1/30、位相遅れが π/2 と なる.位相遅れの観点からは太陽電池が一種の移相器として動作 するが、この位相特性による原子発振器の周波数変化の影響を検 討すると次のとおりである.

今たとえば原子発振器の変調周波数が 100 kc から 150 kc まで 50 kc 変化したとすると、太陽電池の位相遅れの変化分  $4\theta$  は  $\pi/120$  (radian) となる. この  $4\theta$  による原子発振器の発振周波数 の変動分は、図 2.3 で説明した  $t_{\mu}$  の共鳴点における光変調特性 の周波数対位相特性の コウ 配の逆数  $d(4\omega)/d\varphi$  に比例する. ま た  $d(4\omega)/d\varphi$  は式 (2.4) から緩和時間  $S_2$  の逆数に等しい. した がって光検知器位相遅れ変化分  $4\theta$  による原子発振器の変調周波 数変動  $4f_a$  は次式で与えられる.

光磁気共鳴磁力計の応用・安東・久保・西岡・吉山・大川・尾崎

式(4.1)から, 原子発振器の変調周波数が100kcから150kcま で 50 kc 変化した場合の変調周波数変動は 4.2 c/s となるが、この 値は約1γの磁場変動に相当し、原子発振器の周波数変化に及ぼ す移相器の影響はきわめて小さい. 増幅回路は原子発振器の系の 一巡伝達関数が1より大となるように増幅利得を十分大きく取り, 使用周波数範囲で位相 えレを生じない帯域周波数特性を持つよう にする必要がある. 回路としては トランジスタ 4 段増幅を用い, 各 段ごとに エミッタフォロワ をそう入し,後段からの影響を絶縁してあ る. 太陽電池の出力が 100 µV より小さいので, 増幅初段は低雑 音用 NPN シリコントランジスタ を使用し,等価入力雑音が最小になる よう コレクタ 電流, コレクタエミッタ 間電圧, 入力抵抗を選択してあ る. 出力段の電流利得は終段 トランジスタの エミッタ 接地電流増幅 率に等しく負荷に無関係となるように構成し位相 えレは生じない. この増幅器の開 ループ 電圧利得は約 70 dB である. 動作物質の共 鳴点における光変調特性はある強さの rf 磁場に対して変調信号 の大きさが最大値を示すので、rf コイル に供給する電流は最適値 に制御する必要があり, rf 増幅器に自動利得制御回路が付してあ る. 入力信号は増幅回路の3段目出力から検出し、2段目と3段 目の エミッタ 回路の ダイオード の特性を応用し、エミッタの交流抵抗 を自動調整して、増幅回路増幅度の自動利得制御を行ない、吸収 セルの RF 磁場を最適値に保ってある.

### 4.2 データ伝送回路

高層を飛しよう中の ロケット から, 磁力計によって検出された 宇宙空間磁場の データ を地上へ伝送記録する システム として図 4.



図 4.4 K-9M 形 10 号 ロケット 用磁力計の データ 伝送 システム Fig. 4.4 Block diagram of data telemetering system for cesium vapour magnetometer installed in K-9M-10 rocket. 4 に示す方式を採用した. K−9M 形 10 号 ロケット おいて磁力計関 係の送信 データ は,高層磁場の絶対値,磁場の変動分および吸収 セル 温度の 3 データ である.

磁場の変動分の検出に関しては原子発振器の周波数の高層磁場 の強さに比例するので、この周波数を図4.4 に示すように周波数 弁別回路によって アナログ 電圧に変換し、低周波増幅器で増幅し 1 c/s~数十 c/s の超低周波磁波変動を高感度指示するよう テレメー タ送信器へ供給した.高層磁場強度の絶対値の検出と伝送に関し ては テレメータ 送信器の選択された副搬送波の周波数帯の要求から 次のような システム を用いた.

音サ(叉)発振器と高調波発生器を同期させ,高調波発生器の出 力としてのこぎり歯状波を発生させる. こののこぎり歯状波の周 波数は原子発振器の測定磁場に対応する出力周波数より 2 5 9 低 い. 一方周波数安定度が 10-6 以上ある水晶発振器の出力を周波 数分割回路で ティ減し,原子発振器の中心周波数に近い周波数を 得て,高調波発生器の出力とともに リング 変調器 (No. 1) で混合 する, リング変調器 (No. 1)の出力には水晶発振器周波数分割回 路の出力周波数を中心周波数として, 側帯波の周波数の間隔が高 調波発生器ののこぎり歯状波で決定される周波数 スペクトル が得ら れる. この リング 変調器 (No. 1)の出力周波数のうち、 フィルタで 高い周波数成分を除去して得られた周波数 スペットル を,原子発振 器の磁場 データ 周波数の偏差検出基準周波数列とする. この フイル タの出力と原子発振器の出力周波数を リング 変調器 (No. 2) で混 合し、さらに フイルタ とリミッタ を介して テレメータ 送信器へ伝達し て、テレメータの副搬送波周波数帯内の周波数分のみを通過させる. すなわちこの テレメータの チャネル では、原子発振器による磁場デ -タ 周波数と基準周波数 スペクトル との差の周波数のままで地上へ 伝送される.

吸収 セル の温度は ガラスサーミスタ で抵抗値変化に変換し、 ブリッジ 回路を介して増幅整流し、 アナログ 電圧に変換して テレメータ 送信機 へ伝達する、 テレメータ 送信機では磁場の変動分および セル 温度な どの各 アナログ 電圧によって各 チャネル ごとの副搬送波を変調し、 さらに各被変調波および磁場絶対値の チャネル の出力周波数を加 算して主搬送波を変調し地上へ送信する、

地上の テレメータ 受信器では受信信号を復調したあと帯域 フィルタ で各 チャネル ごとに分類し、アナログ 量に変換して記録計に記録し た.また磁力計の高層磁場絶対値測定用 チャネル に関しては、磁 場の強サが周波数で得られるので記録計に記録するとともに副搬 送波と基準の周波数との差をとり、周波数偏移を拡大して テープレ コーダ に記録し周波数測定の精密を期した。

### 4.3 飛出し機構

ロケット内に装着した磁力計 ヘッド によって宇宙高層磁波を検出 する際に、ロケット 内の他の観測計器および ロケット 自体が磁場を 有しており、これらの磁場の影響を受けることが、L-3 形 2 号 ロ ケット によってはじめてこの磁力計をとう載して測定した経験か ら明らかになった. K-9M 形 10 号 ロケット では、宇宙磁場測定開 始とともに磁力計 ヘッド を ロケット 先端から前方へ飛び出す機構を 付加した.

図4.5はその飛出し機構の構造図で、ロケットが発射されて地上 を離れ、ロケットのノーズコーンが開頭後、図4.5の後部にある火薬 に ヒータ で点火する.火薬の爆発で発生した ガス 圧によって磁力 計 ヘッド を先端に固定した ピストン が前進し. ピストン と シリンダの テーパ 部分が接触すると ピストン の テーパ 部分が シリンダ を押し広げ て前進する、この間磁力計 ヘット に与えられる運動 エネレーf が摩擦 によって吸収され、磁力計 ヘット が減速される。吸収される エネ レレf と運動 エネレーf が等しくなったとき ピストン と磁力計 ヘット が停 止し、その点で強力に固定される。

このように ピストン および シリンダの テーパ 部が衝撃の軽減と磁 力計の固定の二つの要求を同時に満足し、また飛出し機構の構造 が簡素化され、確実な動作が期待できるようになり、同時に軽量 化の要求も満足した<sup>(6)</sup>.



observed by K-9M-10 rocket magnetometer.

26 (1074)

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965





K-9M 形 10 号 ロケット の磁力計に付加した飛出し機構の性能を 表4.2 に示す. この方式を用いてさらに 2 段, 3 段の飛出し機構 も可能であり,またより長い ストローク の飛出し装置 も実現でき る.

#### 4.4 実測結果の例

昭和40年3月28日16時01分東大鹿児島宇宙空間観測所から 発射された K-9M形10号 ロケットにとう載した当所Cs光磁気共 鳴磁力計による高層低周波磁波記録 データを図4.6 に示す. 図 4.7 はこの記録 データから求めた飛行時間と高層磁場の関係であ る. この ロケット は発射後9分40秒飛行し、その間磁力計関係 の3 チャネル はすべて正常に動作した.

図4.7の一番上は タイムマーク,5 番目が高層磁場変動分,6 番 目が高層磁場の絶対値,2 番目が吸収 セルの温度である.地上の 磁場の強さ 0.46G が高度 350km に達すると約 0.4G に減少し, 高度とともに磁場強度が減少する過程および強度の絶対値が 0.2 γ 以上の感度で記録された.

また昭和 40 年 1 月 31 日打ち上げた L-3 形 2 号 ロケット では地 上 1,040 km の高度に到達したが、とう載した当所製磁力計によ る観測 データ では 0.275 G に達し、このような高空の磁場測定 デ ータ としては本邦最初のものである.

#### 5. む す び

われわれは光磁気共鳴磁力計の開発研究を行ない、従来の種々

の形の磁力計に比べて感度,応答速度,構造の簡単さ,小形とい う点において,著しくすぐれたものを実用化することができた. 磁力計としてのこのような特性は, ロケット磁力計の要求によくあ てはまり,東大宇宙航空研究所の観測 ロケット に使用されて高空 の超低周波磁波観測に成功を収めた.

原子固有の磁気能率を用いて磁場を測定する方法は従来 ウロトン 磁力計で代表され,高い感度および精度で絶対測定を必要とする 学術的測定に利用されてきた. オウティカル・パンピンク による磁力計 はこの ウロトン 磁力計よりさらにすぐれた性能のもので,その出 現は最近の量子 エレクトロニクス の進歩に負うところが多い.

このような成功にもかかわらず、今後改良すべき点も残っている. たとえば ロケット 磁力計の観測 データ は ロケット の自転に同期 した周期的誤差を伴っており、この中には磁力計の角度 シフト に よるものも含まれる. また温度、光の強さによる シフト も存在す るので、これら シフト を少なくする必要がある. また現在の磁力 計には、ある角度範囲で動作しないという死角が存在するので ロ ケット、人工衛星などでの使用に制約を受ける. このような死角を 少なくすることも必要である.

終わりに、ロケット磁力計について種々ご指導を賜わった同志社 大学小川徹先生,磁力計の開発に種々の便宜をはかられ, データの 掲載を許された東大宇宙航空研究所の関係者各位ならびに同志社 大学北村泰一先生に深く感謝申し上げる.

### 参考文献

- (1) F. Bitter: Phys. Rev., 76, 833 (1949)
- (2) H.G. Dehmelt: Phys. Rev., 105, 1487 (1957)
- (3) A.L. Bloom: Applied Optics., 1, 61, (1962)
- (4) 久保,安東:「三菱電機技報」38, 1072,(昭 39)
  S. Ando, T. Kubo: Mitsubishi Denki Laboratory Reports, 5, 397, (1964)
  - S. Ando: J. J. A. P., 1965 年刊行予定
- (5) 安東, ほか: 第25回応用物理学会学術講演会予稿, p. 234(昭 39)

# アメリカエイムス研究所納め複式中性子回折装置

蒹原 智\*·宫下恭一\*\*·津田栄一\*\*弘中一光\*\*

柳下和夫\*\*· 梶田 勲\*\*· 岩岸 聪\*\*· 俵口久元\*\*\*

# Double Neutron Diffractometer for AMES Laboratory in U.S.A.

Satoru HAGIHARA · Kyoichi MIYASHITA · Eiichi TSUDA

Central Recearch Laboratory Kamakura Works Kazumitsu HIRONAKA • Kazuo YANAGISHITA • Isao KAJITA • Akira IWAKISHI Hisamoto HYOGUCHI

A double neutron diffractometer which is a combination a triple axis-in-elastic scattering diffractometer and a double axis diffractometer. It permits taking out two monochromatic beams independently variable in their wave length through only one beam hole of reactor. Two individual diffractometers are controlled by means of program-control instruments which operate under the instructions of perforated tapes. The whole equipment including neutron measuring instruments is completely provided with solid state elements. The installation was finished in May, 1965 at the site of the reactor in the AMES NATIONAL LABORATORY in the United States of America.

### 1. まえがき

中性子回折装置はすでに国内向け6台の製作実績をもっている. 当社では1960年原子力研究所向け第1号機<sup>(1)</sup>を納入して以来, これらのすべてを独占的に製作してきた.それぞれの中性子回折 装置の仕様は少しずつ異なり,性能も順次改良されてきたが,装 置の構成や根本の設計に対する考え方は今日も変わっていない. 第1号機以来の構成上の重大な変化といえば,第2号機のうログラ ムコントロール化<sup>(2)(4)</sup>,第3号機の3軸 ゴニオメータの採用<sup>(3)</sup>,第5号 機の測定系および制御系の全トランジスタ化などである.その間, 開発の努力はむしろ製作の能率向上とコスト低減のための標準設 計化に向けられた.こうして今日では当初に比べ,より高性能の ものがより安価に製作できるようになった.

中性子回折装置は国際的にみるとイギリス,西ドイツ、ノルウェ な とに 1~2 台の製作経験をもつ メーカ があるようであるが,先進 各国の原子力研究所においては,研究者が研究の一部としてこれ を製作し使用しているのが現状である。その理由は中性子回折装 置がかなり巨大な実験装置でありながら、きわめて高い総合精度 を要し、またこれの製品化には機械工学,電子工学,原子核工学 の総合技術が必要であるため、はん用性のある工業製品となりが たかったためであろうと思われる、同じ理由で、これを当社にお いて製品化することの技術上の困難はもちろんあったわけである が、技術以外の困難もかなり大きかったことも否定できない、真 に新しい新製品の開発にはいつも付随する問題であろうが、これ を関係者のねぼり強い協力で解決していったこともしるさねばな らない.

1962年ごろ当社の中性子回折装置に ついては 海外の 各国から 引き合いが活発化していたが,輸出に先だつ諸条件が伴わず成約 をみるには至らなかった、しかし上記のような努力の結果,当社 の中性子回折装置を性能的にも価格的にも十分輸出にたえるもの とすることに成功し,その第1号として アメリカ 国立研究所の一 つである エイムス 研究所 (アイオワ 大学の運営)からこの装置を受注 し, 1964年末出荷 1965年5月現地据付調整,引き渡しを完了す ることができた.

### 2. 装置の概要

中性子回折装置は、原子炉の実験孔から強い熱中性子 ビーム を 引き出し (コースコリメータ)、平行ビームにそろえ (ファインコリメータ)、 これを単一波長の中性子 ビームにし (モノクロメータ)、試料に照射して その回折像を角度分布として精密に測定する(ゴニオメータ)装置であ り、シャヘイ体を含めると全重量は 30トンに及ぶものである。回折 された中性子強度を測定する中性子測定装置と、ゴニオメータを駆動 して全測定を ブログラム 制御する制御装置とは、上記の機械装置と 別に測定制御装置として一つにまとめられている。中性子回折装 置の簡単な解説については別の文献<sup>(1)</sup>にしるしたので、ここでは エイムス 研究所向けの装置の特長についてのみしるすることにする、

中性子回折には強い中性子ピーム が必要なので、これに適する 大形の研究用原子炉は世界中にそう多数あるわけではなく、また これらの実験孔の数も十分であるとはいえない. エイムス研究所の 原子炉は濃縮 ウラン 重水形 (日本原子力研究所の JRR-2 と類似) 5 MW であるが、二つの実験 グループに対して実験孔は一つしか 割り当てられていない、こういった場合の解決策として、われわ れは JRR-2 において、カスケード形ともいうべき モノクロメータを用 いた回折装置を製作したことがある.(3),(4) しかしこの方式は、第 2のビームが第1のビームの影響をうけるという根本的な欠点の ほかに、どちらか少なくとも一方のビームの中性子波長が連続可 変にできないという欠点をもつ。そこで今回は上下方向分離形の モノクロメータをはじめて採用した(特許申請中). こうすれば二つの モノクロメータピームの波長がまったく独立に連続可変にできるわけで 一つの実験孔を用いて2台の回折装置をまったく独立に使用でき るのである。われわれがこの形式を複式中性子回折装置 (Double Neutron Diffractometer) と呼ぶ理由である。2個の直径の1.8 m シャヘイ体を,動力を要せずに軽くしかも同一回転中心のまわりに 精密な角度精度で,独立に回転させるために特独な支持法とリンク 機構が開発された、この方法の問題点は上下 シャヘイ 体の接触部 からの放射線のもれであるが、この点についての実験結果はまだ 得られていない.

このようにしてできたいわば2台の回折装置のうちの一方は,

普通の ゴニオメータ をもった形式で 30×33 mm の ビーム 寸法 が使用できるもの,他方は普通の ゴニオメータ のほかに速度 分析用 ゴニオメータ を付加した形式で 60×80mm の巨大な ビ ームを使用するものである.われわれは以下前者を Thulb. 後者を Fingr と略称することにする.

Thumb および Finger はそれぞれの中性子測定装置, 制御装置を独立にもっている。中性子測定の方法は従来か ら製作してきた方式と変わらず, モニタメインの2チャネル形式 であるが,信頼性と小形化を図って完全にトランジスタ 化し た.中性子計数は ラリンタ で印字記録されるとともに,計 数率がペン式記録計に記録される。制御装置は紙 テーラ に セン孔された命令にしたがって,ゴニオメータアーム,テーブル,速度 分析 ゴニオメータアーム などの角度の位置決めや,回折像の測 定,パックグラウンド測定,アクセサリ制御などの測定の手順を順 次指示することができる。第1号機のような主として粉末 試料の回折実験用として計画されたものと異なり,この装 置のような単結晶試料の回折実験や非弾性散乱を取扱う回 折実験においては,このようなプログラム制御装置がきわだ って便利である。今後とも測定能率の向上,マシンタイムの節

約, 昼夜連続無人運転の要請などのため,中性 子回折装置は うロうラム 制御装置によって運転さ れるもの,といった方向に進歩してゆくことは ほぼまちがいないと思われる.これの完成は2 号機以来の うログラム 制御装置の改良といった面 でも,一歩おし進めたものと考えてよいであろ う.

### 3. 機械装置

030

この装置の大きな特長は、一つの原子炉実験孔で2台の中性子 回折装置を運転し、しかも、それぞれの回折装置は独立して別個 に単色中性子の波長を連続可変にできることである. すなわち図 3.1,3.2に示すように原子炉実験孔から上下2本の中性子ビーム を接近して取り出し、同一回転軸上の上下に配列した2個のモノク ロメータ単結晶で独立した2本の単色中性子 ピーム を得るようにし てある. このため散乱中性子 シャヘイ 用の モノクロメータ・シャヘイ 体 を上下に分け、通常の中性子回折実験に用いる1軸形 ゴニオメータ と、非弾性散乱の研究に用いる2軸形 ゴニオメータ とに、それぞれ 連結してある。設計にあたって大きな重量を支持して必要な精度 を得るためにはらわれた考慮は、すでに国内で据え付けた各種の 中性子回折装置で行なわれたことと同じである、この装置では上 下に分けたモノクロメータ・シャヘイ体を手動で容易に回転でき、しか も散乱中性子の シャヘイ を確実に行なう点が重要な問題である. また現地での据え付けが短時間で行なわれ、必要な精度を容易に 得られるように考慮がはらわれた、

#### 3.1 機械定盤

上にも述べたように、現地据え付けを容易に行なえるように機械装置は大形定盤の上に組み立てる方式を採用した。すなわち炉 室の基礎 ブロック に定盤を設置し、この上に モノクロメータ および2 台の ゴニオメータ を組み上げるようにした。したがって定盤は約30 トッ に及ぶ機械装置の全重量をささえ、ゴニオメータの角度精度に見 合った剛性を必要とするため鋼板の溶接箱構造とした。またその 形状は2台の ゴニオメータ が、それぞれの単色中性子の波長に応じ て移動できるように半径 1,900 mm の半円形をしているが、輸送



FINGER DIFFRACTOMETER





図 3.2 機械装置側面図 (Thumb は省略) Fig. 3.2 Side view of double neutron diffractometer. の際の寸法制限のため 1/4 円状定盤を中心で ポルト 止めするよう になっている.

### 3.2 モノクロメータ

モノクロメータ は単結晶を載せる2組の結晶台と結晶 テーブル, モノク ロメータ・シャヘイ体とそれをささえる中心ポスト および ゴニオメータ を 移動するための2組の ァーム で構成されている.

単色中性子 ビーム を得るため鉛の単結晶を用いたが、ビーム の断 面寸法が 2 軸形 ゴニオメータ(Finger)用で  $60 \times 80$  mm、1 軸形 ゴニオ メータ (Thumb) 用で  $30 \times 30$  mm であるため大形の単結晶が必要 で、幸い日本原子力研究所のご好意に よって 製作指導を願って  $300 \times 70 \times 20$  mm のものを完成した、このような大形の単結晶を 用いた例は外国にもなく特長の一つとなっている.

実験孔から取り出された上下2本の入射中性子 ビーム は、積み 重ねられたモノクロメータ・シャヘイ体の開口部を通って、2個の単結 晶でそれぞれ別個に独立して単色化され、ゴニオメータ に導かれる、 Finger ゴニオメータ 用の下部 シャヘイ体は中心 ポスト とともに回転す るが、Finger ゴニオメータ 用の上部 シャヘイ体は、下部とは無関係 に回転できるようにしなければならない、困難な問題は2個の シ ャヘイ体を手動で容易に回転でき、しかも散乱中性子を シャヘイ す るため スキマ や空間をできるだけ小さくしなければならないこと で、このため上下の シャヘイ 体の間に特殊な大径薄形軸受をそう 入して解決した、シャヘイ体の回転 トレク も表 3.1 の値が得られ容 易に手動で回転できる。

結晶 テーブル のうち Finger ゴニオメータ 用は中心 ポストの上に取 り付けられ アーム の回転に対して 1/2 の角度だけ運動する、いわ ゆる 0-20 の関係があるが、Thumb ゴニオメータ 用は機構上 アーム の 回転に対して 0-20 の関係はなく、上部 シャヘイ 体に固定されてい

アメリカエイムス研究所納め複式中性子回折装置・箍原・宮下・津田・弘中・柳下・梶田・岩岸・俵口

(1077) 29

表 3.1 モノクロメータ・シャヘイ体の摩擦 トルク

	上部シ	トーイ体	下部シ	ャヘイ体
回転方向	時計方向	反時計方向	時計方向	反時計方向
	1.470	1,350	1,730	1,710
	1,600	1,530	1,830	1.770
トルク(kg.cm)	1,500	1,560	1,740	1,640
	1,500	1,640	1,950	1,760
	1,530	1.500	1,910	1,760

る. なお, 各結晶 テーブル は単独で遠隔駆動できる.

モノクロメータ単結晶は結晶台に取り付けられ、結晶面の方位が入 射中性子 ビーム に対して微調整される、このため結晶台は4方向 の自由度をもち、前後左右にそれぞれ 10 mm の移動と同じく±4 度の傾きを結晶に与えられ、これは遠隔操作される、

モノクロメータ・シャヘイ 体は直径 1,800 mm で,高さは上下積み重 ねて 1,000 mm あり、厚さ 20 mm の鋼板の容器に中心部 150 mm の厚さに鉛を鋳込み、その周囲には ポロンパラヒン を溶かし込んで ある、シャヘイ体の全重量は上下とも各約 5 トン となった、

3.3 ゴニオメータ

2台の ゴニオメータ はいずれも標準化された装置で、中心ポスト、 試料 テーブル、アーム から構成されている、Thumb 用では アームの 上に ファイン・コリメータ と検出器が取り付けられ、Finger 用では アームの上に速度分析用 ゴニオメータ (V・A ゴニオメータ) が取り付け られ、V・A ゴニオメータの アーム上に検出器が取り付けられる。試 料テーブル は最大 2 トン までの大形電磁石や クライオスタット を載せる ことができ、アームの上の検出器は約 100 kgの シャヘイ 体でおおわ れている。このような重量をささえて円滑な回転をし、必要な精 度を得るため ゴニオメータ の主要材料は アルミ 合金を用い、軽量の 剛性のある構造にしてある、図3.3 は試料 テーブル に 2 トンの荷重 を加えたときの トルク と タワミ の測定例である。

試料 テーブル と アーム とは正確に θ-20 の関係で1 台の サーボモータ によって運動され、0.01 度の精度で位置決めされる。このため ピ ッチ 誤差 5 μ に精密加工された特殊 アルミ 青銅の ウォームギャ を最終 段に用いている、アームの回転角の遠隔表示と制御に メカニカル・シ ャフト・アングル・エンコーダ (ディジタイザ)を用いたことも大きな特長で ある.また中心柱に取り付けた目盛板によって 0.01 度の精度で回 転角を直接読み取ることができる.試料 テーブル は θ-20 の連動と は別に単独で駆動でき、これも ディジタイザ でその回転角を検出し ている. V・A ゴニオメータ は メインゴニオメータ と同じ構造であるが、 大きな重量をささえる必要がないため小形になっており、またテ



図 3.3 負荷時の ゴニオメータの トルクと タワミ Fig. 3.3 Deformation and torque of loaded goniometer.



Fig. 3.5 Angle accuracy in  $\theta$ -2 $\theta$  coupling.

-ブルだけを単独では駆動できない. 図3.4は ゴニオメータ に取り 付けられた目盛板の総合精度を示し、図3.5は試料 テーブルとア -4の連動精度の測定例である。

### 3.4 ファインコリメータとビームナロワ

ファインコリメータ は中性子 ビーム の開き角をおさえるため、カドミウムメッキ を施した海鋼板を平行に並べたもので従来製作したものと同じである。窓面積は使用する中性子 ビーム の断面の大きさに対応して、60×80mm と 30×30mm のものがあり、分解角 10 分、20 分、30 分の 3 種類がある。

ビームナロワ は中性子 ビーム の断面積を限定するためのもので、厚 さ1 mm の カドミウム 板と ポロンカーパイド を 50 %含んだ アクリル 樹 脂10 mm を重ねた シャヘイ 機を引戸式に タテ と ヨコ に マイクロモータ で駆動して開口の大きさを変えている。この開口部の大きさは ビ ームナロワ に組み込まれた ポテンシォメータ によって操作盤に表示され る.

### 4. 中性子測定装置

中性子回折実験ではX線回折の場合と異なり,最大級の原子炉 を用いたとしても,中性子単色線源の強度はX線強度より4~5ヶ タ低い.したがって統計的変動の十分小さい測定を行なうには, 実験が長時間にわたる傾向がある.だから測定器の長時間の安定 性は非常に重要である.ところが中性子が検出器に入射する時間 間隔は at random なので,数え落としのないよう十分速い測定 回路を使用しなければならない.そのうえ試料で回折された中性 子の強度は通常そんなに大きくないので,パックラウンド 計数をで きるだけ少なくして S/N 比を上げることが肝要である.

### 4.1 中性子計測系

中性子計測系の ブロック・ダイアグラム を図4.1 に示す、中性子の 検出器としては、 当社製の BF3 比例計数管を Finger および Thumb ともモニタ には ND-8534-60, メイン には ND-8554-60 を 1本ずつ用いた. ここにいう モニタ とは原子炉の出力の変動をモ ニタ するもので、他の実験の影響とかその他の原因で、原子炉の 出力が変動した場合、単位時間あたりの計数率を測定していたの では、その変動によって測定値が影響されるが、この モニタを使 用することによって、その影響を取り除くことができる. すなわ ち モニタ の計数が プリセット した計数に達するまでの時間だけ, メ イン計数管で回折中性子を検出できるようになっており、 入射中 性子数の増減によって、測定時間が短縮されたり延長されたりす るので、長時間の実験に対しても安定した測定が可能である。た だし統計誤差は メイン 1本のみを使用する場合より 原理的に大き くなるが, 普通 モニタ の プリセット 値は 10% というような十分大き な値であるので、統計誤差の増加は小さく原子炉の変動に比べて 問題とならない値である.

### 4.2 BF₃計数管

この モニタ を取り付ける位置を モノクロメータ のあとにおくこと によって入射中性子の エネルギスペクトル に谷 (parasitic reflection) があった場合でも、谷以外でとった データ とつながるわけである.

メイン 計数管は厚さ 250 mm の ボロン 入り パラフィン, 木および カドミニウム からなる円筒形 シールド 中に収納され, 散乱中性子によ る パックグラウンドの減少に努めている. この カウンタ・シールド 中での BF<sup>3</sup> 計数管 (ND-8554-60) の パックグラウンド は 4 cpm であった.

BF<sub>3</sub>計数管はいずれも材料に高純度 アルミニウム を用いており, 高い中性子束中においても誘導放射能の発生の心配がない.

雑音を減少させることには、とくに留意し、ケーブル は2重 シー ルド したものを用い プリンタ、キーボード、パネル 面の スイッチ などの雑 音発生源には コンデンサ を入れて サージ を取るようにし、ほぼ満足 な結果を得た.



図 4.1 中性子計測装置のブロック線図 Fig. 4.1 Block diagram of the neutron measuring system.

#### 4.3 プリアンプ

測定回路は プリァンプ, リニアアンプ および スケーラ ともすべて トラン ジスタ 化され, 機能 ブロック ごとに プリント 基板に配線されたので, 不良個所が見つかればその基板を スペア・カード と差し換えるだけ でよく保守上たいへん便利になった.

<sup>ウ</sup>リァップのトラッジスタ用の−12V電源は、信号ケーブルに重畳し て送られ、ケーブルの本数を減らす経済設計となっている. <sup>ウ</sup>リァッ <sup>ウ</sup>の利得は 18 dB である.利得の温度特性は 0.1 %/°C 以下であ る. 出力 イッピーダッス は 50 オーム と低くしてあり 20 m の ケーブルで 測定制御装置内の リニァァップ に結合される.

### 4.4 リニアアンプ

リニアアンプ は トランジスタ 化によって小形化されてので, 従来の 480 mm 幅×150 mm 高さの標準 パネル に,高圧電源および波高弁 別器とともに収納されている. この リニアアンプ は直結 3 段の ネガテ ィブ, フィードバック, アンプ からなり, その直線性は 1 %以下で利得 は 58 dB である. 立ち上がり時間は 0.15 µs で帯域幅 0.8 MC の 周波数特性をもっている. 出力は スケーラ とそれに内蔵された計 数率計および記録計に供給する. これらの機器はいずれも測定制 御装置内に収納されている (図 5.1 参照).

#### 4.5 高圧電源

高圧電源は発振式のもので電圧 リッラル 0.4 V 以下,電源投入 の30 分後から 8 時間の間の ドリフト は 0.01 %以下となっており, BF<sub>3</sub> 管の ララト 特性とあいまって長時間の安定した計数が可能で ある.

#### 4.6 デュアル・チャネル・スケーラ

リニアアンラからの出力は モニタ,メイン ともに デュアル・チャネル・スケ -ラ に入りそこで計数され,またそれに内蔵されている2個の計 数率計に指示され,同時に 2ペン式 レコーダ により記録される.

この デュアル・チャネル・スケーラ はとくに中性子回折の自動測定用 に当社で開発されたものである. このスケーラ は 2 チャネル の パルス 計測系をもっていて, そのうち一方は <sup>3</sup>リセット 計数可能である. モニタ 計数管からの パルス または内蔵の水晶発振器からの 10 $\mu$ s~ 0.1 sec の時間信号が計数され, それが <sup>3</sup>リセット 値に等しくなる まで メイン・チャネル の計数が行なわれる. この計数は前面 パネル 上 に ネオンランプ で ディジタル 6 ケタ で表示される. 表示された計数値 は Beckman/Berkely の <sup>3</sup>リンタ Model 1452 で印字される. その 際 <sup>3</sup>ログラム</sup> 制御装置が テープ で制御されていれば, その テープ 番 号が 1 ケタ と測定番号の下 1 ケタ が同時に印字される.

このスケーラには次の五つの測定 モードがあり、 ファンクション・スイ ッチによって選択される.

(a) ノーマル・モード:このモードでは モニタ 計数管からの パルス が プリセット 値に達するまで、メイン 計数管の パルス を計数する.通

常の実験はこの モード で行なう.

(b) リパース・モード:上とは逆で メイン 計数管 からの パルス が プリセット 値に達するまで, モニタ 計数管の パルス を計数する.

(c) チェック・モード:この モード は スケーラ,計 数率計, プリンタ および レコーダ が正常に動作する ことを点検するのに用いられる.

(d) ノーマル・タイム:1,2,3....9と10µs,0.1
 ms,1ms,10ms,0.1 secの組み合せで決まる プリ
 セット時間の間、メイン 計数管のパルス を計数する.

(e) リバース・タイマ:メイン 計数管の パルス が う

アメリカェイムス研究所納め複式中性子回折装置・蘓原・宮下・津田・弘中・柳下・梶田・岩岸・俵口

リセット値に達するまで時間を表示する.

この スケーラ も トランジスタ 化された基板で構成されている.

### 5. 制 御 装 置

制御装置はこの装置の シーケンスコントロール を自動的に行なう うロ グラムコントロール部 (テーブリーダ,コントロールデスク,論理回路,リレーパネル など)や ゴニオメータアーム,サンプルテーブル などの機械装置部を駆動す るための サーボ 増幅器,また機械装置に付属した ビームナロワ やモ ノクロメータ 試料台などの制御を行なう インジケータ,およびこれらに 必要な,A・V・R,直流電源から構成されており,図5.1に示 す測定制御装置に約められている.

この制御装置は上記のほかに,機根装置部に取り付けられている ディジタイザ,中性子計数用の スケーラ と組み合わされて,一つの 制御 ループ を構成している.制御装置の ブロック 線図を図 5.2 に 示す.

#### 5.1 プログラムコントロール部

プログラムコントロール 部は、テープリーダ や コントロールデスク の入力装置 と、これらによって与えられる情報に基づいて シーケンスコントロール や位置ぎめ動作を行なう論理回路とに分れる.

### (1) 入力装置

テーラ信号を用いて シーケンス の コントロール を行なう テープコントロー ル では、テープリーダ として Friden 製の メカニカルリーダ を用いた.



図 5.1 測定制御装置 Fig. 5.1 Measuring and control equipment. (for finger diffractometer)



また手動によって情報を与える場合は コントロールデスク が用いられ るが、制御すべき内容は両者とも同一のものである。

この  $\tau$ --う 情報に基づいて中性子回折実験を自動的に、種々の シーケンス を長時間連続して行なうことができる. エイムス 研究所で は コンピュータグルーラ と協力して、この装置にさらに付加装置を追 加して コンピュータ 制御が実施される予定である. これらに用いた  $\tau$ --う 情報の Characteristic code, format や  $\tau$ --う 寸法などは NATIONAL AEROSPASE STANDARD (NAS) の規格に準 じたものである.

(2) 論理回路

a. 機 能

論理回路の機能は、シーケンス制御および位置ぎめ制御がそのお もなるものである。図5.3のような、あらかじめ用意されたセン 孔テーラをテーブリーダで読み込むか、あるいは手動でコントロールデス クから情報を与えることによって、各設定値はそれぞれのレジスタ に置数される。一方各指令信号はインプットコントロール 回路にセット される。これらの情報や各回路からのフィードパック信号にしたが って図中のシーケンスコントロール 回路の状態が自動的に遷移して、装 置の制御が行なわれる。図5.4 に シーケンスの流れ図を示す。外 部から指示できる動作は、

- (a) Normal 測定(通常の回折実験)か Velocity Analyzer かの指示
- (b) Back Ground 測定を行なうかどうか
- (c) Accesorry (Spin flipper) を使うかどうか.

があり、その選び方で8通りの実験方法ができる。図中の□□は シーケシスの状態を示し、→印とそのかたわらの文字はこれらの状 態間の遷移方向とその際の信号を示す。

一方位置ぎめの動作は機械装置部に取り付けてある ディジタイザ によって現在位置が検出され、コード変換回路でその10進出力が



図 5.3 シーケンスコントロール 回路の流れ図 Fig. 5.3 Flow chart of sequence control circuit. 純2進信号の適当な電圧 レベル に変換され、コンパレータ 回路に導 かれる.コンパレータ では上述の レジスタ に置数された設定値と デジ タイザ からの現在値とが比較される. その結果高速か、低速か、 CW か、CCW か、起動か、停止か、いずれかの駆動信号が得られ サーボアンプへ入る. 高速と低速は現在位置が設定値よりも 0.16° 以 上離れているか、どうかで判定しており、駆動速度をこのように 切り換えることによって設定精度は ± 0.01° としているが機械的 に オーパラン することはほとんどない. 位置ぎめが終わるとスケーラ (測定系)を動作させて中性子の計数を行ない、結果を印字する. 一つの測定が終わると次の測定点へ位置ぎめを行なう.

#### b. 構成

論理回路の構成はすべて トランジスタ 化した ラリント 基板を用い ているので信頼性も高く、取り扱いが容易である. 基板の内訳は 標準 NOR カードを中心として、新たにこの装置のために開発さ れた特殊 カード約 20 種が用いられており、Finger で約 450 枚、 Thumb で約 350 枚の カード が使われている.

これら論理回路のほかに機械装置の付属品(シャッター, リミットスイ ッチ など) との結線や, これらの駆動のための小形 リレー が リレー パネル に納められている.

### 5.2 サーボ増幅器

ゴニオメータアーム、V・A アーム、サンプルテーブの駆動用として用いて いる サーボ 増幅器は P・W・M 方式の高能率の トランジスタ 方式で ある. プログラムコントロール 部での演算結果や コントロールデスク からの DRIVE, HIGH SPEED,+DRIVE の信号に従って リレー が駆動 し適当な入力信号を選択する.入力信号は タコジェネレータ からの フ ィードパック 信号と混合し増幅ののち パルス 幅変調を行ない、パワー 増幅器を通して サーポモータ へ供給される.出力電圧,モータの回転 数はそれぞれ メータ に表示される.この サーボ 増幅器の出力は 15 W であるが 5W 用としても使うことができる.

### 5.3 インジケータ

インジケータ は機械装置に付属している各種 アクセサリ を制御する ための スイッチ や,その位置を表示するための メータ 類からなって いる、

(1) モノクロメータ 結晶 テーブル

プッシュポタンコントロール で,動作範囲は 0~360° である. 駆動機構 には AC モータ を用い位置の検出および表示には セルシン を用い ている.

(2) モノクロメータ 結晶台

プッシュポタンコントロール で移動方向として X 軸 Y 軸とそれぞれの 回軸方向である R-X, R-Y がある. 駆動は小形の DC モータ で 位置検出には トリオーム を用いている.

(3) ビームナロワ

### 5.4 ディジタイザ

機械装置部の角度位置検出には Theta 社の Decitrak を使って A-D 変換を行ない、出力 コード は 10 進数である。

### 6. 据付および総合検査

アイオワ 大学 エイムス 研究所での据え付けは 1965 年4月15日から開始された.装置は最小限に分解され,コンテナ 輸送としたため 荷解き,組み立ても順調に進めることができ,また輸送による部 品の損傷もほとんどなかった. アメリカ 国内の陸上輸送では、季節 が冬にあたり気温が -20°C になることを考慮して、とくに精密 級 ペアリング を多数組み込んだ ゴニオメータ 中心柱は ヒータ 付の トラッ ク で運搬された.

据え付けは トランシット と水準器を用い,装置の ピーム 中心に対 する心合わせと レベル 出しを行ないながら組み立てた. 機械定盤 はあらかじめ炉室に埋め込まれた基礎 ブロック に固定したが,ピー ム 中心に対する高さの精度は ±0.5 mm 以内におさまり十分な結 果が得られた. 機械本体はその回転中心が正しく ピーム 中心に合 致するよう組み立てた結果,上下方向には ±0.5 mm 左右方向に は ±0.1 mm の精度を得ることができた.

据え付けの労力は エイムス 研究所から原子炉 オペレータ が提供さ れたが、専門の組立工なしでさしたる トラブル もなく十分な精度 で装置の組み立てが行なえたことは、装置を最小限に ブロック 化 したことによるもので大きな収穫であった.この装置の据え付け 調整は約3週間で完成したが、短時日で行なえたのは前述の理由 にもよるが、エイムス研究所の諸事にわたるじん速な手配と多大な 援助によるものである.

測定制御装置と機械装置とは大小13本のケーブルでコネクタ接続 しているが、機械装置からのケーブルは一度炉室床を貫通して地 下室の天井をはわせ、さらに炉室床を貫通して測定制御装置に接 続した。



図 6.1 機械装置の組立 Fig. 6.1 Installation of machanical part.



図 6.2 据付完了した複式中性子回折装置 Fig. 6.2 Double neutron diffractometer at the reactor site.

アメリカエイムス研究所納め複式中性子回折装置・蘒原・宮下・津田・弘中・柳下・梶田・岩岸・俵口

(1081) 33



図 6.3 炉室に据え付けた測定制御装置(Finger & thumb) Fig. 6.3 Measuring & control equipment at the reactor.



原子炉は CP-5形, 出力 5 MW で日本原子力研究所の JRR-2 と同形のものである. 装置は据え付調整のあと原子炉の出力上昇 をまって,連続運転を行なったが,自動送りの精度は±0.01 度と なり十分な結果が得られた. 続いて5月17日,原子炉出力が1.5 kW に上昇したので,鉛の単結晶の性能と装置が中性子 ビーム に 対して正しく調整されていることを検査するため,単結晶のロッキ ッグカーラを測定した.図6.4,6.5 はその結果で装置が十分な精 度で据え付けられたことが確かめられた.

### 7. む す び

複式中性子回折装置とわれわれが呼んでいるところの、1台で 2台の独立な中性子回折装置の機能を果す装置を開発し、またこ れを ゔロゔラムコントロール 方式で完全 ゔロゔラム 運転ができるようにし たものを、輸出第1号として ァメリカ 原子力委員会 エイムス 研究所 に納入し、据え付け調整を完了した。この装置は「複式」である こと、また ゔロゔラムコントロール されていることによって、最もはん 用性にとみ進歩した中性子回折装置であり、今後の輸出が期待さ れる.

中性子回折装置としてはわれわれはすでに国内に関する限り, 多数の製作据え付けの経験をもち,たとえ「複式」といえども製 作上特殊な困難があるわけではない、しかしこの種の大形の原子 力機器の輸出となると,いくつかの新しい問題が発生する.輸送 の方法一つを取り上げても国内とは事情が異なるし、当方指導者 が現地で短期間に能率よく据え付け指導ができるような方策もあ らかじめ考慮しておかねばならなかった。これは輸出にあたって 必ず一度は通らなければならない関門であろう、このために払っ た設計上,工作上の考慮は今後のための貴重な経験となった。

この装置の注文の責任者として仕様の決定に努力され、われわ れを激励してくださった アイわ 大学 ランドル 教授が、この完成を 見ることなく、なくなられたのは、まことに残念なことであった. ここにつつしんで哀悼の意を表する、そのあとを引き継いでこの 工事の据え付けに際しても、好意的にご協力してくださったエイム ス研究所のマッコークル博士、ストラス氏をはじめとする諸氏に深く 感謝したい.またこれの輸出の契機をつくるのに努力していただ き、そのあとも種々ご指導いただいた大阪大学渡辺教授、国富教 授にもお礼を申し上げなければならない、単結晶の製作には原子 力研究所浜口研究員のご指導をいただいた.輸出に際してその意 義を理解され、絶大な努力をしていただいた三菱商事(株)、三菱 インターナショナル(在米)、三菱原子力(株)をはじめとする皆様にも お礼のことばを述べたいと思う.

### (昭 40-7-16受付)

### 参考文献

- (1) 国富,浜口,蘒原,宮下,茂木,大野:中性子 スペクトロ メータ「三菱電機」35,835(昭36)
- (2) 三宅,星埜,鈴木,桂木,吉江,弘中,茂木:中性子回 折装置用 プログラムコントロール 装置「三菱電機」36,545(昭 37)
- (3) S. Hagihara, K. Miyashita, T. Yoshie, E. Ohno and M. Mogi: Three Neutron Diffractometers Mitsubishi Denki Laboratory Reports, 3 No. 1 (1962)
- (4) S. Miyake et al : Single Crystal Neutron Diffractometer with Automatic Programming Control System. J. Phys, Soc, Japan. 17 Supplement B-II, p. 358 (1962)

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965
# イオン交換樹脂によるニトロベンゼンの精製

太田基義\*・川上 剛\*・山口久美子\*

Purification of Nitrobenzen with Ion Exchange Resin

Central Research Laboratory Motoyoshi OHTA • Takeshi KAWAKAMI • Kumiko YAMAGUCHI

The Kerr-Cell which has no mechanical inertia is used for a shutter of high speed photography and laser  $(10^{-6} \sim 10^{-9} \text{ sec})$ . A number of compounds show Kerr-effect, but the nitrobenzen is frequently used because it has good optical characteristics. In this utilization high purity and high specific resistance are a vital requisite. A method of purifying the nitrobenzen is described herein that it is neutralized, distilled and then chromatographed with cation exchange resin. As a result the following specification is made available with the compound.

Specific resistance	$2.7 \times 10^{11} \ \mathrm{\Omega} \cdot \mathrm{cm}$
Refractive index	$n_D^{25} = 1.5499$
Water content	113 ppm ((0.94 $\times$ 10^{-2} $\%$

## 1. まえがき

Kerr-Cell 用として Kerr 効果の最もすぐれているのは ニトロペ っ七っ (Kerr constant  $3.94 \times 10^{-5}$ , at 20°C 520 mµ)であるといわ れ<sup>(1),(2)</sup>,使用される高純度 ニトロペンゼンの精製法について2,3の 報告がある<sup>(3),(4)</sup>. レーザの Kerr-Cell 用高純度 ニトロペンゼンの諸性 質を研究するために、極性物質 ニトロペンゼンの精製法を検討した.

いままでの精製法は、中和、蒸留、脱水剤による脱水、分留の 工程を組み合わせた複雑な方法であり、純度は比抵抗 2~5×10<sup>9</sup> Ω.cm 程度である.分取りが スクロマトクラフィ によって精製すると 高純度のものが得られると思われるが、1 回の処理量が数百 ml 程度で、高価な装置を必要とする.

筆者らは、中和、単蒸留によって脱水したこトロペンゼンを陽イオ ン 変換樹脂を使用した吸着 クロマトグラフィ によって精製し、純度は 比抵抗、誘電率、屈折率、カールフィシャ 法による水分定量、紫外部 吸収 スペクトル の測定によることとした。

## 2. ニトロベンゼンの精製

### 2.1 イオン交換樹脂の再生と乾燥

表2.1 に示す形状をもつ アンパーライト CG-120 形を約 2N-HCl に3時間浸 セキ し、ロ 過、リトマス 紙が赤変しなくなるまで水洗し、 Na 形を H 形に変えた. Li 形は H 形を LiOH で置き換えた. Li+ はイオン 変換樹脂の イオン 選択係数が低濃度 (0.1N) において H+ より劣るけれとも、5N-LiOH 水溶液で置き換えを行なったので Li 塩に変わったものと判断した(樹脂の色の変化を観察). Na 形 は市販の樹脂を水洗いを5回行なったものである.



分 題	強酸性カチオン交換	
交 換 基	-SO <sub>3</sub> M	
販売時の形	Na	
本分含有串 (%)	5~10	
粒 径 (ノンシェ)	100~200	
最高操作温度	120°C	
有効 pH 範囲	1-14	
総架橋監	8%	
and the second se		

\* 中央研究所



図 2.1 樹脂の水分減少量 (Na 形) Fig. 2.1 Drying of cation exchange resin. (Na type)

樹脂の乾燥は 110°C  $\pi$ -ブッ 中で 10 時間行ない乾燥後すぐ  $\pi$ ラム に充テッした. ただし H 形の樹脂は水分の除去が困難であったた め、さらに真空  $\pi$ -ブッ (100°C, 1 mm·Hg) で 4 時間乾燥させた. 110°C  $\pi$ -ブッ 中で 10 時間乾燥させた樹脂の水分減少量は図 2.1 に示すとおりである.

#### 2.2 ニトロペンゼンの精製

ニトロベンゼン精製過程を表2.2に示す. 試薬特級ニトロベンゼン 500

表 2.2 ニトロベンゼンの精製



表2.3 使用樹脂量

					Na 118	日 形	Li 形
Å	7	Ŧ	法	(glee)	0.035		
31	.2	4	法	(g)	44	25	32

g に 10% 炭酸 ナトリウム 20 ml を加えて振騰し, 蒸留水で 5~6 回 洗浄した (リトマス 紙が青変しなくなってから さらに 1 回水洗い). 減圧蒸留は シリカゲル, エタノールードライアイス 系で乾燥した窒素ふん い気中で行ない, 6 mm・Hg, b.p. 71°C の留分を本留分とした.

〔1〕 はこの操作を2回繰り返した.

〔Ⅱ〕 の結晶化は氷一食塩系寒剤中で行ない,結晶化が サンプル 量の半分程度に達したとき未結晶部分と分離した.

〔Ⅲ〕のイオン交換樹脂を吸着剤として使用したものはカラム 法とパッチ 法で試みた<sup>(5)</sup>. それぞれの使用樹脂量は**表**2.3に示す.

また イオン 交換樹脂層流出精製後の ニトロベンゼン 11 中に モレキュ ラ・シーブス 4A 50g (200°C で2時間再生したもの) を入れ、6 カ 月間密閉保存した [IV].

〔1〕,〔11〕,〔11〕,〔11〕,〔11〕の精製法によって得られた ニトロベンゼン を純度測定の サンプル とした.

## 3. 純度測定

#### 3.1 比抵抗,誘電率の測定

測定電極は日新 MEC 形 (電極定数  $C_0=51.9\,\text{pF}$ , s/a=588)を 使用した.測定に際しては,電極をあらかじめ retv で洗浄し, その後蒸留水で6時間煮沸,乾燥してから測定試料で1度共洗い した後,大気中で下記の測定を行なった.なお,電極表面汚損の 影響をみるため同一試料について2回測定した.

#### 3.1.1 固有抵抗の測定

測定回路を図 3.1 に示す。測定電圧は DC 500 V で電圧印加 時間における電流を測定し固有抵抗を算出した<sup>(9)</sup>。

測定電流は吸収電流の変化に基づき,時間とともに指数的に減 少し,いわゆる導電々流による固有抵抗を測定することはかなり 時間が必要であるが,今回の測定では電圧印加後 10 分まで測定 を行ない,10 分値における固有抵抗 (*p*)を求めた.

#### 3.1.2 誘電率の測定

周波数 60 c/s, 測定電圧 4 V の静電容量計によって, 電極に試 料を注入しないときの静電容量  $(C_0)$  と, 電極に試料を注入した ときの静電容量  $(C_x)$  を測定し,式 (3.1) から誘電率を求めた.

#### 3.2 屈折率の測定

Abbe 屈折計を用いて ニトロペンゼン の屈折率を測定した, 測定 温度は恒温そうで 25°C に調節した, 文献値と比較するため, 水 の屈折率および水飽和 ニトロペンゼン の屈折率を求めた.





## 3.3 ガスクロマトグラフィ

島津製作所製 ガスクロマトグラフ GC-2B 形を用いた. 分離能に影響を与える因子, すなわち固定相、カラムの長さ, キャリヤガス の流速, 測定温度などは ニトロペンゼン の ガスクロマトグラフ として最適とは 断定できないけれども, 固定相液体として シリコーン DC-550 を使 用し目的の チャート を得ることができた. 充 テン 剤として モレキュ ラ・シーブス 5A, 活性炭, DOP を試みたが, 保持時間が長く, ま た チャート 形状も シャーラ ではなかった. 実験条件は下記のとおり である.

カラム	内径 4mm
	長さ 1.5 m
充テン剤	シリコーン DC-550 (約 9.5g)
キャリヤガス	NJ06
サンプル 注入	ツベルクリン 反応用 1 ml 注射器

#### 3.4 Karl-Fisher 試薬による水分定量

三菱化成式 KFD-8 形電気滴定装置を用い,カールフィシャ 試薬 SS (0.4~0.6 mg/cc) で水分滴定を行なった. 乾燥した滴定 フラス コ に試料 20 ml を入れ,滴定溶媒の メタノール (2.0 mg/cc) を加 え、カクハン した後 カールフィシャ 試薬で定量した. 測定値より メタノ ール、フラスコ ふんい気中の水分<sup>(7)</sup>を差し引いて水分を算出した.

### 3.5 紫外部吸収スペクトル

島津自記紫外分光光度計を使用し、1 cm の セル で ニトロベンゼン のみで紫外部の吸収を測定した。

#### 4. 測定結果および考察

表4.1は ニトロベンゼン の純度測定の結果,表4.2は ニトロベンゼ シ 中不純物として含まれると考えられる物質の物理的性質を示し たものである。

比抵抗の精製法による順序は分別結晶<蒸留精製<吸着 クロマト クラフィ 精製である. 試薬特級と分別結晶に見られる比抵抗の差は アルカリ 処理による微量硝酸の除去の結果と思われる. イオン 交換 樹脂層を通すと水分の吸着がおこる. 樹脂の アルカリ 金属 イオン 形 によって比抵抗値が H<Li<Na となり,ごくわずかの吸着能の 違いによって影響される. カール・フィシャ 水分定量値から考えて, 水分が比抵抗測定結果に大きな役割を果していることがわかる. 精製法として カラム 法と パッチ 法を試みたが,理論段数の多い カ ラム 法が望ましい.

25℃ での屈折率は試薬特級と Na 形, 試薬 1 級と H<sub>2</sub>O 飽和 ニトロペンゼン が同じ値を示す. 試薬 1 級の水分定量値は 10~11× 10<sup>-2</sup>% で, これは ニトロペンゼン 中の水分溶解量 19×10<sup>-2</sup>% に近 似した値である. 屈折率測定時のふんい気から考えて厳密な純度 潮定(水分が問題になる場合)には適当ではない.

誘電率・屈折率は交獣値とほぼ同じ値が得られ、精製操作によって特別の変化はない。

イオン 交換樹脂で精製を行なった試料が純粋であることを確認 するために、ガスクロマトグラフィ を試みた. データ の ピーク が シャーブ でなく、ピーク の前に テーリング を示すのは不純物の検出を主目的 として ガスクロマトグラフィ を利用したので、サンプル 量を多く採取し たためである、測定結果 チャート のおもなものを図 4.1~4.6 に 示す.

図4.1は ニトロペンゼンの試薬1級と特級を比較検討するために 得た チャート である。ここで失印①は空気と水分の混合物, ②は ペンゼン, ③は ニトロペンゼンの ピーク を示す. それぞれの物質確認を

36 (1084)

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

表 4.1 ニトロベンゼンの純度測定結果

サンブル						吸 蓿 ク ロ	マトグラ	フィ精製		文	南	
	試選1級	試藥特級	蒸留精製	分別結晶	Na 形(	カラム法)	N. IS	LT mi	T 2 115			(10 K
调定結果						モレキュラ シーブス 4A (保存)	INA 15 (バッチ法)	ロル (カラム法)	L1 形 (カラム法)	文献值	出 典	m ç
		2.1×10 <sup>9</sup>	1.09×1010	6,4×10 <sup>9</sup>	2,7×10 <sup>11</sup>		8.8×1010	3.5×1010	1.6×10 <sup>11</sup>	8.2×10 <sup>8</sup> (23.6°C)	化学便覧	23°C
比 抵 抗 (Ω cm)	-	2.5×10 <sup>9</sup>	1.17×10 <sup>10</sup>		2.5×10 <sup>11</sup>	-		2.0×1010	1.2×10 <sup>11</sup>	1.1×10 <sup>7</sup> (25°℃)	Technique of organic chemistry Vol. 7	
勝 電 率	$\overline{\mathbf{x}}$	32	34	32	-	-	32.6	32	-			23°C
赋 折 率 (n <sub>D<sup>25</sup>)</sub>	1,5491	1.5499	-	-	1,5499	_	-	-	Ţ	$n p^{20} =$ 1.55230 $n p^{25} =$ 1.55006	Physico- chemical constants of pure organic compound (1950)	H <sub>2</sub> O 飽和ニ + $u \prec y \not\in y$ $n_D^{25}=1.5491$ N <sub>2</sub> O $n_D^{25}=1.3325$
カ ー ル フィシャ法 本分測定値	$13.82 \times 10^{2}$ $12.42 \times 10^{2}$	3.120×10 <sup>2</sup> 3.196×10 <sup>2</sup>	-	-	1.134×10 <sup>2</sup> 1.229×10 <sup>2</sup>	1.068×10 <sup>2</sup> 0.980×10 <sup>2</sup>	-		1.304 × 102			
ppm	11.42×10 <sup>-2</sup>	2.577×10-2			0.937×10 <sup>-2</sup>	0.882×10 <sup>-2</sup>			1.077×10-3			ニトロベンゼ ン
26	10.26×10 <sup>-2</sup>	2.637×10 <sup>-2</sup>	-	-	1.074×10-2	0.81×10 <sup>-2</sup>	-	=				比重=1.210 H <sub>2</sub> O 飽和= トロベンゼン 0.19%

表 4.2 不純物の物理的性質

	ベンゼン	アニリン	*	硝酸	出 典
比抵抗(Ω·cm)	2×107	4×107	2×10 <sup>7</sup>	0.66×10 <sup>2</sup>	
屈 折 寧	np <sup>15</sup> =1,5044	nD <sup>20</sup> =1.5863	nD <sup>20</sup> =1.3330		化学便覧

同じ条件で行なった. 試薬1級の サンラル には ペンゼン が検出され た. 図4.2 は試薬特級 ニトロペンゼン の チャート である. ②の ペンゼ ン の ピーク を持たないことがわかる. 図4.3 は蒸留操作1回のみ の ニトロペンゼン である. アルカリ 処理, 水洗いなどの操作によって 特級より水分を含んでいるように思われる. 図4.4, 4.5 は イオ ン 交換樹脂 Li 形の カラム を通して精製した ニトロペンゼン である. 図 4.4 は流出直後, 図 4.5 は流出 2 時間後に得た チャート であ る. 図 4.4 では ペースライン の負側移動が顕著に見られ, 試料中に ガス が含有されているものと思われる. へりウム より熱伝導度のよ いものは水素のみであるので Li 形の イオン 交換樹脂 カラム を通 すことによって H<sub>2</sub> の発生が予測される. 図 4.2~4.5 の測定結 果から図4.5が ガスクロマトグラフィ 的にみて試料の純度が最も高い ことを示している。図4.6は イオン 交換樹脂 H 形で精製した ニ トロペンゼンである。特級にはみられなかった アニリン のピーク ④を示 す. H形陽 イオン 交換樹脂は酸触媒として働く<sup>(8)</sup>ことが確かめら れている。ニトロペンゼン の還元によって アニリン が生成されたもの と解釈した。

Na 形で精製した ニトロベンゼン についても ガスクロマトグラフィ を試みたが純度の高い試料が得られていた.

図 4.7 は ニトロペンゼン の紫外部吸収 スペクトル を示す. レーザ 用 高速度 シャッタ として ニトロペンゼン を用いるとき, ルビーレーザ 光 6,943 Å を十分透過する必要がある. この条件も精製 ニトロペンゼン は満足している.

脱水した有機溶媒は一般に吸湿性である。精製後のニトロベンゼン 中に モレキュラ・シーヴス 4A を入れて 6ヵ月保存しても水分吸着は 起こっていない。イオン 交換樹脂を脱水剤として有機溶剤の脱水 に使用する場合、極性の小さいものほど容易である。ニトロベンゼン





図 4.4 イオン 交換樹脂 Li 形精製 ニトロ ベンゼン (カラム 流出直後) (条件は図 4.2 に同じ) Fig. 4.4 Gas chromatography chart of nitrobenzen which is purified with

Li type ion-exchange resin.



トロペンゼン(カラム 流出 2 時間後) (条件は図 4.2 に同じ) Fig. 4.5 Gas chromatography chart of nitrobenzen which is purified with Li type ion-exchange resin.



Fig. 4.7 Ultraviolet absorption spectrum of purified nitrobenzen.

のような極性溶媒は流出液中に水分を残し、モレキュラ・シーブスを いれることによってさらに乾燥することができる.またモレキュ ラ・シーブスの吸着能が残っている限り、吸湿からの抵抗値の低下 という問題は解決される.すなわち、表4.1に示したように Na 形陽イオン交換樹脂層流出によって精製したニトロペンゼンの水分量 は 113 ppm、モレキュラ・シーブス 4A を内蔵したニトロペンゼン につい ては 98 ppm になる.

## 5. む す び

ニトロベンゼンの精製と純度測定結果についてしるした. これらの 実験から次のような結論に達した.

(1) 中和, 単蒸留, 陽 イオン 交換樹脂吸着 クロマトグラフィ によって高純度, 高比抵抗の ニトロペンゼン を得ることができる.

比抵抗	$2.7 \times 10^{11} \Omega \cdot \mathrm{cm}$
屈折率	$n_D^{25} = 1.5499$
水分	113 ppm (0.94×10 <sup>-2</sup> %)

(2) 使用する陽 イオン 交換樹脂の金属形の脱水能力は H<Li <Na の順序である. なお H 形 イオン 交換樹脂は ニトロベンゼン を 還元して アニリン にするので適当ではない.

(3) Na 形陽 イオン 交換樹脂は脱水能力のいちばんすぐれて いること,再生の容易であること,樹脂の物理的・化学的耐性の



nitrobenzen which is purified with H type ion-exchange resin.

すぐれている点などを考慮して最良のものと考えられる.

(4) Na 形によって得られた ニトロペンゼン は ガスクロマトグラフィ
 的にみて純粋で、450 mµ より長波長域では 100% 透過する.

(5) 精製した ニトロベンゼン は モレキュラ・シーヴス を入れた容器に 保存するのが望ましい.

(6) ニトロベンゼン に限らず,液体誘電体の精製に適応できると 思われる.

最後に、カールフィシャ 試薬水分定量に際し、有益な助言をいただ いた三菱化成工業株式会社研究所室井要氏に厚く感謝申し上げ る.

(昭 40-7-16 受付)

## 参考 文 献

- (1) 福島,藤沢: 科学写真便覧,応用編丸善出版 p. 990 (昭25)
- (2) Otto Hilke: The effect of different substituents and their positions of the Kerr effect I, Zeitschrift f
  ür physik 103, 350 (1936)
- (3) Edward G. Taylor, Charles A. Kraus: Conductance of Some Salts in Nitrobenzen at 25°, Journal of American Chemical Society 69, 1731 (1947)
- (4) Charles R. Witschonke: The Conductance of Some Electrolytes in Nitrobenzen at 25°, Journal of American Chemical Society 69, 2472 (1947)
- (5) C. Elmer Wymore: Sulfonic-type Cation-exchange Resins as Desiccants, I & EC Product Research and Development 1, 173 (1962)
- (6) Charles A. Kraus, Raymond M. Fuoss: Conductance as Influenced by the Dielectric Constant of the Solvent Medium, Journal of American Chemical Society 55, 21 (1933)
- (7) カール・フィシャ 試薬 SS 質問回答集, 三菱化成工業株式会社
- (8) ダイヤイオンイオン 交換樹脂 マニュアル (11), 三菱 テクニカルサービス シリーズ No. 6, p. 36

# UDC 621. 35, 621. 317 **電 解 積 分 器** 秦 卓 也\*・松岡宏昌\*\*

# Electrochemical Integrators (Integrator by Electrochemical Reaction)

Central Research Laboratory

Takuya HATA • Hiromasa MATSUOKA

Since electrochemical elements have an integrating power by themselves and also a holding capacity of integrated values, their application to electric circuits has been drawing attention. A CI triode, made into a three electrode construction by using a silver-silver iodide electrode for an input electrode of a solion type electrochemical integrator, has been manufactured for trial and theoritical discussion has heen made as well as the measurement of its characteristics. As a result it has been made clear that the device has merits of (1) an integrating power with a small size and a simple electric circuit, (2) a large holding capacity of integrated values and (3) operation on very small electric power. However, it has demerits of (4) a very low frequency range of displaying ideal integration characteristics with slow response, (5) spike being produced on the output against sudden change of the input signal, and (6) a considerable change of characteristics by temperature fluctuation. From the above, it may be suited for the integration of signals with relatively small changes. On the other hand, theoritical investigation has revealed that the drawback of (4) and (5) will be improved to a fair extent.

## 1. まえがき

電気分解の原理を応用した積分作用をもつ素子を,電解積分器 と著者らは呼んでいる.電気分解は ファラデーの法則としてよく知 られているように,流れた電気量に正比例して起こる.したがっ て電気分解はもともと電流に対して積分的なものであり,この原 理を応用して積分素子が得られるのは当然である.

最近,電気信号(情報)の処理にこのような電解の原理を応用 した素子が注目され<sup>(1),(2)</sup>,すでに外国では市販されている素子も ある<sup>(3),(4)</sup>.電解積分器には数種類あるが,これらの一般的な特長 は第1に素子単独で積分能力をもち,しかも積分値を保持する能 力が,今までの電気素子に比べ著しくすぐれていることである. たとえば積分値の変化が1週間につき1%とか<sup>(3)</sup>,またさらに ある種のものでは,1ヵ月間放置して数%以下であるという報 告がある<sup>(2)</sup>.したがって電解積分器は単に積分素子としてのみで なく,ptu分記憶素子や長時間に及ぶ時限素子としても利用でき る.第2の特長は素子の構造が簡単であるため比較的安価に製造 でき,しかも機械的強度が固体素子ほどではないが,比較的大き いことである.第3は数 mW あるいはそれ以下の微小電力で作 動できることである.しかし欠点も少なくなく,応答が遅い,温 度の影響を受けやすいあるいは耐電圧が低いなどがあげられる.



図 1.1 CI トライオード Fig. 1.1 CI triode.

ここに報告するのは、ソリオンテトロード と呼ばれる4極構造の電 解積分器に著者らが工夫を加え、3 極構造とした電解積分器<sup>(5)</sup> (CI トライオード と呼ぶ)に関するものである.いく種類かある電 解積分器のうちで、この形のものが最も一般的でしかもすぐれた 特性をもっていると考える. CI トライオード の試作品を図1.1に 示した.

## 2. 原 理

ンリオンテトロード と CI トライオード は基本的な原理は同じである. まず ンリオンテトロード について述べる.

2.1 ソリオンテトロード (Solion tetrode)

図2.1 に模型的な構造と基本的な結線を示した.全体が ガラス または プラスチックス の容器でできていて,中に電解液と4 個の電 極が入っている.電解液は酸化還元系であれば何であってもよい が,普通は ヨードカリーヨード 水溶液(ヨードカリ の水溶液に ヨード を 溶解したもの)が使用される. I, S, R および C はおのおの入 力電極 (I 極), シールド 電極 (S 極),出力電極 (R 極) および 共通電極 (C 極) と呼ばれ,これらはいずれも電解液に侵され ない材料,たとえば白金でできている. S 極および R 極には小 さな穴があけてある. S 極の左の室は ヨード の リザーパ であり, 反応にあずかる ヨード がたくわえられている. R 極 と C 極の



図 2.1 ンリオンテトロードの模型的構造 Fig. 2.1 Schematic structure of solion tetrode.

間の室は積分室と呼ばれ、この電解積分器の特性が決定される重要な部分であり、積分値に比例したヨードがここに蓄積される. 以下に積分の原理を説明する. 今,ひとまず、S 極と R 極は 考えないことにして図2.1のように電流源から電流を通ずると

I 極では  $2e^++I_2 \rightarrow 2I^-$  (2.1)

C 極では  $2I^- \rightarrow I_2 + 2e^-$  .....(2.2) なる反応が起こり、リザーバの ヨード が積分室に移動したことにな る、このときリザーバから積分室へ上の移動が起こらなければなら ず、このために S 極および R 極には穴があけてある. 式 (2.1) および式 (2.2) の反応は ファラデー の法則に従って電流に正比例 した速さで起こるから,通電電気量に比例した ヨード が積分室に 移り, 濃度はこれに比例して増加する. ところで R 極はこの 3 ード 濃度を読みとるための電極で、電池 En によって C 極に対 して 0.3~0.7 V の負の パイアス が与えられる. このように C 極 と R 極の間に電位差があると、電流源からの電流(入力電流) には無関係に, R 極では式 (2.1)の反応, C 極では式 (2.2)の 反応が起こり、R 極と C 極の間の外部回路に電流が流れる、R 極の式 (2.1)の反応と C 極の式 (2.2)の反応は、まったく同 じ速さで起こるので、積分室の ヨード の量は変化しない、ところ で、R極には -0.3~-0.7 Vのパイアスがかかっているので R極 の表面の ヨード 濃度は実質上 ゼロ であるため, (1)の反応は拡散 律速となり、流れる電流はヨード濃度に比例する. このような状 態で流れる電流を拡散電流と呼ぶ. したがって、積分値に比例し た出力(電流)が得られるわけである.

R 極は S 極とともにもう一つの働きをしている. すなわち, リザーパ と積分室の ヨード が、その濃度差によって互いに混り合お うとするわけであるが、この混り合いを防止している. 図2.1に 示すように S 極と I 極の間にも電池 Es が入っており、その電 圧も Es と同じく 0.3~0.7 V である. したがって、R 極と C 極 との関係とまったく同じで、S 極表面のヨード濃度は実質的に ゼロ であり、R 極と S 極の間では ヨードの濃度は ゼロ となり、リザーパ のヨードと積分室のヨード 濃度は完全には ゼロ でなく、また各電 極には穴があいているので、この穴を通って微量の ヨード が移動 する. このためにこくわずかではあるが積分値の時間変化が起こ るわけである. 図 2.2 に フリオンテトロード 内の ヨードの濃度分布を 示した. R極-C極間および S 極-I 極間ではその濃度 コウ 配に比 例して ヨード が移動し、外部回路に拡散電流を流す: R 極と S 極 の間では ヨード 濃度 ゼロ なので ヨード の移動は起こらない.

2.2 Cl トライオード (CI triode)

図2.3に CI トライオードの模型的構造と基本的結線を示した。 CI トライオードの電解液は入力電極の材料によって制約をうけるが、 一般には酸化還元系電解液の酸化形または還元形であればよい。







図 2.4 CI トライオード の ヨード 分 布 Fig. 2.4 Distribution of iodine in CI triode.

ここでは ヨードカリ 水溶液を使用した. したがって ソリオンテトロード との違いは、初めの状態で ヨード が含まれていないことである. 入力電極(I種)は銀-ヨー 化銀(Ag-AgI)電極で銀の多孔体あ るいは鋼の表面をヨー 化銀にしたものである. ソリオンテトロード で は リザーパ なる大きな室をもうけ、ここに ヨード を蓄えていたが、 CI トライオード では I 極がそれ自身 ヨー 化銀の形で ヨード をたく わえている.

図2.3に示すように電流源から入力電流を流すと

I 極では  $2e^++2AgI \rightarrow 2Ag+2I^-$  ......(2.3) なる反応によって I<sup>-</sup> を生ずる. I<sup>-</sup> を生ずる点で式 (2.1)の反応と同じである. C 極では 2リオンテトロードと同様,式 (2.2)の反応が起こり、ヨードを生ずる. 以上から CI トライオードの I 極 (Ag-AgI) が 2リオンテトロード の リザーバ の働きをしていること, また、したがって、電解液に初め ヨードを溶かしておく必要のないことがわかる.

CL トライオード 内の ヨード の分布を図2.4 に示した。R 極と C 極の間の分布は フリオンテトロード と同様であるが、入力電極側では ヨード 濃度は実質的に ゼロ である、もし ヨード が存在すれば

 $2Ag+I_2 \rightarrow 2AgI$  (2.4) によって消費され常に ゼロ に保たれる. CI トライオード の入力電極 は ヨード の リザーバ としてのみでなく、シールド 電極の働きもして いる. したがって、シールド 電極は不要となり、3 極構造が実現で きるわけである. R 極と C 極の働きは テトロード の場合と同様で、 積分室の ヨード 濃度に比例した電流を出力すると同時に、積分室 の ヨード の逸散を防止している.

以上のように CI トライオード によって フリオンテトロード と同様の 働きが得られる. CI トライオード の利点は次のとおりである.

- (1) シールド 電極がないので製造が容易である
- (2) リザーパ が不要なのでより小形にできる.
- (3) シールド 電極がないので回路が簡単になる.

#### 3. Cl トライオードの特性

ンリオンテトロードの詳細な特性は報告されていない。著者らの試作 した CI トライオードの特性は次のとおりである。

三菱電機技報・Vol. 39 · No. 9 · 1965

40 (1088)





 感度:数mA/mA·min,入力電流:-0.5~+0.5 mA,入力抵抗:
 数百の,出力抵抗:数+kΩ,出力電流0~-2mA,周波数範囲0~
 0.0数 c/s,積分値減衰の時定数:数時間~100時間,感度の温度 変化:約+3%/℃.測定は図3.1に示す回路で行なった.

## 3.1 積分特性

図3.2に ステップ 関数に対する積分特性を示した。これから入 力電流の急激な変化に対して、出力波(積分波)に スパイクが生 ずることがわかる. この スパイク は ステッラ 的な入力に対して、そ の ステップの高さに比例して生ずる. なお, 50 µA 以下の ステップ に対しては、レコーダによる観測では スパイク はほとんど認められ ない. 積分波のもう一つ注意される点は出力が入力にただちに追 従しないことである. すなわち, 入力が変化してもすぐにそれに 応じた職分波が現われず、数秒の遅れがあることである。たとえ ば、入力電流 ゼロから一定電流を加えてもすぐに積分が行なわれ ず,数秒遅れてからはじめて積分が開始される.また,入力を一 定電流から ゼロにしても献分値はすぐ一定値にはならず、ゼロに なる以前の入力に従って数秒間積分値が変化を続け、その後一定 になる. このように積分の遅れる現象はあるが、これはあくまで 遅れるだけであって、数秒の遅れ時間の後には流れた電気量に比 例した正しい積分値を示す. このことは入力として長さ 50 m 秒 のパルスを使用した実験においても確められた.

#### 3.2 周波数特性

図3.3に ポーデ線図を示した. これは入力として 270 μA の 正弦波を流し、測定したものである. 図において実線は実測値で あり、点線は 20 dB/dec. の減衰を示す理想的な積分特性である. 0.025 c/s 以上で、理想的な積分特性からはずれはじめ、とくに位 相の ズレ がはなはだしい. この理想特性からの偏差が前述の積分 値の遅れを与えるもので、C 極から R 極への ヨード の拡散時間 と密接な関係がある.

#### 3.3 入力および出力特性

図 3.4 に出力電流が 0.5 mA および 1.8 mA の場合について, 入力電流と入力電圧の関係を示した.出力電流の絶対値の増加で



入力電圧の絶対値も大きくなることがわかる.しかし、その変化 は大きくはなく 60 mV 程度である.入力抵抗は入力電流が大き い領域ではほぼ一定であるが、入力電流の小さい領域では入力電 流の減少にともない大きくなっている.また、あまり大きな差で はないが、正入力、負入力に対して異なった入力抵抗を示す.入 力抵抗は、だいたい数百 G である.注意すべきことは入力電 流 ゼロ においても入力電極-C 極間に約 0.75 V の電圧が存在す ることである. この原因は CI トライオード が ヨード と ヨー 化銀を 電極とする一種の電池であるためである. このように CI トライオ



図 3.6 温度の影響 Fig. 3.6 Effect of temperature on sensitivity, lag of integration and spike.

ードを電池として考えると図 3.4 の特性は容易に理解できる.す なわち,負入力を加えることは電池を充電することであり,正入 力を加えることは電池を放電することである.

出力特性を図3.5に示した.入力電気量をパラメータとして測定 した.5 極真空管などの特性とよく似ており、0.08 V 付近に肩電 圧があり、これより負の領域では定電流特性をもっている.定電 流特性を示す理由はすでに述べたように拡散電流によるためであ る.平 タン部分の出力抵抗は約40kgである.なお、出力電極電 圧を -0.7 V より負にすると、水素ガスの発生する恐れがあるの で、これ以下にすることはできない.

#### 3.4 温度の影響

この電解積分器では電解液中の ヨード の拡散が本質的な役割を 演じているので、温度の影響が大きい、

図3.6に感度, 樹分の遅れおよび スパイク の大きさの温度変化 を示した.感度は入力電気量に対する出力電流で定義した.スパイ クの大きさは,入力の ステッうの高さに対する スパイク の高さの比 で表わした.感度および積分の遅れは ヨード の拡散速度に関係す るもので,温度の上昇で感度は増加し,遅れは短くなっている. スパイク は電極反応の起こりやすさに,おもに関係するもので,温 度が上ると反応は起こりやすくなるので,スパイク は小さくなって いる.

#### 3.5 積分値の減衰

一定電気量を積分し、入力を断って放置すると、積分値(出力) は時間とともに指数関数的に減衰する.この現象はコンデンサに充 電された電荷が漏れて、減衰するのと同じである.著者らが試作 した Cl トライオードでは、この減衰の速さは時定数で表わすと数 10 時間から 100 時間程度であった. ソリオンテトロード については 一定温度に保った場合 1ヵ月間で数 % の減衰であったという報 告がある<sup>(3)</sup>.減衰の速さに最も大きく影響する要素は、出力電極 の穴の形状であるが、温度および出力電極の パイアス 電圧の影響 もうける.

## 4. 特性の理論的検討

特性に関係する因子は何であるか,また,それらがどのように 影響するかを検討した結果を示す.

4.1 感 度

前述のように感度 K として

K=出力電流/入力電気量

が最も妥当であると考える. この量は式(4.1)で与えられる.

δ: R極とC極の間 ゲキ

D: 3-ドの拡散定数

F: ファラデーの定数

- R: ガス 定数
- T: 絶対温度

入力電気量を Q, 出力電流を L, とすると, 感度の定義から L=KQ

である. したがって. 図 3.5 の出力特性の理論式が式 (4.1) で あることがわかる. 式 (4.1) のかっこ内の第 2 項は  $E_R > 0.1$  V に対しては 1 に比べ十分小さいので, K は一定と考えることが できる. また,  $E_R < 0.08$  V では第 2 項が急激にきいてきて, K が小さくなる, 普通は E > 0.3 V で使用するので実際上は感度と して式 (4.1) を考えれば十分である.

$$K=2\cdot \frac{D}{\delta^2}$$
 .....(4.1)

Dは 10<sup>-5</sup> cm<sup>2</sup> sec<sup>-1</sup>の大きさで +3~4%/°C の温度係数をもつ ので温度の上昇で感度は増加する.  $\delta$ は著者らの試作した CI +5イ オードでは 0.02~0.03cm である. したがって,感度は 3~5min<sup>-1</sup> に なっている. 感度は  $\delta$  の二乗で変化するので所定の感度を得るた めには、 $\delta$  の値に十分注意しなければならない. また一般に温度 によって  $\delta$  が変化する (材料の膨張収縮)から,これによる感度 変化も考慮しなければならない. なお、 $\delta$  による感度変化と D に よる感度変化は互いに逆なので、 $\delta$  の温度係数を適当にとれば温 度による感度変化を相殺することが可能である.

工業的には  $\delta$  は 10<sup>-3</sup> cm まで小さくできると考えられ, こう することによって感度は試作品の約 100 倍になる.  $D/\delta^2$  なる量 は感度のみでなく次節に述べるように周波数特性や積分の遅れに も関係する重要な量である. 興味あることは R 極と C 極の対向 面積 S が感度に関係していないことである. この面積は入力電気 量の許容値を決定するもので, S・ $\delta$  に比例して許容入力電気量は 大きくなる.

#### 4.2 周波数特性

二つの周波数特性の重ね合わせからなっている。一つは図3.3 のような積分特性を与えるものである(以下積分特性と呼ぶ)。他 の一つは図3.2にみられる スパイク の原因となる周波数特性であ る(以下スパイク特性と呼ぶ)、スパイク 特性は数十 c/s 以上の高い 周波数成分に対して関係するもので,時間変化の緩慢な入力に対 しては関係しない、すなわち,数十 c/s 以下では積分特性のみが 関係する。

まず積分特性について述べる。積分特性に対する等価回路は図 4.1のようになる。CR分布定数回路の部分がC極-R極間のヨ ードの拡散を等価している。また、定電源から入力側にフィードパッ クされている電流が出力としてとりだされるものである。容量と 抵抗の積 CR が 1/D に対応し、分布定数回路の長さ *l* が C 極 と R 極の間 f+ 8 に対応している。この等価回路をもとに周波



図 4.1 低い周波数に対する等価回路 Fig. 4.1 Equivalent circuit of CI triode for low frequency.

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



図 4.2 高い周波数に対する等価回路 Fig. 4.2 Equivalent circuit of CI triode for high frequency.

数特性を求めたものが式(4.2)である.

 $\frac{I_{\tau}}{I_{i}} = \left(\cos\sqrt{\frac{\omega\delta^{2}}{2D}} \cdot \cos h\sqrt{\frac{\omega\delta^{2}}{2D}} + j\sin\sqrt{\frac{\omega\delta^{2}}{2D}} \cdot \sin h\sqrt{\frac{\omega\delta^{2}}{2D}} - 1\right)^{-1}$ .....(4.2)

ω は入力信号の角周波数, j は虚数単位. D として  $10^{-5}$  cm<sup>2</sup> sec<sup>-1</sup>,  $\delta$  として  $0.02 \sim 0.03$  cm を用いると図 **3**. **3** の実測された周波数特 性とほぼ一致する. 位相が -135 度になる点の角周波数を  $ω_c$  と すると

$$\omega_c = 9.6 \frac{D}{8^2} \qquad \dots \qquad (4.3)$$

で与えられる. この臨界角周波数  $\omega_c$  以上では理想的特性から著 しくはずれる. 式 (4.3) から明らかなように、 $\omega_c$  は  $D/\delta^2$  に比 例して高くなる. 感度の場合と同様に  $\delta$  を  $10^{-3}$  cm の大きさに すると $\omega_c$  は 1 c/s 程度になる. また、積分の遅れはだいたい  $1/\omega_c$ に比例するので、この値も  $10^{-1} \sim 10^{-2}$  秒になる.

次に スパイク 特性について述べる. この特性に関係する因子は 多くあり、しかも定量も困難である.したがって、定性的に大略 を述べるにとどめる.図4.2に等価回路を示した.R<sub>i</sub>は入力電 極および入力側の電解液の抵抗, Rc は R 極の入力側表面から C 極にいたる電解液の抵抗である. Cc および CR はおのおの C 極 および R 極の電気二重層容量である. Zc および ZR はおのおの C 極および R 極の電極反応の ファラデーインピーダンス である. この 等価回路から スパイク の高さは  $C_R \parallel Z_r$  と  $R_c + C_c \parallel Z_c$  の比で決 まることがわかる.  $C_r$  および  $C_c$  は数  $\mu$ F から数十  $\mu$ F で, 一 般に  $C_r > C_c$  である.  $Z_c$  および  $Z_r$  は容量性の インピーダンス で, その値は周波数によって大きく変化する. 100 c/s 以上では Z<sub>c</sub> は Zr の 1/10 ぐらいで, その値は数 Ω である. 周波数が低くなる と  $Z_c$ ,  $Z_r$  いずれも大きくなり、周波数  $t_{\Box}$  では無限大となる. この等価回路は図4.1の積分特性の等価回路と並列に入ってい るわけで,低い周波数で Zr や Zc が大きくなると,入力電流の 大部分は図4.1の等価回路に流れ,スパイクは生じなくなる.な お、図 4.1 と図 4.2 を比較するとわかるように、 $R_c$  は各等価回 路への入力電流の分配に大きく関係し、Rc が大きいと スパイクが 大きくなる. Rc の値は R 極の穴の大きさおよび構造で大きく左 右され,数十♀から数百♀である. スパイクを シンクロスコープで観 察すると R<sub>c</sub> が 200~300 c では ステップ の高さの 8 割くらいの スパイクを生ずるが、40~50 0 ではほとんど認められない.

### 4.3 積分値の減衰

積分値は前述のように指数関数的に減衰するので時定数で表わ すことができる. この特性はおもに R 極の穴の大きさで決まる. 今,四角な断面の穴を考え,この断面を *a*×*b*,長さを *L*とする と穴に関係する時定数 71 は

で表わされる. n は R 極にあけた穴の数である. S は R 極と C 極の対向している面積である. 減衰は パイァス 電圧  $E_R$  にも影響され, これによる減衰の時定数を  $\tau_2$  とすると

で与えられる. d は R 極の入力電極側の拡散層の厚さで 0.1~ 0.01 cm である. F は ファラデーの定数, R は ガス定数である.  $\eta_R$  は電極反応の起こりにくさによる活性化過電圧である. 合成 された減衰の時定数  $\tau$  は

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_1} + \frac{1}{\tau_2} \qquad \dots \qquad (4.6)$$

で与えられる.  $\tau_2$  は,  $E_R > 0.3$  V では,  $\tau_1$  に比べ十分に大きい ので, 減衰は実際は式 (4.4) で決まる.  $D/\delta^2$  が式 (4.4) に入っ ており, 感度を高めると減衰しやすくなることがわかる. しかし,  $\sqrt{1/a^2 + 1/b^2}L$  が最も大きい影響をもち, この値が 0.5 増すごと に時定数は約 10 倍になる.

## 5. む す び

>リオン形の電解積分器の特性を掌握するために CI トライオード を 試作し、その特性を測定した。特性の大略は次のとおりである。 感度:数 mA/mA・min.,入力電流: −0.5~+0.5 mA,入力抵抗: 数百 Ω,出力抵抗:数+kΩ,出力電流: 0~-2 mA,積分容量: 0.5~1 mA・min.,周波数範囲: 0~0.0数 c/s,積分値減衰の時定 数:数時間~100 時間,感度の温度変化:約 +3%/°C.

理論的に検討した結果,この電解積分器の重要な特性である感 度および臨界周波数は,出力電極と共通電極の間 ゲキ の二乗に反 比例することがわかった. 試作した CI トライオード の出力電極-共 通電極間 ゲキ は 0.02~0.03 cm であるが,さらにこの 1/10 まで 近づけられると考えるので,感度および臨界周波数は上記の 100 倍になることが期待される. また,積分値の滅衰および スパイク は 出力電極の穴の大きさおよび構造に関係し,穴が大きいと滅衰は はげしくなる. スパイク は穴が大きいと小さくなる.

(昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

- (1) Harold S. Crafts: Electronics, March 22, 50 (1963)
- (2) George Nagy: IEEE transaction on electronic computers, August, 390 (1963)
- (3) Herbert Feitler: Electronics, November 16, 67 (1964)
- (4) James W. Martin, James R. Cox: Electronics, March 23, 46 (1962)
- (5) 秦,松岡: 特許出願中

# 分相性ホウケイ酸ガラスの溶出過程の体積変化

林 次 郎\*·西楽隆司\*·大谷勝也\*

## Volume Change on Leaching Process of Phase Separated Boro-Silicate Glass

Central Research Laboratory

Jiro HAYASHI · Takashi NISHIRAKU · Katsuya OHTANI

The porous glass of high silica content is made from the phase-separated soda-boro-silicate glass by an acid treatment. A defect of this process is glass cracking during the acid leaching for the removal of the soluble phase. This mechanism has been studied; the volume change of leached part has been measured by the photo elastic method. From the relation between the volume change and the leaching velocity, it has been brought to light that one of the causes of the change of volume is due to the surface tension of the glass. Addition of aluminium oxide and proper heat treatment to the soda-boro-silicate glass will obviate the above drawback.

## 1. まえがき

分相性 ホウケイ酸 カラス は冷却過程,あるいは転移温度以上の温 度で熱処理することによって, シリカ 質に富んだ部分と, アルカリポレ ート質に富んだ部分の2相に分離する.

この2相への分離は原料 ガラスの組成,熱処理条件の影響を受け,その分離相の組成および形状が変化する(1~11).

分相した ホウケイ酸 ガラス を酸処理することによって アルカリポレート 相が溶出し、シリカ 質の多孔質 ガラス が得られることはすでに知られている. この多孔質 ガラス は SiO<sub>2</sub> を 94~98% 含有し、100~200 m<sup>2</sup>/g の表面積を有するので、そのままで吸収剤、乾燥剤、 触媒の担体、分子 フルイ あるいは電気湿度計の感湿素子などに応 用できる. またこれを焼結することによって透明石英 ガラス とほ 傾同じ特性をもつ ガラス となる。この焼結に先だって適当な金属 塩類を含浸させることによって、石英 ガラス では得られない任意 の着色の高 ケイ酸 ガラス が得られる<sup>(12)~(15)</sup>. 当社ではこれを シュラ ンクガラス と呼んでいる.

この ガラス の製造工程における最大の問題点は酸溶出工程での ガラス の割れである。すなわち2 相に分相した ガラスを酸処理する と アルカリポレート 相が溶出し シリカ 骨格が残るが、このときに起こる 体積変化によって既溶出部と未溶出部との間に応力を発生し、こ れが未溶出部分、あるいは既溶出部分の強度を越えることによっ て ガラス の破壊が起こる。しかし今までこの体積変化についての 研究は少なく、まだ十分に解明されていない<sup>(10)</sup>.われわれは既溶 出部と未溶出部分の間での体積変化に起因する ヒズミ を光弾性法 によってシマ(編)次数に変換して観察した。この溶出時の体積変 化は原料 ガラス 組成と熱処理条件の影響が大きいのでそれらの関 係を調べた.また一般に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を含む ガラス は分相しがたく、とく に 0.6 モル % 以上含むとほとんど分相しないといわれているが、 われわれの実験で 2.5 モル % 以下では速度は遅いが溶出すること を認めたので、これらの Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を含む ガラス と溶出時の体積変 化との関係を調べた。

## 2. 試料ガラス

試料 ガラス としては表 2.1 に示した 9 種を 100 kg 溶融の粘土 ルッポ で 1,400~1,470°C で 4 時間溶融し金属板上に流し出して, それから光弾性感度検定用試料 (40×10×6 mm), 溶出時の体積

## 表 2.1 試料 ガラスの AlgOs 含有量と熱的特性

	A-1	K-1	K-2	K-3	K-4	K-5	K-6	K-7	H-1
AlgOs 含有量(モル)	0	0	0.6	最	高	3.8	まで		2.2
転移温度 (°C)	435	429	440	450	441	440	440	460	462
変形温度 (°C)	688	645	587	566	566	558	558	563	580
平均熱膨强係数 (100~400)×10-7	31.5	44.5	43.9	44.1	45.3	45.8	48.0	46.5	55.7

変化測定用試料(20×20×7 mm)を作成した。 各試料の光軸に 面する部分(相対する 40×10 と 20×20 の面)は べっぱう で光学 研摩した。

A-1 ガラス は、パイコールガラス 原料として一般に知られた組成、 (SiO<sub>2</sub> 77 モル %, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 18 モル %, Na<sub>2</sub>O 5 モル %) である. K-1 ガラス は A-1 ガラス より アルカリ 含有量が多く、この ガラス を基礎 ガラス として Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を表 2.1 のごとく導入したのが K-2, K-3, K-4, K-5, K-6, K-7 である. H-1 ガラス は アルカリ 量が K 系 列の ガラス と等しいが、SiO<sub>2</sub> 含有量が K 系列の ガラス より少な い組成で Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を 2.2 モル % 含む.

表 2.1 にこれらの ガラスの Al2O: 含有量と熱的特性を示す.

### 3. 光弾性による測定

#### 3.1 光弾性感度の検定

各 ガラス の溶出時の ビズミ を比較するために組成の変化が光弾 性感度に与える影響を調べた. 各 ガラス の熱処理前と, 520°C 50 時間熱処理の試料について光弾性感度を検定した.また A-1 ガラス については酸溶出後の試料についても検定した. 酸溶出後の試料 は乾燥状態では多孔質のために光が乱反射し測定できないので ガ ラス とほぼ同じ屈折率を有する グリセリンを含浸させて検定した.

この実験で使用した光弾性装置の概略を図 3.1 に示す. 試料 (40×10×6mm) はこの装置の荷重台に光軸と垂直に設置し, 圧 縮荷重を加えて生ずる試料中央部の シマ次数を検光子の回転角 Ø から求めた. 圧縮荷重と シマ次数の関係は式(3.1)で示される<sup>(17)</sup>.

図 3.2 に A-1 ガラス の各試料の圧縮荷重と シマ 次数の関係を 示した. この図から式 (3.1) によって光弾性感度を求めた.

各 ガラス の熱処理前と, 520°C 50 時間熱処理試料の光弾性感度

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



Se :

図 3.1 光弹性実験装置配置 Fig. 3.1 Schematic diagram of photo-elastic apparatus.



図 3.2 荷重と シマ(編)次数の関係(A-1 ガラス) Fig. 3.2 Relations between load and fringe order. (A-1 glass)

は 0.072~0.076 mm/kg であった。また A-1 ガラスの酸溶出後の 試料は 0.080 mm/kg であった. 少量の AlgO3 の添加による ガラ ス間の光弾性感度の差は認められなかった. これによって各 ガラ スの溶出時の ヒズミ は比較できる.

## 3.2 試料の処理方法とヒズミの測定方法

分相した ガラス は酸処理することによって可溶出の アルカリボレー ト 相が溶出し シリカ 骨格が残る, この溶出時における既溶出層の 体積膨張,または収縮によって既溶出層と未溶出層との間にヒズミ を生ずる、ヒズミδは応力σに比例する。

 $\delta = \sigma/E$  .....(3.2)

ここでEは弾性係数である、光弾性によって測定されるシマ次数 は式(3.3)のごとくお互いに直角な2方向の主応力差に比例する.  $N = (\sigma_1 - \sigma_2) \alpha \cdot t \cdots (3, 3)$ 

σ1, σ2 の分離は簡単でないが、σ2=0になる特殊な試料において は各試料間の溶出時のヒズミをシマ次数に変換して比較できる。 すなわちシマ次数と体積変化とは比例関係にある.

溶出時の ヒズミ の測定において、図 3.3 のどとき無限大の長 さの試料を考えた場合、応力のつりあいは のいね=のいれ であり、 しズミ は  $\delta_A = \sigma_A / E_A$ ,  $\delta_B = \sigma_B / E_B$  である。そして ビズミ の差は  $\delta =$ δ,+δB であるから,

$\delta = \sigma_A (1/E_A + 1/E_B \cdot t_A/t_B) \dots \dots$
$\delta = \sigma_B(1/E_B + 1/E_A \cdot t_B/t_A)  \dots \qquad (3.5)$
BID AL IN I WELL ALTERN

で示される.式(3.4)は ta≪ta ならば 

となり既溶出部の光弾性 シマ 次数 N, 未溶出部の シマ 次数 n を 測定する場合には式(3.6)に示すごとく既溶出部分では ta≪tB なら溶出厚さに対して シマ 次数の変化も小さく, さらに EA<EB であるので ヒズミ 量は未溶出部より大きいので既溶出側の シマ次 数を測定することが有利である. しかし実際には既溶出層には空 孔が存在するため,光の透過量が減少し見にくくなり,乳白化し た場合,溶出厚さの薄い場合はとくに見にくい、そこで溶出時の 体積変化は未溶出層の シマ 次数を測定することにした.

分相性 ホウケイ酸 ガラス の溶出過程の体積変化・林・西楽・大谷



図 3.5 溶出厚さとシマ次数の関係 Fig. 3.5 Relation between the fringe order and leached thickness.

試料を図 3.4 のごとく相対する2面から溶出させることはじ えまの解析を容易にする. この場合既溶出層に垂直な方向の応力 σy=0 となるので水平方向の応力 σ1 のみとなり シマ次数の一定 な部分は長くなる、そして溶出層の厚さの影響は少なくなる、

溶出時の ヒズミ 測定用試料 (20×20×7 mm) は ガラス の熱的 特性の転移温度と変形温度の範囲内で、440、480、520、600°C の各温度で2, 10, 24, 50, 100時間の熱処理を施す。そして 20× 7 mm の相対する2面を残して ピッチ 質の ワックス を塗布してか ら80°C に温度調節したIN塩酸溶液中に浸 セキ して可溶性相を溶 出させる、適当時間経過後酸液中から取り出して ワックス を ベンゼン で溶解し、アルコールで洗浄し常温の IN 塩酸溶液中に入れ、これ を溶出時の Lズミ 測定用試料とした。この試料を IN 塩酸溶液中 で試料の20×20mmの面を光軸に垂直に取り,試料の未溶出部と 既溶出部分の接辺の1/2の点(図 3.4 の P 点)の シマ次数を ターディ法(18) によって測定した. 同時にこの点における応力が圧 縮か引張りかを判定した。溶出厚さは顕微鏡で測定し、測定 シマ 次数は試料の厚さが一定でないので規定厚さ 7 mm に換算した.

#### 3.3 溶出厚さとヒズミの関係

組成および熱処理の異なる試料で溶出厚さを一定にすることは 非常に困難である。実際には異なる溶出厚さのものについて比較 しなければならない。溶出厚さと光弾性 シマ 次数の関係を求めて 一定の溶出厚さに換算して比較するために A-1 ガラス 520°C 50 時間の熱処理後 IN の塩酸溶液 80°C の条件で酸処理時間を変え てその溶出厚さに対する シマ 次数を ターディ 法によって測定した. この関係を図 3.5 に示した.

未溶出側の シマ 次数は溶出厚さに比例して増加しているが既溶 出側の シマ 次数は溶出厚さに対して変化が少ない. これは前述の ように式 (3.6)の未溶出部分の厚さが既溶出部分の厚さに比べて はるかに大きいという条件に合致することを示している.

この結果未溶出側の シマ 次数が溶出層の厚さに比例していることから各条件下における溶出試料の比較は未溶出側の シマ 次数を 溶出厚さ 1 mm あたりに換算して比較することができる.

## 3.4 体積変化によるヒズミと溶出速度の測定

熱処理条件一定での溶出厚さは ガラス 組成,酸処理過程の温度時間,酸液の濃度,種類が関係する<sup>(3)</sup>.

A-1, K-4, H-1,  $f_{57}$  について 520°C 50 時間の熱処理, IN 塩酸溶液 80°C 保持の条件において,酸処理時間 (1~32 h) を変 化させて溶出厚さを測定した結果を図 3.6 に示した. これから わかるように溶出厚さ (d) は時間 (T) の平方根に比例し d= $KT^{1/2}$  の関係によって表わされた. この K を溶出速度恒数とす る.

侵食を左右するのが液中の濃度差による拡散と考えるなら,侵食された層の厚みを x,時間を T とするならば侵食速度は濃度 コウ 配 1/x に比例し式 (3.7) で示される<sup>(10)</sup>.

 $dx/dT = K \cdot 1/x$  (3.7) これを積分すると  $x^2 = kT + k'$  (3.8) となり上記の実験式と一致する. このことから溶出速度を支配す るのは液中での分子,または イオン などの拡散であると考えられ る. この拡散速度は酸溶出によって生成した空孔の直径に支配さ れ溶出部分の穴の大きさが影響し溶出速度が変化する. すなわち 溶出厚さは時間の平方根に比例し,その比例定数は空孔の直径に 支配されるであろう.

 $Al_2O_3$  を少量含んだ K-4, H-1 ガラス においても、 $Al_2O_3$  の添 加によって溶出速度は遅くなるが、 $d=K \cdot T^{1/2}$ の関係で示され溶 出機構は変化がないと考えられる.

K-1, K-2, K-3, K-4, K-5, K-6, K-7, H-1 ガラス につい て 440, 480, 520, 560 および 600°C で 2, 10, 24, 50, 100 時 間の熱処理条件で各試料を IN 塩酸溶液 80°C 保持で酸溶出後測 定した 5マ 次数を溶出厚さ1 mm に対する光弾性 5マ 次数に換算 し, さらに溶出速度恒数を求めて比較した.

図 3.7 は K-1, K-2, K-3, K-4, H-1 ガラス の熱処理温度と シマ 次数の関係を示し,図 3.8 は熱処理条件と溶出速度恒数の関 係を示した.

図 3.7 によると同一組成について熱処理温度 440,480,520°C のような低温熱処理は時間が長くなるに従って シマ 次数は増加す



図 3.6 溶出厚さと酸処理時間の関係 Fig. 3.6 Relation between the leached thickness and the time of the acid treatment.

る. 560°C では短時間域では時間とともに シマ 次数も増加するが 100 時間のものは一部減少している. 600°C のものについては 10~24 時間の処理が最大で,それ以上では減少している. Al₂O<sub>3</sub> 2.2 EN % 含有の H-1 ガラス は図 3.8(E) に示すように十分溶 出は行なわれる. その溶出時の ヒズミ は図 3.7(E)のように520°C 560°C のような高温域の長時間の熱処理で シマ 次数は観察された







図 3.8 熱処理条件と溶出速度恒数の関係 Fig. 3.8 Relation between the heat treatment and the constant of leaching velocity. が低温域、あるいは 520°C, 560°C でも短時間の処理では酸液中 ですでに溶出層に微細な クラックを生じている. この クラックは溶 出層の収縮による クラック と考えられる. 溶出層の ガラス の機械的 強度は引張応力に弱く、わずかな引張応力によって クラック を生ず るので ヒズミ の測定は困難である.

このように Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2.2 モル % 導入の H-1 ガラス では溶出は行 なわれたが,低温域での溶出層の クラック から考えて, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の 導入は H-1 ガラス が上限であろう. 2.5 モル % 以上の ガラス は溶 出速度が非常に遅い. JIS-R 5002 類似の方法で アルカリ 溶出量を 測定した場合,一般の ガラス に比較して非常に多いことから考え て,一応分相はしているが互いに分離相が連結していないと推察 される.

溶出速度と熱処理条件の関係は同一組成については熱処理温度 が高いほど、および処理時間が長いほど、溶出速度恒数は大きい. これは一定値に収束する傾向があり、高温のものほど短時間にそ



Fig. 3. 10 Relation between Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content and the constant of leaching velocity.

分相性 ホウケイ 酸 ガラス の溶出過程の体積変化・林・西楽・大谷

の値に達する.

ガラスへの Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加によって分相が抑制されるが,前述した ように溶出厚さと酸処理時間の関係から溶出機構の大きな変化は みられない. この Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を含む ガラス の溶出時の体積変化に対 する熱処理条件の影響を調べた.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含有量と ヒズミ の関係を図 3.9 に示し,図 3.10 に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含有量と溶出速度の関係を示した.

図 3.9 によると 0.6 モル % の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量ではわずかに ヒズミ は 増大する傾向を示すが添加量の増加に従って減少を示す. その減 少の傾向は温度が高くなるに従って強く, それとともに温度の高 いものは熱処理時間による差が少なくなってくる.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含有量と溶出速度は図 3.10から同一温度時間では溶出 速度は Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量の影響を受け導入量の増加とともに減少する.そ の減少の傾向は各温度ともほぼ同一である.

#### 4. 考察

以上の実験から考察すると,まず Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を含まない組成につ いては図 3.8(A) に示したごとく溶出速度は軽度の熱処理(低温 度か短時間)したものは小さく,強度の熱処理(高温度か長時間) を加えたものは大きい,そして平衡値に近づいてゆく. 3.4 節 に述べたごとく溶出厚さが溶出時間の平方根に比例することから この溶出速度を支配するものが界面における反応ではなく可溶性 成分の溶出によって生じた空孔中の拡散であることがわかる.し たがって軽度の熱処理をしたものは相分離した2相が互いに小さ いことが推定される.(すでに電子顕微鏡観察や電気的特性の測定 から知られている<sup>(1)</sup>.)

次にこの ガラス の溶出時の体積変化は図 3.7 (A) に示したご とく処理温度によって大きな差を示す. 軽度の熱処理において, 体積変化は割合に小さく,わずかの膨張を示し,熱処理を強度に すると体積変化は増大し極大に至り,さらに熱処理を強度にする とゆるやかな減少を示す. すなわち前半は溶出速度と似た傾向を 示す. これは空孔の直径が小さく,表面積の大きいことを意味す る. シリカ 骨格表面での界面張力の差,すなわちシリカ 骨格に隣接 して可溶相の アルカリボレートが存在した場合の界面張力とでは後者 が大きいのは明らかである<sup>(20),(21)</sup>. これは ガラス が溶出によって 収縮を示す一つの原因である. 今表面積が大きい場合は,当然こ の界面張力による収縮が大きくなることが想像される. これに対 して ガラス を膨張させる原因は次の二つが考えられる.

(1) シリカ 相の膨張係数は約  $7.3 \times 10^{-7}$  (0°C~転移温度) で あり モル 比 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Na<sub>2</sub>O=3.4 の可溶出相の膨張係数は約  $103.1 \times$  $10^{-7}$  (0°C~転移温度) である<sup>(22)</sup>. 分相温度から室温まで冷却し た場合に、シリカ 相と可溶出相が単独に存在すると仮定すると、二 相の単位長さあたりの差は膨張係数の差と温度差(約  $500^{\circ}$ C) の 積 [(103.1-7.3)× $10^{-7} \times 500=4800 \times 10^{-6}$ ] で示される. 分相し た ガラス の構造は シリカ 骨格が体積の  $60 \sim 70\%$  を占め、その中 に  $r_{\mu}$ カリポレート 相が トンネル 状に存在し各所で互いに連結してい る. この構造において可溶出相が シリカ 相に比して大きく収縮し ようとすることによって シリカ 相を引きしめているので、可溶出 相が溶出によって除去されるならば シリカ 相は膨張する.

(2) 分相過程で テル比 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Na<sub>2</sub>O=3.9 以下の B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O の可溶出相が生成する場合,可溶出相は分相前の ガラス よりも密 度が大きくなると考えられるので<sup>(23)</sup> 2 相間に引張応力が作用し て シリカ 相を引きしめているので,可溶出相が溶出によって除去







図 4.2 熱処理程度と体積 変化の関係 Fig. 4.2 Relation between intensity of heat treatment and volume change.

## されるならば シリカ 相は膨張する.

これらはガラスの組成と熱処理条件の影響をうけるのでガラスに よってこれらの合計値(収縮+膨張)は異なる、分離相が大きくな るに従って表面積は減少し、それによって表面張力による収縮よ りもむしろ体積膨張の項が大きくなって体積増加を起こす.

Al2O3 の導入ついては,他のガラス成分の影響を受け、アルカリ 成分の少ない場合には 0.6 モル % でも完全な分相を起こさない場 合があるが アルカリ 成分の多い場合には数%導入しても分相,溶出 を行なう、しかし Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の添加によって分相現象が抑制されてい ることは明らかで Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量の増加によって溶出速度は減少する. この減少が空孔直径の減少による拡散の減少に起因するか、ガラス と酸液の界面での反応速度減少に起因するかをALO3の含有量の 異なる ガラス を同一熱処理したものについて考えると溶出厚さが 時間の平方根に比例するということからこれらの溶出速度減少は 拡散の減少、すなわち空孔直径の減少に起因するのがわかる. い ずれの組成においても軽度の熱処理のものが、強度の熱処理のも のより溶出速度が小さいことも上記推定と一致する. これを Alg O3 含有量に対して うロット すると図 3.10 のごとくなり、強度 の熱処理では一定値に収束する。しかし Al2O3 が 2.5 モル % 以 上では溶出速度は測定できないが JIS・R 5002 に準ずる方法では かなりの溶出量を示すので、分相はしているが、まだお互いの分 離相の間の連結が不十分であると考えられる、熱処理程度と体積 変化の関係は前述の AlgOs を含まないガラスと同一である.

次に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含有量と体積変化の関係は図 3.9 のごとくなり,0.6 モル%の添加では AlsOs を含まないものに比べてわずかに体積変 化の増加が認められるが、それ以上の増加では急速に減少し、2.5 モル% 以上ではいくら強度の熱処理を加えても溶出層が ハク離す る.これは前述の表面積などが関与していることは明らかである.

溶出速度-シマ 次数(体積変化)の関係を図 4.1 に示す。これ によると Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を含まない ガラス は相当ばらつくが Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 導入 ガラスは一つの曲線の上によく一致する.しかし強度の熱処理を受 けたものはこの曲線から離れる. 異なる ガラス も曲線の傾向は似 ているが、その位置は一致しない点から溶出組成などが関係して いると考えられる.

熱処理程度と体積変化の関係は図 4.2 のごとき傾向を示す. これによると熱処理程度の低いもの(低温度か短時間)は表面積を 増大し溶出層は収縮の傾向を示し、熱処理程度の増加によって膨 張傾向を示し,やがて極大値に至り,それ以上の過度の熱処理(高 温度,長時間)をすることによって徐々に体積変化は減少する. Al2O3 を含む ガラス も同じような傾向を有し、さらに全体として 収縮の傾向が強いので適当な条件を選ぶことによって体積変化を 0 にすることも可能である.

#### 5. む す び

以上のことを総合すると次のごとくなる,

(1) ガラスの組成および熱処理条件に関係なく溶出厚さは酸 処理時間の平方根に比例する. すなわち溶出速度は溶出によって 生じた空孔中の イオン,分子の濃度拡散に支配されている.

(2) 熱処理程度の軽いものは溶出速度が小さく、熱処理程度 の強いものは溶出速度は大きい.

(3) (1), (2) の結果と電子顕微鏡観察など(1)から熱処理程度 の軽いものは分離相が小さく、シリカ骨格の表面積が大きい、熱処 理程度の強いものは分離相が大きくシリカ骨格の表面積が小さい。

(4) 熱処理程度の軽いものは体積変化が少なく、熱処理程度 がある程度まで強くなるに従って体積変化が増加する.

(5) AlgO: 添加はそれ自体分相を抑制する働きを有し、添加 量の増加によって溶出速度は減少する.

(6) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加による体積変化の影響は Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の増加に従 って体積変化が減少する傾向を有し、Al2O3の多いガラスでしか も熱処理程度の軽いものは収縮する.

以上の実験結果と考察から次のことが結論される.

溶出による体積変化の因子としては溶出によって シリカ 骨格は 表面張力の影響を受けて体積収縮する項と, 溶出相の相分離時の 体積変化による応力の除去と、分相温度から溶出温度までの温度 差での シリカ 相と可溶出相の熱膨張係数差による応力の除去に起 因する体積膨張の項が考えられる。この体積膨張と体積収縮の両 項の和が体積変化として現われる.この場合,熱処理程度の軽い ものは分離相の成長が小さく、可溶出相が微小分散しているので 溶出後の シリカ 骨格は表面積が大となり、表面張力による体積収 縮の項が大きくなる.熱処理程度の強度のものでは分離相の成長 が大きく、可溶出相が大きくなるので表面積がより小さくなり、 体積収縮の項は小さくむしろ生成した可溶出相がもとの ガラスよ りも密度が大きいことによって、可溶出相から作用する シリカ相 への引張応力と、さらに可溶出相と シリカ 相との熱膨張率差によ り、分相温度から室温への降下によって可溶出相から作用する引 張応力とが溶出過程に可溶出相の除去によって解除されて、シリカ 相の体積膨張となる効果の項が大きくなる.

したがってこの表面張力による体積収縮の項、すなわち分離相 の大きさを適当に選ぶことによって体積変化を0にすることも可 能であり、Al2O3 含有量,熱処理条件の最適値をこの方法で決定 し溶出時の割れ不良を解消することが出来る.

終わりにこの実験に対して協力および助言をいただいた当所、 開発部の方々に深く感謝申し上げる. (昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

- 立原,林:「三菱電機」30,154 (昭 31) (1)(2)J. Hayashi, M. Hirano: Mitsubishi Denki Laboratory Reports, 5, No. 4, 423 (1964)
- (3)安部:「窯業協会誌」58, 421 (昭 25)
- 59, 150 (昭 26) (4)
- 63, 695 (昭 30) (5)(6)H.P. Hood, M.E. Nordberg: U.S.A. Patent, 2,106,744 (7) 2,215,039 (8)2,286,275
- (9) 2,221.009
- 田村:「窯業協会誌」63, 685 (昭 30) (10)
- R.J. Charles: J. Am. Cer. Soc., 47, 559 (1964) (11)
- 森谷ほか: ガラス 工学 ハンドブック, 651 (昭 38) (12)(13)S.P. Zdanov: The Structure of glass, 125, (1953)
- (14)
- M.E. Nordberg: J. Am. Cer. Soc., 27, 299 (1944) T.H. Elmer, M.E. Nordbeg: Materials in design engine-(15)
- ering (Dec), 118, (1962) (Corning products information) につ,植月,毛利:窯業協会誌,72,512(昭 39)
   応力測定技術研究会:応力測定法 p.472(昭 30)
   辻,西田,河田:光弾性実験法. p.89(昭 40)
   森谷: ガラス工学 ハンドラック, p.238(昭 38)
   につきしたのである (16)
- (17)
- (18)
- (19)
- (20)K.H. Hiller: J. app. Phys., 35, 1622 (1964)
- L. Shartsis, W. Capps: J. Am. Cer. Soc., 35, 169 (1952) (21)
- G.W. Morey: Propaerties of Glass p. 274 (1944) (22)
- L. Shartsis: J. Am. Cer. Soc., 36, 35 (1953) (23)

# 透過形電子顕微鏡によるメルコロイ・Xの研究

竹 内 守 久\*・北 風 敬 三\*

UDC 620. 187 · 669. 018

## Structure of Melcoloy-X Studied by Transmission Electron Microscopy

Central Research Laboratory

Morihisa TAKEUCHI · Keizo KITAKAZE

Experiments on the process of precipitation in Ni-base heat resistant alloy, "Melcoloy-X", have been conducted by using the transission electron microscopy. The specimens were examined after the following process. (a) Solution treatment, (b) Solution treatment followed by a series of aging, and (c) 5% cold rolling and aging sebsequent to the solution treatment. In (a) the structure of the matrix was observed, in (b) the process of precipitation, and the shape and the distribution of the precipitates were studies, and in (c) the effect of dislocation as the precipitation site was examined. The precipitates, both at grain boundaries and inside grains, in aged specimen have been found to be  $\gamma'$  phase of Ni<sub>3</sub> (Al, Ti), which, originally spherical, grew into cubic shape as the aging temperature rose or the aging time increased. From the fact that the  $\gamma'$  phase does not precipitate predominatingly at the dislocations the possibility of the formation of G.P. zone is also discussed.

## 1. まえがき

耐熱合金は微量元素を含めて 10 種類にも及ぶ多元素であるた めに,現われる析出相の種類および分布状態は多種多様であり, これらの析出相はよかれあしかれ合金の機械的性質に大きな影響 を与える.そのために,Al および Ti の添加によって硬化され る,Ni 基系耐熱合金の組織を電子顕微鏡で観察し,時効処理と機 械的強度とを関連づける研究が多くの人々によってなされてい る.<sup>(1)~(4)</sup>

筆者らは、この種の耐熱合金 メルコロイ-X (当社製品でインコネル-X 相当品) について、前回は レプリカ 法によって電子顕微鏡で観察した結果を報告した.<sup>(5)</sup>

今回は メルコロイ-X を電子線が透過する金属薄膜にして観察す る直接観察法に従い、メルコロイ-X を溶体化処理後一連の時効処理 を施した場合の時効析出相の核、形状および分布状態を調べ、さ らに、溶体化処理後約5% 圧延して多数の転位を発生させ、転位 と時効析出相との関係について検討した.また電子回折を併用し、 時効析出相の固定を行なうとともに、試料の常温における カタサ と組織との関連をも調べた.

### 2. 実験試料および実験方法

#### 2.1 試料の化学組成

実験に用いた メルコロイーX の化学組成を表 2.1 に示す.

#### 2.2 試料の熱処理条件

熱処理に用いた試料の大きさはいずれも約25×55×0.2mm<sup>3</sup>とした. これらの試料は表 2.2 に示すように、まず溶体化処理を 水素中で行ない、その後所定の温度に試料をそう入し、所要時間 まで水素中で時効処理を施した. 時効処理後の冷却は炉心管の入 口に試料を移動させて電源を切り水素中で冷却した.

表 2.1 メルコロイ-X の化学;
--------------------

元 素	Wt %	元 素	Wt %	元 素	Wt %
С	0.015	S	0.001	Cr	14.76
Mn	0.42	Nb	1.01	Fe	7.77
Si	0.24	Ti	2.67	Co	0.17
Cu	<0.005 Al		0.52	Ni	残部

#### \* 中央研究所

#### 2.3 透過形電子顕微鏡用の金属薄膜作成法

熱処理された各試料から透過形電子顕微鏡用金属薄膜を広い範 囲にわたって均一に作成するため、P.R. Strutt<sup>(6)</sup>の考えを取り 入れて装置を試作した. 図 2.1 にその装置の概略図および装置 全体の写真を示す.また、図 2.2 にその装置を用いて薄膜を作

#### 表 2.2 試 料 の 熱 処 理 条 件

溶体化	溶体化処		時 効 処 理 (水素中)
(水素中)	延復の圧	温度(°C)	時 間 (h)
			溶体化処理のまま
1,065°C	な し 約5% 圧延	550 650 700 840	1, 50, 100, 150, 200, 250, 300 1, 10, 20, 30 $\frac{1}{8}$ , $\frac{1}{4}$ , $\frac{1}{2}$ , 1, 20, 50 1, 20
→木焼入れ		840°C>	<20 h 空冷後 700°C×20 h 空冷
			溶体化処理のまま
×		550 650 700	1, 50, 100, 150, 200, 250, 300 10, 0, 10



電解液そうに浸セキされる部分









図 2.2 薄膜作成の過程 Fig. 2.2 Polishing process for preparing thin foil. るときの過程を示す.

薄膜試料作成方法の概略を説明すると、まず試料の大きさは約 25×55×0.2 mm<sup>3</sup> で,回転円筒陰極の上部でその回転軸に平行に 約 1 mm の間隔で固定され, そして回転円筒陰極の下部は電解 液中に浸 セキ されている. この回転円筒陰極は直径 100 mm, 幅 30 mm の大きさで, 毎分 30 回転の速度で回転している. 回転す ることによって回転体の周囲には電解液が付着し、試料との間に 電解液の層が形成される. このような状態において, 試料と回転 円筒陰極間に電流を流すと回転円筒陰極の曲率半径に沿って電解 研摩が行なわれる. 試料が電解研磨されて薄膜になる過程は図 2.2 に示したとおりである。まず一方の面に光沢がでるまで研摩 を行ない、続いて試料を裏返して前と同じ条件で試料を固定して 小さな穴があくまで電解研摩を行なう. このとき, 生じた穴の周 囲は電子線が透過し得る程度の厚さになっているので、この部分 を切り取って電子顕微鏡薄膜試料とした、この際に注意すること は,研摩中試料の片面が空気中に出ているため,薄い酸化膜が試 料表面にできやすいことである. これを除去するためには種々の 方法が考えられるが,今回はもう一度平行電極板中で数秒電解研 摩をして酸化膜層を取り除いた.

実験に用いた電解研摩条件を示すと次のとおりである.

電解液:	正 リン酸, クロム 酸貧	包和溶液
電圧・電流:	溶体化試料の場合	7~8V, 10A
	時効試料の場合	8~9V, 13A
電解液温度:	溶体化試料の場合	常温
	時効試料の場合	約 60°C

## 2.4 カタサ測定

溶体化処理後 550, 650, 700 および 840°C の時効処理による hat の変化を マイクロビッカース 硬度計(荷重 200g)を用いて 測定した.

## 3. 実験結果および考察

#### 3.1 溶体化処理状態

図 3.1 は 1,065°C, 1/2 時間溶体化処理を施したままの状態で, 結晶粒内および粒界には時効処理によって現われる二次析出相 (時効析出相) は現われておらず,一次析出相の Nb(N,C) およ び Ti(N,C) の炭窒化物が点在(写真内の黒点)する程度で,均 質な組織を示している.これら一次析出相は時効処理をしても変 化することはなく,機械特性に変化をもたらせないと思われるが 例外もあるゆえ少ないほどよい.

図 3.2 には母相の顕微回折を示したが、回折像内の スポット は Ni 固溶体の γ 相を示し、また電解研摩の際、酸化膜ができない ように注意深く実施したつもりであったが、一部酸化膜 NiO の 存在も示されてある.

結晶内部に観察される欠陥は非常に少なく、ところどころに転 位が見られるが、その他の欠陥はほとんど観察されなかった. 図





 (A)
 (B)
 図 3.1 1,065℃ 0.5 時間溶体化処理後の組織
 (a: 転位, b: Nb(N,C) Ti(N,C))
 Fig. 3.1 Structure of solution treated specimens at 1,065℃ for 0.5h, water quenched.



図 3.2 1,065°C, 0.5 時間 ·溶体化処理状態の粒内の 制限視野電子回折像 Fig. 3.2 Selected area electron diffraction pattern in grains, after solution treated at 1,065°C for 0.5h, water quenched.



図 3.3 550℃, 300 時間 時効処理後の組織 (a: 粒界) Fig. 3.3 Structure of aging-

treated specimens at 500°C for 300h.





 (A)
 (B) 粒内の制限視野電子回折像
 図 3.4 650°C, 10 時間時効処理後の組織 (a: 粒界析出相)
 Fig. 3.4 Structure of aging-treated specimens at 650°C for 10 h.

## 3.1(A) はとくに転位分布の多いところを示した.

#### 3.2 1 段時効処理後の状態

図 3.3~3.11 までの電子顕微鏡写真は,溶体化処理後1段時 効処理した各試料の結晶粒内および粒界の析出相を直接観察法で 調べた代表的な組織を示す.

図 3.3 は溶体化処理後 550°C にて処理した場合で,300 時間 まで行なっても結晶粒内および粒界ともに溶体化処理後の組織と 変らず,電子回折像でも変化が見られなかった。

溶体化処理後 650°C で処理した場合,結晶粒界は 10 時間処理 ですでに乱れ,塊状および層状不連続析出相が各所に見られる. これを制限視野電子回折で固定すると,Ni<sub>3</sub>(Al, Ti)の γ'相であ った(図 3.4(B)). 一方結晶粒内では溶体化処理の状態に比べ て,輪郭の比較的明確な約 50 A°前後の球状析出相が一面に分布 しているのが見られる(図 3.4(A)). さらに 20 時間処理にな

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

50 (1098)



 (A) 粒内
 (B) 粒界
 図 3.5 700°C, <sup>1</sup>/<sub>8</sub> 時間時効処理後の組織(a: 粒界析出相)
 Fig. 3.5 Structure of aging-treated specimens at 700°C for 1/8 h.





 (A) 粒内
 (B) 粒内の制限視野電子回折像
 図 3.6 700°C, 0.5 時間時効処理後の組織
 Fig. 3.6 Structure of aging-treated specimens at 700°C for 0.5 h.





 (A)
 (B) 粒界の制限視野電子回折像
 図 3.7 700°C, 1 時間時効処理後の組織 (a: 粒界析出相)
 Fig. 3.7 Structure of aging-treated specimens at 700°C for 1 h.





 (A) 粒内
 (B) 粒界
 図 3.8 700°C, 20 時間時効処理後の組織
 (a: 粒界析出相)
 Fig. 3.8 Structure of aging-treated specimens at 700°C for 20 h.



(A) 粒内



(B) 粒内の制限視野電子回折像



図 3.9 700°C, 50 時間時効処理 後の組織(a: 粒界析出相) Fig. 3.9 Structure of agingtreated specimens at 700°C for 50 h.



図 3.10 840°C, 1時間時効処 理後の組織 (a: 粒界析出相) Fig. 3.10 Structure of agingtreated specimens at 840°C for 1 h.



図 3.11 840°C, 20 時間時効 処理後の組織(a: 粒界析出 相 b: 粒内析出相) Fig. 3.11 Structure of aging-

treated specimens at 840°C for 20 h.

ると,結晶粒内および粒界の析出相は大きく成長し,粒内の球状 析出相は約 100 A°前後になり,650°C 処理の場合は時効時間が 増すとともに析出相が成長している.

図 3.5 および図 3.6 は 700°C 処理の場合の初期状態を示す ものである. 結晶粒内の析出相の形状は明確でない. しかし制限 視野電子回折を行なうと,大きく明るい スポット状の γ 相と小さ い スポット状の γ'相が得られた. 時効時間1時間以上の試料の粒 内析出相の形状は球状で明確になり,時効時間の増加とともに徐 々に大きく成長している (図 3.7(A),図 3.8(A),図 3.9(A)).

透過形電子顕微鏡による メルコロイーX の研究・竹内・北風

粒内の制限視野電子回折像(図 3.9(B))を見ると母相から現わ れる スポット状の  $\gamma$  相と析出相から現われる リング状の  $\gamma'$  相が 見られ,  $\gamma'$  相の回折像は図 3.6(B) の回折像よりいっそう明確 になっている.

一方結晶粒界について注目すると、時効時間に関係なく層状不 連続析出相が見られ、7~8分ですでに一応の形状を整えているこ とから粒界の析出相は相当急速である.これは粒内より粒界のほ うが格子の乱れが大きく溶質原子の拡散速度が速いことからもう なずかれる.層状不連続析出相について制限視野電子回折を行な

## った結果は y' 相であった (図 3.7(B)).

840°C で 1 時間および 20 時間処理した試料の粒内析出相は 700°C の試料に比べて相当大きく成長しており,形状は球状から 立方体に変わってきている (図 3.11). そして析出相の密度は 反対に非常に減少している. これら析出相は 700°C 処理の場合 と同じく y'相であった。

一方結晶粒界では、700℃に比べて析出状態が大変異なってい る. すなわち,図 3.10 で見られるように層状不連続析出相と粒 内析出相より大きい塊状の2種類が析出している. さらに 840℃ 20 時間になると層状不連続析出相は全然見られず図 3.11 のよ うな形状の一定しない塊状析出相が粒界に沿って析出している. これらの析出相について制限視野電子回折を行なった結果は γ' 相であった.

従来 Ni 基合金では M25C6 は約 650~800°C の短時間時効で 主として粒界に層状不連続析出相として析出し ジン(籾)性を悪化 し,800~1,000°C の高温時効では粒界に塊状に析出して クリーラ 破断寿命を増加させるといわれている<sup>(7)</sup>.われわれの観察では形 状においては同じようなことがいえるが、析出相は γ 相であっ た、その相違は表 2.2 に示した C 量の相違にあるのかも知れな いが、さらに結晶粒界近傍の Cr 濃度を X 線 マイクロアナライザ で 分析して判定する必要がある.

以上 550°, 650°, 700°C および 840°C で時効処理した試料の 透過形電子顕微鏡組織を示した. これら試料の結晶粒内に析出し た  $\gamma'$ 相の大きさの時効処理時間および温度による変化を示した のが図 3.12 である. これからも同様に,時効温度が高くなるほ ど,また時効時間が長くなるほど, $\gamma'$ 相の成長が速いことがわか る. とくに 840°C 処理付近から $\gamma'$ 相の成長は急速であり,900°C 以上になると  $\gamma'$ 相はなくなり  $\gamma$  相のみとなる<sup>(5)</sup>.

結晶粒内の γ 相の形状,大きさおよび分布が カタサ とどのよ





うな関係にあるかを図 3.13 に示す. 550°C 処理は図 3.3 に示 したように結晶粒内に  $\gamma'$ 相の析出が見られず溶体化処理の状態 と変わらなかったため、 hg+ においても変化が認められない. 650°C 処理は 1~2 時間までに急速にかたくなり、それ以後は時 間とともに徐々であるが増している. 700°C 処理も約 2~3 時間 までに急激に hg+ を増し、それ以上の時間になると飽和状態に 近くなっている. 840°C 処理は1時間処理を最大として軟化を示 している. 以上のことを図 3.3~3.11 までの組織と対応させた 場合hg+は結晶粒内の  $\gamma'$ 相の粒径および密度に左右されること がわかる.

#### 3.3 2 段時効処理

Ni 基合金の高温における機械的特性の向上を組織の立場から 考えると、結晶粒界の析出相は層状不連続析出相よりも塊状析出 相のほうが ヮリーラ 中に生ずる粒界割れや空孔の核発生およびそ れらの成長速度を小さくする<sup>(7)</sup>. 粒内は転位の運動を防ぐるにも っとも適した形状および分布を必要とし、また粒内析出相自体高 温におけるカタサが強く、母体との間の整合が強いほうが好ましい、 そのために標準熱処理法として、溶体化処理後 850°C と 700°C 付近の温度で2回に分けて処理する2段時効処理が一般に行なわ れている. そこで 840°C, 20 時間空冷後 700°C, 20 時間の2段 時効処理を施した試料について観察した結果を図 3.14 に示す.

結晶粒内には大きい粒子と小さい粒子の  $\gamma'$  相が見られ (図 3.14(A)), 図 3.8(A) と図 3.11 から判断して小さい析出相 は 700°C, 20 時間で析出し,大きい析出相は 840°C, 20 時間で 析出したものと考える。一方析出相の密度は 700°C, 20 時間の 場合に比べて低く,それは 840°C, 20 時間で先に大きな析出相 を析出させたことに原因し,その結果が hgサ にも現われ、700°C, 20 時間のときよりも少し低い.

結晶粒界には層状不連続折出相は全然見られず,840°C,20時



図 3.13 時効時間— カタサ 曲線 Fig. 3.13 Aging time vs hardness curves.



理,小さい粒子は 700°C, 20 時

間処理の粒界析出相と同じ塊状析出相が粒界に沿って見られる (図 3.14(B)). 2 段目の 700°C, 20 時間処理によって粒内には 小さな析出相が析出したのに,粒界では変化がないことは粒界近 傍の析出に寄与する溶質原子濃度を測定しないとわからないが, おそらく濃度が強く低下している結果と思われる.粒界および粒 内の析出相はいずれも γ′相であり,2 段時効処理が高温の機械 的特性を向上させることがわかる.

3.4 Guinier-Preston Zone (G.P. 帯)の観察

時効析出形合金を時効処理することによって析出する析出相の 核および成長がどのような過程をたどるかについては、多くの人 達によって観察されている<sup>(8)(0)</sup>. 焼入れした合金の時効による内 部構造の変化は合金によって異なるが、一般には、

過飽和固溶体→G. P. 帯形成→中間相析出→平衡相析出 という順で起こることが知られている. そして時効析出相生成初 期の G. P. 帯 (過飽和固溶体の結晶格子の中での溶質原子の集り をいう)の形状は母体原子と溶質原子の間の原子半径の差が小さ いと球状になることが知られており, Ni 基母体と Ni<sub>3</sub>Al (規則 格子)の格子定数から計算すると, G. P. 帯は球形と考えられる ので, 粒内析出相  $\gamma'$ の初期段階での G. P. 帯の形成は当然考え られ,かつ観察が期待される.

550°C 処理の場合, hay に変化なく, また粒内の組織にも変化 が見られなかったことは図 3.3 に示したとおりであるが, 600°C 処理以上になると hay に変化が現われ G.P. 帯の形成が考えら れる. 図 3.4 に示した 650°C, 10 時間処理ではすでに  $\gamma'$ 相が 約 50 A° の球状となって観察されていることから, もし G.P.帯 が形成されるならば時効時間の非常に短い所で起こるものと考え られる.

G.P. 帯とγ相の初期の形状はいずれも球形で同一なため,G.P. 帯の存在を示す電子回折による ストリーク は認められないので, ど の程度の大きさまでが G.P. 帯かを認めることは不可能である. しかし G.P. 帯の球状の大きさが非常に小さい(約 20 A°以下) ということから,直接観察である程度確認する以外になさそうで ある.

今回の実験では確証できなかったが、G.P. 帯を経て析出する と考えるなら、600~800°C 処理範囲の hst が急激に増す初期 と考えられる. もっと高い温度では、ただちに中間相が析出し続 いて平衡相に移行すると考えられる.

## 3.5 転位線への析出

転位線が析出相形成のもとになることは、転位の応力場と母体 原子と大きさの違うことによる溶質原子の応力場との弾性的な相 互作用(コットレル効果)によって、溶質原子の移動が助けられるの によるか<sup>(10)</sup>、一方転位線に沿って溶質原子の移動が容易なために なると考える人もいる<sup>(11)</sup>.いずれにせよ、転位線に集った溶質原 子は次に転位の応力場を緩和するような析出相を形成するので転 位線のところに優先析出を見ると考えられている.

転位線への優先析出は時効温度がやや低いときによく認められ, 高温になると転位のない地にも析出相が盛んに形成されるので目 立たなくなると考える.そこで溶体化処理後約5%の冷間圧延を 施してある程度の転位を作り(図 3.15),550°C および 650°C 処理で転位への優先析出を調べた.

 $550^{\circ}$ C 処理はさきに述べたごとく,溶体化処理後と同じ状態で 変化が見られず対称とならなかった (図 3.16).  $650^{\circ}$ C 処理は 3.4 節に述べたごとく 10 時間処理ですでに約 $50^{\circ}$ A<sup>o</sup>程度の  $\gamma'$ 

透過形電子顕微鏡による メルコロイーX の研究・竹内・北風



図 3.15 溶体化処理後 5% 圧延したときの組織 (a: 転位 b: 粒界) Fig. 3.15 Structure of 5% cold rolling subsequent to the solid solution treatment.



図 3.16 溶体化処理後 5% 圧延し,その後 550°C, 300 時間時効処理した組織(a:転位) Fig. 3.16 Structure of aging-treated specimens at 550°C for 300 h., after 5% cold rolling subsequent to the solid solution treatments.





(B) (A) と同一場所で転位を消 減させた場合(試料を3度傾斜)
図 3.17 溶体化処理後 5% 圧延し、その後 650°C、 10 時間時効処理した組織(a:転位)
Fig. 3.17 Structure of aging-treated specimens at 650°C for 10 h., after 5% cold rolling subsequent to the solid solution treatmens.

相が粒内一面に析出しているため確認が困難であったが、確認するために試料傾斜装置を用いて観察した. そのときの代表例を図 3.17 に示す. 図 3.17 (B) は (A) と同じ場所を3度傾斜させて パーガスペクトル に平行に電子 ビーム を入射させ, (A) に示された 転位の コントラスト を消滅させたものである. メルコロイ-X の場合は転位線に γ' 相が優先析出するということ が観察されなかった. このことは、母体原子と溶質原子の間の原 子半径の差が小さいため、転位線に溶質原子が集ってもそれほど 転位の応力場を緩和するような働きをしそうにもないので、転位 線のところに優先析出するとは考えられない. その結果溶質原子 は G.P. 帯を形成し、それが γ' 相となって成長するという可能 性が考えられるが、現段階では必ずしも G.P. 帯を経て γ' 相が 形成されるという確証がないので、いきなり γ' 相の核が形成さ れ、それが成長しているのかも知れない.

## 4. む す び

メルコロイ-X の溶体化処理後の時効処理によって現われる析出相 の析出機構および成長を観察する目的で、メルコロイ-X の薄膜を回 転円筒陰極装置を用いて作成し、透過形電子顕微鏡で直接観察し た. その結果次のことがわかった.

(1) 溶体化処理を施した試料は完全に固溶した均一な組織であり、ところどころに小量の炭窒化物が点在するのみで、また内部の構造は小数の転位以外はなにも観察されなかった。

(2) 時効処理によって現われる結晶粒内の析出相は Ni<sub>s</sub>(Al, Ti) 形の γ 相で,時効温度および時間の増加とともに成長する. 析出相の初期段階は球形であるが,成長にともなって立方形にな ってくる.

(3) 時効処理によって現われる結晶粒界の析出相は γ'相で 時効温度が低いと長時間処理しても層状不連続析出相である。 800℃ 処理では約 10 時間以上処理すると層状不連続析出相は塊 状析出相に変わる。

(4) 溶体化後まず 840°C の時効処理を行ない, 粒界に塊状 析出相を析出させた後であれば, 700°C の時効処理を行なっても 層状不連続析出相を粒界に認めることはできない. (5) カタサ に変化を示さなかった 550°C 時効処理は、処理時間を長時間(300時間程度)行なっても溶体化処理後の組織と同じで変化が見られない。

(6) 溶体化処理後約5% 圧延し、その後に時効処理を施して 転位線と析出相との関係を調べたが、転位線へ析出相が優先析出 する現象は見られなかった。

(7) hatに変化を示す低温時効で粒内にできる y' 相は G. P.帯を経て起こると考えられるが、その大きさは約 20 A° 以下と 考えられ、また、 y' 相と同じ球形のため観察が困難で判別しにく い. しかし転位線への溶質原子の析出が考えられないことと合せ 考えるならば G.P.帯の可能性が認められそうである。

(昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

- J.R. Mihalisin, K.G. Carroll; ASTM Special Technical Publication No.245, p. 68 (1958)
- (2) W.C. Bigelow, J.A. Amy, C.L. Corey, J.W. Freeman: ASTM Special Technical Publication No. 245, p 73(1958)
- (3) W.C. Bigelow, L.O. Brockway, J.W. Freeman: ASTM Special Technical Publication No. 245, p. 88 (1958)
- (4) ASTM Special Technical Publication No. 262, p. 3 (1959)
- (5) 竹内·中島·北風:「三菱電機技報」37,3(昭38)
- (6) P.R. Strutt: Rev. Sci. Instr., 32, 411 (1961)
- (7) M. Kaufman, A.E. Palty: Trans. AIME 218, 107 (1960)
- (8) R. B. Nicholson, G. Thomas & J. Nutting: J. Inst. Metals, 87, 429 (1958-59)
- (9) G. Thomas: J. Inst. Metals, 90 57 (1961-62)
- (10) H. Wilsdorf, D. Kuhlman-Wilsdorf : Defects in Crystalline Solid, 175 (1954)
- (11) D. Turnbull: Defects in Crystalline Solid, 203 (1954)
- (12) Neil E. Rogen, Nichalas J. Grant : Trans. AIME 218, 180 (1960)

# サイリスタ無整流子電動機

大野栄一\*・岸本 健\*・赤松昌彦\*

Central Research Laboratory

## Commutatorless Motors Using Thyristors

Eiichi OHNO · Ken KISHIMOTO · Masahiko AKAMATSU

Thyristor inverters using auxiliary commutation circuits have been developed in the past. Excellent results obtained with them, when applied to variable frequency driving of induction motors, are quite noteworthy. Now another achievement made available with them as commutatorless motors in application to synchronous motors are described herein. The commutatorless motor, as is well known, is a machine in which the commutator of a DC motor is replaced by the Thyristors and they are switched by the signals from a distributor directly connected to the rotating shaft. An auxiliary commutation circuit enables the motor to operate at a point where the power factor and the efficiency are the maximum, bringing forth very excellent control characteristics. This has been attracting attention as a solution to emancipate DC machines from the problems of commutation and to make approach to high speed and high capacity machine.

## 1. まえがき

半導体電力制御素子としてのサイリスタ(Thyristor, S.C.R.) は きわめてすぐれた スイッチック素子としてすでに広い分野で実用化 されつつある.電動機制御の分野でも従来のサイラトロン,イクナイトロ ンや磁気増幅器などに代わって用いられるとともに,それら従来 の素子では不可能であったような新しい応用分野をも切り閉きつ つある.前者の例としてはサイリスタ 静止 レオナード があり,後者の 例としては自励式 インパータ や DC チョッパ による電動機制御の研 究開発が各方面で進められている.

可変周波数 イッパータ による誘導電動機の駆動は、従来商用周波 数電源に拘束されていた交流電動機に新しい分野を加えるものと して早くから注目されており、一部では実用期にはいろうとして いる。われわれも数年前からこの種の研究を進め、サイリスタインパー タにとって最も重要な転流特性を飛躍的に改善した転流補助回路 方式を開発し、すでに本誌その他で発表した<sup>(1), (8)</sup>.

一方, 脱調や乱調のため取り扱いのやややっかいな同期電動機 の場合には、上記のような可変周波数 インパータ による単なる駆動 は実用上問題が多く, 界磁の回転と同期して電機子電流を切り換 えるいわゆる無整流子電動機によらねばならない. この方式は分 配器によって回転子の位置を検出し, それに応じて サイリスタインパー タを制御するもので, 直流機が回転軸に直結された整流子によっ て電機子電流の切り換えを行なっているのとまったく等価に考え ることができる.

このような無整流子電動機は、従来の直流電動機のもっていた 制御性のよさはそのまま残し、さらに整流子・ブラシを使用しな いためこれによる制約がなくなって、電動機の高速化ならびに大 容量化を容易にするものとして、多くの関心が寄せられている。

実際には静止形整流子・ブラシ に相当する サイリスタ 電力変換部 の構成に関して各種の方式が存在するが、ここではわれわれが試 験を行なっている自制・自励式 インパータ による無整流子電動機に ついて報告する。

#### 2. 無整流子電動機の原理と構成

2.1 無整流子電動機の構成

\* 中央研究所

可変周波数 インパータ による誘導電動機駆動のようなものも、広い意味では無整流子電動機に含まれるが、ここでは狭義の無整流 子電動機として、サイリスタ を直流電動機の整流子の代わりに用いた図 2.1 の構成のものを考えよう.

同図(a)は前者, すなわち他制式電力変換器による方式を示し, (b)がここで問題とする自制式無整流子電動機の構成を示す.この 図から無整流子電動機は電力変換器、電動機および分配器の三つ の部分からなることがわかる.電力変換器は無整流子電動機にと って最も重要な部分で、他制式の場合と共通の問題があるが、電 源と電動機の形態によって表 2.1 に示すような各種の方式が考 えられる. すなわち直流を電源として インバータを用いるものを直 流無整流子電動機とし、交流電源から直接 サイクロコンバータ によっ て、電動機を駆動するものを交流無整流子電動機と呼ぶ、一般に 得られる電源は交流であるため、直流無整流子電動機の場合には 整流器とインバータの組み合わせとなる。実際には交流を電源とす る場合には、サイクロコンバータとインバータを両端として、図2.2に 示すような各種の方式があり、それぞれ()内に示したようなサ イリスタアーム数を必要とする. しかし アーム数の少ないものが必ず しもよいのではなく,おのおのの耐圧,電流容量,利用率さらに 負荷および電源の状態を総合判断して優劣を決めなくてはならな



(w)可夏周·白蚁刹翊(他刹云) (b)無整流子電動級(自制式)

図 2.1 無 整 流 子 電 動 機 の 構 成 Fig. 2.1 Block diagrams of commutalortess motor.





Vr.

一般にサイクロコンパータは電源電圧が有効に働いて、転流すべき サイリスタ に逆電圧を加え、確実な転流ができる(いわゆる陽極転 流)特長をもつが、三相全波の場合18ァームを必要とする、インパ ータ 方式は一度直流とするため転流に弱いが(失敗)、電動機へは 比較的平滑な出力を供給できる、またセンタ・タッう方式ではサイリス タ数を減らすことができるが、半波出力となるため電動機の巻線 利用率は70%に低下し、同一出力では大形となる欠点がある。

またこれらいずれの方式も交流電源への電力回生が可能である が、図中()を付した サイリスタ を ダイオード に置き換えた場合には 回生は不可能となる.

このような種々の特長を比較検討した結果、われわれはインパー タ方式を採用し、これに転流補助回路を組み合わせることによっ て、転流失敗のない安定でしかも性能のすぐれた無整流子電動機 を開発することにした.

2.2 動作原理

次にインバータ 式直流無整流子電動機の動作原理について簡単に 触れておこう.具体的基本回路として図 2.3 を考える、ここで 道流電源からの直列インダタンス L を十分大きくしておけば,電流 は常に一定となって図 2.4(1)のような分配器によってそれぞれ のサイリスタを ゲート したとき,(2)のような電流が電動機に流れる. 分配器は図 2.3 に示されたように回転界磁と機械的に直結さ









れているが、今位相角γだけ進んだ状態にあるとすると、図2.3 (3)に示すように電動機電圧はγだけ電流より遅れることになる。

ここで動作上問題となる転流について考察を加えてみよう.今 サイリスタ Ta および Te' が導通している状態から, Tb と Te' が 導通している状態へ移る場合を考えると,  $\gamma = \pi/4$  のときには分 配器 b の出力によって Tb が導通して, Ta には図 2.4 (3) の  $v_{ta}$ に示されるような逆電圧が印加され, これを非導通状態とするこ とによって転流が完了する.  $\gamma$  を小さくすると逆電圧の大きさも, また逆電圧時間も小さくなり, これが サイリスタ の ターンオフ 時間以 下になると ターンオフ することができず転流失敗となり Ta, Tb と もに導通状態となって正常な動作を行なうことができないばかり か, 次に  $\pi/3$  だけ回転して, Ta' も オン となったとき電源短絡 となって事故に至る.

図2.4 の(4) に示す電圧波形は  $\gamma=0$  であり, 普通では上述の ような転流失敗を生ずる場合であるが, 図からもわかるように相 電流 (*i*a) と相電圧 (*v*a) とが完全に一致し, 電動機特性として は最も好ましいものが得られる. このような  $\gamma=0$  あるいはさら に  $\gamma<0$  の場合には  $\gamma>0$  の場合のような電動機誘起電圧に依存 した自励転流は不可能となるので, 他励 インパータ の場合と同様な *LC* による転流回路の働きによらねばならない. その詳細につい ては次節で論ずることにし, ここで転流は理想的に行なわれてい るものとして, 図 2.3 のような無整流子電動機の特性を解析し てみよう.



## 2.3 特性解析(6)(7)

解析は図2.5の同期電動機に図2.4に示したような120°形の 電流を加えたものとして行なったが、ここではその要点のみを紹 介することにしたい。

電機子各相および界磁に関して式(2.1)がなりたつ.





ここで Lii, Lij はそれぞれ自己および相互 インダクタンス である. この式を簡単にするため式 (2.2) に示す変換 マトリックス A を用い て、0-d-g 座標に変換すると式(2.3)となる.

$$\mathbf{A} = \sqrt{\frac{2}{3}} \begin{bmatrix} 1/\sqrt{2} & \cos \theta & -\sin \theta & 0\\ 1/\sqrt{2} & \cos \left(\theta - \frac{2\pi}{3}\right) & -\sin \left(\theta - \frac{2\pi}{3}\right) & 0\\ 1/\sqrt{2} & \cos \left(\theta + \frac{2\pi}{3}\right) & -\sin \left(\theta + \frac{2\pi}{3}\right) & 0\\ 0 & 0 & 0 & \sqrt{3/2} \end{bmatrix} \cdots (2.2)$$
$$\begin{bmatrix} v_0 \\ v_d \\ v_d \\ v_f \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} R + sl & 0 & 0 & 0\\ 0 & R + sL_{dt} - L_{qt}\theta & sM \\ 0 & L_{dt}\theta & R + sL_{qt} & M\theta \\ 0 & sM & 0 & R_f + sL_{ft} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} i_0 \\ i_d \\ i_q \\ i_f \end{bmatrix} \cdots (2.3)$$

・カトルクはPを極対数とし

$$T_{i} = \frac{1}{2} i_{d} \ast \frac{\partial L}{\partial \theta_{m}} i = p M i_{f} i_{q} + p (L_{d} - L_{q}) i_{d} i_{q} \cdots \cdots \cdots (2, 3)$$

第1項は ir と in による active torque, 第2項は回転子の ト ッ(凸) 極性によって生ずる reluctance torque である.

ところで図2.4 に示したような電流波形は周期 π/3 の周期関 数で, これをマトリックス 変換して

$$i_0 = 0, \quad i_d = \sqrt{2}I\sin\left(\theta - \frac{\pi}{3}\right), \quad i_d = \sqrt{2}I\cos\left(\theta - \frac{\pi}{3}\right) \cdots (2.5)$$
$$i_d \neq 1 \quad -\gamma + \frac{\pi}{6} < \theta < -\gamma + \frac{\pi}{6} + \frac{\pi}{3}$$

となり,式(2.3)に代入して、 θ=ω=一定 とし定常状態では  $v_0 = 0$ 

$$\begin{aligned} & v_{q} = \sqrt{2} I \left\{ R \sin\left(\theta - \frac{\pi}{3}\right) + \omega(L_{d} - L_{q}) \cos\left(\theta - \frac{\pi}{3}\right) \right\} \\ & v_{q} = \sqrt{2} I \left\{ R \cos\left(\theta - \frac{\pi}{3}\right) + \omega(L_{d} - L_{q}) \sin\left(\theta - \frac{\pi}{3}\right) \right\} + \omega M I_{f} \end{aligned}$$

これから インバータ 部を含めた無整流子電動機の直流端子電圧  $e_a$ と トルク  $T_i$ の平均値は

$$\overline{e_d} = 2RI - \frac{3\sqrt{3}\omega(L_d - L_q)I}{2\pi}\sin 2\gamma + \frac{3\sqrt{2}}{\pi}\omega MI_f \cos \gamma \quad (2.7)$$

$$= -\frac{3\sqrt{2}}{2\pi} - \frac{3\sqrt{2}}{2\pi}\partial_t (L_d - L_q)$$

$$\overline{T}_i = \frac{S\sqrt{2}}{\pi} p I_f I \cos \gamma - \frac{S\sqrt{3} p (L_d - L_q)}{2\pi} I^2 \sin 2\gamma \cdots (2.8)$$

式 (2.7), (2.8) によって定常特性を求めることができる. 今後の便利のため、以下の実験に用いた下記の定数を代入して

サイリスタ無整流子電動機・大野・岸本・赤松



の回転速度対相電流

when  $\gamma$  changed.



図 2.7 yを変化した場合の トルク 対相電流 Fig. 2.7 Torque vs current Fig. 2.6 Speed vs current when  $\gamma$  changed.



図 2.8 回転子の回転位置に対する トルク Fig. 2.8 Torques against rotor position,



特性を計算した例を図2.6, 2.7に示す.

 $R = 0.362 \,\Omega, R_f = 33 \,\Omega$  $L_r + l_r = 5.3 \text{ H}, M = 0.41 \text{ H} (t = 2.0 \text{ A})$ ... (2.9)  $L_d = 0.032 \text{ H}, \ L_g = 0.0173 \text{ H}$ 

他の計算結果は4章において実験結果と対比させて示す.また この解析によって電動機の トレッ2 脈動など実際上必要な結果も得 られる. 図 2.8 はそれぞれの γ における 回転位置対 トルク, 図 2.9 は y 対脈動率を示す. これらの結果からも前述の y=0

での特性がとくに望ましいものであることがわかる.

## 3. 無整流子電動機用インバータの問題点

### 3.1 帰還整流器の特性に及ぼす影響

SCR インパータにおける最も大きな改善は、交流出力を整流し

(1105) 57

て直流電源に帰還することであった、正弦波インバータにおいては 電力回生などと呼ばれている方式で、帰還整流器の直流側に平滑 リアクトルを備えている.また方形波インバータにおいては、帰還整 流器の直流側を直接に直流電源に接続する.これによって負荷変 動に対して、転流および出力電圧はきわめて安定となり実用化で きたといっても過言ではない.

しかし、この帰還整流器は自制無整流子電動機においては必ず しも必要ではない、すなわち同期機を負荷とし自制式にすれば、 図 3.1 のような簡単な回路で、同期機の逆起電力を利用して転 流させる他励可逆 インパータ として動作させることができ<sup>(2),(5)</sup>、し かもはん用他制 インパータ と違って、負荷変動や力率変動などによ る転流の不安はない、これは同期機が普通の *R-L-C* など受動負 荷ではなく、その受動的 インピーダンスが小さいからである。

また、インバータ出力交流波形について考察すると、図3.1のよ うな帰還整流器なしの電流方形波インバータの場合図3.3(a)に 示すような波形となる.これに対し図3.2のような帰還整流器 付電圧方形波インバータであれば、その点弧法によって決まる通電 角の相違によって図3.3(b)または(c)のような関係となる. このインバータ出力電圧波形と同期機逆起電力波形との差異によっ てきわめて大きな高調波(とくに第5)電流が流れる.とくに180° 通電形の場合、サイリスタと帰還整流器とによって、電圧を誘起し ている電機子巻線を短絡する期間を生じ、その高調波は最も大きい.

さらに無効電流が分配器の検出位相を変化させると激増し,実 用上位相制御は不可能となる。

さらに、この帰還整流器付 インパータ(出力の交流的インピーダンス が小さい)を用いることは、従来の直流機において直交短絡 ブラシ を設けたのと等価となり<sup>(4)</sup>、電機子反作用が助長されて主磁束の 増磁作用を生ずるため速度変動率が大きくなる。この欠点は前記 位相を変えればさらに大きくなって直巻特性となり、この直巻特 性範囲を使用することは無効電流の激増による効率低下を伴うた め実用的ではない。

## 3.2 帰還整流器のシステムに及ぼす影響



58 (1106)

図 3.1 に示すような帰還整流器のないインバータであれば、サイ リスタの点弧位相を進めるだけで、インバータからコンバータ(可変電 圧整流装置)に移行する.この場合、その電圧極性は反転し電流 の方向は変らない、したがって、同じ変換器を1台追加して商用 交流電源と連係すれば回生制動ができ、引き続き自動的に逆転に 入る.この例を図 3.4(a)に示しており、回生・可変速・可逆 転駆動装置の中で、所要主半導体数が最も少ないシステムとなる.

これに対し、帰還整流器付の場合はインパータ用サイリスタをコン パータとして使えず、常に電圧の極性を同一方向に保ち、インパータ のときと逆方向の帰還整流器電流によって回生することとなる。 このため商用交流電源へ回生する場合、図 3.4(b)のように回 生専用インパータを必要とする。

また蓄電池など非可変電圧直流電源を用いて回生・可変速、可 逆転を行なう場合は、図3.5 に示すように、所要 DC チョッパ(Ch) の台数の点で、帰還整流器なしの方が有利となる。

#### 3.3 転流補助回路の適用

他制可変周波数 インパータ の場合は必然的に帰還整流器が必要であり、この種方形波 インパータに転流補助回路を付けたものが既報(1)の転流補助回路付可変周波数 インパータ であった.

しかし、自制無整流子電動機用インパータとしては前述のとおり 帰還整流器を付加することがきわめて不利であるから、図 3.1 に示すような帰還整流器のない電流方形波可逆インパータ(以後単 に可逆インパータと呼ぶ)を用いることが望ましい、しかし、この ままでは低速運転時(起動時を含む)に転流能力が不足し、実用 上大きな制限を受ける.そこで、この低速運転時の転流能力を補 償するために、他制可変周波数インパータと同様な転流補助回路を



図 3.4 交流電源への回生制動法 Fig. 3.4 Regenerative braking methods in consideration of AC source.



Fig. 3.5 Regenerative braking methods in consideration of DC source.









付加しなければならない. この基本回路を図 3.6 に示しており. この特長は小さな転流 リァクトル  $L_c$  と大きい平滑り リァクトル  $L_f$  と に分割したことで,転流期間中の平滑 リァクトル 電流は転流 コン デンサ  $C_{11} \sim C_{16}$  を通って流れる.

図 3.7 はさらに放電阻止整流器  $D_{11} \sim D_{16}$  を付加し,電機子巻線 インダクタンス と転流 コンデンサ とによる振動を防止するとともに, 転流 コンデンサ 充電々圧を最高値に保持せしめて転流能力を増大さ せたものである.図 3.6 または図 3.7 において,  $L_{c1}$  と  $L_{c2}$  と は同一磁心上に巻いてもよいが,転流能力が約半減するとともに, パルス 幅 120°の出力電流波形の中央に少し わ(凹) 部を生ずる.

以上のようにして,無整流子電動機に適した方形波電流出カイ ンパータが得られる.かかるインパータを用いれば,分配器の制御角 γを制御しても出力電流波形の乱れがなく,また電機子無効電流 が(Sine γ)以上に激増しない.また制御角 γを変えても,帰還 整流器付インパータを用いた場合のように速度変動率が大きくなる こともなく,常に分巻特性が得られる.そして全負荷起動や超低 速運転も可能となり,従来の直流機と同様広範囲の速度制御が可 能となった.

#### 3.4 電機子巻線電流波形およびトルク脈動の改善

以上に述べてきた三相可逆 インバータ でも,第3高調波を含まず,約 95% の基本波成分を含み,さらに自励 インバータ として動作す るので制御角 γを零度にして動作させることができるので,最大 力率が約 95% となり,これだけでも十分満足できる波形といえ る.しかし トルクの点では ±3~15% 程度の脈動を生ずる.これ をさらに改善するには,相数を増すかあるいは相数を増さずに電 流波形をよくするかである.前者の場合 トルク の脈動を減少させ ると同時に電流波形をもよくすることができ,後者の方法は前述 のごとき インバータを用いたのでは不可能である.

図 3.8 は三相電機子巻線を複数対にし相差をつけて巻き、これを直流電源に対して並列または直列に運転される複数台の可逆 インパータの各交流出力側に接続したもので、もちろんインパータも 位相差をつけて点弧する.この場合 トルクの脈動は小さくなるが、







図 3.8 トルク の脈動の軽減法 Fig. 3.8 Reducing methods of torque ripple.



Fig. 3.9 Improved methods of voltage and current wave forms.

各電機子電流の高調波は減少せず,同図(a)の並列運転の場合 は分割絶縁のために巻線の占有率が低下する欠点がある.ただ し図 3.8(b)の直列運転の場合,占有率の低下はあまりない. 図 3.9は電機子巻線電流波形もよくなるようにしたものであ

#### 4. 実験結果とその検討

#### 4.1 装置の概要

実験に用いた試作装置の概略を図 4.1(a)に示した. すなわ ち前章で詳述した電力変換器としての インパータ を中心に, 同期電 動機の回転軸に直結した スリット 付回転円板と フォトトランジスタ を用 いた分配器とこれからの信号で インパータの サイリスタ を制御する制 御部からなる. ゲート 増幅器には同図(b)に示したような変調式 回路を用いて, 小形でしかも直流から最高速度までの特性を保証 している. 同期機および インパータの概略仕様を下記に示した.

同期機 (一般用)

3 kW, 三相, 200 V, 50 c/s, 12 A, 4 極トッ極 インパータ

CR11~CR16: CR20A-8 2 個直列

D<sub>11</sub>~D<sub>16</sub>: SR30B-16 CR<sub>21</sub>, CR<sub>22</sub>: CR12A-8 2 個直列

 $L_f: 10 \text{ mH}$ 



Ed: 0~260 V

## Ec: 140 V

### 4.2 無負荷制御特性

図4.2に界磁電流  $I_f$  を一定として、検出制御角  $\gamma$  を  $f_{5,4-3}$ とした、無負荷電機子電圧 (直流電源電圧  $E_a$ )制御特性を示し ている.ここに速度は回転周波数 f で表わし、 $\gamma$  は通常の他励可 逆  $f_{5,4-3}$  としての最大出力となる位相を  $0^\circ$  とし、通常の整流 器領域への移相角(進み)を正としている。すなわち、 $\gamma \ge 0$ の 範囲では、他励  $f_{5,4-3}$  として電機子逆起電力によって転流し得







図 4.3 無負荷界磁制御侍性  $\begin{bmatrix} D_f & L, 120^\circ 通電 \end{bmatrix}$ Fig. 4.3 No load speed vs field current characteristics.



図 4.4 無負荷界磁制御持性  $[D_f$  付, 120°また 180° 通電形] Fig. 4.4 No load speed vs field current characteristics. る範囲である.

ここで逆起電力の直流側平均電圧は、 ±γ に対して等しいはず であるが、その特性には大分差がついている. この原因について はよくわからないが、電機子 インダクタンス があるためのように考 えられる.

図 4.3 はそれぞれ γ=0°, 60°, -60° のときの無負荷界磁制 御特性で,いずれの場合も界磁磁束に反比例して速度が変化している.

これに対し、図 3.2 のごとく帰還整流器を設けて  $120^{\circ}$  通電形 としたものでは、制御角 $\gamma$ を  $30^{\circ}$  以上にすると、図 4.4 の曲線①、 ②のように  $I_f$  の減少に対し速度上昇しなくなる。そしてこの場 合電機子巻線および直流入力には全負荷電流またはそれ以上もの  $I_f$  に比例した進み電流が流入する。また  $I_f$  の減少によって電機 子に流入する電流が交差磁束を作り、さらにこの反作用磁束によ って誘起する起電力は帰還整流器と サイリスタ による短絡回路を通 して大きな遅れ電流を流入せしめ、この遅れ無効電流が増磁作用 をするため速度が上昇しなくする。

さらに同じく帰還整流器を付け、180° 通電形すなわち完全な方 形波電圧形 インバータ として運転すると、上記二次的電機子反作用 が起きやすくなりその傾向はさらにひ どくなり、 $\delta=0^\circ$ (電機子 逆起電力と インバータ出力電圧とが同相となる点)ですでに  $I_{f} \rightarrow 0$ に対し逸走しない特性となっている.この二次的電機子反作用が、 速度変動を大きくする原因となっている.

以上のように、帰還整流器はちょうど従来の直流機における、 直交短絡 づきシ の作用をなし、無整流子電動機の速度特性に著し い悪影響を与えるものである。

### 4.3 負荷特性

図4.5 に代表的な huo 速度特性を示しているように,非常 に速度変動の小さい分巻特性となっている.また同図の  $E_d=20$ V の直線からわかるように,完全に拘束されるまでの超低速運 転も可能である.  $D_f$  付の 120° 通電形の場合でも,  $\gamma$  が零度で あればほとんど同じような特性を示す.  $D_f$  なしの場合  $\gamma$  を大き くしても分巻特性を保持する.

これに対し  $D_f$  付の 180° 通電形では、図 4.6 に示すように、 速度変動がきわめて大きくなる。この傾向は制御角  $\gamma$  またほ 8 を変えれば、さらに大きくなり直巻的となる。

図4.7はそれぞれ直流電圧 E<sub>d</sub>=250 V における出力 トルク に 対する入力電流,各部効率,交流側力率,機械的出力などを示し た静特性である。このような小容量機で,無整流子電動機用とし



図 4.5 トルク-速度特性 [D<sub>f</sub> なし, 120° 通電形] Fig. 4.5 Torque vs current characteristics.

60 (1108)

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965











No	$E_d(V)$	$I_f(A)$	通電角	制御角	制御法	Dr 有無	AC側 L	周波数
1	250	2.0	120ª	$\gamma = 0^{2}$	自制	なし	なし	35~31
2		H		*		あり	ĸ	w
3	- e	*	180=	$\delta = 0^{\circ}$	#	#	あり	45~27
-4	247	1.5		-	他制			50



て特別な設計をした同期機を使うことなく、80% 強の効率が得られたことは、ほとんど従来の直流機と同等の効率が期待できることを意味し、他制式交流機駆動ではとうてい及ばないものである。またこのような高効率は、平滑 リアクトル  $L_f$  の作用で、高調波電流が抑制されるとともに、自励転流であるため  $\gamma=0^\circ$  とすることができ最も力率のよい点で運転できるから、得られるものである。

## 4.4 他の方式との特性比較

以上のことを物語るものとして,他各種方式の場合の実験結果 サイリスタ 無整流子電動機・大野・岸本・赤松



No	$E_d(V)$	$I_{f}(\mathbf{A})$	通電角	制调角	制润法	$D_{I}$ 有能	AC側 L	周波數
1	250	2.0	120°	$\gamma = 0^{\circ}$	自劉	なし	なし	35-31
2		#	*	*	×	あり		
3		*	180°	$\delta = 0^{\circ}$	w		35 U	45~27
4	247	1,5			他制	×		50

図 4.9 無整流子電動機総合効率の比較 Fig. 4.9 Overall efficiency of various types of commutatorless motors.



(Measured and calculated)

と比較したもの図4.8および図4.9に示している.

他制式の④は界磁電流 I<sub>5</sub> によって大幅に力率が変わる から,これを別にして,自制式だけについて見れば力率が総合効 率を左右していることがわかる.また,この力率による効率変化 の大部分は電動機単独の効率変化で,電動機単独の効率も図4.9 のような関係になっている.

このように、他制式よりは自制式、自制式でも 180° 通電形よ りも 120° 通電形、さらに 120° 通電形の中でも帰還整流器  $D_f$  を 持たない電流方形波  $7 \sim h \sim p$  を用いるのが最もよいと結論できる. 4.5 計算値との比較

2.3節で行なった解析結果による特性の計算値と、ここで行なった実験値との対応を図4.10および図4.11に示す.

図4.10は電流対 トルク 特性で,計算値では回転による損失分を無視したのに対し,実験値はこれを含んでいるため, E<sub>d</sub> すなわち回転速度が高いほど トルク が低下する傾向が現われている.

図4.11 は界磁制御特性で、やはり計算値では トレク を0 とし た完全な無負荷特性であるため、とくに界磁電流の小さい高速部 分で実験値との差が生じている。



図 4.11 回転速度対界磁電流(実験値との比較) Fig. 4.11 Speed vs field current. (Comparison between Calculated)

しかしいずれも実験値とかなりよく近似しており、種々の仮定 にもかかわらず 2.3 節の解析法が一応満足できることを示して いる.

## 5. む す び

以上述べてきたように、サイリスタ を用いた無整流子電動機は直 流機と同等のすぐれた制御性能を、整流子・ララシなしで実現でき るすぐれたものである。われわれはとくに電動機は界磁による磁 束の中で、電機子からの電流が いック に変換される機器であると 考えて電流形無整流子電動機の開発に力を注いできたが、とくに 電力変換部として可逆 インパータ方式が有利であることに着目した。 その回路上のおもな特長は下記のとおりである。

## (1) 通電角 120°の電流形である.

- (2) 分配器の位相角 γ は 0° である.
- (3) 転流補助回路を付加した自励転流である.
- (4) 帰還 ダイオードを有しない.
- (5) 直流平滑 コンデンサ が不要である.

この結果として次のようなすぐれた特性が得られた.

(a) 起動,低速運転,高速運転を含んできわめて安定な動作 が得られる。

(b) 力率・効率が非常に高い.

(c) すぐれた分巻特性が得られる.

(d) 電流方向一定のまま, 交流電源への回生および逆転も容 易である.

(e) 直流入力電流 リップル が小さい.

このような無整流子電動機は従来の直流電動機と交流電動機の 両者の利点を兼ね備えた新しい電動機として、それらに代わって 用いられるとともに、さらに従来の電動機のもっていた制約を越 えて広い分野への発展が期待される. (昭 40-7-16 受付)

## 参考文献

- 大野・赤松: SCR 可変周線数 インバータ による交流電動機の速度制御,「三菱電機技報」38,931 (昭 39)
- (2) E. Küblev: Der Stromrichter motor, ETZ-A, 79, (1960)
- (3) 佐藤: 無整流子電動機の研究,「電学誌」, 84, No. 8 (昭 39)
- (4) 宮入・常広・酒井: SCR 無整流子電動機の特性, 電学連 大論文集, 873 (昭 40.4)
- (5) Max Stöhr: Die Typenleistung kollektorloser Stromrichtermotoren, Archiv für Elektrotechnik, 32, Heft 11, 12 (1938)
- (6) Eckhard Abilgaard: Ruhender regelbarer Synchron-Phasenschieber mit Thyristoren, ETZ-A, 86, H. 1 (1965)
- (7) 宮入・常広: SCR を用いた無整流子電動機の研究,「電学
   誌」82, No. 11 (昭 32)
- (8) 竹内: Matrix theory of electrical machinery, (オーム社)
- (9) E. Ohno, M. Akamatsu: Variable frequency SCR inverter with an auxiliary commutation circuit, 3rd Intermag conference 13-1, washington D.C., April, (1965)

UDC: 621, 372, 852, 223

# 方向性電力分配回路とその応用

中原昭次郎\*·紅林秀都司\*\*

## A Directional Power Divider and Its Application

Central Research Laboratory Shojiro NAKAHARA · Hidetoshi KUREBAYASHI

A directional power divider is a multi-part circuit having directivity for power dividing and made available by loading a magnetized ferrite at an asymmetrical junction. Herein introduced is a three-port circuit explained in terms of S-matrix treatment as one example of the device. An experiment has been performed to confirm that the concept is to be materialized with successful results. Moreover a new duplexer, which is suitable for continuous wave, is developed as an application of this installation. Test results with this reveal that the duplexer meets the purpose well.

## 1. まえがき

磁化された フェリ 磁性体の示す テンソル 透磁率を利用すること によって、単向管、サーキュレータ、その他種々の マイクロ 波回路が 得られており、マイクロ 波回路系の重要な回路部品として広く用い られている、ここに報告する回路は、当所において新しく考案し たものである.

一般に, Junction type の サーキュレータ を構成する際, 接合部 が非対称構造を有する場合には、特性のよい サーキュレータ が、得 がたい、これは非対称構造に起因する設計、調整の複雑さのため である

しかし、ここに報告する回路はこの構造の非対称性を逆に利用 したものであり、接合部での電力の分配に方向性を持っているの で、これを方向性電力分配回路と呼ぶことにする。本文では、こ の方向性電力分配回路をS行列法によって説明し,実際の構造, 実験結果について述べ、さらに、この回路の一つの有用な応用例 として新しい方式の送受共用回路を提案しまた検討を加え、この 送受共用回路の実験結果について報告する.

#### 2. 方向性電力分配回路

## 2.1 構造と理論

方向性電力分配回路としては種々の端子対を持つものが考えら れるが、ここでは3端子対のものについて述べる.

この回路の構造は、図2.1に示すように、 日面 T 分岐導波管 の接合部にフェライトを置き、これを直流磁界によって磁化したも ので、サーキュレータに似た構造である、また、図2.1のように置か れた フェライト が一種の強磁性体共振器のように作用し、そのため 損失を増す恐れがあるので、実験周波数帯での共鳴を避けるよう



図 2.1 方向性電力分配回路 Fig. 2.1 Structure of a directional power divider, フェライトを分割したり(1),また周波数特性を向上させるために、 フェライト と導波管との間に金属板をそう入する手段を用いる、こ のような構造を有するものでは、その接合部の電磁界の模様を知 ることはきわめてむずかしい、そこで多端子対回路網的取り扱い を行なった.

一般に3端子対回路において、二つの列行列をa,bとし、その i番目 (i=1,2,3) の要素 ai, bi がそれぞれ i番目の端子対の基 準面での入射波,反射波を示すものとすれば、 a, b は式 (2.1)の ように5行列によって関係づけられる.

b=S.a

図2.1に示されるような回路では、その左右対称性によって端 子対①と端子対②からの入力に対する反射係数は同じであるが, 端子対③からの入力に対する反射係数だけ他と異なる値となる. そこで端子対③のみ反射があるとして、 $S_{11}=S_{22}=0$ 、 $S_{33}=0$ とす れば、S行列は、次のようになる.

ここで、回路が無損失と仮定すると、式(2.2)のS行列は、 ユニタリー 条件を満足する.

$$S \cdot \widetilde{S}^{*}=1$$
 .....(2.3)

ここに\*は共役量を、~は行列の転置を示す、S21、S13. S32を ゼロでないと仮定すれば、式 (2.3) に式 (2.2) を代入し、両辺 の各要素間の関係から S31=0, S21=1, S23=0, S12=0 が求ま るからS行列は、式 (2.4) で表わされる.

この8行列は、ちょうど理想サーキュレータの端子対③に

$$\mathbf{S}' = \begin{pmatrix} S_{12} & S_{13} \\ S_{32} & S_{33} \end{pmatrix}$$

なる S 行列を持つ2端子対回路を接続した場合と同じS 行列であ ることを示している. 式 (2.4) において  $S_{ss} = \frac{1}{\sqrt{2}} EL, 基準$ 面を適当に選べば、S行列は次のように表わされる。

\*中央研究所(工博) \*\*中央研究所

式 (2.5) で示される回路は、端子対①からの入射波は無反射 で全部が端子対②から流出し、端子対③からの入射波は無反射で はあるが、端子対①と③とに等分されることを示している、これ が、ここに報告する方向性電力分配回路であり、このような性質 を利用し後述のような送受共用装置が得られる.

### 2.2 方向性電力分配回路の実験

式 (2.5) で表わされる回路を得るための手順として、まずフェ ライトの寸法と位置を変え、端子対①あるいは端子対③の反射の 小さくなるものを求める、次に端子対①の反射のよいものについ て、さらに端子対③の反射を測定する必要がある、しかし、もし端 子対①と②の反射が小さくなれば |S31| と |S23 も同時に減少 するはずであり、さらに、 $|S_{33}| = \frac{1}{\sqrt{2}}$ であれば $|S_{12}| = |S_{32}| = \frac{1}{\sqrt{2}}$ となるから、式 (2.5) で表わされる回路であるかどうかを検討 する方法として,先に述べた各端子対の反射を測定する代わりに,

端子対①から端子対②への減結合量と端子対②か ら①と端子対②から③の電力分配特性を,検討し (IB てもよい、

図2.2は、フェライトの位置とその位置における 最大の減結合量(①→③)が得られる外部印加磁 界,および端子対②の入力が端子対①と③に等分 される外部印加磁界との関係を示す実験結果であ



図2.2 フェライトの位置と最適磁界との関係 Fig. 2.2 Position of ferrite post versus optimum DC field applied.

る、図中のLは導波管側壁から、フェライト 柱の中心までの距離で ある.

この図から、減結合量①→③の最大値の得られる磁界は、Lと ともに増加し、一方、端子対②からの入射波が端子対①と③に等 分される外部磁界は、Lが増加すると減少する傾向を示している. それゆえ,滅結合量の最大点を示す線と、電力等分点を示す線と の交点が、式(2.5)に示されたような電力分配回路を得るため の条件を与える、もちろん、この交点は、フェライトの寸法や各種 装荷物の種類、寸法によって変化するし、また、その特性もこれ らの寸法に依存する.

次に方向性電力分配回路の特性改善を行なった. その結果が, 図.2.3~2.7に示されている.





の加

北

能力分配量

そう入損失

い見田度田屋



図 2.7 周波数特性 (その3) Fig. 2.7 Frequency characteristics. (Case 3)

64 (1112)

401

三夢雷機技報 Vol. 39 · No. 9 · 1965

まず図2.3は、日面T分岐導波管の接合部にフェライトのみを 置きそれを磁化した場合で、他になんの装荷物もない場合で、図 の示すように、周波数特性が非常に悪い、これを改善するために、 金属三角板を図2.4に示すように装荷した.その場合の磁場特性 ・周波数特性をそれぞれ図 2.4, 2.5 に示す。 さらにいっそう特 性を改善するため、フェライト 分割を行なった、その磁場特性と周 波数特性が、図 2.6, 2.7 にそれぞれ示されている。図でわかる ように、その周波数特性は図2.3、2.5の場合と比較して非常に 改善されている. 周波数 6,300±200 Mc の範囲で 端子対 ①から ②へのそう入損失 0.2 dB 以下, 端子対①から③また, ③から② への減結合量は、27 dB以上、端子対①と②の電圧定在比は1.1 以下, 端子対②から③と②から①への電力分配量は, ともに 3.1 ±0.1 dB であり、この二つの電力分配量の違いは、この周波数 範囲で 0.15 dB 以下である. また端子対③から①への電力分配量 も 3.1±0.13 dB であり、端子対③の電圧定在波比は、およそ 5.5 である.

これらの結果から式(2.5)で示されたような回路を実現でき ることが確かめられた。

### 3. 送受共用回路

#### 3.1 動作原理

上述の方向性電力分配回路の一応用例として,ここに新しい, 送受共用回路を提案する.

この回路は図3.1に示したように、サーキュレータ と方向性電力 分配回路と マジックT, およびそれらを 結合する適当な 電気長を もつ導波管から構成されている。

もし サーキュレータ の循環方向が, ①→②→③→①であり方向性 電力分配回路が, 式 (2.5) で表わされるような特性を持っている とすれば,送信機からの出力は,ほとんど アンテナ から放射される. このとき,分岐1と分岐2への漏 IT 波の振幅が等しければ,分 岐1と分岐2の電気長を適当に選び,マジックT での両漏 IT 波の 位相を等しくすることによって,漏 IT 波はほとんど無反射端を 接続した H-分岐に結合する.したがって送信機から, E-分岐に 接続された受信機へのシャ 断量は大となる.一方,受信波は方向 性電力分配回路によって2分され, サーキュレータ,分岐1を通って マジックT に達した波と,分岐2を通ってマジックT に達した波と が,等振幅で位相が半波長違っていれば,受信波はほとんど E-分岐から受信機に結合する.以上の各条件を同時に満せば,送受 共用回路となる.実際に,送,受信機間に高いシャ 断量を得よう





とする場合,送信波が直接 サーキュレータ や方向性電力分配回路を 通して,漏ェイする波だけでなく,方向性電力分配回路での反射 が サーキュレータ を通して マジック T に達するもの,または アンテナ での反射波が受信機と同じ経路をたどって,マジック T に達する ものが問題となる.これらの影響を考慮して マジック T で最大の 減結合量がとれるための条件は,式(3.1)で表わされる.

 $e^{j\beta}\left\{\frac{S_{31}{}^{(c)}}{S_{21}{}^{(c)}}+(S_{11}{}^{(d)}+S_{12}{}^{(d)}S_{21}{}^{(d)}\rho)\ S_{32}{}^{(c)}e^{j2\alpha}\right\}$ 

=  $(S_{31}^{(d)} + S_{21}^{(d)}S_{32}^{(d)}\rho)e^{j(\alpha+\gamma+2m\pi)}$  (m=0,1,2) ……(3.1) ここに、 $S_{pq}^{(c)} \geq S_{pq}^{(d)}$  (p,q=1,2,3)は、それぞれ  $\eta-\dagger_{ab}-g$ と方向性電力分配回路の S 行列の要素である.  $\rho$ は、 $r_{2r}$ ナ の反 射係数、 $\alpha, \beta, \gamma$ は、図 3.1 に示すように、導波管の電気長であ る

また、受信波が マジック T の E- 分岐に結合する条件は、次式 で表わされる。

 $S_{12}^{(d)} S_{32}^{(c)} e^{j(\alpha+\beta)} = S_{32}^{(d)} e^{j\{\gamma+(2n+1)\pi\}}, (n=0,1,2)\cdots(3,2)$ 

S<sub>11</sub>=0を仮定すると,式 (3.1) と (3.2)の位相条件から, α を決定する次の式が得られる.

 $\sin (2\alpha + \eta + a) = \frac{b \cdot c}{a} \cos \Delta x \cos a \dots (3.3)$ 

$$\begin{split} \mathbb{C} \subset \mathbb{K} & \tan \lambda = \frac{b'}{a'} \cos \Delta x \\ & b \cdot c = |S_{12}{}^{(d)}S_{21}{}^{(d)}\rho| \cdot |S_{32}{}^{(c)}| & \dots \dots \dots (3, 4) \\ & a = |S_{31}{}^{(c)}|S_{21}{}^{(c)}| \\ & a' = |S_{31}{}^{(d)}| \\ & b' = |S_{21}{}^{(d)}S_{32}{}^{(d)}\rho| \\ & \Delta x = \theta_x + \theta'_2 - \theta'_1 - \frac{\pi}{2} \\ & \theta_x = \arg \cdot \rho \\ & \theta'_2 = \arg S_{21}{}^{(d)} + \arg S_{32}{}^{(d)} \\ & \theta'_1 = \arg S_{31}{}^{(d)} \\ & \eta = \arg S_{12}{}^{(d)} + \arg S_{32}{}^{(c)} - \arg S_{32}{}^{(d)} + \arg S_{31}{}^{(d)} \\ & -\arg S_{31}{}^{(c)} + \arg S_{21}{}^{(c)} \end{split}$$

 $\alpha$  が式 (3.3) を満足するとき,分岐1,分岐2への漏 I1 波の振幅 P, Q は,  $y_{-+1}$ の弱の端子対①への入力の振幅を1とすれば,それぞれ次式で表わされる.

$$P = a \cdot S_{21}^{(c)} \left\{ 1 + \left(\frac{b \cdot c}{a}\right)^2 - 2 \frac{b \cdot c}{a} \sin \left(2\alpha + \eta + \Delta x\right) \right\}^{1/2} \right\}$$

$$Q = a' \cdot S_{21}^{(c)} \left\{ 1 + \left(\frac{b'}{a'}\right)^2 - 2 \frac{b'}{a'} \sin \Delta x \right\}^{1/2}$$
(3.5)

式 (3.4) と (3.5) から,一般に漏 I1 波の振幅 P,Q は,4x, すなわち  $r_{277}$  の反射係数の位相にも依存するが,もし,a=a',  $b \cdot c = b'$ ならば, P,Q を 4x に無関係に等しくすることができ ることがわかる. すなわち  $2\alpha + \eta = 2n\pi$  (n: 整数)を満たすよ うに  $\alpha$ を選び,この  $\alpha$  から定まる  $\beta \geq \gamma$  の関係を満たすように  $\beta$ ,  $\gamma$  を選んでやれば,上記の場合,たとえ  $r_{277}$  での反射が大 きくても,  $r_{2597}$  T で大きな  $v_{17}$  断量を得ることができる.しか し,実際の場合,これらの条件を完全に満足する  $\eta - \eta_{21} - \eta_{21} \ll \eta_{21}$ 



図 3.2 マジックT で得られる減結合量の計算値 Fig. 3.2 Numerical calculation of the isolation at the magic tee.

方向性電力分配回路を構成することはむずかしい.

そこで、これらの条件から若干条件がずれた場合の特性の変化 を検討した、図 3.2(a),(b),(c),は $\frac{a'}{a}$ , $\frac{b}{a}$ , $\frac{b'}{a'}$ の値を変化さ せて、マジックT で得られる減衰量を サーキュレータ の端子対①に入 射する電力に対して、dB で示したものである、実際に得られる シャ 断量はこの値にさらに サーキュレータ の減結合量を加えたもの である、

図 3.2(a)は  $\frac{b}{a} = \frac{b'}{a'} \overline{c} \frac{a'}{a} = 1.1$ の場合について、アンテナ の反射 がいろいろな値をとった場合についての計算結果である. この場 合は、サーキュレータ や方向性電力分配回路の減結合量に比べ、アンテ ナ の反射が常非に小さくても、 $\frac{b}{a} = \frac{b'}{a'} = 0.1$ 、0.316), また逆に大 きくても、( $\frac{b'}{a'} = \frac{b}{a} = 3.16$ )、大きな シャ 断量が得られず、むしろ 同程度の大きさ( $\frac{b}{a} = \frac{b'}{a'} = 1$ または 0.9)のとき、アンテナの反射の 位相を変えることによって、大きな シャ 断量が得られることを示 している. 図 3.2(b) は、 $b \ge b'$ がほぼ等しく、 $a \ge a'$ がの5dB 程度の差のある場合を実線で示し、逆に  $a \ge a'$ が等しく、 $b \ge b'$ が 0.5dB 程度の差のある場合を図中の点線で示してある.

これらの場合でも、サーキュレータの減結合量に比べ、アンテナの反 射が大きくても、アンテナの反射の位相を適当に変えてやることに よって、大きなシャ断量が得られ、実線で示された場合は、むし ろ アンテナ の反射の大きいほうが大きなシャ断量が得られること を示している。

ここで実際に使用した場合を考慮してみる。 b と b' はその大き さは主として アンデナ の反射に依存しており、 b と b' の違いは、 方向性電力分配回路の端子対②から①と②から③への電力分配特 性と  $\eta_{++_{2}U-9}$ のそう入損失によって生ずる. 前章の方向性電力分配回路の実験結果と,通常の  $\eta_{++_{2}U-9}$ の特性を考慮するとき,  $b \ge b'$ の違いは 0.5 dB 以内になる.

次にαとα'は主として方向性電力分配回路と サーキュレータ の端 子対①から③への減結合量を表わすものであるから、その違いを 0.5から1dB以内にすることは可能である.

そこで $b \ge b'$ ,  $a \ge a'$ がこの程度の違いがあるときに, マジック T でどの程度の減結合量が得られるかを検討したものが, 図 3.2 (c)である、

以上の結果から アンテナ の反射が大きくても大きな シャ 断量の 得られる場合があるが、その場合より少しでも条件がずれた場合。 特性の変化が大きいことがわかる。

理想的な場合, すなわち  $S_{11}=0$ ,  $\rho=0$  のとき式 (3.1) は次式 のように簡単になる.

式 (3.5) は、分岐1と分岐2への漏 I1 波の振幅が、αに無 関係であることを示している。それゆえ、式 (3.5) と式 (3.2)の位相条件を満足するように、 $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$  を選べば、得られる 5+ 断量は  $\eta$ - $\eta$ と方向性電力分配回路の減結合量の大きさと、 その差のみによって決定される。

送・受信波の周波数が異なる場合には、式(3.1)と式(3.2) 中の  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  は、違う値になるから、 $|S_{12}^{(d)} \cdot S_{33}^{(c)}| = |S_{32}^{(d)}|$ で あり、式(3.1)を満たすものが存在するならば、適当な周波数 特性を有する移相器を使用することによって、式(3.1)と式(3.2) を同時に、満足することは可能である。

3.2 実験

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

66 (1114)

ここでは、前に述べた送受共用回路の実験結果について述べる. 実験に使用した方向性電力分配回路は、図2.7 に示されている特 性のものである.そして、その減結合量①→③の特性に対応する 端子対間の減結合量が同じような特性を有する サーキュレータ を構 成した、その特性を図3.3 に示す.また アンテナ の反射を VSWR =1.02 と仮定し、アンテナ の代わりに、VSWR=1.02 の負荷を付 けた.ここで、方向性電力分配回路と サーキュレータ の*S* 行列の各 要素を測定によって求めれば、式(3.3),(3.4) から、サーキュレー タ と方向性電力分配回路とを接続する導波管の長さが、決定され、 さらに、式(3.2) から分岐1、分岐2の接続導波管の長さも決定 できるが、ここでは次のような手順で回路系を構成した.

最初に、サーキュレータ、方向性電力分配回路、アンテナの代わりの 負荷を図3.1のように接続し、端子対③と③'への漏 エイ電力が 等しくなるように、端子対③、④'間の接続導波管の長さを変える。 次に、マジックTを接続しマジックTのE分岐の出力が最小になる ように分岐1と分岐2の電気長を選ぶ、このようにして構成した 場合、送信機とマジックTのE・分岐間には大きなシャ断量が得ら れるが、このとき、必ずしも受信波に対して式(3.2)が満足さ れているとは限らない、そこで、もし受信波に対して損失が、大 きい場合は、アンテナの反射の位相を変え、ふたたび上述の手順で 調整を行たい、良い特性を得るまでこのような操作を繰り返す。

この送受共用回路を使用する場合,二つの場合が考えられる. 一つは送・受信波とも同じ周波数の場合であり、もう一つは送信 波と受信波の周波数が異なる場合である.それぞれについての実







図 3.4 送受共用回路 Fig.3.4 Duplexer used for the experiment.

験結果を以下に示す.

- (1) 送・受信波数が同じ場合(6.3 Gc)
   送・受信機間のシャ断量
   60 dB
   送信機から アンテナ までのそう入損失
   0.35 dB
   アンテナ から受信機までのそう入損失
   0.3 dB
- (2) 送受信周波数が異なる場合(送信周波数 6.3 Gc 受信周波数 6.4 Gc)

送,受信機間の減結合量(6.3 Gc)75 dB
 送信機からアンテナまでのそう入損失(6.3 Gc)0.35 dB
 アンテナから受信機までのそう入損失(6.4 Gc)0.4 dB
 実験に使用した送受共用回路を図3.4 に示す、この回路の大きさは、約350×300×100 mm<sup>3</sup>である。

## 4. む す び

非対称構造を有する接合部に磁化された フェライト を装荷するこ とによって、方向性電力分配回路が実現することが確められた、 この方向性電力分配回路を用いた新しい送受共用回路を提案し、 また実際に構成した.この回路の最大の利点は、連続波にも使用 できることである、今後の問題として、周波数特性の改善、ストリ ップ線路を用いた小形化の問題などが考えられる.方向性電力分 配回路として、ここでは3端子対のもののみについて報告したが、 4端子対以上の回路についても構成が可能と考えられる。また、 式 (2.5) に示された以外の電力の分配特性を持つ回路も構成可 能である。

(昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

(1) 中原, 紅林: 導波管 サーキュレータ の動作機構「三菱電機」
 37, 884 (昭 38)

中原,紅林:導波管形3端子対 サーキュレータ の特性改善通 信学会全国大会予稿, P 429 (昭 38)

(2) 中原,紅林:方向性電力分配回路とその応用 通信学会全国大会予稿,P235(昭39)

# 高速回転体

藉原 智\* · 渡辺光人\*\* · 梶田 勲\*\*

# High Speed Rotors for Neutron Experiments

Central Research Laboratory

# Satoshi HAGIHARA · Mitsuhito WATANABE · Isao KAJITA

High speed rotors are represented by turbine disks, generator rotors and centrifuge rotors, all having their peripheral speeds close to the sound speed or sometimes above it.

Herein are described various kinds of rotors built for the purpose of making mechanical separation and selection of neutron beam emitted from the reacter by making use of its nature of being particles with velocity. The apparatus used for the neutron experiments are called neutron velocity selectors, choppers and spectrometers, and their rotors are subject to high peripheral speeds and also provided with large slits. Problems concerning their bursting strength of rotation and the life affected by the repeating operation of rotating and stopping are discussed.

## 1. まえがき

蒸気 タービンディスク や発電機の ロータ など大形の回転体など、ま た超遠心機や ガスタービン の ディスク のように、比較的小さい直径 でも高い回転数で運転するものを高速回転体と呼んでいる.この 種の回転体はその周速度が音速に近いか、それ以上の場合もあり、 設計の際の信頼性の基準として、遠心力による破壊についての強 さの検討がまず行なわれる.この種の破壊については、断面の平 均応力によって十分信頼できる破壊回転数が予想できるが、実際 の使用状態の応力分布では、局部的に降伏点を越える応力部が多 数存在するため、繰り返して運転使用する場合には、その寿命を 考慮した設計を行なう必要がある.

ここに述べる高速回転体の実例は、いずれも原子炉から放出さ れる中性子線を機械的に分離・選択する目的のために作った各種 の ロータ で、中性子物理実験に使用するものである。原子炉から 放出される中性子線は、数百メートル 秒の遅い速度をもつ熱中性子 や、数千 m/min の速さの熱中性子、さらには数十 km/min の高 速中性子までも含まれている。このような速度をもつ中性子を、 回転する スリット をもった ロータ で切断することによって、前述 の分離・選択を行なわせるため、きわめて高速な回転を必要とす る場合が多い、その形状も目的によっていろいろなものが考えら れている。この論文では、上記目的の ロータ について、その形状、 材料、機械的強度、とくに寿命を考慮した強度などを中心に述べ る.

## 2. ロータ設計上の問題点

## 2.1 物理的条件

原子炉から放出される中性子線は、種々の波長を含んだ連続の スペクトルをもっており、普通の熱中性子炉では、波長1Åの近傍 に中性子強度の最も高い点がある。これより波長の長いものも、 短いものも、いずれも強度は低下しマクスウエル分布をなしている。 中性子線は、波動性をもつと同時に粒子であるため一定速度で空 中を飛行する。その飛行速度が中性子線のもつ エネルギ によって 異なっている。これらの関係は式(2.1)で示される。

 $E{=}5.228{\times}10^{-9}{\times}V^2$ 

 $\lambda = 3,954 \times V^{-1}$ ......(2.1)

- E: 中性子線の エネルギ(eV)
- V: 中性子線の飛行速度(m/sec)
- λ: 中性子線の波長(Å)

これからわかるように、1Åの波長の中性子は、約4000 m/sec の速度で飛んでいることになる、原子炉から放出される熱中性子 の中で エネルギ の高い領域のものとして keV オーダ のものもある、 また物性研究に用いられる冷たい中性子領域の中性子は、その エ ネルギ が物質の熱振動の エネルギ に等しい程度のもので、波長は3 ~10Åという長波長のものである、10Å近くになると、速度は400 m/sec 程度となってくる、このように波動性と、粒子性をもつ飛行 性の二つを利用して、連続 スペクトル をしている中性子 ビームから 必要な単色中性子を取り出して、種々の中性子実験が行なわれる。

中性子は、波動性があるため、干渉散乱による回折現象も生ず る.回折格子として、単結晶を用いて Bragg の反射条件を満た すと、ある方向に一定波長の中性子を取り出すことができる.図 2.1 (a) に示すように、Bragg 角  $\theta$  と、単結晶の格子間隔 d と の間に

 $2 d \sin \theta = n\lambda$  .....(2,2)



図 2.1 中 佳 子 実 験 装 置 Fig. 2.1 Equipment device of Neutron physics.

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

の条件が満たされる.この式でもわかるように,波長∧の整数倍 の波長が同時に混入している.これが,単結晶を用いた単色中性 子の一つの欠点であるが,装置は静止機械で比較的容易なために, 中性子回折実験などに多く用いられている.

一方、中性子の飛行速度の差を利用する方法として、機械的に 高速回転する  $\Box-g$  で、中性子をパネル状に分割し10~1,000m を 飛行させ、到着までの時間差でスペクトル分割を行なわせる方法も 考え出された. これは  $f_{3:y}$ パ であり、図2.1の(b)に示してあ る、また単色中性子の ビーム を取り出すために、図2.1の(c)に 示すような、ヘリカル な ブレイド をもった  $\Box-g$  を回転させ、目的 の波長より長いものも短いものも カット する一種の フィルタ が考 えられた. これを速度選択機と呼んでいる. また(b),(c)の組合 わされたものとして、(d)に示すものは単色中性子の パルス を取 り出すことができる. すなわち2枚の  $\Box-g$  の回転を同期し、こ の  $\Box-g$  の間に一定の位相角を与えておくと、単色中性子の パルス が取り出せる. (a) と (c) を組み合わせることによって、高調波 を取り除くことも可能であり、(b) と (c)の組み合わせや、(b) と (d)の組み合わせなど、実験の目的や精度によって種々な方式が 考えられている.

以上の中性子実験で要求される点は、単色中性子 ピーム を能率 よく取り出し、またその単色の分解能が高いことが、いずれの場 合にも必要である.したがって ロータ としてはできるだけ大きな スリットを持ち、また高速回転することが常に必要な条件として出 てくる.

## 2.2 材料の選定

D-9の材料として必要な性質は、中性子、  $\gamma$ 線に対する 5+4イ 効果が大きいもので、また高速回転に耐えるために機械的性質 がすぐれていなければならない.中性子に対しては散乱と吸収の 断面積の大きい材料がよいが、その値は熱中性子に対して表 2.1 に示すようなものである.軽い元素では H や B がすぐれ て お り、重金属の中では Cd,Hf,Ni,Cu,Fe といったところである.<sup>(1)</sup> また、希土類の中には異常に大きな吸収断面積を示すものもある.  $\gamma$ 線に対しては 5+47 効果は大体質量に比例すると考えられる から、同一寸法なら比重の大きい材料ほどすぐれている.機械的 性質としては回転体を構成し、高速回転による遠心力に耐えるた めに抗張力がすぐれ、また比重の小さい材料が理想である.以上

## 表 2.1 各種元素の熱中性子に対する吸収断面積 (Neutron Cross Sections, AECU 2040)

元 素	吸 収 断 面 積 cm <sup>2</sup> /g
Fe	0.026
Cu	0.034
Ni	0.046
н	0.198
Ag	0.34
Hf	0.39
Cd	12.8
В	42

#### 表 2.2 各種材料の熱中性子に対する吸収断面積

材 料	吸収断面積 cm <sup>2</sup> /g	比重	単位体積当りの吸収 cm <sup>2</sup> /g 比重量
Kモネル (Ni, Cu, Al)	0.044	8.5	0.375
インコネル(Ni, Cr, Al)	0.0394	8.5	0.340
Ti 合金 (6Al-4V)	0.065	4.5	0.29
合金鋼 (Fe. Ni Cr, Mo)	0.0265	7.8	0.21

の矛盾した点を適当に組み合わせて,合理的な設計を行なう必要 がある.

中性子の シャヘイ 効果の点では、H を含む材料として プラスチック を用いることもある. プラスチック 材料は多くは C、H の化合物で あり多量のHを含んでおり、また比重も 1.2~1.5 程度であるため 高速回転に適している. とくに強度のある材料として ガラス 繊維 を用いて補強したものが実用されている. しかし、プラスチックは比 重が小さいため  $\gamma$ 線に対しては十分な シャヘイ 効果がないので、 Bi や Be の フィルタ を用いた中性子 ビーム を使用するときや、比 重の大きい金属  $\Box-g$  と組み合わせて用いるのが普通である.

金属 n-s としては、材料強度を熱処理によって増したものが 使用される. Ni, Cr, Mo などを含む合金鋼、  $j_{2,5}$ ルミン 系の合金, Ni, Cu を主体とする  $\epsilon \lambda \mu$  合金, Ti 合金などである. 原子炉 の制御棒材料として、とくに吸収断面積の大きい材料を主体とし た合金の研究が行なわれ、 Cd・Ag 合金, Hf 合金, B を含む ポロン 鋼などが開発されているが、 高速回転体として 使用するに は材料がそれほど一般化しておらず危険に思われる. **表**2.2 に 示すように回転体として使用実績のある材料から、比重も大きく 単位体積あたりの中性子吸収断面積の大きい材料を選ぶと、K  $\epsilon$  $\lambda \mu$  が最もすぐれていることがわかる.

#### 2.3 遠心力による破壊

ロータを高速回転すると遠心力により内部に応力が生ずる.この 応力分布は軸対称回転体の場合はかなり正確に計算できる.さら に回転数を上げると、材料の降伏点を越え局部から塑性変形を生 じてくる.さらに回転を上げると回転体全部が塑性変形を生じや がて破壊する.このような1回の回転と上昇により破壊する回転 数は、回転体の材料の引張強さと最弱断面の平均応力が一致した ときに生ずることが知られている.これが平均応力説である.伸 びのある材料では、断面全体が降伏すると塑性変形が急激に増大 して、遠心力による応力が加速度的に増大するため平均応力説よ りやや低い回転数で破壊することも明らかになっている.

また伸びの非常に少ない材料で セン 移温度の高い材料は、ゼイ 性破壊と称する破壊を生ずる.これは局部的に高い応力部分から 破壊し、そのときの平均応力が材料の引張強さの30%程度のとき もあり、非常に危険である.しかし十分に延性のある材料であれ ば、回転破壊が平均応力説に従うことが確信できる.

高速回転をする ロータ を作るには、以上のような点から平均応 力を下げることが重要な方法である. ロータの周速と平均応力の 関係を同一材料でできている場合について計算すると、

(1)	断面積が一様	な棒状の ロータ
	$\sigma$ mean=0.5 $\frac{2}{3}$	$\frac{\gamma}{r}R^2 \omega^2 = 0.5 \frac{\gamma}{\sigma} \upsilon^2  \dots $
(2)	等厚円板の	)  -タ
	$\sigma$ mean = 0.33	$33\frac{\gamma}{\sigma}R^2 \omega^2 = 0.333\frac{\gamma}{\sigma}v^2 \cdots (2.4)$
(3)	円 スイ 形の	
	$\sigma$ mean = 0.16	$66\frac{\gamma}{\sigma}R^2 \omega^2 = 0.166\frac{\gamma}{\sigma}v^2 \cdots (2.5)$
	$\sigma$ mean :	平均応力(kg/cm <sup>2</sup> )
	γ :	単位体積重量(kg/cm³)
	<i>g</i> :	重力加速度 (cm/sec <sup>2</sup> )
	R :	半径,棒のときは長さの半分 (cm)
	ω :	回転角速度 (rod/sec)
	v :	周速度 (cm/sec)
(A)		

(4) コマ 形 ロータ

この ロータ は(2)と(3)の組み合わせと考えればよい. したが

高速回転体・蘒原・渡辺・梶田



図 2.2 各種 ロータ の応力状態 Fig. 2.2 Average stress of rotors.



って平均応力は、ロータ中心の厚さ hc と、外周の厚さ ha との比 で変化する. その状態は 図2.3 に示すように中心部の 厚さを外 周の3~4 倍に取れば、それ以上はあまり平均応力の低下に対し て効果のないことがわかる.

以上四つの例から、高速 n-g としては  $\neg 7$  形が有効なことは、 はっきりしている。回転体の破壊が平均応力説にしたがうとして、 さきに述べた等厚円板 n-g について、破壊時の周速を計算して みる。材料の引張強さ  $\sigma_B=10^{1}$ kg/cm<sup>2</sup>,降伏点  $\sigma_y=7\times10^{3}$  kg/cm<sup>2</sup> 比重 8.5 の  $\pi \lambda \mu n-g$  の場合の破壊時の周速を求めると、式(2.4) から、

 $v^2 = \frac{\sigma_B g}{0.323 \, \text{s}} = 34.6 \times 10^8 \quad \dots \qquad (2, 6)$ 

580m sec となる、もちろんこれは単なる円板として回わる場合で、ロータ中心に多くの スリットが切られると、断面積が著しく 減少し平均応力が上昇するので、周速はかなり低下して音速以下 になってくる。この スリット の入れ方も、平均応力の低下を生じ ない方向に入れるのが望ましいが、実際には実験上の要求でその 方向や、入れ方が定められてくるので設計上の自由度はあまりない.

#### 2.4 繰返し回転停止による疲労強度

2.3 節に述べたことは、ロータの1回の回転上昇による破壊を 論じている場合であり、機械として繰返し運転を行なう場合には、 この考えによる設計では危険である、とくに スリット やうレイドを もつこの種の ロータ は、応力集中部についても集中係数を緩和さ せる方法を自由に採用することが、実験上の要求でしばしば制限 されて思うようにならない、したがって平均応力は低く設計して も、局部的には非常に高い応力の部分が存在するため、繰り返し の回転と停止に対しては、疲労を考慮した設計を行なう必要があ る.

局部応力が降伏点以下の場合には、遠心力による最大応力部の 応力を基本にして、耐久限度線図から次の式で安全度を求めれば 10<sup>6</sup>以上の寿命をもつことが確かめられる.<sup>(2)</sup>  $1_n = \frac{\sigma \max}{2\sigma_y} + \frac{\sigma \max}{2\sigma_w}$ .....(2.7) n: 疲労限に対する余裕度  $\sigma \max$ : 局部応力の最大値  $\sigma_y$ : 材料の降伏点  $\sigma_w$ : 材料の疲労限

□-タの局部応力が降伏点をはるかに越える場合でも、1~2回の繰返し回転停止では破壊しない、この場合は10<sup>2</sup>~10<sup>4</sup>という少ない繰返し数の寿命になるのが普通である、このように局部的に塑性変形を生ずる場合の寿命の決定は、最近筆者らによって行なった少繰返し数の疲労による寿命の研究結果より行なえばよい、<sup>(3)</sup>局部の塑性変形の大きさが、弾塑性計算や実験によって求められれば、少繰返し数の疲労強度の式を用いて次のように計算できる。

- $N=C^2/\varDelta \epsilon^2_p$
- $C = 1/2 \ln 100/(100 R_a)$  .....(2.8)
  - N: 破壊までの繰返し数
  - dep: 回転停止による局部的な塑性 ヒズミ の幅
  - Ro: 材料の断面収縮率 %

4	=3	$\frac{C}{N^{0.5}} + \frac{2\sigma_w}{E}$
$\sigma_{10}$	-	材料の疲労限
10		部件計算のまみたみ トラニ 振航

ε: 弾性計算で求めた全 ヒズミ 振幅

#### 3. 中性子速度選択機のロータ

#### 3.1 装置の目的

この装置は、中性子 ビーム を単結晶 モノクロメータ によって単色 中性子に分離する際に含まれる高調波を除くのが目的である。<sup>(4)</sup> したがって中性子の通過率ができるだけよいほうが望ましく、分 解能は λ/2 の波長を完全に除ければよいので、それほど高い必要 はない。

ロータ は図 3.1 に示すように直径 19 cm 長さ 44 cm の単一材に 80 枚の ヘリカル な ブレイド を切ってある. この ロータ を両端の ベア リンク で水平にささえ、回転軸 を中性子 ビーム と一致させると、 ヘリカル な角度と回転数によってそれに適合した一定速度の中性子 ビーム だけが ブレイド の間を通過し、それより速い速度や遅い速度 のものは ブレイド に当って、散乱吸収される.

ロータ は図 3.2 に示すような真空 タンク に入れられて、10<sup>-2</sup>mm Hg 程度の真空中で二つの ポールペアリングにささえられて回転する. 回転数は 1,500 rpm から 15,000 rpm で実験に使用する 波長によ って回転数を変える、15,000 rpm で 1.57Å、1,500 rpm で 15.7Å の波長が取り出せる。その通過率は75%であり分解能は約25%で ある。ロータ 材料は単一鍛造材の KR モネル を用いた、モネルの機 械的性質を表 3.1 に示す.

### 3.2 ロータの工作

ロータの断面は図3.1に示すように単一鍛造材から削り出して あり、厚さ1.5mm、高さ45mmの ブレイドが80枚ついている. ヴ レイドは、強度上、平等厚さのものとした. したがって スロット部は 平行な幅でない. また ロータの全長にわたってゆるやかに ネジレ

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

70 (1118)


図 3.1 単一材から削り出した速度選択機 ロータ Fig. 3.1 Velocity selector rotor, blades are cut out from one piece of KR model.



表 3.1 Kモネルの性質

1	比			重	(kg/cm <sup>3</sup> )	8.46×10-3
١.	+	×	7	率	$(kg/mm^2)$	18,200
	91	張	皷	t	(kg/mm <sup>2</sup> )	108
1	降	1	大	点		
			0.1	2 %	(kg/mm <sup>2</sup> )	70
			0.0	2%	(kg/mm <sup>2</sup> )	53
	伸			TX.	(%)	20
	廝	mi i	权相	華	(%)	30~50
÷						

ている. その ネラレ 角は 0.275 rad である. ウレイド 削り出し後に 特殊な電極を用いて ブレイド の全面に 0.05mm の カドミウム の電気 メッキ をほどこした. 両軸端も単一鍛造材から削り出してある. また ロータ 全体の強度についても十分信頼できるものである.

#### 3.3 ロータの強度

遠心力による高い応力は ブレイド の根本と ロータ 中心部に生ず るので、この二つについて検討した. ブレイド 根本の平均応力に ブ レイド の寸法精度と カドミウムメッキ 層を見込んで15%を加えると、 18,000 rpm のときに σmean=11.6 kg/mm<sup>2</sup> となる. さらに、ブレ イド 底の応力集中係数は、スミ の切欠半径を 0.15 mm と見込んで 危険側に見積っても 2.3 程度である. この局部応力は 26.7 kg/mm<sup>2</sup> となる. これを式 (2.7) に入れて n を求める、

と疲労破壊に対して1.42の余裕度があることになる.

ラレイドの曲げによる最大応力は. □-タの急激な運転による加 速減速によるものであるが、その値は非常に少なく 1kg/mm<sup>2</sup> 以 下になるのでこの疲労は問題にならない。

□-タ 中心の円板部分の応力は、中心部で 18,000 rpm のとき 7.2kg/mm<sup>2</sup> であり、パランス 修正用の穴の周縁の応力集中係数とし

高速回転体・蘒原・渡辺・梶田

て最大3を見込んでも 22kg/mm<sup>2</sup> で, さきの ブレイド の根本の応 力より少ない.

円板部の平均応力は 18,000 rpm で 6.7kg/mm<sup>2</sup> であり, 平均応 力による破壊はむしろ プレイド の根本の永久変形が先に生ずるこ とになり, その回転数は 40,000 rpm 以上と推定される.

### 4. 中性子チョッパのロータ

## 4.1 装置の目的

この装置は高速回転する ロータ の スリット で, 原子炉から放出 される中性子 ビーム を チョップ し, 中性子の エネルギ による飛行速 度の違いを利用して エネルギ の選別を行なうものであり, 原子炉 の スペクトル 測定, 中性子吸収断面積の測定など種々の実験に用い るものである<sup>(5)</sup>.

回転装置は図4.1に示すように, ロータを3.7kwの直流電動機の軸端から垂直につり下げ, 10<sup>-2</sup>mm Hg 程度の真空容器の中で回転させ, ロータ下部の減衰機構で振れ回わりを押えてある. ロータは セルフバランス して回転し,使用回転数範囲では共振点はなく,回転速度は 1,000~16,000 rpm の範囲で制御できる.

ロータ は直径、スリット 幅、ピッチ、 材質などが異なった各種のも のがあり、実験目的に適する ロータを選べる、ここでは、 表 4.1 に要目を示した、ロータ1 および ロータ2 と呼ばれる KR モネル 合金 製 ロータ について述べる、

## 4.2 ロータの工作

ロータ1は外径 300mm, スリット 幅 0.5 mm なので, ロータ を上下 に2分割し, 図4.2 に示すように スリット 隔壁を互いにはめこん で, スリット を形成する組立式を採用した.上下各部は KR モネル 鍛造材から削り出し,ミブ 底は応力集中を緩和するために丸みを



図 4.1 中性子チョッパ Fig. 4.1 Neutron chopper.

衣 4.1 U - メ 安 1	表	4.	1		-	2	要	H
-----------------	---	----	---	--	---	---	---	---

4	エータ番号	口 - タ 1	u - 3 2
材	粒	KR モネル	KR モネル
ШC	径 (mm)	300	250
慣性モ	- × > } (kg • cm • S <sup>2</sup> )	8,2	4,6
	栖 (mm)	0,5	2
	ビッチ (mm)	5	6
~ 9 9 F	高さ (mm)	35	40
	数	10	8
最高回	転数 (rpm)	13,000	16,000



図 4.2 組 立 式 ローヌ Fig. 4.2 Built-in type rotor.



図 4.3 放電加工により スリット 加工した一体形 ロータ Fig. 4.3 KR monel rotor made by forging, slits are cut out by electhrodischarge machine.

もたせた、

ロータ2は、KR モネル単一鍛造材から削り出した一体構造で、 幅2mm,高さ40mmの8本のスリットをロータの両側から放電 加工で半分ずつ貫通させて、中央で一致させる方式をとった、8 本のスリットを同時に加工できるように、加工用電極8本はピッチ を正確に合わせ、かつおのおのの電極の平行度が十分でるように、 根本でしっかり クランプ したものを用いた、ロータ2の写真を図4. 3 に示す、

#### 4.3 ロータの設計

(1) 弾性応力分布

□-91はカサ形円板を2枚合わせたもので、スリット、ポルト孔を 無視した場合の応力分布を求めると、引張応力のほかに回転軸に 直角な対称面を持たぬことから曲げ応力が生じ、それに伴って円 板に タワミ が生ずる. これらの計算結果を図4.4に示す. □-9 2は コマ 形円板であり、スリットを無視すると応力分布は図4.5 に示すようになる. これらは、それぞれの □-9 の最高回転数に おける値である.

(2) 平均応力

いずれの ロータ も最弱断面は、スリットを含む断面となり、平均 応力を計算すると、次のようになる、

ロータ1に対して omean=12.4kg/mm<sup>2</sup>

ロータ2に対して σmean=14.3kg/mm<sup>2</sup>

また スリット を無視すると、平均応力はそれぞれ 9.9 kg/mm<sup>2</sup>、 10.5kg/mm<sup>2</sup> となるので、図4.3、4.4の各応力値には 12.4/9.9 =1.25、14.3/10.5=1.36 を乗じて考える、

(3) 応力集中

ロータ1では、ボルト 孔と スリットミジ の底で応力集中が起こる. ボルト 孔に平行円板の データ が適用できるとすれば応力集中係数 は 2.55 となり、図4.4 の応力に(2)で述べた補正を行なって最



図 4.4 カサ形円板の応力, タワミ曲線 Fig. 4.4 Stress distribution and deformation of the umbrella type rotating disk.



図 4.5 コマ形円板の引張応力曲線 Fig. 4.5 Tensile stress distribution of non-uniform thickness rotating disk.

大応力を求めると、37.3kg/mm<sup>2</sup>となる.次に、スリットミブは切欠 き列を構成しており、Neuber の浅いダ円 ノッチ の 式を適用する と、応力集中係数は 3.38 となり、最大応力は 72.0kg/mm<sup>2</sup> となる. また、最外端の スリットミブ に対しては、多重切欠きによる応力集 中緩和の効果がないと考えると、応力集中係数は 6.30 となり、最 大応力を弾性と考えると 128kg/mm<sup>2</sup> となる.

ロータ2の スリット を ダ円形切欠きで置き換えると, 応力集中係 数は10となり,最大応力は弾性として求めると 169 kg/mm<sup>2</sup> とな る. ただし最外端の スリット を除くと,多重切欠きの効果により 応力集中は緩和される.

(4) 繰返し回転停止による寿命の推定

D-9の平均応力は D-91が 12.4 kg/mm<sup>2</sup>, D-92が 14.3 kg/mm<sup>2</sup> であり、断面全体が降伏することはないが、応力集中部で はそれぞれ最大応力を弾性として計算すると、前述のように 128 kg/mm<sup>2</sup>, 169 kg/mm<sup>2</sup> に達する。したがって、これらの点では局 部的に塑性域に入り、回転停止を繰り返すことにより破壊するこ とが予想される。

72 (1120)

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



Fig. 4.6 Estimated life cycles of KR monel rotor.

KR モネル 合金の断面収縮率を30%にとれば、式(2.8)から C= 0.18 となる. したがって、全 ヒズミ 振幅は式 (2.9) から

 $\Delta \varepsilon = \frac{C}{N^{0.5}} + \frac{2\sigma_y}{E} = \frac{0.18}{N^{0.5}} + 0.0058 \dots (4.1)$ となる. これから,  $\Delta \varepsilon \ge N$  の関係を図 4.6に示す. また, ロ-タ の最大応力は上述のように, 128 kg/mm<sup>2</sup>, 169 kg/mm<sup>2</sup> であり, 全 ヒズミ 振幅は 0.71%および 0.93%となる. これらの値を図 4.6 に適用して ロータ の寿命を求めると, ロータ1は (2~3)×10<sup>4</sup> 回, ロータ2は (2~3)×10<sup>3</sup> 回の寿命となる.

#### 5. 中性子分光機のロータ

#### 5.1 装置の目的

この装置は、原子炉から放出される中性子 ビーム の中で、比較 的長波長の熱中性子 2~10 Å のいわゆる冷たい中性子を用いて物 質の非弾性散乱の実験を行なう.速い中性子や 1 Å 以下 の熱中 性子は、Be Bi などの フィルタ を用いて取り除き、残りのビームの 中から3 個の ロータ を回転させて、単色中性子の パルス を取り出 している.装置全体は 05.1 に示すように独立した3 個の ロータ が各独立した真空容器の中で回転し、第1と第3の ロータ 中心間 隔は3 m で、第1と第2の ロータ 中心間隔は 0.95 m である.

ロータ は図 5.2 に示すように、水平軸の回わりに回転する外径 50 cm の円板で,外周の近くに 3 cm 角の スリットを2 個もっている. ロータ の材料は A 3 P4S-T 4 の ジュラルミン であり、中性子の吸収 のために厚さ 1 mm の カドミウム 板を サンドイッチ してある. ロータ は中心の回転軸に焼き パメ してあり、最高 12,000 rpm で真空容 器の中で回転する. 駆動はおのおの独立の直流電動機により電気 的に位相制御され同期回転する.



図 5.1 3個の D-9 による中性子分光機 Fig. 5.1 Neutron spectrometer of tripple rotor.



図 5.2 中性子分光機のロータ Fig. 5.2 Neutron spectrometer rotor with two sqare slits.



図 5.3 ロータの半面(帯状は カドミ 合金) Fig. 5.3 A half of rotor made of two plates and with Cd plate inlaid.

### 5.2 ロータの工作

ロータ は厚さ 50 mm の ジュラルミン 円板 2 枚を重ねて リベット止め し、合わせ面に図 5.3 のように ミジ を設け、厚さ 1 mmの カドミ 板を帯状に サンドイッチ する方式を用いた. 素材は板厚 60 mm の 圧延材で熱処理を施してある. これを ロータ の片面をなす カサ形 に削りだし、1 面には ミジ を設け、カドミウム 合金板をはめ、2 枚 の ロータ を合わせ リベット 止めした後、中心孔と外周を加工し、 シャフト を焼き バメ する. バランス は 2 面修正を行なった.

5.3 ロータの強度

使用した材料の強度は, 表 5.1 に示して ある. ボス 部は厚さ 100 mm, 外周の リム 部は厚さ 20 mm の円板で, その間を円 スイ 形に変化させてある.

平均応力は 12,000 rpm で 7 kg/mm<sup>2</sup> となり、 スリット を含む断 面では、 7.5 kg/mm<sup>2</sup> となる.

ロータの応力分布は、円 スイ 形部を指数関数で近似させ、リム部、 ポス部と、連続する条件を入れて求めた. その結果は図 5.4 に示 してあるが、ほぼ等応力の円板にすることができた. 最大応力部 はポスの内面で10.5kg/mm<sup>2</sup> となっている. 円 スイ 部のほとん どが円周方向、半径方向ともに約 7.5 kg/mm<sup>2</sup> の等応力になって

表 5.1 ジュラルミン (A3P4S-T4) の性質

比	承	盘		(kg/cm <sup>3</sup> )	2,77
t	ング	率		(kg/mm <sup>2</sup> )	7,450
5I	張 強	Ż		(kg/mm <sup>2</sup> )	45
降	伏	点	(0.2%)	(kg/mm <sup>2</sup> )	28
疲	労	限		(kg/mm <sup>2</sup> )	12
伸		ъ		(%)	12



いる.

応力集中部について考えるなら、リム部のリペット孔、スリット孔 の周縁応力が問題になる. 平均応力はリム部ののめが約 6kg/mm<sup>2</sup> である. 応力集中係数を半無限板の縁の円孔とみなして求めると、 リペット 孔で約 3.2、スリット を半径 21 mm の丸孔と等価 にみなし て最も危険側に見積って 4.15 となる. したがって最大応力 25kg/ mm<sup>2</sup> が局部の最大応力になる. これを ジュラルミン の少繰返し数疲 労強度に適用して寿命を推定すると 図 5.5 に示すように 6×10<sup>4</sup> 回の繰り返しに耐えることになる. シャフト とのはめ合いでは,0.18 %の焼き パメシロ としたので最高回転のときにもまだ 0.04%の焼 き パメシロ が残っている.

## 6. む す び

以上述べた中性子実験用の ロータ は、高速回転体として寿命を 考慮した極限設計を行なったもので、いずれの ロータ もすでに 1,000時間以上の運転を行ない,起動停止の回数も多いものは100 回に近い。またそれぞれの研究目的に使用されて多くの成果を得 ている。これらの実験装置は、日本原子力研究所、京都大学原子 炉実験所から受注し開発製作したもので、その間客先各位から多 くの指導をいただいたことを深く感謝申し上げる。

(昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

- (1) Reactor Hand book. (1955)
- (2) R. E. Peterson: Stress Concentration Design Factors. (1953)
- (3) 蘓原:「三菱電機技報」39, 386 (昭40)
- (4) 蘒原, 大野, 大田: 「三菱電機」36, 102 (昭37)
- (5) 前田, 蘓原, 川面, 大野:「三菱電機技報」36, 1133(昭 37)

電 解 加 工

前田祐雄\*·斎藤長男\*·荒井伸治\*\*

## Electrolytic Die Sinking

Central Research Laboratory

Sachio MAEDA · Nagao SAITO · Shinji ARAI

In the electrolytic die sinking of steel it is a common practice to use salt water for electrolyte. This, however, tends to produce streaks and terraces at the bottom face of hole processed, resulting in roughness and large clearances. If high pressure gas is mixed in to the electrolyte, this defect is done away with the finishing is greatly improved. This article describes the consideration on the phenomena from the viewpoint of flowing state of the electrolyte and its apparent specific resistance. For instance, in the case of mere electrolyte negative pressure is produced between electrodes, bringing about streaks and terrases. The negative pressure zone can be avoided by enlarging the crater diameter, reducing the flow of electrolyte, decreasing the current deusity and widening the electrode distance. But poor finish, increase of depressions and other defects are unavoidable. Then the mixture of gas is found to settle these troubles with little regard to the flow amount, current deusity and the size of crater. Thus this may be attributed to the fact that no negative pressure produced and apperent specific resistance becemes large.

## 1. まえがき

電解加工は セン(穿) 孔,型握りなどの型製作および製品の成 形加工に使われるものと、平面とくに パイト を研削する用途に使 われるものとに大きく分けられる.一般に前者を電解加工機,ま たは電解 セン 孔機,後者を電解研削盤と称している.以下に述べ る電解加工機は前者の セン 孔,型掘りなどに用いられるものであ る.

電解加工法は被加工体を陽極,工具を陰極として被加工体と工 具とを狭い間 ゲキ で対向させておき,工具または被加工体の内部 から電解液を噴出させ,両種間を相当早い流速で通過させながら 高い電流密度で電解を行なうことによって,被加工物側を電極に 応じた形状に溶出させて加工を行なうものである.電解加工は原 理上から電極の消耗がなく,また比較的よい仕上面で数十g/min ~100g/min の加工速度が得られやすい利点があり,加工部分の 材質の部分的変質を生ずることなく,加工速度を高くしても精度 が劣化するということがない.そのため新らしく始められた加工 法であるにもかかわらず急速に実用化が進められ,金属加工の分 野に活用されつつある.

当社では電解液中に高圧気体を混入する新しい電解加工方式を 発明し昭和37年10月大阪で行なわれた工作機国際見本市に発表 以来,数次の見本市に出品し,国内向け20合余りを製作,外国 にも,昭和38年11月 フ 連邦 モスクワ 市に開かれた日本工作機 械展示会に出品展示以来,本年までに総計4台を輸出し,さらに 本年7月から モスクワ 市に開かれる第2回日本産業見本市には, DIAX 201 放電加工機とともに再度の出品展示を行ない,好評を 博している.

高圧気体を電解液中に混入する電解加工法の特長については、 すでにある程度発表<sup>(1)</sup>してあるが、この論文には、主として円板 電極によって加工された加工孔に関して、電解液だけを使用した 場合と高圧気体を混入した場合との比較を行ないながら、底面の 平 タン度、クリアランス、テーパ、条 コン や段丘の発生域、加工面 アラ サ などを中心として、加工現象から考察を加える。 2. 加工底面の観察

電解加工においては、加工面に放射状の条 コンや段丘を発生す る場合が多く、あとに述べるように、とくに電解液を多量に流す 場合および電流密度の高い場合に生じやすい. 被加工体の加工面 積が大きくなり、全電解電流が多くなるような場合には、電解液 を多量に流す必要を生じてくると考えられるが、そのような場合 に条 コンや段丘を生ずることは、実用上加工法の重大な欠点とな る、高圧気体を混入すればこれを消し去ることができることは、 すでに述べたところであるが、この章では、電解液だけでも条 コ ンや段丘を生じない範囲で気体を混入する場合も含め、加工底面 を観察した結果を述べる.

2.1 実験装置

高圧気体を電解液中に混入して加工する実験装置の概略図を図 2.1に、加工機を図2.2に示す。



図 2.1 電解加工実験装置の概略 Fig. 2.1 Schematic diagram of experimental equipment for electrochemical machining.



図 2.2 実験に使用した電解加工機 Fig. 2.2 Eelectrochemical machining. (Mitsubishi E.C.M. Type 10V)

加工機 三菱 ダイヤシンカ MC-10 V 形 電解液 20% 食塩水,液温 20~30 °C 電解液循環 ポンプ ステンレス 鋼製 ギヤポンプ 圧力 20kg/cm<sup>2</sup> で 流量 351/min 10kg/cm<sup>2</sup> で 流量 401/min 炭酸 ガス ポンベ 内圧力 約 60kg/cm<sup>2</sup> (約 25°C)

液体流量計 浮遊式磁気結合流量計 目盛1~25*l*/min (液温20°C, 20% 食塩水で目盛ったもの)

気体流量計 浮子式気体流量計 目盛 0~300l/min (CO<sub>2</sub> ガス を 25 kg/cm<sup>2</sup>, 25 ℃ で測定し, 標準状態の流 量で読み取る.)

CO<sub>2</sub> ガス は第1減圧弁で 25 kg/cm<sup>2</sup> に減圧,加熱 ヒータで 20~25°C に加熱,第2減圧弁で所要圧力に減圧.

## 2.2 実験条件

気体の混入量が加工面および加工状態に与える影響を明らかに するため、電解液流量 Q<sub>e</sub> を 10 l/min と一定にし、気体流量を かえて加工した、流量は標準状態(0°C,大気圧)における値で 示した、電極は噴出口の丸みのないものとあるものの2種使用し た.

- (1) 気体流量 Qg: 下記の組み合わせによる.
  - a. 電極外径 30 mm, 内径 6 mm, 噴出口 丸みなし
     (a) 電流密度 J=20 A/cm<sup>2</sup>
    - $Q_g=0, 40, 130, 300, l/min$
  - (b)  $J=30 \text{ A/cm}^2$ 
    - $Q_{g}=0, 20, 50, 100, l/min$
  - (c)  $J=50 \text{ A/cm}^2$ 
    - $Q_g=0, 20, 50, 80, l/min$
  - b. 電極外径 30 mm, 内径 6 mm, 噴出口丸み半径 2 mm
    - (a)  $J=15 \text{ A/cm}^2$ 
      - $Q_g = 0, 50, 90, 400, l/min$
  - (b)  $J=50 \text{ A/cm}^2$ 
    - $Q_g=0, 30, 80, 200, l/min$



- (2) 被加工材料: 軟鋼 (0.15 C)
- (3) 電極材料:46黃銅

電極寸法は図2.3に示す。

(4) 加工深さ:1~2 mm

2.3 実験結果

加工底面を写真にとったものを図2.4に示す。

図の写真について観察すると、次のような結果となる.

(1) 電解液だけの場合 (Qg=0)





図 2.4 加 工 孔 底 面 Fig. 2.4 Appearance of E.C.M. machined Surface.



Fig. 2.5 Comparison on the surface roughness. (Between conventional method and gas mixing method) Work material mild steel (0.15 C) 電極噴出口の丸みがなくまた流量が同じでも電流密度が低けれ ば, 条 コン や段丘を発生しないことがある.電流密度は高いほど 条 コン や段丘を発生しやすい. (a の (a),(b),(c))

電極噴出口の丸みがあれば, 条 コンは発生しにくくなり段丘の 直径も小さくなる. (bの(d),(e))

しかしながら,電解液だけを用いた場合に観察される傾向は, 加工面は電極底面をはっきり写し出さず,加工孔外径,残留心 (へそ)の周囲はだれていることが見られる.

(2) 気体を混入する場合 (Q<sub>g</sub>=20~400*l*/min)

電解液だけを使用して、 条 コッや段丘を生ずる場合は、気体を 混入すればこれらが消え去ることは明了であり、すでに発表<sup>(1)</sup>し たところである.さらに条 コッや段丘を生じない場合でも、気体 の混入によって外周、残留心の周囲なども、明確な輪郭に加工さ れ、加工面は微光沢を生じ、なめらかになっている.

この場合の加工面の仕上面 ァラサ の2 例を,図2.5 に示す.図 に見られるように,電解液だけによる場合の仕上面は,たとえ条 コン や段丘を発生しなくとも,気体混入方式による場合に比べれ ば,相当あらい加工面を示す.

以上,加工面の比較によって,高圧気体を混入する方式は,条 コンの除去のみならず,その他の特長もあることが示唆される.

#### 3. 平タン度

平らな円板電極によって電解加工された加工孔底面の平 タン 度を実験によって求め,電解液単独の場合と気体混入の場合と比 較する.



図 3.2 加工面平 タン度 (電解液単独と気体混入との比較) Fig. 3.2 Comparison on the flatness of machined surface. (among conventional method and gas mixing method)

#### 3.1 実験条件と測定法

ある加工深さまで電解加工を進める過程において,加工深さが数 mm 進むごとに被加工体をとりはずし,加工孔底面の平 go 度を底面 コーナ の丸みのつけ根を結ぶ線を基準線とし,1/100 mm ダイヤルインチケータ とによって,平 go 度を測定した.この様子を図3.1 に示す.

被加工体:軟鋼 (0.15 C), 80 mm×80 mm, 厚さ 20 mm 電極:4 6 黄銅, 外径 50 mm, 内径 6 mm

電極底面の平 タッ 度は 1/100 mm 以内に入っている.加工機 などの条件は2章と同様である.

3.2 実験結果

平 タン 度を測定した結果を 図 3.2 に示す. 左方 A から E まで が電解液だけを使用した場合,右方 F から I までが気体混入の場 合で,実線で示してある. 点線は電解液だけの最大 ヮポミ 量を比 較のために示したものである.

(1) 電解液だけの場合

電流密度の少ない A・B では,加工孔底面の外周から中心に向けて基準面に対し次第に2ポミを増し,電極噴出口つけ根部分から残留心(へそ)として立ち上っている.

加工深さが 2 mm 程度になるまでは、  $\sigma \pi z$  量も次第に増すが、 2 mm 以上ではほぼ一定の値となる. この一定値となった  $\sigma \pi z$ 量を最大  $\sigma \pi z$  量 ( $\delta max$ ) と称することにする.  $\delta max$  は A で 0.35~0.04 mm, B で 0.2~0.3 mm となり、 電流密度が大きくな ると  $\delta max$  は小さくなる.

図の D は A, B と流量を同じ  $Q_e = 10l/\min$  にしているが,電 流密度を 53 A/cm<sup>2</sup> と高くしたものである.加工深さが 1.5 mm 以上になると外周から中心に向け一応  $\sigma$ ボミ を生じたあと,段丘 を形成している.同一流量でも電流密度が高いと段丘を生じやす いことが,これによっても認められる.ここで流量を 5  $l/\min$  と 低下させたものが C であり,段丘は消失し  $\sigma$ ボミ量  $\delta$ max は 0.1 ~0.18 mm と電流密度の低い A, B の場合よりも低くなっている. B では J=26 A/cm<sup>2</sup> で段丘を生じなかったのでこれを  $Q_e=19$ 19 $l/\min$  と増してみたのが, E であり,段丘の高さは 0.3 mm に も及んでいる.

(2) 気体混入の場合

A~D と同様の条件のもとに,電解中に気体を混入したものが 右方の F~I である.図に見られるように平 タン度が格段に向上 し,段丘の発生もないことが見られる.

以上の結果を要約すると次のようになる.

(3) 要約

a. 加工孔底面の ヮポミ は,加工深さが2mm 程度までは漸増 し,それ以上になるとほぼ一定の値になる.

b. 電流密度が高いほど最大 ヮポミ 量 δmax は小さくなる.

c. 電流密度が高いほど、段丘は生じやすくなる.

d. 電解液流量が多いと、段丘を生じやすい.

e. 気体を混入すると、δmax は小さくなり段丘も消え去る.
 3.3 考 察<sup>(5)</sup>

加工初期に2ポミ量が増加してゆくのは、電極中心付近よりも外 周に近いほうが、電解液中の水素 ガスが多いために、見かけの電 気抵抗が多く、外周に近いほど電流密度が高いためであろうと考 える.加工が進み、中心近くの極間距離がひろく、外周近くがせ まくなると、やがて電流密度は均一となり、そのとき以降は同じ 状態を維持することになるから、一定の値となる。

#### 表 3.1 最大 ヮポミ 量の実験値と計算値との比較

	卖	驗	値	計算值式 (3.4)
	$J_c(A/cm^2)$	$Q_e(l/\min)$	Smax (cm)	δmaxt (cm)
A	16	10	0.035~0.040	0.025
в	26	10	0,020~0.030	0.021
С	.53	5	0.010~0.018	0.018

気体を混入すると最大 ヮボミ 量が非常に小さくなるのは、電解 が極間に流れ込む前に、気体流量が極間で発生する水素 ガス 発生 量よりも多くなるように気体を混入すれば、中心付近も、外周付 近も電解液中の気体の混入量が等しく、見かけの電気抵抗は、半 径上いずれの点でもほぼ等しいからであると考えられる。別に計 算<sup>(5)</sup>した値と実測値との比較表を**表3.1**に示す。なお条 コン、段 丘については**5章**に述べる。

## 4. クリアランス

平らな円板電極によって加工された円孔の クリアランス に対する, 電流密度,電解液流量,電極の側面幅の形状による影響を実験に より求める。

#### 4.1 実験条件

被加工体 軟鋼 (0.15 C)

	電極 46 黄銅,	外径 $30 \phi$ , 内径 $15 \phi$ , 電極側面幅 $0.5$ mm
	加工深さ	12 mm
	極間電圧 E	10, 13 V
	電解液流量 Qe	5 <i>l</i> /min
	電流密度 J	30, 60, 90, 120 A/cm <sup>2</sup>
4	.2 実験結果	

実験結果を図4.1 に示す.電流密度が高いほど,極間電圧が低いほど,電解液流量が少ないほど,孔入口, 孔底の クリアランス は小さくなり,したがって加工孔のテーパも小さくなる. 気体を混入すると低電流密度においても クリアランス および テーパ が小さくなる.

4.3 考察

クリアランス  $C_2$  は極間距離  $g_3$  電極側面幅  $l_6$  と密接な関係 があり筆者らがすでに求めたものは<sup>(2)</sup>, 次の式に示される.

 $C_{g}=g\cdot\sqrt{1+2\cdot(l_{0}/g)}$  .....(4.1)









表	4.1	クリアラ	シス	実験値と計算値の比較
山液准独	(外部	300 内径	15¢	$l_0=0.5 \text{mm}Q_e=5l/\text{min})$

J	δ				
(A/cm <sup>2</sup> )	(Ω.cm)	13V	10V	13V	10V
30	19.0	0.043	0.033	0.079 (0.067)	0.066 (0.054)
60	13.9	0.016	0.012	0.043 (0.040)	0.036 (0.035)
90	17.9	0,008	0.006	0.030 (0.030)	0.025 (0.021)
120	21.8	0.005	0.004	0.023 (0.019)	0.020 (0.017)

()内は実調値

(a) T28

(b) 高正気体混入方式 (F=10V Qe=51/mim Qg=251/min)

$(A/cm^2)$	δ (Ωcm)	G (cm)	計 算 値 C3 (cm)	実 測 値 Cz(cm)
30	28	0.011	0.035	0.033
60	28	9.006	0.024	0.024
90	28	0.004	0.020	0.019
120	28	0.003	0,017	0.026

これを図示したものを図4.2に示す. また側面幅 6 を 0.5, 1mm と変えて加工した孔の孔底 クリアランス を測定した例<sup>(3)</sup>を示す.

極間距離 g は、また次のように示されるの.

 $g = E/J \cdot p \cdots (4, 2)$ 

この場合、E は極間電圧、J は電流密度、P は極間に おける見かけの比抵抗であり、電解液自体の比抵抗、分 極電圧、電解により発生する水素 ガスの ポイド による抵 抗などを含んだものである<sup>(4)</sup>.

式 (4.1) から、 クリアランス  $C_2$  を小さくしようとすれば、  $I_0$  が一定なら、 極間距離 g を小さくする必要があり、 g はまた、 E、 J が一定なら、 見けの比抵抗  $\rho$  を大きくで きればよい、 そのためには、 電解液中に気体が混入され ておれば、 見かけの比抵抗  $\rho$  が大きくなり、 極間距離が小 さくなることが理解される。 別に計算を行なった結果<sup>(6)</sup> と実測値の比較表を**表** 4.1 (a) (b) に示す.

加工孔の テーパ が、気体の混入によって小さくなるの は、これも電極側面を通る電解液の見かけの比抵抗が大 きいからであると考えてさしつかえないと思う.

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965



#### 5. 加工孔底面条コン発生域と流動状態

加工孔底面の条コンと段丘の発生域を求め、極間圧力分布,流 動状態との関連を求めると次のようになる。

#### 5.1 楽コンおよび段丘の発生域

条 コン および段丘の発生域を求めるために,電流密度 J,電解 液流量 Qe ならびに電極の電解液噴出口丸みを2種類に変えて, 加工孔底面を観察したものが 図5.1, 5.2 である. 条コンも段丘 も,流量の多いほど,電流密度の高いほど発生しやすい、噴出口 の丸みがない場合は,条コンが段丘の上に発生するだけでなく, 条コンのみ発生する場合もある.丸みのあるときは条コンはあま り鮮明には発生せずに、段丘だけの発生の場合が多い、

加工機を実用している場合に高い電流密度で加工する方が、条 コン や段丘の発生が起こりにくい場合があるが、これは極間距離 が狭まくなるために電解液が流れにくく流量が減少する場合と考 えられる。

気体を混入する場合は、条コンや段丘が消え去ることは、図2. 4 に示すとおりである。

#### 5.2 極間の圧力分布

#### 5.2.1 圧力分布の実験

極間圧力分布を知るため 図 5.3 に示す装置によって, 水を極 間に通し, 圧力分布を測定した. 圧力の測定点は, 半径rの異な





- 窒素ガス
 P.

manna



Fig. 5.4 Pressure distribution measured along the radial way.



図 5.5 極間 圧力 計算結果 Fig. 5.5 Calculated pressure distribustion about eletrode gap.

## る四つの点で測定している.

実験結果を図5.4(a),(b) に示す.水だけを流した場 合は流量が多いと負圧を生ずる. 極間距離が狭いとポンプ の垂下特性により水の流量は低下するので,負圧を発生 する流量にまではたちいたらない場合が多いが、十分な 流量を流せば負圧は発生する.

気体を混入した場合は負圧の発生がないことがわか る、この場合、気体の混入により、もとの水圧より圧力 が2kg/cm<sup>2</sup> 高くなるようにして実験した. この圧力上 昇を *4P*として示した気体の流量は、液体流量の約2~ 4 倍程度 (N.T.P.) となっている.

#### 5.2.2 圧力分布の計算

非圧縮性の流体が、円板の中心から噴出して極間を通 過する場合の圧力分布は、次式から計算される。

 $(g|\gamma).$   $(dp_r/d_r) = (U_r^2/r) - (\lambda^2 U_r^2/2g) \cdots (5, 1)$ 

- γ 流体の単位体積の重量 (kg/cm<sup>3</sup>)
- $P_r$ 極間の圧力(半径rにおける)(kg/cm<sup>2</sup>)
- g 極間距離 (cm)
- g 重力の加速度 (cm/s<sup>2</sup>)
- Ur 半径 r における流速 (cm/s)
- λ'管摩擦系数
  - 層流  $\lambda'=24/R_e$
  - 乱流  $\lambda' = 0.133 \cdot R_e^{-1/4}$
  - Re: レイノルス 数
    - $R_e = g \cdot U_r / v$
    - v:動粘性系数 (cm<sup>2</sup>/s)

式(5.1)を計算した例を、図5.5に示す. この結果によれば 流量の多いほど負圧を示す半径の範囲が広くなり、また電極内径 の大きいほど、噴出口の丸みの大きいほど、負圧域を逃げやすく なる.また、極間距離が十分大きい場合は、中心付近が負圧にな り外周に向け漸時大気圧に近づく. 極間距離が小さい場合は、中 心付近は負圧であるが、外周に向けいったん正圧を示したのち大 気圧に近づく.いずれにしても中心付近の負圧の発生は避けられ ない.

図5.5において g=0.50mm と g=0.20mm とを同一流量の場 合について比較すれば、極間距離 g の小さいほうが、負圧を生 じている半径の範囲が大きい、すなわち電流密度の高いときは、 極間電圧が同一なら極間距離は小さくなるから、負圧範囲が広く なり条 コンや段丘を生じやすくなるのであると考える。

#### 5.2.3 極間流動状態

図5.6には、電極と厚ガラス板とで作った極間に、水を流した 場合の流動状態を示す.図5.4、5.5で負圧を示す範囲は、空胴 現象を生じていることが見られ、空胴を生ずればそこには電流が 流れず、条コンや段丘を生ずることが理解できる。気体を混入し た場合は、肉眼的には欠陥のない均一な流動状態を示し、ストロポ



Ptw: 木の圧力 Pn: ガス圧力 (窒素ガス) Re: レイノーズ数
 Qe: 木の流量 Qn: 窒素ガス流量 (N.T.P)
 図 5.6 極間流動状態観察写真
 Fig. 5.6 Observation of flowing state.

で瞬間(25 µs)を観察した状態では、気体の膨張により激しくか き回わされている様子が見られ、空胴現象は生じないから、加工 面に、条 コン、段丘の生じないことが説明される.

### 6. む す び

気体を電解液中に混入した電解加工法は、電解液単独の場合に 比べ、加工孔底面に条 コン、段丘を生ぜず、仕上面 アラサ 平 ヨン 度が向上し、クリアランス、テーパ が小さく、輪郭がだれず、加工精 度が著しく向上する.これらについて、電解液の流動状態、見か けの比抵抗などから考察した.

(昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

- (1) 前田, 斎藤, 荒井, 伊藤, 杉江:「三菱電機技報」37,1007 (昭38)
- (2) 前田, 斎藤, 荒井: 精機学会講演昭和38年4月春期大会 予稿 No. 327
- (3) 和田: 電解加工の工業的応用専門部会,研究報告(第1 報)3月,(昭39)
- (4) 前田,斎藤,荒井: 精機学会講演昭和40年4月春期大会 予稿 No. 210
- (5) 前田, 斎藤, 荒井: 精機学会講演昭和40年4月春期大会 予稿 No. 211
- (6) 前田, 斎藤, 荒井: 精機学会講演昭和40年4月春期大会 予稿 No. 212
- (7) 藤本: 流体力学 養賢堂 p.112

# ダイヤラスチックエポキシ絶縁

穴山光夫\*·伊藤公男\*·岡橋和郎\*,伊藤昭八郎\*\*

## Dialastic Epoxy Insulation

Central Research Laboratory Nagasaki Works Teruo ANAYAMA · Kimio ITO · Kazuo OKAHASHI Shohachiro ITO

Dialastic insulation is an insulation system of rotary machine coils developed by Mitsubishi sometimes ago. Possessed of thermal elasticity and high adhesive strength, it has a feature of being immune from damage due to difference in thermal expansion. With an aim of application to induction motors and synchronous motors in the class below 6,600V, new Dialastic Epoxy Resin has been developed, and further mica tape to go with it has been added to the kind. Another achievement is completion of Dialastic Epoxy Insulation which has properties of much higher moistureproofness, chemical resistance and endurance against wear than the previous system. It can be applied to class F insulation, not to mention of the class B.

## 1. まえがき

従来, 6,600 V 級以下の誘導電動機, 同期電動機など, 一般回 転機の コイル 絶縁については、高圧大容量の回転機器と同様に多 くの研究がなされており、いろいろな絶縁材料、絶縁方式が採用 されている(). 当社においても不飽和ポリエステル系樹脂を使用し、 それに適合した絶縁方式を用いて ダイヤラスチック 絶縁と称しすでに 約 10 年の実績を有している(2). ダイヤラスチック 絶縁とは、電気機 器の実際運転中における熱的な影響が熱膨張係数の差として絶縁 材料と導体などとの間に非常に大きな機械的 ヒズミ として表われ, これによって破壊するまでにいたるとか,あるいは絶縁層間に ズ レを生じ空 ザキが発生し、電気的に劣化される原因となるという ようなことを防ぐために、導体などとの接着強度が大であり、か つ コイル などとの膨張, 収縮に対して十分に付随できる性質を有 している絶縁であって、ウェスチングハウス 社 (以下W社と略す)の Thermalastic Insulation とまったく同じよらな考えで出発したも のである. 当社においてはこの ダイヤラスチック 絶縁の改良について 不断の努力を続け,多くの研究を行なってきた. その結果,従来 のポリエステル系とは異なる材料および処理法を使用した,ダイヤラス チックエポキシ 絶縁を開発した.

一般に絶縁という問題に対しては、絶縁材料、絶縁処理法がい っしょに検討されなければ優秀な絶縁をほどこすことはむずかし いのは当然である. ダイヤラスチック 絶縁についてもどうようであり, 多くの絶縁材料処理法が検討された.従来の不飽和 ポリエステル系 レジンについても完成品として考えれば、なんら問題はないので あるが、その処理法について取り上げて考えると、重合反応の際 に空気中の酸素が負触媒として作用し、製作時間、作業工程の短 縮などに困難なこと、また導体として使用される銅によっても同 じような負触媒の作用があり、これらの防止を行なう工程などに 十分な注意をはらう必要があった. そこで ダイヤラスチック 絶縁を行 なうに必要な条件を具備し、さらに上記の点を改良できるような 材料の開発に主眼をおき、あらゆる材料について検討した結果、 エポキシ系レジンを主体とした ダイヤラスチック 絶縁を完成し、これを ダイヤラスチックエポキシ 絶縁と命名した. もちろん材料を変更すれば 処理法もそれに伴って変化するのは当然であり、これらの点につ いては、このような絶縁方式の先進のW社に対して多くの技術的

問題の討議を行ない、さらにW社の進んでいる点については多くの指導をうけた。

ダイヤラスチョックエポキシ 絶縁の特長は対地絶縁に大きな信頼性を有 するはがしマイカ を主体として使用するのは従来と同じではある が、マイカポンド および含浸に使用する ダイヤレジン は従来のものとは まったく異なった材料を使用し、これらの絶縁構成についても多 くの改良を加え、さらに絶縁処理法についても全然別個な独特の 方法によって行なうようにしたことである. もちろん完成した機 器の絶縁は、膨張収縮の差によく順応接着する ダイヤラスチック 特性 を十分具備しているとともに、耐水、耐湿、耐薬品性がとくに良 好であり、また耐摩耗性がすぐれているので、高温多湿な条件下 での使用、ガス や摩耗的粒子を含むふんい気での使用にもすぐれ た性能を示すことが明らかになった. そのうえ絶縁構成の一部を 変更使用することによって下種絶縁として採用できることも判明 したので、この方面に対する応用も期待できる.

#### 2. ダイヤレジン

ダイヤラスチックエポキシ 絶縁に使用する含浸 レジンは エポキシ 系 レジン を主体としたもので、これら含浸 レジン を ダイヤレジン と総称して いる. これらに使用される エポキシ 樹脂の歴史は案外古く 1891 年にはじめて ジェポキシ 化合物が合成され<sup>(3)</sup>,それから 1940 年に なってこの エポキシ 化合物と硬化剤との反応による三次元網目構 造をもつ高分子の製造法すなわち エポキシレジン の実用性に注目し た報告が発表された<sup>(4)</sup>.そのあと Ciba 社 Devoe & Raynolds 社, Shell 社, Bakelite 社, Jones-Dabney 社など多くの方面で研究 開発され,非常な勢いで急速に発展してきたことは、やはりこれ らの エポキシレジン 硬化物が誘電正接、体積固有抵抗、絶縁破壊電圧 などの電気特性や熱的性質がすぐれており、さらに湿気、化学薬 品に対する抵抗性が大であり、加えるに硬化に際して体積収縮率 が小さく、そのうえ接着力にすぐれているという各種すぐれた特 性を有しているためであり、その結果電気機器用絶縁材料として、 適合の研究も盛んに行なわれてきたのは当然である<sup>(5)</sup>.

しかしながら 600~6,000 V 級の回転機の含浸用 レジン として 使用する場合には多くの条件が必要となってくる. すなわち コイル 内部の基材としての マイカ 層を完全に含浸させるためには, 含浸 操作に必要な適当な粘度を有していることがまず肝要である. さ

\* 中央研究所 \*\*長崎製作所

らに真空含浸を行なう場合は沸点と蒸気圧の点も注意せればなら ない、そしてできるだけ可使時間が長く、1 液成分系であること が望ましい。可使時間を長くすることは、現状では加熱硬化反応 を必要とすることになる、したがって含浸 レジン としては可使時 間が長くて、容易に硬化反応が行なえるような作業性の点を満足 する無溶剤性 レジン であることが、絶対必要条件である。そして 絶縁材料として当然な電気的、機械的必要諸特性はもちろんかね そなえていなければならない。

しかしながら現在一般に知られている エポキョレジン について前 記の諸条件を検討した場合,まず粘度の点が問題である.一般の ものは最低粘度 10~50 ポイズ くらいで、コイル 内部まで完全浸透 して マイカポンド などと化学的共反応を行なわせることは無理であ り、しかもその化学構造から考えてみて熱可トウ性を示すことは 無理であり、導体や構造材料,無機質材料との膨張収縮の差に接 着順応すること、すなわち長年月の ダイヤラスチョク 特性の保持とい うことに対しては非常にむずかしいということがわかる.

しかしこれらの点についても、このような芳香族母体の エポキシ レジン にたいする粘度低下剤としての反応性 エポキシレジン も数多く 考えられているが、それらは沸点も低く蒸気圧が高いものが多く、 硬化条件、硬化収縮などの点でも問題があり、また可トウ性付与 剤としてもいろいろ考えられているが、いずれも硬化後の機械的、 電気的諸特性は電気絶縁用として使用ができる段階には至ってい ないので、このような添加剤の使用による変性を用いて含浸レジン とすることはすべて好結果が得られない状態であった.そこでこ れらの諸点を改良して開発されたのが、このエポキシ 系 ダイヤレジン であり、無溶剤一液成分系で長時間の寿命を有し、絶縁処理作業 に対しての条件を十分満足し、かつ硬化後の電気的、機械的、化 学的、熱的諸特性が良好で ダイヤラステック 特性を完全に具備してお り、一応現状では理想的含浸 レジン ということができる.

エポキシレジン は一般に1分子中にエポキシ 環2個以上を有してお り、最も多く古くから使用されている代表的なビスフェノール形 グリシ ジールエーテル のものを含めて、最近はいろいろな形のエポキシ 基をも っている構造の新しい化合物が合成されてきた。そのなかで、フェ ノール とホルムアルデビド との縮合によって合成される低分子量の ノボ ラック 樹脂と エピクロルビドリン との反応によって得られる エポキシノポ ラック 樹脂 (これは Dow 438 として知られている) や、テトラキス ・ビドロキシフェニールエタン と エピクロルビドリン との反応によって得られ る テトラフェニルメタンテトラグリシジルエーテル (これは Epon 1031 として 知られている)、あるいは環状脂肪 ジェポキサイド 化合物、この代表 的なものとして プタジェン と クロトンアルデビド との反応生成物を過酢 酸などで酸化して得られるような エポキシ 系 レジン などはよく知 られている.

そのほかにも エポキシ 基を有する多くの種類の構造をもった化 合物が発表されている<sup>(0)</sup>.

さらにこのような エポキシレジン 硬化剤との組み合わせは非常に 多く考えられるので、これらを総合的に検討することが必要であ る.硬化剤としては アミン 系,酸無水物系などが一般によく知ら れている.たとえば第1級 アミン と ビスフェノール形 ジグリシジールエー テル系 エポキシ 樹脂とを組み合わせた場合とか、酸無水物を硬化剤 とし、第3級 アミン を触媒として作用させた場合の硬化反応機構 はよく知られており<sup>(7)</sup>、終局として三次元網状構造を示すことに ついてはいろいろと研究されている<sup>(8)</sup>.しかし単にこのような組 み合わせの反応系から生成される硬化物は ダイヤレジン としての適 用には無理な点が多い、化学構造とその物性の関係はかなり究明 されてきているが、上記のような条件を満足するには、どのよう な化学構造を有する化合物を使用したらよいかというようなこと は未知の点も多いように考えられる。

これらの点を考慮し、一応著者らは錯化合物を硬化剤として使 用することが現状では最も望ましいという観点からこれを検討し た. 錯化合物としては、B系のトリフロライドーモノエチルアミン、N置換 ジェタノールアミンボロネートエステル、トリエタノールアミンボレート、トリメトキシボロ ネート など非常に多くの報告があり、またB系とTi系と組み合わ せたトリエタノールアミンチタネートエステル や Ti 化合物単独で硬化剤と して使用できる ブチルチタネート、あるいは Sn 系、Al 系、Zn 系な ど多くの錯化合物について検討した<sup>(0)</sup>.

この場合、錯化合物系硬化剤とエポキシ基との反応は、たとえば よく知られている代表的な ポロントリフロライド 系錯化合物を考えて みると、ポロントリフロライド 系錯化合物が解離温度以下ではまったく 安定であるため エポキシ基と室温では反応しないし、HOBF<sub>8</sub>(-) ァ ニオン が安定な強酸であり、またオキソニウム塩を生成する可能性が 大きいという事実、さらに硬化エポキシ樹脂中にB-N結合やB-O 結合が存在しているということからいくつかの反応機構が考えら れている<sup>(10)</sup>.

そのほかの錯化合物を硬化剤として使用したときの硬化反応機 構については、いくぶん不明な点もあり今後の研究に待つところ が多い.しかしこれらの錯化合物を硬化剤とした場合でも、一般 の ェポキョレジン 用硬化剤としての、アミン 系、酸系を使用した場合 でも硬化後の諸特性について、とくに普通常用されているような 配合例で比較してみるとそう大きな差は認められないので、エポキ シ系 レジン に対して錯化合物系硬化剤は絶縁材料として十分使用 できるものであるという考え方から、筆者らは特殊な錯化合物お よび特殊な エポキョレジン を使用して含浸 レジン ができたので これを ダイヤレジン として、6,000 V 級以下の一般回転機絶縁に適 用することにした.

#### 3. ダイヤレジンの特性

ダイヤラスチックエポキシ 絶縁に使用する含浸 しジン は表 3.1 に示し たような特性を有している. ここで最も特長を有していることは 室温で含浸操作ができ、かつその可使時間が非常に長いことであ る. コイル 含浸用 しジン は コイル 内部層間への浸透のみを考えれば低 粘度であることが望ましいが、硬化反応を行なわせるために加熱 操作を行なう場合は、低粘度であれば流出しやすくなるというこ とは当然である. それで図 3.1 に示した粘度の温度特性はとく にたいせつであり、これはまた最高発熱温度ならびにその到達時 間にも関係し、硬化重合反応の進行によって含浸 レジン の加熱硬 化時における粘度低下を防止して、コイルに含浸された レジン はほ

表 3.1 ダイヤレジン(含浸用エポキシ)の性質

	項			目	特	性
色					黄かっ色・透明	
比			重	(25°C)	1.15±0.02	
粘		±.	(25°	C) (C. P.)	200±10	
凮	ŧ	厅	*	(20/20°C)	1.5±0.05	
可	便	時	[11]	(月)	12	
不	m.	疮	分	(%)	100	

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

82 (1130)



とんど硬化終了後と比較して重量変化がないように考慮されている.

また含浸 レジンの可使時間の点も問題の多いところであって、 図 3.2 に経時変化による粘度特性変化を示したが、40°C に保持 した場合でも約7カ月後で1ポイズぐらいの粘度上昇であり、非常 に可使時間は長いということができる.

次にこの エポキシ 系 ダイヤレジン を硬化した場合の特性を表 3.2 に示した. もちろん硬化温度,時間などの硬化条件によって特性 値はいくぶん異なってくる. これは反応機構およびこれによって 生成される架橋点,架橋密度の差による影響であるが,実験結 果から一応硬化後一定値を示す値を求め示した.

硬化後の特性としてとくに注意する必要のある点は、ダイヤラスチ ック特性についてである. 膨張,収縮あるいは熱膨張系数の差によ って生ずる応力は接着強度に影響を及ぼすことは当然でこれらに ついてはいろいろ検討を加えてきた<sup>(11)</sup>.

硬度の温度変化を図 3.3 に示したが、この硬度変化というもの は接着強度の変化というものと組み合わせ考えて、ダイヤラスチック 特性をきめる重要な因子であり、硬度は 100°C 以上では常温の 約半分になってくる。また接着強度の変化は図 3.4 に示したが、 この場合の被着体は鉄-鉄の接着強度であり、実際の コイル にお ける被着体とは異なっているけれども、これらの相関関係は コイル のいろいろの条件下における Functional Test の結果とを総合 して判断する必要があり、この ダイヤラスチックエポキシ 絶縁について は現在あらゆる条件下での試験を継続中であるが、現在まで約 10 年使用した ポリエステル系 ダイヤラスチック 絶縁などの結果および現在 試験中の ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の結果を比べて十分な ダイヤラス チック 特性を有していると判断できる.

タイヤラステックエポキシ 絶縁のとくにすぐれた特長は、従来使用され ている 6,000 V 級の絶縁よりさらに耐水、耐湿、耐薬品性および 耐摩耗性の向上をはかった点である.まず耐摩耗性について、こ の ダイヤレジン と一般の アルキッド系 ワニス と比較してみると図 3.5 のようになり、テーバー 摩耗指数で約4倍すぐれていることがわか る.これは大形発電機などの場合は循環ガスを清浄な水素ガス冷 却方式を使用しているときなどでは、別に問題とする必要はない ことであるが、6,000 V 級以下のような一般の空気中、あるいはと くに ジンアイ の多い場所での使用に際しては、回転機器の表面に被 覆されている絶縁層の摩耗に対しては威力を発揮するものと考え られる。

次に耐水,耐湿性の変化について 25°C の水に浸 セキ したのちの特性変化を電気的性質で検討した.この結果を表 3.3 に示し



図 3.4 接着強度 (鉄-鉄)—温度特性 Fig. 3.4 Adhesive strength (Fe-Fe) curve of Dia resin as a function of temperatures.



図 3.5 テーパー 摩 耗 量 Fig. 3.5 Taber type abrasion of Dia Rasin and alkyd type resin.

表 3.2 ダイヤレジン (硬化 エポキシ)の特性

Ţ	ũ II	特性
此 重	(25°C)	1.239
抗張力	(25°C) (kg/mm <sup>2</sup> )	5.1
伸び	(25°C) )%)	13
断撃強度(7	アイブットノッチなし) (25°C) (kgcm/cm	50 以上
吸木量	(常温水中 30 日後)(%)	1.5
講電正接	(25°C, 200V, 60c/s) (%)	0.13
质 馄 率	(25°C, 200V, 60c/s)	5.5
体積固有抵抗	(25°C, 100V, 1分面)(Ω·cm)	2.1×1014
商级破壞留正	(25°C) (kV/mm)	56.9

たが、前記表 3.2 における硬化後の電気特性と比較して非常に 優秀であることがわかる、さらに耐薬品性についてその変化を表 3.4 に示したが酸、アルカリ はもちろん ガソリン、ベンジール などの有 機溶剤にたいしても相当に強い抵抗性を有していることがわかる。

#### 表 3.3 ダイヤレジン の24時間浸水後の電気的性質

唐 電 正 接	体 積 固 有 抵 抗	絶縁破壊電圧
(%)(25°C, 200V, 60c/s)	(Ω-cm)(100V, 1 分值)	(kV/mm)(1kV/sec昇圧)
0.20	1.4×1014	53.2

#### 表 3.4 ダイヤレジン の化学薬品浸 セキ後の変化 (10日間)

3	26		G	ŧ.		酸	変	化	な	L
3	%	71	梩	2	-	15			e	
3	26		隻	拞		木			μ.	
7		÷		ŀ		2				
~		¥		-12		*			ĸ	
7	2		-		•	n			*	
۲	ų		2	L	2	2	4	L	醍	御
Ť1		1		2		2	变	化	ホ	L
÷.	2		2	3	ζ.	油	1.1.1.1		20	

これらの点は ダイヤラスチックエポキシ 絶縁を施した場合はその回転機 の保守操作において非常に有利であることを示しており, さらに 多湿な場所での使用および化学工場などの耐薬品性を必要とする ようなところでの使用においても十分期待できるものであること を示している.

特性の最後として、ダイヤレジンの熱劣化をもとにこのレジンの寿 命評価を考えてみる. 絶縁材料の劣化については多くの研究がな されており、とくに最近これらに関連する耐熱性の試験法につい ても論議されている<sup>(23)</sup>. この場合、温度分布、風速、試料の形態 による影響が問題となるので、これらの予備試験を行ない、それ から、風速、0.5 m/s、試料の寸度 3×50×50 mm の条件での重 量減少をもとにして考えると、ダイヤレジン は非常に重量減少が少 ないということがわかった. そこで一般に考えられている加速熱 劣化による重量減少率から Arrhenius の式を用いて、ダイヤレジン の寿命を推定した. 劣化温度と寿命時間の関係を図 3.6 に示し たが、これから式 (3.1) および式 (3.2) がおのおの条件におけ る寿命として表わされる.

重量减少率 5%; loget=-2.8385×10+

 $(1.5499 \times 10^4)/T$ .....(3, 1)

重量減少率 15%; log<sub>e</sub>t=-2.8185×10+ (1.7033×10<sup>4</sup>)/T······(3.2)



図 3.6 重量減少率による寿命時間と劣化温度との関係 Fig. 3.6 Life-temperature relationship of Dia Resin on percent weight loss.





## (t=推定寿命時間, T=絶体温度)

これによると B 種 (130°C) 連続使用を行なった場合、ダイヤレジン が 5%、15% 重量減少するときの寿命時間はおのおの  $2.4 \times 10^4$ 時間、 $1.3 \times 10^6$ 時間となる. さらにこれをF 種 (155°C) として 考えると推定寿命はおのおの  $2.5 \times 10^3$ 時間、 $1.1 \times 10^5$ 時間とな る. そしてこの場合の活性化 エネルギ は 30.8、33.9 kcal/mol とな った.

また、図 3.7 に熱劣化による電気特性の変化の一部として 200°C 長時間劣化後の破壊電圧の変化を示した. これから明らか なように約 1,000 時間の加熱劣化後においても, 破壊電圧は 50 kV/mm 以上で非常に良好であることがわかった. さらにそのほ かの電気特性においても変化が非常に少ないことがわかった. こ れらのことを総合してこの ダイヤレジン は、F 種絶縁用含浸 レジン として使用してもよいのではないかとも考えている.

#### 4. ダイヤラスチックエポキシ絶縁

ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の主絶縁基材としてはマイカを用いてい る. 最近の高分子化学の発展によって マイカ に代わるべき材料と して注目されているもの,あるいはマイカ 粉末から作られる紙マ イカによる方法などいろいろ研究されてはいるが、決定的にマイカ に代わるべき材料の出現にまで至ってないので、従来の ダイヤラス チック 絶縁と同じようにマイカを用いることは最も妥当であると考 えている. ただ異なる点はマイカボンドをエポキシ系含浸 レジンのダイ ヤレジンと同系統のものを用いていることであり、とくに コイルと した場合、すなわち硬化反応でこの マイカボンド と含浸 レジン が完 全に反応していったいとなり、マイカによく接着し膨張、収縮など による条件によく追随して完全な ダイヤラスチック 特性が発揮できる ようになっている. これらの条件を決定する因子は非常に多くあ り、おのおのの解を MELCOM-1101F によって計算し実験を行 なって確めた. たとえば マイカテーラ はどのような形になっている 必要があるかということについて示すと、式(4.1)および式(4.2) を満足する因子を決定すればよいわけである. そのほかの条件に ついても同じように計算して設計基準とした.

$$\begin{array}{c} \alpha \cdot d_4(Q+G) - \beta \cdot d_0 B = 0 & \dots & (4,1) \\ \frac{d_0 x}{d_1 \cdot d_2} (d_2 - d_1) + \frac{d_0 B}{d_2 \cdot d_3} (d_2 - d_3) + \frac{100}{d_2} (d_0 - d_2) + G = 0 \\ & \dots & (4,2) \end{array}$$

α, B=定数 x=マイカ の占める割合

Q, G, B=ダイヤレジン, マイカテーラ 中の ダイヤレジン, マイカボンド d=比重, サフィックス は順にみかけ, マイカ, 基材, マイカボンド, ダ イヤレジン を示す.

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

84 (1132)

上記の結果から最適な量の決定によって非常に効果的な絶縁組 織が得られ,絶縁のスペースを小さくすることも可能になり,同一 寸法の鉄心で従来よりも 10~20% の容量増大がみこまれること となり,すなわち機器全体を小形化にすることが可能である,と いう結論を出すことができた.

固定子を作るにあたっては前に述べたように含浸 しジン が硬化 中に流出しないような特別な工作方法を用い,真空と圧入含浸に より コイル の絶縁組織が完全にいったいになるように処理が行な われている.

このようにして完成された ダイヤラスチックエポキシ 絶縁は含浸 レジン の良好な特性とあいまって、工作工数の低減および改善などの利 点から 6,000 V 級以下の機器に対して最適な方法と考えられる.

ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の適用にあたっては実際の機械を作り、 また同時に実物大の モデルコイル を作り、材料、工作および絶縁特 性などあらゆる面から検討し試験を行なった。 図 4.1 の 3,300 V 級の コイル の代表的な例を示し、 図 4.2 に ダイヤラスチックエポキ シ 絶縁の断面図を示した. これによって含浸 レジン が コイル のす みずみまでよく含浸され、マイカポンド と完全に反応していったいと なり、ポイド がまったくない チ (級)密な絶縁層を形式しているこ とがわかる. さらにこれらの コイルを用いて電気特性を測定した. まず誘電正接-電圧特性を 33°C, 56% R.H. の条件のもとで測 定した結果が図 4.3 である. この特性をみても含浸がよく行な



図 4.1 モデルコイルの例 Fig. 4.1 Example of Dialastic epoxy insulation model coils.





(b) 5 倍

(a) 2.5 倍

図 4.2 コイル の断面図 Fig. 4.2 A section of the Dialastic epoxy insulation coil.



図 4.3 3.3 kV コイル の誘電正接電圧特性 Fig. 4.3 Dissipation factor vs voltage characteristics of 3.3 kV Dialastic epoxy insulation coils.

ダイヤラスチックエポキシ 絶縁・穴山・伊藤公・岡橋・伊藤昭

われていることがわかる.

このほかいろいろの特性試験が考えられるが、実用上の環境を 考え、実際に機械が遭遇する以上のきびしい条件を設定し、実用 試験を行なったので、それらについて 2、3 の試験結果をもとに して述べる.

まず最初に沸騰水中に浸 t+ して絶縁抵抗 (DC 1,000V, 1 分 値)の変化を測定した. この結果を図 4.4 に示した.

沸騰水浸 セキ後最初の5時間くらいは絶縁抵抗が急激に低下す るが、それ以後は長時間にわたって低下することなく一定であり 10<sup>4</sup> Ma より悪くなることはない.また図 4.5 に 3 % ヵ 性 ソーダ 3% 硫酸, 飽和食塩水に浸 セキ した場合のおのおの絶縁抵抗(D.C. 1,000 V, 1 分値)を示している.この場合でも 100 時間経過後 においても絶縁抵抗は 10<sup>5</sup> Ma を下回ることがなかった.さらに これらを水洗、乾燥すればふたたびもとの値に復元することが確 められた.このようなすぐれた耐水、耐薬品性は、従来 コイル 保 護のため全閉形を使っていた湿気や化学薬品の多い場所でも、そ の程度に応じて開放形の形式で簡易化された保護形式を採用する ことが可能となり、従来の全閉形に匹敵する機能をもつようにな ると考えられる.さらに運転中にあるすべての モータ は環境によ っては急激な温度の変化や、または熱衝撃に耐えることが必要で ある.これを調べる目的としてその特性を現わす試験の一部を次 のような方法で行なった.

すなわち ダイヤラスチックエポキシ 絶縁を施行した モデルコイル を用い



図 4.4 ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の沸騰水 浸セキ 後の絶縁抗抵の変化 Fig. 4.4 Insulation resistance characteristics of Dialastic epoxy insulation coils by submerging in boiling water.



図 4.5 ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の耐薬品性 Fig. 4.5 Chemical proof properties of Dialastic epoxy insulation coils.







図 4.7 ダイヤラスチョクエポキシ 絶縁固定子 (3,300 V, 4 P, 50 kW) Fig. 4.7 Dialastic epoxy insulation stator.

て 155℃ に 1 時間以上加熱し、モデルコイル を急激に -30℃ の ドライアイスアルコール 液に浸漬して 1 時間以上保持するという非常に きびしい熱衝撃を繰り返し行なうことにより、その電気特性の変 化を調べることによって耐熱衝撃性を調べた. この結果を図 4.6 に示したが 7 回行なっても 1,000 V,1 分値の絶縁抵抗が 10<sup>6</sup>MΩよ り悪くならず、8 回以上でも 10<sup>5</sup>MΩと一定であることがわかった.

以上のような モデルコイル による実験結果の一例によって、ダイヤ ラスチックエポキシ 絶縁はすぐれた特長を有しているということが明 らかにされた. さにらまた 3,300 V 級の固定子を用いて ダイヤラス チックエポキシ 絶縁処理を実際に行なった. その一例を図 4.7 に示 した. さらにこれらを用いて ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の絶縁性能 評価試験を行なった、まず図 4.8 に 50 kW 固定子を用いて絶 縁抵抗 (1,000 V, 1 分値)の温度特性を示したが、高い温度範囲 でも相当良好な特性ということができる.次に耐水性試験として モータ 固定子内部に パイラ を通し、1 分間に約 51 の水を噴射さ せて吸水を行なわせ、絶縁抵抗の変化を測定したが、1カ月経過 後においてもやや低下が認められる程度であったので、さらに過 酷な条件として、図 4.9 に示したような水中浸セキ試験を行なっ た. すなわち50kW固定子を 20~26°C 水に浸 セキ したままで絶 縁抵抗を測定した、その結果を図 4.10 に示した. このようなき びしい条件においても1カ月経過後水中で103 Maを低下しない 耐水性, 耐湿性を示すことがわかった. これは モデルコイル の場合, 沸騰水中で試験した図 4.4 の結果とあわせ考え、十分に期待で きる結果ということができる.



図 4.8 ダイヤラスチックエポキシ 絶縁固定子による 絶縁抵抗-温度特性 Fig. 4.8 Insulation resistance as a function of









 図 4.10 ダイヤラスチックエポキシ 絶縁固定子による 水中浸 セキ による絶縁抵抗の変化
 Fig. 4.10 Insulation resistance characteristics of Dialastic epoxy insulation stator by submerging in water. (20~26℃)

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

また モータ は運転中にいろいろな機械的応力がかかるので,と くに モータ の起動時に大電流の突入があり,そのため コイル を著 しく変形させようとする. これらに対しては コイル 相互を緊縛し たり,ささえ リック などによって コイルエッド を保持する方法がと られており,変形させようとする力に対向し,防ぐことができる が,これらの保持の方法が効果を現わすのは、コイルの絶縁自体の 粘り強さが大きく影響する. このような条件に対して実際状態で ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の機械的な粘り強さを調べるのに ダイヤラス チックエポキシ 絶縁で巻線された固定子に 1,000 回の全電圧起動を行 なったあと,固定子全体を水中に浸 セキ し,ただちに 10 分間の 誘電体吸収特性を測定し,引き続き固定子を水中に数百時間保持 し,10 分間の誘電体吸収を測定したが、このようなきびしい条件 下においても 2×10<sup>3</sup> MΩ というすぐれた値を有していることが わかった. これらは ダイヤラスチックエポキシ 絶縁が機械的にも粘り強 い性能を有する例である.

次に耐熱衝撃試験については、モデルコイルについて行なった結果 を図 4.6 で述べたが、固定子を −40~125℃ の熱 サイクル を数 回繰り返したあと、これを水中に浸 セキ し 500 V で絶縁抵抗を 測定した結果、熱 サイクル を加えたあとでも特性の劣化はみられな かった.

このように実際の モータ の固定子に組み込まれた状態での試験 が、実用上遭遇する諸因子(工作上、材料上および組立後の運転 を含めて)を漏れなく集約し、モデルコイルの試験などは得られない 劣化因子をも含められるので、十分な注意をもってみなければな らない試験項目といえる。

実用上においても ダイヤラスチックエポキシ 絶縁はすぐれた性質を有 しているということを明らかにする試験結果の一部を紹介したが、 これらのほか絶縁組織としての機械的特性,すなわち  $\epsilon$ -タ とし ての繰り返し起動の効果および ダイヤラスチックエポキシ 絶縁の耐圧縮 性や,回転子拘束状態などの非常事態の耐熱維持性および実際の  $\epsilon$ -タ が遭遇すると思われる諸因子,すなわち長期屋外  $\sigma$ スト,耐 摩耗性などについて実際以上のきびしい条件で,諸試験を続行中 である.

## 5. む す び

ェポキシ 系 ダイヤレジン およびこれに用いる マイカテープ などを開発 し、6,600 V 級以下の回転機の絶縁に用いることができるという ことを証明した<sup>(24)</sup>. この ェポキシ系 ダイヤレジン は特殊な ェポキシレジ ンを用い,絶縁処理にも完全に適合できるものであり,硬化処理 後は次のような多くのすぐれた特性を有している. すなわち,

- (a) 完全に ダイヤラスチック 特性を示す.
- (b) 耐水, 耐湿性が非常に良好である.
- (c) 耐化学薬品性がすぐれている.
- (d) 耐摩耗性が非常によい.
- (e) 電気特性がすぐれており、耐熱劣化性も非常によい.

以上のようないろいろなすぐれた特性を有するこの ダイヤラスチッ クエポキシ 絶縁について多くの モデルコイル,実物固定子などで試験を 行なった結果,これらの良好な特性は十分に発揮できるものであ るということがわかった. なお現在この系統の レジン は回転機用 であるが,そのほか静止器関係にも応用できる場合もあるので, これらについても検討を加える予定である.

おわりにこの ダイヤラスチックエポキシ 絶縁を研究,開発するにあた り当社本社,長崎製作所,姫路製作所,伊丹製作所,名古屋製作 所ならびに中央研究所の関係者各位から絶大なるご指導,ご援助 をいただいたことに関し深く謝意を表わす次第である.

(昭 40-7-16 受付)

## 参考文献

- (1) R.M. Sexton: AIEE T-153-54.
   J.C. Botts etc: Westinghouse Engineer, 25, No. 2, 34 (1965)
- (2) 石黒, 伊佐山:「三菱電機」30, 329 (昭 31)
   伊藤:「三菱電機」32, 1521 (昭 33)
- (3) Lindemann: Der. Dent. Chem. Ges., 24, 2145 (1891)
- (4) P. Caston: U.S.P.-2324483, U.S.P.-2444333
- (5) H. Lee: Insulation, Feb. 17 (1961), Mar. 33 (1961), Apr. 43 (1961), May 19 (1961)
- (6) H. Fehn: Kunststoffe, Feb, 76 (1961)日特公:昭 39-2471,昭 39-2488
- (7) R. Fisher: J. Poly. Sci., 44, 155 (1960)
- (8) H. Lee: Insulation, Jan. 17 (1961)
- (9) 伊藤, 岡橋: 第 18 回日本化学会年会 31316 (1965)
- (10) R. Arnald: Modern Plastics, Apr. 149 (1964) etc.
- (11) 伊藤:「三菱電機」37,480(昭 38)
   伊藤:工業材料 11, No.9,9 (1963)
- (12) 電気学会, 絶縁材料耐熱性試験法専門委員会
- (13) 穴山, 伊藤, 岡橋, 伊藤: 電学連大, 昭40-277

# Ga As インジェクションレーザ

池川秀彰\*·須崎 涉\*·十河敏雄\*

## GaAs Injection Laser

Central Research Laboratory

Hideaki IKEGAWA • Wataru SUSAKI • Toshio SOGO

GaAs laser diodes are made by the solution growing technique. A clean interface Pn junction is formed on a (100) crystal plane. In consequence, the junction is perfectly flat and perpendicular to the (100) cleavage plane of the wafer. Te and Sn are doped in an epitaxial layer. The magnitude of dopaut is controllable. Some of these diodes have relatively lower threshold than ordinarily diffused ones at room temperature, having operated continuolusy in liquid nitrogen.

The threshold current of lasers with high donor concentration in active region varies exponsuially with temperature. This is explained by assuming that the active region is on the P side of the junction, and the desisty of states of the conduction band is given by  $\rho(E) = \rho_0 \exp\left(\frac{E}{E_c}\right)$ . The effect of cavity length on laseraction is examined.

## 1. まえがき

1960年. T. M. Maiman が最初に  $\nu$ ビー結晶を使用して  $\nu$ ーザ の発振に成功して以来,指向性のある  $\exists$ ヒーレント な  $\nu$ ーザ 光源の 開発が注目されるようになり,現在までに多くの物質で  $\nu$ ーザ 発 振が認められている. 半導体を使用したものは 1962年の末, rメ リカ の GE, IBM, MIT の各研究所からほとんど同時に,国内で は少し遅れて 1963年の中頃三菱,東芝, 静岡大から発振が報告 された<sup>(1),(2)</sup>. これは GaAs の PN 接合の順方向へ電流を印加す ることにより生ずるエレクトロルミネッセンス を利用したものである. GaAs につづいて同じ IIIーV 族金属間化合物半導体である InP, InAs, InSb, GaSb およびそれらの固溶体である Ga(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>), (In<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>)As, In(As<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>) であいついで発振に成功している. また最近では IVーVI 族金属間化合物半導体の PbTe, PbSe で も発振が報告されている.

これらの半導体による レーザ は PN 接合を順方向に パイアス し て PN 接合の近傍へ電子,正孔を注入 (injection) して,それら が再結合する際に生ずる発光を利用するもので,インジェクションレーザ といわれる. この レーザ は超小形 (長さ約 0.1 mm) であり,励 起は電流を直接印加して行なうため ルピーレーザ の光照射などに比 べて効率が高く,光の変調は電流を変調することによって簡単に 行なうことができる.また再結合時間が非常に短いため高周波 (IGC 以上) でも変調できるなどの特長をもっている. 欠点とし ては発光領域が狭いため ピーム の広がりが大きいことであろう.

われわれは主として GaAs を用いて レーザ の試作を行なって 来た<sup>(2),(3)</sup>. PN 接合の製作法として最初拡散法を用いていたが, 最近液相 エピタキシャル 法<sup>(4)</sup>を用いることによってすぐれた レーザダ イオードが製作できるようになり,特性が改善された. この方法に よって作られた レーザ は室温でも低電流で発振した. 発振開始電 流密度は液体窒素温度では 1×10<sup>3</sup>A/cm<sup>2</sup>,室温では 4×10<sup>4</sup>A/cm<sup>2</sup> である. これは拡散形の室温における値が 10<sup>5</sup>A/cm<sup>2</sup> であるのに 比べるとかなり低くなっている. また液体窒素中に浸すことによ って途連発振も可能となった. ここでは液相 エピタキシャル 法によ る レーザダイオード の製法,発光特性,発振開始電流の温度依存性, 共振器の長さの影響について述べる.

## 2. インジェクションレーザの原理

図 2.1 に示すように PN 接合を順方向に パイァス することによ って電子がN領域からP領域へ,正孔がP領域からN領域へ注 入される. そのため PN 接合付近では伝導帯の電子の数および充 満帯の正孔の数が増加する. 正孔は充満帯の中の電子によって占 められていない状態であるから、これは充満帯の電子が伝導帯に 励起されると考えることができる. 伝導帯の電子と充満帯の正孔 が再結合することによって発光を起こす。この電子と正孔はそれ それ伝導帯の底から上へ,充満帯の頂上から下へ詰られてゆく. これらが平衡に達する時間 (10-12 sec) は,再結合時間 (10-9 sec) に比べて非常に短い. このため電流が増加するほど電子, 正孔の 数は増加し、伝導帯は電子によってさらに高い エネルギ 状態まで、 充満帯は正孔によってさらに低い エネルギ 状態まで占められるよ うになる、このようにしていわゆる反転分布 (population inversion) が起こり、ついには内部損失に打ち勝って レーザ 作用が起 こる. インジェクションレーザ の発振条件は次のようにして求めること ができる.図2.2に示すようにレーザ作用が二つの準位間で起こ る場合, エネルギ の高い準位(準位2)の電子の占める数を 1 cm<sup>2</sup> あたり N2, エネルギ の低い準位 (準位 1) の電子の占める数を 1 cm<sup>2</sup> あたり N<sub>1</sub> とすると吸収係数は次式で与えられる.



三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



図 2.3 半導体におけるパッド間遷移 Fig. 2.3 The process of interband transition in semiconductor.

ここで

λ: 真空中の波長

n: 屈析率

- g1,g2: 準位 1, 準位 2 の統計的重み
  - ・電子が準位 1 から準位 2 へ遷移するときの自 然発光過程の寿命
  - *Δν*: スペットル 線の半値幅に相当する周波数
  - ν: 周波数 (=c/λ)

である.励起によって準位2の電子の数が多くなれば  $\alpha(\nu)$  は負 となり増幅を起こす.  $1 \nu \beta_{ 2 2 2 3 2 \cup U} -$ ずの場合発光領域の幅を dとすれば単位体積あたりに注入される電子の数は J/ed となる. ただし J は電流密度, e は電子の電荷である. 注入された電子 が自然発光過程によって正孔と再結合するために電子の平均寿命 は  $\tau$  であるから伝導帯の電子によって占められている部分が準 位 2 に対応すると考えると  $N_2$  は

で与えられる. ここで  $\eta$  は量子効率を表わす. また充満帯の正 孔で占められている部分を準位 1 と考えれば,正孔は充満帯の電 子によって占められていない状態であるから  $N_1 \approx 0$  となる. イン ジェクションレーザ は一般に図 2.4 に示すような構造であり,共振器 はお互いに平行な平面によって構成される Fabry-Perot 形となっ ている. この Fabry-Perot 共振器の発振条件は

**R**: 反射率

- g<sub>lh</sub>:発振時の誘導放出の利得
- α: 内部損失
- L: 共振器の間隔

である. 誘導放出の利得 g は式 (2.1) で, N1=0 とし, N2 と



Fig. 2.4 Structure of laser diode.

して式 (2.2) を代入して

$$g = \frac{(\lambda/n)^2}{8\pi} \cdot \frac{\eta J}{ed\Delta\nu} \qquad (2.4)$$

で与えられる.したがって発振時の電流密度,すなわち発振開始 電流密度  $J_{th}$  は式 (2.3)と式 (2.4) よって

で与えられることがわかる.以上では  $N_1=0$  としたが,これは 絶対零度でのみ成立するものであるから,一般に温度 T のとき には発振開始電流は

$$J_{lh} = \frac{8\pi^2 e d\Delta\nu}{\eta\lambda^2 (1 - g_2 N_1 / g_1 N_2)} \cdot \left(\alpha + \frac{\ln \frac{1}{R}}{L}\right) \quad \dots \dots \dots (2.5b)$$

となる.

#### 3. 製 法

pn 接合の製作法として最初われわれば拡散法を用いていた<sup>(3)</sup>. この方法は N 形の GaAs 結晶と Zn および As または ZnAs<sub>2</sub> を 石英管中に入れて真空に封じ高温炉で Zn の熱拡散を行ない,結 晶の表面に P 層を形成させるものである. レーザダイオードの PN 接 合面は非常に平 タン であることが要求されるが,拡散法では拡散 温度, Zn および As の圧力が特定の条件でなければ平 タン な PN 接合面が得られない. このため PN 接合近傍の濃度 コウ配の制御 が困難となるなどの欠点がある. また拡散法では結晶として精度 よく平 タン に鏡面研磨仕上げをした ウェファ を使用しなければな らない. 最近拡散法とは別に液相 エピタキシャル 法<sup>(4)</sup>を用いること により非常に平 タン な PN 接合面が得られ,この方法で発振開始 電流密度の低い特性のよくそろった レーザダイオード が得られた.

液相 エピタキシャル 法による PN 接合の製作法は図 3.1 に示すように カーボンボート の一方の端に Ga と GaAs および N 形または







Fig. 3.2 Heating schedule for epitaxial deposit of GaAs from a Ga or a tin solution.

P 形不純物,他方の端に P 形または N 形 GaAs ウェファ をおく. ウェファ は カーボン 棒で動かないようにとめてある.この ボートを水 素炉に入れ図 3.2 に示す熱 サイクル で制御を行なう.まず温度を  $t_1$  分で  $T_c$  まであげる.この間に カーボンボート の低い端に入れて ある Ga 中に GaAs および不純物が溶けこむ.その温度で数分 保って炉を反対に傾けて、Ga 溶液を GaAs ウェファ の上にかぶせ、 炉の ヒータ を切り自然放冷を行なうと、温度が下がるに従い ウェ ファ 上へ溶液中の過飽和となった GaAs が不純物とともに析出し て N 形または P 形の結晶層が形成される.

温度が約 400°C まで下がったあとに  $\pi$ -ト を引き出し溶液中 から ウェファ を取り出して表面についた Ga を除く.  $T_e$  として は 650~900°C, 900°C から 400°C まで下がる時間が約 80 分の ものでは成長層の厚さは 10~125  $\mu$  であった. 図 3.3 にこの方 法で得られた PN 接合面の顕微鏡写真を示す. これは (100) 面 ウェファ を使用したものであるが, 非常に平 タン な接合面が得られ ている. これはおそらく solution front が (100) 面 と一致した 原子的に平 タン (atomic flat) な接合面であると思われる.

N 形不純物として Te を使用した場合 Ga 中に加える量が 0.3 ~10mg のものでは,成長層の接合面近傍の ドナー 濃度として図 3.4 に示すように、 $2 \times 10^{17} - 6 \times 10^{18}/cc$  のものが得られた.図 3.5 は N 形成長層の厚さ方向の ドナー 濃度の分布の一例を示す. こ れらの ドナー 濃度は プラズマ 吸収の測定から決定したものである. Ga の代わりに Sn を使用しても成長させることができる. この 場合 Sn は GaAs 中では ドナー となるから N 層が形成される.  $T_c$  として 650~850°C を選んだ. 成長層の厚さは図 3.5 に示す ように 20~80  $\mu$  であるが,接合付近の ドナー 濃度は  $T_c$  によら ず 6.0×10<sup>18</sup>/cc であった. この値は電圧一容量特性から定めたも のより約 10 倍大きい<sup>(4)</sup>,この相違として後者の場合は成長の際 P 形 ウェファ の一部が少し溶けるため再結晶の際 Sn のほかに Zn も同時に ドーラ されることおよび冷却の際 Zn が N 形成長層へ 拡散するために測定される ドナー 濃度が少なく現れるためと考え られる. 図 3.7 に成長層の ドナー 分布の一例を示す. これは図 3.4 の Te の場合とほとんど同様である.以上は P 形 ウェファ の 上へ N 層を成長させる場合であるが N 形 ウェファ の上へ溶液と して Ga に Zn を入れるか, Sn Zn を入れて P 層を成長させる ことができた.

このまま レーザダイオード を作ると発振開始電流は非常に高いが、 これらの ウェファ をさらに熱処理を行ない P 層の Zn を N 層へ 拡散させて PN 接合の濃度 コウ 配を下げることによって、発振開 始電流の少ないものが得られた.

以上のように液相 エピタキシャル 法によって PN 接合を作りさら に熱処理を行なった ウェファ を P 層および N 層がそれぞれ約 50  $\mu$  になるまで研摩し,よって P 層には金 ニッケルメッキ, N 層には Sn を蒸着合金することによって オーミック 接触を形成させた. こ れを  $\uparrow$  (劈)閉して長さ 100~1,000  $\mu$ , 幅約 100  $\mu$  の素子を作り, PN 接合と垂直な面積の広い面を サッドブラスト した. これを トラッ



図 3 3 液相 エピタキシャル 法による PN 接合の断面図 (×150)

Fig. 3.3 Cross section of GaAs epitaxial laser diode material.



図 3.4 Te のドーピング Fig. 3.4 Doping of Te for epitaxial deposit of GaAs from Ga solutions.



90 (1138)





Fig. 3.7 Distribution of tin in a epitaxial layer.

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965



(a) レーザダイオード
 (b) 連続発振 レーザダイオード
 図 3.8 レーザダイオード
 Fig. 3.8 Laser diodes.

ジスタヘッダ TO-18, または パラクタダイオード 用の ケース を改良した ものに組み立てた図 3.8(a), (b) は連続発振用のため トランジスタ ヘッダ TO-5 上へ銅板を ハンダ付けしその上へ ダイオード を組み立て たものである。

#### 4. 特 性

## 4.1 実験装置,実験条件

測定装置の構成を図4.1に示す.発光スペクトルの測定には Jarrel Ash 82000 モノクロメータ,光検出器は「ライアイスで冷却した Dumont 6911 光電子増幅管を用いた. 励起用の電源はパルス幅 0.3 µs,繰り返し 125~1,000 cs 電流値 0~60 A のパルサ,また は DC 電源である. パルサの電流波形,光電子増倍管の出力はシ ンクロスコーラで同時に観測した.また光電子増倍管の出力の積分値 の測定には直流電圧計を用いた. 測定は液体窒素または「ライアイ スを入れたアセトンに浸すか,室温で行なった.

4.2 発光出力,発光スペクトル

レーザダイオードの順方向へ電流を印加すると発光を起こす. 電流 が少ない間は発光は液体窒素温度では中心波長 8,400~9,000 Å, 半値幅 100~200 Å, 室温ではそれぞれ 9,000~10,000 Å, 200~





300 A の スペクトル 分布を示す (図 4.2). 電流が増大すると発光 出力は電流に比例して増大し,中心波長はやや短波長側へずれ半 値幅は少し狭ばまる.ある電流値以上になると Fabry-Perot 共振 器を形成する平行平面と垂直な方向の発光強度が急激に増加し レ ーザ発振を起こす.図4.3 に液体窒素中における発振波長付近の スペクトル 分布の一例を示す.電流が発振開始電流(*I<sub>th</sub>*)0.9 A よ り小さいときは等間隔にほとんど同じ発光強度の スペクトル 線が見 られるが,電流が 0.9 A になるとこれらのうちの一つの スペクトル 線の強度が急激に増加し発振を起こす.さらに電流が増すといく つかの スペクトル 線で発振が起こる.これらの スペクトル 線の間隔は Fabry-Perot 共振器の間隔が *L* の場合

で与えられる. この ダイオード では  $L=603 \mu$ ,  $\lambda=8,430$  Å であり  $d\lambda$  の実測値は 1.4 Å であるから  $n-\lambda \frac{dn}{d\lambda}=4.2$  となる. この値 は M. I. Nathan らによって得られた値とよく一致している<sup>(5)</sup>. い ったん発振を起こすと再結合時間が非常に短くなるために スペット  $\nu$ 線の位置は電流が増加しても変化しない. 室温においても同様







図 4.4 室温における スペクトル 分布 (I<sub>f</sub>=30 A) Fig. 4.4 Spectrum of a Fabry-Perot diode above threshold at room temperature.

91

図 4.5 発光 エネルギ の温度変 化 (一番上の実線は禁制帯の 幅の温度変化を示す) Fig. 4.5 The position of the coherent output just above threshold.



図 4.6 発光強度の電流依存性 Fig. 4.6 Variation of the output with current.



図 4.7 発振開始電流密度の温度依存性 Fig. 4.7 Variation of threshold current with temperature.

な スペクトル 分布を示す (図 4.4). 室温における発振波長は液体 窒素の場合より長波長にずれている. この ズレ は禁制帯の温度変 化によく一致している (図 4.5).

図4.6は発振波長付近の8A 以内に入ってくるスペクトル線の 発光出力の電流依存性の例を示す.電流が $I_{th}$  に達すると急激に 発光出力が増大している.この $I_{th}$  は温度が高いほど増加してい る.この発振開始電流 $I_{th}$  の代わりに発振開始電流密度 $J_{th}$  を温 度の関数として描くと図4.7の結果が得られる.これからわか るように $J_{th}$  (または $I_{th}$ ) は温度の指数関数となっている.以前 の報告では温度が 50°K 以下では $J_{th}$  (または $I_{th}$ ) は温度が上昇 してもほとんど増加しないが 100°K 以上では温度の2.5~3 乗 に比例するといわれている<sup>(8)</sup>.この相違は発光領域におけるド - 濃度に関係しているものと思われる.これについて5章で詳細 に議論する.

#### 4.3 不純物濃度の影響

PN 接合の不純物濃度分布によって発振波長,発振開始電流密度 Jth は異なる. 液相 エピタキシャル 法によって P形 ウェファ の上 へ N 層を形成させ,熱処理して作った レーザダイオード の液体窒素 温度における発振波長,発振開始電流の ドナー 濃度依存性につい てそれぞれ図4.8,4.9 に測定結果を示す。これから ドナー 濃度が大きいものほど発振波長は長くなっている. これは ドナー 濃



図 4.8 N 形不純物濃度と発振波長 (77°K) Fig. 4.8 Variation of laser wavelength with donor concentrations.



図4.9 発振開始電流のドナー 濃度による変化 Fig. 4.9 Variation of threshold current with donor concentrations.

度が大きいほど禁制帯の幅が狭くなることを示し、この効果は約 $1 \times 10^{18}$ /cc 以上では著しい。また  $J_{1h}$  はドナー濃度の低いものでは  $\sim 3,000 \text{ A/cm}^2$  であるが、ドナー 濃度が高くなれば  $\sim 1,000 \text{ A/cm}^2$  となりはなはだ低くなっていることがわかる。以上の測定に使用した  $g/_{7-F}$  の共振器の長さは約 $500 \mu$  のものである。次節に述べるように発振波長、 $J_{1h}$  は共振器の長さによって変化する。

#### 4.4 共振器の長さの影響

PN 接合の製作法が同じであれば共振器の長さ Lが大きいほど 反射損失が小さくなり  $J_{th}$  は減少する。 $J_{th}$  は 1/L と直線関係 になることが知られている。この実験結果は式 (2.3) で

g<sub>th</sub>=βJ<sub>th</sub> .....(4.2) で表わされることを意味する. これから

$$J_{th} = \frac{1}{\beta} \left( \alpha + \frac{\ln \frac{1}{R}}{L} \right) \qquad (4.3)$$

となる. すなわち式 (2.5) が成立する.

図4.10 にわれわれの実験結果を示す. この試料は 5×10<sup>17</sup>/cc の Te を含む N 形 ウェファ へ Sn に小量の Zn を加えた溶液中 で P 層を成長させたものである。ドナー 不純物濃度が少ないため  $J_{th}$  は少し高くなっているが 1/L と直線関係が得られている。図 4.11 に発振波長と L の関係を示す. L が短いほど発振波長は短 波長へずれている。一度発振が起こると発振波長は電流によって ほとんど変化しない. 以上のことから L の異なる ダイオード で  $J_{th}$  と発振波長を調べることにより stimulated emission の電流

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965



図 4.10 共振器の長さの発振開始電流に及ぼす影響 Fig. 4.10 Threshold current density as a function of reciprocal length at 77°K.







図 4.12 発光 エネルギ の電流密度依存性 (77°K) Fig. 4.12 Variation of stimulated and spontaneous emission with current density.

密度依存性を知ることができる. 図 4.12 にこの stimulated emission, すなわち発振波長の電流密度依存性を示すとともに spontaneous emission の  $\ell-\rho$  の電流密度依存性も示す. この spontaneous emission の  $\ell-\rho$  の電流依存性は同じ  $\sigma_{x77}$  から 共振器構造になっていない ダイオード を作って調べた. 図 4.12 からわかるように stimulated emission は *L* の長い試料では spontaneous emission の  $\ell-\rho$  より長波長側で起こり, *L* が短 くなるほど  $\ell-\rho$  付近で起こっている.

#### 4.5 連続発振

Ga 中に Te を小量加えた溶液中で P 形 ウェファ の上へ液相成 長させたものから作った ダイオード は液体窒素中で連続発振を起こ した. この ダイオード は共振器の長さが 290  $\mu$ , 幅 120  $\mu$  であり 図 3.8 に示したように銅板上へ組み立てたものである. この ダ イオード の  $J_{th}$  は  $\mathcal{R}_{\mu\lambda}$  測定では 0.34 A であったが, 直流測定で は温度上昇のため 0.6 A に増加した. 発振波長は  $\mathcal{R}_{\mu\lambda}$  の場合 8,530 A であったが互流の場合は温度上昇のため長波長側  $\sim z_{\nu}$ 8,580 A であった.

#### 5. 考 察

#### 5.1 発振開始電流密度の温度変化

われわれは4章で発光領域の「t- 不純物濃度の多い試料では $J_{th}$  は温度の指数関数になることを示した。われわれはこの実験結果について解析を行なった結果、次のように解釈できるものと思われる。

ドナー 不純物濃度が多い場合は,格子による周期 ポテンシャル が 乱されるため,伝導帯の底に新たに電子の占めうる許容状態がで きる<sup>(8)</sup>. この状態密度は近似的に

で表わされることが知られいてる. 温度が  $0^{\circ}$ K のときはこの状態密度が電子によって  $\mathbf{I} \star \mathbf{l} \mathbf{r} \mathbf{E}$  のところまで占められ,  $\mathbf{E}$  以上の状態はまったく電子によって占められていない. 今発光領域が P 領域にあると仮定し, その幅を d とする. 電子が  $E_L$  のところまで注入されたとき, 十分内部の損失に打ちかつだけ反転分布が形成され  $\iota$ -ザ 発振を起こすものとすると, spontaneous emission の寿命  $\tau$  は  $\mathbf{I} \star \mathbf{l} \mathbf{r}$  に関係しないとして  $0^{\circ}$ K における発振開始電流密度は次式で与えられる.

$$J_0 = \frac{ed}{\eta \tau} \int_{-\infty}^{E_L} \rho(E) dE = \frac{edE_0}{\eta \tau} \rho_0 \exp\left(\frac{E_L}{E_0}\right) \quad \dots \dots \dots (5.2)$$

ここで n は量子効率を表わす.次に温度が  $T^{\circ}$ K の場合を考える. この場合伝導帯中の電子で  $E_L$  付近の  $I \neq l \neq T^{\circ}$ K の場合を考える. この場合伝導帯中の電子で  $E_L$  付近の  $I \neq l \neq T^{\circ}$ を持つ電子は温度によって乱され一部は  $E_L$  より少し大きい  $I \neq l \neq T^{\circ}$ を持つようになる. 温度によって乱される電子は  $E_L$  より kT だけ低い電子までであるから,ふたたび  $E_L$  の位置で発振が起こるためには

$$J_1 = \frac{ed}{\eta \tau} \int_{E_L}^{E_L + kT} \rho(E) dE$$

だけさらに電流を流して電子を注入する必要がある。したがって 温度 T における発振開始電流密度  $J_{lh}$  は

$$J_{th} = J_0 + J_1 = J_0 \exp\left(\frac{kT}{E_0}\right)$$
 .....(5.3)

で与えられる. これによって実験結果を説明することができる. なお注入 レベル  $E_L$  は4章の実験結果からわかるように共振器の 長さ L にも関係している. この解析では温度が上昇しても発振 を起こす レベル  $E_L$  が変わらない. すなわち内部損失は変化しな いと考えた. われわれの場合発振  $I \neq \mu f$  の温度変化は禁制帯の 幅の温度依存性とよく一致しており,内部損失は温度にほとんど 関係しないと考えてもよいと思われる.

#### 5.2 共振器

われわれが使用した共振器は 2 面  $\wedge$  井 開の Fabry-Perot 形で あるが、PN 接合面と垂直な他の一組の平面も  $\wedge$  井 開を利用して光 学的に平行とした 4 面  $\wedge$  井 開の共振器を作ることができる. この 4 面  $\wedge$  井 開によるものでは 2 面  $\wedge$  井 開のものより  $J_{th}$  が低くかつ 発振波長は spontaneous emission の  $\ell$ -2 の長波長側で起こる. この結果は 4.4 節の実験結果より説明することができる. すなわ ち4面 ヘ # 開による共振器では長さ L が等価的に長くなり、したがって反射損失が小さくなるためと思われる.

## 6. む す び

以上 GaAs レーザ についての実験結果と、2,3 の考察につき述 べた.

PN 接合の製作法として従来の拡散法の代わりに液相  $r\ell_{S}=>+$   $\nu$  法を用いることによって液体窒素温度以上では従来のものより 発振開始電流の低い,特性のよくそろった b-ij オードの製作が できるようになった.そのため室温における発振も容易となり, 液体窒素中に浸すことによって連続発振も可能となった.この液 相  $r\ell_{S}=>+\nu$  法では比較的簡単にはなはだ平  $s_{2}$  な PN 接合面 が得られ,これは成長条件によってほとんど影響されない.また PN 接合部の濃度 コウ配は液相成長を行なった  $b_{2,7,7}$  を熱処理す ることによって簡単に制御できる.この熱処理によって pn 接合 面は N 領域に少し移動するが高温で長時間処理しない限り, PN 接合面の平  $s_{2}$  性は保たれる.これに対し Zn による拡散法の場 合には拡散時間,拡散温度および Zn と As の蒸気圧が特定の条 件でなければ平  $s_{2}$  な PN 接合面が得られない.したがって拡散 法の場合は濃度 コウ配の制御が非常に困難であるという欠点をも っている。

高温における発振が容易であるためには発光領域におけるドナー 不純物濃度が相当多いことが以上の実験結果および発振開始電流 密度の理論的な解析によって明らかとなった.連続発振は現在の ところ液体窒素温度まで実現されているが PN 接合の不純物分布 の制御によってさらに高温でも可能となるものと思われる, (昭 40-7-16 受付)

#### 参考文献

- M. I. Nathan et al: Appl. Phys. Lett. 1, 62 (1962)
   R. N. Hall et al: Phys. Rev. Lett. 9, 366 (1962)
   T. M. Quist et al: Appl. Phys. Lett. 1, 91 (1962)
- (2) 須崎ほか: 電通学大会(昭 38)
   岡田ほか:「東芝レビュー」18,920(昭 38)
   成田ほか: 量子 エレクトロニクス 研究会(昭 39 年 5 月)
- (3) 須崎ほか: 量子 エレクトロニクス 研究会(昭 39 年 5 月)
- (4) H. Nelson: RCA Review 4, 603 (1963)
- (5) M.I. Nathan: Phys. Rev. Lett. 11, 152 (1963)
- (6) G. Burns et al: Proc. IEEE, 51, 947 (1963)
   W. E. Engeler, M. Garfinkel: J. Appl. Phys. 34, 2746 (1963)
- (7) M. Pilkhun et al: Proc. IEEE, 51, 1243 (1963)

二三一 最近における社外講演 一覧 二二二

年月日	主催または開催場所	演 題	講 演 者	所属場所
39- 9-28	規格協会	運搬管理 セミナ「運搬管理の問題点」	奈川敏雄	中央研究所
39- 9-28	高分子学会	絶縁紙の電気的性質と水分	石井飯次	中央研究所
39- 9-28	分析化学会	鋼中の ニオブ の抽出分離定量	今村 孝	中央研究所
39- 9-28	分析化学会	液状陰 イオン 交換体による ニッケル 地金中の 鉄 コパルト の同時定量	出水通之帧	中央研究所
39- 9-28	分析化学会	液状陰 イオン 交換体の ペーパクロマトグラフ への 応用	小卷仁	中央研究所
39- 9-29	分析化学会	1-(2-ピリジァジ)-2-ナクトールによる微量鋼吸光 々度定量	街山一男	中央研究所
39- 9-30	情報処理学会数值解析研究会	最大原理	国方敏行	中央研究所
39-10- 1	原子力計測制御懇談会	フランス における原子力事情調査報告	岸田公治	伊 丹
39-10- 2	電子協	ALGOL コッパイリッグ 基礎言語	首藤 勝	中央研究所
39-10-4	金属学会	NbSn 系超電導物質の研究 (1)	石原克己	中央研究所
39-10- 4	金属学会	超電導材料 Nb-低 Zr 合金の研究	石原克己	中央研究所
39-10- 5	物理学会	β-SiC 単結晶の電気的性質	香崎銀博	中央研究所
39-10- 5	物理学会	SiC の不純物の E.S.R.	河野慶三	中央研究所
39-10- 5~6	尼崎消防局	放射線について	宫下恭一	中央研究所
39-10- 6	物理学会	低磁場における Oberhauser 効果	下地貞夫	中央研究所
39-10-7	大阪科学技術センター	コンピューティングロガ	浜岡文夫	鎌 倉
39-10- 8	物理学会	BaTiO <sub>3</sub> 蒸着膜の誘電時性質	植松滋幸	中央研究所
39-10- 9	物理学会	半導体検出器の y 線に対する波高分布の モ ンテカルロ 計算(II)	田村坦之	中央研究所
39-10- 9	物理学会	プレーナ 形半導体放射線検出検	須川嘉幸	中央研究所
39-10- 9	物理学会	Li Fuor 形半導体放射線検出器	高田守	中央研究所
39-10-9	物理学会	光学整列 Rb の ゼーマンサブレベル 分布	安東滋	中央研究所
39-10- 9	京都市	資材,購買,在庫管理	山口孝逸	伊丹
39-10-10	物理学会	Mitsubishi 35MeV 🔨 🖵	高倉康一	中央研究所
39-10-10	物理学会	Mitsubishi 35MeV Flux-Forced, Field-Biosed Betat-ron	田中修	中央研究所

# III-V 族化合物半導体単結晶

藤林肇次\*·奥 泰二\*·八原俊彦\*·岡田和夫\*·西面宗男\*

## Single Crystals of III-V Compound Semiconductors

Keiji FUJIBAYASHI · Taiji OKU · Toshihiko YAHARA

Central Research Laboratory

Kazuo OKADA · Muneo SAIMEN

Recently the importance of III-V compound as the semiconductor device material has become conspicuous. An apparatus and procedures employed for the N and P-type GaAs crystal growth by the Bridgman method are found successful in the production desired. The floating zone method for the purification of GaAs crystal is also proved satisfactory. The conditions for the single crystal growth of InP by the Bridgman method and the relation of the electrical properties with the crystal growth conditions are investigated. The effect of doping with arsenic and the improvement of the electrical properties of undoped InP crystals by heat treatment are also discussed. The effects of lattice defects on the electrical properties of InP crystals is suggested.

## 1. まえがき

いわゆる III-V 族化合物半導体とは周期表中の III 族元素と V 族元素とからなる金属間化合物のうち、半導体的性質を示すもの の総称であり、その代表的なものとしては GaP, GaAs, GaSb, InP, InAs, InSb などがあげられる。表 1.1 に代表的な III-V 族 化合物半導体の主要な物理的性質を示す.<sup>(1)</sup>

これらの化合物が半導体的性質を示すことは、かなり古くから 知られていたが,半導体素子の材料としての結晶製作技術や,半導 体素子の製作技術は InSb などの少数のものを除いては Ge, Si な どの IV 族元素半導体に比べて、かなり遅れた段階にあった。一 般に III-V 族化合物の多くは Ge, Si に比べて単結晶製作および 精製がむずかしく,複雑な結晶製作装置と製作技術が必要である. III-V 族化合物半導体の電子装置への応用は、最初は InSb, InAs, など電子移動度の大きい結晶が、ホール素子または磁気抵抗素子 に用いられた、一方 P-N 接合素子の材料としての III-V 族化合 物半導体については、表1.1に見られるように、InSb, InAs な どは禁止帯幅が小さいので特殊な用途以外には実用性が乏しい。 一方 GaAs, InP, GaP などは禁止帯幅が Si より大きいので, P-N接合材料としての実用的価値が大きいものと考えられた、こ れらの化合物中では GaAs が最も結晶製作が容易であり、InP や GaP は単結晶製作がかなり困難である、これらの化合物の結晶製 作に伴う困難を克復するために、 ブリッジマン 法、 引上法、 浮遊帯 法,温度 コウ 配冷却法,気相成長法などが試みられた結果,良好 な電気的特性を持つ,大きな単結晶が得られるようになり,いろ いろな P-N 接合素子が作られた.

#### 表 1.1 III-V 族化合物の物理的性質<sup>(1)</sup> (融点以外は室温における値)

物質	融 (°C)	禁止帯幅 (eV)	電子移動度 (cm <sup>2</sup> /sec)	正孔移動度 (cm <sup>2</sup> /sec)	時電率
GaP	1,467	2.24	7,100	150	-
GaAs	1,238	1.43	8,500	435	11.6
GaSb	706	0.67	2,500	1,420	15.2
InP	1,058	1.26	4,500	1.50	10,9
InAs	942	0.36	27,000	450	11.6
InSb	530	0.18	77,000	700	16.8
Si	1,417	1.11	1,300	500	11.7
Ge	937	0.67	3,800	1,820	16.3

\*中央研究所

Ge, Si と比較してこれらの半導体の特長とする点は,

(1) 電子易動度が概して大きく,

 (2) 少数例を除いては電子伝導帯の最低 エネルギ 点が ブリルア ン帯の中央にあり、いわゆる direct band gap を持ち、

- (3) 誘電率はやや小さく,
- (4) piezoelectric である、などである.

GaAs の パラクタ・タイオード は上記(1)(3) を活用し, 超高 周波での テイ(通)倍, 増幅用素子としてすぐれた性質を持って いる. また(2)の性質により電子-正孔対の再結合は 直接結合 過程である. この性質は GaAs InP などの半導体 レーザ に用い られる. GaAs の トンネル・ダイオード は超高周波発振が可能である といわれている. 最近 Gunn<sup>(2)</sup>の発見した N形 GaAs, InP の 強電界の発振現象は P-N 接合によらない結晶の性質に関係した ものである.

ここでは ラリッジマン 法および浮遊帯法による GaAs 単結晶の 製作, ラリッジマン 法による Inp の単結晶製作および得られた結晶 の諸特性,不純物の影響などについて述べる.

#### 2. 結晶製作法の原理

GaAs, InP は他の III-V 族化合物の多くと同じように高温で 分解しやすい. すなわちこれらの化合物は、Stoichiometric な組 成 (Ao.5 Bo.5) を持つ化学的に安定な結晶を作るが、融点付近に おいては V 族成分 (As, P) の蒸気圧が非常に高くなり、これら の成分が気化してIII 族成分 (Ga, In) 過剰の融液となる傾向があ る。

今 GaAs 結晶と融液(組成 Ga<sub>1-x</sub>As<sub>x</sub>) および一定圧力の As 気体とが、温度 T<sup>o</sup>C において熱平衡しているとき、系の状態は As Eまたは融液組成 パラメータ x を指定することにより定められ る. 温度 T は、この組成の融液からの結晶析出温度で、x=0.5において最高値 1,238°C をとり、この値が結晶の融点に相当する。 融液の分解圧は x が増加するにつれて急激に大きくなる、x=0.5に対応する分解圧は約1気圧である。InP では融点は 1,058°C で あり、これに対応する分解圧は約21気圧である。ブリッジマン 法、 引上法、および浮遊帯法などでは通常ほとんど Stoichiometric な 融液(x≈0.5)から結晶を成長させる。融液組成、結晶成長温度な どの条件を一定に保つためには、通常 As または P の蒸気圧の制 御が行なわれる. GaAs の場合について述べると、系を少量の As と共に閉じた容器中におき、容器温度を適当に上げると過剰のAs は容器中の最低温度部分に析出し、系の平衡 As 圧は析出した As の温度  $T_{AS}$  における As 飽和蒸気圧に等しくなる. 融液組成を x=0.5 に保つために必要な  $T_{AS}$  は約 605 °C, InP では x=0.5に対する  $T_P$  は約 550 °C である. 容器は高温に耐え、しかも系 を汚染しないことが必要である. GaAs, InP では石英管を封じ て用いる.

## 3. GaAs 単結晶

#### 3.1 ブリッジマン法結晶

## 3.1.1 結晶製作装置

ラリッジマン 法による GaAs 単結晶製作のために、われわれが用 いた装置は当社名古屋製作所で製作されたものである。図3.1 に装置の外観を示す.この装置の主要部分はこの抵抗炉、炉心管 とその支持台および炉駆動装置制御盤である。炉の構造および温度分 布を図3.2に示す.二つの炉 Fa および Fb はそれぞれ熱電対 TCa および TCb によって制御される。二つの炉の上部から中心 部に向って、結晶成長状況を観察するための細長い ノジキ 窓が開 けられている。炉心管にもこれに対応する部分に長い スリット が 設けられている。炉は カンタル 線抵抗炉であり、3 個の部分に独 立に巻かれた発熱体をもつ、炉の温度は PID 制御により、検出







図 3.2 ブリッジマン 法結晶製作装置の概要と炉温度分布 Fig. 3.2 Schematic diagram of the Bridgman furnace. 端における温度変動をおのおの  $\pm 0.5$  °C 以下にすることができ る. 炉の駆動は 5~6 mm/h の範囲で連続可変である. GaAs 結 晶の製作の手順は,最初,石英管中に GaAs 結晶または Ga お よびやや過剰の As を入れた石英 ポートを封入して,図中に示さ れた位置におき,所定の温度に上げると ポート 中に Ga-As 融液 ができる.石英管中の最低温度点は熱電対 TCa 付近にあるので, 過剰の As はこの部分に析出し,石英管内の As 圧はほぼ1気圧 に保たれる. この状態で炉を矢印方向に引張ると ポート の一端 a から GaAs 結晶が成長する.

#### 3.1.2 結晶成長

Ga および As から GaAs 結晶を製作する場合,使用する Ga および As の純度はできるだけ高いことが望ましい.現在市販さ れている Ga および As の純度はそれぞれ 7-ナイン および 6-ナイ ン程度である。分光分析による不純物は Ca, Cu, Fe, Mg, Si など で,その含有量は 0.1 ppm 程度またはそれ以下である。

前項で述べた石英管は中央に薄い隔壁を設け、二つの小室をそれぞれ独立に封じ切りできるようにしてある。結晶成長時における石英管の内外圧力差はほとんどないので、石英管肉厚はあまり 問題ではないが、石英の質には留意しなければならない。石英ポ −ト 内壁は透明石英のままのもの、サンドプラストしたもの、さらに その上に カーボン を被覆したものについて実験した結果、第2の 場合が適当であることがわかった。石英ポート および石英管内壁 は融液またはガスと接触するので、不純物汚染を避けるために酸 性液に浸 セキ した後洗浄し、さらに 1,000 ℃ 以上の温度で脱 ガス 処理する。封入は一方の小室に Ga を入れた ポート を、他の小室 に As 塊および石英小片をおき、真空にして封ずる。As および Ga 表面はしばしば酸化層でおおわれているので、真空加熱する ことによってこれらの酸化物を除くことが必要である。封入後隔 壁を破るには封入した石英片を動かして行なう。

石芙管を炉心管中所定の位置におき,炉温度を所定値まで上げ ると、Ga は As 蒸気とすみやかに反応して Ga-As 融液になる 炉の引張速度は普通 18-20 mm/h である、結晶成長状況の肉限に よる観察は適当な成長条件を設定するのに不可欠である、結晶が 多結晶化するときは、しばしば結晶表面に特有の パターン が発生 する、融液面が振動するのは As 圧の変動が大きいとき、As 圧 が高過ぎるとき、成長速度が大き過ぎるときに多い、

結晶成長において最も重要な因子は炉の温度制御である。炉温 度分布の満たすべき条件は,

(1) 結晶成長面付近での温度 コウ 配が適当であること,

(2) 高温部の温度分布はできるだけ平 タン で最高温度と融点 との差は小さいほうがよい、

(3) As 圧制御炉 Fa の温度分布は広い範囲にわたってほぼ 平9つ であること,

(4) 二つの炉の中間には As 圧制御点より低い温度の部分が できてはならない、などである.

これらの要求を満足するためには、図3.2のような温度分布 が適当であることがわかった。結晶成長面における温度 つう配は 4-5 °C/cm,最高温度は 1,250-1,260 °C である。炉 Fa の温度平  $3 \circ$  部は、ある程度温度 つう配をつけておくと As の析出点が一 定して As 圧制御につごうがよい、As 圧制御温度、 $T_{AS}$  の設定 については最適値  $T_0^{\circ}$  が存在し、 $T_{AS} < T_0$  なるときは Ga 過剰 となる。いずれの場合にも結晶成長により偏析を生ずる。これら の成分の偏析により As 気 ホウ (泡) または Ga の inclusion な

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

96 (1144)

どができ、結晶の品質が悪くなる. また双晶境界その他の結晶粒 界が多く発生する場合もある. TASが To に近いときには、結晶 成長速度を相当速くしても結晶はほとんど単結晶になる. 最適温 度の絶対値は As 表面と熱電対との間に生ずる温度差がわからな いので、600℃の近傍にあることだけしかいえないが、最適温度 範囲の幅は10℃あるいはそれ以下であるといえる.

次に、As 圧制御温度の変動は系の As 圧の変動を生ずる、結 晶成長時における融液の観察によると、炉温度が急激に変動する 場合,液面に気 ホウが発生したり,液面が振動したりする.いず れも As 圧変化による As 気 ホウ の消長によるものである. 正 常な成長条件では As 圧制御温度の変動は ±0.5℃ 以下であり、 この場合にはあまり問題はない、高温部制御温度の変動もまた結 晶成長に影響を与えることは Te を ドープ した結晶の赤外顕微鏡 像に見られる成長 シマから推定できる。結晶成長速度が速いと、 成分偏析効果によ結晶粒界の発生などが起こりやすいので、結晶 成長速度を小さくすることが望ましいが,ボートからの不純物汚染 を避けるためには結晶成長に要する時間が短かいほうがよいので、 あまり引張速度を小さくすることはできず、前記の18-20 mm/h の値がほぼ妥当と思われる.

#### 3.1.3 結晶特性

われわれの装置で製作される結晶は標準約50g である.結晶が単結晶であるかどうかは、 取り出 した結晶の観察によってもほぼ判定することがで きる. 表面に エッチング または サンドブラスト を施すと 結晶粒界が非常に見やすくなる。よい結晶ではほ とんど全部にわたって結晶粒界が認められない. 時として結晶底面に小角度粒界の多発を見るが、 その多くは底面から 1mm 以内に 限られている. しばしば結晶上面に規則的な パターンができる が、これは結晶の完全性には関係していないと思 われる.結晶の一例を図3.3に示す.

電気的性質の測定は結晶から切り出した ウェファ







図 3.4(a) N-形 GaAs 結晶の電 子濃度の温度依存性

of boat-grown N-type GaAs crystal.



図 3.5 GaAs 中の Te の偏析 Fig. 3.5 Segregation of Te in a boatgrown GaAs crystal.

から超音波加工機で打ち抜いた試料について ホール 係数および比 抵抗の測定を行なう.図3.4に典型的な測定結果を示す。不純物 を ドープ しない場合には結晶のほとんどが 電子濃度 1~5×10<sup>16</sup> cm<sup>-3</sup>のN形結晶になる. このような結晶の電子移動度は室温に おいて5,300~6,300cm<sup>2</sup>/V·sec であった. Ehrenreich<sup>(3)</sup>らの計算と 比較すると電子濃度が 1×10<sup>16</sup>cm<sup>-3</sup> 以上の結晶では Charge compensation の割合は小さいといえる。一方電子濃度が 10<sup>16</sup>cm<sup>-3</sup> 以下の結晶では電子移動度が 5,000cm<sup>2</sup>/V・sec 以下で明らかに アク セラタ による Conpensation の影響が見られる. ドナー 不純物にい ては従来報告されているように, ボートから汚染した Si 不純物 が大きい部分を占めていることは、結晶成長時間を長くすると電 子濃度が増加することからも推察される.

GaAs に対する ドナー 不純物としては. S, Se, Te, Sn, Ge, Si, などがあるが, われわれはおもに Te を用いた. 少量の Te を As とともに封入する.結晶成長に対する As 添加の影響は、Te 不純物濃度が小さいときは問題にならないが、Te 不純物濃度が 5×10<sup>18</sup>cm<sup>-3</sup> 以上になると多結晶ができやすい. 9 mg の Te を ドープした結晶について、 試料全長にわたり 電子濃度の分布を測 定した結果を図3.5に示す. この データから GaAs 中の Teの 偏析係数の値として 0.27 を得た. これは Weisberg<sup>(4)</sup> の報告し

た値0.3とほぼ一致する.

結晶中の電子濃度の均一性を調べることは、 結晶の素子への応用において重要な意味をも つ. 電子濃度の局所的な測定のために自由電 子の赤外吸収を利用する方法を 試みた.図 3.6に示したように,光学顕微鏡に石英レン ズ系と GaAs フィルタ を用いた波長 1~2 $\mu$ , 直径 300 μ の赤外 ビーム で結晶 ウェファ を走査 する. 透過光の検出は PbS tu を用いた ホール 係数測定により 電子濃度の 知られてい る試料についての赤外吸収率は, Spitzer ら<sup>(5)</sup> の赤外吸収係数の データ から計算した値とよ く一致することを確かめた、この方法では試 料の厚さの制限があるため3×10<sup>17</sup>~1×10<sup>10</sup>c m<sup>-3</sup>の電子濃度の試料に適している. Te を 1~5×10<sup>18</sup>cm<sup>-3</sup> 程度 ドープ した結晶の結晶 Fig. 3.4(a) Temperature depende- 成長方向に垂直な面内での赤外吸収測定によ nce of the electron concentrations ると、電子濃度が 5×10<sup>18</sup>cm<sup>-3</sup> 以上になると



Fig. 3.6 Schematic diagram of the electron density measurement by a infrared freecarrier absorption method.





Fig. 3.7 Electron concentration and mobility of boat-grown N-type GaAs crystal at 300°K.

面内の電子濃度分布がかなり不均一になることが明らかになった、 これには結晶成長面方向に依存する異常偏析効果も関係している ようである.このほか,赤外顕微鏡による観察において,結晶成 長面に平行で等しい間隔をもつ多数の濃淡 5マが認められること がある.これは炉温度の変動によるものであろう、電子濃度と常 温における電子移動度との関係は図3.7に示すとおりである.

GaAs の アクセラタ 不純物としては Zn, Cd などがあるが,わ れわれは Zn を用いた. Zn は As と反応して化合物をつくるの で Zn 金属片を Ga とともに ポート に入れておく. 結晶の正孔濃 度の分布は比較的偏析が少なく, Zn の偏析係数は約0.01 と計算 された. 常温における測定によると,正孔濃度 1.2×10<sup>10</sup> cm<sup>-3</sup> の GaAs 単結晶の移動度は 81 cm<sup>2</sup>/V・sec で従来の報告とほぼ一致 する.

#### 3.2 浮遊帯法結晶

#### 3.2.1 結晶製作装置

われわれの用いた装置は当社名古屋製作所および無線機製作所 において製作されたものである.装置は図3.8に示されるよう に,試料支持回転機構と上下二つの抵抗炉を含む引上げ装置と高 周波加熱装置からなる.GaAs インゴットとAs とを封入した石英管 は上下端で支持され回転を与えられる.回転速度の範囲は0.6~6 rpm である.一方高周波加熱用 コイル および二つの炉は同一の 支持台上に固定され,支持台の上下運動により試料の浮遊帯溶融 が行なわれる.上下方向の移動速度は30~300 mm/h である.二 つの炉は石英管温度制御のためのもので独立に温度制御ができる. 上側の炉の下部と下側の炉の炉の上部にはそれぞれ補助 ヒータ が



図 3.8 GaAs 浮遊帶法結晶製作装置 Fig. 3.8 The floating-zone apparatus for the refining and the growth of GaAs crystals.

設けられ,温度分布を調節するようになっている.

#### 3.2.2 結晶成長

GaAs インゴット は均一な直径約6mm の棒に成形し、上下端を ほぼ同径の石英製 ホルダー にそう入して石英 ピン で固定する、石 英管の処理, As の添加などは ブリッジマン 法の場合とほとんど同 じである. GaAs の浮遊帯法は Si の場合に比べて困難な点が多 い. 石英管の温度制御は石英管が中間で炉から露出しているので、 この部分での温度分布が問題になる. 結晶成長時における石英管 壁の温度は高周波加熱による インゴット の浮遊帯およびその近接部 からの熱放射, 管内 ガスによる熱伝導と外部への熱放散とのつり あいによって定まる、石英管の直径はできるだけ小さくし、上下 炉の補助 ヒータ によって炉の温度分布を調節し、また石英管外部 に熱 シャヘイ を設けて放射と対流による冷却を防ぐなどの方法を 講じてある.

GaAs の比重は 5.3 で Si に比べて大きく,表面張力も小さい ので、結晶の直径は6mmより大きくすると浮遊帯が不安定にな る、これに対する浮遊帯の幅は 3~4mm が適当である、このよ うに狭い範囲に高周波電力を集中するためには高周波 コイル もま た直径を小さく、しかも偏平にする必要がある。われわれの場合 では石英管外径18mm, コイルは3重渦状をなし、内径約20mm である。3.1.2項で述べたように 融液組成が As 過剰 である場 合, As の偏析による気 ホウ の発生により浮遊帯の振動が生じ, 著しく不安定になる、とくに引上速度が速いときこの傾向が顕著 である。このため融液組成はややGa 過剰になるように As 圧制 御温度を少し低くとるほうがよい. As 圧は下側の炉で定められ, 上側の炉は As 析出を防ぐため約 750 °C に制御してある。一方 As 圧が低いと多結晶が生じやすくなるが、この傾向はブリッジマン 法の場合ほど顕著ではない、これは融液が器壁に接触しないため と考えられる、引上げ速度はかなり大きくしてもよく、普通30~ 50mm/h である。結晶の精製はなんども浮遊帯を通過させて行な うが、繰返し浮遊帯を通すうちに結晶の形がくずれて安定な浮遊 帯ができなくなることが多い、適当な条件下において数回連続し て浮遊帯溶融精製を行なうことができる.

もう一つの問題は石英管壁の汚れである.結晶成長を行なって いる間に石英管内壁は金属状の薄膜におおわれてくる. 繰返し浮 遊帯を通すと膜が厚くなり石英管の透明度が急激に低下し,つい には溶融部も見えにくくなるときがある. この現象は GaAs の気 相反応による輸送によるものらしく,管内残留 がえを注意して除 去すると相当軽減できる.

#### 3.2.3 結晶特性

図3.9は得られた単結晶試料の例である、結晶が均一な直径を 持たないとき、表面に不規則な シマ模様が現われているときなど は多結晶である、結晶粒界はかなり小さく、結晶成長方向に沿っ て細長く延びていることが多い、

C I		$u \in \mathbb{R}$	12 100 - 7	-	a i.
-		114210			-
. 1	ŧ.	1	*	ŝ	6
		÷.	£ ]	<u> </u>	1 1 1 1 1 1 E7-410

図 3.9 GaAs 浮遊帯法単結晶 Fig. 3.9 A GaAs single crystal grown by the floating-zone method.

電気的性質の測定は結晶の直径が6mm以下なので、通常用い られるような方形試料では都合の悪いことが多いので Van der Pouw法(6)を変形して用いた、成長方向に垂直にウェファを切り出 し、1辺5mmの正方形とし4隅に Sn 合金法で オーミック な電極 を作った、電極の直径は 0.8 mm 以下である、この試料により Van der Pauw 法で ホール 係数と比抵抗とを測定した。電子濃 度 1×10<sup>16</sup> cm<sup>-3</sup> の N-形 GaAs 結晶を素材とし、3回浮遊帯精製 を行なった結果, 前端部の付近では電子濃度は 2.4×1015cm-3 ま で減少した、一方電子移動度は上記の電子濃度の試料では常温で 4,000 cm²/V·sec であって,明らかにアクセラタによる compensation の影響が見られる。電子移動度最大の試料は前端から約6mmの 位置からとったもので、電子濃度 6.6×10<sup>15</sup>cm<sup>-3</sup>に対し、電子移 動度は約 5,900 cm<sup>2</sup>/V·sec であった.

#### 4. In P 単結晶

#### 4.1 結晶製作

InP 単結晶の製作法は従来 GaAs と同様に、いろいろの方法が 試みられたが、いずれの方法も GaAs に比べて一般的ではない. そのおもな原因は InP が GaAs に比べて融点が低いにもかかわ らず、融点における分解圧が高いことにある、これまでに用いら れてきた方法は厚肉石英管で高いP蒸気圧を保ちつつ,温度 コウ 配中で In-P 融液を徐冷する温度 コウ 配冷却法であった。われわ れは同じく 厚肉石英管を 用いて GaAs と同様な ブリッジマン 法に よる InP 結晶の製作を試みた.

結晶製作装置は GaAs 結晶製作装置とほぼ同じである、この 場合には炉の最高温度は 1,090 ℃, P 圧制御温度は 546 ℃ であ る. 石英管の耐圧については実験により、内径、16mm、肉厚2 mm の透明石英管が最高温度 1,150 ℃,内圧 25 気圧に十分耐え ることがわかった. In および P の封入, 結晶成長の手順などは GaAs の ブリッジマン 法の場合と同様である.

低い P 蒸気圧における Inp 結晶の成長の可能性を調べるため に、P 圧を1~22気圧の範囲で、いるいろな値に設定して結晶成 長実験を行なった. P圧1気圧においては、ほとんど結晶として 使えるものは得られない、P 圧 15 気圧では 結晶は かなり大きく なるが多数の双晶境界を含んでいる。20~21気圧においては融 液はやや In 過剰であったが、単結晶成長は比較的容易である。 21気圧以上では、ふたたび双晶の発生が多くなり、また結晶が破 壊することがある. InpにおいてはPEが高いため、偏析による ガス気 ホウの影響が GaAs に比べて大きいように思われる。石 英ポートの内壁の影響を調べるために、平滑な面を持ったポート、 サンドブラストしたもの、さらに カーボン 被覆したものについて比較 したところによると、第1の場合が最もよい結晶ができる、その 原因は InP 結晶と ボート 壁との固着が第1の場合に 最も少ない ことによる.

GaAs では、サンドブラスト した石英ポート 内面はほとんど結晶と 固着しない、これは GaAs と InP との石英に対する反応性の違 いによるものであろう。前述のように最適成長条件では融液はわ ずかに In 過剰である. この場合結晶と ポート との接触面に薄い In 層ができやすいことが、よい結晶のできる要因の一つである と思われる.

温度制御のもう一つの問題は温度制御用熱電対の指示温度と系 の温度との関係である、今の場合石英管が厚いので高温部から低 温部への光路形成による放射伝達は無視できない、また管内の蒸

III-V 族化合物半導体単結晶・藤林・奥・八原・岡田・西面

気密度が大きいため対流の影響がかなりあるらしく、このため熱 電対指示温度とP蒸気圧との関係は少し複雑になる.しかし石英 管の形状、熱電対との相対位置などの条件を正確に一定にすれば、 再現性のある結果が得られることがわかった。

結晶成長面付近での温度分布は GaAs の場合と同様に重要であ る、われわれの実験では温度 コウ 配は 4~5℃/cm が最適である。 この値は普通の場合より小さいが、この条件での結晶成長により 電気的特性もよく、単結晶に近い結晶が得られた、この事実はお そらく次のような事情によるものであろう、結晶成長面の近くの 融液の温度は、その融点よりもやや高いので融液組成は凝固面に おける値よりかたよっている、この偏差は温度 コウ 配が大きいほ ど大となる、また成長した結晶の冷却温度 コウ配の小さいほど小 さい、融点以下の温度において結晶の受ける焼鈍効果は,格子欠 陥の拡散,転位の運動などの機構により,結晶の機械的性質およ び電気的性質に大きい影響を与える、小さい温度 コウ配中での結 晶成長における最大の欠点は過冷却が起こりやすいことである。 結晶成長速度は、融液組成が In 過剰の場合にはかなり小さくし なければならないが、融液組成がほぼ stoichiometrie である場 合には 20 mm/h 程度の成長速度でも単結晶が得られる。

#### 4.2 結晶特性

われわれの方法による InP 結晶の大きさは通常 15g である。 結晶の性状は GaAs によく似ている、底面にはしばしば In 金 属の析出が見られ、結晶粒界は双晶面となることが多い.





図 4.1 InP の電子および正孔濃度温度変化 Fig. 4.1 Temperature dependence of electron and hole concentrations in InP crystals.



図 4.2 InP の電子および正孔の易動度温度変化 Fig. 4.2 Temperature dependence of electron and hole mobility in InP crystal.





Fig. 4.3 The maximum electron mobilities in the undoped InP crystals as a function of the doped amounts of As between 77°K and 300°K.

図4.1 および図4.2 に典型的な特性を示す.不純物をドープしない場合結晶は通常 N 形である.電子濃度は10<sup>16</sup>cm<sup>-3</sup> 前後で, その値は結晶成長条件に左右され,一般に凝固後高温に保つ時間 が長いほど電子濃度が減少する.この場合,電子移動度の増加の 様子から,電子濃度の減少が アクセラタ濃度の増加よりもむしろド ナー濃度の減少によるものであることが結論される.結晶の冷却 速度と不純物濃度との関連を調べるために,結晶試料を P ふんい 気中で 980°C に長時間保った後,いろいろな冷却速度で冷却し,電 気的特性を測定した.冷却速度が 20°C/h 以下の場合は電子濃度 の減少および電子移動度の増加が見られるが,試料を急冷した場 合は電子濃度は増大する.これらの結果は Cu, Li などの不純物あ るいは格子欠陥が電子濃度の変化に関係していることを示唆する.

また結晶成長にあたって少量の As を添加すると,やはり電子 濃度の減少および電子移動度の増加が見られることがわかった. この効果についていろいろな実験を行なった結果,次のことが明 らかになった.

(1) AS の添加量と電子移動度の最大値との 関係 は図4.3 に示されるようになる. As 添加による電子移動度はある範囲で 極大になる.電子移動度の変化は不純物濃度の変化に基づくもの らしく,結晶の パッド 構造には関係しないと考えられる.

(2) 温度 980°C で、少量の As を添加した リン ふんい気中で InP 試料を加熱した場合も電子濃度が減ずる。しかしこれらの効 果は冷却速度に依存し、急冷した場合には電子濃度の増加が見ら れる。

以上の事実により、この場合にも格子欠陥がなんらかの形で関 与しているものと考えられるが、現象はかなり複雑で、単純な モ デル ではすべての実験事実を説明することは困難である、

不純物を ドーラ する場合, ドナー 不純物としては Se, Te, Sn などを用いた, Se および Sn を ドーラ した場合の結晶中の電子



Fig. 4.4 Segregation of Se and Sn in a InP crystal.

## 5. む す び

ブリッジマン 法および浮遊帯法による GaAs ならびに InP 単結晶 の製作実験の結果について報告した.単結晶成長において重要な 因子は蒸気圧の制御,炉の温度分布,ポート壁の処理,結晶成長 速度などである.また結晶の電気的特性は炉温度分布,結晶冷却 速度などによって大きい影響を受ける.これらの条件を適当に選 ぶことにより,電気的特性の良好な単結晶を製作することができ た.これらの結晶の半導体素子材料としての評価については、ブ リッジマン 法 N-形 GaAs 結晶を用いて製作されたパラクタ・ダイオード や, N-形および P-形の GaAs, InP 結晶を用いて製作された半 導体 レーザ がすぐれた特性を示すことを指摘しておく、

さらに Inp 結晶の冷却速度効果 および As 添加効果によって, InP 結晶中の荷電中心の性質についての知見が得られ,これを利 用して結晶の電気的特性を改善し得ることが明らかになった。

### 参考文献

- (1) O. Madelung: Physics of III-V Compounds, (1964)
- (2) J. B. Gunn: IBM J. 8, 141 (1964)
- (3) H. Ehrenreich: Phys Rev. 120, 1951 (1960)
- (4) L. R. Weisberg et al: Properties of Elemental and Compound Semiconductors, 25 (1960)
- (5) W. G. spitzer, J. M. Whelan: Phys. Rev. 114, 59 (1959)
- (6) L. J. van der Pauw: Philips Res. Repts. 13, 1 (1958)

# 17-7 PH ステンレスの RH 処理

実 博 司\*·今 泉 三 之\*\*

## RH Treatment of 17-7 PH Stainless Steel

Central Research Laboratory Hiros

Hiroshi JITSU · Mitsuyuki IMAIZUMI

Micro-structures of vacuum melted 17-7 PH stainless steel have been studied at each stage of the RH treatment. With the variation of the chemical compositions and of the treating conditions of the alloy as well as the change in the mode of existence of  $\delta$  ferrite or carbide in the initial structure of specimen before the treatment, these structures vary distinctively in course of the function and when arrived at the final stage. The effects of the final micro-structure have been also examined on some mechanical properties and corrosion resistance in this experiment.

## 1. まえがき

17-7 PH ステンレス は、溶態化処理ののち中間熱処理または冷間 加工によって変態させた マルテンサイト 地に、さらに時効処理によ って析出を行なわせて所期の特性を得ようとする、いわゆる析出 硬化形の ステンレス 鋼として広く知られている.

この合金の熱処理法には中間処理として3種類があり、それぞれ析出硬化処理と組み合わせて、TH,RH,CH処理とよばれているが、この中でRH処理といわれる処理法は、オーステナイト不安定化処理と $-73^{\circ}$ C深冷処理との組み合わせによって、マルテンサイト変態を行なわせたのちに析出硬化させる方法であって、深冷処理前にはかなりの成形加工性を保有する点で、実用上応用範囲の広い処理法である。しかしながら、とくにこの処理過程では $\delta$ フェライト、カーパイト、マルテンサイトなどの各金属組織の変化がきわめて複雑であり、さらに合金組成の微量の変化や処理前の組織状態によっても大きな影響があるために、きわめて問題の多い処理法である。この合金の処理については従来から多くの研究がなされているが、(1),(2),(3),(4)なお解明されていない点も多い。

この報告では、この合金の RH 処理において起こりうる種々の 問題に対処するために、主として変化の過程を顕微鏡観察と硬度 測定によって検討した。検討の中心としたのは、溶態化処理およ び不安定化処理条件に伴う δ つェライト および炭化物の挙動につい てであるが、この挙動が、炭素含有量や処理前の組織状態によっ てどのように異なるか、さらにはこのような組織の相違がその後 の処理(マルテラサイト化、析出硬化)にいかなる影響を与えるかに ついても調べた。また RH 処理後の金属組織が相違する場合、こ の合金の引張強さ、伸び、疲労強度、パネ 限界値および腐食特性 に与える影響についても、一部実験した結果を合わせて述べる。

#### 2. 実験試料および実験方法

実験に用いた試料は、当社相模製作所の量産用高周波真空溶解 炉で溶解し、熱間鍛造後、熱間圧延、冷間圧延を経て厚さ0.5mm に加工した 50%圧延機から採取した. **表 2.1**には試料の化学組 成を示し、国内標準の一つである通研規格と対比した.

試料の処理および実験方法の詳細はあとに述べるが,溶態化, 不安定化および析出硬化の各熱処理は,水素ふんい気中の管状横

表 2.1 試料の化学組成

成分元素 wt% 試料 No.	Cr	Ni	Mn	Si	Aı	с
1	17,41	7.41	0.35	0,55	1.18	0.053
2	17.02	6.87	0,40	0,49	1.23	0,11
通研规格	16.0~18.0	6.5~7.8	<1.0	<1.0	0.8~1.2	0.05~0.10

#### 3. 溶態化処理による顕微鏡組織の変化

#### 3.1 標準の溶態化処理後の組織

試料 No.1 および No.2 を標準の溶態化条件である 1,040°C で 10 分保持後水冷した場合の顕微鏡組織を 図 3.1 に示した. No.1 は図 3.1(a)のごとく オーステナイト 地に一部 ベーナイト 状の黒い部分 の組織があり、さらに約8%の  $\delta$  フェライト(列島状の組織)を共 存している.

これに対して炭素量が No.1の約2倍である No.2の試料については実験結果に再現性が乏しかった. すなわち場合によっては図3.1(b)のように、No.1と同様の オーステナイト とベーナイト 状組織および  $\delta$  つェライトからなり (ただしベーナイト 状の部分が多い),他方では図3.1(c)のように カーパイドが網目状にあらわれたり、 $\delta$  フェライト のまわりに析出する場合が認められた. 前者の場合には、溶態化後の硬度は H<sub>v</sub> 160 程度で No.1 とあまり異ならない比較的低い値を示すが、後者では カーパイドの析出に伴って、オーステナイト に固溶する炭素の濃度が減少するために、一部に マルテンサイト 化が起こり、カーパイドの析出とあいまって、このような組織では硬度は著しく高く、溶態化処理後でも H<sub>v</sub> 300 近い硬度を示した.なお No.1 の試料を用いて溶態化処理後空冷した場合の組織を調べてみたが、空冷の組織では、水冷のものに比べてやや ベーナイト状の組織の占める割合が多かった.



(a) No. 1 Hy 150





(c) No.2 Hv 293





図 3.2 溶態化処理温度と & フェライト 量および硬度との関係 Fig.3.2 Effect of treating temperature on volume of & ferrite and hardness of solution treated specimens.

#### 3.2 溶態化処理温度とるフェライト量

各試料を 1,040, 1,200, および 1,300°C の各温度に1時間保持 後水冷し, δフェライト量と硬度とを測定した結果を図 3.2 に示す.

オーステナイト温度域において共存する δ フェライトは 700~1,100°C で最も少なく、その量はこの温度範囲ではほとんど変わらないと いわれるが、さらに高温について調べたわれわれの結果によれば、 1,200°C の溶態化処理ではやや δ フェライトが増加し、とくに1,300 °C になると急激に上昇する。炭素量の相違する試料を比較する と溶態化処理温度に対する傾向に相違はないが、炭素量が少ない No.1 のほうが δ フェライト量は多く、とくに高温での処理ほどそ の差が大きかった。

また溶態化処理後の硬度は、処理温度が高いほどわずかに高く なっているが、著しい相違はなかった.

3.3 カーバイドの溶態化

製造工程では、組成の偏析・熱間加工および熱処理における加熱 ムラ や、加熱後の冷却過程あるいは加工度の相違などの影響により、溶態化処理前の & フェライト や カーパイド などの量および分布 などに相違のある場合が考えられる. ここでは多量の カーパイド が存在した試料の溶態化の挙動について述べる.

実験は, 試料 No.1 および No.2 をともに 700°C で5時間保 持して, 故意に カーパイド を析出させた図 3.3(a)および図 3.3(b) のような組織を用い, これを 1,040°C で1時間の標準の溶態化処 理を行なったのち, 組織と硬度の変化を 調べた, この結果を図



(a) Specimen No. 1 before solution treatment. (Hy 291)



(c) Specimen No. 1 after solution treatment. (Hv 148)



(b) Specimen No. 2 before solution treat ment. (Hv 341)



(d) Specimen No. 2 after solution treated. (Hv 283)

図 3.3 炭化物が多量に存在する試料の溶態化 (×500) Fig. 3.3 Solution of the specimens in which much carbide remains.

> 3.3 に示したが、炭素量の少ない No.1 では カーパイド は、ほとんど溶態化し、共存する ペーナイト 状の組織も少なく、また硬度も Hv 150 に低下し、ほぼ標準の溶態化状態となっている. これに 対して炭素量の多い No.2 ではマトリックス 中に固溶されずに点状 に残存しており、地はマルテンサイト 化している. これは溶態化後 でもなお カーパイド が固溶せずに残るために、地の炭素量を減少さ せ、その結果 Ms 点 (マルテンサイト 開始温度)の上昇を促すことに よって溶態化状態でも部分的にマルテンサイト 化しており硬度も高い.

> これらの結果,炭素量の少ない No.1 の試料では、カーパイドが 存在しても標準の溶態化処理によってほぼ完全に固溶され,処理 前にカーパイドが存在しなかった場合と同じになるが,No.2 のよ うにカーパイドが溶態化処理前に多量に存在する場合には、熱処理 で完全に溶態化することは困難であることがわかった。

#### 3.4 δフェライトの溶態化

δフェライトが多量に存在する場合の溶態化について検討した. まず, 試料 No.1 を 1,300°C で 10 分間保持して, 故意に δフェ ライト量の多い(約30%, 図 3.4(a) 試料を作成し, 1,040°C で 1時間の溶態化を行なった場合の組織変化を調べた.

この結果を図 3.4(b) に示したが δ フェライト はこの温度での平 衡状態に近づくために拡散減少するが、1時間の処理後でもかな り残存し,直接 1,040°C で処理した平衡状態の試料(図3.1(a))に 比べて δ フェライト はかなり多い. このように δ フェライト の拡散は

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

102 (1150)



(a) before Solution treatment.



(b) after Solution treatment at 1,040°C for Hr.



図 3.5 δ フェライト を一部分解させた 試料の溶態化 (1,040°C×10分)後の 組織 (試料 No, 1) (×500) Fig. 3.5 Microstructure of solution treated specimen having partly decomposed δ ferrite.

図 3.4 多量の σ フェライト の存在する試料の溶態化 (試料 No. 1) (×500) Fig. 3.4 Solution of the specimens having much δ ferrite.

非常に遅く、したがって多量の & フェライト が溶態化処理前に存在 する場合では、標準の溶態化処理(1,040°C で 10分)では標準化 することはほとんど困難であり、かなり長い時間の溶態化処理を 必要とすることがわかった.

次に溶態化処理時間を節減するためには、 $\delta$ フェライトが分解し やすいような比較的低温で焼鈍したのち、あらためて標準の溶態 化処理を行なう方法が考えられる。われわれは1,300°Cで1時間 保持し、約35%の $\delta$ フェライトを析出させた試料を、800°Cで20分 保持することによって $\delta$ フェライトの分解を促進させたのちに、さ らに 1,040°Cで10分の標準の溶態化を行なった。その結果を図 3.5に示す、800°C での処理によって $\delta$ フェライトは試料の内部お よび外部から分解し、分解した部分は標準の溶態化処理によって、 ほとんど完全に溶態化され、地の  $\pi$ -ステライトとは区別できなく なったが、巨大な $\delta$ フェナイトの分解にはかなりの時間を要する。 また分解を促進するには 800°C よりさらに低い温度が考えられ るが、この場合  $\delta$ フェライトの分解と同時に  $\pi$ -パイドの析出を促進 することになるために好ましくない。

以上のように、標準の溶態化以前に多量の δ フェライト が存在す ると、標準の溶態化状態にすることが非常に複雑となるので、製 造工程で δ フェライト を多量析出を伴うような過熱は極力避けねば ならないことがわかる.

## 4. 溶態化処理後の各処理段階における性質の変化

1,040°C で 10 分間の溶態化後水冷した No. I の試料を 850~ 1,000°Cの各温度でそれぞれ 10 分間の不安定化処理後水冷し, そ の後いずれも -78°C で 8時間深冷処理を施し, さらに 510°C で1時間析出硬化を行なった. この場合の各処理段階での硬度の 変化を不安定化処理 (オーステナイジング) 温度との関係を図4.1 に示 す.

まず不安定化処理後の硬度は、不安定化処理温度が低いほど高い. 比較的低い 850°C での処理後の組織は図4.2(a) のように. 一部 カーパイド が析出し地にも マルテンサイト 状の組織が認められた. 一方 950°C または 1,000°C での不安定化処理後でも比較的やわ らかい試料の組織には、図4.2(b) のように カーパイドの析出が少 なく マルテンサイト 状の組織もない.

これらの試料を深冷処理すると、850°C で不安定処理した場合、 硬度上昇は比較的少ないのに対して、高温で不安定化した試料の 硬度上昇が顕著であり、結果として高温で不安定化を行なった方 がむしろ高い硬度を示した.これは不安定化処理温度の高い試料 では、深冷処理ではじめて マルテンサイト 化が認められ、したがっ てこの マルテンサイト は炭素の固溶度も高く、カーパイド の析出によ って炭素濃度の低下した マトリックス から変態した マルテンサイト に



図 4.1 不安定化処理温度の硬度に及 ぼす影響 (試料 No. 1)

Fig. 4.1 Effect of austenite conditioning temperature on the hardness at each stage of RH-treatment.





Fig. 4.2 Microstructures after austenite conditioning.



図 4.3 不安定化処理温度の硬度に及 ぼす影響 (試料No.2) Fig. 4.3 Effect of austenite conditioning temperature on the hardness at each stage of RH-treatment.

#### 比べて硬度が高いのであろう.

次に析出硬化処理を行なったあとでは、図4.1からわかるように、組織には非常に相違があるにもかかわらず、いずれの温度で不安定化を行なってもほとんど同一硬度となった。

No.2の試料について同様の実験を行なった結果を図4.3に示 す.No.2の試料では炭素量が多いために不安定化処理温度が850 ~1,000°Cのすべての温度範囲で、No.1の850°C不安定化処理 の場合と同様にカーパイドの析出と同時にマルテンサイト化が起こり、 すでに相当硬化しており深冷処理による硬化は少ない、析出硬化 による硬度は No.1の場合と同じような傾向を示した。

なおMs 点以上の下部 ペーナイト 域に恒温保持した場合に オーステ ナイト の安定化が起こるという報告がある. この 合金においても 不安定化処理後の長時間の放置(常温で下部ペーナイト域にある) によって,オーステナイト の安定化が起こり,深冷処理によって マル テンサイト 変態量が減少することが考えられるので,不安定化後た だちに深冷処理した場合と常温に 48 時間放置後 処理したものに ついて検討してみたが,なんらの相違も認められなかった.

## 4.2 溶態化処理後にカーバイトが残存している場合の 硬化過程

炭素量が多いNo.2のような試料では、溶態化後でもカーバイドが 残存しやすく、残存の程度により溶態化後の各処理による経過が 異なってくる可能性がある.ここで残存するカーパイドの程度の異 なった代表的な3種の試料(試料条件は図4.5に示した)につい て、RH 処理過程における硬度と組織の変化を調べてみた.これ らの硬化過程を図4.4に示し、析出硬化後の組織を図4.5に示 した.

溶態化処理後 カーボン をほとんど固溶している試料Aでは、溶

態化後の硬度は低く,不安定化後深冷処理 によって硬度が著しく増加している.組織 の変化としては,不安定化処理でのカーバイ ドの析出は比較的少なく,深冷処理によっ てマルテンサイト化が起こり,析出硬化処理 によって硬化するという過程をたどる.



図 4.4 溶態化後残存する カーバイド 量の異 なる試料の硬化過程 (試料 No.2) Fig. 4.4 Hardening of the specimens with different volume of carbides remain.



(a) カーバイド をほとんど固溶して いる試料



(c) 網状に析出している試料



これに対して溶態化処理後 カーパイド が網目状に析出している試料 C では,溶態化もしくは不安定化の状態で カーパイド の析出と同時に,すでに一部 マルテンサイト化しており,したがって非常に堅く加工も困難である.このような試料では深冷処理によって変態する マルテンサイト は少なく硬度の増加もわずかである.

このように最終の析出後の硬度がほぼ同一であっても、組織は 図4.5のように明らかに異なっており、硬化の要因におのずか ら差があるようである。

4.3 溶態化後に δ フェライトが存在した場合の硬化過程

溶態化温度の相違が影響する現象には、結晶粒度あるいはカーパ イド などの析出物の固溶などもあるが、この合金の 1,040~1,300 °C の溶態化温度の変化で最も異なってくるのは、共存する フェラ イト 量の相違である.この節では溶態化後に現われた & フェライト のその後の処理による変化を調べるとともに、& フェライト 量のこ となる三種の試料についてその硬化過程を比較した.

試料は No.1 を 1,040, 1,200 および 1,300°C の各温度で1時 間保持し溶態化したもので、δフェライト量はそれぞれ約8, 15 およ び 34 %である.

これらの試料をRH処理の各段階で組織観察と硬度測定を行なったが、まず950°Cで10分の不安定化処理のあとでは、1,300°C の溶態化によって生じた巨大な δ フェライト(図3.4参照)は、図 4.6のようにその一部を分解し、微量の炭化物あるいはσ相を含 む オーステナイトとなった、1,200°Cの溶態化による δ フェライトは、 その分解量もわずかであり、また1,040°Cの溶態化によって残存 している δ フェライトはほとんど分解しない、硬度は図4.8のよう に溶態化状態にくらべて、1,040、1,200°C での溶態化による試料 はほとんど変化していないが、1,300°C のものでは δ 相分解のた



(b) 粒界にわずかに析出している 試料

- 図 4.5 溶態化後残存する カーパイド の異なっ た試料の RH処理完結後の組織(試 料 No.2)
- Fig. 4.5 Microstructures of the specimens with different volume of carbide remain after RH heat treatment.
- 図 4.6 不安定化処理過程によって分解した 8 フェライトの組織(×500)
- Fig. 4. 6 Microstructure of decomposed δ-ferrite in austenite conditioning.



約8%

(a)





溶態化後の 8 フェライト 量 (c) 約33%

約15% 図 4.7 溶態化後の 8 フェライト 量が異なる試料の析出硬化後の組織(試料 No.1) (×500) Fig. 4.7 Microstructures of the specimens having different volume of 5-ferrite after solution treatment.



図 4.8 8 フェライト量が RH 処理の各段階における 硬度に及ぼす影響 (試料 No.1) Fig. 4.8 Effect of the volume of  $\delta$ -ferrite on

hardness at each stage of RH heat treatment,

めかわずかに硬化している.

次の深冷処理では、いずれもマルテンサイト変態がおこり硬化する が、図4.8からわかるように溶態化温度が低いものほど硬化も著 しく硬度も高い、これは溶態化温度の低いもののほうがマルテンサイ ト変態の起こりうる オーステナイト 量が多いことと、残留のオーステ ナイト が少ないためのようである.

深冷処理後 510°C で 1 時間の析出硬化処理を行なった各試料 の組織を図4.7に示す。1,040°Cの溶態化の試料ではマルテンサイト 地に析出が認められ、この合金の標準の組織を示すが、1,200°C または1,300°C での溶態化による & フェライト 量の多い試料では、 この処理の途中においてもるフェライトの分解がさらに進行するよ うである、この処理によって硬度はいずれも上昇するが、試料間 で比較すると、溶態化温度が高くなるにしたがってやや硬度は低 いが、その差はきわめて少ない、

以上のように溶態化後の & フェライト 量の異なる試料では、RH 処理の最終段階での硬度はあまり異ならないが、組織は明らかに 相違し硬化過程もことなる。

## 5. RH 処理後の組織が異なる試料の機械的 性質および腐食特性

前章までに述べたように、溶態化処理以前に カーパイド あるいは δ フェライト が多量に存在した場合に硬化の 過程がかなり異なるた めに, RH 処理完結後の組織には著しい相違があるが, その硬度 にはほとんど差がなかった、しかしながらこのように硬度に差が ない場合でも,他の機械的諸性質や腐食特性にはなんらかの影響

17-7 PH ステンレスの RH 処理・実・今泉

を与えると考えられ目下検討中であるが、ここではこれらの結果 の一部について述べる。

実験に用いた試料の金属組織の特長とその処理過程は下記のご とくであり、これらを用いて引張特性、パネ 限界値、疲労特性お よび硫酸中の腐食試験を行なった.

(a) 標準のRH 処理を行なった試料 No.1 で, 1,040°C×30分 (水焼入)→950°C×30分(水焼入)→-78°C×8時間→500°C×1.5 時間の処理を経た標準組織をもつもの

(b) 試料 No.1 を1,300°C で 30 分の溶態化処理を行ない、ま ず故意に約33%の巨大なδフェライトを生じさせた後,不安定化処 理以後はAと同じような RH 処理を行なったものであって、図 4.7 (c) のように δ フェライト から分解した組織と、一部に残存す るるフェライトが含まれている。

(c) 試料 No.1を1,040°C×30分の標準の溶態化のあと,800 "Cで不安定化し、以下(a)と同じような処理を行なったもので、 大部分が常温以上で変態した マルテンサイト 地を有する試料で カーバ イドの析出量も多い。

(d) 炭素量の多い試料 No.2 を, (c) と同様の処理を行ない網 目状に カーバイド が析出している組織をもつもの.

まずこれらの試料の引張強さ、耐力 (0.2%)、伸び、パネ限界 値ならびに弾性係数を一括して表 5.1 に示す. この結果からわ かるように、カーバイド が存在したり、常温以上で変態したマルテン サイト 地に析出が行なわれた (c) および (d) などの試料では、標 準組織のものに比べて引張強さ,耐力にあまり差がないか,やや 大であるにもかかわらず パネ 限界値がかなり低く, カーパイドが網 目状に析出している(d)の場合には伸びがとくに少なくなる。ま た RH 処理前に δ フェライト が多量に存在した (b) の試料の伸びは 標準試料とほぼ同様であるが、引張強さおよび耐力はやや低くま たパネ限異値は著しく低くなった。

次にこれらの試料について、片持ち支持で一端を上下に両振り した場合の疲労試験を行なった結果を図5.1に示した。106回ま での結果では各試料間の相違はそれぞれの試料の パラッキ の範囲 内にあって金属組織の明確な影響は認められていないが、実験を 行なった試料数も少なく測定条件にもなお検討すべき問題が残さ れているので、くわしくは次報にゆずりたい.

次にこれらの試料を10wt%H2SO4(常温, カクハンした)中で腐 表 5.1 RH 処理後組織の異なる試料の機械的特性

熱処理	引張強さ (kg/mm <sup>2</sup> )	耐力 (kg/mm <sup>2</sup> )	伸び%	ヤング寧   ×104	バネ限界値 kg/mm <sup>2</sup>	硬 度 Hv10kg
(a)	143	119	13.1	1.73	81	443
(b)	134	102	12.0	1.68	51	421
(c)	142	128	7.9	1.67	51	452
(d)	151	140	1.6	1.76	68	458

(1153) 105









### 6. 考察

17-7 PH ステンレス の機械的性質には、マトリックス に存在する フェライト および カーバイド の挙動が大きな影響を及ぼすと考えられ、 この報告ではこの問題を中心として検討した。

この結果によれば、過熱あるいはその他の原因で多量に生じた  $\delta$  フェライト は、1,040°C で長時間することもしくは 500~900°C で保持することによってその量を減ずることができるが、標準の 溶態化状態で存在する 5~10%までに減ずることは、なかなか困 難である。1,040°C 付近の溶態化による  $\delta$  フェライトの固溶には長 時間の保持を要し、その結果として結晶粒の粗大化を伴い、また 比較的低い温度で $\delta$ フェライトの分解を促進することはできるが、 この時生成する h-n/1ドあるいはの相の溶態化が容易でない場合 もあって、基本的には $\delta$ フェライトの共存量を少なくすることが望ましい.

炭素含有量の高い(0.12%以上) 試料では溶態化状態において も カーパイド が析出しやすく,特に網目状に粒界に析出した炭化物 は溶態化によって固溶することがなかなか固難であって,溶態化 後でも硬度がビッカス硬度300近くとなり冷間加工は困難である. この合金の PH 処理は溶態化処理および不安定化処理後で成形加 工を行ない,その後深冷および析出硬化処理を行なうことによっ て硬化させることを特長としているのであり,上記の傾向は本質 的に問題となる.

さて 17-7 PH ステンレス の析出硬化は、Underwood によれば<sup>(4)</sup> 針状の規則格子(結晶構造が CsCl 形 B. C. C. で格子常数 2.87~ 2.89 の NiAl 金属間化合物と推測されている)の析出が マルテン サイト地に生じ、この針状粒子を形成する過程で発生する局部 ヒズ ミが硬化の原因であるといわれている。一般に析出硬化処理によ る合金の強化機構において問題となる点としては、

- (1) 析出物と マトリックス のcoherency
- (2) 析出物の形状(球状より針状の析出物が格子の ヒズミ を 生じやすい)
- (3) 析出物間の距離
- (4) 析出物と マトリックス の性質

などがあげられ、17-7 PH ステンレス に関しては粘り強く微細な マ ルテンサイト地に、きわめて微細に分散された NiAl もしくは炭化物 などが析出する状態が望ましいと考えられる。

一方 17-7 PH ステンレス の各熱処理過程の観察を行なったこの実 験の結果によれば、析出硬化処理以前に存在する組織には熱処理 条件の相違によって次のようなものが認められている。

- a. マルテンサイト
  - (a) 不安定 オーステナイト から サブゼロ 処理によって発生した この合金における標準の マルテンサイト
- (b) 溶態化もしくは不安定化処理段階でカーパイドが析出し、 地に固溶する炭素量を低下するために Ms 点が上昇して 生成したマルテンサイト
- (c) δ フェライト の分解によって生成した オーステナイト から発 生した マルテンサイト
- b. カーバイド
  - (a) 溶態化によっても固溶せず残存した カーバイド
  - (b) 溶態化もしくは不安定化処理段階で生成した網目状も しくは粒状の カーバイド
- (c) δ フェライト の分解生成物
- C, 8 フェライト
  - (a) 溶態化状態のままの ð フェライト(比較的こまかい)
  - (b) 一部を分解した δ フェライト(分解生成物に囲まれた)

これらの各組織の中でいずれが存在し、その量的な分布はどう であるかは、試料の化学的組成および各熱処理過程の相違によっ て顕著に影響をうけ、これらの組織の相違はその後の析出硬化過 程および処理後の材質に直接影響を与えるようである。たとえば 不安定化処理過程での カーバイドの析出に伴って析出した マルテンサイ トと、深冷処理ではじめて生じた マルテンサイト とでは結晶構造が同 じでも炭素の固溶度、組織の粒度においては同じでなく、したが ってそれ自体の特性が相違するのみならずその後の析出硬化処理

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965
による析出状態にも相違を与えるであろう.また δ フェライト地に 対してもマルテンサイト 地に対するのと同じように NiAl もしくは カ ーパイド が析出しうるが、その性質には相違があると考えられる. カーパイド についていえば、中間処理過程で生ずる カーパイド もまた 合金の硬化をもたらすことは事実であるが、その形状、本質なら びに地との coherency などに関して、最終の析出硬化処理で析 出する カーパイド と同一ではなく、したがって同じような影響を合 金にもたらすとは考えられない.

この実験の結果によれば、中間処理の条件は最終のRH処理後 の硬度にはあまり影響を与えない場合が多かったが、組織および 組織分布(たとえば巨大な $\delta$ フェライトの混在、網目状のカーパイド の存在)への影響は明らかであり、このような組織の相違は硬度 以外の クリーラ 特性、疲労強度、伸び、絞りなどに影響を与える ものと考えられる.事実、古川ら<sup>(5)</sup>は不安定化温度が低い場合、 最終の析出硬化後の硬度は正常処理のものと同一であるが、伸び、 絞りなどはかなり低いという報告をしており、我々の結果におい ても網目状にカーパイドが現われた試料の伸びはきわめて低かった. 疲労に関するこの報告の結果はやや不十分であってなお検討を要 するが、この合金が主として用いられるパネ材料としての重要な 特性の一つとされるパネ限界値に対しては、 $\delta$ フェライトやカーパイド の存在あるいはマルテンサイト地がどの段階で生成されたものであ るかは、かなりの影響を与えるようであり、金属組織の管理は本 合金の製造上重要な問題の一つであろう.

17-7 PH ステンレス は上記のように組織変化がきわめて鋭敏であ り、かつ処理過程のある段階で起こった組織の変化はまた次の段 階での組織の変化に影響を与えるので、その硬化過程は不安定で あり再現性に乏しいことが多い.これらの不安定性に影響を与え る要因としては、材料の加工履歴、形状、結晶粒度、熱処理の際 の冷却速度ならびに組織などがあげられている.材料の加工履歴 は溶態化前の δ つェライト や カーパイドの存在量と分布状態に影響し、 ひいてはこの報告で述べたようにその後の処理過程にも影響を与 える.また薄物の材料では熱処理ふんい気によっては脱炭、窒化 などが起こり、表面付近の組成変動から処理後の材質内に性質の 不均一をもたらすこともあろう.溶態化処理後の冷却速度につい ては Underwood<sup>(4)</sup>は塩水焼入の場合、その後の処理で硬化が起 こらぬことを報告しているが、この実験で水冷と空冷を比較した 結果では相違がなくむしろ古川ら<sup>(5)</sup>の結果に一致した.

次に 17-7 PH ステンレス の化学組成の中で Al, C, N は微量の 変化でこの合金の特性に大きな影響を与えるとされている. Al は析出硬化処理で析出する NiAl を構成するだけでなく, この合 金の  $\delta$  7ェライト量は Al 含有量によって変化するので, その添化 量はこの観点に立って正しく規正されなくてはならない, C は深 冷処理によって生成する マルテンサイト 地を強化し, また析出硬化 処理における h-パイド 析出による硬化に関連する元素として重要 であるが, 一方その量のやや多い No.2 のような試料の場合では, すでに述べたように溶態化しにくい h-パイドを形成して, 軟質の 溶態化状態が得られないことがある.また炭素量の多い合金で, かつ不安定化処理過程では, しばしば h-パイドを溶出するために Ms 点が上昇し, 深冷処理以前にすでに マルテンサイトに変態する傾 向にあって, 処理過程がさらに複雑となるようである.窒素の影 響については種々の効果が期待されているが, なかでも h-ステナ イトが安定化される傾向はこの合金における鋭敏な マルテンサイト変 態を緩和し、 Ms 点を適当な処理温度に管理する上において利点 があり、今後検討したいと考えている.

### 5. む す び

真空溶解によって溶製した 17-7 PH ステンレス の冷間圧延機を用いて、RH 処理過程で起こる種々の変化を、主として熱処理過程での  $\delta$  フェライト ならびに カーパイド の挙動とその影響を中心として検討したが、その結果を要約すると次のようになる.

(1) 組織中に共存する δ フェライトは,溶態化処理温度が 1,100 °C 以下の場合では約 5~10 % と比較的少ないが,高温での溶態 化によって著しくその量を増加し, 1,300°C の溶態化処理を経た ものでは約 33 %の δ フェライト を共存する.

(2) 1,200~1,300°C の過熱でいったん生じた多量の $\delta$  7±57 トは、1,040°c での標準の溶態化処理によってはなかなか態理化 しない.より低い温度で分解後溶態化しても、当初から標準処理 を行なった場合の $\delta$  7±57ト量までに減少させることは困難であ る. $\delta$  7±57トの分解生成物は 1,040°C の溶態化で固溶しにくく、 またこの付近で腐食しやすいなどの問題点などがあり、いずれに しろ多量の $\delta$  7±57トの出るような過熱は避けねばならない.

(3) 溶態化処理状態で存在した <sup>3</sup> フェライトは,不安定化処理 で分解をはじめるので, <sup>3</sup> フェライト 量の多い試料のほうが不安定 化処理状態では堅いが,深冷処理後は マルテンサイト に変態する領 城が少ないのでかえって硬度が低い.最終の析出硬化処理後の硬 度は <sup>3</sup> フェライト 量のことなる試料であまり差はない.

(4) 炭素量の比較的少ない試料では溶態化処理で カーパイド は ほとんど溶態化されるが、炭素量の比較的多い試料では溶態化状 態でもしばしば ネットワーク 状の多量の カーパイド 残存して硬度が高 く成形加工が困難な場合を生ずる.

(5) 不安定化処理温度を低くすると カーパイド の析出が起こり, これに伴って マトリックス の炭素量が減少するので Ms 点が上昇し, 常温以上でも一部において マルテンサイト 化が起こって硬化する. この場合深冷処理による新たな マルテンサイト 変態は当然少ないの で,この状態での硬度は標準処理よりむしろやや低い.いずれの 場合でも RH 処理後の硬度はほぼ同じである.

(6) 溶態化および不安定化処理後の冷却は水冷でも空冷でも 特に差はない.また不安定処理後の保持時間も性質に影響を与え なかった.

(7) δ<sub>フェライト</sub>量の相違や, h-//イドの存在あるいは中間処理 前での析出はRH処理後の組織に著しい影響を与え,硬度,引張 強さの相違があまりなくても,パネ限界値,伸びおよび耐食性な どに影響するようであるので,この合金の熱処理管理には金属組 織観察による検討がとくに重要である.

### 参考文献

- (1) G. Krauss, JR. and B. L. AverBach: Trans. ASM 52, 434 (1960)
- (2) 乙黒, 中川:鉄と鋼, 48 No. 12, 1568 (昭37)
- (3) 古川, 佐藤:金属学会誌, 28, 121 (昭39)
- (4) E. E Underwood, A, E Austine and G. K. Manning:J. Iron and steel inst. 200, 644 (1963)
- (5) 古川,佐藤:金属学会誌,23,281 (昭34)



ゼロインピーダンス変圧器完成

配電線の電圧変動が改善されてくると従来あまり問題にならな かった柱上変圧器内部における電圧降下のしめる割合が大きくな りこれの低減が必要になる. ゼロインピーダンス 変圧器は,変圧器内 部における電圧降下を低減するため直列 コンデンサ と変圧器を一体 とした新しい形の変圧器である.

### ■特長

(1) 変圧器巻線とコンデンサ を一体とした コンパクト な巻線,高 圧巻線の一部に アルミハク を使用している.アルミハク 巻線は一層一 ターンとなっており変圧器巻線としての働きと アルミハク 間の分布静 電容量による直列 コンデンサ としての働きをかねそなえた構造とな っているので直列 コンデンサ 別置法に比べ非常に コンパクト である.

### (2) 電圧変動の大幅改善

標準 20 kVA 変圧器では定格出力,力率 80% で電圧変動率 約 2.2% であるが ゼロインピーダンス 変圧器では,ほぼ ゼロ である. 負荷力率が 90,95% と良くなっても標準変圧器に比べ 30,45% の電圧変動であり非常に改善されている.

(3) 故障時の電流を制限する高インピーダンス特性

正常運転時の電圧変動は非常に小さいが、二次側短絡などで定 格電流の約 3.5 倍以上の大電流が流れると、コンデンサ 保護用の放 電間 げキ が動作して インピーダンス の高い変圧器となり短絡電流を 定格電流の 25 倍以下におさえる.

■仕 様

容量	周波数	一次正	二次電圧	直列コンデン サのリアクタ ンス	直列コンデン サ短絡時イン ビーダンス	放電型ゲキ 動作電圧
20kVA	50 c/s	6.3 kV ±5% ±10%	210—105V	7%	5,%	約 1,600V



図 1 ゼロインビーダンス 変圧器外観

図 2 ゼロインピーダンス 変圧器中身

# 三菱 LOE-2-R 形, LOE-3 形 高 圧 地 絡 継 電 器 完 成

一般に高圧配電線は非接地で運転され,地絡事故の検出は電力 会社変電所において各 フィダごとに行なっている.しかし,最近 では波及事故の防止のため各需要家においても地絡事故を検出す ることが必要となってきた.これは従来どおりの地絡保護だと一 需要家の地絡事故のためにも電力会社変電所の シャ 断器が開かれ, その フィダ に接続されている全需要家が停電となり,その停電損 失はきわめて大きいためである.

こころみに高圧配電線の停電事故のうち,需要家内部の地絡事 故に起因するものを統計からピックアップしてみると 10~20% も 含まれている.このことからも各需要家に地絡継電器を必要とす ることがわかる.

LOE-2-R 形, LOE-3 形高圧地絡継電器はこのような用途に 適した継電器で、零相変流器 (ZCT) により地絡電流のみによっ て動作する高感度 トランジスタ 式高圧地絡継電器である. この継電 器は所定の零相変流器と組み合わせたものを販売するのが標準と なっている. なお LOE-2-R 形は配電盤に埋込形として取り付 けるものであり, LOE-3 形は袖盤または パイラ などに取り付け るようにしたものである. 写真は LOE-2-R 形および LOE-3

108 (1156)

形高圧地絡継電器のそれぞれ外観を示したものである.

# ■特 長

(1) 設備費が安い.

地絡電流のみによって動作するため接地変圧器は不要.

(2) トランジスタ 式継電器

トランジスタ を使用しているので高感度特性,動作の確実性,高



図 1 LOE-2-R 形 継電器外観



図 2 LOE-3 形 継電器外観

三菱電機技報・Vol. 39・No. 9・1965

継電器, 零相変流器	維電器		等相変法	零相変流器(注2)		10	*									
組合せ形番	形名	定格	一次導体	定格(注3)	リアクタ	WU	~									
P B 6 6 1	1	1000	-	150 A												
P B 6 6 2		(25.1)	(II)	300 A	den	無電圧トリップ										
P B 6 6 3		0.2-0.6 A	Inc	43¢	2015	過電圧トリップ										
P B 6 6 4	TOPOD		306	770			盤面取付									
P B 6 6 5	LOE-2-R	50 c/s または 60 c/s	144	150 A		CTEVZZ	埋込形									
P B 6 6 6			または 60 c/s	または	または	または	または	または	または	-11	300A	17	「毎児匠トリップコ(注す)			
P B 6 6 7				her	43¢	(4)(4)	過軍圧トリップ									
P B 6 6 8			205	77φ	21142	C 42 (100) 1 2 2 2 2										
P B 6 6 9		(注 1) 0.2-0.6 A 0E-3 50 c/s	(注 1) 0.20.6 A		150A		1									
P B 6 7 0				(注 1) 0.2-0.6 A	(注 1) 0.2-0.6 A	(注 1) 0.20.6 A	(注 1) 0.20.6 A	(注 1) 0.20.6 A	(注 1) 0.20.6 A	(注1)	(注1)	41	300 A	inc	無電圧トリップ	2000
P B 6 7 1										lin	43φ	Alle	過電圧トリップ	袖盤取何		
P B 672	TOP 1			2016	77φ			パイプ、アングル								
P B 673	LOE-3		LOE-3 50 c/s	4.5	150A		CT busy to b	などを利用								
P B 674	また! 60 c/s	または	相	300 A	-	「無罪圧トリップ」(注 4)	表面接線端子									
P B 6 7 5		60 c/s	In	43φ	(内部)											
P B 6 7 6			湖井	776	11.3462	に通信によるなくつ										

表1 LOE-2-R形, LOE-3形高 E 地 絡 継 電 器 一 覧

注 1. 0.2 A-0.3 A-0.4 A-0.5 A-0.6 A 5 段階切換

注 2. 定格一次零相電流 200 mA, 屋内用乾式,最大使用電圧 6.9 kV

注3. 一次導体振らものの定格は貫通穴直径で示し、43 φ は 150 A まで, 77 φ は 300 A まで使用できる。 注4. CT ドリップ用であるが、無電圧ドリップ、過電圧ドリップにも使用できる。

速度動作,経年変化少などの利点がある.

(3) 感度調整が自由にできる.

ロータリスイッチにより適当な感度が選択できる.

(4) 補助 リレー(一次 リレー,二次 リレー)は密閉形である.

したがって ゴミなどによる接触不良がなく、高信頼度、長寿命 である.

(5) プリント配線を採用

主要回路を ブリット 配線したため構造が堅ろうである.

(6) その他

既設の シャ 断器の引はずし コイル がそのまま利用できる.

### ■ 構造および動作

この継電器は、感度調整部、トランジスタ 増幅部、結合トランス、動 作表示器,復帰装置,電源部,補助リレー,テストスイッチなどから なっており、それ以外に シャ 断器 トリッラ 方式により CT トリッラ 用のリアクタが付属する場合がある.

地絡事故が発生すれば地絡電流は零相変流器を通して地絡継電 器入力端子に導入される. この電流は感度調整抵抗により適当な 電流値のみ トランジスタ 増幅部に流れ, 整定値以上の電流になれば はじめて一次 リレー が動作する。一次 リレー 動作と同時に二次 リ レー が動作し、あわせて動作表示器が表示を出す、二次 リレーの 接点の開閉により シャ 断器の引はずし コイル を励磁し,保護動作 を行なう. なお LOE-3 形は ブザー を内蔵しているため動作と同 時に警報も行なう.

### ■仕 様

この継電器は表1のように零相変流器,継電器の種類により, 数多くの組み合わせがある.

# 三菱 ITS-3-D 形 過 電 流 継 電 器 完 成

ITS-3-D 形過電流継電器は IIT 形交流瞬時過電流継電要素と, ICS 形表示接触器とをおのおの3個 D-A 形埋込式引出形 ケース に収納したものである.

この継電器は KDA-D 形, KDB-D 形などの短絡方向距離継 電器と組み合わせ使用する。

### ■ 使用目的

(1) PT ヒューズ 断などの電圧喪失時の短絡方向距離継電器の 不要動作防止.

(2) 短絡方向距離継電器は, 三相短絡検出用, 二相短絡検出 用と区別された継電器であるために、二相短絡時の短絡相は表示 できない. このような場合 ITS-3-D 形継電器によって短絡相を 表示することが可能である.

■定格

形式番号	PD681				
周波数	50 または 60 c/s				
定格電流	5 A				

整定範囲		4~12 A
電流容量	(注 1)	連続 5A
		2秒 60 A
消費 VA	最小值 (注 2)	4 VA
	定格(注3)	6 VA
ICS		0.1—1.0 A 複定格



ITS-3-D 形過電流継電器外観

外形

注 1. 電流容量とは IIT 要素の コイル 温度上昇から問題のな い電流をいう,

D-A 形埋込式引出形 ケース

- 注 2. 最小整定値において整定値電流が流れたときの消費 VA
- 注 3. 定格電流が流れたときの消費 VA. 整定値にはほとんど 無関係で一定値となる.

# RK 形電磁マイクロクラッチを開発

当社では従来から JKA 形, HK 形湿式, 多板電磁 25ッチ を 要であるから長期間にわたり使用できる.

(5) 取扱が容易である.

構造が簡単であり、また調整部分がないので機械に容易に取付 けることができる.

termine in	11	2.4.6	
	11	100	

817	IF.	DC	24	V

形名	動應協トルク (kg·cm)	入力 (W)	重量 (kg)	
RK-2.5	2.5	3	0.12	
5	5	-4	0.20	
-10	10	5	0.26	
-20	20	6.5	0.34	
-40	40	8	0.61	



RK-40 形電磁 マイクロクラッチ

# 製作し,各種産業機械の合理化,自動化に大きく貢献しているが, 今回新しく RK 形電磁 マイクロクラッチ を開発した.

この電磁マイクロクラッチは直流, 乾式, 単板, コイル静止形の クラ ッチで動摩擦 トルク 2.5~40 kg·cm の小形のもので, 応答速度が 速く, 主として計測機械, 自動制御機器, 事務用機械などの用途 に適している.

### ■特長

### (1) 応答速度が速い。

トルクの立上りが速いので、応答を速くすることができる.

(2) 小形である.

他の クラッチに比べて非常に小さく、しかも摩擦 トルク は十分な 値となっている.

(3) 摩擦 トルク の調整ができる.

- 電圧を変えることにより、トルクを容易に調整できる.
  - (4) 寿命がきわめて長い.
  - ブラシ などの消耗部分がなく,また摩擦面が摩耗しても調整不

MF-70 形、MF-75 形 広 範 囲 交 流 積 算 電 力 計 を 開 発 《単相2線式1素子単独計器》

した広範囲積算電力計である.古い歴史と最新の技術を結集して 作られたこの積算電力計は,新 JIS 規格を十分満足する耐候形広 範囲計器であり、数多くの特長を備えているが、とくに長寿命を 誇る計器である.

なお、定格電流値により形名を MF-70 形と MF-75 形に区分 しているが、その関係は次のとおりである.

形 名	定格電流值
MF-70 形	15 A, 30 A
M F - 7 5 形	60 A, 120 A

# ■特長

(1) 広範囲

JIS C 1211-1965「広範囲交流積算電力計」に適合しているが ハイトルク であるため、とくに軽負荷の誤差変化が僅少である.

# (2) MTHU2

計器の駆動 トルク が大きいため, 軽負荷においても十分特性が 安定している.

(3) 長い寿命

ハイトルク であるため機械的良度がきわめて高くしかも下部軸受 110 (1158)

MF-70 形, MF-75 形は新 JIS 規格の制定に伴い新しく開発 が二重宝石となっているため、軸受、計量器の摩擦が小さく、ま た制動磁石は抗磁力の大きい アルニコ 磁石を使用しているので長 い寿命が期待できる.

(4) 振動, 衝撃に対して安定

電磁石・制動磁石などは強固な フレーム に確実に取り付ける構 造になっており、また円板と制動磁石間および電磁石間の空 ゲキ が広く,振動・衝撃に対して安定している.

(5) 調整容易

各調整装置の調整範囲も十分でありすべて計器の前面から容易 に調整することができる.





図 1 MF-70 形 広範囲積算電力計

図 2 MF-75 形 広範囲積算電力計

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

形	名		MF-70		MF75	
定	格	100 V	30 A	100V	120A	
	計器定数 (Rev/k)	Wh)	1,000	) C	250	
	全負荷速度 (rps)		0.833		0.833	
裂 题 南 邱	全負荷回転力 (g·	cm)	14.	.5	12	
前的良皮	回転子重量		18		18	
	回転力/回転子重量		0.8		0.667	
	機械的良度	機械的良度			0.306	
計 器	総 重 量 (kg)		1	.57	2	.2
14 17h . 洪 17h	始動電流(力率 1)	)	80 m.A	以下	320 m	A 以下
AL 267 187 199	電圧潜動		110% 電圧で潜動しない			
	帶力招告 (W)	50c/s	0	.85	0	.98
要正同哭	电力调入 (₩)	60c/s	0.68		0	.8
电止凹的	皮相電力損失	50c/s	5	.2	5	.8
	(VA)	60c/s	4	.4	5	.4
電流回路	電力損失 (W)	電力損失 (W)			0	.75
(50%電流で)	皮相電力損失(V	A)	1	.4	1	.25

### 表1 特 性 定 数

(6) その他

耐候構造,検針しやすいなどのほか, ハイトルクにもかかわらず その電力損失はきわめて少なくなっている.

表 2 定格および計量装置定数

形名	電 圧 (V)	電 流 (A)	計器定数 (Rev/kWh)	計量盤読 (kWh)	歯車比	歯車組合わせ
	100	15	2,000	0000.0	2,000	80/1× 70/14×60/12
	100	-30	1,000	0.0000	1,000	80/1× 60/24×60/12
MF/0	200	15	1,000	0.0000	1,000	80/1× 60/24×60/12
	200	30	500	0000.0	500	80/1× 70/56×60/12
	100	60	500	0.0000	500	80/1× 70/56×60/12
ND 70	100	120	250	00000	2,500	80/1× 75/12×60/12
MF/5	200	60	250	00000	2,500	80/1× 75/12×60/12
	200	120	125	00000	1,250	80/1×100/32×60/12

# 150 mm 電気ジスクグラインダ PA-150A-1 形を開発

電気 ジスクグライダの 100 mm, 180 mm を改良開発し, 先に紹介 しましたが, この シリーズとして今度 150 mm の改良形 (PA-150A -1 形)を開発したので, 紹介する.

圖用 途

溶接面の ビート 取り, 鋳物の パリ 取り, その他金属の表面仕上 げから コンクリート 各種人造石などの石材面の仕上, パイラ や湯口の 切断などに用いる.別途販売品として用意している ワイヤブラシ を 使用すれば, サビ 落し, 塗装 ハギ などに用いる.

### 📓 改良内容

改良内容は、下記のとおりで、従来の PA-150S-1 形に比べて 一段と強力で、しかも使いやすく、能率的なものになっている.

(1) 電機子焼損事故を防止するため,電動機出力を 350 W から 500 W に変更し,強力性をもたせた. また,電機子絶縁 ヮ ニス を エポキシ系のものに変更し,高温度に耐えるものにした.

(2) 歯車騒音を少くする対策として、歯車(スパイラルベベル 歯 車使用)組立時の カミ 合調整を容易にするため、外部からの歯当 りが直視できる構造とし、さらに カミ 合調整の微調整が可能なよ うに、ネジ 調整式構造を用いた.

(3) 電動機冷却風の排出方法については、作業者の顔にあた

らないように,従来の ラジアル 方向から軸方向(前方排出)排出に 変更し,作業が容易な構造とした.

(4) 意匠を近代的意匠にし, 能率的な作業が行なえる形状とした.

### 圖仕 様

 形 名	容 量 mm	電 種類	電圧	源 周波数	出力	全負荷 電流	無負荷 回転数	重量	付	属 品
PA- 150A-1	レジノイド オフセット トイシ寸法 150× <sup>3</sup> ×22	単相 交流	(V) 100	(c/s) 40/60	(W) 500	(A) 9.0	(rpm) 6800	kg 6.8	トイシ 6mm スバナ 予備炭 ブラシ	×(3mm, )各1個 - 2個 受素 × 1組



PA-150A-1 形 三菱電気 ジスクグラインダ

# 10 倍にのびた吸じん量 三 菱 掃 除 機 TC-245 形 新 発 売

当社では、このたび一般家庭用ながら業務用なみのすばらしい 吸じん力を発揮する 430 W 強力 モートル、3 通りに使いわけので きる回転式 ロータリ 床 ブラジ, ホコリ のたまり具合が一目でわかる ダ ストインジケータ など、多くの使いやすい特長を備えた TC-245 形三 菱掃除機を新発売いたします.

### ■ 特 長

(1) 家庭用ながら 430 W 強力 モートル を使用しているので, 業務用なみの吸引力を発揮する.しかも独特の完全密封構造と グ ラスポードによる消音装置を内蔵,運転音がまったく気にならない.
 (2) 回転式 □-タリ 床 ブラシ 採用

和室も洋間もある日本のご家庭には,理想的な床 ブラシ,接続部 を回転させるだけで,部屋の スミ や タタミ, ジュータン まで完全に掃除します.

(3) ホコリのたまり具合が一目でわかる ダストインジケータ 付き.

(4) 太くてじょうぶな ビニール 網入 ホース 使用.

(5) 使う人や場所に合った長さに自由に調節できる伸縮自在

の延長パイプ 使用.

(6) 安定性,移動性がよい大形車輪を使用.

# ■仕 様

1- 1976	
電 源	100 V 50/60 c/s
消費電力	430 W
定 格	連続
真空度	1,100 mm 水柱:
風量	2.6 m <sup>2</sup> /min
J - F	有効長 5 m
重量	3.6 kg
形式認可番号	〒 91-1156
アタツチメント	ちり払い ブラシ, 洋服 ブラシ, すきま ノズル, 曲
	り パイプ
集塵袋	紙袋,布袋



TC-245 形 三菱掃除機 現金正価 至 12,300 月賦正価 至 12,900

# 高性能・軽快な仕上げ!

# 三菱ヘアードライヤHD-10形新発売

当社は、ゆたかな風量をほこる新形 ヘアードライヤ、乾燥も セット も思いのまま、あなただけの個性的な ヘアースタイル が楽しめる オシ 使用定格 +レ な若ものにぜひお求めいただきたい HD-10 形三菱 ヘアードラ イヤー を新発売いたします.

⊐ – ۴ 2m 連続

### ■特長

(1) 長寿命の強力三菱 モートル を使用しているので, 風量が ゆたかで、短時間でお好みの整髪ができます、

(2) 熱風,停止の切換は押しポタンスイッチ,片手で簡単に操作 できます.

(3) 軽くて、にぎりやすい スマート な デザイン・

(4) テレビ・ラジオ 雑音防止装置つき.

# ■仕 様

電源電圧	100 V = 50/60 c/s
消費電力	280 W
風量	熱風室温+40° 度
回転数	8,000 回/min

スイッチ 天 ビンスイッチ (熱↔切)



HD-10 形 三菱 ヘアードライヤ 現金正価 至 3,200



# 300 kV, 2,500 MVA, 4,000 A SF。ガスシャ断器 共同立合形式試験終了

当社では大容量 SF6 ガスシャ 断器 シリーズ の一環として昭和 39 年 10 月 84 kV, 5,000 MVA, 1,200/4,000 A の形式試験を受験 したがこのたび 300 kV, 25,000 MVA, 4,000 A の ガスシャ 断器 を開発したので、7月26日から30日の5日間にわたって、電 源開発, 東京, 中部, 関西, 東北, 中国, 北陸, 四国の各電力会 社と国鉄と共同立合のもとに形式試験を実施した.

立合を受けた試験としては,構造点検,連続開閉試験,騒音試 験を含んだ開閉操作試験,温度試験,SF。ガスの温度試験,漏レ 試驗, 短時間電流試驗, 商用周波耐電圧試驗, 衝擊耐電圧試驗, さらに短絡試験としては新しく完成した180 MVA の短絡試験設 備を使用して 300 kV, 25,000 MVA たらびに 168 kV, 10,000 MVA JEC II 号相当の実負荷,等価の試験を行なったばかりで なく、参考試験として相電圧の 2.25 倍のもとで定格 シャ 断電流 の半分をシャ断する脱調試験,3km相当の近距離線路故障試験, 充電々流 シャ 断試験を公開した. そのほか コロナ 試験, 互換性試験 なども実施したがいずれも優秀な成績を納め、きわめて好評のう ちに共同立合形式試験を終了した.

これで当社はさきに製品化を終え、現地で運転されている 84 kV, 5,000 MVA, 1,200/4,000 A のシャ 断器から, 168 kV, 10,000 MVA, 300 kV, 25,000 MVA, 4,000 A の シャ 断器に 至る ユニット 形大容量 SF6 ガスシャ 断器の シリーズ 化を完成し, 画期的な ガスシ + 断器の受注体制を確立するに至った.

図1は高電圧試験室内で耐電圧試験を実施中の 300kV, 2,500 MVA, 4,000 A ガスシャ 断器一相分を示している.

図 1 耐電圧試験実施中の 300 kV, 25,000 MVA, 4,000 A ガスシャ 断器 (一相分)

# ■ アルミニウム製配電用変圧器完成

アルミニウムは、電気伝導度が高いこと、比重が小さいこと、価 格が安定していることなどの理由から、電気工業に大いに利用さ れるようになってきているが、変圧器における利用はまだ少ない.

このほど当社では、三相 300 kVA、三相 100 kVA および単相 50 kVA アルミニウム 製配電用変圧器を完成し, 三菱化成直江津工場 に納入した. また同時に単相 30 kVA の アルミニウムハク,帯使用変 圧器を開発した.

今回受注製作した変圧器のうち、三相 300 kVA は巻線にだけ アルミニウム を使用し、三相 100 kVA および単相 50 kVA は、ケー スその他の構造材および巻線にも Fルミニウム を使用した. 巻線に 使用した アルミニウム は三重紙巻 アルミニウム 平角線, ケース その他の 構造材には,溶接性,強度の観点から耐食 アルミニウム 合金板,押 出形材, 棒, 継目無管を使用した. 溶接は TIG 溶接および MIG 溶接で行なった.

寸法, 重量的に従来の標準変圧器と比較すると, 特性を同じと した場合, 三相 300 kVA では床面積で約 5% 大きくなるが, 総 重量ではほとんど変わらない. また, 三相 100 kVA および単相 50 kVA では床面積で約 10% 大きくなるが,総重量では 10~ 15% 軽減されている.

今回開発した単相 30 kVA は、高圧巻線に PVF 被膜処理し た アルミニウムハク を使用し、低圧巻線には アルミニウム 帯を使用した. ケース その他の構造材は従来どおりの鋼板製である. 巻線に アルミ こウムを使用する場合は、銅に比べて、同一構造、同一抵抗では 空間占有率が大となり、したがって鉄心窓面積も大となるが、アル ミニウムハク および帯を使用することによりこの点が改善された. すなわち,層間絶縁として,低圧巻線にはコイル絶縁紙を使用し, 高圧巻線では FNENクに絶縁処理した空間占有率の良好な,非常



図 1 製配電用変圧器

三相 100 kVA アルミニウム 図 2 単相 50 kVA アルミニウム 製配電用変圧器





図 4 単相 30 kVA アルミニウムハク 帯使用変圧器巻線横断面

図 3 単相 30 kVA アルミニウムハク 帯使用変圧器中身

に薄い、PVF 被膜自体を利用した. PVF 被膜は導体端部まで処 理されている.

寸法, 重量的に従来の標準変圧器と比較すると, 特性を同じと した場合、床面積でわずかに大きくなるが、総重量ではだいたい 同一である.

一般に巻線導体に ハヮ,帯を使用した場合次のような特長があ げられる.

(1) 磁気中心の一致による短絡強度の増大.

(2) インピーダンス 電圧の減少と電圧変動率の改善.

(3) 熱放散性がよいため巻線内部の温度傾斜がゆるやかにな 3.

今後の アルミニウム 製配電用変圧器の発展性を考えると,ケース そ の他の構造材に アルミニウム を使用することは、重量軽減、耐食性 がよいなどの利点があるが、価格的には現段階では有利ではない. しかし、巻線導体に アルミニウム を使用することは、経済的に十分 成り立つ可能性がある. とくに アルミニウムハク,帯使用変圧器では 前述のような大きな特長があり、その発展が期待される.

今回製作した アルミニウム 製配電用変圧器のおもな仕様は下記の とおりである.

三相	300	kVA	50 c/s	
	大電圧	F3450-	F3300-R3150-3000-2850 dV	
二次電圧		420丫/2	420Y/242-210Y/121 V	
三相	100	kVA	50 c/s	
5-	大電圧	F3450-	F3300-R3150-3000-2850 4V	
==	大電圧	420/~2	242–210¥/121 V	
単相	50	kVA	50 c/s	
	次電圧	F3450-	F3300-R3150-3000-2850 V	
=2	次電圧	210-10	5 V	
また開発	着した	アルミニウムハ	19,帯使用変圧器のおもな仕様は下記	
のとおり	である			
单相	目	30 kVA	60 c/s	
	火電圧	F3450-	-F3300-R3150-3000-2850 V	
	<b>次</b> 雷圧	210-10	5 V	

### 日新製鋼納め分塊圧延機の水銀整流器駆動

日新製鋼呉工場に分塊圧延機用電機品2基を納入した.1号機 は水平 ロール で駆動電動機は 2,600 kW 40/80 rpm, 2 号機は水 平 ロールを立て ロール より成り水平 ロール 駆動用電動機は 2×

2,600 kW 40/80 rpm O TWIN DRIVE C TOP FORWARD 方式の配置となっている. 立て ロール 駆動電動機は 2×750 kW 350/875 rpm である、図1に TOP FORWARD 配置の写真を 示す.

電源は イグナイトロン 整流器である. 1 号機は 2,900 kW, 2 号機 は水平 ロール が 2×2,900 kW 立て ロール が 1,650 kW の整流器 で給電されている.図2に簡略結線図を示す. 整流器は1組で 電動機の正転逆転および加速減速の切換は電機子極性切換開閉器 によって行なっている. 電動機界磁は 3×125 kW, 55 kW の サ イリスタによって制御されている.

この種圧延設備の駆動方式として整流器および極性切換器の使 用された例は欧州は別としてわが国では動作回数の低いものの一 例を除いては他に例がなく画期的なものであり5月以来好調に運 転されている,



図1 主 電 動 機 配 置



# ■アルミハク圧延機用自動板厚制御装置

従来輸入品にたよっており, しかもその運転性能は必らずしも 満足すべきものでなかった アルミハク 圧延機自動板厚制御装置 (A GC)を2組襲作納入したが、予想以上の好性能を得ることがで きた.

この装置は鉄板のそれと異なり圧延速度および巻戻張力を制御 することにより板厚を所定の厚みにするものであり、特長として すべてトランジタ化した静止形とし、またサンプリング制御方式と積分 制御方式との組み合わせによっているので、高い精度を得ること ができる点などである.

主体は図に示すように小形の キュービクル よりなり,比較的簡単 な構成としているため価格的に安く、取扱、保守も簡単なものと たっている.

納入品の運転例では最小仕上板厚 7 ミクロン に対し, ±3% 以

三菱電機技報 · Vol. 39 · No. 9 · 1965

114 (1162)

二次電圧

# ⊿NEWSFLASH 🖻



図 1 アルミハク 圧延機用自動板厚制御装置 内におさめることができた.

# ■ 新幹線構内および防護用無線機運用開始

当社が, さきに納めた新幹線用列車無線装置は, 列車が本線上 を走行する場合, 運転司令業務, 国鉄業務, 公衆電話業務に使用 するものであった.

1. 構内無線電話装置

列車が本線から離れて、品川および鳥飼の操車場に入る場合は ATC 装置も働かないため、入庫出庫の線番指定、出発待機指令 はすべて構内専用の無線電話を用いて、操車場指令室より列車に 対して指示が与えられる.これが構内無線装置で、列車装置は各 列車の前後部運転席に、基地局装置は品川鳥飼の操車指令所およ び沿線の主要駅に設置されている.

2. 列車防護無線電話装置

非常災害時に列車を緊急停止させる装置としては、ATC を利 用した沿線上 50 m 間隔に設置された緊急停止 ボタン,沿線 500 m ごとに設置された沿線電話機などがあるが、ATC 障害時また は天災などで有線回線に障害のあった場合は、いずれも効果がな いので、さらに無線による列車防護設備として昭和 39 年 10 月 に電波監理局の免許が下り、当社の無線機が使用されることにな った.

この装置は線路巡回班が携帯する送信機と、車上に設置された 受信装置より構成され、事故発見時に携帯送信機の スイッチ を入 れると、約 2~3 km の範囲内の列車の運転席に警報音と ランプ表 示を行ない運転手に事故発生を知らせる.

3. 仕様

(1)	構内無線	
	周波数	150.97 Mc
	送信出力	1 W
	通話方式	プレストーク 方式
	呼出方式	トーン 信号による呼出方式
(2)	防護送信機	
	周 波 数	169.01 Mc
	送信出力	0.5 W
	変調方式	2,355 c/s FM 変調

	送信継続時間	10 分以上
	使用部品	全 モレクトロン
	重量	約 530g
(3)	防護受信機	
	周波数	169.01 Mc
	受信方式	1 号機2号機並列受信方式
(4)	列車用空中線	
	構内無線送受信	)
	防護無線受信	<b>共用形空中線</b>
	架線電圧検知	J



図 1 防護警報用送信機

図 2 列車用構内無線電話 装置および防護警報制御器

### ■MAR-5 形航空機用超短波無線電話装置生産開始

当社の今後の機上無線機の標準機種となる半導体化の MAR-5 形無線機は,すでに郵政省の形式検定試験を終了し,通産省の製 造方法認可および設計確認も終了した.

現在, 試作機器1台は, 全日空に依頼して, 飛行試験を行なっ ているが, このほど長崎航空からの受注を機会に, 本格的生産に 移った.

本機は、送信部の3本の電子管以外はすべて トランジスタ 化を行 なったもので、小形軽量であるとともに、電源の消費電力も少な い.また チャネル 数は、最大 20 まで収容し得るので、今後 チャネ ルが増加した場合でも十分 カパー できる能力を有しており、同調 方式には新規開発した自動同調方式を採用し、水晶を交換するご とに プリセットを必要としないので保守、整備の点で非常に楽とな った点が最大の特長である.



図 1 送受信機本体(縦向)および制御器





図 2 送受信機本体(横向)

とう載方法は航空機の種類によって縦方向でも,横方向でも自 由にとう載可能であり,これも大きな特長の一つである. 今後各方面からの需要が期待される.

# ■ 電々公社通信研究所納めサーキュレータ

電々公社が計画している都市自動車無線集中基地局送信機の相 互変調対策用として、かねてより当社製 YIG を使用し、400 Mc 帯大電力 サーキュレータを開発してきたが、今回通信研究所に納入、 試験の結果、きわめて満足すべき特性であることが確認された.

また同計画の移動機でも問題の送信機相互変調軽減に使用できる サーキュレータ として、小形 サーキュレータ の開発を進めてきたが、 これも、このほど当社製 YIG を使用し、特性の良好な 400 Mc 帯 サーキュレータ を同通信研究所に納入した.

最近,移動無線は電波有効利用の観点から,大都市では集中基 地化されるすう勢にあり,今後,電々公社に限らずその他一般の 移動無線の送信機相互変調軽減用として,この種大電力および小 形 サーキュレータの活躍が期待される.



図 2 400 Mc 帯移動機用小形 サーキュレータ

さらに、小形 サーキュレータ は、その小形、軽量性から移動無線 のみならず、測定系、全固体化の機器など広い分野への用途が期 待される。

# NHK 納め全モレクトロン化テレビジョン同期 信号分配器完成

さきに モレクトロン 同期信号分配器を NHK 技術研究所へ納めた が、この装置は前に モレクトロン 化しなかった安定化電源回路も含 めて全 モレクトロン 化したものであり、1 入力 9 出力の 1 系統を カード 化 モジュール に変えて、8 系統を収容することに成功した. 分配容量は前回の装置の2台分に相当し、従来の トランジスタ 式分 配器の 10 倍以上に匹敵する.

同期分配回路の モレクトロン は半導体集積回路を用い,信頼度が さらに向上した. 各系統にはそれぞれ独立の可変遅延素子を備え 0~3 μs の範囲で出力信号に任意の遅延を与えることができる.

外形寸法は 150×150×430(mm), 消費電力は約 40 W であり -15~+45℃ の温度範囲で安定に動作する.



図 1 400 Mc 帯 200 W 基地局用 サーキュレータ



図 1 全 モレクトロン 化 テレビジョン 同期信号分配器

# 定電圧装置

発明者 東 勇

この発明は定電圧装置に関するものである.

従来,この種の装置では装置の入力電圧が大幅に変動する場合 にも,装置自身がそれを補償しなければならず,その負担により 必要以上に容量をもたせる必要があった.そのため装置は大形と なりまた多数の素子を使用するので事故の回数も多くなるなどの 欠点があった.そこでこの発明はこの欠点を除き,かつ入力電圧 の大幅な変動に対しても保護装置として動作するとともに定電圧 装置としても小形で安定に動作するよりにしたものである.

今,図1の端子(1)の電圧が漸次上昇していく場合,図2に おいて入力電圧がOQ間にあるときは切換回路(2)の抵抗( $A_i$ ,  $B_1 \cdots N_i$ )は全部短絡され、入力電圧は直接自動電圧調整器(5)に 印加され、OP間に相当する小さい入力電圧では自動電圧調整器 (5)が動作せず、Pを越えてQに達するまでは一定出力電圧を



端子 (10) に得るよう制御される. すなわち, 切換回路 (2) の 入力と出力電圧の関係は 図 2 の a で示される. 入力電圧がさ らに増加して Q を越えると自動電圧調整器 (5) は制御できなく なる. この自動電圧調整器 (5) の制御しうる入力変動範囲が  $\psi\phi$ 間であると考える. したがって自動電圧調整器 (5) の入力電圧 が  $\phi$  を越えればこれを押えるように切換回路 (2) を動作させる. 今, 端子電圧が漸次増加し Q に達したとすると,端子 (9) は  $\phi$ になる. このとき抵抗 (3) の端子 3A の電圧と基準電圧源 (4) 電圧との差が所定 レベル に達し検出回路  $A_3$  が継電器  $A_2$  を動作 し抵抗  $A_1$  を定電圧装置 (5) の入力回路にそう入する. このため 端子 (9) の電位は  $\psi$  になり,端子 (1) の電圧がさらに増加す るときの切換回路 (2) の入出力電圧の関係を 図 2 の  $\beta$  で示す. 端子 (1) の入力電圧が R に達すると抵抗  $B_1$  がそう入される. (特許第 428439 号) (久保記)



顔料層を有する純色ケイ光放電灯

発明者 大田重吉·末安高幸

この発明はガラス管内にこれと密着させて顔料層を設けた純色 ケイ光放電灯に関するものである。

すなわち,この発明による純色 ケイ光放電灯は融点 450~630 ℃の ホウ酸鉛および ホウ酸亜鉛を混合した顔料懸濁液を ガラス 管 内に塗布し,これを乾燥・焼付して管内壁に顔料層を密着形成し たものである.

したがって、このケイ光灯によるときは、その消灯時において 彩度の高い色感が得られ、また点灯時においても顔料層における 光反射がなくなりケイ光灯の色彩度は高くなるなどの利点が得ら れる、

(特許第 420941 号) (村松記)

電導性ガラス

発明者 山本壮司·大田重吉

この発明は ラピッドスタートケイ 光灯などの ガラス 壁内面に付着させる 導電性 ガラス に関するものである。

すなわち,この発明による導電性 ガラス酸化錫,酸化 アンチモン の混合物中に、アンチモンと等 モル またはそれ以下の モル 数の インジウ ム酸化物,ガリウム酸化物,タリウム酸化物のいずれか一種を添加し たガラス 状の混合酸化物から成るものである. このように構成した導電性 ガラス においては、その組成中のイ ンジウム、ガリウム あるいは タリウム はガラス 組成中の アンチモン を安定化 させる働きをするので、とくに耐熱性、耐紫外線性、および耐電 子線性が良く、したがって、これを電気的衝撃の比較的強い ラピ ッドスタートケイ 光灯などに使用しても長期にわたり使用可能である. (特許第 416550 号) (村松記)

次号予定	本社 営業所	研究所 製作所 工場 所在地
	本 社	果 京 蓹 十 八 田 区 丸 の ド 2 」 日 25 智 旭 (三菱電機ビル内) (電)東京(212) 大代表 6111
三菱雷機技報 Vol. 39 No. 10	大阪営業所	大阪市北区堂島北町8の1 (電)大阪(312)大代表 1231
半導体特集	名古屋営業所	名古屋市中村区広井町3008、大名古屋 5311 (電) 名古屋 (561) 大代表 5311
特集論文	靜岡駐在員	
○高周波高出力 シリコントランジスタ ○周波数逓倍用 パラクタ	他也是来历	(電) 福 岡 (75) 代 表 0231 北九州市小倉区京町10の281・五十鈴ビル
<ul> <li>○サイリスタのスイッチング 機構</li> <li>○三菱大電流 サイリスタ CR250A</li> </ul>	長崎出張所	(電)小倉(52)代表8234 長崎市大黒町3番1号長崎交通産業ビル・電長崎(3)代表6101
○三菱小電流 サイリスタ CR05A ○低周波出力 トランジスタ 2SB451 2SB452	札幌営業所	札幌市北二条西4の1・北海道ビル (電)札幌(26)大代表9111
〇三委ゲルマニウムトランシスタの特性および応用回路 〇半導体集積回路 TLL	(4) 台 国 柔 所 富 山 営 業 所	富山市桜木町1番29号·明治生命館(電)富山(31)代表3151
〇半導体放射線度出器(2) 〇GaAs 可変容量 ダイオード	広島営業所高松営業所	広島市中町7番32号・日本生命ビル(電)広島(21)大代表5111 高 松 市 離 屋 町 45 番地 (電) 高松 (2) 代表 0001
○電外効果トラシシスタ とその応用 ○P 形シリコンのエピタキシアルグロース	東京商品営業所	東京都千代田区丸の内2の12・三菱電機ビル (雷) 車 点 (212) 大代表 6111
○CdS 海峡 トランジスタ ○マイクロ 波電力用 シリコンバラクタダイオード	横浜出張所	横浜市中区富士見町2の12(電)横浜(48)6121
論 文 ○新設大容量短絡試驗設備用超々高圧短絡変圧器および高圧短	新潟出張所長野出張所	新潟市万代町69番茄 (電) 新潟(40) 1010 松本市白板 212番地 (電) 松本 (3) 1453
給変圧器 ○大容量移動用変圧器	大阪商品営業所	大阪市北区堂島北町8の1 (電)大阪 (312) 大代表1231 言報市由言区工作状態町5(古橋ビル) (電)京都(82)1245
○大容量変圧器用衝撃電圧発生装置 ○大容量変圧器用衝撃電圧発生装置	神戸出張所	神戸市兵庫区西宮内町 82 (万統ビル) (電)神戸(68)1396
技術解説	名古屋商品 営業所	名古屋市中村区広井町3008、人名古隆 11 (電) 名古屋 (561) 大概(501) 45-5311
○コアメモリスタック(その 1) 技術講座	静岡出張所	靜岡市七間町9の10・池田ビル(電) 静岡(53) (表5160     福岡市天神2丁目12番地1号・天神ビル5階
OSCR インパータ とその応用(その 3)	相同商品営業所	(電) 福 岡 (75) 代 表 0251 札幌市北二条西4の1・北海道ビル (電)札幌(26)大代表9111
	仙台商品営業所	仙台市大町4の175,新仙台ビル(電)仙台(22)代表6101 (金山土松土町1370号,明治た金館(領)宮山(31)代表3151
□ 萘 雷 檇 技 叝 編 集 委 員 会	富山商品宮楽所 金 沢 出 張 所	金沢市幸町13番28号(電)金沢(63)代表1341
委員長 小 倉 弘 毅	広島商品営業所 岡山田 張 所	広島市中町7番32号・日本生命ビル(電)広島(21)大代表5111 岡山市西長海字村北122の1 (電)岡山(24)代表0331
常任委員明石 精	高松商品営業所	高松市鶴屋町 45 番地 (電) 高松 (2) 代表 0001
	中央研究所	尼崎市南清水字中野 80 番地 (電) 大阪 (481) 大代表 8021 勞 合 市 大 船 782 番 地 (電) 鎌倉 (6) 代表 6111
// 于任兄重天 // 大野寬.孝	神戸製作所	神戸市兵庫区和田崎町3丁目(電)神戸(67)大代表 5041
<ul> <li>北川和人</li> <li>小路誠 寨</li> </ul>	伊丹製作所	尼 崎 市 南 清 水 字 中 野 80 番 地 (電) 大 阪 (481) 大 代 表 8 0 2 1
"小堀富次雄	伊丹製作所三田工場	三田市三輪町字父々部85番地 (電) 田 4371~4375
" " <sup>5</sup> 不 <sup>L</sup> <sup>N</sup> " 祖父江晴秋	長崎製作所	長崎市平戸小屋町 122 番地 (電)長崎(3)大代表 6211 密約古共之口町 1100 班地 (電) 縮沢 (32) 代表 4121~9
" 中 野 光 雄 " 馬 場 文 夫	和歌山製作所	和歌山市岡町91番地 (電)和歌山(3)代表1275~9
	鎌倉製作所 鎌倉製作所	鎌倉市上町屋 325 番地 (電) 鎌倉 (6) 入(云 617) 尼崎市南清水 字中野 80 番。地
安 貝 人 菻 序 天 《 尾 畑 喜 行	伊丹工場 北伊丹製作所	<ul> <li>(電) 大阪 (481) 大代表 6021</li> <li>伊丹市大鹿字主ケ池1番地 (電)伊丹 (72) 大代表 5131</li> </ul>
" 樫 本 俊 弥 " 神 崎 涵	名古屋製作所	名古屋市東区矢田町18丁目1番地 (電) 名古屋 (721) 大代表2111
" 島 津 大 介	福岡製作所	福岡市今宿青木 690 番地 (電) 福岡 88 代表 0431
// /加 吴 平 (以上 50 音順)	福山要作所 姬路製作所	描出 市線 间 1 4 6 5 (電) 価出 姫路市千代田町 840 番地 (電) 姫路 (23) 大代表 1251
	相模製作所	相模原市小山字久保224 0224 (電) 相模原 (72) 大代表 5131
昭和40年9月22日印刷 昭和40年9月25日発行	相模製作所世田谷工場	東京都世田谷区池 尻町437番地 (電)東京 (414) 代表 8111
「涂黑肉點瓜」 正面 重 100円(运科剂)	静岡製作所	静岡市小鹿110番地(電)静岡(85)大代表1111 中進川市駒場町1番3号(電)中進川(5)大代表2121
編集兼発行人	大船製作所	鎌倉市大船 800 番地 (電) 鎌倉(6)代表 6111
東京都千代田区丸の内2丁目12番地 小 倉 弘 毅 FU 副 所	郡山製作所 業 E 側 / 6 部	郡山市子斑脑町1番地(电)和山(2)1220-1220
東京都新宿区市谷加賀町1丁目 大日本印刷株式会社	無線機製作所	(電) 太 田 代 衣 4 5 1 1 尼崎市南清水字中野 80 番地 (電) 大阪 (481) 大代表 8021
印刷者	京都製作所	京都府乙訓 郡長岡町大字馬場小字図所1 (電) 京都西山 (92) 代表 4171
東京都新福区市谷加賀町1丁目 向 简 政 大 発 行 所	札 幌 営 業 所 札 幌 工 場	札幌市北二条東12丁目98番地 (電) 札幌 (22) 3976
三菱電機株式会社内「三菱電機技報社」		म
(電)東京 (212) 大代表 6111	39巻7号表	▲ 紙Ⅲ 左下説明文"近畿電鉄あやめ池駅前広場"は"近
9 元 九 東京都千代田区神田範町3の1 株式会社オーム社書店	畿日本鉄道部	6やめ池駅前広場"と訂正の上お詫び申し上げます。
電話 (291) 0912 撮替東京 20018	1	

118 (1166)



米国アイオワ大学エームス研 究所納め複式中性子回折装置

# ●米国アイオワ大学エームス研究所納め 複式中性子回频装置

本年5月,当社の複式中性子回折装置をアメリカ国立原子力所究所,AMES研究所(IOW A 大学運営)の 5MW 重水減速原子炉に据え付けを完了した.

中性子回折装置は原子炉から得られる強い熱中性子を単色化し、これを試料に照射して、 その散乱の状態から試料の物性を研究するための実験装置である.

据え付けを完了した装置は、一つの原子炉実験孔を用いて2台の中性子回折装置を運転 し、それぞれの回折装置は独立して別個に単色中性子の波長を連続可変にすることができ るようになっているのが大きな特長である.このうち1台は単結晶・粉末試料両用の回折 装置で、他の1台は中性子の非弾性散乱研究用のため エネルギ 分析のできるものである. 装置は全重量約 30t の大形機械で、精度は 0.01度を要求される精密な装置である.

、測定系は BF<sub>3</sub> 計数管,前置増幅器,比例増幅器で中性子の検出を行ない,スケーラ で計数し,その結果を印字する.

制御系は入力装置として紙 テーラリーダ と キーボード とがあり, NOR カード で構成された プログラム 制御回路で機械部の位置ぎめ制御や スケーラ を含む シーケンス 制御を行なう. また 機械部の駆動は サーボ 増幅器で サーボモータ を制御している. これら測定,制御の状態や機 械部の状態は, プログラムインジケータ と インジケータ に表示される.

回路部は トランジスタ 化, プリント 配線化している.

このように中性子回折実験を自動的に行なうことにより、はん雑な測定手順も容易に実 現でき、テープ信号による長時間の連続測定も可能である.

昭和 35 年に、わが国最初の中性子回折装置を日本原子力研究所に納入して以来、国内の 装置は、すべて当社が製作納入してきたが、今回の装置は、わが国の輸出1号機となった

この装置は原子炉の出力上昇をまって、本年秋頃から運転される予定であり、大きな成 果を期待されている.



プログラム制御を組み込んだ同装置の制御盤