白色標準反射面としての PTFE 粉末 圧着面の作成条件と拡散反射特性

正会員 鈴木 健一* 正会員 大野 義弘**

Goniometric Diffuse Reflectance Characteristics of Pressed PTFE Powder

Kenichi Suzuki (Member)

(Lighting Research Laboratory, Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.)

Yoshihiro Ohno (Member)

(Radiometric Physics Division, National Institute of Standards and Technology)

ABSTRACT

Spectral diffuse reflectance and radiance factors of pressed polytetrafluoroethylene (PTFE) powder produced in Japan have been measured with variation of density, thickness, surface roughness, wavelength and ageing effects of the pressed powder. The $0^\circ/d$ spectral diffuse reflectance was measured over 250 to 2500nm region. The radiance factors were measured at 0° and 45° incidence and at -80° to 80° viewing angles, on wavelength of 400nm, 550nm, 700nm, using an absolute goniophotometer. It has been found that, although slight ageing effects and weak fluorescence in UV region are recognized, the newly pressed powder has high reproducibility on diffuse reflectance and radiance factors under a certain range of pressing condition, and that the pressed powder will be useful for the radiance factor's standards as well as the diffuse reflectance standards.

1. まえがき

分光光度計や輝度計などの測定機器の校正においては、白色標準反射面として硫酸バリウム (BaSO_4) 粉末圧着面や白色セラミックスなどが古くから用いられているが、参照用の白色標準反射面としての特性を把握するためには、拡散反射率や放射輝度率あるいは二方向反射率分布関数 (BRDF¹⁾) 等を絶対測定する必要がある。その測定方法としては、特殊な積分球やゴニオホトメータを用いる方法²⁾⁻⁹⁾があるが、これらの測定には高度な技術や経験を必要とするため、一般には、硫酸バリウム粉末圧着面等の拡散反射率や放射輝度率 (0° 入射/ 45° 出射または 45° 入射/ 0° 出射) を1とみなして使用されることが多く⁶⁾、この場合、可視域では数%、紫外・赤外域では10%以上の誤差を生じる場合がある。

このような背景から、拡散反射率や放射輝度率を個々の白色標準反射面ごとに絶対測定する代わりに、特性の明かな特定の硫酸バリウムや PTFE*粉末を用い、反射面の作成方法を限定して、一定の反射特性を再現させる方法が報告されている⁷⁾⁻⁹⁾。

PTFE 粉末を用いた反射面としては、高压で圧縮成形した圧縮成形面と、比較的小さな圧力で圧着した圧着面が、それぞれ Grum⁸⁾、Weidner⁹⁾により報告されている。前者は成形に大きな圧力を必要とし製作が難しく、また、三嶋らは圧縮成形面作成上の特性のばらつきが大きいことを指摘している¹⁰⁾。後者については、分光拡散反射率が安定に再現することが報告されており¹¹⁾、新しい白色標準反射面として注目されている。

しかしながら、これらの方法は、データが報告されている品種が限られたものであり入手が困難なことや、反射率の再現性の確認が不十分であるなどの理由からあまり普及していない。また、報告されているデータは主に拡散反射率についてのものであり、参照用の白色標準反射面として重要な放射輝度率等のゴニオ反射率特性について十分検討された例が少ない。

そこで、入手の容易な材料を用いて、拡散反射率やゴニオ反射特性が安定に再現できる参照用の白色標準反射面の実用的な作成方法を確立することを目的とし、今回、国内で広く使われている PTFE 粉末を様々な条件で圧着した場合の拡散反射率および放射輝度率を測定し、安定な反射特性が再現できるための圧着面の作成条件を明らかにしたので報告する。

2. PTFE 粉末の選択および圧着面の作成方法

PTFE は、高压ケーブルの被覆材やテフロンコーティング等に用いられる汎用的な白色のフッ素樹脂である。耐熱、耐低温性、

*松下電器産業株式会社生活システム研究センター照明研究所

**Radiometric Physics Division, National Institute of Standards and Technology
Gaithersburg, MD 20899 USA

* Poly-Tetra-Fluoro-Ethylene (四フッ化エチレン樹脂) のこと、当初アライドケミカル社の商品名であるハロンの名で紹介された。

耐薬品性、電気絶縁性、高周波特性に非常に優れており、非粘着性、低摩擦特性、低吸水性を兼ね備えている^{**}。したがって、硫酸バリウム等の他の白色材料に比べて、非常に安定な物質であり、扱いが容易である。Weidnerらは米国アライドケミカル社製のPTFE粉末(G-80)の光学的特性について報告している。今回の検討には、国内において入手の容易なダイキン社製PTFE粉末(M-12)を用いた。M-12はG-80と化学組成が等しく、粒径はG-80より小さい。M-12の粒径は、1次粒径で3 μm 程度、2次凝集した場合の平均粒径で25 μm である¹²⁾。

PTFE粉末は一般に固着しやすい性質であるため、圧着する前に一度粉碎する必要がある。そこで、PTFE粉末を回転式の粉碎器により粉碎した後、図1に示すような治具を使用し、一定重量のPTFE粉末を内径30mmのシリンダ内に入れ、ピストンをゆっくり押しつけて圧着した。ピストンの先端には砂ずりガラス(#150と#200の2種類)かサンドペーパー(#150)を固定し、圧着面表面の状態を規定した。圧着面作成にあたっては、毎回、圧着治具各部の汚れをよく拭き取り、圧着面に汚れが付着しないように配慮した。

図1 圧着治具

PTFE粉末圧着面は、圧着面表面による拡散と、圧着物内部における拡散により、入射光を拡散反射させる。表面における拡散では表面の凹凸により、圧着物内部における拡散は圧着物内におけるPTFE粒子の分散の程度や圧着物体積によって変化するため、PTFE粉末圧着面の作成条件としては、密度^{***}、表面粗さおよび厚さが重要なパラメータとなると考えられる。これらのパラメータを変化させたときの圧着面の拡散反射率と放射輝度率について検討した。

^{**}カタログデータによれば、分子量は200万～1000万、融点327℃、比重2.13～2.22である。

^{***}ここでいう密度とは、粉末を圧着した状態で質量と体積の比、粉末状態での見かけの密度は約0.29g/cm³(カタログデータ)である。

^{****}米国国立標準技術研究所(National Institute of Standards and Technology)

3. 実験方法・装置

3.1 拡散反射率測定

拡散反射率測定は、拡散反射率標準を参照にして比較測定にて行なった。拡散反射率標準としては、米国NIST^{****}において拡散反射率測定の常用標準としているアライドケミカル社製PTFE粉末の圧着面を使用した。圧着面の作成条件は文献⁹⁾で示されている条件とした。この圧着面の反射率データとしては、通常であれば文献⁹⁾における報告値を用いればよいが、圧着面作成方法の妥当性を確認するため、NISTに依頼し、筆者の実験室において作成した圧着面サンプル2個(S-1, S-2)の拡散反射率をNISTの標準分光光度計で測定した。表1に測定結果を示す。

表1 PTFE粉末(アライドケミカル社製G-80)圧着面の分光反射率特性

波長 [nm]	反 射 率[%]			波長 [nm]	反 射 率[%]		
	公表値	S-1	S-2		公表値	S-1	S-2
250	97.3	95.5	95.6	650	99.4	99.4	99.4
260	97.6	95.7	95.8	700	99.4	99.4	99.4
270	97.8	95.8	95.8	750	99.4	99.4	99.4
280	98.0	96.2	96.2	800	99.4	99.4	99.4
290	98.2	97.1	97.2	850	99.4	99.4	99.4
300	98.4	97.6	97.6	900	99.4	99.4	99.4
310	98.5	97.9	97.9	950	99.4	99.4	99.4
320	98.7	98.2	98.2	1000	99.4	99.4	99.4
330	98.8	98.4	98.4	1050	99.4	99.4	99.4
340	98.9	98.5	98.4	1100	99.4	99.4	99.4
350	99.0	98.7	98.5	1150	99.4	99.4	99.4
360	99.0	98.7	98.6	1200	99.3	99.4	99.4
370	99.1	98.9	98.7	1250	99.3	99.4	99.4
380	99.1	98.9	98.7	1300	99.2	99.3	99.4
390	99.2	99.0	98.9	1350	99.1	99.3	99.3
400	99.3	99.1	99.0	1400	99.1	99.2	99.3
450	99.3	99.3	99.1	1450	99.2	99.2	99.3
500	99.4	99.3	99.2	1500	99.2	99.2	99.3
550	99.4	99.4	99.3				
600	99.4	99.4	99.3				

(公表値は文献⁹⁾による。S-1, S-2はNISTにおける測定値)

NISTの今回の測定値の不確かさ(公表値)は全波長域において±0.5%となっている。圧着面を同一条件で作成したときの拡散反射率の再現性は、波長200～300nmで±1%、波長350～2000nmで±0.5%、波長2050～2500nmで±1%と報告されており¹¹⁾、これらの値を比較すると、サンプルの実測値と報告値とのはずれが紫外域においてわずかに大きい。これは、サンプル作成に使用したPTFE粉末が汚染されたためと考えられる。波長1500nmを超える波長域での測定データはないが、波長1500nmまでの赤外域で測定値が報告値とよく一致していることから、波長1500～2500nmにおいても、前述のはずれの範囲で拡散反射率が報告値と一致しているものと考えた。そこで、拡散反射率標準の拡散反射率としては、波長250～1500nmにおいてはNISTの測定値(圧着面2個の平均値)を、波長1550～2500nmにおいては文献⁹⁾の報告値を代用することにした。

拡散反射率の測定には、日立製U-3400形分光光度計を使用した。U-3400形分光光度計は2光束式の分光光度計であり、被測定サンプルの拡散反射率 $R(\lambda)$ と拡散反射率標準の拡散反射率 $R_{\text{std}}(\lambda)$ との比 $I(\lambda)$ を出力する。したがって、被測定サンプルの

図2 拡散反射率測定装置概要図

拡散反射率 $R(\lambda)$ は次式で求めることができる。

$$R(\lambda) = I(\lambda) \cdot R_{\text{std}}(\lambda) \quad \dots\dots\dots(1)$$

測定波長は、波長250～2500nmとし、50nm間隔(帯域波長幅は5nm)において測定した。

図2に、今回使用した装置の概要を示す。装置で使用している積分球の内径は60mmであり、内部には硫酸バリウムが塗布されている。光源には、波長250～330nmでは重水素ランプが、波長330～2500nmではハロゲン電球が使用されている。光検出器には、波長250～850nmでは光電子増倍管R928が、波長850～2500nmではPbSセルが使用されている。入射条件は、 0° 入射とした。

装置の測定精度を確認するために、同じサンプルを5回測定して測定値の再現性を求めた。その結果、測定値の再現性は、波長250～350nmで $\pm 0.4\%$ 以内、波長400～800nmで $\pm 0.1\%$ 以内、波長850～2000nmで $\pm 0.3\%$ 以内、波長2050～2450nmで $\pm 1\%$ 以内、波長2500nmで $\pm 5\%$ 以内(値はいずれも 3σ)であった。波長2500nmで測定値の再現性が悪くなるのは、PbSセルを常温で使用しているために分光応答度特性が長波長域までのびておらず、この波長域でのPbSセルの分光応答度が低いことや、U-3400形分光光度計の積分球の内壁面に塗布されている硫酸バリウムの反射率が長波長域で低くなり¹³⁾、積分球の分光効率低下することなどにより、装置のSN比が小さくなるためと考えられる。そこで、再現性による測定値の誤差を低減させるために、測定は1つのサンプルについて3回行ない、3回の平均値をデータとして採用することにした。

本測定方法における測定値の不確かさは、測定値の再現性と拡散反射率標準の不確かさから、波長250～350nmで $\pm 1\%$ 、波長400～800nmで $\pm 0.5\%$ 、波長850～2000nmで $\pm 1.0\%$ 、波長2050～2450nmで $\pm 1.5\%$ 、波長22500nmで $\pm 5.5\%$ であると考えられる。

3.2 放射輝度率測定

放射輝度率の測定には筆者らが開発した3次元ゴニオホトメータ⁵⁾を用い、放射輝度率を絶対測定した。図3に放射輝度率の測定原理を示す。図3は、放射束 Φ_i の平行光(アパーチャAより小さい径のビーム)を入射角 θ_i よりサンプルSに入射させたときの反

図3 放射輝度率測定原理図

射角 θ_r 方向の放射輝度率 $\beta(\theta_i, \theta_r)$ を測定する場合について示してある。図3において、サンプルSとアパーチャAとの距離をL、サンプルからの拡散反射光のうち開口面積aのアパーチャAを通過する放射束を Φ_r とすると、放射輝度率 $\beta(\theta_i, \theta_r)$ は次式で求めることができる。

$$\beta(\theta_i, \theta_r) = \frac{\pi \cdot \Phi_r \cdot L^2}{\Phi_i \cdot a \cdot \cos \theta_r} \quad \dots\dots\dots(2)$$

サンプルSとアパーチャAとの距離LおよびアパーチャAの開口面積aは装置定数であり、反射角 θ_r は適切に設定すれば、反射放射束 Φ_r と入射放射束 Φ_i との比を測定することで、式(2)より放射輝度率 $\beta(\theta_i, \theta_r)$ を求めることができる。このように、この装置はこれまでのゴニオホトメータには必要であった比較測定用の反射率標準を必要とせず、放射輝度率を絶対測定できる。測定波長は550nm(波長幅は50nm)とし、波長特性測定においてのみ波長400、700nm(波長幅は50nm)も測定した。入射角は 0° および 45° 、反射角は $0^\circ \sim 80^\circ$ において 5° 間隔とした。また、データの比較検討にあたってはJIS¹⁴⁾で決められている、 0° 入射/ 45° 反射、 45° 入射/ 0° 反射(以下、0/45、45/0と記す)の値を用いた。

このゴニオホトメータは、光源にはキセノンランプ(浜松ホトニクス社製L2194)をレンズ光学系にて平行ビーム光にしたものを、受光器にはシリコンフォトダイオード(浜松ホトニクス社製S1337BQ石英窓なし)にアパーチャを組み合わせたものを使用している。入射光路にバンドパスフィルタを挿入することで測定波長を設定する。入射光は直径約5mm、アパーチャの開口は直径9mm、サンプル中心から受光器までの距離は325mmである。このときの受光器のアパーチャへの見込み角は約 1.5° であり、均等拡散反射面においては、この見込み角による放射輝度率の測定誤差はほとんどなく、最大でも0.1%未満である。

放射輝度率の測定精度を確認するために、同じサンプルを3回測定して測定値の再現性をもとめた。その結果、入射条件0/45および45/0における測定値の再現性は $\pm 0.8\%$ 以内(値はいずれも 3σ)であった。測定値のばらつきの原因としては、光源や光検出系の安定性の他に、サンプル取り付け時における位置の再現性があげられる。そこで、これらの要因による誤差を低減させるために、測定は1つのサンプルについて3回行ない、3回の平均値を

データとした。

本装置の主な系統誤差要因は受光器の直線性のはずれや入射光のフレア（迷光）があげられる。受光器の直線性のはずれは1：10⁵において±0.2%，入射光のフレアは+0.1%であった¹⁵⁾。これらのデータおよび測定値の再現性のデータから、本測定における測定値の不確かさは装置系統誤差と測定値の再現性などから考えて±1%であると考えられる。

4. 実験結果と検討

4.1 作成上の再現性

サンプル3個を同一の作成条件（後述の基準作成条件）で作成し、これらのサンプルの拡散反射率と0/45および45/0における放射輝度率の再現性を求めた。拡散反射率の再現性は、波長250～300nmで±0.4%以内、波長350～800nmで±0.1%以内、波長850～2000nmで±0.3%以内、波長2050～2500nmで±2%以内（値はいずれも3σ）であり、いずれの波長においても測定値の不確かさ（3.1章参照）以下であり、サンプル作成上の拡散反射率のばらつきは認められなかった。放射輝度率の再現性は、0/45で±1.1%以内、45/0で±0.2%以内（値はいずれも3σ）であった。0/45の再現性が若干悪いのは、0/45の場合反射角近傍における放射輝度率の変化が大きく、サンプルの着脱時における位置や角度のばらつきの影響を受けたためと考えられる。したがって、この影響を低減させるために、サンプルは各作成条件において3個ずつ作成し、各サンプルの測定値の平均値をデータとした。

表2 圧着面作成条件

条件	分光反射率測定	BRDF測定	共通条件
密度 [g/cm ³]	0.5, 0.75, 1.0, 1.25, 1.5	0.5, 1.0, 1.5	#150砂ずりガラス 厚さ10 [mm]
表面粗さ	#150・#200砂ずりガラス #150サンドペーパー		密度1.0 [g/cm ³] 厚さ10 [mm]
厚さ10 [mm]	2, 4, 6, 8, 10	2, 6, 10	密度1.0 [g/cm ³] #150砂ずりガラス

4.2 圧着面密度

作成条件としては、密度1.0g/cm³、厚さ10mm、#150砂ずりガラスにて圧着したものを基準作成条件とし、密度、表面粗さ、厚さ等の値を個々に変えて、作成条件による反射特性の変化を検討した。検討した圧着面作成条件を表2に示す。基準作成条件に対して密度条件を変化させた場合の拡散反射率特性および放射輝度率の変化を測定した。密度条件以外の作成条件は、基準作成条件（#150砂ずりガラス、厚さ10mm）と一致させた。圧着面は、密度が0.50g/cm³未満ではサンプルがもろくなり、壊れやすい。また、圧着面の密度が1.50g/cm³を超えると圧着時に大きな圧力が必要となり容易に圧着できなくなる。そこで、密度条件は0.5～1.5g/cm³の範囲とし、拡散反射率測定においては0.50、0.75、1.00、1.25、1.50g/cm³の5条件、放射輝度率においては0.5、1.0、1.5g/cm³の3条件とした。図4に密度による拡散反射率の変化を示す。図4において、拡散反射率は密度0.75～1.0g/cm³の範囲で最も大きくなっており、この変化は波長により異なっている。密度条件を0.5～1.5g/cm³とした場合の拡散反射率の変化は波長400～1800nmにおいて最大0.5%であり、これ以外の波長域では密度による拡散反射率の変化が大きい。密度条件を0.75～1.0g/

図4 密度による拡散反射率の変化

cm³の範囲に限定すると拡散反射率の変化はほとんどみられない。したがって、密度条件0.75～1.0g/cm³にて圧着面を作成することで、拡散反射率特性の再現性を高められることが明らかになった。図5(a)は、密度による放射輝度率の変化を示したものである。図5(a)において、密度0.5g/cm³の特性が他の密度条件の特性に比べて大きく異なっている。拡散性は、入射角45°の場合は密度0.5g/cm³の特性が最も良いが、入射角0°では逆に最も悪くなり、一概に密度条件による拡散性の良否を判別できない。入出射条件0/45および45/0の放射輝度率は、密度による値の変化が小さく、0/45において0.6%，45/0において0.5%であった。

4.3 表面粗さ

表面粗さの異なる3種類の表面で圧着したサンプルをそれぞれ作成し、このサンプルの拡散反射率と放射輝度率を測定した。使用した表面は、#150および#200の砂ずりガラスと#150のサンドペーパーである。砂ずりガラスは、ソーダガラスをそれぞれ所定の粗さの砂で研磨した後に、よく洗浄したものである。圧着に使用したサンドペーパーは、NISTより入手したものであり、汚れが圧着面に付着しにくいものである。なお、表面の粗さは、粗い順に、#150サンドペーパー、#150砂ずりガラス、#200砂ずりガラスとなっている。表面粗さ以外の作成条件は基準作成条件（密度1.0g/cm³、厚さ10mm）と一致させた。表面粗さによる拡散反射率の変化は、波長300～2000nmにおいて最大0.3%であり、今回検討した表面粗さでは圧着面の拡散反射率特性に差を生じないことが明らかになった。図5(b)に表面粗さによる放射輝度率の変化を示す。図5(b)において、入射角45°では表面粗さが粗いほど拡散性が良くなっている。入射角0°では#150砂ずりガラスのサンプルの拡散性が最も良いことがわかる。入出射条件0/45および45/0における放射輝度率は、表面粗さによる値の変化が小さく、0/45において0.2%，45/0において0.7%であった。

図5 圧着面作成条件による放射輝度率の変化

4.4 厚 さ

厚さを変化させたサンプルを作成し、このサンプルの拡散反射率および放射輝度率を測定した。サンプルの厚さは、拡散反射率測定においては2, 4, 6, 8, 10mmの5条件、放射輝度率測定においては2, 6, 10mmの3条件とした。他の作成条件は基準作成条件（密度1.0g/cm³、#150砂ざりガラス）とした。図6に、サンプルの厚さによる拡散反射率の変化を示す。図6より、4mm以上の厚さがあれば、PTFE粉末圧着面の拡散反射率が安定することがわかる。図5(c)に厚さによる放射輝度率のゴニオ特性の変化を示す。図5(c)において、入射角45°では圧着物の厚みが小さいほど拡散性が良く、入射角0°では逆に厚いほど拡散性が良いことがわかる。入射条件0/45および45/0の放射輝度率は圧着物の厚みによる値の変化が小さく、0/45において0.6%、45/0において0.2%であった。

4.5 経時変化

基準作成条件においてサンプルを3個作成し、サンプルの300日後の拡散反射率と放射輝度率の経時変化を測定した。サンプルは湿度約30%の雰囲気にて保存した。拡散反射率は紫外域においてわずかな低下がみられたが、波長250~400nmでは-0.7%以内、波長450~2000nmで±0.2%であり、いずれの波長域の変化も測定値の不確かさ以下であった。また、放射輝度率のゴニオ特性は変化していたが、入射条件0/45および45/0における放射輝度率の変化は、0/45において-0.1%、45/0において0.5%であり、比較的小さいことがわかった。

4.6 放射輝度率の波長特性

基準作成条件においてサンプルを作成し、波長400, 550, 700nmの放射輝度率を測定した。放射輝度率のゴニオ特性は波長が短い

ほど拡散性が良くなるように変化したが、入射条件0/45および45/0における放射輝度率の波長による変化は小さく、0/45において0.4%、45/0において0.6%であった。

4.7 蛍光発光特性

PTFE粉末圧着面は、波長290nm以下の励起光によって、波長310~350nmにおいて若干の蛍光が発光することが報告されている⁹⁾。PTFE自身は蛍光発光しない物質であるが、PTFE粉末の中に混入したわずかな不純物やゴミに蛍光性のものが含まれているものと考えられる。そこで、石英バルブの低圧水銀ランプとフィルタを組み合わせ波長320nm以下の光を入射して、入手したPTFE粉末の圧着面の蛍光発光特性を測定した。分光器の入射光学系に入射面にPTFE粉末圧着面を用いて、分光放射照度標準電球で校正した後、前述の入射光強度 I_{PTFE} と、同様な手順で硫酸バリウム粉末圧着面を入射面にした場合の入射光強度 I_{BaSO_4} を測定する。 I_{PTFE} および I_{BaSO_4} の値は、水銀輝線のある波長254nmの値にて正規化している。硫酸バリウム粉末はEastman Kodak社製であり、蛍光発光特性がないことが知られているので¹⁰⁾、 $(I_{\text{PTFE}} - I_{\text{BaSO}_4})$ の値がPTFE粉末圧着面の蛍光発光強度と考えられる。その結果、波長315nmに最大値を持つ蛍光発光が認められたが、最大値においても0.03%の非常に弱い蛍光発光であった。したがって、PTFE粉末圧着面には実用上蛍光発光がないとみなしても問題ないが、紫外域において使用する場合にはこの特性に留意する必要がある。

4.8 偏光特性

シート状ダイクロイック偏光板（メスグリオ社製）を用いて偏光させた光を入射して、入射条件0/45および45/0における放射輝度率の偏光特性を測定した。放射輝度率は、s偏光を入射し

表3 PTFE粉末（ダイキン社製M-12）圧着面の分光反射率特性

波 長 [nm]	基準作成条件の反射率		作成条件による拡散反射率の変化[%]			300日後の 変化 [%]
	反射率[%]	不確かさ[%]	密 度	表面粗さ	厚 さ	
250	96.8	±1.0	1.5	2.1	0.6	-0.7
300	98.3	±1.0	0.9	0.3	0.2	-0.4
350	98.7	±1.0	0.6	0.2	0.2	-0.3
400	99.3	±1.0	0.5	0.3	0.1	-0.2
500	99.4	±0.5	0.3	0.3	0.2	-0.1
600	99.5	±0.5	0.3	0.2	0.2	-0.1
700	99.5	±0.5	0.3	0.2	0.2	-0.1
800	99.7	±0.5	0.3	0.2	0.2	-0.1
1000	99.5	±1.0	0.3	0.1	0.3	0.2
1500	99.4	±1.0	0.3	0.1	0.4	0.1
2000	98.4	±1.0	0.7	0.3	0.2	0.1
2100	97.0	±2.0	0.1	0.2	0.3	-0.2
2200	97.9	±2.0	0.0	0.4	0.2	0.4
2300	97.3	±2.0	0.1	0.4	0.2	-0.1
2400	96.2	±2.0	0.8	0.4	0.5	0.2
2500	95.9	±5.0	0.1	0.4	0.0	1.2

(作成条件による変化は、密度：0.5～1.5 [g/cm³]，表面粗さ：#150サンドペーパー，#150・#200砂ずりガラス，厚さ：4～10 [mm] における最大値と最小値の幅を表わす)

表4 PTFE粉末（ダイキン社製M-12）圧着面の放射輝度率特性

反射角	基準作成条件の放射輝度率		作成条件による放射輝度率の変化[%]			波長による 変化 [%]	300日後の 変化 [%]
	放射輝度率	不確かさ[%]	密 度	表面粗さ	厚 さ		
(0°入射)							
5	1.096	±0.4	0.7	0.9	0.2	1.0	0.5
10	1.082	±0.4	0.4	1.0	0.1	1.0	0.4
15	1.072	±0.4	0.4	0.9	0.1	0.7	0.4
20	1.064	±0.5	0.5	0.8	0.1	0.7	0.4
25	1.054	±0.6	0.5	0.8	0.1	0.7	0.3
30	1.043	±0.6	0.4	0.7	0.1	0.6	0.3
35	1.033	±0.7	0.5	0.6	0.1	0.4	0.2
40	1.021	±0.8	0.5	0.4	0.1	0.3	0.1
45	1.008	±1.0	0.6	0.2	0.2	0.4	-0.1
50	0.992	±1.1	0.6	0.2	0.2	0.4	-0.2
60	0.956	±1.6	0.8	0.8	0.6	0.5	-0.8
80	0.828	±5.3	0.4	0.7	0.8	0.7	-3.6
(45°入射)							
-80	0.820	±5.3	3.7	4.7	1.0	3.8	-2.3
-60	0.944	±1.6	6.8	4.8	0.3	2.7	-0.3
-40	1.013	±0.8	5.1	3.1	0.4	1.8	0.6
-30	1.003	±0.6	3.5	2.5	0.4	1.4	0.8
-20	1.003	±0.5	1.9	1.9	0.3	0.9	0.7
-15	1.004	±0.4	1.0	1.6	0.3	0.9	0.8
-10	1.009	±0.4	0.8	1.0	0.1	1.0	0.3
-5	1.010	±0.4	0.4	0.8	0.1	0.7	0.4
0	1.011	±0.4	0.5	0.7	0.1	0.6	0.5
5	1.016	±0.4	1.5	0.4	0.3	0.4	0.2
10	1.017	±0.4	1.8	0.8	0.1	0.3	0.4
15	1.021	±0.4	2.3	1.2	0.2	0.3	0.1
20	1.026	±0.5	2.8	1.5	0.3	0.3	0.1
30	1.037	±0.5	3.9	2.3	0.5	0.5	-0.2
40	1.053	±0.8	5.0	3.2	0.7	0.9	-0.5
60	1.101	±1.6	7.2	5.6	0.3	1.8	-1.1
80	1.166	±5.3	7.7	8.1	0.3	1.5	-3.3

(作成条件の変化は、密度：0.5～1.5 [g/cm³]，表面粗さ：#150サンドペーパー，#150・#200砂ずりガラス，厚さ：6～10 [mm]，波長 [nm] における最大値と最小値の幅を表わす，波長変化は波長400～700 [nm] における最大値と最小値の幅を表わす)

たときに最大となり、P 偏光を入射したときに最小となる。最大値と最小値の偏差は、0/45において約2.7%、45/0において約1.4%であった。この偏差は、例えば、偏光度が50%の楕円偏光を入射した場合には1/10程度に低減されることから、一般の光源を入射する場合には、偏光による影響は少ないものと考えられる。

4.9 測定結果のまとめ

以上の測定結果から、推奨できる圧着面の作成条件を、密度1.0 g/cm³、厚さ10mm、表面粗さを#150砂ずりガラスにて圧着したもの（基準作成条件）と定め、この条件における圧着面の拡散反射率特性（各波長）を表3に、放射輝度率のゴニオ特性（波長550nm）を表4に、それぞれまとめた。また、表3、表4には、密度0.5～1.5 g/cm³、厚さ4～10mm（放射輝度率は厚さ6～10mm）、表面粗さ（#150、#200砂ずりガラス、#150サンドペーパー）の各条件の変化範囲における拡散反射率、放射輝度率の変化、および300日の経時変化についてもまとめた。表3から、作成条件による拡散反射率特性の変化は、ほとんどの波長域において測定値の不確かさ以下となっており、基準作成条件については厳密に合わせる必要がなく、近傍の値であれば実用上十分な再現性を確保できるといえる。表4より、作成条件による放射輝度率特性の変化は、反射角によっては大きく変化する場合があり、拡散反射率の場合より多少影響が大きいため、作成条件を一定にし、入射条件を限定して使用することが望ましいといえる。また、入射条件0/45および45/0においては放射輝度率が比較的良好に再現しており、0/45においては1.008±1%、45/0においては1.011±0.4%の放射輝度率があることがわかった。

4.10 硫酸バリウムとの反射特性比較

4.9で述べた推奨条件で作成した PTFE 粉末圧着面と、硫酸バリウム粉末圧着面の反射特性を比較した。硫酸バリウムは Eastman Kodak 社製のものをを用いた。この硫酸バリウムの作成条件として同社が密度2.0g/cm³の条件を推奨している¹⁶⁾ので、硫酸バ

リウム粉末圧着面の作成条件としては、密度2.0g/cm³、厚さ10 mm、表面粗さ#150砂ずりガラスとした。拡散反射率の測定結果を図7に示す。図7より、硫酸バリウム粉末圧着面は波長1300nmより拡散反射率が低下するのに対比、PTFE 粉末圧着面は測定波長域において95%以上の拡散反射率を維持しており、分光特性の均一性も高く、拡散反射面として優れていることがわかる。硫酸バリウム粉末圧着面の拡散反射特性にみられる波長1400～1500 nm、1900～2000nm、および2300nm 以上の反射率低下は、硫酸バリウムに吸着した水の吸収によるものであり¹³⁾、この水の吸着が硫酸バリウムの反射特性の不安定要因のひとつであるといわれている。PTFE 粉末圧着面の反射特性には水の吸収による反射率低下がみられない。したがって、PTFE 粉末は水をほとんど吸着しないことがわかり、PTFE 粉末圧着面の反射特性が安定である理由のひとつであると考えられる。図8に放射輝度率のゴニオ特性の測定結果を示す。図8より、両者ともよい拡散反射特性を示し

図7 硫酸バリウム粉末圧着面との拡散反射率の比較結果

図6 厚みによる拡散反射率の変化

図8 硫酸バリウム粉末圧着面との拡散反射率の比較結果

ているが、硫酸バリウム粉末圧着面に比べ、PTFE 粉末圧着面の方が再帰性反射成分が小さいことがわかる。

5. まとめ

国産の PTFE 粉末 (ダイキン社製 M-12) 圧着面について、拡散反射率特性と放射輝度率特性を検討した。その結果、この圧着面は高い拡散反射率特性をもつことと、圧着面作成上の再現性が高いことを明らかにして、圧着面の拡散反射率標準や放射輝度率標準としての有用性を確認することができた。蛍光特性として紫外域で若干の蛍光発光があるが、微弱であり、実用上蛍光がないものとして使用できる。また、一般の光源であれば偏光による影響は少ない。圧着面の作成条件は、密度 $0.75 \sim 1.0 \text{ g/cm}^3$ 、厚さ 4 mm 以上であれば、安定した拡散反射率特性や放射輝度率 (入射条件は $0/45$, $45/0$) を再現できる。また、反射特性の経時変化として、紫外域で若干の拡散反射率低下やゴニオ特性の変化が認められたことから、この PTFE 粉末圧着面は長期的に使用するより、むしろ、測定時ごとに作成して使用すべきであるものと考えられる。

今回使用した PTFE 粉末は安価で容易に入手でき、圧着面の作成も容易であり、かつ、反射特性を精度よく再現できるので、拡散反射率や放射輝度率 (輝度率) の実用的な標準として利用できると思われる。

今後の課題として、PTFE 粉末圧着面の短時間の経時変化について検討することと、別の製造ロットや品種に対しても検討を行ない、本方法による白色標準反射面の信頼性を向上させていくことや、偏光特性の詳細な検討も必要となる。さらに、今回報告した値の不確かさは、実験に用いた測定装置や標準の不確かさで決まったものであり、圧着面自身の反射特性の再現性はさらに高いものと考えられる。より精度の高い測定装置で再検討することにより、さらに高い反射特性の再現性を確認できる可能性がある。

最後に、PTFE 粉末圧着面の作成方法など助言して下さった NIST の J. J. Hsia 氏、蛍光特性測定で協力して下さった照明研究所の大久保和明氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) F.E.Nicodemus, J.C.Richmond, and J.J.Hsia : Geometrical Consideration and Nomenclature for Reflectance, NBS Monograph, No. 160 (October 1977)
- 2) D.G.Geobel, B.P.Caldwell and H.K.Hammond : Use of an auxiliary sphere with a spectrophotometer to obtain absolute reflectance, J.Opt.Soc.Am., Vol. 56, No. 6, 783 (1966)
- 3) W.Budde : Calibration of reflectance standards, NBS Special Pub. 466 (1975) 75
- 4) G.A.Zerlaut and T.E.Anderson : Multiple-integrating sphere spectrophotometer for measuring absolute spectral reflectance and transmittance, Appl.Opt., Vol. 20, No. 21 (1981) 3797

- 5) 大野, 鈴木, 西山 : 84 3 次元ゴニオフォトメータによる 2 方向反射率分布関数の絶対測定, 平成元年照明学会全国大会, 93
- 6) 照明学会 : 光の計測マニュアル (1990)
- 7) F.Grumb and G.W.Luckey : Optical sphere paint and a working standard of reflectance, Vol. 7, No. 11 (1968) 2289
- 8) F.Grumb and M.Saltzman : P-75-77 New White Standard of Reflectance, CIE Publication 36 (Paris, 1976) 91
- 9) V.R.Weidner and J.J.Hsia : Reflection properties of pressed polytetra-fluoroethylene powder, J.Opt.Soc.Am., Vol. 71, No. 7, (1981) 856
- 10) 三嶋泰雄, 斉藤一朗 : 70 ハロンプレーットの分光反射率, 昭和 52 年度照明学会全国大会, 81
- 11) V.R.Weidner, J.J.Hsia, and B.Adams : Laboratory inter-comparison study of pressed polyfluoroethylene powder reflectance standards, Appl.Opt., Vol. 24, No. 14 (1985) 2225
- 12) ダイキンカタログ : ポリフロン T F E M-1 2, G-9d
- 13) 中川, 大谷, 谷治 : 白色拡散面の紫外, 可視, 近赤外域での分光反射特性, 照明学会誌, Vol. 70, No. 10 (昭 61) 545
- 14) JIS Z 8722-1982 : 物体色の測定方法
- 15) 鈴木, 大野, 西山 : G13-4 3 次元ゴニオフォトメータの 2 方向反射率分布関数測定精度の検討, 平成元年度電気関係学会関西支部連合大会, G359
- 16) コダックカタログ : KODAK White Reflectance Standard, No. 6091

(受付 1992 年 5 月 12 日 / 採録 1993 年 2 月 17 日)

すずき けんいち
鈴木 健一君 (正会員)

昭和 38 年 5 月 2 日生まれ、昭和 62 年 3 月埼玉大学工学部電子工学科卒業。同年 4 月松下電器産業入社。同年 10 月照明研究所配属。以来、照明研究所において測光測色技術の研究、開発に従事。平成 2 年電気関係学会関西支部

奨励賞受賞。

おおの よしひろ
大野 義弘君 (正会員)

昭和 29 年 9 月 27 日生まれ、昭和 52 年 3 月京都工芸繊維大学工学部電気工学科卒業。同年 4 月松下電器産業株式会社に入社。照明研究所に配属。昭和 59 年～昭和 61 年、米国 NBS (現 NIST) に留学。平成 4 年 3 月米国 NIST に移籍。昭和 60 年照明学会研究奨励賞、平成元年照明学会関西支部奨励賞受賞。北米照明学会、米国光学会、日本照明委員会・USNC/CIE 会員。