

令和 5 年 6 月 21 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K12506

研究課題名（和文）陽電子寿命スペクトルの超高精度 T0計測システムを用いた金属疲労の研究

研究課題名（英文）Study of metal fatigue using ultra-precise T_0 measurement system for positron annihilation lifetime spectra

研究代表者

山脇 正人（Yamawaki, Masato）

国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・主任研究員

研究者番号：30526471

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：陽電子寿命測定を高濃度の欠陥状態でも簡便に評価することができる T0法、及びT0を短時間で高精度な測定を可能にするアンチコインシデンス法とデュアル測定法を用いることにより、高濃度の欠陥状態を簡便に評価する技術、及びオンサイト測定に向けた短時間測定技術を開発した。また、小型軽量ポータブル陽電子寿命測定システムを開発し、T0法とデュアル測定法を実装した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

金属疲労とは、弾性変形応力でも繰返し（または継続的に）変形することで、最終的にクラックの形成・破壊に繋がるプロセスである。このとき、転位欠陥や空孔型欠陥など様々な欠陥が導入される。X線回折法による残留応力測定では、格子ひずみから間接的に転位を検知できるが、格子ひずみを生じない空孔型欠陥等は検出が困難である。一方で、陽電子寿命測定法は転位だけでなく空孔にも感度があるため、欠陥評価に有利である。そのため、陽電子寿命測定は金属疲労診断ツールとしても期待されている。開発した小型軽量ポータブル陽電子寿命測定システムによりオンサイト診断への端緒を開いた。

研究成果の概要（英文）：By using the T_0 method, which can easily evaluate the positron annihilation lifetime measurement even in a high-concentration defect state, and the anticoincidence method and dual acquisition method, which enables high-precision measurement of T_0 in a short time, we developed a technique to evaluate the high-concentration defect state and a short-time measurement technique for on-site measurement. And we developed a small and light portable positron annihilation lifetime measurement equipment, implemented the T_0 method and the dual acquisition method.

研究分野：放射線計測

キーワード：陽電子寿命 T0法 金属疲労 短時間測定 アンチコインシデンス法 デュアルアキュイジション法

1. 研究開始当初の背景

金属疲労とは、弾性変形応力でも繰返し（または継続的に）変形することで、最終的にクラックの形成・破壊に繋がるプロセスである。このとき、転位欠陥や空孔型欠陥など様々な欠陥が導入される。図1のように、X線回折法による残留応力測定では、格子ひずみから間接的に転位を検知できるが、格子ひずみを生じない空孔型欠陥等は検出が困難である。一方で、陽電子寿命測定法は転位だけでなく空孔にも感度があるため、欠陥評価に有利である。そのため、近年陽電子寿命測定を金属疲労診断ツールとする期待が高まっている。

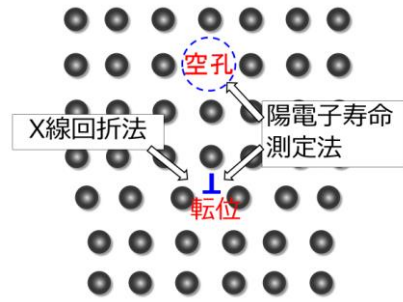


図1 金属材料中の欠陥

陽電子寿命測定による金属や半導体中の欠陥測定では、欠陥濃度がおよそ 100 ppm 以上で陽電子寿命が平衡状態に達してしまうことから、高欠陥濃度の評価に課題があった。 ΔT_0 法(図2) [1]は、陽電子寿命スペクトルのフィッティング解析の際に得られる寿命スペクトルの時間軸の起点(T_0)のシフト(ΔT_0)を用いて、高濃度の欠陥状態を簡便に評価することができる。また、 ΔT_0 法では T_0 を高精度に測定する必要があるが、アンチコインシデンス法[2]とデュアル測定法[3]を用いれば T_0 を短時間で高精度に測定することができる。

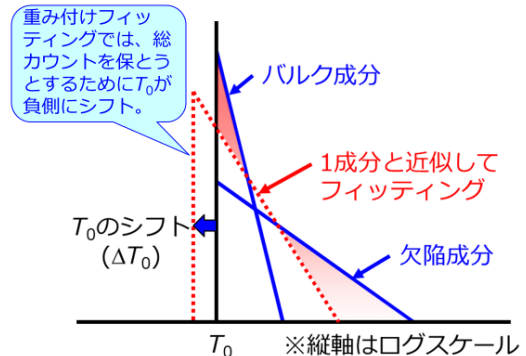


図2 T_0 シフト (ΔT_0) 現象の概要

- [1] 特許第 7216954 号、[山脇正人](#)、上杉直也
- [2] 特許第 5843315 号、[山脇正人](#)、小林慶規、渡邊吉弘、服部兼久
- [3] 特許第 7258353 号、[山脇正人](#)

2. 研究の目的

陽電子寿命測定を高濃度の欠陥状態でも簡便に評価することができる ΔT_0 法、及び T_0 を短時間で高精度な測定を可能にするアンチコインシデンス法とデュアル測定法を用いることにより、高濃度の欠陥状態を簡便に評価する技術、及びオンサイト測定に向けた短時間測定技術を開発する。

3. 研究の方法

本研究の目的を達成するために、以下の手法を用いた。

ΔT_0 法: 本手法では、複雑な要素から構成される陽電子寿命データの推定パラメータを正規化して特徴量(相関性)を抽出するという、機械学習で用いられる数学的手法を用いる。図3に示すように、陽電子寿命スペクトルの解析では陽電子寿命と T_0 (と時間分解能)に相関性を持つフィッティングの揺らぎが存在し、少ないデータ量の解析ではこの影響が大きく現れる。この相関性を得るためには図2に示した「バルク成分」と「欠陥成分」を1成分に近似して解析(正規化)する必要がある。これにより、図4に示すような相関性を得ることができるが、特に高濃度の欠陥状態の評価に大きな効果が得られ、結果的に少ないデータ数での測定(短時間測定)も可能となる。

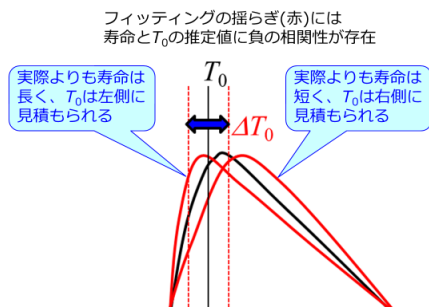


図3 フィッティングの揺らぎ

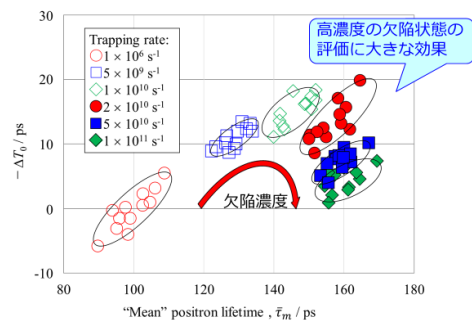


図4 陽電子寿命と ΔT_0 の二次元プロット[4]

アンチコインシデンス法：バルクの陽電子寿命測定では、2 個の同一の試料で陽電子源をサンドイッチして測定(サンドイッチ法)するが、アンチコインシデンス法では図 5 のように陽電子検出器を追加し、AC 信号(シンチレータが陽電子を検出したアンチコインシデンス信号)に基づいてサンプル以外で消滅したイベントの計測をキャンセルすることにより、1 個の試料で陽電子寿命測定が可能となる。従来のサンドイッチ法では試料をセットするたびに陽電子源の位置が僅かにずれるために τ_0 が大きく(10 ps 程度)ばらつくが、アンチコインシデンス法を用いると陽電子源の位置を完全に固定できることから、測定ごとの τ_0 のばらつきが解消される。

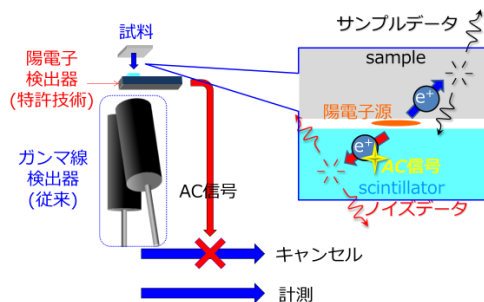


図 5 アンチコインシデンス法の概要

デュアル測定法：バルクの陽電子寿命測定では、図 6 のように 2 本のガンマ線検出器(検出器 1、検出器 2)を用い、検出器 1 では崩壊ガンマ線(1.27 MeV)をスタート信号として、検出器 2 では消滅ガンマ線(0.511 MeV)をストップ信号として寿命値を計測する。それぞれの検出器に異なるエネルギーウィンドウが設定されるため、検出器 1 でストップ信号、検出器 2 でスタート信号のように、検出器からの信号が逆転した場合の寿命値を計測することはない。しかしながら、検出器からの信号が逆転した場合も並行して計測(デュアル測定)すれば、同時に 2 つの陽電子寿命スペクトルが得られる。光電子増倍管や高圧電源の経時安定性に起因するドリフトにより τ_0 のゆらぎ(数 ps)が発生するが、図 7 に示すようにデュアル測定により同時に得られる 2 つの寿命スペクトル(従来測定とデュアル測定)の τ_0 には負の相関があるため、平均することで陽電子寿命スペクトルのドリフトを相殺できる。

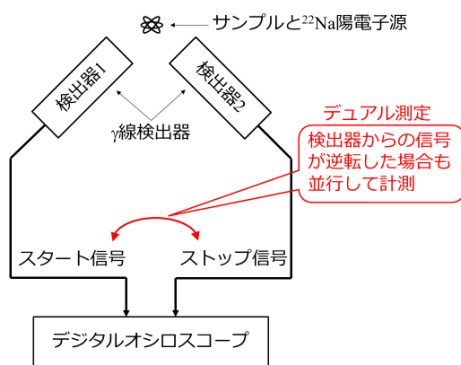


図 6 陽電子寿命測定システムの概要

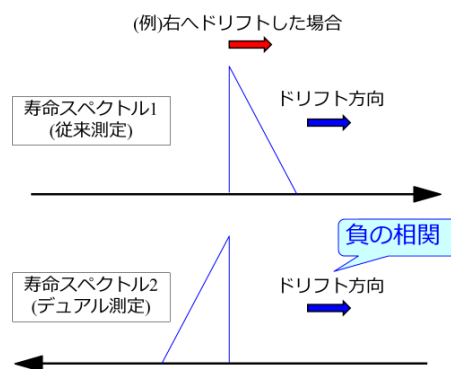


図 7 デュアル測定によるドリフト補正の模式図

4. 研究成果

2020 年度の成果：陽電子寿命測定による金属や半導体中の欠陥測定では、欠陥濃度がおよそ 100 ppm 以上で陽電子寿命が平衡状態に達してしまうことから、高欠陥濃度の評価に課題があった。そこでアンチコインシデンス法及びデュアル測定法を一体化させた $\Delta \tau_0$ の超高精度評価システムを開発し、誌上発表[5]を行った。陽電子寿命スペクトルの τ_0 は陽電子寿命の推定精度に大きく影響するパラメータであることから、 $\Delta \tau_0$ 法を活用することにより陽電子寿命や欠陥濃度の推定精度を高めることができ、結果的に少ないデータ数での測定(短時間測定)できることをシミュレーションにより確認した[4][6]。

2021 年度の成果：オンサイトの陽電子寿命測定を行う場合、アンチコインシデンスを行う陽電子検出器を薄い金属フィルム等で遮光する必要がある。しかし、金属フィルム等で消滅した陽電子はノイズとして $\Delta \tau_0$ 法の精度を劣化させる。そのため、金属フィルム等は可能な限り薄く、かつ遮光性及び物理的強度を有していなければならない。そこで陽電子検出器の遮光方法について検討した。陽電子検出器の遮光に A1 蒸着したカプトンフィルムとプラスチックシンチレータを採用した。A1 蒸着厚は 500 nm 以上としても、ピンホールと思われる影響で十分な遮光性を得ることができなかった。そこでカプトンフィルムの両面に A1 蒸着を行うことにより、A1 蒸着を 200 nm 厚(両面に 100 nm 厚)でも十分な遮光性を得ることができた。本技術は A1 蒸着厚を薄くすることができることから、 $\Delta \tau_0$ 法の精度の劣化を抑えることができる。

2022 年度の成果：カプトンフィルムの両面に A1 蒸着を行うことにより、A1 蒸着を 200 nm 厚(両面に 100 nm 厚)でも十分な遮光性を持たせた陽電子検出器を用い、オンサイト測定を想定した小型軽量ポータブル陽電子寿命測定システムを開発し、本研究成果について誌上発表[7]を行った。本システムに $\Delta \tau_0$ 法とデュアル測定法を実装し、高濃度欠陥状態の測定及び短時間測定の効

果を実験により確認した。

- [4] Masato Yamawaki, Naoya Uesugi and Yoshinori Kobayashi, Jap. J. Appl. Phys. 59, 066502 (2020)
- [5] Masato Yamawaki, Naoya Uesugi, Hirokazu Ando and Yoshinori Kobayashi, Jap. J. Appl. Phys. 59, 036501 (2020)
- [6] Masato Yamawaki, Naoya Uesugi, Yoshinori Kobayashi, JJAP Conf. Proc. 9, 011303 (2023)
- [7] Masato Yamawaki, Naoya Uesugi and Yoshinori Kobayashi, Jpn. J. Appl. Phys. 61, 066503 (2022)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計8件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 6件）

1. 著者名 Yamawaki Masato, Uesugi Naoya, Kobayashi Yoshinori	4. 巻 61
2. 論文標題 Development of a small and light portable positron annihilation lifetime measurement equipment for on-site measurements	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 066503 ~ 066503
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/ac65ca	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Yamawaki Masato, Uesugi Naoya, Ando Hirokazu, Kobayashi Yoshinori	4. 巻 59
2. 論文標題 Drift compensation in dual start/stop data acquisition positron lifetime measurements	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 036501 ~ 036501
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/ab6f2d	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Yamawaki Masato, Uesugi Naoya, Kobayashi Yoshinori	4. 巻 59
2. 論文標題 Feasibility study of non-destructive defect analysis by positron annihilation lifetime measurement	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 066502 ~ 066502
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/ab9163	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Yamawaki Masato, Uesugi Naoya, Kobayashi Yoshinori	4. 巻 9
2. 論文標題 Estimation of lattice defect density by positron annihilation lifetime measurement in a short time	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 JJAP Conference Proceedings	6. 最初と最後の頁 011303 ~ 011303
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.56646/jjapcp.9.0_011303	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 YAMAWAKI Masato, UESUGI Naoya	4. 巻 2021
2. 論文標題 Evaluation of Lattice Defects using the Positron Annihilation Lifetime Measurement (Measurement example of shot-peened samples)	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Transactions of Japan Society of Spring Engineers	6. 最初と最後の頁 83 ~ 86
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.5346/trbane.2021.83	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Yamawaki Masato, Uesugi Naoya, Oka Toshitaka, Nagasawa Naotsugu, Ando Hirokazu, O' Rourke Brian E., Kobayashi Yoshinori	4. 巻 59
2. 論文標題 Development of a method for positron annihilation lifetime measurement in thin polyethylene films using a Na-22 source	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 116504 ~ 116504
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/abc02e	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Kobayashi Yoshinori, Sato Kiminori, Yamawaki Masato, Michishio Koji, Oka Toshitaka, Washio Masakazu	4. 巻 15
2. 論文標題 Energy dissipation of para-positronium in polymers and silica glass	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Applied Physics Express	6. 最初と最後の頁 076001 ~ 076001
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1882-0786/ac7c54	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Kobayashi Yoshinori, Sato Kiminori, Yamawaki Masato, Michishio Koji, Oka Toshitaka, Washio Masakazu	4. 巻 202
2. 論文標題 Positrons and positronium in macromolecules: Consequences of different charge states	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Radiation Physics and Chemistry	6. 最初と最後の頁 110590 ~ 110590
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.radphyschem.2022.110590	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 山脇正人、上杉直也
2. 発表標題 陽電子寿命測定を用いた格子欠陥評価
3. 学会等名 日本ばね学会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 山脇正人、上杉直也、小林慶規
2. 発表標題 ポータブル陽電子寿命測定装置の開発
3. 学会等名 第58回アイソトープ・放射線研究発表会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	小林 慶規 (Kobayashi Yoshinori) (90357012)	早稲田大学・理工学術院総合研究所(理工学研究所)・客員 上級研究員(研究院客員教授) (32689)	

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	上杉 直也 (Uesugi Naoya)	東洋精鋼株式会社	

6. 研究組織（つづき）

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	服部 兼久 (Hattori Kanehisa)	東洋精鋼株式会社	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関