

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和元年6月14日現在

機関番号：32623

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2014～2018

課題番号：26702004

研究課題名（和文）パルス中性子及び高エネルギーX線を用いた鉄鋼文化財の非破壊分析手法の確立

研究課題名（英文）Establishment of a nondestructive analytical method for iron artifacts using pulsed neutron and high energy X-ray

研究代表者

田中 眞奈子（Tanaka, Manako）

昭和女子大学・人間文化学部・講師

研究者番号：70616375

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 7,200,000円

研究成果の概要（和文）：パルス中性子透過分光法により、非破壊で鉄鋼文化財の炭素量の定量化に成功した。また、ブラッグエッジ解析により、格子面間隔、歪などを定量化し、2Dマッピング像として可視化することが出来た。放射光X線CT測定の改良とノウハウの蓄積にも取り組み、3cmの厚さの鉄鋼文化財内部の非金属介在物を非破壊でも高い空間分解能で観察できるようになってきた。上記非破壊分析結果と、同一試料の破壊分析結果の比較・検証を行い、ほぼ同じ情報が得られていることを確認した。最終的に美術館所蔵品を含む貴重な鉄鋼文化財の分析を行い、中性子と高エネルギーX線を用いた分析結果の総合的解析により、具体的な制作技術や材料特性を解明した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究成果の学術的意義は、中性子や放射光の分野で開発・改良されつつある最先端の分析技術を用いた鉄鋼文化財の非破壊分析手法の確立に成功したことである。なかでも中性子透過法は世界的にも新しい事例を多く含んでいる。これにより、鉄鋼文化財の金属組織や鋼内部の非金属介在物の配列に関する情報を非破壊で得ることが可能となった。

日本刀や火縄銃、自在置物など、経験や勘を中心に制作された日本の様々な鉄鋼文化財について、材質や制作技術の詳細を解明することが出来た本研究の社会的意義は大きい。上記文化財の中には現代では再現不可能と言われているものもあり、鉄鋼文化財の保存・伝承の意味でも重要な成果を得ることが出来た。

研究成果の概要（英文）： It became clear that by using pulsed neutron transmission, we can quantify the carbon content of the iron artifacts nondestructively. Moreover, by using Bragg-edge neutron transmission method, we can quantify lattice spacing, strain etc. and also visualize them as 2D-mapping images. We worked on the improvement of the resolution of synchrotron X-ray CT and accumulated know-how on methods. It has become possible to observe nonmetallic inclusions in the 3cm-thick iron artifacts nondestructively. We compared the results of nondestructive methods with those of destructive methods and found that they are almost consistent.

Eventually, we analyzed many iron artifacts including valuable museum objects. Our study shows the usefulness of the complementary use of neutron and high-energy X-ray, and this method can clarify the details of the manufacturing techniques and material characteristics of the traditional iron artifacts.

研究分野：文化財科学

キーワード：鉄鋼文化財 パルス中性子 高エネルギーX線 放射光 制作技法

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

日本古来の鉄鋼文化財の中には現代の科学技術をもってしても再現できないような高度な製品がある。申請者は博士研究で破壊分析による火縄銃の材料科学的研究を行い、火縄銃に現代では再現が難しい高度な鍛接技術が用いられていることを明らかにした。しかし、本来文化財の分析は非破壊が原則であり、非破壊分析手法の向上は喫緊の課題である。そのため申請者は2011年より研究の第2ステップとして、大型放射光施設 SPring-8 ビームライン 08W の 116keV の高エネルギーX線を用いて鉄鋼文化財の内部構造の解析を行ってきた。研究を通じ、高エネルギーX線を用いることで従来非破壊では観察が不可能だった鋼と鋼の接合面や非金属介在物の配列が観察可能だということが明らかになった。また、パルス中性子を用いたエネルギー分析型イメージングを用いることで、非破壊でも鉄鋼文化財の結晶組織に関する詳細情報を得ることが出来ることがわかったため、この開発中の分析技術を日本の鉄鋼文化財の非破壊分析に応用することを目的に、2013B期から J-PARC で予備実験を実施した。

2. 研究の目的

本研究はパルス中性子および高エネルギーX線といった最先端科学技術を用いて鉄鋼文化財を分析し、得られた結果を総合的に解析することで材料特性や製造・加工技術を明らかにすることを目的とする。最終的には鉄文化財の非破壊分析手法の向上に寄与することを目的とする。

3. 研究の方法

本研究では、パルス中性子透過分光法などによる鉄鋼文化財の結晶組織情報解析と高エネルギーX線 CT による鉄鋼文化財の内部構造解析を並行して行った。最終的に、中性子と高エネルギーX線を用いた分析結果の総合的な解析、比較・検証を行い、鉄鋼文化財の材質や製造方法を考察した。

- (1) パルス中性子透過分光法（中性子施設 J-PARC BL10, BL22）…非破壊での鉄鋼文化財の結晶面間隔、結晶配向、結晶子サイズ、歪などの結晶組織情報の獲得・解析
- (2) 高エネルギーX線 CT（大型放射光施設 SPring-8 BL28B2, BL20B2）…非破壊での鉄鋼文化財の材質及び内部構造の3次元観察
- (3) 即発ガンマ線イメージング分析 (Budapest Neutron Center) …非破壊での鉄鋼文化財内部の材料の定量分析
- (4) 光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡 (SEM) …標準試料ならびに断面試料の金属組織と非金属介在物の配列の観察、後方散乱電子回折パターン (EBSP) 解析

4. 研究成果

X線と異なる特性を持つ中性子を用いて様々な鉄鋼文化財を分析し、得られた結果の総合的解析により材質の特性や制作技術を解明すること、そして最終的には鉄鋼文化財の非破壊分析手法を確立することを目的に研究を行い、以下の成果を得た。

(1) JIS に規定される炭素量の異なる4つの鉄鋼標準試料と、日本刀の各製造工程を再現した10試料のパルス中性子イメージング実験を J-PARC の BL10 と BL22 で行った。鉄鋼標準試料のブラッグエッジ解析により、非破壊で炭素量の定量化に成功した。また、格子面定数が鍛造品と鋳造品を非破壊で区別する指標となる可能性があることがわかった。日本刀の各制作工程を再現した試料のブラッグエッジ解析では、各工程における α Feの格子面間隔、結晶子サイズなどの結晶組織構造を定量化し、2D マッピング像として可視化することが出来た。格子面間隔の解析を通して、焼き入れの程度や範囲を非破壊で把握できることがわかった。

(2) 火縄銃断片、日本刀断片および和釘などのパルス中性子イメージング実験もを行い、格子面間隔、結晶子サイズなどの各パラメーターのブラッグエッジ解析をすすめた。

(3) 火縄銃断片、日本刀断片および和釘などの高エネルギーX線 CT 測定を行った。SPring-8 の BL28B2 (200keV) ならびに BL20B2 (72keV) の放射光 X 線を用いたマイクロ CT 測定により、非破壊でも高い空間分解能で 30mm 程度の厚さのある鉄鋼文化財内部を観察できるようになってきた。空間分解能や密度分解能をあげるための方策を検討するとともに、得られた画像のスタックなど、鋼内部の非金属介在物を非破壊でも明瞭に観察するための分析技術やノウハウの蓄積に努めた。

(4) 上記、中性子と高エネルギーX線を用いた標準試料や火縄銃や日本刀の断片試料の非破壊分析結果と、同一試料の顕微鏡観察や EBSP 解析などの破壊分析結果との比較・検証を行い、各試料の炭素量や結晶配向性などに関して、ほぼ同じ情報を得られていることを確認した。そして、鉄鋼文化財を体系的に非破壊で測定していくための基礎データの蓄積に努めた。

(5) 火縄銃断片、日本刀断片、和釘などの中性子を用いた分析結果と、高エネルギーX線を用いた分析結果の比較・検証を行った。パルス中性子イメージングでは非破壊で鉄鋼文化財の結晶組織情報を獲得できたのに対し、高エネルギーX線では、鋼中の非金属介在物の配列を非破壊で観察出来た。中性子とX線の相補利用の有効性を確認するとともに、得られた情報を総合的に検証することで、各試料の具体的な制作技術や材料特性を解明できることが明らかになった。

(6) 上記成果を踏まえ、個人蔵の日本刀、火縄銃、自在置物、そして本研究の最終目標であった美術館所蔵の大変貴重な鉄鋼文化財である自在置物や日本刀などの高エネルギーX線等中

中性子を用いた非破壊分析に取り組み、得られた結果の総合的な検討により、それぞれの具体的な制作技法や材料特性を解明することが出来た。

(7) 自在置物の研究においては、ヨーロッパにおける中性子を用いた文化財分析の中核施設である Budapest Neutron Center で、これまで日本国内で行ってきた中性子を用いた分析を補完できる、精緻な非破壊分析 (Prompt Gamma Activation Imaging、即発ガンマ線イメージング分析) を実施し、鉄製の自在置物内部の金属由来の接着剤の非破壊での定性分析に成功した。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 2 件)

1. 田中真奈子: 放射光 X 線とパルス中性子を用いた鉄鋼文化財の非破壊分析—材料特性と制作技術の解明にむけて—, 非破壊検査, 査読有り, 第 67 巻 5 号 (2018), pp. 233-240.
2. 田中真奈子: 高エネルギー X 線とパルス中性子を用いた鉄鋼文化財の非破壊分析, 日本中性子科学会誌「波紋」, 査読有り, 25 巻 1 号 (2015), pp. 8-12.

[学会発表] (計 51 件)

1. Manako Tanaka・László Szentmiklósi : Application of quantum beams to cultural objects: Toward elucidation of the manufacturing techniques and materials that are being lost, the ISIJ Spring meeting, Tokyo Denki University, 2019 年 3 月 21 日.
2. 田中真奈子: 鉄鋼文化財の非破壊分析の最新状況について～放射光と中性子の相補利用の可能性～, (一社) 日本非破壊検査協会・九州支部 技術サロン, 2019 年 2 月 8 日.
3. 田中真奈子: 放射光と中性子の相補利用による鉄鋼文化財の非破壊分析, 研究会: ミューオンによる非破壊分析の可能性 考古学・文化財への応用を考える, 大阪大学豊中キャンパス, 2018 年 11 月 13 日
4. 田中真奈子・四角隆二・阿部善也・中井泉: 放射光 X 線を用いた文化財研究, SPring-8 シンポジウム 2018, 姫路市市民会館, 2018 年 8 月 26 日.
5. Manako Tanaka: Nondestructive study of cultural objects using neutron and X-ray imaging to clarify their material characteristics and manufacturing techniques, The 2018 Gordon Research Conference on Scientific Methods in Cultural Heritage Research, Rey Don Jaime Grand Hotel, Spain, 2018 年 7 月 24 日.
6. 田中真奈子・水谷予志生・星野真人・上杉健太郎・八木直人・堀元紀・鬼柳善明: 放射光 X 線 CT と中性子透過ブラッグエッジ法を用いた日本刀の非破壊分析, 日本文化財科学会第 35 回大会, 2018 年 7 月 8 日 .
7. 田中真奈子: 放射光 X 線 CT を用いた鉄自在置物の内部構造観察, 日本文化財科学会企業セミナー/第 27 回 SPring-8 先端利用技術ワークショップ「SPring-8 を用いた文化財研究」, 奈良女子大学, 2018 年 7 月 7 日.

他、44 件.

[展覧会への出展] (計 1 件)

1. 北九州イノベーションギャラリーでの展覧会「すごいぞ!そっくり展」(会期: 2019 年 4 月 20 日～7 月 7 日) への出展が決まり、研究成果の社会実装を推進することが出来た。

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

出願年:

国内外の別:

○取得状況 (計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

取得年:

国内外の別:

[その他]
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名：

ローマ字氏名：

所属研究機関名：

部局名：

職名：

研究者番号（8桁）：

(2) 研究協力者

研究協力者氏名：水谷 予志生，星野 真人，上杉 健太郎，八木 直人，徳川 真木，原田 一敏，鬼柳 善明，塩田 佳徳，Anton Tremsin, László Szentmiklósi, 他

ローマ字氏名：MIZUTANI Yoshiki, HOSHINO Masato, UESUGI Kentaro, Yagi Naoto, TOKUGAWA Maki, HARADA Kazutoshi, KIYANAGI Yoshiaki, SHIOTA Yoshinori, Anton Tremsin, László Szentmiklósi, etc.

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。