

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 9 日現在

機関番号：82626

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24760056

研究課題名(和文)陽電子寿命測定法を用いた構造物の疲労検査装置の開発

研究課題名(英文)Development of the inspection system for metal fatigue using positron annihilation lifetime method

研究代表者

山脇 正人(yamawaki, masato)

独立行政法人産業技術総合研究所・計測標準研究部門・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) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：近年、インフラ老朽化が問題視され、構造物の安全性評価手段が求められている。陽電子寿命測定法を適用すれば、金属疲労を早期に探知出来る可能性があることから、その適用が望まれるが、従来の陽電子寿命測定ではサンプルの切出し加工が必要であるため、実現が困難であった。そこで本研究では、当研究室で開発した、サンプルの切り出し不要の陽電子寿命測定技術を適用し、オンサイトで構造物の測定を実現するための要素技術の開発を行った。

研究成果の概要(英文)：Recently, aging of infrastructure is a problem, and the safety evaluation means of the infrastructure has been needed. When applying the positron annihilation lifetime measurement method, it may be able to detect metal fatigue at the early stage. Therefore it is desired of the realization. But it is difficult to apply this method because the conventional positron annihilation lifetime measurement requires two samples cut off. In this study, by applying the method discovered in our laboratory, which does not require the cutting of samples, we have developed elemental technology to realize the measurement of the structure on-site.

研究分野：放射線計測

キーワード：陽電子寿命測定 非破壊検査 金属疲労 シンチレータ アンチコインシデンス

1. 研究開始当初の背景

近年、インフラ老朽化が問題視され、構造物の安全性評価手段が求められている。陽電子寿命測定法は、金属疲労と密接な関係のある、転位や原子空孔を高感度で評価出来ることから、材料劣化のメカニズムの解明する手法として多くの研究が行われている。本測定法を適用すれば、金属疲労を早期に探知出来る可能性があることから、実際の構造物の金属疲労診断をオンサイトで評価することが望まれるが、従来の陽電子寿命測定はサンプルの切出し加工が必要であるため、実現が困難であった。その理由は、従来の陽電子寿命測定法ではサンプルを2枚切出し、カプトンフィルム等で封入した陽電子線源をサンドイッチ(サンドイッチ法)していたためである(図1)。

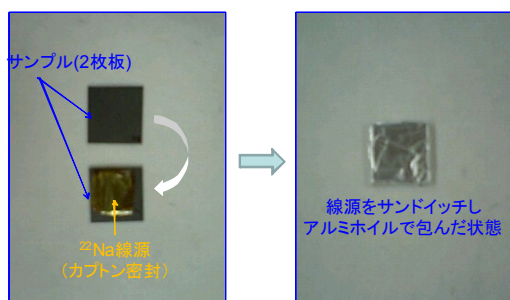


図1 サンプルのセッティング

この様な方法により、線源から放出された陽電子が全てサンプルに打ち込まれることになるが、例えば1枚のサンプルで測定しようとする、陽電子がサンプルの反対方向に放出された場合、陽電子が空気中で消滅することになり、これらは不要なノイズ情報として観測されてしまう。その為、従来法ではサンプルを2枚切出し、線源をサンドイッチした状態で測定する必要があった。そこで、当研究室ではサンプルを切出さずに陽電子寿命測定が可能なアンチコインシデンス法を開発し、これにより構造物の材料劣化に対する陽電子寿命測定を行なうことが原理的に可能となった。

2. 研究の目的

本研究の目的を説明する前に、従来の陽電子寿命測定法と、アンチコインシデンス法の原理について説明する。陽電子は電子の反粒子であり、陽電子は電子と結合すると対消滅を起こし、180°方向に2本の消滅γ線(511 keV)を放出する。この対消滅を起こすまでの時間は電子密度に反比例する性質があり、原子空孔内は電子密度が低いことから、陽電子の消滅するまでの時間が長くなる。この消滅時間を精密に測定し、統計的に解析することにより、陽電子の平均寿命を測定することが陽電子寿命測定法であり、材料中に導入されてい

る空孔のサイズや濃度を推定することができる。本測定法では、陽電子の消滅時間を計測するために、Na-22陽電子放出核種を用い、陽電子が放出したと同時に出る崩壊γ線(1.27 MeV)と消滅γ線(511 keV)を同時に計測することにより測定を行う。(図2)

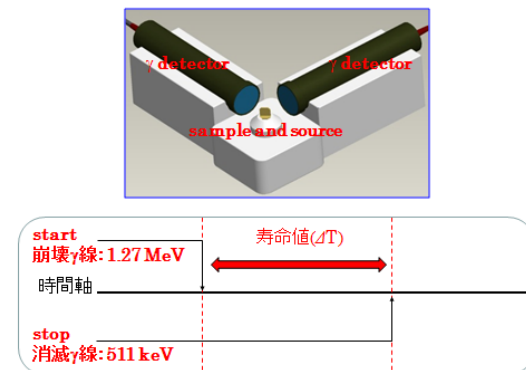


図2 陽電子寿命の測定

一方、アンチコインシデンス法では、図3のように通常の陽電子寿命測定の検出器に、更に陽電子検出器を加える。陽電子検出器はシンチレータの上に陽電子線源が配置されており、これをサンプルに押しあてると、陽電子線源がサンプルとシンチレータでサンドイッチされた状態となる。陽電子がシンチレータに入射すると必ず光(シンチレーション光)を放出するため、この光を検出したときの測定をキャンセルすることにより、サンプルで消滅した情報のみを測定することができる。

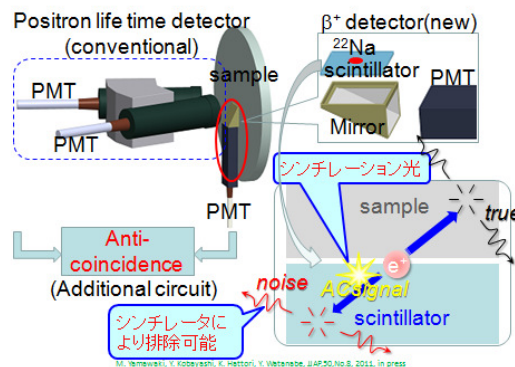


図3 アンチコインシデンス法の概要

次に、アンチコインシデンス(AC)法の効果を説明する。図4に示すように、AC法を適用しなかった場合(AC無)とAC法を適用した場合(AC有)と比較すると、“AC無”では長い寿命成分(シンチレータで消滅した事象)が観測されるが、“AC有”では長寿命成分が削除される。また、サンプルを2枚切出して測定する“従来法”と比較しても、“AC有”は“従来法”と同等の結果となる。これにより、構造物を“そのまま”陽電子寿命測定を行なうことが原理的に可能となる。

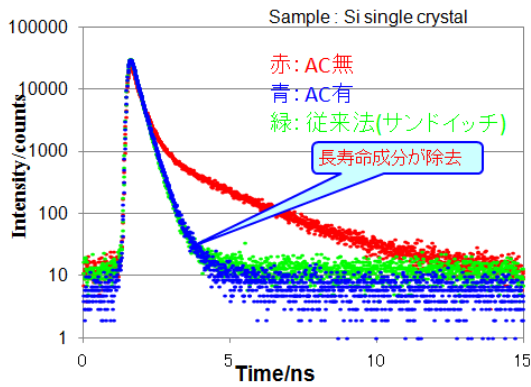


図4 アンチコインシデンス法の効果

本研究の目的は、アンチコインシデンス法を利用した陽電子寿命測定法を実現するための要素技術の開発を行うこととした。装置の仕様として、暗箱測定タイプとポータブルタイプの2種類を想定し、それらを実現するための要素技術について検討した。暗箱測定タイプとは、サンプルを2枚切り出して測定する従来法と同程度の性能を目指した装置である。アンチコインシデンス法では陽電子検出器によりシンチレーション光を計測することから、検出器の遮光が必要であるため、サンプルを暗箱内で測定するタイプである。一方ポータブルタイプはNa-22を封入するフィルムにTi箔を用いることで遮光性を持たせることにより暗箱を不要とするタイプである。図5に暗箱測定タイプとポータブルタイプの概要を示す。

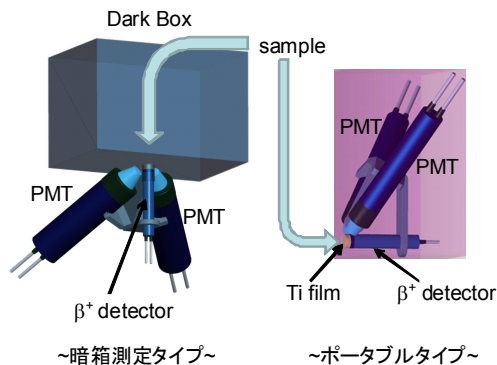


図5 暗箱測定タイプ(左)とポータブルタイプ(右)の概要

本装置の実現する為には幾つかの要素技術の開発が必要であり、今回以下3つの課題を設定した。

- (1) Na-22 密封線源の開発
- (2) 解析条件の検討
- (3) シンチレータサイズの決定

### 3. 研究の方法

- (1) Na-22 密封線源の開発

アンチコインシデンス法のためのNa-22密封線源を試作した。暗箱測定タイプ用にはNa-22をシンチレータとカプトンで密封した

線源(Type1)、ポータブルタイプ用にはNa-22をシンチレータとTi箔で密封した線源(Type2)を作製した。(研究協力者の日本アイソトープ協会に作製頂きました)線源の構成を6図に示す。

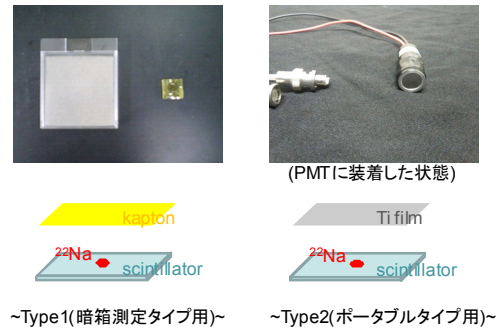


図6 試作陽電子線源の概要

線源 Type1 を用いた陽電子寿命測定結果を図7に示す。性能比較の為、市販線源(アイソトープ協会製 NA351)を用いた。陽電子寿命測定において、線源を密封している材料中(この場合カプトン)で消滅する成分が混在する。その為、解析ではサンプル中の消滅する成分とカプトン中での消滅の成分の2成分とし、カプトン中で消滅する割合を評価した。

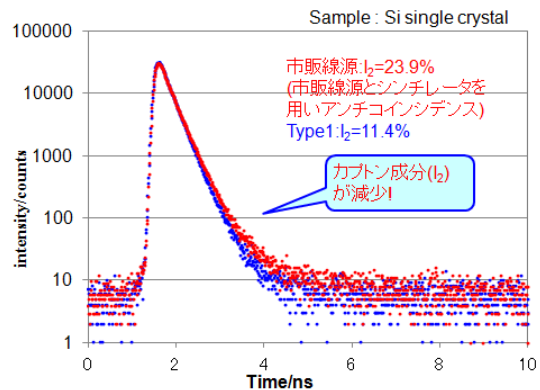


図7 線源 Type1 の陽電子寿命測定結果

カプトン中で消滅する割合は、線源 Type1 では市販線源の約半分になることがわかった。この割合は従来のサンプルを2枚切り出して測定するサンドイッチ法と同程度であることから、アンチコインシデンス法により、従来法同様の高精度な測定が可能であることが示された。

次に、線源 Type2 の評価結果を図8に示す。

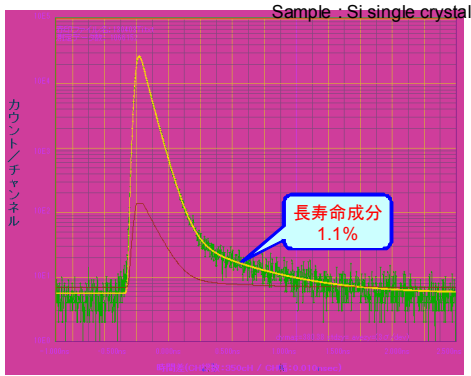


図 8 線源 Type2 の陽電子寿命測定結果

同様に 2 成分解析の結果、約 2 ns の長寿命成分が約 1% 観察された。これは線源を密封している Ti の寿命ではなく、シンチレータ由来の寿命成分と考えられる。この長寿命成分の影響が、解析上サンプル寿命に与える影響を評価し、解析条件を検討する必要があると考えられる。

以上の結果より、暗箱測定タイプ用の線源 Type1 では高精度な陽電子寿命測定が期待でき、ポータブル測定用の線源 Type2 では解析条件を検討する必要があることがわかった。

### (2) 解析条件の検討

通常、陽電子寿命測定では 100 万カウント程度積算(数時間測定)し、統計精度を高めて解析を行うが、本装置をオンサイトで利用する上では、数分程度の短時間測定が求められる。その場合、解析において線源成分をどう扱うかが重要となる。そこで単結晶 Si の陽電子寿命測定を 2 万カウントで 10 回測定し、線源成分(カプトン寿命 380 ps)を固定した場合と固定していない場合で解析を行った。その結果を図 9 に示す。

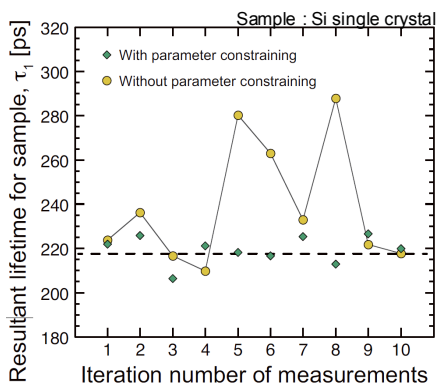


図 9 2 万カウント測定における陽電子寿命の標準偏差

この結果、線源成分(カプトン寿命 380 ps)を固定せず解析した場合のサンプル寿命の標準偏差は 28 ps であったのに対し、固定することにより 6.3 ps となり、積算の少ない場合線源成分(カプトン寿命 380 ps)を固定して解析することにより安定的な解析結果を得ら

れることがわかった。これにより線源 Type1 で高精度な陽電子寿命測定が期待できる。また、線源 Type2 についても同様な結果が期待されるが詳細な評価については今後の検討課題とする。

### (3) シンチレータサイズの決定

より短時間で高精度な測定を実現する為には、 $\gamma$ 線検出器のシンチレータのサイズが大きく影響する。例えば、シンチレータを大きくすることにより、係数が向上し統計精度を高めることが出来るが、一方で時間分解能が劣化する傾向があり、測定精度が低下する。そこでシンチレータサイズに対する時間分解能と計数を評価した。上底 $\phi$ 30 mm、下底 $\phi$ 40 mm の円錐台に対し、厚さが 10 mm、20 mm、30 mm、40 mm の 4 種類(計 8 個)のシンチレータを準備し、シンチレータの厚さに対する時間分解能と計数の変化を測定した。図 10 にシンチレータサイズに対する時間分解能と計数の関係を示す。

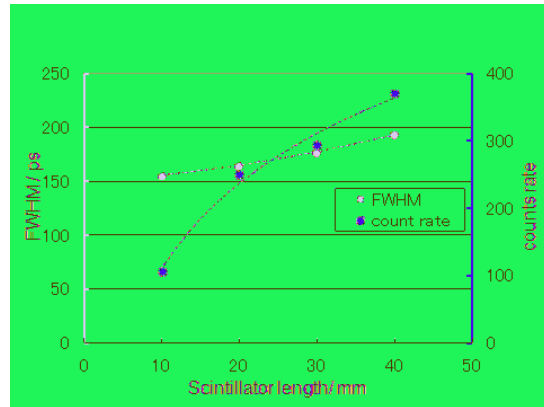


図 10 シンチレータサイズ(厚さ)に対する時間分解能と計数の関係

その結果シンチレータを大きくすることにより係数が向上し、統計精度を高めることが出来るが、一方で時間分解能が劣化する結果となった。

次に、数値計算により、時間分解能と計数に対する標準偏差を評価した。図 11 に時間分解能と標準偏差の関係、図 12 に計数と標準偏差の関係を示す。どちらも横軸はサンプルの陽電子寿命であり、サンプル寿命が短い場合には高い時間分解能が要求される。

計算の結果、サンプル寿命が 100 ps 以上の場合ではシンチレータサイズを大きくし、計数を高めることが短時間測定に効果的であることがわかった。陽電子寿命測定による金属疲労の評価においてはサンプル寿命が 100 ~ 300 ps 程度をターゲットとする場合が多い為、トレードオフにより厚さ 30 mm のシンチレータを本装置の仕様決定した。

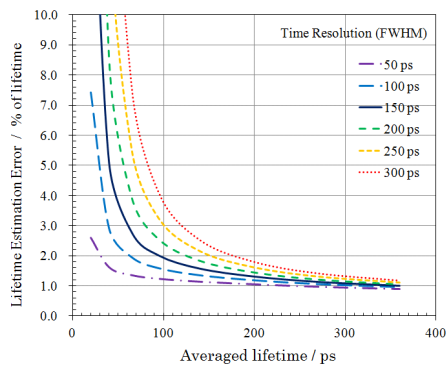


図 11 時間分解能に対するサンプル寿命と標準偏差の関係

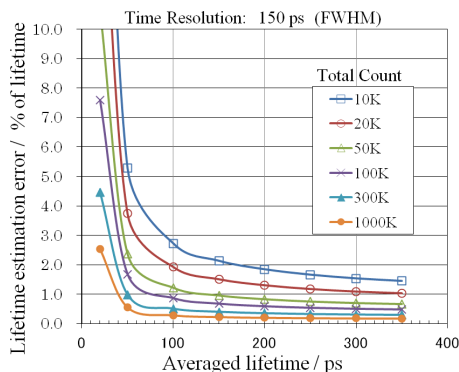


図 12 カウント数に対するサンプル寿命と標準偏差の関係

#### 4. 研究成果

アンチコインシデンス法を用いた陽電子寿命測定のための線源を試作し、それらの評価を解析面から検討した。また、オンサイト計測のための、シンチレータサイズについて検討し、本装置の仕様を決定した。そしてその結果を基に、プロトタイプを構成した。図 13 右に暗箱タイプ、左にポータブルタイプを示す。

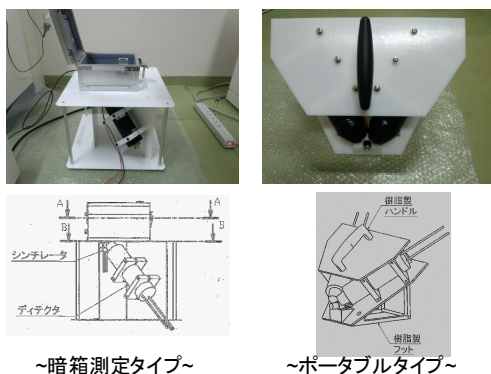


図 13 暗箱測定タイプ(左)とポータブルタイプ(右)の試作機

現在、本研究の要素技術が組み込まれたプロトタイプ(図 14)が研究協力者の東洋精鋼株式会社より公開されている。しかし、本装置の実際の市販化には線源の安全性対策(インターロック)や測定プログラムの整備が重要であり、今後これらの課題を達成することによ

り本装置の市販化を実現する。

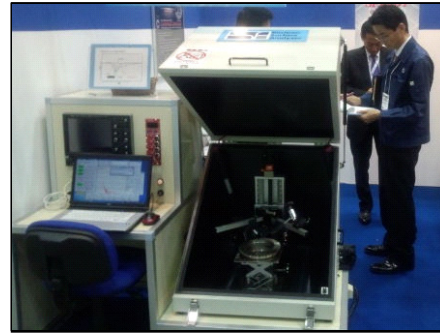


図 14 プロトタイプの公開  
(研究協力者の東洋精鋼株式会社)

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 5 件)

① 山脇正人、伊藤賢志、小林慶規、服部兼久、渡邊吉弘、Effect of Constraining the Source Lifetime Parameter during Least-square-fit Analysis on Positron Lifetime Measurements、Japanese Journal of Applied Physics Conference Proceedings、査読有、2号、2015、011002 DOI:10.7567/JJAPCP.2.011002

② 山脇正人、小林慶規、服部兼久、渡邊吉弘、Optimization of the Scintillator Size for Positron Lifetime Measurements、Journal of Physics: Conference Series、査読有、433 巻、2013、012099

DOI:10.1088/1742-6596/443/1/012099  
③ 山脇正人、小林慶規、伊藤賢志、松本幹雄、石津秀剛、海野揚代、服部兼久、渡邊吉弘、Sealed Na-22 sources for positron annihilation lifetime spectroscopy、Materials Science Forum、査読有、733 巻、2012、310-313

DOI :

10.4028/www.scientific.net/MSF.733.310

[学会発表] (計 6 件)

① 山脇正人、伊藤賢志、小林慶規、服部兼久、渡邊吉弘、Data processing method on Positron Annihilation Lifetime measurement、2nd China-Japan Joint Workshop on Positron Science、2013 年 12 月 21 日、茨城県つくば市産業技術総合研究所

② 山脇正人、小林慶規、伊藤賢志、大島永康、服部兼久、渡邊吉弘、Development of a novel positron lifetime measurement system for non-destructive material inspection、1st China-Japan Joint Workshop on Positron Science、2012 年 10 月 17 日、中国武漢

③ 山脇正人、Optimization of the Scintillator

Size for Positron Lifetime Measurements,  
16th International Conference on Positron  
Annihilation、2012年8月21日、英国ブリス  
トル

〔産業財産権〕

○取得状況（計 1件）

名称：陽電子消滅特性測定装置及び陽電子消滅特性測定方法

発明者：山脇正人、小林慶規、渡邊吉弘、服部兼久

権利者：国立研究開発法人産業技術総合研究所、東洋精鋼株式会社

種類：特許

番号：特許第 8785875 号

出願年月日：平成 23 年 11 月 22 日

取得年月日：平成 26 年 7 月 22 日

国内外の別：国外

〔その他〕

山脇正人、その場診断用陽電子欠陥評価システム、産総研 TODAY、14 巻 9 号、2014、8-8

山脇正人、陽電子寿命を用いた欠陥測定装置の開発、ISOTOPE NEWS、5 巻 709 号、2013、15-18

山脇正人、伊藤賢志、小林慶規、アンチコイシデンスを用いた陽電子寿命測定、日本陽電子学会会報 5 巻 1 号、2013、p2-4

6. 研究組織

(1)研究代表者

山脇 正人 (YAMAWAKI, Masato)

産業技術総合研究所・物質計測標準研究部門・主任研究員

研究者番号：30526471