## 平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「陽電子消滅を用いたひずみ測定による熱処理後の 検査を短時間に非破壊で行う技術の開発」

## 研究開発成果等報告書概要版

平成23年9月

委託者 中部経済産業局

委託先 財団法人中部科学技術センター

## 目 次

第1章 研究開発の概要	5
1 . 1 研究開発の背景・研究目的及び目標	5
1 . 2 研究体制	9
1.3 成果概要	12
1 . 4 当該研究開発の連絡窓口	15
第2章 陽電子消滅測定の原理	16
第3章 研究成果の報告	20
第1節 測定誤差への対応	21
第1項 陽電子発生プローブの最適化	21
1 . 1 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	21
1 . 1 . 2 研究成果	21
第 2 項 アンチコインシデンス(同期消去)システムの開発	24
1 . 2 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	24
1 . 2 . 2 研究成果	24
第3項 線検出器の複数化検討(Sパラメータ測定法)	28
1 . 3 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	
1 . 3 . 2 研究成果	28
第4項 検量線の作成	31
1 . 4 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	31
1 . 4 . 2 研究成果	32
第2節 測定所要時間の短縮検討	36
第1項 測定所要時間の短縮	36
2 . 1 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	36
2.1.2 研究成果	36

第2項 測定方法の最適化	40
2 . 2 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	40
2 . 2 . 2 研究成果	40
第3節 プローブ寿命の明確化	46
3.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	46
3 . 2 研究成果	46
第4節 実用化検証	47
4 . 1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標	47
4 . 2 研究成果	47
第4章 全体総括	49

### 第1章 研究開発の概要

### 1.1 研究開発の背景・研究目的及び目標

自動車部品等を高強度化するために用いられる熱処理の内、浸炭焼入れや高周波焼入れでは、焼入れ硬さや焼入れ深さの評価方法は、硬さ分布を測定するか、エッチングによりその組織を観察することにより得られる。これらの検査には、部品の切断と、測定面を鏡面まで研磨する等の前処理が必要で、エッチングや硬さ分布測定にも所定の時間が必要である。生産から検査まで数時間の時間差が生じるため、熱処理工程の品質確認が完了するまで熱処理工程に部品を保管するか、不適合品流出を覚悟して次工程に移さなければならない。このような背景の中で、熱処理品質を非破壊で短時間に測定する検査技術が待ち望まれていた。

そこで、これらの課題を解決するため、短時間で熱処理品質検査が可能な、 陽電子消滅原理を用いてひずみを測定する非破壊検査技術を確立する。研究開 発が目的とする検査技術が確立されれば、検査時間を短縮し部品の検査待ち時 間を短縮できる。また、検査前品をやむを得ず次工程に移す必要も無くなるた め不適合品の次工程への流出を防止する事が出来る。さらに、全数もしくはよ り高い抜き取り頻度で、部品の熱処理品質を検査することができる。さらに、 検査によって得られる定量データは逐次生産条件にフィードバックすること ができ、熱処理品質を一定化させることができる。

陽電子消滅法を用いたこれまでの研究では、従来の陽電子消滅原理を用いた ひずみ測定法では試料に入射しなかった陽電子から発生する 線の情報がノ イズとなり、試料内のひずみ量を迅速かつ正確に測定することを妨げていた。 そこで本研究の目標として、試料に入射しなかった陽電子をシンチレータに取 り込み、この陽電子の情報を測定結果から削除することができるアンチコイン シスシステムの実用化を検討する。

具体的には、以下のサブテーマについて研究開発を進める。

### 測定誤差への対応

### 1 陽電子発生プローブの最適化

本テーマでは、陽電子発生プローブを金属のひずみ計測用に最適化する。 市販の Na-22 密封線源に替わる自家製密封線源を製作する。また、線源一体型の陽電子検出器の開発を行う。検証に当たっては、性能の異なる信号処理部を購入し、開発したプローブを組み込んでひずみ計測システムとしての性能を評価する。購入する信号検出器(陽電子寿命測定システム(信 号処理部)) は、1 式は自家製密封線源用(法規制対象)と、1 式は市販密封線源用(法規制対象外)であり、前者は独立行政法人産業技術総合研究所へ、後者は東洋精鋼株式会社へ設置し、各々の線源に対するプローブ性能の評価を行う。

なお、自家製密封線源の製作と性能の評価を行うのと並行して、自家製密封線源が標準化(法規制対象外扱い)されるように社団法人日本アイソトープ協会に働きかけ、ひずみ計測システムを実用化するうえで市場導入の最適化を図る。

【実施機関】東洋精鋼株式会社、独立行政法人産業技術総合研究所

### 2 アンチコインシデンス(同期消去)システムの開発

測定対象物以外の場所で消滅する陽電子(全体の60%)により発生した線がノイズとなり、線源を両側から挟み込んで反対側に出て行かない様にセットできる切り出しサンプル以外では、十分な測定精度が得られていない。そこで試料の反対側に放出された陽電子をシンチレータに入射させて光として検出し、同じタイミングで発生した 線の情報を削除するアンチコインシデンスシステムの実用化を目指す。このシステムは、実験室レベルではノイズ除去効果が確認されているが、その最適化の検討は行われていない。本事業では、ノイズ除去効果の最適化のため、検出部の製作とアンチコインシデンス(同期消去)のプログラムを開発し、ひずみ計測システムへ適用する。

本事業では、今回採用するシステムのノイズ除去によって、ノイズレベル 20%以下を目指す。信号検出器には、陽電子寿命測定システム(信号処理部)を用いる。なお、プログラム(陽電子解析プログラム)開発は、外部に委託する。

また、シンチレータに入射する外部光を遮断する目的のサンプルスキャンステージを作成する。

【実施機関】東洋精鋼株式会社、独立行政法人産業技術総合研究所

### 3 γ線検出器の複数化検討(Sパラメータ測定法)

陽電子寿命を測定して対象の格子欠陥を検出する方式とは別に、γ線のエネルギーを測定してそのエネルギー分布を示すSパラメータを求めてひずみを測定する方式において、検出器を複数化した場合の測定精度や測定時間に対する影響を調査する。

本事業では、東洋精鋼株式会社が保有する S パラメータ測定装置にγ線を 検出する G e 半導体検出器を新たに接続し、検出器を複数化して、その効 果と問題点(キャリブレーションの必要性)を検討する。

また、 2で検証するアンチコインシデンスシステムも適用可能であり、合わせてその効果も確認する。

【実施機関】東洋精鋼株式会社、名古屋大学

### 4 検量線の作成

これまでの検査方法で求められた結果と、陽電子消滅式ひずみ測定法の検量線を作成する。比較対象としては、硬さや組織観察の他、熱処理によって生成する金属加工物や相を精度よく同定するため、特定の仕様で購入した完全水平型大型試料用X線回折システムを用いて、詳細な検量線を作成する。

本事業では、鉄鋼とチタン合金について検証する。

【実施機関】東洋精鋼株式会社、浜松熱処理工業株式会社、独立行政法 人産業技術総合研究所

以上の取り組みにより、以下の目標を達成する

高周波焼入れ、浸炭焼入れの所定深さの硬さ測定において、鉄鋼の熱処理後硬さの差 100HV に対し、S パラメータ型の S パラメータ値が 3 を含めて十分識別可能な検査レベルの確保(測定数 n = 20 にて)。また、陽電子寿命測定式において、陽電子寿命値が 3 を含めて十分識別可能な検査レベルの確保(測定数 n = 20 にて)。

また、鉄鋼の熱処理後焼入れ深さの差 0.2mm に対して、S パラメータ値が 3 を含めて十分識別可能な検査レベルの確保(測定数 n = 20 にて)。また、陽電子寿命測定式において、陽電子寿命値が 3 を含めて十分識別可能な検査レベルの確保 (測定数 n = 20 にて)。

### 測定所要時間の短縮検討

### 1 測定所要時間の短縮

測定時間と測定精度について検証する。

陽電子寿命測定法では、陽電子発生プローブの最適化と、アンチコインシデンスシステムの効果を信号処理能力の高い陽電子寿命測定システム(信号処理部)を用いて行い、プローブおよびシステムの問題点を明確にする。

S パラメータ測定法では、G e 半導体検出器の複数化と、アンチコイン

シデンスシステムの効果を、東洋精鋼株式会社が所有する装置を用いて行い、効果を検証する。

本事業では、陽電子寿命測定法およびSパラメータ測定法における所要時間目標値を、従来の20分に対し、4分の1以下となる5分以内に設定する。

## 【実施機関】東洋精鋼株式会社、独立行政法人産業技術総合研究所、 名古屋大学

### 2 測定方法の最適化

実部品に対する測定の最適化を図る。具体的には線源と検出器の距離、最適な検出器の幾何学的配置を検討する。また、バックグラウンドノイズの影響を評価する。 本事業では、陽電子寿命測定システム(信号処理部)と東洋精鋼株式会社が所有しているSパラメータ測定装置を用いる。エンドユーザーが期待する個々の実部品に対する測定アプリケーションを開発する。サンプルスキャンステージの操作性についても検討する。実部品においても、測定所要時間目標値は、従来の20分に対し、4分の1以下の5分以内を目指す。

## 【実施機関】東洋精鋼株式会社、独立行政法人産業技術総合研究所、 名古屋大学

### プローブ寿命の明確化

密封線源の経時変化の影響を調査する。また、アンチコインシデンスを行う場合の、シンチレータと光電子増倍管の劣化が測定精度に与える影響について検証する。 密封線源は放射能の低下があり、線源と光電子増倍管との距離を随時調整する必要がある。また、シンチレータや光電子増倍管が劣化すると、感度が悪化するため、本事業では、陽電子寿命測定システム(信号処理部)を用いてこれらの測定精度への影響を確認し、ポータブル陽電子寿命測定システム(信号処理部)を用いてランニングコストを明確にする。

【実施機関】東洋精鋼株式会社、独立行政法人産業技術総合研究所、 名古屋大学

### 実用化検証

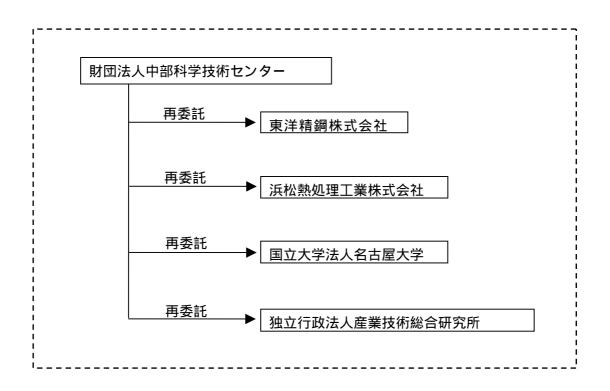
インターフェイスを開発し、市販モデルを確立する。

本事業では、市販モデルとして信号検出部にデジタル式を用いた、ポータブル陽電子寿命測定システム(信号処理部・上位および下位機種)を基本的な市販モデルとして開発し、その性能を検証する。また、ライセンス使用料が必要なデジタル方式だけでなく、これが不要となる陽電子寿命測定装置(アナログ方式)を基本とした市販モデルも開発し性能を検証する。これらの機器に、開発したプローブやアンチコインシデンスシステムを接続し、システムの能力(測定時間と精度)検証とコスト評価を実施する。なお、ユーザーのニーズが複数あり、各ポータブル陽電子寿命測定システム(信号処理部・上位および下位機種)を2式ずつ購入し、それぞれユーザーのニーズに適したものを開発する。

さらに、インターフェイスを簡易にするためのプログラム「陽電子解析プログラム」の作成を外部に委託し、これを使用した検査システムを開発する。

【実施機関】東洋精鋼株式会社、浜松熱処理工業株式会社、独立行政法人 産業技術総合研究所、名古屋大学

### 1.2 研究体制



総括研究代表者(PL) 東洋精鋼株式会社 表面処理グループ部長 技術開発グループ部長 服部兼久 副総括研究代表者(SL) 国立大学法人名古屋大学 工学部工学研究科 化学・生物工学専攻 応用化学分野 准教授 熊谷純

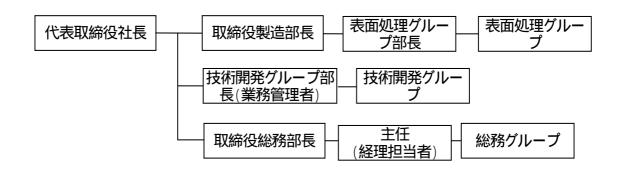
## 事業管理機関

財団法人中部科学技術センター

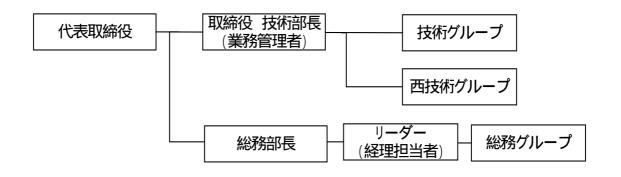


### (再委託先)

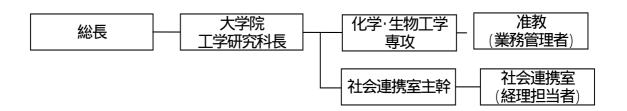
### 東洋精鋼株式会社



### 浜松熱処理工業株式会社

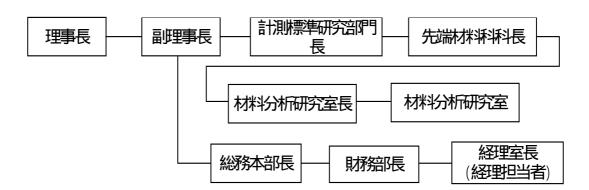


### 国立大学法人 名古屋大学



10

### 独立行政法人 産業技術総合研究所



### 1.3 成果概要

本研究は、陽電子消滅を用いたひずみ測定による熱処理後の検査を短時間に 非破壊で行う技術の開発を目標とし、約半年間に亘る計画を設定して遂行した。 その結果、当初計画通り、開発目標を達成することができた。以下に成果の概 要を示す。

### 測定誤差への対応

### - 1 陽電子発生プローブの最適化

検査装置に適切な陽電子発生プローブを開発した。陽電子発生プローブは、 社団法人日本アイソトープ協会と共同で開発を進めた結果、陽電子消滅法を用いた検査装置に適切なプローブが開発された。このプローブは、密封線源自身の中で陽電子の消滅が少ない仕様となっている。法規制対象外の密封線源として社団法人日本アイソトープ協会よりカタログ販売される見込みであり、陽電子消滅法を用いたひずみ検査装置の市場化の実現に向けた革新的な第一歩が図れた。

### - 2 アンチコインシデンス (同期消去)システムの開発

測定対象試料に入射しない陽電子から放出されるガンマ(γ)線の情報を排除できるアンチコインシデンス(同期消去)システムを開発した。これにより、測定精度に悪影響を与えるノイズ信号を減らすことができた。この結果、ノイズレベルはシリコン多結晶の場合では目標値20%以下に対し11.4%であった。

### - 3 γ線検出器の複数化検討(Sパラメータ測定法)

Sパラメータ測定法において、使用する Ge (ゲルマニウム)半導体検出器を複数化して、測定時間を短縮する方法を検討した。しかしながら、検出器の機差が測定結果に少なからず影響することが判明した。しかしながら、複数の検出器を同時に操作し、解析、統計処理することで、測定時間を短縮する可能性が示唆された。

### - 4 検量線の作成

7種類の鋼種に7種類の熱処理を施し試験に供した。また、ひずみを与える代表的な工法としてショットピーニングを浸炭処理後の鋼種 SCM 材やチタン合金に施し、測定精度を検討した。S パラメータ測定法では、硬さ差 90HV に対し、繰り返し 20 回測定 (n=20) において標準偏差 3 が平均値の差 2 分の 1 以下になり、十分な測定精度が得られることが明らかになった。また、シ

ョットピーニングによって付与される残留応力分布に対しても、深さ 30 µ m までで良好な相関があることが明確になった。

### 測定所要時間の短縮

### - 1 測定所要時間短縮

測定時間と測定精度について検証し、陽電子寿命測定法では、陽電子発生プローブの最適化とアンチコインシデンスシステムの効果の確認を行った。寿命測定法において、十分な測定精度を得ることができた。Sパラメータ法においては、測定所要時間5分では、十分な測定精度が得られたとは云えず、今回【第1節第1項】で開発した密封線源の使用は必須であると考えられる。

### - 2 測定方法の最適化

陽電子寿命測定法においては、サンプルを検査ステージに置くだけで測定可能な暗箱測定型陽電子寿命検査装置及び遮光性を考慮し、チタン製密封線源で陽電子検出器を構成したポータブル測定型陽電子寿命検査装置を試作しその性能を評価したところ、従来のサンプルを切り出す方法と同一の結果が得られ、本検査装置の実現性を確認できた。陽電子解析プログラムに、(1)キャリブレーション機能、(2)アンチコインシデンス処理、(3)寿命推定計算の3つの機能を追加したものを作成し、簡便に寿命が測定できるシステムを構築した。また、線源、検出器および遮蔽体の幾何学的配置の最適化により、散乱ガンマ線の影響を受けない高精度な測定を可能にした。また、中空管内の寿命測定やアナログ式寿命測定システムについても検討した。

G e 半導体検出器における実部品に対する測定の最適化を検討した。作成した陽電子解析プログラムを使用して、Sパラメータが簡便に求められる事を確認した。

### プローブ寿命の明確化

陽電子プローブの寿命について検討した。

Sパラメータ法におけるプローブの寿命は、プローブの半減期 2.7 年程度と推察される。当該事業期間において陽電子プローブの劣化は現象として確認できなかった。また、プローブと検出器の距離の検討結果において、1.0MBqという強度のプローブを使用するに当たり、検出器との距離は 200mm 以上確保する必要がある。プローブが劣化した場合に距離を縮める必要があるが、その十分な距離があるため、プローブの寿命は半減期相当であると結論した。

寿命測定法におけるプローブの寿命は、線源の劣化に対して幾何学的配置では解決が不可能であり、測定時間の延長で対応する。1.3 倍までが測定許容時

間との意見から、プローブの寿命を1年と結論付けた。

### 実用化検証

陽電子解析プログラムを作成し、エンドユーザーが使用し易い陽電子寿命 測定装置の市販装置としての枠組みができた。

また、陽電子寿命測定装置を、 据え置き型と オンサイト型に分けて検証した。 据え置き型は、サンプルを検査ステージに置くだけで測定可能な暗箱測定型陽電子寿命検査装置を検証し、 オンサイト型は、プローブの遮光性を考慮し、Ti 密封線源で陽電子検出器を構成したポータブル測定型陽電子寿命検査装置を検証した。川下ユーザーのニーズに合わせた複数のポータブル陽電子寿命測定システムを開発した。

### 1.4 当該研究開発の連絡窓口

### 事業管理機関

名称: 財団法人中部科学技術センター

住所: 愛知県名古屋市中区大須一丁目 35 番 18 号

一光大須ビル 7F

郵便番号: 〒460-0011

(最寄駅:名古屋市営地下鉄鶴舞線大須観音駅)

代表者役職・氏名: 会長 野嶋 孝

連絡先: TEL(052)231-3043

FAX ( 0 5 2 ) 2 0 4 - 1 4 6 9

連絡担当者所属役職・氏名:研究開発推進部長 永田達也

TEL ( 0 5 2 ) 2 3 1 - 3 5 4 9 FAX ( 0 5 2 ) 2 0 4 - 1 4 6 9

### 総括研究代表者

氏名: 服部 兼久

( ハットリ カネヒサ )

所属組織: 東洋精鋼株式会社

所属役職: 表面処理・技術開発グループ 担当部長

連絡先: TEL(0567)52-3451

FAX ( 0 5 6 7 ) 5 2 - 3 4 5 7

E-mail k\_hattori@toyoseiko.co.jp

住所: 〒490-1412 愛知県弥富市馬ヶ地三丁目 195番地1

### 副総括研究代表者

氏名: 熊谷 純

(クマカ・イ シ・ュン)

所属組織: 国立大学法人 名古屋大学

所属役職: 工学部工学研究科 化学・生物工学専攻 応用化学分野

准教授

連絡先: TEL(052)789-2591

FAX ( 0 5 2 ) 7 8 9 - 2 5 9 1

E-mail kumagai@apchem.nagoya-u.ac.jp

住所: 〒464-8603 愛知県名古屋市千種区不老町

### 第2章 陽電子消滅測定の原理

陽電子とは電子の反粒子であり、電子と結合すると 180 度方向に 2 本のγ線(511 keV)を放出する。陽電子は材料中に入射された陽電子は、図 1 の様に原子空孔や転位にトラップされ消滅する特性がある。(陽電子は欠陥等の原子核が欠けている場所を負に帯電していると感じるため)欠陥にトラップされた陽電子は消滅するまでの時間や、511 keV のエネルギーピークが変化する。これらの変化を測定することにより材料中の欠陥を分析することができる。

511 keV のエネルギーピーク測定としてドップラー拡がり測手法がある。消滅前に電子が運動量を持っている場合、対消滅の前後の運動エネルギーが保存される。陽電子は熱化したあとに対消滅するため、消滅 線には主に電子の運動量が加算されている。図 2 に陽電子( $e^-$ )と電子( $e^+$ )の対消滅の概念を示す。図中左方向が電子の進行方向である。ドップラー効果により、左方向に放出される 線は電子の運動エネルギーが加算されて波長が短く、一方、右方向に放出される $\gamma$ 線は電子の運動エネルギー分を差し引いた分波長が長くなる。電子の運動量は、格子間位置の内殻電子と空孔中等に存在する価電子では異なるので、 $\gamma$ 線のエネルギーを正確に測定することにより、物質内の転位や空孔欠陥、又はひずみを推測することが可能になる。

陽電子の消滅時間測定として陽電子寿命測定法がある。この消滅確率は、電子密度に反比例する性質がある。欠陥内は電子密度が低いため、欠陥にトラップされた陽電子の寿命は長くなる。よって、ドップラー拡がり法と同様に物質内の原子空孔や転位を観察することができる。また、ドップラー拡がり法の S パラメータは相対的な数値であるのに対し、陽電子寿命測定法は、例えば 200 ps 等の様な数値を得ることが出来る。

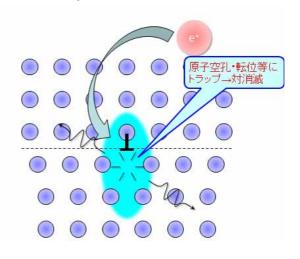


図1 陽電子とは

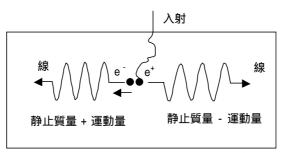


図2 陽電子と電子の対消滅

### 1)ドップラー拡がり法

陽電子は正電荷を持つため、物質内に侵入すると原子核からの反発力を受ける。陽電子は物質内ではなるべく格子間位置に存在しようとし、空孔や原子と原子の距離が大きい部位に捕獲されやすい。一方、電子の運動量は格子間位置の内殻電子とそれ以外の価電子で異なる。空孔等の価電子の運動量は内殻電子に比べ小さく、対消滅時のドップラー効果による $\gamma$ 線のエネルギーの拡がりが先鋭化する。図3に,陽電子の消滅位置と,生成する $\gamma$ 線のエネルギー分布の関係を示す.このように 線のエネルギー分布を正確に測定することにより,物質内の空孔欠陥やひずみを推測することが可能になる。 $\gamma$ 線のエネルギー測定には一般にGe半導体検出器が用いられる。

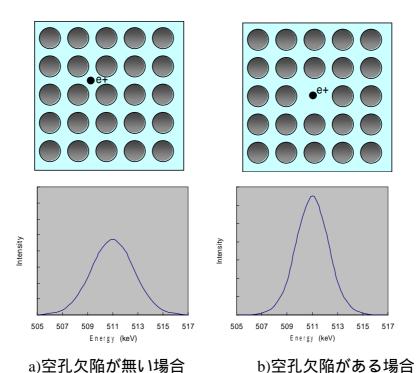


図3 陽電子の消滅位置とエネルギー分布

陽電子消滅では,この変化を S パラメータ(Shape parameter)として下記のように定義し評価する。図 4 に S パラメータ解析の概念を示す.

# $S = \frac{$ 所定の幅内のカウント数(S Resion)} $\mathcal{C} = \frac{\mathcal{C}}{\mathcal{C}}$ (Peak Resion)

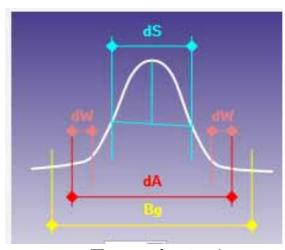


図4 Sパラメータ

また、本事業で云うプローブとは、 $\beta(+)$ 崩壊する放射性同位元素を密封した陽電子発生部(密封線源とも云う)のことを差す。陽電子の利用研究では、半減期が 2.609 年と比較的長いナトリウム 22 (Na-22) が使いやすく、主に利用されている。密封容器としては、カプトンが用いられる。

### 2)陽電子寿命測定法

陽電子寿命測定法とは $\gamma$ 線の計測により、陽電子が消滅するまでの時間を測定することで材料中の原子空孔や転位レベルの欠陥(サブナノ-ナノサイズ)が評価可能な分析手法である。 $\gamma$ 線の計測は図 5 のような検出器を用い、 $\gamma$ 線をシンチレータにより可視光に変換し、その光を光電子増倍管により電気信号として検出する。陽電子源には放射性同位元素 Na-22 を用いるが、その理由は Na-22 は陽電子を放出すると同時に 1.27 MeV の $\gamma$ 線(崩壊 $\gamma$ 線)を放出するため、時間基準を得ることが出来るためである。そしてスタート信号として 1.27 MeV の崩壊 $\gamma$ 線を計測し、ストップ信号として 511 keV 陽電子の消滅 $\gamma$ 線を計測することにより陽電子の消滅時間(図 6 では寿命値と表記)を計測することが出来る。そしてこの消滅時間を積算したヒストグラムをとることにより図 7 のような陽電子寿命スペクトルを得ることが出来る。この寿命スペクトルを非線形最小自乗フィッティングすることにより陽電子寿命が決定される。

## M. Yamawaki, Y. Kobayashi, K. Hattori, Y. Watanabe, JJAP, 50(2011),086301

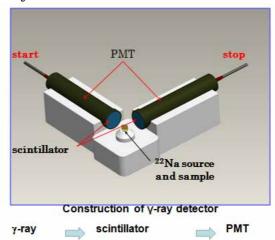


図 5 陽電子寿命測定のためのγ線検出器と線源



図 6 陽電子寿命測定におけるタイミング信号時系列

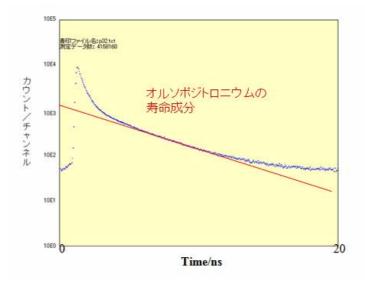


図 7 陽電子寿命スペクトルの例(ポリエチレン)

### 第3章 研究成果の報告

陽電子寿命測定法は金属材料の原子空孔・転位レベルのサブナノメートルサイズの空孔をも評価できることから、陽電子消滅法を用いた金属疲労等に関する多くの研究が行われている。また、近年では福島第一原発事故により陽電子消滅法による原子炉の安全性評価研究等として注目は高い。そこで陽電子寿命測定法を金属熱処理材料の検査装置や製造レーンにおけるモニタリング装置としての疲労箇所の検査等、構造物の検査手法としての応用が求められているが、現在の陽電子寿命測定法において検査装置を実現するには大きく次の3点の課題が考えられる。

・課題1:放射線取扱いの法令

・課題2:サンプルの切り出し加工

・課題3:プログラム制御による測定の全自動化

課題 1 の放射線取扱いの法令とは、日本の法令において陽電子消滅検査装置を放射線管理区域外で使用する場合、規制対象外の密封線源が必要であり、その為検査装置には管理区域外に持ち出し可能な下限数量(22Na に対しては 1 MBq)以下の密封線源(社団法人日本アイソトープ協会が承認されたもの)が必須となる。しかし、現在市販の規制対象外密封線源は線源由来のノイズ成分が混在しており、その利用には注意が必要であるとの報告がある。そこで今回規制対象外密封線源を目標としたノイズ成分のない高性能な22Na線源の開発を行うものとし、第1節 第1項の陽電子発生プローブの最適化において検討した。

課題 2 とは、陽電子消滅測定法は、通常切り出した 2 枚のサンプルで線源を挟み込んで測定を行う必要があるため、構造物の検査等には応用できなかった。そこで今回提案したにサンプルの切出し加工不要で陽電子寿命測定を可能とするアンチコインシデンス法における効果の検証と最適化を行うものとし第 1 節第 2 項のアンチコインシデンスシステムの開発において検討した。

課題 3 のプログラム制御による測定の全自動化とは、陽電子寿命測定法は測定においてノウハウが必要であり、陽電子消滅の専門家以外にとって敷居の高い測定手法であった。そこで信号弁別キャリブレーションから寿命解析まで全自動で可能とする制御プログラムの開発を行うものとし第4節の実用化検証において検討した。

その他、検査装置実現においての仕様や最適条件の検討として他項目にて検討を行った。

### 第1節 測定誤差への対応

### 第1項 陽電子発生プローブの最適化

### 1.1.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

本テーマでは、陽電子発生プローブを金属のひずみ計測用に最適化する。市販の Na-22 密封線源に替わる自家製密封線源を製作した。また、線源一体型の陽電子検出器の開発を行った。検証に当たっては、性能の異なる信号処理部を購入し、開発したプローブを組み込んでひずみ計測システムとしての性能を評価した。

自家製密封線源の製作と性能の評価を行うのと並行して、自家製密封線源が標準化(法規制対象外扱い)されるように社団法人日本アイソトープ協会に働きかけ、ひずみ計測システムを実用化するうえで市場導入の最適化を図った。

### 1.1.2 研究成果

本事業では規制対象外密封線源を目標とした線源を社団法人日本アイソトープ協会と共同で開発した。市販の Na-22 密封線源に替わる高性能 Na-22 製密封線源を製作し、その性能評価を行った。また、市販の Na-22 密封線源との性能比較から、ノイズ成分のない高性能 Na-22 密封線源の作製に成功した。また、今回開発した高性能 Na-22 密封線源は社団法人日本アイソトープ協会より「カタログ化し販売する予定である」との回答を頂いた。

### 陽電子検査装置のための規制対象外密封線源の開発

陽電子消滅検査装置の実現として陽電子密封線源の性能も非常に重要な要素となる。日本の法令において陽電子消滅検査装置を放射線管理区域外で使用する場合、規制対象外の密封線源が必要であるが、現在市販されている規制対象外密封線源は線源由来のノイズ成分が混在しており、その利用には注意が必要であるとの報告がある。通常陽電子線源は2枚の厚さ数7.5 µm のカプトンフィルムにNa-22を封入しエポキシ等の接着剤で密閉している。ノイズ成分が混在する原因としては線源を密閉する際に用いている接着剤がNa-22 に接触してしまっているため、陽電子が接着剤中で消滅した成分が、ノイズ成分となってしまっていると考えられている。そこで高性能な規制対象外Na-22 密封線源を開発した。今回Na-22 と接着剤が接触しないように線源を作製する治具を作製し、その線源の性能を評価した。

### 高性能 Na-22 密封線源の作製

高性能な Na-22 密封線源の開発として、規制対象外密封線源の提供には社団法人日本アイソトープ協会の承認が必須であることから、社団法人日本アイソトープ協会と共同で開発を行った。今回作製した線源強度は 60 kBq と 1 MBq の 2 種類であり、Na-22 の下限数量 1 MBq より十分に弱い 60 kBq ものも作製した理由は、線源が強いと長寿命成分がバックグラウンドに埋もれてしまうため、僅かな長寿命成分を観察しやすくするためである。密封材には株式会社ニラコ製カプトンフィルム(ポリイミドフィルム)7.5 μm を用いた。線源は社団法人日本アイソトープ協会に作製して頂いた。

### 試作線源の性能評価 1(60 kBq)

今回線源の性能評価に用いた寿命測定装置の時間分解能は 150 ps 程度である。 ガンマ線検出器はシンチレータと光電子増倍管をグリース等の光学接続材により接続し、反射材としてアルミ箔やテフロンテープによりシンチレータを覆う。 20 mm 厚のシンチレータを接続した光電子増倍管を start( : 1.27 MeV)用とし、10 mm 厚のシンチレータを接続した光電子増倍管を stop( : 511 keV)用とした。反射材にはアルミ箔を用い完全に遮光するために、黒いビニールテープで覆った。DSO は WavePro950 を用いた。信号処理プログラムは Visual Basicで自作したものを用いた。

線源の性能評価に用いたサンプルにはフルウチ化学製 Si 単結晶(15 mm×15 mm×1 mm)である。IPL 社製 POSK-22 のカプトンフィルム厚は  $30\mu$ m である。IPL 社製 POSK-22 では長寿命成分か観察できるのに対し、今回試作した線源では長寿命成分が除去されているのが確認できた。ここでそれぞれの線源に対し、長寿命成分の割合を解析した。解析プログラムには非線形最小自乗法によりパラメータを推定する PALSfit プログラム(有償)を用いた。3 成分解析し、第 3 成分の強度  $I_3$  を求めた。 $\tau_2$  はカプトン成分とし、380 ps に固定で解析した。IPL 社製 POSK-22 は  $I_3$ =2.6%( $\tau_3$ =1.45 ns)、今回作製した線源は  $I_3$ =0.21%( $\tau_3$ =1.38 ns)となり、長寿命成分が 1/10 以下に減少し、また同時に長寿命成分が接着剤由来であるということが確認された。

### 規制対象外密封線源製品化への状況

今回、社団法人日本アイソトープ協会と産総研で陽電子密封線源の共同開発を行い、ノイズのない、高性能陽電子密封線源の開発に成功し、社団法人日本アイソトープ協会よりカタログ販売化を予定している。また、「社団法人日本アイソトープ協会が放射線障害防止法規定対象外の Na-22 ポジトロン線源を提供する予定である」との正式な回答も得られている。このことから、陽電子寿命検査装置の製品化及び量産化に非常に良い状況に進んでいるといえる。

### 第2項アンチコインシデンスシステムの開発

### 1.2.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

陽電子寿命測定法は金属材料の原子空孔・転位レベルのサブナノメートルサイズの空孔をも評価できることから、陽電子消滅法を用いた金属疲労等に関する多くの研究が行われている。また、近年では福島第一原発事故により陽電子消滅法による原子炉の安全性評価研究等として注目は高い。そこで陽電子寿命測定法を金属熱処理材料の検査装置や製造レーンにおけるモニタリング装置としての疲労箇所の検査等、構造物の検査手法としての応用が求められている。しかしながら、陽電子寿命測定法を適用し、高精度で測定するためには、測定対象物を切り出して、陽電子発生プローブを挟む様にして測定しなければならないという課題があった。言い換えると、切り出した2つのサンプルで陽電子発生プローブを挟み込むことができなければ、陽電子寿命測定法は、有効な測定法ではなかった。このため、陽電子寿命測定法は構造物の検査等には応用できなかった。そこで、サンプルの切出し加工不要で陽電子寿命測定を可能とするために、陽電子発生プローブから放出された陽電子の内、サンプルに入射しなかった陽電子の情報を消去するために、本研究開発「アンチコインシデンスシステムの開発」として取り上げた。

測定誤差の少ない検査装置の開発を目的として、陽電子発生プローブから放出された陽電子の内、被測定サンプルに入射しないため測定結果のノイズとなり測定精度に悪影響を与える陽電子の情報を消去するアンチコインシデンスシステムを開発することを目標とする。

本研究開発ではプログラムを開発し、アンチコインシデンスシステムによる ノイズ除去によって、ノイズレベル 20%以下を目標とする。

### 1 . 2 . 2 研究成果

### アンチコインシデンス法の概要

陽電子は線源からあらゆる方向に放出されるため、通常、切り出した 2 枚のサンプルで線源を挟み込んで測定を行う。(サンドイッチ法、以下 SW 法と称す)このように測定することにより放出された全ての陽電子はサンプル内(または線源密封材)で消滅させ、ノイズ成分のない測定を行う。もしサンプルの切出しを

行わずに測定した場合、陽電子はサンプル以外にも放出され、サンプル以外で消滅する事象が半分以上存在することになる。このため、半分以上のノイズを含む測定結果となってしまう。そこで図 1.2.2 のようにサンプルの反対側にシンチレータを配置することにより、陽電子が入射した情報を検出し、サンプル以外で陽電子が消滅した事象を除去することができる。つまり、通常の 線検出器で検出した陽電子寿命イベントと陽電子検出器の信号が同時に検出されたとき、それはシンチレータで消滅したイベントであることがわかり、このイベントを除去(アンチコインシデンス)することによりサンプルで消滅した情報を抽出することが出来る。図 1.2.3 にアンチコインシデンス(Anti-Coincidence 略称を A-C とする)を用いた陽電子寿命測定システムの概要を示す。まず、シンチレータを用いた陽電子検出器(β+ detector)を追加し、通常の陽電子寿命イベントと陽電子検出イベントのアンチコインシデンスを取る。陽電子検出器では荷電粒子として陽電子を検出するため、シンチレータに入射した陽電子はほぼ全て検出できる。シンチレータは非常に薄くてよく(~1 mm)、そのため陽電子検出器では線は検出せず陽電子のみを検出することが出来る。

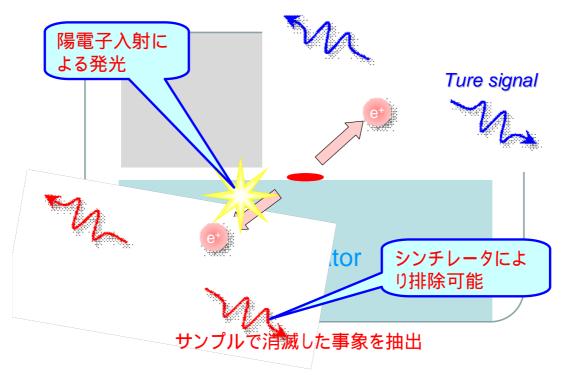


図1.2.2 アンチコインシデンス法の原理

M. Yamawaki, Y. Kobayashi, K. Hattori, Y. Watanabe, JJAP, 50 (2011) 086301 国内特許出願(2010.10.24)

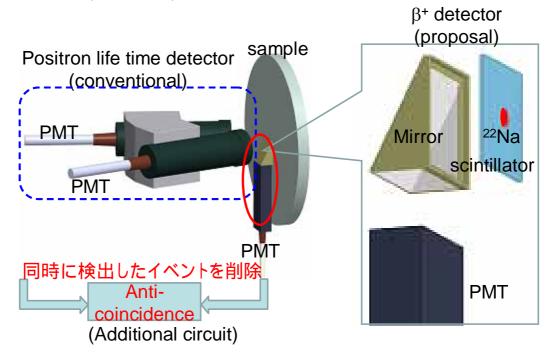


図1.2.3 アンチコインシデンス法による陽電子寿命測定システム概要

### アンチコインシデンス(A-C)法の実験結果

A-C 法ではノイズである長寿命成分が無くなっていることが観察され、劇的にノイズ成分が除去できることが確認された。(長寿命成分はシンチレータで生成した o-Ps の寿命成分であり、これが除去されたことにより陽電子がシンチレータ内で消滅した事象を除去できているということになる) また、バックグラウンドについては、従来の SW (サンドイッチ)法より A-C 法のバックグラウンドレベルが下がっていることが確認された。

### カプトン成分の増加についての考察

A-C 法と SW 法を比較するとカプトン成分  $I_2$  が A-C 法では 18.9%、SW 法では 10.9%と A-C 法で  $I_2$  が増加する結果となった。A-C 法においてカプトン成分の強度比率  $I_2$ (A-C)を増加させない為には、 $^{22}$ Na をシンチレータに直接滴下し、1 枚のカプトンフィルムでシールした線源を作成すればよく、また、シンチレータをベースにすることで線源密封材としての材料強度が向上することから、そこでシンチレータベースの Na-22 密封線源を作製し、性能評価を行った。

### 改良線源の性能評価

改良線源により図 1.2.8 のような配置となり、Type1 を用い、A-C 法で測定した場合を Case1 とし、Type2 を用いて A-C 法で測定した場合を Case2 とする。 (今回カプトンフィルムで作製したものを Type1、シンチレータとカプトンで密封した線源を Type2 とする)

性能評価に用いたサンプルにはフルウチ化学製 Si 単結晶( $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 1$  mm)である。Case1 と Case2 で僅かな変化が観察され、PALSfit により 2 成分解析した。その結果、カプトン成分  $I_2$  が Case1 では 23.9%、Case2 では 11.4% と約半分に減少し、想定通りの性能向上の結果が得られた。

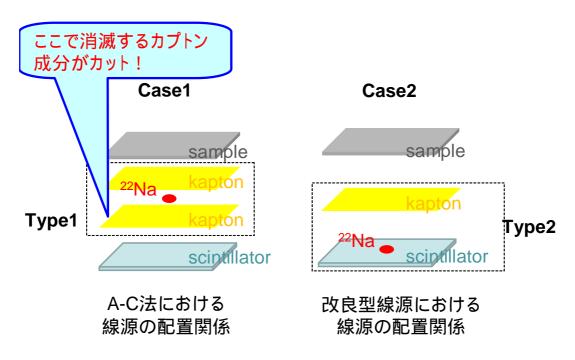


図1.2.8 改良型線源におけるサンプルと線源の配置関係

### 第3項 線検出器の複数化検討(Sパラメータ測定法)

### 1.3.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

Sパラメータ測定法は、「消滅ガンマ線ドップラー拡がり法」とも呼ばれ、物質中の原子空孔欠陥を測定できる代表的、かつ、市販のガンマ線スペクトロメトリーを使用する、比較的簡易な測定法である。しかしながら、測定所要時間がおよそ1時間程度かかることなどから、産業界において検査装置として普及するまでには至っていない。また、測定時間を短縮使用とする取り組みも行われてこなかった。

金属材料の空孔欠陥の測定、しいては産業界において製品の品質確認検査法として陽電子消滅法を導入するためには、測定精度を維持しながら、測定時間を短縮する必要がある。

本プロジェクトでは、Sパラメータ測定法において、Ge半導体検出器を複数化することにより、測定精度を維持しつつ測定時間を短縮することが可能性かどうかを検証する。

測定所要時間の短縮を目的として、Ge(ゲルマニウム)半導体検出器を複数化し、測定精度や測定時間に対する影響を調査する。複数の検出器を使用した場合の、検出器毎のキャリブレーションの必要性も検討する。

### 1.3.3 研究成果

### 測定距離の検証

陽電子発生プローブと検出器の距離について検証した。距離は 200mm から 400mm を 50mm 刻みで検証した。プリセットカウントを 10,000 カウントに設定し、繰り返し 10 回測定を行い、S パラメータ平均値と 3 を評価した。また、実測定時間に影響を与えるデッド時間率についても検討した。結果を表 1.3.3 に示す。

77 100/100 177				
線源-検出器距離 [mm]	Sパラメータ平均値	3	デッド時間率 [%]	実測定時間 [sec]
200	0.70695	0.01402	19.8	156.8
250	0.71495	0.01589	13.8	221.1
300	0.72629	0.02152	10.4	287.2
350	0.73092	0.01444	8.2	360.0
400	0.74004	0.01522	6.6	446.1

表 1.3.3 線源 検出器距離の影響

線源-検出器距離はSパラメータ値に影響を与えた。距離が近くなるにつれ、Sパラメータが小さく、ドップラー拡がりも小さくなる結果か得られた。測定精度については、200mm から 400mm の間では、特に変化は認められなかった。どの距離においても同等の精度で測定ができるものと考えられる。

また、距離が近くなるほど測定時間が短縮できることが明確になった。一方、デッド時間率(ガンマ線の信号が重複して測定が無効になった時間の割合。放射線源が検出器に近づくほど比率が高くなる。)は、距離が 200mm になると急激に上昇した。一般的には、測定精度の悪化を招かないデッド時間率は 15%前後といわれている。よって今後の測定は、実測定時間とデッド時間率に注意しながら、線源-検出器距離を設定することとし、特別な事情が無い限り 200mm ~ 250mm の範囲で測定を行うものとする。

### 検出器の機差調査

2 つの検出器について、標準物質(石英ガラス)を測定して結果を比較した。 結果を**表 1.3.4** に示す。また、リミットピークカウントを 100,000 で測定した ときの S パラメータ測定結果を**図 1.3.3** に示す。

リミットピークカウント 100,000 カウント(n=1)、および 10,000 カウント (n=10)の S パラメータ測定結果は極めて近い値を示しており、同一の測定結果が得られるように調整が可能と推察される。また、ピーク位置のチャンネル数も、A 既製品が 2049.85 に対し、B 本予算購入品は 2049.75 と、その差は 0.10 チャンネルである。これは、エネルギーに換算すると 25eV に相当し、G e 半導体検出器の分解能 1.7KeV と比較しても 68 分の 1 である。検出器の複数化について十分な精度と性能であると、複数化に期待が持てる。

一方、課題として、検出器にはガンマ線に対する感度の違いが認められた。すなわち、デッド時間率と実測定時間に差が認められた。A 既製品のデッド時間率が 10.5%に対し B 本予算購入品が 13.8%であり、また、実測定時間は、A 既製品が 1.5 倍を要している。A 既製品の実測定時間の長さは、線源と検出器の距離を近づけることで解消することができるが、距離を変えると、S パラメータ測定値そのものが変化してしまう。

よって、CHN ファイルとして出力される2つのデータを単純に加算してSパラメータを求める事は可能であるが、線源-検出器距離を変更した場合への対処などを折り込んだプログラム開発が必要であると判断する。

表 1.3.4 検出器の機差調査結果

リミットピークカウント数	調査項目	G e 半導体検出器		
リミケトピーブカラント数		A(既製品)	B(本予算購入)	
100,000カウント	Sパラメータ	0.713640	0.713747	
	ピークチャンネル位置	2049.85	2049.75	
	FWHM [Ch]	10.98	10.60	
	実測定時間 [sec]	3302.3	2200.7	
	デッド時間率[%]	10.5	13.8	
10,000カウント	S パラメータ 平均値(n=10)	0.71499	0.71502	
	3	0.00562	0.01523	

出展: セイコーEG&G株式会社スペクトルナビゲーター画面

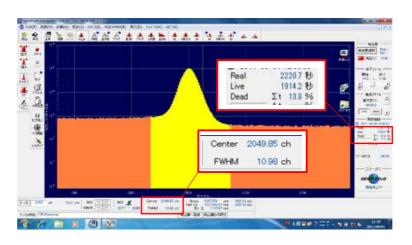




図1.3.3 (上: B本予算購入検出器、下: A既存品)

### 第4項 検量線の作成

### 1.4.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

熱処理、溶接、メッキ、化学被膜処理、ショットピーニングなどの工程は、製品品質の差別化や、製造業の国際競争力を高めるために不可欠な工程である。しかしながら、これらの工程における製品そのものの品質確認は非破壊では不可能なため、検査頻度も自ずと低くなってしまう。このような工程は、生じるアウトプットがその後の監視や測定で検証することが困難な「特殊工程(Special process)」と定義されており、製品検査の代わりに製造工程管理を厳しくすることで製品品質の保証が行われている。

メーカーは 100%の良品率でお客様に製品を提供しなければならない。そのためには自社の製造工程において次工程への不適合品の流出を防止することや、自工程でその製品の品質がタイムリーに判定できる自工程完結の品質管理システムが必要になる。特殊工程においても例外では無く、製品品質を非破壊でしかも短時間で測定する技術の開発が待たれていた。

本研究開発では、陽電子消滅原理を用いたひずみの非破壊検査法が、熱処理 またはその他の特殊工程の製品検査に用いられる際に十分な測定精度を有しか つそれが適切な測定時間によって達成されることを検証する。

Sパラメータ測定法に関する研究開発は、必要な機械装置は東洋精鋼株式会社に設置し研究開発を行った。国立大学法人名古屋大学からは測定に関して必要な指導および得られたデータに対する助言を中心に研究開発に参加した。

また、陽電子寿命測定法に関しては、独立行政法人産業技術総合研究所および東洋精鋼にて研究開発を行った。

なお、浜松熱処理工業株式会社は熱処理企業であるので、これまでに得られている知見や生産・検査現場の現状などの豊富な経験を有している。試験片の提供の他、熱処理に関する豊富な経験とともに川下ユーザーとして研究開発に参加した。

測定誤差の少ない検査装置の開発を目的として、これまでの検査方法で求められた結果と、陽電子消滅式ひずみ測定法の検量線を作成することを目標とする。比較対象としては、Sパラメータ測定値と、硬さや組織観察の他、熱処理によって生成する金属化合物や相を検討する。目標値として、鉄鋼の熱処理硬さの差 100HV に対し、Sパラメータ値が 3 を含めて十分識別可能であることを確認する。また、鉄鋼の熱処理後焼入れ深さの差 0.2mm に対して、Sパラメータ値が 3 を含めて十分識別可能であることを確認する。

### 1 . 4 . 2 研究成果

### Sパラメータ測定法の実験結果

処理後の鋼材試験片硬さとの相関の検証

浸炭まま品と300 焼戻し品について、20回の繰り返し測定を行って測定精度を検証した。なお、浸炭品と浸炭窒化品では同様の傾向が認められたため、20回の繰り返し測定は浸炭品のみで行った。繰り返し測定結果からは、Sパラメータ測定法において、ピークカウントを100,000カウントまで測定すれば、90HVの硬さの差が識別できることが明らかになった。

次に、熱処理深さとSパラメータ値の相関の検証について検証した。結果を 図 1.4.9 に示す。

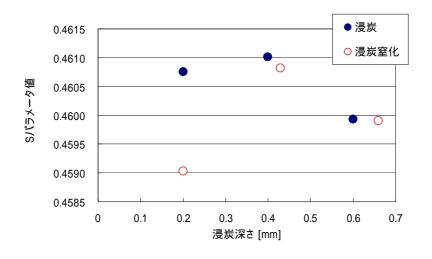


図 1.4.9 熱処理深さとSパラメータの比較

結果より、熱処理深さとSパラメータ測定値には相関が認められなかった。 陽電子の侵入深さが影響していると考えられ、熱処理深さ測定には、陽電子 消滅法は適さないと判断する。 \_\_ 熱処理後の鋼材試験片表面近傍の組織や生成する金属化合物(主に窒化物) との相関の検証。

試験片の表面に熱処理で生成した化合物とSパラメータ測定値の関連を検証した。結果を表 1.4.12 に示す。

鋼種 SCM S15C S45C SACM-645 SPHC FCD-450 SUS304 熱処理条件 0.464586 0.465117 0.462971 0.465392 304-stainless. 未処理 Iron Fe Iron Fe Iron.Fe Iron.Fe Iron.Fe Iron.Fe Graphite-2H,C FeCr0.29Ni0.16C0.06 0.463734 Iron,syn,Fe 焼入 高周波焼入れ Cohenite.svn.Fe30 Graphite-2H,C 浸炭 magnetite high, Fe2.93304 0.459903 Iron.Fe magnetite high, Fe2.936O4 Iron,syn,Fe austenete,CFe15. Iron,syn,Fe austenite.CFe15.1 浸炭窒化 austenite,CFe15. **0.466231** Siderazot,syn, 0.473154 Siderazot,syn, 0.464146 0.460469 Iron.Nitride. Siderazot,syn,Fe3h Iron Nitride Iron Nitride Fe3N Carbon,C ガス軟窒化 Fe3N Fe3N1 236 Fe3N1.236 Fe3N1.221 0.461460 0.465248 0.471391 Trevorite,syn Siderazot,syn Siderazot,syn,Fe3N Cohenete,syn,Fe3C Siderazot,syn イソナイト Siderazot,syn Fe3N Ni1.43Fe1.7Q4 Fe3N Cohenite,syn, Roaldite.svn.Fe4N Graphite-2H,C Fe3C 0.464565 イオン窒化 Iron,syn,Fe 0.468342 0.463090 304-stainless austenite, FeCr0.29Ni0.16C0.06 Iron,syn,Fe

表 1.4.12 定性分析結果と S パラメータ値

表中赤字は、Sパラメータ測定値。また水色で識別してあるものは、熱処理によって完全に鉄の成分が無くなった事を示す。

検証の結果からは、熱処理によって生成した化合物とSパラメータ測定結果 に有意な関連は認められなかった。窒化物が生成してもSパラメータ測定値に 影響が認められなかった理由については、次の3つが考えられる。

- 1) 使用した密封線源はカプトンフィルム厚さが 60 µm あり、陽電子発生 プローブとしては、試験片とアクリルで挟んで測定した場合には、放 出する陽電子の情報の約 80%がノイズとなるともいわれている。この 影響で、精度良い測定ができなかった。
- 2) 完全水平型大型試料用 X 線回折システムでは、試料に入射する X 線の 有効侵入深さは 5 µ m 程度である。一方、陽電子の侵入深さは数十 µ m あり、この差が測定結果に表れた。

3) 熱処理された試験片の硬さは熱処理条件によってそれぞれ異なっており、化合物の生成の有無と混在した結果となっており、明確な差が明らかにならなかった。

本事業期間内では、詳細な検証が十分にできなかったが、今後は、熱処理試験片の表面を電解研磨し、内部の定性分析をしながらSパラメータ測定値と比較を行う。

ショットピーニングされた鋼材表面近傍のひずみとの相関の検証

肌焼鋼試験片(76×19×10mm)にショットピーニングを施して、X線回折残留応力測定結果とSパラメータ測定値を比較した。浸炭品と浸炭窒化品の残留応力分布には差が認められなかったので、ここでは浸炭品の結果とSパラメータを比較する。陽電子侵入深さを考慮するため、これらの残留応力分布を残留応力値[MPa]×深さ[μm]で整理して検証した。

ショットピーニング後の残留応力積分値[MPa・mm]とSパラメータ測定結果とは相関が認められた。特に、 $30 \mu m$ までの残留応力積分値との良好な相関からは、陽電子の鋼材への侵入深さがおよそ  $30 \mu m$  であることが推察される。

### 陽電子寿命測定法

本事業では、陽電子寿命測定装置校正のための短寿命陽電子寿命標準物質を開発するため、数種の金属単結晶の測定を行い、その結果 Si 単結晶を標準物質候補に決定した。

また、数種鋼材のショットピーニングにおけるピーニング程度による寿命変化を評価したところ、より精密な測定(長時間測定)が必要であることがわかり、短時間の陽電子寿命測定では表面付近のピーニング処理条件の検査に有効であると考えられた。

### ピーニング程度における陽電子寿命の変化

アルメンストリップ鋼材のショットピーニングにおけるピーニング程度による寿命変化を評価した。未ピーニング材及びピーニング材として N 材、A 材、C 材の 4 種類の鋼材について比較した。図 1.4.3 に陽電子寿命測定結果と残留応力面積の関係を示す。今回の結果からはピーニング材と未ピーニング材については十分判別可能であることがわかったが、ピーニング程度の判別においては、短時間の陽電子寿命測定における十分な判別が可能とは決定できなかった。

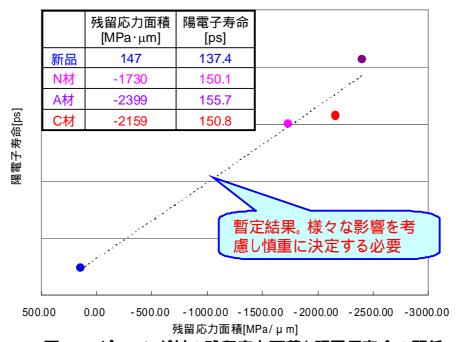


図1.4.3 ピーニング材の残留応力面積と陽電子寿命の関係

### 第2節 測定所要時間の短縮検討

### 第1項 測定所要時間の短縮

### 2.1.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

陽電子消滅法は現在のところ研究目的で行われている状況である。陽電子寿命測定法の場合、1回の測定にこれまで数時間を必要としていた。また、Sパラメータにおいても、測定時間はおよそ1時間程度である。

金属材料の空孔欠陥の測定、しいては産業界において製品の品質確認検査法として陽電子消滅法を導入するためには、測定時間を短縮する必要がある。

本プロジェクトでは、前項までに陽電子消滅法の測定精度向上に取り組んできた。本項では、陽電子消滅法の測定時間短縮の可能性について検討する。

測定所要時間の短縮を目的として、測定時間と測定精度について検証する。 陽電子寿命測定法では、プローブおよびシステムの問題点を明確にする。Sパラメータ測定法では、Ge半導体検出器の複数化の効果を検証する。

以上により、陽電子寿命測定法およびSパラメータ測定法における測定所要時間目標値を5分とする。

### 2.1.2 研究成果

### 陽電子寿命法における測定時間短縮の可能性

陽電子寿命測定法では通常、測定時間を数時間程度に設定しているが、産業界における生産タクトや抜き取り頻度及び検査結果判明までの待ち時間等を考慮すると、検査時間は 5 分以内が適切である。そこで、金属材料に対する最適な所要測定時間の評価を行った。

そこで本事業では、陽電子寿命と測定不確かさの関係について数値計算を行い、ピーニング処理を行った熱処理材の寿命測定結果と比較することにより、測定所要時間の短縮を検討した。その結果、測定不確かさに対しては、時間分解能の向上より計数率の向上が支配的との結果が得られ、測定所要時間の短縮に最適な検出器の組合せを決定した。また、鋼材のピーニングにおいてはアンチコインシデンス法においても目標数値である所要時間 5 分以内が可能という結果を得た。

# ショットピーニングによる熱処理材料の寿命変化

金属材料にショットピーニングを行うことにより、材料中に多数の転位が導 入される。陽電子消滅法は転位レベルの原子空孔に敏感であることから、転位 が導入された材料を陽電子寿命の変化として観察することが出来る。この陽電 子寿命の変化量により測定時間や検出器の仕様が決定できる。そこで焼入れ熱 処理材(以下:未ピーニング材)とショットピーニング済み材料(以下:ピー ニング材)の陽電子寿命の比較を行った。サンプルは鋼種 SAE1070 で、東洋精 鋼株式会社より提供された。ピーニング材が僅かに長寿命に変化しているよう にも観察されるが、著しい寿命変化は観察されなかった。そこで PALSfit によ り解析を行った。2成分解析を行い、第2成分はカプトン成分380 ps を固定と した。測定カウント数は約1 Mcounts で測定時間は約3時間行った。未ピーニ ング材料は 139.5 ± 0.3 ps、ピーニング材料は 152.4 ± 0.3 ps となり、10 ps 以上 の変化量が観察され、測定不確かさは±0.3 ps となった。次に測定時間を短縮 し、約 20000 counts で測定時間は約 2 分で行った。PALSfit による寿命解析結 果を表 2.1.1 に示す。未ピーニング材料は 141.2 ±2 ps となり、ピーニング材 料は  $152.6 \pm 2$  ps となり、 $3\sigma$ でも 6 ps と十分な差を得られると推定される結果 を得た。また、測定カウントを 20000 counts で 10 回繰返し測定した。解析結 果では不確かさが  $\pm 2$  ps であったが、10 回繰返し測定における実測では 2.4 ps となりほぼ同一の結果を得た。本システムのカウントレートは 150 cps 程度であ り、3 分程度での測定が可能であり、アンチコインシデンス方式においても 70 cps 程度であることから 5 分以内の測定も達成できた。今後、検出器の仕様や配 置の最適化により他の材料や処理状態においても測定時間 5 分以内の実現を目 指す。

表2.1.1 ショットピーニングにおける陽電子寿命(PALSfit解析)

測定条件	サンプル寿命
ピーニング材 (1 M counts)	152.6 ± 0.3 ps
未ピーニング材 (1 M counts)	139.5 ± 0.3 ps
ピーニング材 (20000counts)	152.6 ± 2 ps
未ピーニング材 (20000counts)	141.5 ± 2 ps

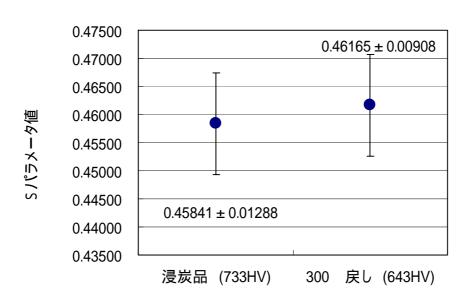
#### Sパラメータ測定法における測定時間短縮の可能性

【第 1 節】で検討した様に、金属材料(鋼種 SCM415)を 300 で焼戻したことによる硬さ差 90HV が、20 回の繰り返し測定の結果、標準偏差( $3\sigma$ )を考慮しても十分識別できることが分かった。しかしながら、測定に約 42 分(リミットカウント 100,000)を要しており、検査システムとして十分ではない。そこで、5 分(リミットカウント 10,000)で、20 回の繰り返し測定を行い、測定精度を評価した。

測定条件を表 2.1.1 に、測定結果を図 2.1.1 に示す。

Positron Analyzer 1.0.0. Soft ware dS dW **Smoothing** dΑ Βq Range 6 30 140 200 200 0 肌焼き鋼試験片(浸炭、300 戻し) 643HV Specimen 肌焼き鋼試験片(浸炭まま) 733HV One side Method Na-22 1M Bq 1 Apr. 11 1502-35 Radioisotope 12,000 (300秒相当) Preset count FE3-1 (3,000V)Detector

表 2.1.1 測定条件



測定時間5分での20回繰り返し測定結果

図 2.1.1 測定結果

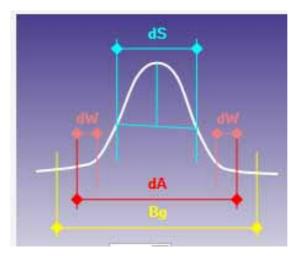
5分測定の結果では、硬さ90HVの判定には十分ではない事が明確になった。 ところで、Sパラメータ測定値に変動がある時に、同時に出力されるその他の 数値にその兆候が無いか調査した。結果を表 2.1.4 に示す。

表 2.1.4 Sパラメータと各出力値の相関係数

出力値		相関係数R <sup>2</sup>
W_r	[cnt]	0.0331
W	[cnt]	0.8019
Peak Area	[cnt]	0.4011
Peak Chanel	[Ch]	0.0851
FWHM	[Ch]	0.2870
Real time	[sec]	0.0039

Sパラメータ値と比較的高い相関が認められたのは W 値であった。この原因については、さらに詳細な研究を進めていく予定である。

(参考)



## 第2項 測定方法の最適化

# 2.2.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的および目標

陽電子消滅法を産業界に適用するにあたり、操作性や作業性がユーザーフレンドリーであることや、個別の部品形状へ対応可能なシステムである必要がある。これまでの検討は、測定対象が平板であり、また複雑な操作方法(いわゆる研究者仕様)で研究開発を行ってきた。

また、実際にアンチコインシデンスシステムを適用する場合、測定対象物や 各光電子増倍管などを全て暗室で行うか、専用のアンチコインシデンス用プロ ーブが必要となる。

本研究開発では、実部品に対する測定の最適化を検討する。具体的には線源と検出器の距離、最適な検出器の幾何学的配置を検討する。また、バックグラウンドノイズの影響を評価する。また、エンドユーザーが期待する個々の実部品に対する測定アプリケーションを開発する。サンプルスキャンステージの操作性についても検討する。実部品においても、測定所要時間目標値は、従来の20分に対し、4分の1以下の5分以内を目指す。

## 2.2.2 研究成果

プログラム、実部品及びシステムに対する測定の最適化を図り、プログラムではキャリブレーションやアンチコインシデンスや寿命推定計算による全自動プログラム制御測定の開発を行った。

# 全自動制御プログラムによる陽電子寿命測定(制御プログラムの最適化)

近年、陽電子寿命測定法はデジタルオシロスコープを用いて、一時的に電気信号をオシロスコープでそのまま記録・PC に転送し、プログラムにより信号処理を行い、寿命スペクトルを作成する手法が開発され、測定法の利便性が向上し、高時間分解能が達成されている。デジタルオシロスコープを用いた陽電子寿命測定プログラム自体は市販されておらず、現状では各研究者が自作でしている。そこで今回、過去に作成した陽電子寿命解析プログラム(山脇自作のプログラム)を改良し、次の3つの機能を追加し、既存プログラムの製品化のための整理を浜松メトリックス株式会社に外注した。

既存プログラムの処理フローを図 2.2.1 に示す。今回、既存プログラムに(1) キャリブレーション機能、(2)アンチコインシデンス処理、(3)寿命推定計算の 3 つの機能を追加した。

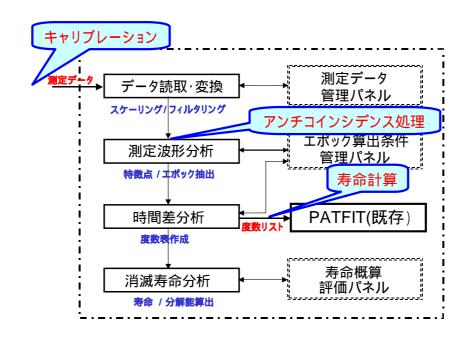


図2.2.1 従来のプログラムの概要と追加機能

# (1)キャリブレーション機能

陽電子寿命測定法は、Na-22 の崩壊γ線(1.27 MeV)をスタート信号と陽電子の 消滅γ線(511 keV)をストップ信号として、その時間差を測定する。2 本のγ線検 出器を用いて、一方の検出器ではスタート信号のみを検出し、もう一方の検出 器ではストップ信号のみを検出するようにエネルギー弁別を行っている。従来 はこのエネルギー弁別は手動で調整する必要があったが、簡便な検査装置の実 現としては、大きな障害となってしまうため、今回ボタン一つでキャリブレー ションできるような機能を追加した。

## (2)アンチコインシデンス処理

サンプルの切出し加工が不要な陽電子寿命測定手法として、アンチコインシデンス手法を開発したが、そのアンチコインシデンス処理を行うロジックとしては、デジタルオシロスコープの"smart trigger"機能(qualified)を用いたが、プログラムにより弁別処理することも可能である。陽電子検出器の出力信号のエネルギースペクトルは"連続"であるので、より厳密なトリガレベルの設定や特性評価などにはプログラム処理ができることが好ましい。そこでアンチコインシデンス処理を行う機能を追加した。



図2.2.5 アンチコインシデンス処理

## (3)寿命推定計算(excelVBA)

陽電子の寿命推定計算は非線形最小自乗法により求められる。この解析にはほとんどの場合、PATFIT という約30年前に開発された非線形最小自乗アルゴリズムを実装したPALSfit等の有償プログラムを用いているが、作成した寿命スペクトルデータを、これらのPALSfitで読み込み・寿命推定を行うという流れとなる。その為、測定から寿命決定までを一連の作業で行うことが出来ない。そこでexcelVBAにより、(キャリブレーションから)寿命決定までリアルタイムで行えるように、今回の検査対象である金属系材料の陽電子寿命解析に特化したプログラムを作成した。

今回作成したプログラムを用い寿命推定計算を行った。計算はサンプル寿命 成分とカプトン寿命成分の 2 成分解析で行った。推定パラメータは 時間分解 能 時間 0 点 サンプル寿命 サンプル強度 カプトン寿命(周知な為固定) カプトン強度の 6 個存在し、 カプトン寿命は周知(380 ps)と周知なため、固定して計算を行った。(これは通常の解析と同じです)図 2.2.7 は非線形最小自乗により、各推定パラメータが収束していく様子である。初期値(0 回目)は指定し、N-1 回目のパラメータ値を入力し再フィッティングを行う。3 回程度の繰返し計算により、各推定パラメータが収束されていることが確認できた。この計算に

は手動により任意の初期値を決定する必要があり、この初期値の決定が悪いと計算は発散してしまうため、注意が必要であるが、 の時間 0 点の設定が悪くなければ発散しない傾向があることがわかり、現在ピークサーチ機能を追加しどのような寿命スペクトルにおいても収束可能となる。また、図 2.2.8 は推定された寿命曲線(及び各成分の寿命曲線)であるが、良好なフィッティングが出来ていることがわかった。

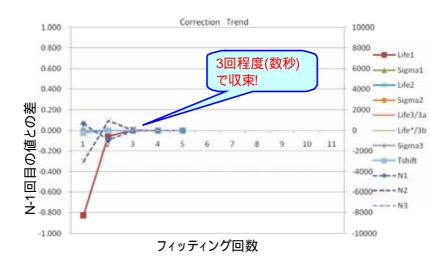


図2.2.7 非線形最小自乗法により推定パラメータが収束する様子

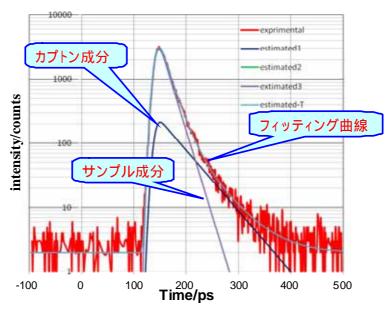


図2.2.8 非線形最小自乗結果

# 検出器のジオメトリ(実部品の最適化)

陽電子寿命測定法において正確な測定を行うためには エネルギー弁別

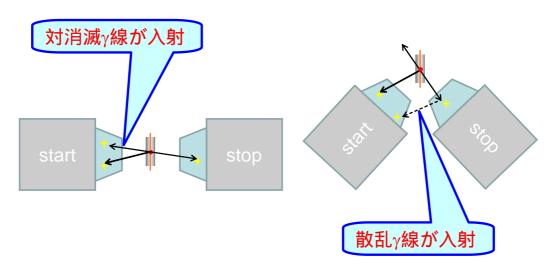
検出器のジオメトリ

線源由来の不純物

この 3 点の注意点が考えられる。これらの点がうまくできていないと、正確な寿命測定が行うことができない。そこで エネルギー弁別は本項の測定手法の最適化"の"全自動制御プログラムによる陽電子寿命測定(制御プログラムの最適化)(1)キャリブレーション機能"においてプログラム制御による全自動校正を可能にしたことにより対処している。また、 線源由来の不純物は"【第1節・第1項】陽電子プローブの最適化"において接着剤成分の混在しない高性能Na-22 密封線源を作製したことにより対処している。そこで 検出器のジオメトリについて検討した。

 $\gamma$ 線の検出において図 2.2.9 に示すような可能性が考えられる。"配置 A"では線源に対し、2 本の $\gamma$ 線検出器が直線上に配置されてしまっているため、スタート $\gamma$ 線検出器とストップ $\gamma$ 線検出器に 180 度方向に消滅する消滅 $\gamma$ 線が入射してしまう。もし両方の $\gamma$ 線を検出してしまった場合、スタート測定がずれてしまうことになる。その為、"配置 B"のように 2 本の $\gamma$ 線検出器を線源に対し、傾けて配置することにより、上記の問題を解決することが出来る。ただし、 $\gamma$ 線検出器を傾けて配置した場合、シンチレータで散乱された $\gamma$ 線が、もう片方の検出器に入射されてしまう可能性が高くなり、問題となる。そこで傾けた検出器の間に鉛板を挟むことを検討した。結果、寿命スペクトルのピーク付近にズレが生じることがわかり、鉛板を挟むことによりこの問題を解決できることがわかった。

以上、陽電子寿命測定における 3 点の注意点について対処し、正確な寿命測定が行えるが、最終的な確認として、金属系陽電子寿命標準物質を用いる(標準物質のセット販売)ことを推奨する。



~検出器を180°に配置した時~ ~検出器を傾けて配置した時~

図2.2.9 検出器配置によるγ線検出への影響

# 第3節 プローブ寿命の明確化

# 3.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

陽電子消滅法を用いた検査装置のランニングコストを明確にする。密封線源の経時変化の影響を調査する。また、アンチコインシデンスを行う場合の、シンチレータと光電子増倍管の劣化が測定精度に与える影響について検証する。密封線源は放射能の低下があり、線源と光電子増倍管との距離を随時調整する必要がある。また、シンチレータや光電子増倍管が劣化すると、感度が悪化するため、本事業では、陽電子寿命測定システム(信号処理部)を用いてこれらの測定精度への影響を確認し、ポータブル陽電子寿命測定システム(信号処理部)を用いてランニングコストを明確にする。

#### 3 . 2 研究成果

密封線源の物理的強度や遮光性や放射線強度、シンチレータと光電子増倍管で構成する放射線検出器の検出感度等、様々なファクターが考えられるプローブ寿命について評価し、プローブの仕様・寿命について評価した。劣化については今回の研究期間内で観察はされなかった。

今回数種類の金属膜密閉材による線源を作製し、物理的強度や遮光性において  $1 \mu m$  厚の薄膜では不十分であったが、 $5 \mu m$  厚では十分な遮光性が得られた。よってプローブ寿命としては、Na-22 の放射線源強度(Na-22 の半減期 2.7 年)のファクターが支配的であるため、本検査装置として十分な性能を発揮するためのプローブ寿命は 1 年程度と決定した。

Sパラメータ測定法において、【第 1 節・第 3 項】のγ線検出器の複数化検討において調査した通り、陽電子発生プロープと検出器の距離は、1 MBq のプローブを使用した場合に、200~250 mm が適切である。また、半減期まで使用した陽電子プローブは、検出器との距離を 100~125 mm にすることで対応が可能と推察される。ただし、陽電子発生プロープと検出器の距離を変更した場合は、Sパラメータ値に変化が生じるため、その都度補正が必要になる。よって、陽電子発生プロープと検出器の距離を変更しない場合、測定時間の延長が 1.3 倍となる 1 年まで使用が可能である。

陽電子寿命測定法で使用するシンチレータと光電子増倍管について、通常の使用では劣化は観察されなかった。ただし、光電子増倍管については、3,000 Vの電圧を印可する際に、急激なオン・オフを繰り返すと劣化の可能性があるので、今後明確にしていく。

#### 第4節 実用化検証

# 4.1 プロジェクト全体における本研究開発の目的及び目標

これまでに得られた成果を基に、市販モデルを確立する。

市販モデルとして信号検出部にデジタル式を用いた、ポータブル陽電子寿命測定システム(信号処理部・上位および下位機種)を基本的な市販モデルとして開発しその性能を検証する。これらの機器に、開発したプローブやアンチコインシデンスシステムを接続し、システムの能力(測定時間と精度)検証とコスト評価を実施する。

#### 4 . 2 研究成果

実用化のための陽電子解析プログラムの作成については、【第2節・第2項】で詳細を報告した。本節ではさらに踏み込んだ実用化を検証する。すなわち、陽電子寿命測定法の適用方法を、 据え置き型と オンサイト型に分けて検証した。 据え置き型は、サンプルを検査ステージに置くだけで測定可能な暗箱測定型陽電子寿命検査装置を検証し、 オンサイト型は、プローブの遮光性を考慮し、Ti 密封線源で陽電子検出器を構成したポータブル測定型陽電子寿命検査装置を検証した。プローブの遮光については、Ti 密封線源で陽電子検出器を構成したポータブル測定型陽電子寿命検査システムを試作しその性能を評価した。本システムは、現在調整中であるが本検査装置実現に十分に期待のできる結果を得た。

## 暗箱型陽電子寿命検査装置

暗箱型陽電子寿命検査装置は小型の構造物等を対象とし、サンプルを暗箱内の検査ステージに置き、暗箱を閉めた状態で測定を行う。アンチコインシデンスを用いた本測定装置とサンプルを2枚切出しサンドイッチして測定する(サンドイッチ法)従来の測定法を比較した。本測定装置でもサンドイッチ法と同一の陽電子寿命結果が得られ、よってサンプルを切出さずとも良好な寿命測定ができることが確認された。

# ポータブル型陽電子寿命検査装置

ポータブルタイプの陽電子寿命検査装置には、遮光性を有するチタン製の陽電子線源(POSN-22)を用いて構成(光電子増倍管/シンチレータ/Ti 密封線源という配置)した陽電子検出器を用いており、暗箱内で測定する必要がないことから大型の構造物の測定も可能となる。

試作装置によって測定した結果とサンプルを 2 枚切出しサンドイッチして測定した従来の測定法と比較した。結果、暗箱型の測定結果同様、同一の陽電子寿命結果が得られ、よってポータブルタイプにおいても良好な寿命測定ができることが確認された。

# 第4章 全体総括

# 1) 成果の総括

独立行政法人産業技術総合研究所の「陽電子消滅に関する研究」のシーズと、 東洋精鋼株式会社の「ひずみを測定技術」、浜松熱処理工業株式会社の「熱処 理品質」の持つニーズのマッチングが、国立大学法人名古屋大学主導で行われ、 「陽電子消滅を用いたひずみ測定による熱処理後の検査を短時間に非破壊で 行う技術の開発」をテーマとするサポイン共同体が成立した。

平成 23 年 2 月 24 日から平成 23 年 9 月 30 日までの本事業において、下記の成果を得た。

# 測定誤差への対応

# - 1 陽電子発生プローブの最適化

検査装置実現に必須である高性能な陽電子発生プローブを開発した。このプローブにより、密封密封材で消滅する信号及び封止している接着剤由来のノイズ成分を市販の密封線源に比べて大幅に低減できた。また、今回開発した線源は法規制対象外の密封線源として社団法人日本アイソトープ協会よりカタログ販売される見込みである。

## 2 アンチコインシデンス(同時消去)システムの開発

測定対象試料に入射しない陽電子から放出されるガンマ線の情報を排除できるアンチコインシデンス(同期消去)システムを開発した。これにより、測定精度に悪影響を与えるノイズ信号を減らすことができた。サンプルの切出し加工を不要にするためのアンチコインシデンス(同時消去)法を開発した。これにより構造物等をそのまま検査することが可能となった。また、アンチコインシデンスシステムの為に改良した線源を開発し、この結果、ノイズレベルはシリコン単結晶の場合では目標値 20%以下に対し 11.4%となった。

- 3 ガンマ線検出器の複数化検討(Sパラメータ測定法) 複数の検出器を同時に操作し、解析、統計処理することで、測定時間を短縮する可能性が示唆された。

#### - 4 検量線の作成

検量線を作成した。Sパラメータ法および寿命測定法とも、硬さ差100HVが十分識別可能であることが確認された。Sパラメータ法では、硬さ差90HVに対し、平均値差が0.0032、3が0.0015であっ

た。寿命測定法では凡そ 13 ps の差に対し、1 Mcounts で、3 が 0.9 ps であった。

# 測定所要時間の短縮

# - 1 測定所要時間短縮

寿命測定法において、5分以内の測定時間でピーニング処理の有無を3 で判別できる測定精度を得ることができた。また、数値計算と実験結果により測定装置の最適な仕様を決定した。Sパラメータ法では、市販密封線源を使用した場合、5分の測定では、十分な測定精度が得ら得ず、今回開発した密封線源の使用は及び検出器の複数化が必須であると考えられる。

## - 2 測定精度の最適化

寿命測定法において、プログラムや実部品、システムに対する測定の最適化を図った。ガンマ線信号のエネルギー弁別キャリブレーション、アンチコインシデンス処理、寿命推定計算を自動的かつ最適に行うためプログラムを開発した。また、線源、検出器および遮蔽体の幾何学的配置の最適化により、散乱ガンマ線の影響を受けない高精度な測定を可能にした。

## プローブ寿命の明確化

Sパラメータ法では、Na-22の半減期相当とした。寿命測定法では、数種類の仕様のプローブについて物理的強度や遮光性(ポータブル型検査装置仕様)について検討し、最適な仕様を決定した。その結果、Na-22の放射能強度をプローブ寿命の決定要素とし、約1年とした。

# 実用化検証

サンプルを検査ステージに置くだけで測定可能な暗箱測定型陽電子寿命検査装置及び遮光性を考慮し、Ti 密封線源で陽電子検出器を構成したポータブル測定型陽電子寿命検査装置を試作しその性能を評価したところ、従来のサンプルを切り出す方法と同一の結果が得られ、本検査装置の実現性を確認できた。

## 2) 対外発表等の状況

6 件の対外発表(国際学会 2 件、国内学会 4 件)、1 件の論文発表を行った。

# 【国際学会】2件

# Sealed <sup>22</sup>Na source for positron annihilation lifetime spectroscopy

M. Yamawaki, Y. Kobayashi, K. Ito, M. Matsumoto, H. Ishizu, A. Umino, K.Hattori and Y. Watanabe,

10th International Workshop on Positron and Positronium Chemistry, Smolenice Castle, Slovakia, 2011/9/6

# Positron lifetimes and mechanical properties of -irradiated ultra high molecular weight polyethylene

Y. Kobayashi, M. Yamawaki, T. Oka, S. Saiki, H. F. M. Mohamed,

K. Hattori and Y. Watanabe

10<sup>th</sup> International Workshop on Positron and Positronium Chemistry, Smolenice Castle, Slovakia, 2011/9/9

# 【国内学会】4件

# 陽電子寿命検査装置及び規制対象外陽電子線源の開発

山脇 正人,小林 慶規,松本 幹雄,石津 秀剛,海野 揚代,服部 兼久,渡邊 吉弘 第72 回秋期日本応用物理学会学術講演会、2011/8/31、山形大学

# 陽電子寿命測定法における高性能 <sup>22</sup>Na 密封線源の開発

山脇 正人,小林 慶規,松本 幹雄,石津 秀剛,海野 揚代,服部 兼久,渡邊 吉弘 第 48 回アイソトープ・放射線 研究発表会、2011/7/8、日本科学未来館

# アンチコインシデンスを利用した陽電子消滅測定検査装置の開発

山脇 正人,小林 慶規,松本 幹雄,石津 秀剛,海野 揚代,服部 兼久,渡邊 吉弘 第 58 回春期応用物理学会関連連合講演会、2011/3/24-27、神奈川工科大学 震災の影響により中止となったが、本講演に対する日本応用物理学会の扱い は「本講演会での発表は成立したものといたします」とのこと。

## 陽電子消滅法の応用したショットピーニング評価手法の開発

渡邊吉弘、服部兼久、山脇正人、小林慶規 ピーニング技術協会シンポジウム

# 【論文発表】1件

# Novel System for Potential Nondestructive Material Inspection Using Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy

M. Yamawaki, Y. Kobayashi, K. Hattori and Y. Watanabe Japanese Journal of Applied Physics 50(2011)086301

## 3) 今後の事業化に向けた取り組み

事業化に向け引き続き研究開発を継続していく予定である。これにより商業化する上で不足しているデータの採取と評価を実施し、早期の事業化を行う。また1年以内に、2社に対して試作品を提供し、事業化に欠かせないリアルタイムで変化する市場の生の評価をお願いする計画である。

研究を継続するにあたり、まず早期に、本研究事業で開発した自家製密封線源のカタログ販売化を達成する。規制対象外線源のカタログ販売化は、社団法人日本アイソトープ協会と共同で行う。 そのための線源の最適化や安全性などのデータ採取および評価を行う。

また、市場ニーズ動向の把握を含め川下ユーザーから測定対象となる試料を受領し、装置の構成及び測定条件の最適化を図る。これらの技術シーズの提供と企画は独立行政法人産業技術総合研究所と東洋精鋼株式会社が共同で実施する体制を整える。

ユーザーニーズに対応する検査装置の開発のために、アドバイザーとは事業期間終了後も関係を密にする。その他の試作品等提供企業とともにその評価並びにアドバイスを受け、産業界の情勢変化によるターゲットの変更等に関する助言を受ける予定である。また成果発表や展示会などで形成した人脈を活かし市場ニーズの把握に努めていく。

# 謝辞

本プロジェクトの遂行において、多くの方々にご指導・ご協力を頂きました。線源開発においては、社団法人日本アイソトープ協会松本幹雄氏、石津秀剛氏、海野揚代氏に共同で開発をしていただきました。トヨタ自動車株式会社三林雅彦氏には、アドバイザーとして委員会に参加していただき、大変多くの貴重なアドバイスを頂きました。有難うございました。