

陽電子寿命を用いた欠陥測定装置の開発



山脇 正人
Yamawaki Masato

((独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門)

1 はじめに

近年、構造物の安全性に関する経年劣化が問題視されており、材料の劣化・疲労状態の評価手法の確立が求められている。金属材料では、転位レベルの欠陥が金属疲労と密接に関係していると考えられており、そのメカニズムに関し、超微細空孔に敏感な陽電子寿命測定法を用いた研究^{1,2)}が行われてきた。しかし実際の現場で測定するという意味での実用的な手段としては十分に確立されていなかった。そこで現在、筆者らは陽電子寿命測定を用いた欠陥評価装置の製品化を目指した研究を行っている。今回、製品化のために取り組んだ開発事項として、構造物の“その場”測定のためのサンプルの切出し不要な陽電子寿命測定法の開発、放射線管理区域外での使用を目的とした高性能陽電子線源の開発について紹介する。

なお、陽電子寿命測定法は陽電子消滅研究の中の一評価手法であり、測定対象は金属・半導体から高分子に及ぶ空孔分析手法として用いられているが、詳細及びその他手法の原理・背景については文献³⁾を参考にさせていただきたい。

2 陽電子寿命測定法の原理

陽電子とは電子の反粒子であり、電子と結合すると対消滅し180°方向に511 keVの γ 線を2本放出する。陽電子は物質に入射すると、その

中で対消滅するが、正の電荷を持つ陽電子は原子核から遠ざかるようとするため、もし金属中に転位等の欠陥が存在するとそこにトラップされる(図1)。欠陥濃度としては1 ppmからトラップされ100 ppmではほぼすべての陽電子が欠陥にトラップされるといわれている⁴⁾。

ここで陽電子が消滅するまでの時間は消滅サイトの電子密度に反比例することから、欠陥にトラップされた陽電子は寿命が長くなる。これらの時間を正確に測定することにより材料中の欠陥を評価することができる。

陽電子源には一般的に²²Naが用いられる。²²Naは半減期が約2.6年と十分に長いことに加え、陽電子を放出すると同時に1.27 MeVの崩壊 γ 線を放出することから、この γ 線を検出した時刻を陽電子寿命の時間基準(陽電子の生成

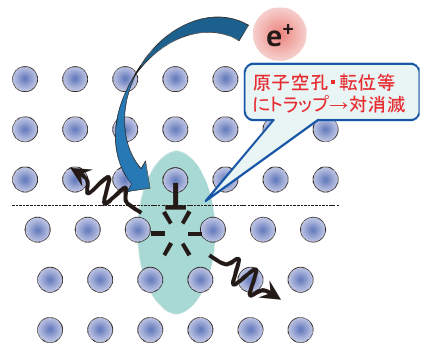


図1 物質中での陽電子消滅

時刻) とすることができる。そして, 1.27 MeV の崩壊 γ 線と 511 keV の消滅 γ 線の時間差を測定し (図 2), ヒストグラムにすることにより陽電子寿命スペクトルを得ることができる。

γ 線の計測には BaF₂ シンチレータと光電子増倍管をユニットとした 2 つの γ 線検出器 (図 3) を用い, デジタルオシロスコープ等により信号の捕捉・記録が行われる。

バルク試料を対象としたこれまでの陽電子寿命測定法では, 陽電子放出核種である ²²Na を厚さ 7 μ m 程度のカプトンフィルム 2 枚で封入した陽電子線源を用い, 図 4 のように 15 mm 角, 1 mm 厚程度の大きさに切出した 2 枚のサンプルで同線源をサンドイッチして測定試料とする。このようにサンドイッチすることで線源から 4 π 方向に放出されたすべての陽電子がサンプルに打ちこまれ, 消滅することになる。しかし, 線源を 2 枚のサンプルでサンドイッチせず, サンプル表面に張り付けた状態で測定すると, サンプルと反対方向に放出された陽電子は大気中や付近の物質中で消滅するため, その消滅成分が測定データ中のノイズとなってしまう (図 5)。このため, 従来の方法では線源を挟み込むためにサンプルの切出しが必要不可欠となり, 構造物等のその場測定に活用することが困難であった。

3 アンチコインシデンスによる陽電子寿命測定方法

そこでサンプルの切出し不要な測定を実現するために, アンチコインシデンス (以下 AC) を用いた陽電子寿命測定方法⁵⁾ を提案した。図 6 に示すように, 陽電子の発生時刻と消滅時刻をそれぞれ検出するための 2 つの γ 線検出器に加え, サンプルと反対方向に放出した“陽電子”の検出器を配置する。この陽電子検出器に組み合わせてあるシンチレータ上には ²²Na 陽電子線源

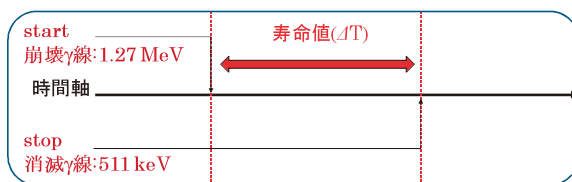


図 2 陽電子寿命測定におけるタイミング信号の時系列

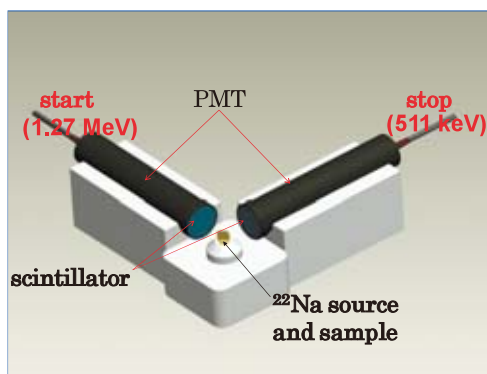
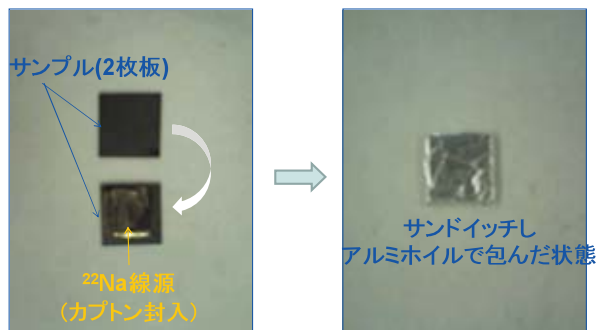
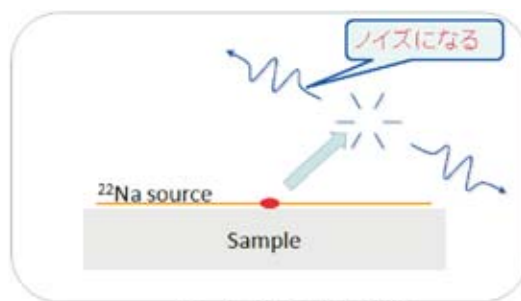


図 3 陽電子寿命測定のための γ 線検出器と線源



線源をサンプルでサンドイッチして測定 (サンドイッチ法)

図 4 サンプルのセッティング



サンドイッチしない場合
図 5 構造物測定における問題点

が配置されており、それをサンプルと接触させながら寿命測定を行う。このとき線源はサンプル面とシンチレータ面でサンドイッチされ、図7に示すように、陽電子がサンプル側に放出された場合は通常通り消滅イベントを検出するが、シンチレータ側に放出された場合は、陽電子入射によるシンチレータ内での発光信号を利用して γ 線検出器の信号をキャンセルする。

本手法の効果の検証を、シリコン単結晶を用いて行ったところ、図8に示すようにAC無で

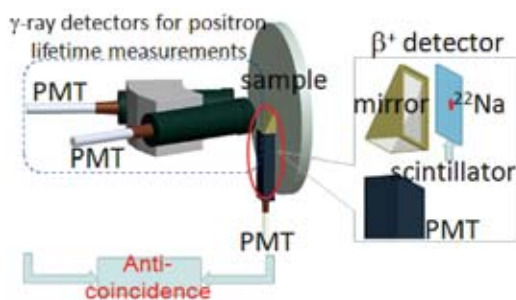


図6 ACシステム概要

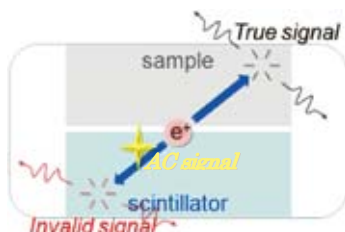


図7 ノイズキャンセルの原理

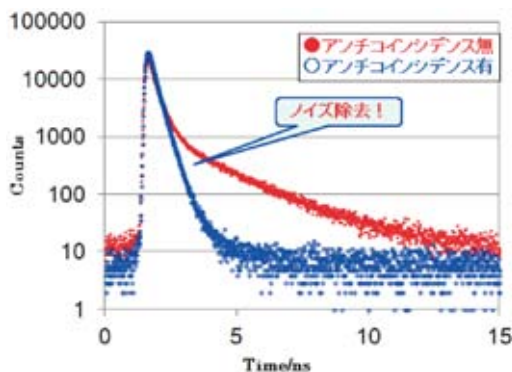


図8 ACによる陽電子寿命測定結果⁶⁾

は、シンチレータ内での陽電子消滅に起因するノイズ成分が観察されているのに対し、AC有ではノイズ成分を除去できることが分かり⁶⁾、構造物の“その場”測定への実現性が示された。

4 高性能陽電子線源の開発

普及型陽電子寿命測定装置の実現へのもう1つの課題が放射線利用の法的規制であるが、放射線障害防止法で定める下限数量（規制対象下限値）以下の密封された放射性同位元素であれば、規制の対象ではなく、RI施設外での使用が可能である。そこで ^{22}Na の規制対象下限値1 MBq以下の密封線源の利用が考えられるが、陽電子消滅研究の中でも特に線源特性が影響する陽電子寿命測定において、これまでの市販の密封線源では性能が不十分であり、従来は研究者が自作し、非密封線源としてRI施設内で使用していた。そのため設置場所の制約がなく、どこへでも導入可能な普及型陽電子寿命測定装置の実現には密封陽電子線源の高性能化が必要不可欠となる。そこで今回、日本アイソトープ協会と共同で陽電子寿命測定用の高性能な線源を開発した。

図9は今回開発した試作線源と従来市販品（IPL社製 POSK-22）の陽電子寿命スペクトルの比較である。市販品では寿命スペクトルの右側裾野部分にノイズ成分が観察される。これは線源密閉材を封止している接着剤（エポキシ）で

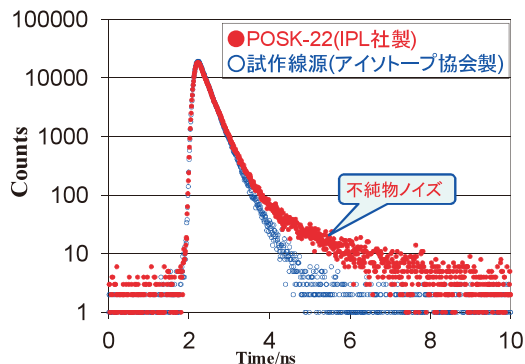


図9 試作線源を用いた陽電子寿命測定結果⁷⁾

消滅した情報がノイズとして混在してしまっていると考えられ、 ^{22}Na スポット部分と接着剤が接触していることが考えられる。そこで、接着剤が ^{22}Na スポットと接触しない構造にしたところ、試作線源では長寿命成分が観測されないことが確認された。本試作線源は製品化され製品コード NA351、放射能規格 1 MBq の薄膜陽電子線源 (図 10) として日本アイソトープ協会より入手できる (問合せ先: 放射線源課)。

現在、本製品の更なる改良、及びアンチコインシデンス法に特化した線源も開発中である。

5 おわりに

現在この技術に基づいた普及型簡易測定用ラボタイプ及び疲労モニタリング用ポータブルタイプの寿命測定装置 (図 11) を開発しており、今後製品化する予定である (問合せ先: 東洋精鋼(株))。2014 年度中にはラボタイプとして販売を予定しているほか、おってポータブルタイプも実用化の予定である。また、操作性の向上を目的とした全自動解析プログラムの開発も進めており、これまで限られた実験室で行われていた陽電子寿命を用いた欠陥測定が、このような普及型実用器が開発されることで、より広範囲において可能となることが期待される。

【謝 辞】

最後に、日本アイソトープ協会の松本幹雄氏、石津秀剛氏、山田崇裕氏、東洋精鋼(株)渡邊吉弘氏、服部兼久氏、本研究開発の立役者である産業技術総合研究所の小林慶規博士、伊藤賢志博士、大島永康博士、オローク・ブライアン博士、モハメド・ハムディー先生に多大なご指導・ご協力いただきましたことを深く感謝いたします。なお、本研究は平成 22 年度戦略的基盤技術高度化支援事業 (通称サポイン) にて行われた。



図 10 日本アイソトープ協会製薄膜陽電子線源

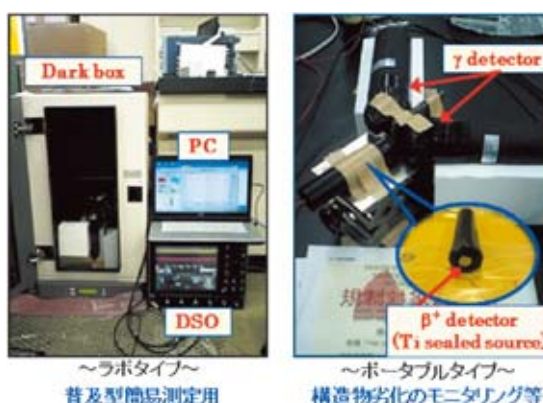


図 11 普及型陽電子寿命測定装置

参考文献

- 1) Kwon, J., et al., *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **B262**, 255-260 (2007)
- 2) Lambrecht, M. and Almazouzi, A., *Journal of Nuclear Materials*, **385**, 334-338 (2009)
- 3) 鈴木良一, 大平俊行, 三角智久, 電子技術総合研究所彙報, **63**(11), 351-359 (1999)
- 4) 山脇正人, 産総研計量標準報告, **8**(3), 367-381 (2010)
- 5) 陽電子消滅特性測定装置及び陽電子消滅特性測定方法, 特願 2010-261626, 2010/11/24, 米国出願 13/302496, 2011/11/22
- 6) Yamawaki, M., Kobayashi, Y., Hattori, K. and Watanabe, Y., *Japanese Journal of Applied Physics*, **50**, 086301 (2011)
- 7) Yamawaki, M., et al., *Materials Science Forum*, **733**, 310-313 (2013)