

## 鉄構・プラスチック加工のための中性子非破壊検査 - 茨城県内の企業の話から -

小泉 智<sup>1,2</sup>, 峯村哲郎<sup>1</sup>, 田中志穂<sup>1</sup>, 能田洋平<sup>1,2</sup>, 前田知貴<sup>1,2</sup>, 中村雅俊<sup>1</sup>, 長 佑紀<sup>2</sup>, 山田 亮<sup>2,3</sup>, 飯田洋輝<sup>2,3</sup>, 泉妻英樹<sup>4</sup>, 寺門 均<sup>5,6</sup>, 小島秀則<sup>7</sup>, 松崎博彦<sup>8</sup>

(<sup>1</sup>総合科学研究機構 CROSS, <sup>2</sup>茨城大学, <sup>3</sup>FTEC (株), <sup>4</sup>(有)日立電機工業, <sup>5</sup>茨城県鉄構工業協同組合, <sup>6</sup>非破壊検査協会東日本支部, <sup>7</sup>ジャパンエコーサービス (株), <sup>8</sup>日本エンドタブ協会)

Neutron Non-destructive Inspection for Steel Welding & Resin Form Processing. Technical Challenges Required from inside Ibaraki Prefecture.

Satoshi Koizumi, Yohei Noda, Tomoki Maeda, Toru Minemura, Shiho Tanaka, Masatoshi Nakamura, Yuki Cho, Ryo Yamada, Youki Iida, Hideki Izunome, Hitosi Terakado, Hidenori Kojima, Hirohiko Matsuzaki  
Ibaraki University, CROSS, FTEC, Hitachi Denki, Ibaraki Tekko Kogyo Union, Japan Echo Service, Japan End Tab Society

### ABSTRACT

In order to promote the industry use of neutrons from inside Ibaraki prefecture, we initiated a collaboration with the union of steel welding in Ibaraki. By using a combined method of neutrons, i.e., radiography (NR), diffraction (ND), small-angle scattering (SANS), which has recently developed on the iMATERIA instrument (BL20) at MLF, J-PARC, we examined the rod-shape ferritic steel showing plastic deformation with necking after imposing large elongation of 20% (the diameter decreases from 14 mm to 10mm, measured by a micrometer caliper). At a position of the necking, we found as follows, (i) along a direction normal to the rod axis, the diffraction (110) increases 400% in intensity and decreases 0.5% in d-spacing (ii) the SANS intensity increases 400% and (iii) the NR brightness increases 130%. These findings are attributed to the formation of nano-cracks under a plastic deformation of ferritic steel.

Keywords: *Industry, Steel welding, Imaging, Diffraction, Small-angle scattering*

### 1. はじめに

中性子線は物質透過性に優れ、材料や機械の内部を非破壊検査できる。一方で中性子の発生は、大型の加速器、または原子炉のある研究施設に限

定される。そのため中性子利用がまだまだ広がらない現実がある。近年ではこの課題を解決するために、小型中性子源の開発も盛んである。中性子発生施設を多く有する茨城県は、中性子利用と、中性子施設を支える加工技術の充実を目論んで、県内の事業主に対して、中性子線の研修制度を令和5年より開始した(茨城県量子線人材育成事業)。図1のように、この研修制度は、1. 中性子計測、2. ビームラインの加工技術 3. ビームラインの維持管理、4. 放射線管理資格の取得を目指した4つのコースを設定した。5 ヶ年の研修制度の結果、J-PARCやJRR-3などの大型施設を、地元からの利用者、地元の加工技術を交えて支えることを目指す。県内からの技術課題を交えた中性子実習として、1) 鉄構溶接部と塑性変形の観察、2) プラスチック成形品の観察、3) 繊維の染色やリサイクルに関する観察などをテーマに展開している。また 4) 蛋白質単結晶の計測解析技術の実習も開始した。

本稿では本事業の活動のうち、鉄構溶接の施工



Fig. 1 Schematic image of neutron beam line, J-PARC facility and the human resources development program for quantum beam in Ibaraki prefecture.

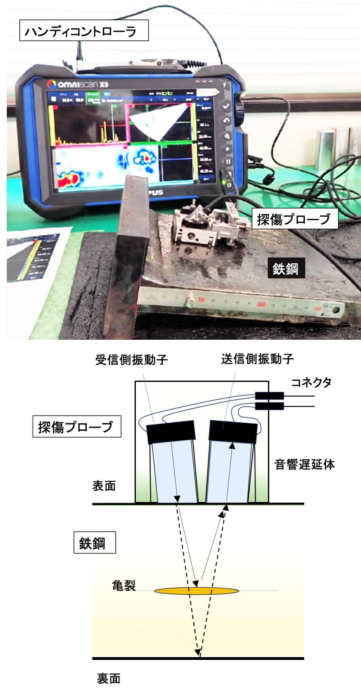


Fig. 2 Schematic image of ultra-sonic-non-destructive-inspection.

現場からの話題を報告する。そのために利用した手法は、小角散乱、回折に加えて、ラジオグラフィ（透視画イメージング）である。茨城県材料構造解析装置 iMATERIA は、小角散乱・回折装置である[1,2]。ここに中性子イメージングの機能を付加した（茨城県先導研究費）。鉄構の溶接部の日常の検査法は、超音波探傷試験である。これは JIS 規格に定められた検査法として建築の現場において義務付けられたものである。溶接業者からなる茨城県鉄構工業協同組合から、中性子線に求められた課題は、超音波探傷では検出が不可能なマイクロな傷の検出であった。超音波探傷は現場の構造体を反射の位置関係で観測するのに対し、中性子線は現場から切り出した検体を透過した後分析する。両者はどこまで相補的に連携できるだろうか。

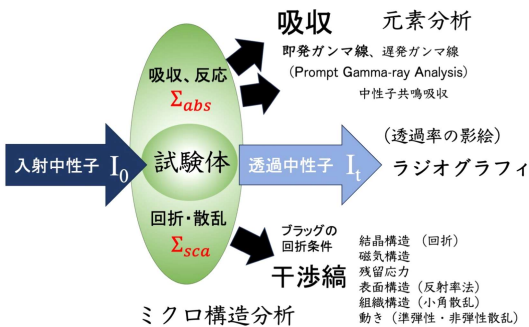


Fig.3 Schematic image of a variety of interactions between neutron and matter.

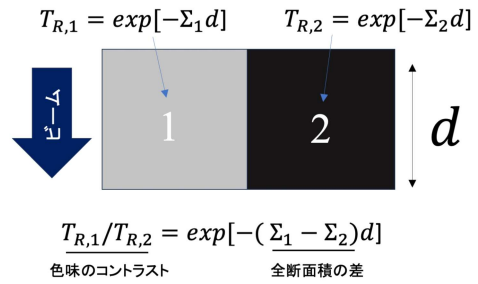


Fig. 4 The image contrast for NR is given by the difference in the total cross section for 1 and 2 domain components with thickness d.

## 2. 超音波と中性子

### 2.1. 反射で見る「超音波探傷試験」[3]

音の伝搬は物質には弾性（ばねの性質）があり、音を伝える空気分子は一定の座標で往復運動をしながら、密度の疎（圧力の低い部分）と密（圧力の高い部分）が伝搬していく音波が生まれる。音速  $C$  は音を伝える物質の弾性率  $G$  と質量密度  $\rho$  で決まる。

$$C = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (1)$$

周波数 ( $f$ )、波長 ( $\lambda$ )、音速 ( $C$ ) の関係は、

$$C = \lambda f \quad (2)$$

である。すなわち鉄鋼の場合、 $C=5900\text{m/sec}$  であるので、例えば周波数が  $f=5\text{MHz}$  の場合は、 $\lambda=1.18\text{mm}$  である。

超音波探傷試験は、音響インピーダンス  $Z$  が大きく異なる反射体（例えばボイド）の界面において超音波が反射する性質を利用した検査法である。音響インピーダンスは、 $Z = \rho C$  で与えられる。反射の程度は、音響インピーダンスの差、すなわち音圧反射率で与えられる。

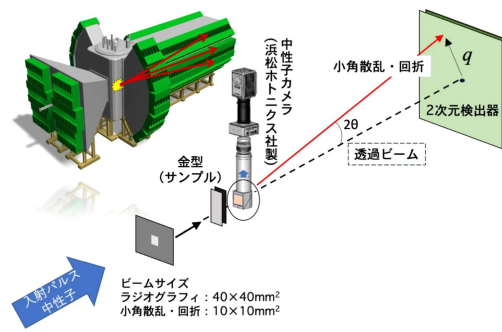


Fig.5 Schematic view showing small-angle neutron scattering (SANS) and neutron image camera (No.2) for the iMATERIA instrument.

すなわち母相 1 とボイド 2 について、音圧反射

率とは、

$$R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (3)$$

である。

検出できる反射体の寸法は、波長の 1/10 程度と言われる。また、傷の寸法が測定できるのは波長の 1/2 程度である。そのため鉄鋼の内部で検出できる傷(ボイド)のサイズは 0.1mm 程度あると言える。小さい傷を検出するには、周波数を高くして波長を短くすれば良いのであるが、波長が短くなると超音波が金属の結晶粒界での乱反射し超音波の減衰が大きくなると言われる。

## 2.2. 透過で見る「中性子ラジオグラフィー」

次に中性子で得られる情報について概観してみよう。図 3 に示したように中性子線と物質の相互作用の結果、吸収や散乱などが多様に起きる。中性子が核に吸収されると、エネルギー状態が励起され、その緩和過程でガンマ線を発する。瞬時に発生するガンマ線を即発ガンマ線と呼び、そのエネルギーは原子核に固有の値となる。そのためガンマ線のエネルギー分析を行えば 元素の種類を同定することが可能である。一方で散乱は、熱・冷中性の波長は原子核のサイズに対して限りなくデルタ関数とみなせるので(フェルミの擬ポテンシャル)、各原子からは球面波(S波)が発生する。これらが原子核の配置に従い、ブラッグ父子の回折条件を満たしながら互いに干渉する。また一部は非干渉性散乱として等方的に飛び散る。非干渉性散乱は水素においては特に顕著である。散乱は図 3 のように散乱は多様である。

これらが起きる確率を断面積  $\Sigma$  の大小で示せば、物質を透過した後の中性子線の強度は、図 4 の上段のランベルトベールの式で与えられる。ここで  $d$  は試料の厚みである。全断面積  $\Sigma$  は、マイクロ断面積  $\sigma$  × 原子数密度  $\rho$  で与えられる。中性子ラジオグラフィーで得られる画像のコントラストは、全断面積の差で与えられる。すなわちコントラストは、 $d, \sigma, \rho$  (または  $\rho$ ) の 3 つのパラメータで決定される。超音波探傷との比較において強調したいのは、ラジオグラフィーは、試験体の背面で検出する手法である。また小角散乱も 試験体の背面において透過光の近傍で観測される。ラジオグラフィーと小角散乱の違いは、2次元検出器が試験体に近接させる(ラジオグラフィー)、また遠方に置く(小角散乱)である。この状況を図 5 に示した。

## 3. 中性子計測の準備

J-PARC の物質生命研究棟 MLF に設置された茨城県材料構造解析装置 iMATERIA (BL20) において、サンプルテーブル上で計測機能を多様化する試みを推進している[2]。本来は小角散乱・回折の装置であるが、これまでに 反射率、イメージング、動的核スピン偏極(コントラスト変調) などを実

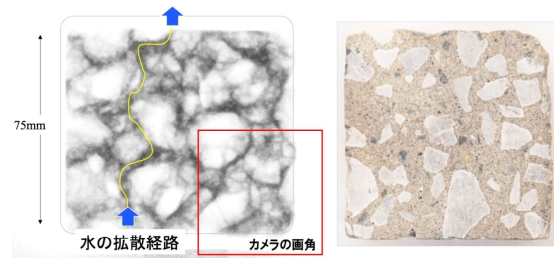


Fig. 6 Picture images of the concrete by neutron radiography (left) and photo camera (right). The white and black parts correspond to the stone aggregate and cement holding water, respectively.

現してきた。ここでは本研究に用いるイメージング設備を簡単に述べる。

### 3.1. iMATERIA 専用中性子イメージング装置

NEDO の支援を受けて令和 4 年度までに iMATERIA 装置では中性子小角散乱と中性子ラジオグラフィーの同時計測システム(1号機)を開発した[4]。NEDO の受託研究では、トヨタ自動車(株) MIRAI の実機単セル(A4サイズ)が運転できるようにサンプル環境を整えた。この試みは 15 年ほど以前に原子炉の SANS-J-II 装置で試みた「小角散乱とラジオグラフィーの同時計測システム」である[5]。燃料電池単セルのような板状の試料の背後に中性子ラジオグラフィーの撮影カメラを出し入れして同時計測を行う設備である。現在は、パナソニック(株)らによって燃料電池単セルのその場計測に活用している。筆者らは茨城県の助成(先端機器整備費)のもとで、令和 5 年度に、汎用性の高い 2 号機としての iMATERIA 専用中性子イメージング装置を建設した。以下に 2 号機の装置性能の概要を記述する。

iMATERIA 装置の試料周りは、通常は真空なので、大気環境で試料を取り扱える大気容器を製作した。1号機に比べて大きな断面積となるように容器の外形を六角形とした。試料ステージ上に試料の移動機構(回転と X-ステージ)を装填し、ステージの上下駆動や移動機構が遠隔で操作できるプログラムを整備した。試料をビームに対して回転することで複数の画像を取得し CT 画像を構築する計画である。

中性子ラジオグラフィカメラは、シンチレータ( ${}^6\text{LiF}$ )、光学ミラー、イメージインテンシファイアユニット(HAMAMATSU C14245-21213-A1、空間分解能は 30  $\mu\text{m}$ )、CMOS カメラ(HAMAMATSU QRCA-Quest qCMOS カメラ、空間分解能は 10  $\mu\text{m}$ )、各種光学レンズからなる。文字通り小角散乱と同時に計測できるように、シンチレータの厚みを 0.1mm と薄くし、これをアルミ基板上に塗布した。光学ミラーは一様な透過性を重視して、シリコンウエハ(2mm 厚み)を用いた。

このカメラで 1 回の撮影で取得できる画像サイズは最大で 50  $\text{mm}^2$  である。これは BL20 のガイド管の断面積が、35×35  $\text{mm}^2$  であるためである。画角の周辺では、像の輝度が低下する。このビーム

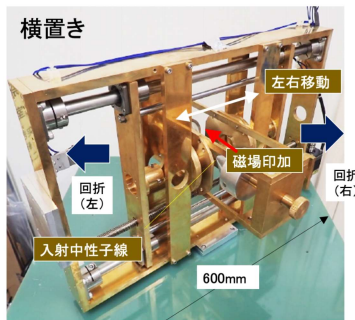
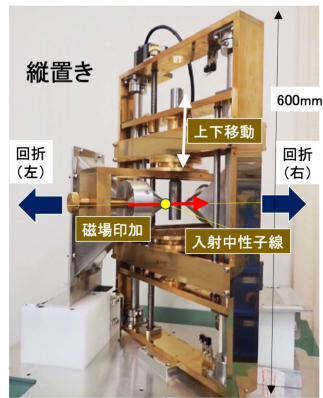


Fig. 7 Photos of sliding machine for a rod-shape steel, prepared for the human resources development program for quantum beam. A magnetic field covers a sample position. A gauge volume ( $2 \text{ mm}^3$ ) is defined by cone-shape Cd shields, allocated at right and left positions.

サイズを大きく上回るサンプルについても、試料ステージとカメラの高さを遠隔操作で変更することで複数の画像を取得して、これを PC 上で合成して大面積の画像とする。このための画像処理プログラムを自作して整備した。中性子イメージングの取得画像は飛行時間法を活かして  $10 \text{ msec}$  ごとに取得ができるため、画像のエネルギー（波長）依存性が観察できる。令和5年度は、同一ビームラインにおける同一試料のマルチアナリシスの試みとして、即発ガンマ線分析のためのゲルマニウム検出器を導入する計画である。この計画の概念は文献2の図16にある。

2号機のイメージングカメラで撮影例を図6に示した。サンプルは骨材を含むコンクリート片（厚み  $20\text{mm}$ 、若築建設（株）提供）である。一片が  $75\text{mm}$  であるコンクリート片を複数回、移動して撮影し、PC上で合成した。骨材の周りに水を含むモルタルが3次元ネットワーク状に存在する様子が鮮明に可視化されている。CT画像の構築は現在準備中である。

### 3.2. 鉄鋼局所の回折測定への準備

鉄鋼の局所の構造を観察するために、鉄鋼移動装置を製作した(図7)。中性子ビームに対して JIS 規格の4号試験片を  $0.1\text{mm}$  の精度で再現性良くに

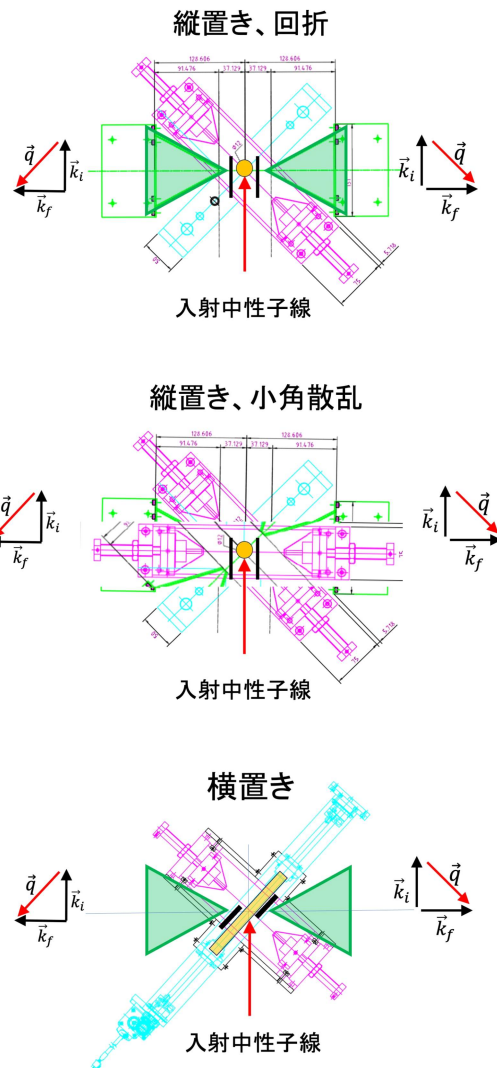


Fig. 8 Schematic views of sliding machine for a rod-shape steel (orange), prepared for the human resources development program for quantum beam; vertical movement for ND (upper), vertical movement for SANS (middle) and horizontal movement for ND (bottom). A magnet (drawn by pink) and cone-shape Cd shields (green) are allocated at right and left positions.

移動できる。左右1組のコーン型コリメータを設置し、数ミリサイズのゲージボリュームが定義できる。また核散乱と磁気散乱を分離するために、観測位置に磁場を印加できるように磁石を設置した。

製作した鉄鋼移動機構は、縦置きと横置きが選択でき計測のバリエーションを確保した(図8)。縦置きの場合(図8a)、磁場方向、また観測方向(散乱ベクトル)は試験片の長軸に直交する。このため iMATERIA 装置の  $90$  度方向の検出器バンクにおいては、入射中性子の左右で、核散乱と磁気散乱を選択的に観測(分離)できる計画である。縦置き(図8b)で、コーン型コリメータ(緑)を外した場合は、中性子線と直交する方向に磁場を設置できる。このとき、前方の小角散乱の検出器

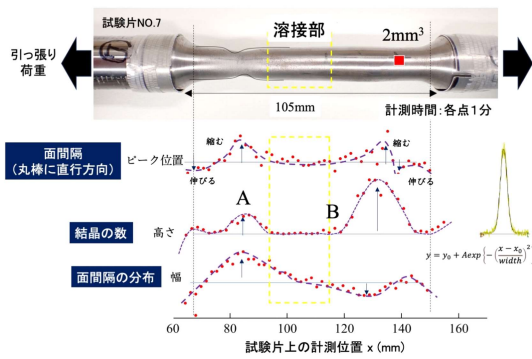


Fig. 9 (upper) rod-shape ferritic steel after large plastic deformation and (bottom)  $q$ -position, peak height and width (standard deviation), originating from 110 diffraction observed by ND.

場では核散乱と磁気散乱を分離して観測できる。横置き (図 8c) とすれば、4 号試験片の長軸方向、短軸方向の同時観測が可能になる。

#### 4. 引っ張り弾塑性変形の観察

##### 4.1. 実験結果

突き合わせ溶接した鉄鋼 (低炭素フェライト鋼 SS400) を円筒状の 4 号試験片に削り出した (日立市, 関根鐵工所)。この試験片を大型引っ張り試験機 (茨城県工業試験場 所有) を用いて弾塑性変形を施した。塑性変形後に破断した試験片の破断面は、カップ&コーン型であった。破断直前で引っ張り試験を止めた試験片について、各所の太さをノギスで計測した。中央に位置する溶接部の左右で試験片が首れる「塑性変形」が確認できる。

##### 4.2. 回折および小角散乱から分かること

iMATERIA 装置の 90 度方向の検出器バンクを利用して、結構材料を 2mm のステップで移動させながら回折線(110)を観測した。各場所で得られた回折線をガウス関数で評価しその波数位置、強度、線幅を定量化した。先に準備したコーン型コリメータで決まるゲージボリュームは 2mm<sup>3</sup>であった。観測する散乱ベクトルの方向は試験片の長軸と直交する方向である。

太さの実測で確認された塑性変形分において 110 面の間隔が 0.5%程度減少していることが確認できた。(110)の回折線の高さ(強度)が大幅に増加していることから、試験片の長軸と直行する方向に(110)が多く配向していると考えられる。線幅においては、より顕著にネッキングしている A 点において増大し、その反対の位置においては、減少していることが確認できた。

一方、前方に現れる小角散乱では、試験片の直径が 10 ミリ以上であるため多重散乱による影響が無視できない。このため詳細な構造の解析は断念するとして、小角散乱 (波数  $q=0.01 \text{ \AA}^{-1}$ ) の強度

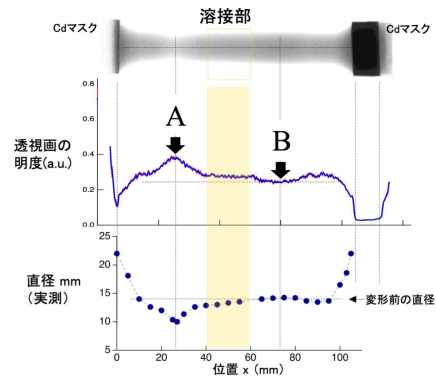


Fig. 10 NR image (upper), brightness along a center line (middle) and diameter of rod-shape ferritic steel measured by a micrometer caliper.

の場所依存性のみに着目した。塑性変形が最も進んだ A 点においては、小角散乱の強度が約 4 倍増大した。また溶接部の両端においても、それ以外の場所と比べて小角強度の増大が確認された。ナノクラックの発生により、クラック内部の空気と母相のフェライト鋼の間のコントラストにより小角散乱の強度が増大したと考える。

##### 4.3. 透視画からわかること

中性子線に対して試験片を動かすことで、端から端の透視画像を 4 枚取得した。輝度ムラや、バックグラウンド(ノイズ)の補正を施した後、画像を合成し大面積化した。試験片の中心部分の輝度(明るさ)を読み出し図示した(図 10)。先に述べたように透視画の輝度は同一素材については、厚み  $d$  と質量密度  $\rho$  の両者の掛け算に依存する。

ここでは試験片の代表点 (A と B) について考察をしてみよう。A 点は塑性変形が最も進みネッキングが起きている領域、B 点は弾性変形の領域である。輝度から算出される透過率  $T_R$  は、A 点、B 点、それぞれ  $T_R = 0.60, 0.37$  である。

これを厚みの変化を考慮してランベルトベールの関係式に基づいて、見かけの全断面積  $\Sigma_{exp}$  に換算すると、 $\Sigma_{exp} = 0.5, 0.75 [\text{cm}^{-1}]$ であった。このとき A 点、B 点における厚みは、実測値  $d=10.0 \text{ mm}, 14.2 \text{ mm}$  を用いた。両者にはおよそ 30%程度の差があるが、これを A 点、B 点における実効密度と読みかえれば、A 点では質量密度 30%程度、減少したことになる。破断直前の塑性変形分において、試験片内部にナノクラックが発生し、実効密度が低下したと考える。

##### 4.4. 破断寸前の塑性変形の下でのマイクロな描像

フェライト鋼は室温における大変形もとで 110 面で滑り変形、または双晶変形を起こすとされている。また変形方向は 111 面方向である。今回のような破断寸前のネッキング領域においては、BCC 結晶の内部の滑り変形や双晶変形を繰り返す中で 110 面が引っ張り応力の方向に回転するという塑性流動的な変形が起こると考えるのは自

然であろう。このような変形は転位の各所で歪みを生じ、ナノクラック（マイクロな傷）の発生を伴うだろう。小角散乱はナノクラックの発生を散乱強度の増大と言う形で感度良く捉えた。また中性子ラジオグラフィはナノクラックの発生を実効密度の低下として捉えた。実効密度の低下は約30%であると定量化された。

## 5. 今後の展開

今回報告した活動と並行して、プラスチック加工の現場（茨城県プラスチック協会ら）との連携を進める。進行中の中性子利用を紹介すると以下の通りである。(1) 成形加工時の残留応力が原因で生じる「成型品の歪み」を解決するために、中性子弾性散乱を計測する。高分子鎖の運動性を定量化し、この知見をもとに加工の温度管理の最適化する。(2) 繊維やプラスチックのリサイクル現場において、廃材を化学種ごとに分別する方法を、各種の量子線を複合して確立する。(3) 茨城県の伝統品である結城紬（絹織物）の染色メカニズムを分子レベルで明らかにする。

この人材育成事業と連動させて、鉄鋼協会の評価・分析解析部会においてフォーラム（接合・リサイクル技術へのフルパワー中性子線の活用）を発足させた。中性子線による各種の観察と、電子顕微鏡による実空間観察の連携を議論する計画である。また茨城県中性子利用研究会においては、量子線リサイクル研究会を発足させた。中性子産業利用推進協議会研究会の金属材料研究会や、小角散乱＜実験デザイン・解析＞研究会を介して県内の中性子利用の試みを発信する計画である。

## 謝辞

本活動は茨城県人材育成事業、および茨城県先端研究事業の助成もと実施された。鉄鋼の回折実験の解釈に関しては友田陽先生（茨城大学名誉教授）にご助言いただいた（コメントの大半は今後の検討を要する宿題である）。

## 参考文献

- [1] S. Koizumi, Y. Noda, T. Maeda, T. Inada, S. Ueda, T. Fujisawa, H. Izunome, R. A. Robinson and H. Frielinghaus. *Quantum Beam Sci.* 2020, 4, 42; doi:10.3390/qubs4040042.
- [2] 小泉 智, 波紋 Vol. 33, No.3, 98-106 (2023).
- [3] 「絵とき超音波技術基礎のきそ」谷村康行（日刊工業新聞）
- [4] NEDO 受託研究「燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業/共通課題解決型基盤技術開発/「プラットフォーム材料の解析及び解析技術の高度化の技術開発」(2020年度～2022年度)」
- [5] H. Iwase, S. Koizumi et al. *NIM in Phys. Res. A*, 605, 95–98 (2009) .

## 著者紹介

小泉 智（こいずみ さとし）

略歴:1993年 京都大学工学研究科高分子化学専攻 単位取得認定退学, 日本原子力研究所入所. 1995年 京大工博.

所属:茨城大学工学部, 総合科学研究機構 CROSS

e-mail : satoshi.koizumi.prof@vc.ibaraki.ac.jp

専門 : 中性子科学, 高分子科学

趣味 : リサイクル (古本)



峯村哲郎（みねむらてつろう）

略歴 :

所属 : 総合科学研究機構 CROSS

e-mail :

専門 :

趣味 :

田中志穂（たなか しほ）

略歴 :1993年 広島大学理学部卒

所属 : 総合科学研究機構 CROSS

e-mail : s\_tanaka@cross.or.jp

専門 : 中性子産業利用促進、人材育成 (事務局)

趣味 : テニス



能田 洋平（のうだ ようへい）

略歴 :平成13年, 京都大学総合人間学部卒, 平成19年同大学院理学研究科化学専攻修了, 京大理博.

所属:茨城大学工学部, 総合科学研究機構 CROSS

e-mail :

専門 : 中性子小角散乱, 核スピン偏極, 磁気共鳴

趣味 : ホッケー, 水泳



前田知貴（まえだともき）

略歴 :

所属 : 茨城大学, 総合科学研究機構 CROSS

e-mail :

専門 :

趣味 :

中村雅俊（なかむらまさとし）

略歴 :

所属 : 総合科学研究機構 CROSS

e-mail :

専門 :

趣味 :

長 佑紀 (ちょうゆうき)  
略歴：令和 6 年 茨城大学工学部卒。  
同年 茨城大学大学院入学  
所属：茨城大学大学院量子線科学専攻博  
士前期課程  
e-mail：4nm947t@vc.ibaraki.ac.jp  
専門：中性子小角散乱  
趣味：音楽鑑賞



専門：  
趣味：

山田 亮 (やまだ まこと)  
略歴：平成 28 年，茨城大学理学部卒  
所属：FTEC 株式会社 研究開発室  
e-mail：yamada.makoto@ftceweb.co.jp  
専門：プロセス化学  
趣味：ドライブ



飯田洋輝  
略歴：2020 年 兵庫県立大学大学院  
物質理学研究科物質科学専攻修了，  
理学修士。  
所属：FTEC 株式会社 研究開発室  
e-mail：iida.hiroki@ftceweb.co.jp  
専門：プロセス化学  
趣味：映画鑑賞，読書



泉妻英樹 (いずのめひでき)  
略歴：2001 年 有限会社 日立電機工  
業 入社  
所属：(有) 日立電機工業  
e-mail: izunome@hd-inc.co.jp  
専門：ソフトウェア  
趣味：DIY、電子工作、天体観望



寺門 均 (てらかどひとし)  
略歴：  
所属：茨城県鉄構工業協同組合，非破壊検査協会東関  
東支部  
e-mail：  
専門：  
趣味：

小島秀則 (こじまひでのり)  
略歴：  
所属：ジャパンエコーサービス (株)  
e-mail：  
専門：  
趣味：

松崎博彦 (まつざきひろひこ)  
略歴：  
所属：日本エンドタブ協会  
e-mail：