

## 特集

## 光エネルギー利用技術

## 放射光のエネルギー関連分野への応用

## Applications of Synchrotron Radiation to Energy Industrial Fields

川崎 宏 一\*

Koichi Kawasaki

## 1. はじめに

“夢の光”と期待を持って呼ばれている放射光はシンクロトロンを用いて発生させるため、シンクロトロン放射光とも呼ばれる<sup>1)</sup>。英語表記では、Synchrotron RadiationまたはSynchrotron Orbital Radiationとされ、SRまたはSORと略記される。出現してまだ十余年と新しく、学術的利用が先行し、実用面への応用はまだこれからと言う段階である。しかし、従来の実験室で用いられるX線源に比べ極めて強力で、動的解析、被覆下の解析、極微量解析など新しい解析手法が開拓されつつあり、エネルギー分野にも大きな応用可能性を有している。ここでは、筆者が新日本製鐵株式会社に在籍し、つくばの高エネルギー物理学研究所において従事した実用研究について概括するとともにエネルギー分野への今後の応用の期待について述べる。

## 2. 放射光とは

放射光は高速で直進している電子の軌道を磁石によって曲げると発生する。図-1に放射光の発生を模式図で示した。電子または陽電子はぶどうのふさのように固まりとなって真空中を直進するが、磁石によって軌道

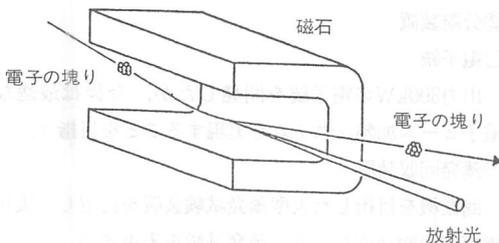


図-1 放射光の発生

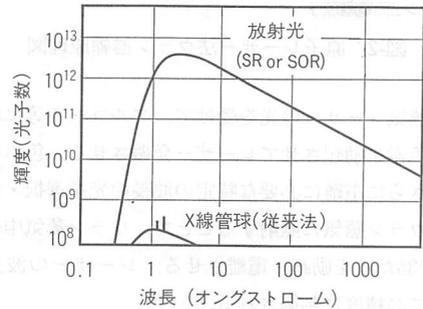


図-2 放射光の輝度

を曲げられると、光子(フォトン)を放出する。この放出された光子が放射光である。放射光の輝度を図-2に示す。縦軸の輝度とは単位面積当たりの強さのことである。この図は高エネルギー物理学研究所の標準的な放射光の輝度とX線管球の輝度を比較して示したが、放射光はX線管球に比べ、その強さは1万倍に達する。放射光がこのような強い理由は、X線管球ではX線は全ての方向に発生するが、放射光は電子の運動方向に指向性の高い細いビームとなって発生し、他の方向には放射されないためである。また、ミラーで集光することにより、さらに100倍強くすることもできるし、多極ウィグラーとかアンジュレイターと呼ばれる特別の放射光の発生方法を採用してもさらに100~1万倍強くなる。さらに、現在、兵庫県に建設中のSPring-8<sup>2)</sup>は電子の加速エネルギーが8 GeVと、高エネルギー物理学研究所の2.5 GeVに対し高く、特に貫通力の高い短波長領域で強度は2~3桁高くなっている。

## 3. 放射光の特徴と利用法

放射光はその強さにまず第一の特徴がある。強いために、従来検出できなかった微量物の元素分析や構造解析が可能になってきている。元素分析ではppmからppbへと研究が進展しているうえ、微小領域の解析

\* 新居浜工業高等専門学校数理科教授  
(前 新日本製鐵(株)先端技術研究所)

〒792 新居浜市八雲町7-1

も可能となってきた。マイクロビームの直径は $1\mu\text{m}$ オーダーまで小さくなってきている。 $\mu\text{m}$ ～サブ $\mu\text{m}$ の薄い表面の解析も可能となってくる。また、強いということは短時間で測定ができるということである。すなわち、動的解析、動的観察の道が開けてくる。

次にビームの平行性が高いことが大きい特徴である。放射光はもともと指向性が高いのでX線の角度発散はわずか数秒(1度の千分の1程度)と小さい。マイクロビームで平行性が高いビームが得られれば、微小領域の構造解析に威力を発揮すると期待される。また、ビームの平行性が高いことはX線テレビなどの像観察にも適している。

第三の特徴としては波長を自由に換えられるということが挙げられる。短い波長を選べばX線の特徴である貫通性をいかに発揮できる。例えば、鋼板を例にとると、従来のX線管球では $0.06\text{mm}$ 厚みが最適であるが、放射光では $0.5\text{mm}$ 厚みまで解析が可能である。さらにSPring-8では短い波長を選択できるため、飛躍的に厚い材料の解析が可能となると考えられる。

また、製造工程のシミュレートのための高温での実験を考えると、試料室の窓などかX線を遮蔽するため、の貫通力が高い放射光は極めて好都合である。また、被覆材料の表面の被覆層を貫通して表面下の解析も可能となる。波長を変えてX線の進入深さを変えれば、試料の表面層や内部など好みの深さの構造解析や残留応力測定が可能となろう。

吸収端と呼ばれる波長のX線は元素に特有であるため、これを利用した元素別の構造解析法であるEXAFS(エグザフス)という方法も波長選択性を生かした手法で、触媒の開発研究に大いに利用され、省エネルギーに役立っている。

#### 4. 放射光の電磁鋼板への応用

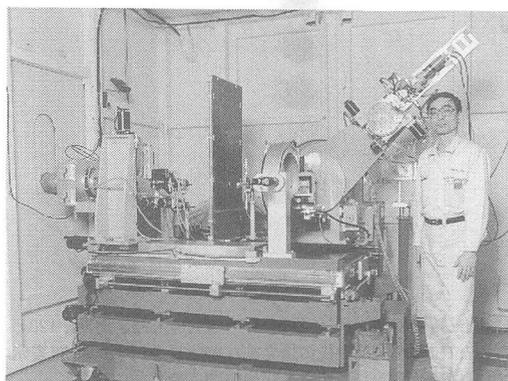
変圧器、モーターなど電気機器の鉄心に大量に用いられている電磁鋼板(Fe-3%Si合金板;重量%)は鉄損と呼ばれるエネルギー損失が最小になるような性質が要求される。電磁鋼板は日本で一年間に約100万t消費されていて、鉄損を電力代に換算すると一年間に約1兆円の巨額にのぼるといわれる。鉄損の低減は省エネルギーのための緊急かつ重要な課題である。電磁鋼板の製造工程において圧延材を短時間(1分程度)加熱すると直径約 $20\mu\text{m}$ の均一な微細結晶粒となる。この段階では鉄損はまだ大きい値を示す。引き続

いて高温加熱を行うと直径 $2\sim 10\text{mm}$ の巨大粒が微細な結晶粒に置き換わり鉄損が著しく低減する。この巨大粒生成および巨大粒成長を高温で動的観察した。

##### 4.1 高温での結晶粒投影による巨大粒生成の観察

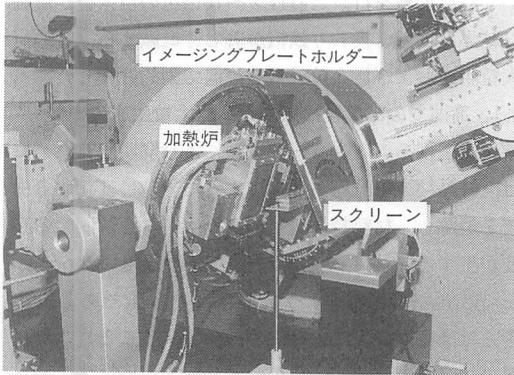
生産工程をシミュレート実験により解明するためには、結晶粒方位分布が加熱によって急速に変化する様子を追跡し、材料特性変化のメカニズムを解明する必要がある。ところが実験室X線源を用いたpoint-by-point法ではこのような追跡は不可能である。筆者らは高感度の二次元検出器を採用することにより材料の結晶粒方位分布変化の動的観察を可能にする結晶粒投影法を開発し、それを電磁鋼板の高温観察に応用することに成功した<sup>3)</sup>。

まず、高エネルギー物理学研究所と共同でビームラインを構築し、写真1に示すような放射光用X線回折装置を設置した<sup>4)</sup>。この実験装置は大型で、実物試料を用いた実験に適している。この装置の試料搭載部に高温加熱炉を装着し、試料を入れた加熱炉を回転させると同時に、二次元検出器の回転も行う。写真2は測定装置の写真である。中央に見えるのが回折計の中心にある加熱炉である。また円弧型の開口部を有するスクリーン、そしてイメージングプレートを貼付した湾曲ホルダーが見える。試料からスクリーンまでの距離は $200\text{mm}$ である。試料は厚さ $\sim 0.2\text{mm}$ と製品と同じ厚みで観察可能である。この動的観察用高温加熱炉は電磁鋼板を実際の熱処理工程と同じ環境下に置いて観察するために特別に開発した。加熱中、炉内を中性雰囲気を保つ必要があるのでアルゴンガスを流すようにした。放射光はモノクロメータ(単波長化装置)で波長 $0.6\text{\AA}$ に単色化されたあと試料に入



高エネルギー物理学研究所放射光実験施設に設置されている。人物は筆者である。

写真1 放射光用X線回折装置

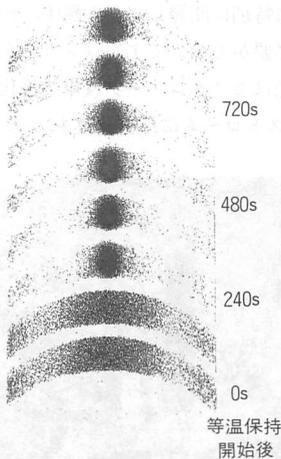


高エネルギー物理学研究所放射光実験施設に設置されている。

写真2 結晶粒投影法の装置写真

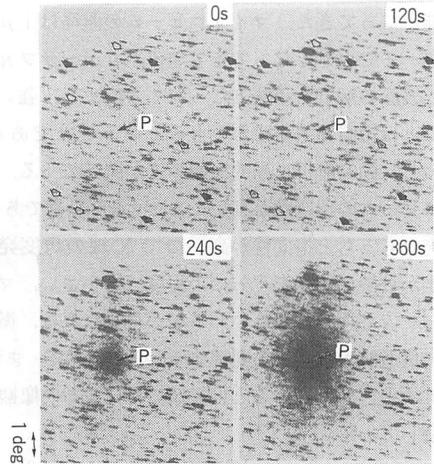
射し、回折X線はスクリーンを通り、イメージングプレートに記録される。イメージングプレートは新しい二次元検出器で高い検出感度を持つ<sup>5)</sup>。

試料片を加熱炉内にセットし960℃に達したところで等温保持し、測定を開始した。その経過を図-3に示す。常温に比べ高温ではX線回折強度が半減するが、それでも10°の角度範囲のパターンを記録するのに要する時間は40秒であった。加熱直後（最下部、0s）のパターンは加熱前と同じ結晶方位分布の集積を示している、加熱によってすぐには変化が生じないことを示している。次の120s経過後のパターンでも同様であ



試料回転角度範囲：10°，投影時間：各40s，測定周期：120s。ゴス方位粒の潜伏期間後の爆発的な粒成長を示す。時間表示は等温保持を開始してからの経過時間（秒）である。

図-3 電磁鋼板の960℃等温保持中繰り返し測定した結晶粒投影図



ゴス方位粒近傍の投影を8倍に拡大，試料回転角度範囲：10°，投影時間：各40s，測定周期：120s。爆発的に粒成長したゴス方位結晶粒の発生位置をPで示す。0s，120sは潜伏期間に相当するが，斑点が大きくかつ黒化度が強くなっているものを白矢印で，斑点が小さくかつ黒化度が弱くなっているものを黒矢印で示した。

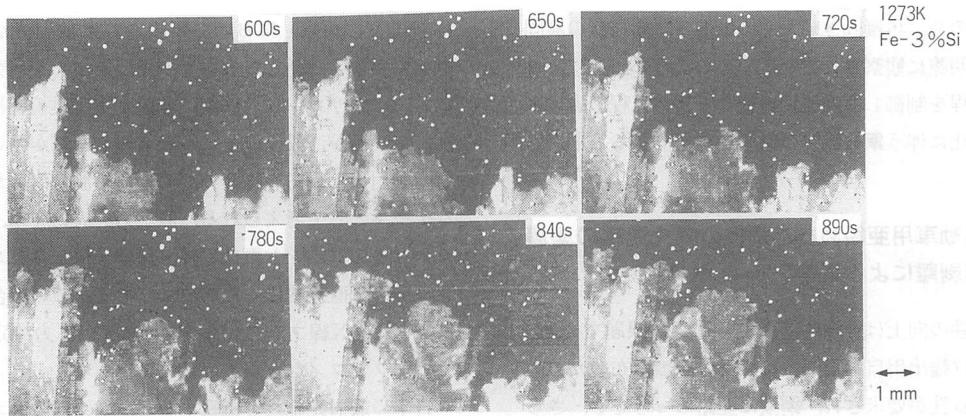
図-4 電磁鋼板の960℃等温保持中に繰り返し測定した結晶粒投影図の拡大観察

る。しかし、240s後には突然激しい結晶粒方位分布の集中が生じ、鋭いピークが形成されていることが見られる。このピークは時間の経過とともにその強度を増していく。潜伏期間の後のこの突然の方位分布の集中は鉄損の低いゴス方位粒の出現を表しているが、このような高温での動的観察に世界で初めて成功した。

巨大粒生成初期を詳細に調べるためパターンを8倍に拡大して図-4に示す。図において0s，120sという時期は潜伏期間に相当する。240sのパターンには中央部にゴス方位粒の方位集積ピークが現れ、360sではそれが急激に成長している。ゴス方位粒の出現した位置P点を120s，0sとのように時間をさかのぼってしらべてみるとそこには平均サイズ以上の大きな斑点は認められない。ゴス方位粒が先行して成長した粒を追い抜いて、急激に成長したことが分かる。このようにゴス方位粒の生成の起源を明らかにし、製品の高特性能の手がかりを得ることが可能となった。

#### 4.2 高温でのX線テレビによる巨大粒成長の観察

1/30秒に1画面の高温X線テレビによって電磁鋼板の巨大粒成長の観察を行った<sup>6)</sup>。放射光は従来のX線源の1万倍以上の超強力な高平行ビームでありながら、なめらかに連続した波長スペクトルを有するため、結晶の微妙な変形や回転にも像観察がよく追従し、X線テレビ（トポグラフィともいう）に適している。図-



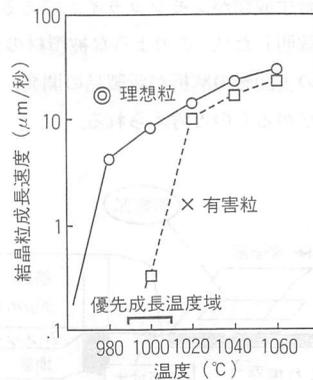
ビデオ収録画像を撮影した。画面右肩に経過時間を示す。

図-5 電磁鋼板の960°C等温保持中のX線テレビ観察

5に示すように電磁鋼板の巨大粒の成長界面の移動挙動を960°CにおいてX線テレビにより世界で初めて観察し、突出位置から成長界面が優先的に移動するとの知見を得た。この研究により高温での粒成長速度が実測可能となり、移動メカニズムの研究ばかりでなく、実用性の高い研究につながった。一例を示すと、図-6に示すように電磁鋼板の粒成長速度の温度依存性を明らかにすることができた。すなわち、理想粒（ガス方位粒）と有害粒（鉄損が高い）の成長速度の差が最も大きい温度域を把握できる<sup>7)</sup>。

### 5. 高温でのX線テレビ観察による鉄の凝固過程の観察

図-7に示すように鉄の凝固過程が観察されている<sup>8)</sup>。これは0.3mm厚みの単結晶鉄板を温度勾配下で溶解



理想粒（ガス方位粒）と有害粒（鉄損が高い）の成長速度の差が最も大きい温度域ではガス方位粒が優先成長し、鉄損が低減する。

図-6 電磁鋼板の粒成長速度の温度依存性

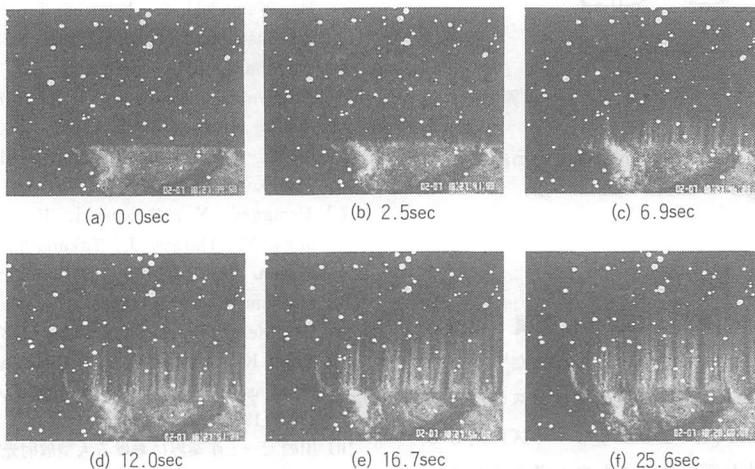
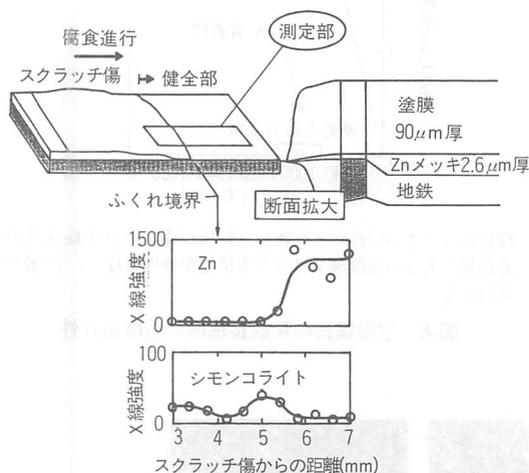


図-7 高温でのX線テレビによる鉄の凝固過程の観察

させたのち、再凝固させたものである。樹枝状の凝固模様が明瞭に観察されている。このような研究により凝固過程を制御し薄肉連続鋳造など製造工程の省エネルギー化に伴う鋼材品質の低下を防止できると期待される。

## 6. 自動車用亜鉛めっき鋼板の腐食過程の塗膜非剥離による観察

防食性の向上は資源的にみても重要な課題である。北米向け輸出用自動車鋼板は冬季の岩塩散布のため高度の防食性が要求され、鋼板に亜鉛めっきをし、さらに塗装を行っている。塗膜下の腐食過程特に腐食先端の解析を行うことは防食設計、加速試験法の評価のために極めて重要である。図-8に示すように塗膜非剥離により初期腐食生成物がシモンコライトであることを世界で初めて証明した<sup>9)</sup>。このような被覆材の他、酸化膜など材料の表面層の解析が新製品の開発、製品特性の改善につながるものと考えられる。



初期腐食生成物がシモンコライトであることを世界で初めて証明した。

図-8 自動車用亜鉛めっき鋼板の腐食過程の塗膜非剥離による観察

## 7. 今後の発展

SPring-8の計画に際し、1991年に金属・機械分野での放射光の利用ニーズについてまとめた<sup>10)</sup>が、新製品の開発、製品特性の改善、製造プロセスの改善についての希望が多かった。このようなニーズに対しては上述した研究手法が活用できるものと考えられる。

今夏より、筆者は金属系材料研究開発センター（略

称JRCM、東京）において新設された放射光活用サロンに参加し、新たな放射光利用のテーマを研究している。このサロンには鉄鋼、非鉄、重工業の各社が参加しているが、設備保全についてのニーズが強い。放射光を用いた疲労やクリープの寿命予測の研究が大きなテーマとして考えられる。原子力、火力発電、ボイラーなどのプラント寿命延長、保守・保全などエネルギー分野に直接関係したテーマである。この場合の手法としてはX線フラクトグラフィ、X線応力測定、X線トモグラフィなどがあげられよう。

日本の放射光施設を概観すると、つくばの高エネルギー物理学研究所では、大学、各研究機関の他、NTT、NEC、日立、富士通など電機産業、新日鐵など鉄鋼、石油、化学、薬品の企業も参加して研究が行われている。SPring-8は現在建設中で1997年春の稼働を目指しており、企業の参加が見込まれる。また、立命館大（滋賀県）、広島大（広島県）でも企業の利用は可能であり、産業専用としての“なのはな計画”（千葉県、日本能率協会）など放射光施設の、稼働・計画が続いている。このように放射光の利用機会が増しつつあり、今後のエネルギー関連分野での放射光利用の発展が大いに期待されるところである。

## 参考文献

- 1) 日本物理学会編；シンクロトン放射（1986）、培風館。
- 2) SPring-8利用者情報、高輝度光科学研究センター発行、隔月刊。
- 3) 川崎宏一、岩崎博；放射光、5巻、（1992）、239～251。Kawasaki, K., Iwasaki, H. ; J Synchrotron Radiation, Vol. 2, (1995), 49～55.
- 4) Kawasaki, K., Takagi, Y., Nose, K., Morikawa, H., Yamazaki, S., Kikuchi, T., Sasaki, S. ; Rev. Sci. Instrum. Vol. 63, (1992), 1023～1026.
- 5) Miyahara, J., Takahashi, K., Amemiya, Y., Kamiya, N., Satow, Y. ; Nucl. Instr. Meth. Vol. A 246, (1986), 572～578.
- 6) 川崎宏一、松尾宗次、牛神義行、河田洋；鉄と鋼、77巻、（1991）、2044～2051.
- 7) Ushigami, Y., Kawasaki, K., Nakayama, T., Suga, Y., Harase, J., Takahashi, N. ; Mater. Sci. Forum, Vol.157-162, (1994), 1081～1086.
- 8) Matsumiya, T., Yamada, W., Ohashi, T., Nittono, O. ; Metal. Trans., Vol.18A, (1987), 723～727.
- 9) Nose, K., Kawasaki, K., Hayashi, K., Morikawa, H., Sasaki, S. ; Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 280, (1993), 557～560.
- 10) 川崎宏一；産業界における大型放射光施設利用調査報告書（Ⅱ）（1991）、大阪科学技術センター、156～163.